

(190) 電顕その場実験法による融解・凝固の直接観察

名大(工)O坂 公恭、(院)伊藤勝義、(工)井村 徹

最近、EMを用いた固相内での相界面の観察が盛んに行われており、その構造について原子レベルでの知見が集められつつある。しかしながら、金属工学で重要な位置を占める固体・液体間の界面構造に関しては、通常のEM観察は全く無力であり、その場観察が必要となる所以である。ここでは、固液界面についてのEM内動的観察を紹介する。

最近 InSb の電顕内での加熱実験中に、InSb の融点以下の温度でも、(In-richな) InSb の液滴を細かく分散させることが出来ることを見出した。すなわち、InSbの状態図は、化学量論的化合物 InSb がcongruent に存在するが、その構成元素のうち特に Sb の蒸気圧が高いため、融点以下の温度においてもSbが優先的に蒸発するため化学量論的組成からずれる。In, Sb, InSbの固相の溶解度は殆どないため、155 °C以上の温度ではL + InSb の2相領域に入ってしまう。図1はこのような状態の組織を示すもので、Lで示した領域がIn-rich な液滴である。この領域からの回折図形は(C)に示すようにハローを呈し、この領域が非晶質または液体であることを示している。(D)はこのハローを用いた暗視野像である。もちろん、この状態から冷却すれば、液滴の一部は結晶化しInSbを晶出することになるが(Fig1 (b) 参照)、この場合、新たに晶出するInSbは基板のInSbにエピタキシャル成長し、

LPE (Liquid-Phase Epitaxy, 液相エピタキシー) 成長のその場観察が可能となる。

さて、Fig.1(a) からも明らかなように、液滴は完全な球ではなく、 $\langle 111 \rangle$ 方向に伸びていることが分る。即ち、固液界面に異方性があることを示している。この固液界面を高分解能観察すると図(d)に示すように結晶質のInSb中には(111) 格子縞が見られるが、液滴中には見られない。また、固体から液体への遷移は極めて急激である。さらに、(111) に沿った界面は非常に直線的 (facet) であり、ステップは認められないのに対し、曲がった界面では逆にfacettingは見られない。

固液界面の原子構造に関しては有名なJackson の理論がある。すなわち、固液界面の形状はJacksonのパラメーター α に依存する。即ち、 $\alpha = 2$ を境にして、 $\alpha > 2$ では原子的にsmooth (or faceted) な、 $\alpha < 2$ では原子的にrough (or non-faceted) な界面が得られることになる。InSb に対してはJacksonのパラメーター α は7となり、原子的に smooth な界面が期待されるが、これはこの観察結果と良く一致している。この他に、Al母相中にembedされたIn粒子の融解、凝固過程の直接観察についても報告する予定である。

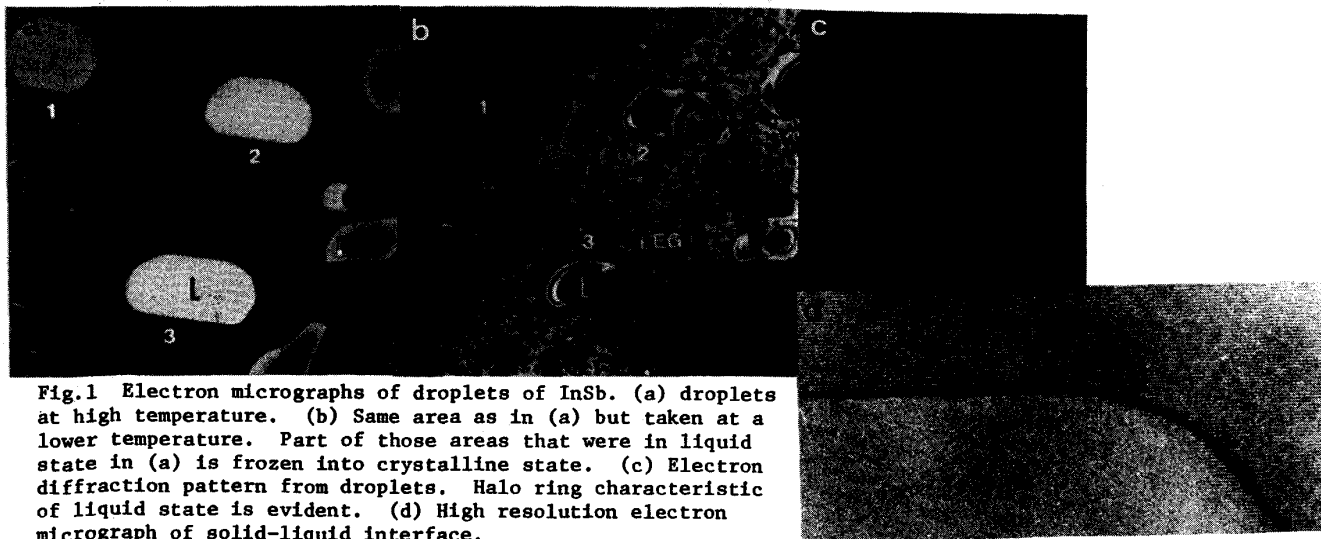


Fig.1 Electron micrographs of droplets of InSb. (a) droplets at high temperature. (b) Same area as in (a) but taken at a lower temperature. Part of those areas that were in liquid state in (a) is frozen into crystalline state. (c) Electron diffraction pattern from droplets. Halo ring characteristic of liquid state is evident. (d) High resolution electron micrograph of solid-liquid interface.