

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2023.12.26] [Update : 2023.12.26]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	22KU0038
利用課題名 Title	Al-Si融解初期過程のTEM内その場観察（試料作製）
利用した実施機関 Support Institute	九州大学
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	マテリアルの高度循環のための技術/Advanced materials recycling technologies 次世代ナノスケールマテリアル/Next-generation nanoscale materials
キーワード Keywords	集束イオンビーム/Focused ion beam,集束イオンビーム/Focused ion beam,資源 使用量低減技術/ Technologies for reducing resource usage

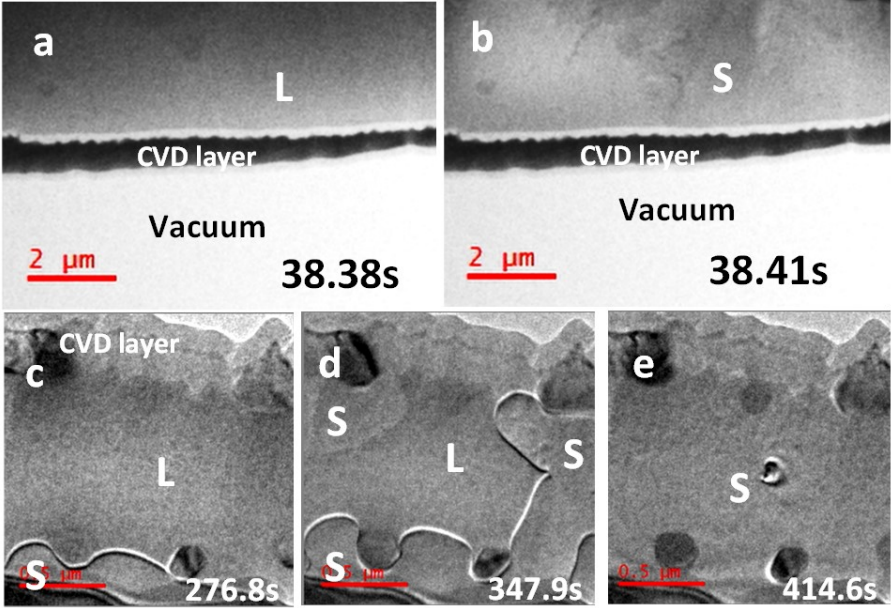
利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	佐々木 勝寛
所属名 Affiliation	株式会社UACJ
共同利用者氏名 Names of Collaborators in Other Institutes Than Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Collaborators in The Hub and Spoke Institutes	GAO HONGYE
利用形態 Support Type	技術補助/Technical Assistance

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	KU-013 : キセノンプラズマ集束イオンビーム加工・走査電子顕微鏡複合機
---------------------------------	--

報告書データ / Report

<p>概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</p>	<p>Al-Si合金は典型的な共晶系状態図を示す。融解初期における液相の存在形態はAl合金の融解・凝固過程を考えるうえで重要である。集束イオンビーム(FIB)加工法を用いて、Al-Si合金の融解・凝固過程その場観察法を開発した[1]。FIBイオンビームには一般にGaが用いられている。Al-Ga, Si-Gaともに共晶系で、融解挙動に影響を与え得る。Al, Siと反応を起こさないXeプラズマ集束イオンビーム(PFIB)加工法による試料と比較したところ、GaによるAl-Si共晶組成のAl側へのずれ、共晶温度の低下が見いだせた。</p>
<p>実験 Experimental</p>	<p>試料は、共晶組成の4047合金を用いた。Gaを用いたFIB(GaFIB)には、鈴鹿高専のHitachi NB-5000をPFIBには九州大学のFEI Helios 5 Hydra DualBeamを用いた。日新EM社製FIBグリッドUF3型Moメッシュ上に透過電子顕微鏡(TEM)用薄膜試料を作製後、表面をCH₄:C₂H₂=1:3プラズマCVD膜により100nm厚でコートした。TEM観察はHitachi H-9000NAR中で、Gatan-652を用いその場加熱観察した。試料を共晶点近傍まで加熱した後、2°C/minで融解が観察されるまで加熱した。融解観察後は-2°C/minで試料全体が凝固するまで冷却した。</p>
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>±2°C/minで加熱冷却観察すると、PFIB試料では融解は表面から始まり、残留Siは観察されなかった。凝固(Fig.1a,b)は1/30s以内で完了した。GaFIB試料の融解では残留Siが観察され、凝固(Fig.1c,d,e)は緩やかに進行した。融解・凝固温度はPFIB試料に対しGaFIB試料は約19K低かった。Al-Ga-Si三元系の平衡状態図は、著者の知る限りにおいて報告されておらず、計算状態図も報告されていない。類似の系としてAl-Ga-Ge三元状態図の報告がある[2]。Ga-Ge系はGa-Si系と類似した共晶点Ga側に非常に偏った共晶系であり、Al-Ge系もAl-Si系と類似した共晶系であり、両者は類似した三元共晶系を形成し得ると考えられる。Al-Ga-Geでは、共晶温度はGa濃度が上昇するにつれ約3.3K/mol%で急激に低下する。また、共晶組成はAl側にシフトする。AlへのGaの固溶度はAl-Si共晶温度で2mol%で、温度低下とともに増加し最大約8mol%である。Al-Ga-Geと同様な特性がAl-Ga-Si系でもあれば、融液中への残留Siや融解温度の低下が生じる可能性がある。GaFIB試料とPFIB試料の融解・凝固挙動の違いはAl中に固溶したGaによる共晶点の低下や、共晶組成の変化よると考えられる。</p>
<p>図・表・数式 1 Figures, Tables and Equations 1</p>	 <p>Fig. 1 Quick (a, b) and gradual (c, d, e) solidification of Al-Si in PFIB and GaFIB sample, respectively.</p>
<p>その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks(References and Acknowledgements)</p>	<p>[1] K. Sasaki et al., Proceedings of 2022 Autumn Annual Meeting of JIMM, (2022) p363. [2] I. Ansara, J.P. Bros and M. Gambio, CALPHAD Vo1.3, No.3, (1979) pp.225-233.</p>

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文 Oral Presentations etc.	1. 佐々木勝寛、山吉知樹、南部智憲、高紅葉、波多聡、” FIB 加工Al-Si 合金試料の融解・凝固TEM 内その場観察におけるGa の影響”、日本顕微鏡学会 第79 回学術講演会、2023年6月26日-28日、PR0106
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件