

課題番号 : F-17-BA-0007
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 耐火性高エントロピー合金の酸化物解析用 TEM 試料の FIB 加工による作製
 Program Title (English) : Fabrication of TEM specimens of oxidized refractory high entropy alloys by FIB
 利用者名(日本語) : 牧野辰紀^{1,2)}, 村上秀之¹⁾
 Username (English) : T. Makino^{1,2)}, H. Murakami¹⁾
 所属名(日本語) : 1) 物質・材料研究機構 構造材料研究拠点 2) 芝浦工業大学工学部材料工学科
 Affiliation (English) : 1) NIMS, Research Center for Structural Materials, 2) Shibaura Inst. Tech.
 キーワード/Keyword : 膜加工・エッチング、FIB-SEM、High Entropy Alloys、oxidation、microstructure

1. 概要(Summary)

耐火性高エントロピー合金は、高い高温強度を持つが、耐酸化性に劣る。これは合金中に揮発性の高い酸化物を生成する元素が含まれているためである。また、酸化挙動が非常に複雑で、試料表面に様々な形態の酸化物が生成する。そこで形態の異なる酸化物生成層から試料をピックアップし、TEM によって各酸化物の組成、構造を解析することによって、本合金系の酸化挙動を理解すること、また、それを基に耐酸化特性に優れた耐火物系高エントロピー合金の設計を試みることを目的とする。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】 FIB-SEM

【実験方法】

試料を樹脂埋めし、試料の選択した箇所から FIB によってピックアップ、薄膜化し TEM 試料とした後、微細組織の解析をするために TEM 観察を行った(JEM-2100F)。また、STEM-EESL を用いた元素マップも取得した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1 に酸化した高エントロピー合金の断面 SEM 像を示す。Fig. 1 の緑で示す領域から薄膜試料をピックアップし(Fig. 2)、最終的に TEM 観察が可能となるように薄膜化した。Fig. 3 より、界面を境に組成が異なること、約 70 nm の薄膜が得られたことを確認した。

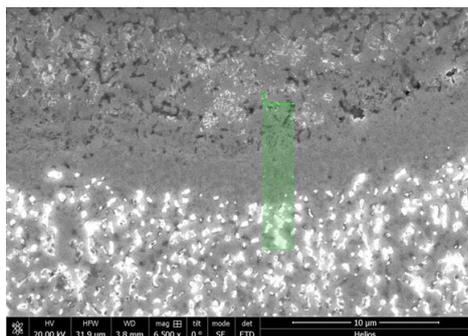


Fig. 1 Cross-sectional SEM image of an oxidized refractory high entropy alloy. The region of interest is indicated by a green box.

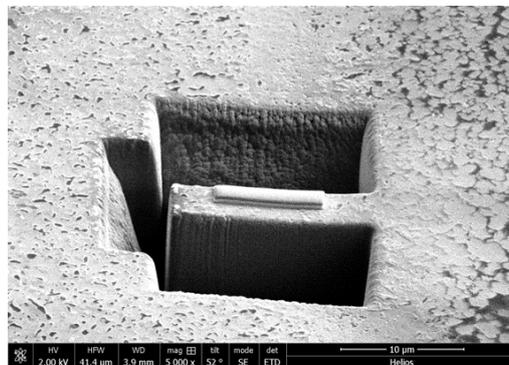


Fig. 2 Microstructural image fabricated by the FIB process at which TEM sample preparation is underway.

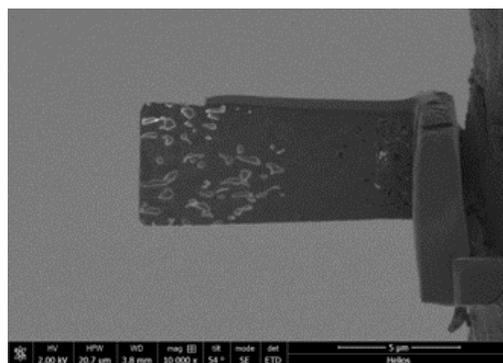


Fig. 3 Final view of the TEM specimen, 5 positions were selected for observation.

4. その他・特記事項(Others)

上記で作製した TEM 試料は NIMS で解析。
 他機関の利用: NIMS 微細構造解析プラットフォーム (A-17-NM-0107)

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent)

なし。