

課題番号 : F-17-BA-0029  
利用形態 : 技術代行  
利用課題名(日本語) : ホイスラー型熱電材料の組織微細化による高性能化  
Program Title(English) : Grain refinement in Heusler-type thermoelectric materials by severe plastic deformation  
利用者名(日本語) : 土谷浩一<sup>1)</sup>, 西野洋一<sup>2)</sup>  
Username(English) : K. Tsuchiya<sup>1)</sup>, Y. Nishino<sup>2)</sup>  
所属名(日本語) : 1) 物質・材料研究機構, 2) 名古屋工業大学  
Affiliation(English) : 1) National Institute for Materials Science, 2) Nagoya Institute of Technology  
キーワード/Keyword : 膜加工・エッチング、熱電材料、高圧ねじり加工、粒界偏析、FIB-SEM

## 1. 概要(Summary)

Fe<sub>2</sub>VAI に代表されるホイスラー型熱電材料は比較的安価な金属元素から構成され、室温付近で高い Seebeck 係数を示す熱電材料として注目されている。しかし熱伝導度が高いのが欠点であり、組織微細化により熱伝導率を低減する必要がある。

我々は Fe<sub>2</sub>VAI に高圧ねじり加工による強ひずみ加工を適用し、結晶粒を微細化し、熱伝導率の低減と性能指数を向上させるための研究を行っている。今回は特に Ta の添加が微細粒安定化に与える影響を調べる為に、高圧ねじり加工後に 600 K で熱処理した試料の結晶粒径を確認するために、TEM 試料を FIB で作製した。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

FIB-SEM

### 【実験方法】

高圧ねじり加工した試料について、TEM 観察の試料を作製するために、下記の加工条件で FIB 加工によるリフトアップを行った。

Vacc (加速電圧) : 30 kV, 8 kV, 5 kV, 2 kV

Beam Current: 33 pA, 61 pA (加速電圧 8 kV 時), 43 pA (加速電圧 5 kV 時), 25 pA (加速電圧 2 kV 時)

Dwell time(滞在時間) : 1 μsec

Tilt(試料傾斜角度) : 0~±2 度

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

FIB 加工により Fig. 1 に示す様な非常に良好な TEM 試料が得られた。

得られた試料について日本電子(株)製 JEM-2800 を用いて、TEM/STEM 観察と EDX 分析を行った。

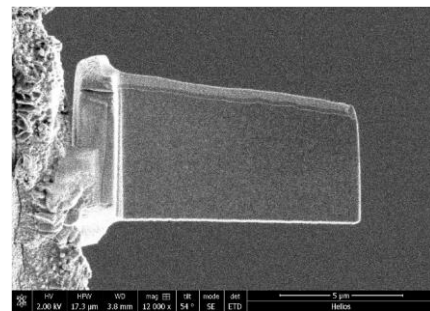


Fig. 1 TEM sample obtained by FIB.

その結果、600 K での熱処理後もおよそ 70 nm という非常に微細な結晶粒径が維持されている事が明らかになった。また、EDX マッピングにより粒界に Ta が偏析していることが明らかになった。

## 4. その他・特記事項(Others)

なし。

## 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) 増田真也 他, 日本金属学会秋期講演大会、2017 年 9 月、北海道大学工学部、札幌市
- (2) 塚谷佑介他、日本金属学会春期講演大会、2018 年 3 月、千葉工大、習志野市

## 6. 関連特許(Patent)

なし。