

課題番号 : F-17-WS-0037  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名(日本語) : サブミクロン粒径の結晶粒 Au の焼結の 3 次元構造解析  
 Program Title (English) : 3D microstructural analysis of sintering of Au sub-micron particles  
 利用者名(日本語) : 篠部寛<sup>1)</sup>, 大熊学<sup>1)</sup>  
 Username (English) : K. Shinobe<sup>1)</sup>, G. Okuma<sup>1)</sup>  
 所属名(日本語) : 1) 東京工業大学物質理工学院材料系  
 Affiliation (English) : 1) Graduate School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology  
 キーワード/Keyword : 形状・形態観察、分析、焼結、焼結応力、FIB-SEM、微細構造

### 1. 概要(Summary)

微粒原料の焼結はセラミックス、金属、ガラスなど製造プロセスとして広く使用されているが、これまでの理論やモデリングでは実際の複雑な焼結現象を表現するにはいまだ不十分であり、プロセス効率化のためには焼結挙動、その背後にある焼結応力の解明が重要である。利用者らはこれまでにガラスの粘性焼結について X 線マイクロトモグラフィーを用いた焼結体の微構造の解析、焼結応力の評価を行ってきた[1][2]。今回は、多結晶材料の焼結体の微構造解析を目指して、早稲田大学ナノテクノロジープラットフォームの設備を利用して、サブミクロン粒径の Au 粒子焼結体について、FIB-SEM トモグラフィーにより 3 次元構成体を作製し、その微構造を解析する予定である。

### 2. 実験(Experimental)

#### 【利用した主な装置】

集束イオン/電子ビーム加工観察装置 (日立ハイテク社製/NB-5000)

#### 【実験方法】

試料はアルミナ基板上に平均粒径  $0.3 \mu\text{m}$  の Au 粒子ペーストを塗布し、焼結したものをエポキシ樹脂に含浸、観察断面をクロスセクションポリッシャーで FIB-SEM トモグラフィー加工用に処理を行っている。これについて NB-5000 を用いて Fig.1 のような形で mill and monitor を行い、3 次元構成体の作製を行う。

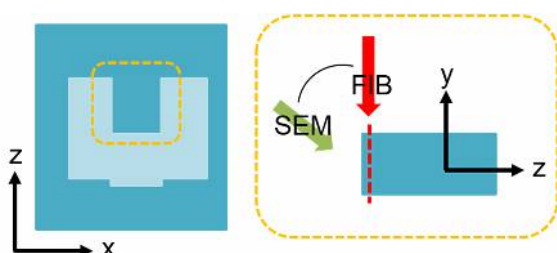


Fig. 1 mill and monitor

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

作製した試料の FIB-SEM トモグラフィー加工用の観察断面の SEM 像を Fig.2 に示す。この観察断面に Fig.1 のような形で観察体積を加工し、mill and monitor で 3 次元構成体を作製する予定である。

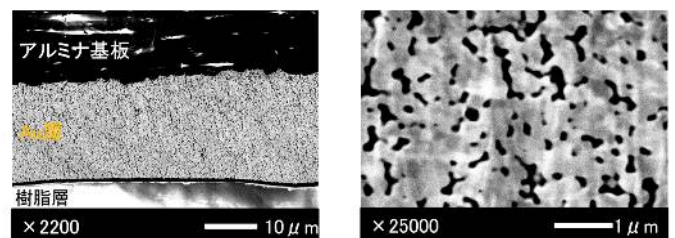


Fig. 2 sample SEM image

### 4. その他・特記事項(Others)

・参考文献

[1]G. Okuma *et al.*, *Journal of Ceramic Society of Japan*, (2016)

[2]G. Okuma *et al.*, *Journal of the American Ceramic Society*, (2017)

・NB-5000の利用講習および技術指導を下された竹内輝明教授 (早稲田大学)、由比藤勇準教授 (早稲田大学) に感謝いたします。

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

なし

### 6. 関連特許(Patent)

なし