

# 材料組織の観察技術向上を目指して

Improvement of training environment for Microstructure Observation of Materials

○森園 靖浩<sup>\*1</sup> 安藤 新二<sup>\*1</sup> 山室 賢輝<sup>\*2</sup> 津志田 雅之<sup>\*2</sup> 百田 寛<sup>\*2</sup>  
Yasuhiro MORIZONO Shinji ANDO Takateru YAMAMURO Masayuki TSUSHIDA Hiroshi MOMOTA

キーワード：材料，組織，走査型電子顕微鏡

Keywords: Material, Microstructure, Scanning Electron Microscopy

## 1. はじめに

熊本大学工学部マテリアル工学科では、これまでの改組等で学科名称や組織の変更があったが、一貫して、金属を中心とした材料（マテリアル）工学に関する教育カリキュラムを実施している。本学科では2000年度に大幅なカリキュラム改訂を行い、実験・実習科目を1年次後期から3年次後期にかけて継続的に組み込むものに変更した。この中の2年次後期と3年次前期に開講される「材料科学実験第1・第2」がその中核を成すもので、①技術者・研究者としての基本事項、②材料工学に関する基礎事項、③新素材の基礎知識、などの修得を目指し、約26の実験項目を準備している。

ところで、微細な結晶の集合体である金属やセラミックスでは、製造工程や組成によって結晶の種類、形状、分布状態が変化するため、平滑に研磨してから軽く腐食すると様々な模様が見れる。このような模様のことを「材料組織」と呼び、素材の性質に大きな影響を及ぼすことが知られている。このため、顕微鏡を用いて素材を構成する微結晶の状態、すなわち材料組織を観察することが、材料工学において最も重要視されていることである。この観察には光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（SEM）、透過型電子顕微鏡などが使用される。特にSEMは、半導体やバイオなどの様々な産業分野において必須のツールであり、その操作法修得のために早期にSEMを取り入れた実験・実習を行うことは人材育成の観点からも極めて有効である。しかしながら、本学科に設置されている日本電子製の2台のSEM、JSM-6100・JSM-5600のうち、前者は銀塩フィルムまたはポラロイドフィルムを使った撮影に限られていた一方で、後者は比較的新しく、画像データをBMP、TIFF形式などで取り扱うことができるため、大学院生や4年生の使用が集中していた。このため、「材料科学実験」には材料組織に関する実験項目が多数用意されているにもかかわらず、SEMを実際に操作

し、その理解を深める機会をつくりだすことが困難であった。

そこで、平成17年度より熊本大学工学部で実施されている「ものづくり創造融合工学教育事業」の「授業内容・教育カリキュラム拡充プロジェクト」による支援を受け、実験・実習用光学顕微鏡およびSEMの整備に取り組んだ。ここでは、学生実験に利用するため、先のJSM-6100の画像撮影部をデジタルカメラに置き換えて操作性の改善を図ったので紹介する。

## 2. 実施内容

図1はJSM-6100本体の写真であり、本学科には平成4年に導入された。本装置の画像データは、集束した電子ビームを試料上で走査し、それにより発生する二次電子または反射電子を検出し、増幅した電気信号を光に変換して顕微鏡内部の蛍光板に結像させて得られる。したがって、検出器の信号を直接デジタルデータ化の方がパソコンでの出力を考慮すると手間を省け、さらに銀塩フィルムを用いた場合の現像・焼付作業も不要となるなど利点が多い。このようなニーズに応じて、メーカー側では対応機器を発売していたが、非常に高額で購入が難しい状況であった。そこで、デジタル一眼レフカメラを装着することで、より安価に撮影画像をデジタル化することを試みた。

使用したデジタルカメラはNikon D70sであり、レン

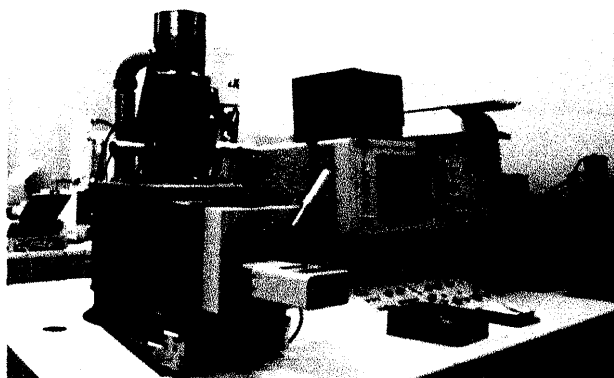


図1 JSM-6100

<sup>\*1</sup> 熊本大学大学院自然科学研究科マテリアル工学専攻

<sup>\*2</sup> 熊本大学工学部技術部

ズには Nikon Ai Nikkor 50mm F1.4S を用いた。また、焦点距離補正のためにオート接写リング PK-11A を、色補正を行うために Kenko 製 MC フィルター Y2 をそれぞれ準備した。まずカメラ取り付けにあたり、カメラマウントを学内にて作製した。さらに、写真撮影時の大きな問題であるシャッター制御に関しては、リモートシャッターを装着し、SEM 本体の撮影ボタンのみで画像処理も含めたすべての操作ができるように設定した。

### 3. 結果

SEM 本体からの信号は、装置内部にある発光した蛍光板を通して画像に変換されるため、蛍光板の発光色である青色主体で撮影されることになる。そこで得られたデータを画像処理ソフトでモノクロ化した後、レベル補正した像が図 2 である。残念ながら元データの色が青色に偏っているため、画像処理後は階調が不足気味で全体的に奥行きのない写真となる。このため、白黒フィルム撮影用のフィルターを装着しコントラストの増大を試みた。このフィルターが前述した Y2 フィルターであり、一般には白黒フィルムでの撮影時にコントラストを際立たせるために用いられている。これを取り付けて撮影した像が図 3 である。フィルター無しの図 2 と比較すると、像にコントラストが生まれ、良好な結果を得ることができた。

以上のような経過を経て改良が終わった JSM-6100 の写真を図 4 に示す。写真フィルムを使っていた頃に比べて操作性が格段に向上し、ユーザーがもう 1 台の JSM-5600 との間で分散されつつある。結果として、学生実験に利用できるよう、マシンタイムに余裕が生まれ、2007 年度前期の「材料科学実験第 2」より SEM を使った項目が実施できるようになった。

### 4. おわりに

昨年末、3 年次を対象に開講される「材料創造実習」の際に、SEM 操作技術の修得と、組織解析において光学顕微鏡レベルから SEM レベルに段階的に移行する意義の理解を目的に、組織観察技術講習を試験的に取り入れてみた。一部の学生が対象であったが、「…。SEM を操作するところを見せてもらったことはあったが、実際に操作することで、使用方法だけでなく、原理などをイメージしやすくなったと思う。また、なぜ金蒸着を行うのかなど、実験の際の不具合を防ぐ理由や実験を行う際の留意点なども知ることができたことは、来年からの卒業研究等にも活かせるようにしていこうと思う。…」といった感想をいただいた。この講習を通して、学生実験に SEM 操作を取り入れることは材料組織の理解ならびに好奇心を高めることにも大変効果

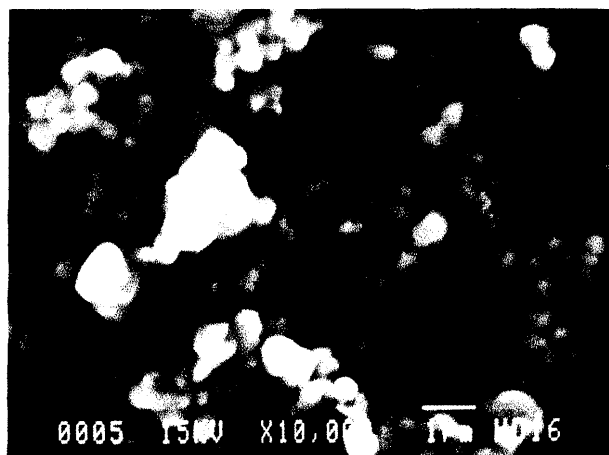


図 2 フィルター無しで撮影した SEM 像

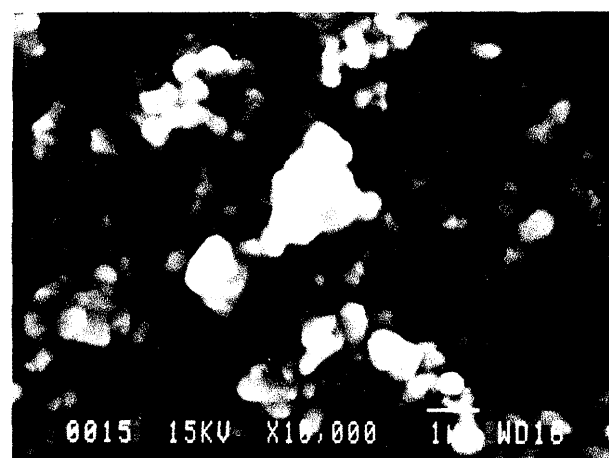


図 3 フィルターを取り付けて撮影した SEM 像



図 4 画像撮影部が改良された JSM-6100

があると確信するとともに、装置に対する正しい理解がマシントラブルの回避にも役立つものと期待している。今後は、既存の光学顕微鏡も含めた顕微鏡設備の管理・維持を主体に、実験・実習環境をさらに充実させていきたい。