

(4)実験・実技
講演番号:4-223

ものづくりのためのものしらべ

—工学系学生のための透過電子顕微鏡による物質・材料の微細構造解析—

Materials Characterization for Creative Engineering

— Materials characterization with transmission electron microscopy for engineering students —

松田 光弘^{*1} 岩本 知広^{*1} 町田 正人^{*2} ○西田 稔^{*2}
Mitsuhiro Matsuda Chihiro Iwamoto Masato Machida Minoru Nishida

キーワード: ものづくり, 微細構造, 透過電子顕微鏡

Keywords: Creative Engineering, Microstructure, Transmission Electron Microscopy

1. はじめに

物質・材料の開発においてはその微細構造を可能な限り高い分解能のもとで原子レベルに遡って総合的に評価し, 得られた結果を製造プロセスにフィードバックすることが不可欠である. すなわち, 新しい物質・材料の開発と高機能化においてはプロセス技術と微細構造解析は表裏一体の関係にあり, 「ものづくり」のための「ものしらべ」はプロセスの複雑化するほど重要となる. 波長が nm (10⁻⁹m) 以下の電子線を用いる透過電子顕微鏡 (TEM) は材料の微細構造評価に大きな威力を発揮する. 本講演では「熊本大学工学部ものづくり創造融合工学教育事業」の支援を受け実習装置である 200 kV 型透過電子顕微鏡を東京大学より移設し材料、機械、化学、環境系の卒業研究着手者を対象に開講した「工学系学生のための透過電子顕微鏡による物質・材料の微細構造解析」の概要と実施状況を受講者の感想を交えて発表する.

2. 実施方法

(1) 受講者内訳

実習の都合上, 受講者を 30 名に制限することを周知し学内から受講者を募り, 以下の 5 学科 11 研究室から 44 名の申請があった.

受講者申込人数: 44 名

マテリアル工学科	; 4 研究室	20 名
物質生命化学科	; 3 研究室	12 名
機械システム工学科	; 2 研究室	5 名
社会環境工学科	; 1 研究室	4 名
情報電気電子工学科	; 1 研究室	3 名(締切後申請)

これまでの TEM 使用実績等に基づき受講者を選抜き, 対象とならなかった学生については H18 年度に優先受講できるよう配慮することで了承を得た.

受講者人数: 32 名

マテリアル工学科	; 4 研究室	14 名
物質生命化学科	; 3 研究室	11 名
機械システム工学科	; 2 研究室	5 名
社会環境工学科	; 1 研究室	2 名

(2) 授業および実習内容

受講者の観察対象・使用目的に応じて以下の 2 つにコース分けを行い 11 月中旬から開講した.

A コース; 高分子, 生物試料を観察対象とするグループで 1~3 を受講後操作実習.

B コース; 金属, セラミックスなどの結晶性試料を観察対象とし全項目を受講.

1. 序論 (A, B コース)

1) 工学 (物質・材料科学) における透過電子顕微鏡の役割

2) 透過電子顕微鏡開発の歴史

2. 透過電子顕微鏡の構造と分解能 (A, B コース)

1) 結像系: 分解能と収差 2) 照射系 3) 排気系
4) 観察・記録系 5) 付属装置

3. 透過像の観察法 (A, B コース)

1) 明視野像と暗視野像 2) 格子像と構造像

4. 結晶質物質・材料の試料作製法 (B コース)

1) 粉砕法 2) イオンミリング法 3) 電解研磨法
4) ミクロトーム法 5) FIB 法

5. 電子回折および透過像との対応と解析 (B コース)

1) 制限視野回折像 2) 指数付け 3) 二重回折
4) 格子欠陥の同定 5) 方位関係

6. レポート課題, 課題撮影 (A, B コース)

上記に加えて物質・材料研究機構: 原徹博士を招聘し「透過電顕(TEM)による金属材料組織観察: 分析手法とその応用」と題する特別講演を実施した.

実習は受講者 32 名を 6 班に分け, 班毎に以下の 1)~4)の実習を行った. 実習時には必ず TA を配置し, 操作の習熟を図った. 1) 装置の概略, 使用上の注意点 2) 操作説明① (透過像の観察) 3) 操作説明② (電子回折の実習) 4) 写真撮影 (課題撮影の実習).

^{*1} 熊本大学大学院自然科学研究科産業創造工学専攻

^{*2} 熊本大学大学院自然科学研究科複合新領域科学専攻



図1 課題撮影の風景（操作時にはTAが付き添う。）

(3) 実習装置

実習に使用した装置は JEM-2000FX - 加速電圧 200kV, 倍率 $\times 100 \sim 800,000$ であり, 上述した「熊本大学工学部ものづくり創造融合工学教育事業」の支援により東京大学総合研究機構より移設した。

(4) 講義・実習・装置開放の日程

後期に入って受講者を募集し, 授業 6 回 (A コース 3 回), 実習 4 回 (A コース 3 回) を実施した。また課題撮影のために TA 指導の下, 毎週月, 火曜日 13:00 ~ 17:00 まで装置を開放した。

(5) 修了課題

授業及び実習終了後以下の 3 つの課題を与え, 合格者に対して TEM 単独使用のライセンスを供与した。

(1) レポート課題

- 1) 卒業研究, 修士論文の研究内容に関連し透過電顕観察が主な研究手段となっている論文を要約する。
- 2) 授業の感想, 解かり難かった点, 工夫してほしいことなど, 今後の授業, 実習に役立つ意見を纏める。

(2) 課題撮影 1

- A コース: 標準試料 (金の多結晶) の明視野像
 B コース: 標準試料 (金の多結晶) の明視野像およびデバイリングの指数付け

(3) 課題撮影 2 (A, B コース)

各個人の研究用試料の写真 (試料作製条件, TEM 撮影条件, 像解釈等の説明をつけること)

3. 受講者の感想

受講者 A: 授業, 実習ともに各回目的があり, その目的が明確であったので受講しやすく感じました。授業では, 電子顕微鏡にまつわる興味深いお話や実際の観察における注意が盛り込まれており, 自分で電子顕微鏡を使用する為には必要不可欠な情報が多く, この講習を受けたことで改めて電子顕微鏡の凄さと役割がわ

かり, 使用する意義を感じました。実習では TEM の難しい操作を順序良くまとめて教えてくださったので, 覚えやすく復習しやすかったと思います。実習の中で実際に自分で電子顕微鏡の操作をすることができ, 更なる理解につなげることができました。今後は何のために使用するのか, どこまでわかるかなどをしっかりと考え, 有効に使用していきたいと考えています。

受講者 B: 講義を受けて TEM に関する理論や知識を深めることができ今後の研究に非常に役立つと思います。少ない講義時間にもかかわらず丁寧に要点を説明してもらえて理解しやすかった。しかし電子回折や方位解析のところなどもう少し時間を設けて詳しく説明して欲しかった箇所もありました。また, 私が化学系のためか参考としてあった TEM 写真などの参考資料に馴染みが無く写真をみても解かりづらい点もありました。実習面では一人当たりの操作時間が少なかったため操作のコツがつかめなかった。

受講者 C: 毎回試料が配られ復習などの助けになった。また, 参考文献の紹介も今後の TEM の勉強に役立つので非常に良かった。授業と並行して実習が行なわれたので理解しやすかった。特別講演なども TEM への関心が高まるきっかけとなり興味深く聞くことができた。授業内容では時間の都合もあったと思うが, 解析の説明の時間ももっと欲しかった。卒論で忙しい後期よりも前期に開講してもらった方がもっと身を入れて参加できたと思う。

4. まとめ

限られた時間のなかでこれまでの学習・教育体系が異なる複数の学科の学生に対して TEM の授業・実習を実施することに当初は多少の不安があったが, 受講者は卒業研究において TEM の使用が不可欠なため目的意識を持って意欲的に取り組んでもらえたようである。上述したように受講者の感想は概ね好意的であり, 授業と平行した実習は大変効果的であると考えられる。

今年度は開講時期を早め, 受講者の専門分野が異なることを考慮して一層の教材改良を行い, 授業・実習に加えて演習を設ける予定である。さらに, 受講者の意欲を高めるために各々が撮影した写真の合評会および写真展を計画している。授業の継続には実習を指導する TA の確保および実習装置の維持が不可欠であり, 今後も「ものづくり創造融合工学教育事業」の支援を期待している。また, 今回の受講希望者は予想を上回るものであり, このことは工科系学部における TEM に関わる授業ならびに実習に対する潜在的な要求が決し低くないことを意味しており, 工学部共通授業としての単位化を視野に入れ関係学科および委員会と調整を行ないたいと考えている。