# ものづくりのためのものしらべ

# (透過電子顕微鏡を用いた物質・材料の微細構造解析)

マテリアル工学科 松田光弘,西田 稔

### 1. 目的

物質・材料の研究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、物質・材料の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"」はプロセスが複雑化するほど重要となる。波長が nm  $(10^9 \text{m})$  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。この授業は卒業研究において TEM を利用する材料,機械,化学,電気系の 4 年次学生を対象に開講し,TEM による物質・材料の微細構造解析技術の修得を目標とする。

授業・実習に参加し所定の課題を提出し合格した受 講者に対し単独使用のライセンスを供与する.

### 2. 実施概要

(1) 受講者内訳(装置の都合上,受講者を30名に制限)・4 学科12 研究室から申請があった.

### 受講者人数: 30名

マテリアル工学科 ; 4研究室 8名 物質生命化学科 ; 3研究室 10名 機械システム工学科; 3研究室 9名 情報電気電子工学科; 2研究室 3名

・これまでの TEM 使用実績等に基づき受講者を以上 のように選抜した. H17 年度の受講者を以下に記す.

## <u>H17 年度 受講者人数: 32 名</u>

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) 授業内容

透過電子顕微鏡を利用した物質・材料の微細構造解析技術の修得を目的として,以下の項目の系統的な学習および実習を行う.

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)

# (3) 実習装置(図1)

JEM-2000FX-加速電圧 200kV, 最高分解能(粒子像) 0.33nm, (格子像) 0.20nm, 倍率×100~800,000を H17 年度本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) 実習の内容

受講者 30 名を 5 班に分け, 各班毎に実習を行った. 実習時には TA を配置し(図2), 操作の習熟を図った.

- 装置の概略,使用上の注意点
  操作説明①(透過像の観察)
  操作説明②(電子回折の実習)
- 4) 写真撮影 (課題撮影の実習)

## (5) 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。また希望者には所定の時間、TA指導の下、装置を開放した。

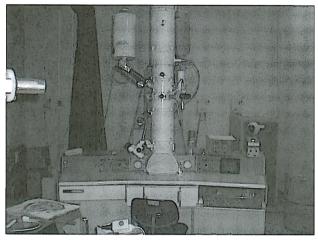


図1 透過型電子顕微鏡 (JEM-2000FX) の概観

### (6) 課題の内容

- ・レポート課題 (A, B コース)
- 1) 卒業研究,修士論文の研究内容と関連する内容で透過電顕観察が主な研究手段となっている論文の要約.
- 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.
- ・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

・課題撮影 2 (A, B コース) (任意)

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)

### (7) 講義・実習を終えての学生の感想(一例)

- ・毎回、授業の最初に全講義のカリキュラムを示されることで、その日の目標やその日の講義の全体における位置づけが明確になり、授業に取り組みやすかったです。また板書ではなくスライドでの授業だったので、先生の話を集中して聞くことができました。スライドの原稿は、予習ができるように前もって渡しておいたほうがいいと思います。
- ・操作方法をマニュアルに沿って1つずつ詳しく解説していただきました。また、各操作に対して、操作方法だけでなく、その意味も合わせて教えていただき、大変わかりやすかったです。個別に見ていただけるという面で、5、6人の少人数を1組とするのはこれからも続けていってほしいと思います。



図2 操作実習の風景(操作時には教員もしくは TA が付き添う。)

・授業の内容については、毎回スライドのコピーを配布していただいたので、授業の進行にもついていくことができ、後になって自分で内容を復習することができたので良かったと思います。また、自分で復習しようと思ったとき便利なように配布資料中や、毎回の授業の終わりにその日の内容に関連した参考図書の紹介があったのが良かったです。

#### 3. まとめ

毎回の授業において、資料を配布することで受講者の理解がより深まるとともに、目的の一つである「"ものづくり"のための"ものしらべ"」の重要性も認識された、学生の感想からも、授業と平行しての実習は大変効果的であることがわかる、改善点としては、受講者の専門分野が異なることを考慮した教材の選択、ならびに授業・実習に加えて演習が必要と考えられる。

### 4. 今後の課題

- (1) 17・18 年度受講者を対象とした写真展を開催する.
- (2) 実習および課題には TA の配置が必要不可欠であるため、受講修了者から TA を募集する. (TA サイクルの確立)
- (3) 開講時期を検討する.
- (4) 装置維持・TA に関わる経費を確保する.
- (5) 工学部共通授業としての単位化を検討する.