

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 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”」はプロセスの複雑化するほど重要となる。波長がnm(10^{-9} 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發揮する。この授業は卒業研究においてTEMを利用する全学科の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)
・5学科11研究室から申請があった。

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(締切後に申請)

・これまでのTEM使用実績等に基づき受講者を以下のように選抜し、漏れた学生についてはH18年度に優先受講できるよう配慮する。

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. 結晶物質・材料の試料作製法 (B コース)
 - 1) 粉碎法
 - 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) 実習の内容

受講者32名を6班に分け、各班毎に実習を行った。
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)

[装置の仕様] (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) 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。



図1 透過型電子顕微鏡（JEM-2000FX）の概観



図2 課題撮影の風景（操作時にはTAが付き添う。）

(5) 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指数付け
 • 課題撮影2 (A, B コース) (図2)
 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. 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。

[講義・実習を終えての学生の感想（一例）]

- ・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。
- ・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. 今後の課題

- (1) 17・18 年度受講者を対象として、ものづくり工房にて写真展を開催する。
- (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。
- (3) 開講時期を検討する。
- (4) 装置維持・TA に関する経費を確保する。