**１１．セラミックスの微細組織観察**

１．はじめに

　材料およびその基本となる物質のキャラクタリゼーションの中で, 微細組織を観察するということは最もポピュラーな手法であり, その結果からは多くの重要な情報を引き出しうる。 現在, 微細組織(粒子径, 第二相)を意図的に制御することで, これまでには得られなかった新しい物理化学的特性を発現させる研究が盛んである。 制御する大きさもミクロンサイズ(10-3mm)からナノサイズ(10-6mm)へと移ってきている。 走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope；SEM）は高分解能を有し, 容易に物質の表面微細組織を観察することができるため, 研究機関では備えていないところはないぐらいの汎用装置である。



図１ （観察例）MgO焼結体の断面のSEM観察写真

本実験項目では, SEMの基本操作を間近に体験するともに、セラミックスの微細組織を観察し, 組織の違いと諸特性（機械的特性）の関連性を考察する。

**10μm**

２．実 験

２－１．実験の概要

　走査型電子顕微鏡（JEOL5200）の操作に立会い, 代表的なセラミックスの微細組織を観察する。 観察したセラミックスの微細組織を写真撮影し, フィルムの現像, 得られたネガフィルムから印画紙への焼き付け作業を行う（プリント版の作製）。 レポートにはプリントを添付して, それに基づく考察を行ってもらう。

２－２．実験作業

１．集合場所にて, これから実際にSEM観察するセラミックス試料の概観をよく観察する。 肉眼での特徴, および必要に応じて光学顕微鏡で表面を観察する。 観察結果はノートに記録しておくとよい。

２．時間の都合上, 試料への金蒸着の作業まではスタッフ(TAもしくは担当職員)が行っておく。 あらかじめ用意された金蒸着済みの試料を見せてもらう。

**設問１） 通常, セラミックス試料は金を蒸着して観察することが多いが, その理由を述べよ。 また, 金以外の物質が用いられる場合がある。 物質名とその特徴を述べよ。**

\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\* SEM室へ移動 \*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*

３．準備された試料を用いて, 実際のSEM観察

　オペレータの指示に従いながら, 装置の概略を理解する。 試料ホルダの試料室内への挿入, フィルムのセット, パネルの表示の説明を受ける。 試料の名称, 観察倍率および写真撮影の倍率を記録する。 （補足：ネオパンSS120の場合, 最大10枚撮影できる）

観察, 写真撮影の修了まで, オペレータの指示に従う。

**設問２）SEM装置の観察原理を概略説明せよ。**

**設問３）SEM観察中見受けられる現象：チャージアップおよびエッジ効果について述べよ。**

**設問4）SEMに一般的に付属して付けられることの多い分析装置の名称と, その分析原理を述べよ。**

\*\*\*\*\*\*\* 暗室へ移動 \*\*\*\*\*\*\*\*\*\*

４．フィルムの現像

(1) フィルムを現像タンクにセットする(光を当ててはならないので暗室中手探りで行う。)。

(2) 現像液(20℃厳守)をタンク内に素早くいれ, タイマーをセットする。 タンクの底を軽く叩いて気泡を追い出し, さらにときどき攪拌する。

(3) 所定時間(10分前後；液の使用状態により変わる)経過後, 現像液をタンクより排出する。

(4) 停止液を入れる(数パーセント氷酢酸水溶液が望ましいが, 水洗いでもよい)。

(5) 停止液を排出後, 定着液を入れる。 現像液の場合と同様に, タンクの底を軽く叩いて気泡を追い出し, ときどき攪拌する。

(6) 10分後, 定着液を排出し, タンク内に水を入れて排水口から水をあふれ出させよく洗浄する。 この段階でタンクを開け, フィルムを取り出すことが可能となる。

(7) 十分な水洗後, フィルムを取り出し, さらにドライウェル液（表面活性剤）に30秒ほど浸してから乾燥させる。 この場合フィルムの端を乾燥具にセットしてよく乾燥させる。

(注意！フィルムは端のみを触れるようにして, 像が写っている部分は触れてはいけない。 指紋など油汚れが取れなくなる恐れがある。)

５．プリント方法

(1) フィルムの現像の場合と同様に, 現像液, 停止液, 定着液を用意する。 (現像の場合と同様でよい品と, フィルム専用品があるので注意する。)

(2) プリントに焼き付けようとするネガフィルムを引き伸ばし機にセットする。

(3) 引き伸ばしサイズを決めてピントを合わせる。

(4) イーゼル(印画紙固定用具)に印画紙をセットする。

(5) 引き伸ばし機の絞り, 露光時間を調節する。 (露光時間を決定するための便利なシート(Projection Print Scale)も市販されているが, ここでは試し焼き(印画紙を細かく切った切片で)を数回行い決定する。

(6) 所定条件で露光後, 印画紙を裏返して(直接現像液と露光面が接するように)現像液に入れ, 印画紙の端を竹製のピンセットでつまんで, 左右に揺らす。 10秒ぐらいで印画紙を裏返し, 露光面が見えるようにする。 現像ムラのないように, ピンセットで揺らす操作は続ける。

(7) 1分ほどで現像は止まるので, 停止液に移し, 数秒間浸す。

(8) 定着液に移し, 10分ほど入念に保持する。

(9) 流水でよく洗い(5-10分), 最後にドライウェル液に30秒ほど浸して取り出し, 乾燥させる。

**以上, 簡単な操作であるが, そのほかの細かい注意事項は指導者の指示に従うこと!!**

３．レポート作成について

　　 設問への解答が中心となったレポートを作成すること。 最後に以下の設問に答えよ。

**設問5) 観察したA, B, Cの試料の平均粒子径を求めよ。 A, B, Cの試料の強度は600MPa, 500Mpa, 350MPaであった。 緻密な試料の平均粒子径と強度の関係を, オロワン, ペッチ, グリフィスのなどの強度学の理論と照らし合わせて考察せよ。**

**(参考：強度は平均粒子径の平方根に反比例して大きくなる。)**