

連携記事

材料研究で活躍する3D光学顕微鏡

3D Optical Microscope Used in Materials Research

中山 誠

(株) 中山電機
代表取締役

Makoto Nakayama

1 はじめに

近年は、種々の観察手法や画像解析技術の飛躍的な向上により、様々な素材に内在する構成組織を三次元的に観察できるようになった。三次元組織観察は二次元組織観察では予測できないような複雑な組織特徴を明らかにする為に用いられている。また、処理の自動化が行われ、解析手法としての重要性が増してきている。

これまでの二次元組織像観察では、研究対象の試料の研磨面の観察撮影を行った二次元像から結晶粒径や複数の相の体積率に関する情報を、計量形態学を用いて求めることが行われる。しかし、均一粒分布、均一空間分布である事を前提として構築された定量金属組織学では、実際の複雑な組織の特徴値を求めるには限界がある。体積率なども二次元像の面積から疑似的に求めることができるが、同一試料の繰り返し研磨を行って画像を取得するとばらつきが大きく、実際の体積とは異なる事も多い。更に、曲率や連結性なども組織形態機構や特性発現機構を考えるうえで重要であるが、これらの情報は二次元観察から求めることができない。一方、三次元観察では、くびれや穴などの複雑な組織形態を直接観察できることに加えて、信頼性ある体積率、曲率、連結性、方向性などの組織特徴値を求めることができることから、近年加速度的に三次元解析が広がりつつある。

2 三次元光学顕微鏡の概要

三次元観察の手法は視野の大きい物から順に並べると、中性子線・X線トモグラフィー、ウルトラマイクローム、シリアルセクションング、FIBセクションング、TEMトモグラフィーが挙げられる。図1はそれぞれの視野と解像度の大き

かなイメージである。それぞれの観察方法は日進月歩で開発が進んでおり、より大きい視野、高解像度へと進化しているようだ。三次元観察に用いられる装置は現在のような視野範囲と分解能となっている。それぞれの三次元観察方法は得意とする視野と分解能が異なるので観察目的によって使い分けするのが望ましい。

中性子線・X線トモグラフィーが非破壊観察、シリアルセクションングとFIBセクションングが破壊観察という理由もあり、大きい視野から小さい視野への連携観察が可能で、非破壊である中性子線・X線トモグラフィーで全体像を把握し、シリアルセクションングで結晶粒、粒界、介在物、クラックを観察し、FIBセクションングで更に微細な領域を観察するという方法を行うこともできる。

これまで金属組織観察に必須である結晶粒の観察への利用例が多い物はFIBセクションングが挙げられるが、現在の所はXY視野が数十ミクロンメートル程度となっている。一方、

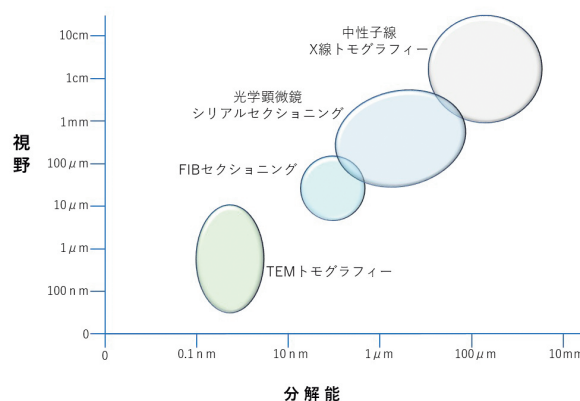


図1 三次元観察装置の視野範囲と分解能

シリアルセクションニング法では数十ミクロンメートル～数ミリのXY軸視野となっていて実用的な視野範囲を得る事が可能である。しかし、これまでシリアルセクションニング法の観察は自らの作業によって手研磨を行い、観察位置の目印と研磨量測定を兼ねたマイクロビッカース打痕、毎セクション同じ研磨量、平行度に優れた良好な観察試料表面の研磨、研磨量測定、エッチング等の多くの作業を手作業で繰り返し行う必要があり、作業に適した場所や配置や用品を工夫しても、これらの作業を行うには疲労を考慮すると1日5回も行う事が限界だった。三次元化に必要なセクションニング画像は100以上となる為に一ヶ月以上作業を行う必要がある。更に、手動での撮影は位置ズレ、視野回転、観察面の傾きが発生しやすく、三次元化を行った場合も信頼性の低下した結果となる

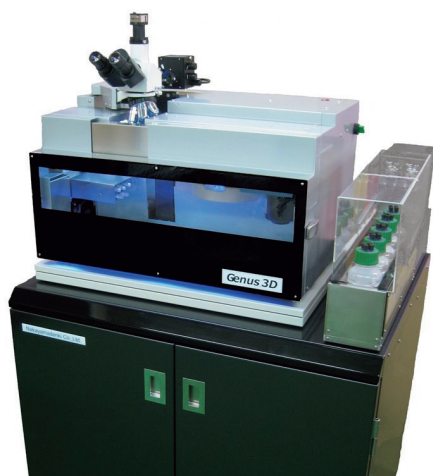


図2 シリアルセクションニング方式三次元光学顕微鏡 Genus_3D

こともある。

弊社開発のシリアルセクションニング法の三次元光学顕微鏡(図2)では、湿式研磨と光学顕微鏡の組み合わせにより安定したシリアルセクションニング観察撮影が全自動で行われるようになっている。研磨量の自動測定、良好に金属組織観察を行える化学的エッチング機能、電解エッチング機能を備える事により高分解能、広視野の三次元金属組織像を得る事が可能である。

更に、広い明暗の比を撮影する事が可能なハイダイナミックレンジ合成機能、視野拡張のパノラマ撮影機能、撮影された画像の前処理支援ソフトウェア等を備え、試料を取付けて設定を行えば1日あたり100回程度のセクションニング像が全自動で取得できるようになっている。

何よりも、作業者の疲労による失敗、事故、人体への化学物質の影響といった、人間が作業することによる懸念事項を防止する事ができる。以下に装置の基本動作の略図を記載する(図3)。

これらの、研磨→試料洗浄乾燥→研磨量測定→撮影を1セクションとする基本動作としてシリアルセクションニングを行い、硬い材料、柔らかい材料、脆い材料、複雑な形態、硬さの異なる複合材料等といった様々な試料においても、シリアルセクションニングに重要な、平面度、平行性、観察表面に歪がない安定した研磨面を得る事に成功している。更に、化学的エッチング処理や電解エッチング処理、応用的動作や多数の設定値、研磨用品、ケミカル剤を適切に組み合わせる事で、観察に適した研磨面を得ることに成功している。又、三次元化する為に重要であるZ軸方向に相当する1工程毎の研磨厚みは、1セクションあたり任意の $0.1\mu\text{m}$ ～ $10\mu\text{m}$ 範囲で

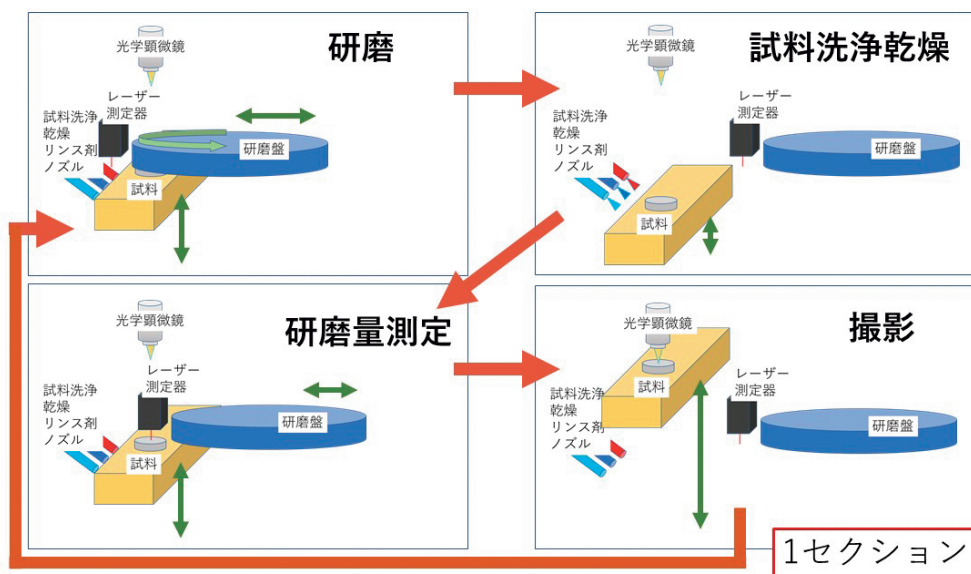


図3 Genus_3Dのシリアルセクションニング基本動作略図

一定の研磨間隔のシリアルセクションングを行う事が可能となっている。

一定間隔の研磨と観察を繰り返すことによって得たシリアルセクションング像を、コンピュータ上の画像処理ソフトウェアで位置補正し、二値化処理、深さ方向に連続する個別の写真をもつ三次元像に接続するレンダリング処理を行うことによって三次元像が得られる。得られた三次元像は、回転、移動、拡大縮小で任意の方向から観察することができ、更に任意の断面図を見ることも可能である。一例として、シリアルセクションング撮影像を簡素化したイメージ図である図4のような連続像をレンダリングソフトウェアで連続化して三次元再構築した例を図5に記載する。また、三次元再構築した像の断面を作成した例を図6に記載する。

これらによりマイクロメーターオーダーの結晶粒や複相組織、介在物、亀裂やボイドなどの構造を知る為に大変有効な観察が可能な装置となっている。

3 装置技術的特徴

連続写真を取得するシリアルセクションング撮影では、数日間、数百枚全ての研磨面の仕上がりが良好な状態かつ安定していて、視野ズレも少ない撮影を全自動で繰り返さなくてはならない。しかし、同じ研磨作業を繰り返し行っても研磨の状態が不安定になりがちであった。それを克服するには、研磨の無数の不確定要素の影響を少なくする装置の構造と動作と使用部材を開発する事により安定した研磨を目指す必要があった。それには過去の研磨手法にはとらわれない独自の研磨技術の開発が必要であった。その中の幾つかを紹介する。

3.1 小型かつ視野ズレの少ない理想の装置構造

初期の設計時点での装置の基本構造は正しく適切で無駄が無い様にしなければならない。何故なら補完の意味で後付

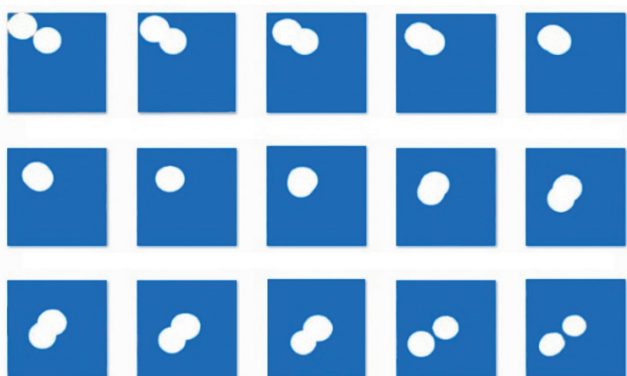


図4 シリアルセクションング撮影像の簡略図

けを行っても装置構造のバランスが崩れ良い結果にはならないからである。

試料台と試料台駆動機構は最小の部品点数で構成し、上下方向のみとする事で回転方向の位置精度に大変優れ、XY方向の位置精度に優れた研磨が可能となり、シリアルセクションングの研磨に適した構造とする事ができた。更に、各要素を適切な位置関係に配置する事により小型化を実現した。小型化のメリットとして、装置重量の軽減と曲げモーメント減少による装置変形量の低減により剛性を保つ事が可能となり、連続して数百回もの研磨を行った時の平行度と安定性を実現した。

3.2 長時間安定した研磨と消耗品の使用量削減の技術

試料観察用の研磨装置は研磨盤のパフ布、エメリーペーパー表面が上向きの物が通常である。しかし、弊社開発のシリアルセクションング法の三次元光学顕微鏡では下向き研磨盤を採用している。下向きとする事で研磨時の異物を研磨盤

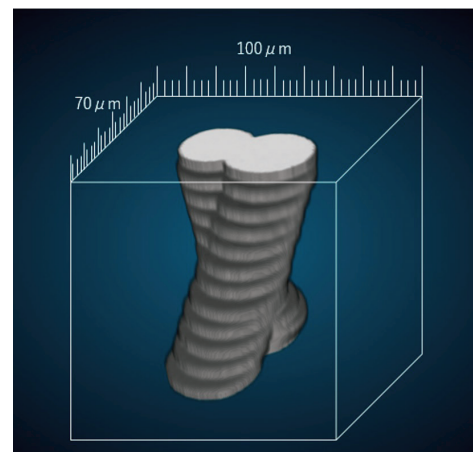


図5 三次元構築を行ったシリアルセクションング像

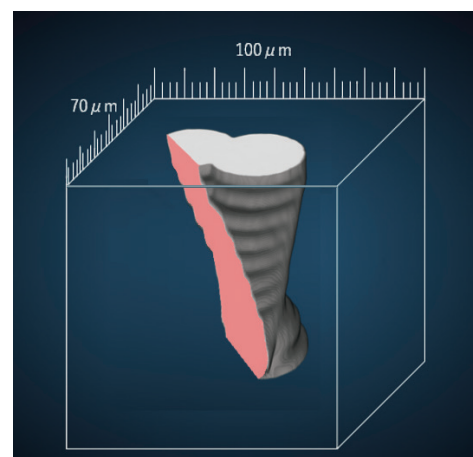


図6 三次元構築を行った像の断面

表面から容易に除去する事が可能となり、良好な研磨盤状態を長時間に渡って保つことができる。数日間、数百枚に及ぶ連続研磨においても研磨盤の無交換運転が可能となっている。連続研磨時の古い研磨剤、研磨異物の除去に使用する洗浄水も研磨盤表面が下向きである事で洗浄水使用量の削減を実現する事ができている。また、研磨剤の自重により研磨剤が試料研磨面に作用しやすく、少量の研磨剤での研磨が可能となり研磨剤の消費量削減にも成功している。

3.3 研磨を安定かつ良好にさせる為の技術

研磨が不安定で良好な研磨面にならない原因の一つとして研磨中の酸素の影響があるが、弊社独自開発の研磨剤により低酸素中研磨を実現し図7のように良好な研磨面でエッチング状態、撮影状態も安定したシリアルセクションング像が得られるようになった。

研磨剤は、機械的研磨作用よりも化学的研磨作用に重視した専用研磨剤を開発して用意している。それらの研磨剤は試料の種類に適した作用の物が必要であるので、作用の違う数種類の専用研磨剤が用意されている。

また、研磨後の洗浄と乾燥の工程の問題として、介在物の吹き出しによる観察面の汚れがあるが、弊社独自開発のリンス剤の使用で介在物の汚れを除去し、観察表面を改質する事でコントラストにも優れた良好な図8の様な観察面を手に入れる事が可能となった。

良好な研磨面は金属組織観察には欠かせない化学エッチング、電解エッチングの安定度、鮮明な画像を取得するには不可欠である。

専用リンス剤の効果

研磨剤残渣落とし、介在物吹出物洗浄、錆除去等の効果があります。

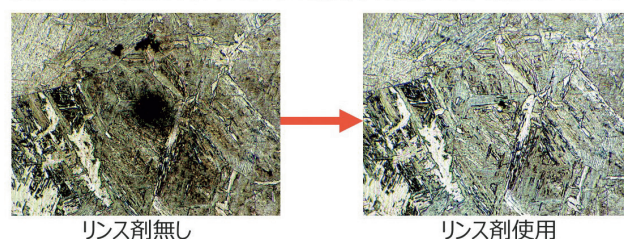


図8 研磨観察面へのリンス剤の効果

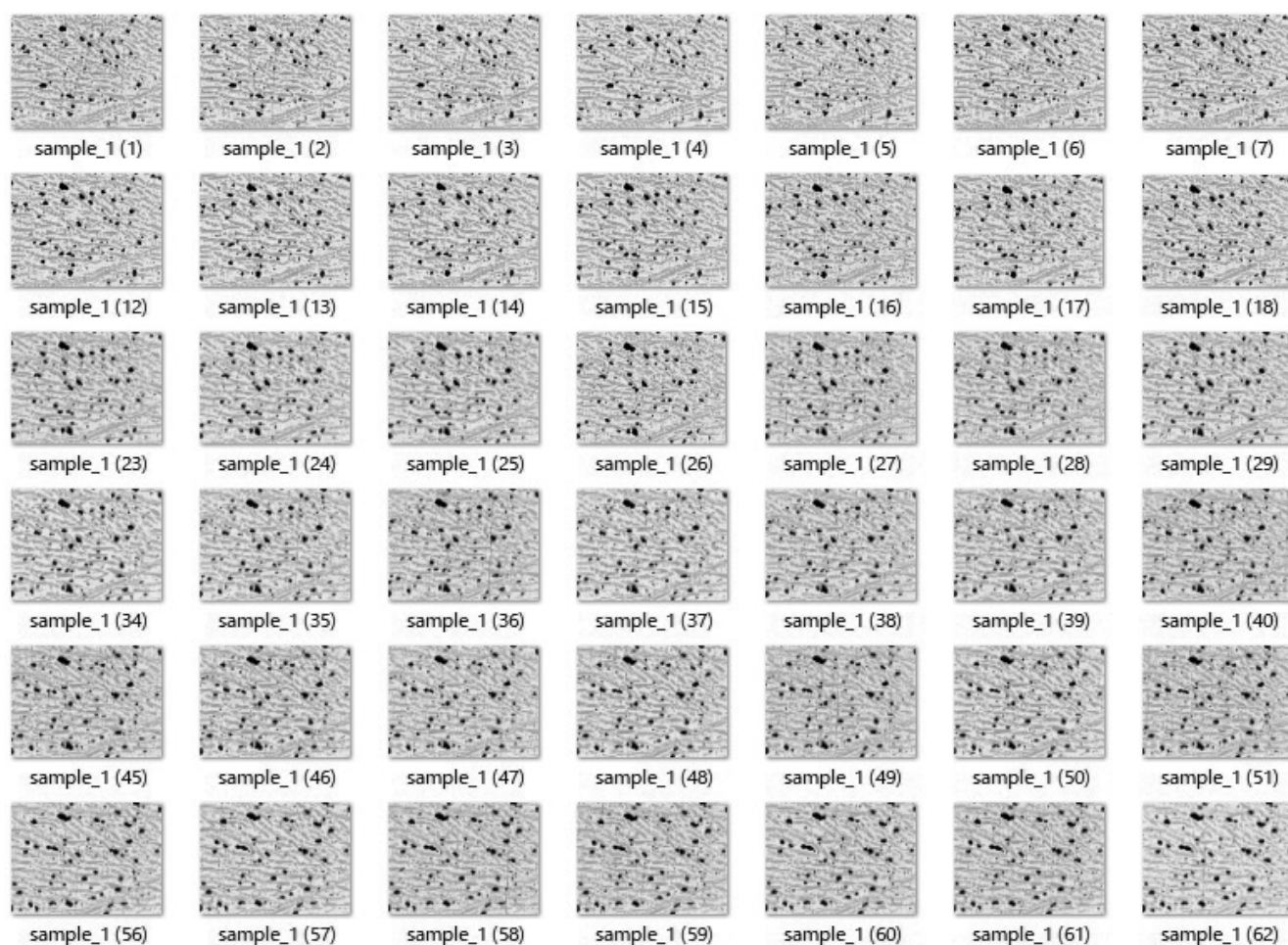


図7 Genus_3Dによる安定したシリアルセクションング連続画像

3.4 操作しやすさの技術、独自開発部材とライブラリー機能

シリアルセクションング法の三次元光学顕微鏡の独自構造と動作、更に独自開発の部材により、再現性のある安定した研磨を得る事が可能となった。それにより装置の設定値と使用部材をライブラリー化する事が可能となった。図9は設定条件、動作ライブラリーの概念図である。装置の動作設定の設定値、使用部材の選択は装置画面の観察対象材質のプルダウンメニューから選んで操作画面中の決定ボタンをクリックして指示に従うだけである。再現性のある全自動研磨とライブラリー化に成功し、現在は研磨結果から研磨条件をAIにより自動設定する機能へと進化させる全自動研磨のデータベースと学習値を集めている。

3.5 分析機器、高解像度機器との連携

シリアルセクションング連続動作の途中で試料を取外し、他の機器で観察や分析を行った後に再び試料の取付けを行い、継続して動作ができる仕組みになっている。試料は繰り返し脱着を繰り返しても傾き、回転、位置ズレが発生しない形状と材質で出来ている試料ホルダーと取り付け部になっている。これにより、EBSD 結晶方位、ナノインテンダー硬さ測定、EDX成分分析、SEM微小領域観察、FIBセクションングSEM微小領域3D観察等と図10のように連携を行う事が可能になる為に、各分析機器、高解像度機器の情報とシリ

アルセクションング方式三次元顕微鏡を融合する事により各分析情報を三次元化する事が可能となっている。更には分析機器、高解像度機器との連携によるハブ的な機能も期待される。

4 実例

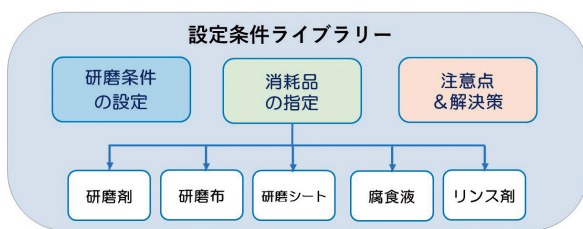
シリアルセクションング法の三次元光学顕微鏡を用いて厚肉球状黒鉛鋳鉄を観察した実例を以下に紹介する。

「銑鉄、スクラップ鋼、加炭剤、Fe-Si、Fe-Mnを添加して10t低周波誘導炉で元湯を溶解した。Mn量は0.3mass%（以降mass%を%と表記）となるよう元湯にFe-Mnを添加した。この元湯を取鍋でサンドイッチ法による球状化処理を行い、最終目標化学組成をC：3.5%、Si：2.6%、Mn：0.3%、P：0.03%以下、S：0.03%以下、Mg：0.04%以上、RE：0.02%の溶湯とした。この溶湯を500×500×500mmの型（自硬性砂型）に1623Kで注湯し、肉厚試験片を作製した。得られた厚肉試験片中央部から2×2×15mmの三次元観察用試験片を作製した。試験片を樹脂に埋め込み、シリアルセクションング3D顕微鏡（株）中山電機製 製品名Genus_3D 型番S3D-MWF-JS 以降3D顕微鏡と記載）を用いて2×15mm面について1.22μmずつアルミナペーパー5000番での研磨と光学顕微鏡観察を繰り返し、135枚連続で自動撮影した二次元画像を三次元画像に自動構築した。この連続した二次元画像を画像解析ソフト（FEIVSG社製Avizo9.1.1）にてVoxelサイズ0.21×0.21×1.22μm/画素、視野サイズ1391×1010×165μmにて画像処理を行い、黒鉛組織情報の定量化、球相当径による分類を行った。」

球状黒鉛鋳鉄は厚肉になると複雑な異常黒鉛を含む場合があるが、黒鉛組織の三次元像の把握により、同一黒鉛組織でも大粒径の物は円形度が低く、小粒径においても黒鉛球状化率はばらつきが大きいことがわかった（図11、図12）。

これは、シリアルセクションング法の三次元光学顕微鏡により、球状黒鉛鋳鉄の像を高解像度、広い視野で正しく把握する事が可能となった為である。

設定条件ライブラリーの概念図



試料種別に対応した研磨条件設定、消耗品選定、注意点などライブラリーとして提供

図9 Genus_3D 設定条件、動作ライブラリーの概念図

分析機器、高解像度機器との連携

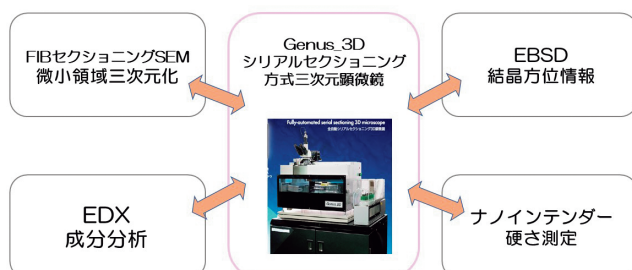
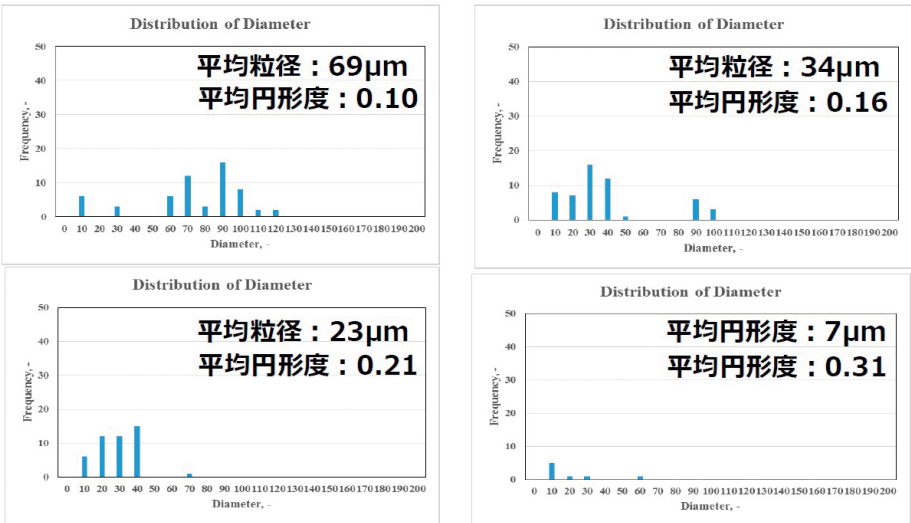


図10 分析機器、高解像度機器との連携で分析情報の三次元化

5 まとめ

シリアルセクションング法の三次元光学顕微鏡は実用範囲での高分解能、広視野の三次元観察を全自動で行う事が可能になった。今後更なる、高解像度、広視野、処理速度向上、観察機能の拡張、分析機能の追加、AIの導入を進めている。これらの機能は開発初期から装置構造に考慮され設計されているので、既に導入された装置にも部品の取り付け、交換、ソフトウェアバージョンアップで対応できるようになっている。

三次元黒鉛組織ごとの粒径分布，円形度



三次元黒鉛は大小の二次元黒鉛粒径で構成，高円形度黒鉛は小粒径

図 11 三次元黒鉛組織ごとの粒径分布、円形度

X線CTとシリアルセクション3D顕微鏡による観察の比較

	3D顕微鏡	X線CT
画像精度		
解析結果		
分析時間	15min (900000ms) /section	166ms/view
手法	Polishing and Optical microscope	Nondestructive
適用	Observation(detail)	Observation

3D顕微鏡による観察は詳細な三次元組織分析に有効

図 12 X線CTとシリアルセクション3D顕微鏡の観察比較

また、三次元構築を行った像から三次元解析も行うことができる。しかし、それらの解析処理を行うことは多数の専門知識を必要とし結果を得るのは容易ではなく取得時間も掛かるものであった。今現在はスタンドアロン型解析ソフトウェアである、材料情報統合システムMIPHAが存在することにより、重要な二次元/三次元組織特徴量を画像からAIを利用して自動抽出し三次元特性解析、三次元特性推定、更には逆解析までも誰にでも容易に、更に非常に短時間でできるようになった。

これらにより、今後ますます材料の三次元解析のスピードアップが行われ、材料研究に対する三次元観察とその解析の重要度と必然性が急速に増していくと考えている。

参考文献

- 1) 新家光雄，足立吉隆，小山敏幸：3D材料組織・特性解析の基礎と応用，内田老鶏園，東京，(2014)，3.
- 2) 藤本亮輔，中山誠，上村逸郎：第168回日本鑄造工業会全国講演大会概要集 3D顕微鏡による厚肉球状黒鉛鑄鉄の三次元組織観察，日本鑄造工学会，東京，(2016)，125.
- 3) 藤本亮輔，中山誠，上村逸郎：第168回日本鑄造工業会全国講演大会発表会用資料 3D顕微鏡による厚肉球状黒鉛鑄鉄の三次元組織観察，日本鑄造工学会，東京，(2016)，1.

(2020年7月28日受付)