

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 7 月 28 日現在

機関番号：82401

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2014～2015

課題番号：26889071

研究課題名(和文) 精密切削とエッチングを用いた金属組織の全自動三次元観察とその三次元形状評価

研究課題名(英文) Automatic Three-dimensional observation of metal structure using precision cutting and etching followed by three-dimensional shape evaluation

研究代表者

山下 典理男 (Yamashita, Norio)

国立研究開発法人理化学研究所・光量子工学研究領域・特別研究員

研究者番号：10734486

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,100,000円

研究成果の概要(和文)：金属組織の三次元構造は、その材料特性と深く結びついており、効率的な観察技術が求められる。本研究では、金属組織の全自動三次元観察を行なうため、精密切削とエッチング手法を用いたシリアルセクションニングによる全自動三次元観察システムを構築し、鉄鋼試料に対してマイクロメートル以下の分解能での三次元観察を実現した。さらに、得られた三次元画像データに対して、画像処理を用いた鉄鋼組織の三次元形状定量化を実施し、結晶の凹凸等の形状情報の定量化を行なった。これらの取り組みにより、鉄鋼の三次元組織形状の計測から形状の定量評価に至る一連の枠組みを示すことができた。

研究成果の概要(英文)：Since three-dimensional internal structures of metal materials are highly related with their material properties, their effective observation methods have been required. In this study, an automatic 3D observation system using a serial sectioning technique with precision cutting and etching were developed. Using the system, 3D observation of a steel material with resolution of micrometer order or less was achieved. In addition, the obtained 3D shapes of the grains were analyzed using image processing to quantify the shape parameters such as their curvature. These studies showed a framework from imaging to shape quantification for 3D structures of steel materials.

研究分野：メカトロニクス

キーワード：シリアルセクションニング 三次元観察 エッチング 鉄鋼組織 三次元形状定量化

## 1. 研究開始当初の背景

近年、工業材料分野において、米国のマテリアル・ゲノム・イニシアチブの提唱を始めとして、材料の微細構造がマクロな材料特性に与える影響が注目されている。しかし金属材料では、微細組織の評価は、労力・コスト面の制約から二次元的な断面観察に基づくものが主であり、三次元的な金属組織形状の取得や、それらを材料特性の評価に結びつけるまでには十分に至っていない。金属材料の優劣は広範な製品の性能に直結することから、金属材料開発や製品性能で世界をリードする上で、多数の金属試料を詳細かつ素早く定量的に評価することが望まれる。それゆえ、金属材料の三次元組織の効率的な全自動観察と、それらの観察データを活かした三次元形状解析技術が求められている。

金属材料の組織観察では、研磨面に対するエッチングにより金属組織に粒界やコントラストを生じさせる観察手法が多く用いられる。しかし、一連の観察手順は手作業が主であり、一断面の観察に数時間を要する。そのため、断面創出と連続断面画像を多数取得する三次元観察法（シリアルセクションング法）へのエッチングによる組織観察手法の適用は、数ヶ月にわたる作業が見込まれ、作業負担の点から多数のサンプルの観察は現実的であるとは言いがたかった。一方、近年、新たに研磨とエッチングを自動化した鉄鋼組織のシリアルセクションング法が提案され、手作業と比べて効率化が図られてきている。このように鉄鋼組織の三次元観察手法に対する期待感は強い。本研究では、断面創出手法として、精密切削手法に着目し、全自動三次元観察システムの構築を目指す。精密切削は除去量の制御が比較的容易であり、加工液を用いずにドライ環境で断面創出が可能である。そのため、エッチング前に加工液の除去を必要とせず効率的な観察が可能と考えられる。

また、三次元観察により得られたデータに対する解析技術も望まれている。三次元データの可視化だけでなく、三次元組織形態の形状パラメータの定量化が必要とされている。観察技術の発達に伴って今後の取り組みが注目される分野である。本研究では、画像処理手法による幾何形状の定量化に取り組む。

本研究により、作業者の労力の大幅低減および高速化による効率的な金属組織三次元観察の容易化、および金属組織の三次元詳細形状の定量評価技術の実現が可能となり、金属材料の開発技術の発展に貢献することが期待できる。

## 2. 研究の目的

本研究では、精密切削とエッチングを組み合わせ全自動シリアルセクションング観察システムの構築を行なう。構築したシステムを用いて、鉄鋼試料に対する三次元観察を行い、マイクロメートル以下の分解能で、三

次元組織構造を取得する。さらに、得られた三次元組織データに対して、画像処理を用いて、結晶粒の三次元形状の定量化を行なう。これらの取り組みにより、鉄鋼の三次元組織形状の計測から形状の定量評価に至る一連の枠組みを示す。

## 3. 研究の方法

本研究では、申請者がこれまでに開発を行ってきた鉄鋼材料用3次元内部構造顕微鏡に対して、エッチング手法を導入することで、全自動での三次元組織観察を実現する。鉄鋼材料用3次元内部構造顕微鏡は、精密切削を用いたシリアルセクションングによる金属材料用の全自動三次元観察システムである。精密加工機をベースとし、ドライ環境下で楕円振動切削法による精密切削により、高速かつ高精度な鏡面創出と断面観察が可能であり、鉄鋼材料中のマイクロメートルオーダーの介在物およびき裂の三次元形状の全自動観察を実現してきた。しかし、介在物・き裂とは異なり、鉄鋼組織は断面創出のみでは画像として取得することはできず、断面創出後に腐食液を用いてエッチングを施すことで現出させる必要がある。そこで本研究では、上記システムにエッチング工程を導入した上で全自動化を行い、高速・高効率な金属組織の全自動三次元観察システムを実現する。エッチング工程の制御には、新たに制御器(National Instruments Corp.)を導入し、LabView (National Instruments Corp.)を用いて、3次元内部構造顕微鏡の制御器と連携させることで、自動化を行なう。また、LabViewによる制御プログラムはGUIを備え、動作状況の確認や、エッチング条件を自動的に変えながら条件探索を可能とするように設計する。動作検証としては、フェライトとマルテンサイトを有する鉄鋼試料を用い、レペラ溶液をエッチング液として用いる。レペラ溶液は、元となる2液(ピクラールとピロ亜硫酸ナトリウム水溶液)を、観察機上にて試料への塗布直前に混合するように設計する。さらに、得られた連続断面画像は、V-cat(理化学研究所)を用いて、三次元可視化と領域抽出を行なう。また、三次元データ画像処理に基づく三次元形状特徴の定量評価手法を提案し、一連の三次元観察・評価技術を構築する。

## 4. 研究成果

開発した3次元組織観察システムを図1に示す。試料をXYステージ上に配置し、加工部での精密切削による断面創出、エッチング部でのエッチング液の塗布、洗浄、乾燥、観察部での断面観察を全自動で行なうことが可能である。エッチング工程や撮影は、LabViewにより、制御器からのトリガ出力を用いて制御した。制御インタフェースにおいては、エッチング時間、洗浄時間・乾燥時間をそれぞれ制御可能であり、試験用に別途、

手動トリガによる動作も備えた。

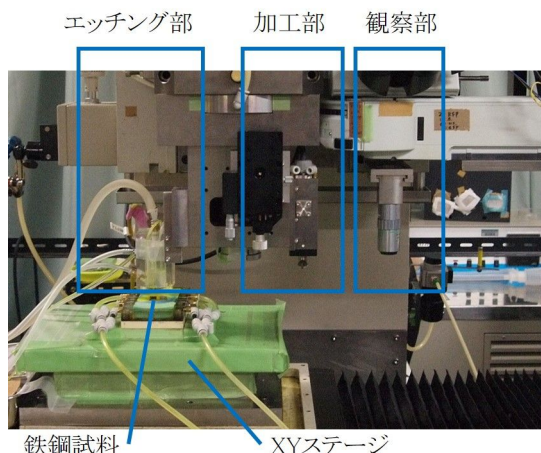


図1 3次元金属組織観察システム

本システムを用いて、鉄鋼材料の三次元組織観察を行なった。切削断面間隔は1 μmとし、80断面の観察を行った。1断面の中央部を切り出して拡大した結果を図2に示す。取得した画像サイズは4032×3024 pixelであり、その中央部672×504 pixelを切り出している。解像度は0.241×0.241 μmである。エッチングにより現出した鉄鋼材料中の組織形状が観察できる



図2 自動エッチングを行なった鉄鋼断面

80断面の画像を用いて、三次元再構築を行なった像を図3に示す。ボクセル数は672×504×80 voxel、解像度は0.24×0.24×1.00 μmである。側面方向からも粒形状を確認可能であり、精細な三次元像を取得できた。



図3 三次元組織のボリュームレンダリング

これらの連続断面画像から、V-Cat (理化学

研究所)を用いて、各粒の領域抽出を行い、得られたボクセルデータに対して画像処理による形状解析を行なった。一例として、抽出した複数の粒に対して、連結領域ごとにラベリングをした結果および、各粒の表面の凹凸を表面ボクセルにおける主曲率の算出により表現した結果を、それぞれ図4、図5に示す。それぞれの粒に対してラベル番号が与えられ、表面の凹凸が、凸部を赤系統、凹部を青系統の疑似カラーで示された。他にも、主成分分析による各結晶粒の扁平度の定量表現を実施した

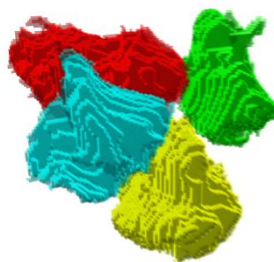


図4 各粒のラベリング結果

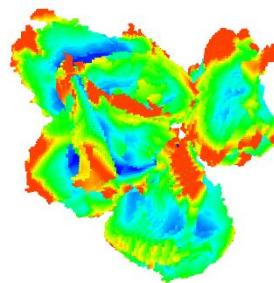


図5 各粒の主曲率算出による凹凸表現

三次元組織形状の定量化により、観察者の主観的な判断に依存しない客観的な評価につなげることができる。

これらの取り組みにより、鉄鋼の三次元組織形状の計測から形状の定量評価に至る一連の枠組みを示すことができた。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕該当なし

〔学会発表〕該当なし

〔図書〕該当なし

〔産業財産権〕  
出願状況 該当なし

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：

出願年月日：  
国内外の別：

取得状況 該当なし

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

山下 典理男 (Yamashita Norio)  
理化学研究所 光量子工学研究領域 特別研究員  
研究者番号：10734486

##### (2) 研究分担者

なし

##### (3) 連携研究者

なし