

3Dによる微細構造解析技術の展望と 構造材料への応用

Prospects of three-dimensional microstructural analysis techniques and their applications to structural materials

波多 聡*¹ 嶋田 雄介*² 光原 昌寿*³ 池田 賢一*³ 中島 英治*⁴ 松村 晶*⁵ 足立 吉隆*⁶

Satoshi Hata, Yusuke Shimada, Masatoshi Mitsuhashi, Ken-ichi Ikeda, Hideharu Nakashima,
Syo Matsumura and Yoshitaka Adachi

Synopsis: Three-dimensional (3D) microstructural analysis is one of the hot topics in the research field of materials science. This article reviews recent advancements of 3D microstructural analysis techniques and discusses prospects of the development of these techniques and their applications to structural materials.

Key words: Three-dimensional(3D); microstructure; structural material; serial sectioning; x-ray computed tomography(CT); electron tomography; electron microscopy

1. はじめに

材料の微細構造解析において3D (three-dimensional:3次元) 技術の発展と応用が注目されてきている。本稿では、筆者らのこれまでの経験を基に、3D微細構造解析技術の概要と適用事例、及び今後の見通しを紹介する。鉄鋼材料への3D微細構造解析技術の応用に関しては、最近、優れた解説記事が日本鉄鋼協会会報に掲載されており¹⁾、本稿では、そこであまり触れられていない部分に光を当ててみたい。

2. 材料分野における3D微細構造解析技術の背景

医学や生物学の分野では、材料分野よりも早い時期から3D微細構造解析技術が発展し、応用されてきた。例えば、X線CT (computed tomography:コンピュータ断層撮影法)、MRI (magnetic resonance imaging:核磁気共鳴画像法)、電子線トモグラフィー (electron tomography)などは、医学・生物学の分野では既によく用いられている3D画像可視化技術である。

材料分野において3D微細構造解析技術が注目される時期が、医学・生物学の分野よりも遅れた理由を考えてみる。材料、特に無機材料の場合、その多くは結晶である。結晶は、単位胞 (unit cell) で定義される最小の構造単位が、3次元的に繰り返し周期的に配置したものである。並進対称性 (translational symmetry) と呼ばれるこの性質は、

結晶が示す様々な物性の根源や、それを人間が理解する際の出発点と言うべきものである。並進対称性は微細構造解析においても有効に扱われている。例えば、結晶構造 (単位胞) の解析においては、全ての方向から光源を入射して回折図形を撮影する必要はなく、代表的な結晶学的方位から得られる回折図形により結晶の3D構造が求められる。また、転位や析出物の形態に代表されるように、投影像や平面像といった2D画像のみから3D形態を概ね理解することも結晶ならではのと言える。つまり、「3D画像がなくても3D微細構造はわかる」という事例が材料の場合には多く、そのために3D微細構造解析技術が必要とされてこなかったのではないかと考えられる。

それでは、最近になって材料分野で3D微細構造解析技術が注目されてきたのはなぜか。これには主に2つの理由が考えられる。1つ目の理由として、結晶の並進対称性からでは3D微細構造を理解できない材料が増えてきたため、あるいは、こうした複雑な微細構造の解析の必要性が増してきたためと考えられる。例えば、多孔質な非晶質シリカ (SiO₂) 担体に担持された金属ナノ粒子²⁾ を考える。金属ナノ粒子は結晶であるが、その分布や向きは非晶質シリカ担体の多孔質な微細構造によって様々であり、並進対称性で解決できるのはせいぜい金属ナノ粒子の結晶構造と3D形態までである。非晶質シリカ担体の方を見ても、孔の3D形態や体積率等を2D画像から求めるのは困難である。金属・セラミックス材料におけるクラックの発生や伝播¹⁾ も好例である。すなわち、平面観察からクラックの形態の

*1 九州大学 大学院総合理工学研究院 准教授

*2 九州大学 大学院総合理工学府

*3 九州大学 大学院総合理工学研究院 助教

*4 九州大学 大学院総合理工学研究院 教授

*5 九州大学 大学院工学研究院 教授

*6 鹿児島大学 大学院理工学研究科 教授

特徴や伝播の様子を捉えることは可能であるが、クラックの起点や空間的な伝播の様相を平面観察から捉えるのはきわめて難しい。

3D微細構造解析技術が注目されてきた2つ目の理由として、材料分野で用いられる微細構造解析装置における3Dイメージング技術の進歩が考えられる。具体的には、こうした装置のオペレーションをコンピュータで制御・自動化できるようになったことや、画像データがデジタル化して短時間のうちに大量に記録できるようになったことが指摘される。例として、透過電子顕微鏡 (TEM: transmission electron microscope) による3D観察法である電子線トモグラフィーを考える。画像記録媒体が写真フィルムの場合、最大連続撮影枚数は一度に装填できるフィルムの枚数で決まるので50枚程度である。一方、CCD (charge coupled device: 電荷結合素子) カメラの場合には、コンピュータの記憶容量が許す限り何枚でも連続撮影が可能である。電子線トモグラフィーでは、通常120~180枚の画像を1つの視野から連続撮影して3D画像を構築するので、写真フィルムからCCDカメラへの移行は電子線トモグラフィーの汎用性を一気に高めたと言える。3D画像を得るためのソフトウェア開発も進み、顕微鏡メーカー等の各社が販売している。また、研究機関で開発された無料ソフトウェア³⁾を3D画像構築に用いることも可能である。最近のTEMを購入すると、3Dは付属機能として選べるほどに汎用化が進んできている。

3. 各種3D微細構造解析技術の概要と応用例

以下に、材料研究に应用されている代表的な3D微細構造解析技術 (Table 1) の概要と応用例を紹介する。ここ

で紹介する内容の多くは、筆者らが参画した日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会「階層的3D4D解析に基づく材料信頼性向上フォーラム」(平成22~23年度)⁴⁾での知見に基づいている。本フォーラムの活動により、日本国内はもとより海外の3D解析グループとのネットワークが構築され、以下に述べるような異なる解析技術の間での情報交換をとっても行い易くなっている。

Table 1
Typical 3D imaging techniques used for materials research.

| Method | Source (instrument) | Scale | Objects |
|---|--|----------------------|---|
| Serial sectioning | Light (optical microscope (OM)) | mm- μ m (OM) | Polycrystalline grain |
| | Electron & ion beam (scanning electron microscope (SEM) equipped with a focused ion beam (FIB) mill) | μ m-nm (SEM-FIB) | Pore/void/crack Precipitate |
| 3D x-ray imaging (computed tomography (CT), topography, etc.) | X-ray (laboratory-size instrument or synchrotron facility) | mm-nm | Polycrystalline grain Pore/void/crack Dislocation Strain distribution |
| 3D atom probe (AP) | Needle-shaped specimen with He/Ne ion gas (field-ion microscope (FIM) with a mass spectrometer) | nm- Å | Elemental distribution |
| Electron tomography | Electron (transmission electron microscope (TEM) or scanning TEM (STEM)) | nm- Å | Nano-particle Precipitate Dislocation Elemental distribution Atomic arrangement |

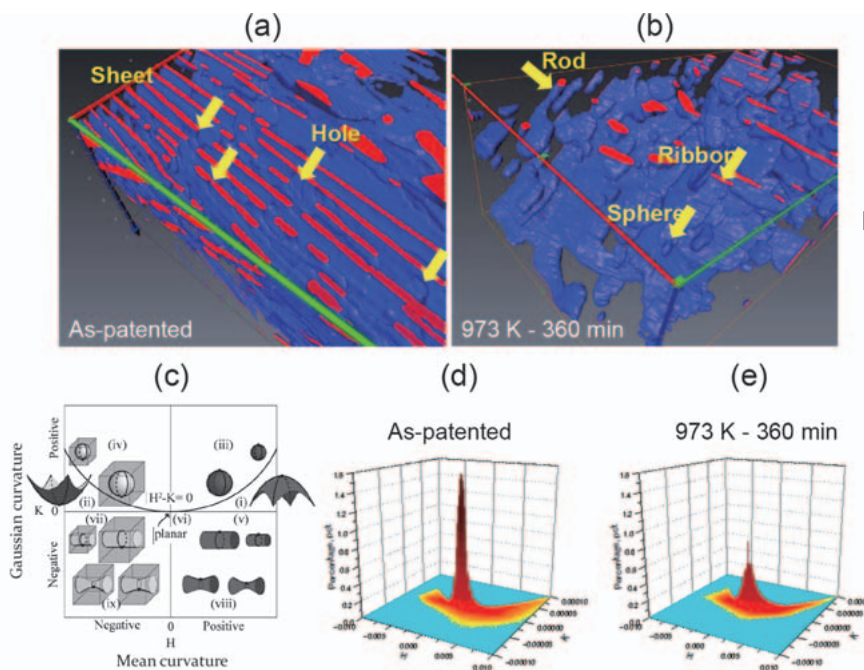


Fig.1 Application of FIB-SEM cross-sectioning to the spheroidization process of pearlitic microstructure in 0.8 wt% C eutectoid steel. (a) 3D view of the plate-like cementite with holes in the as-patented state, (b) 3D view of the partially spheroidized cementite after a heat treatment at 973 K for 360 min, (c) topological shapes of objects as functions of mean curvature, H and Gaussian curvature, K , (d) 2D plots of H and K of the cementite regions for the as-patented state in (a), and (e) those for the heat-treated state in (b).

3.1 シリアルセクションニング

シリアルセクションニング (serial sectioning) とは、研磨厚みを一定にした平面研磨と像観察を交互に繰り返して、得られた連続画像から3D画像をコンピュータ上で構築する技術のことである。機械研磨と光学顕微鏡を組み合わせた方法の他、FIB (focused ion beam: 集束イオンビーム) 加工とSEM (scanning electron microscope: 走査電子顕微鏡) の複合機による方法が用いられている。最近では加工と観察の自動化が進み、mm~nmオーダーの3D材料組織解析を比較的簡便に行える方法として用途が広がってきている⁵⁻⁷⁾。

シリアルセクションニングの鉄鋼材料への応用例を紹介する、Fig.1に示した共析鋼パーライトの球状化では、シート状のセメントタイトにおける穴 (Hole) の立体形状、及び熱処理に伴うセメントタイトの種々の形態変化 (Rod、Ribbon、Sphere) を、SEM-FIBシリアルセクションニングで明瞭に3D可視化している。更に、それらの種々の形態を平均曲率 H とガウス曲率 K で数値化することにより、材料内部で不均一に進行しているように見えるパーライトの形態変化に定量的な法則を見出そうと試みている。Fig.2は、足立らにより開発された全自動シリアルセクションニング3D顕微鏡Genus_3D™ (Fig.3)⁸⁾ を、SUS304鋼の応力腐食割れ亀裂の解析に適用した例である。ここでは、イメージングの方法として、Genus_3D™の光学顕微鏡に加えてSEMのイメージング機能の1つであるEBSD (electron back-scattered diffraction: 後方散乱電子回折法) 結晶方位マッピングを用い、結晶粒界と亀裂の3D形態だけでなく、多結晶粒の方位や粒界面方位までも可視化している。このように、3D形態情報に結晶学的情報を加えることで、亀裂の伝播の機構を本質的に明らかにしようとしている。

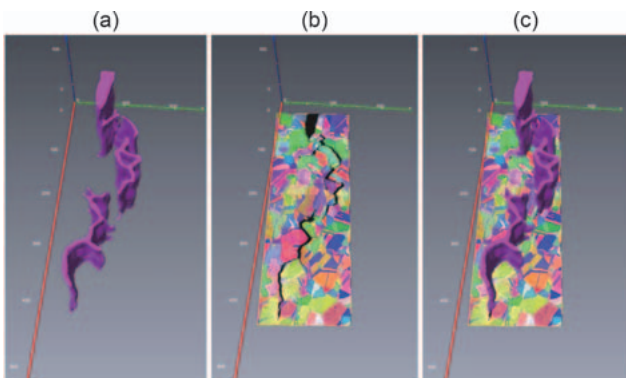


Fig.2 Application of OM cross-sectioning combined with SEM-EBSD orientation mapping to the stress corrosion cracking in SUS304 stainless steel. (a) 3D visualization of the crack, (b) SEM-EBSD orientation map around the crack, and (c) the combination of (a) and (b).



Fig.3 Fully automated 3D serial-sectioning microscope, Genus_3D™.

3.2 X線3Dイメージング

X線を光源とした3Dイメージング技術の中で最も代表的なものはX線CTであろう。研究室レベルの汎用X線CT装置は各所に設置されているようであるが、最近では、シンクロトロン放射光施設などの強力な光源を使用した装置開発が急速に進んでおり、空間分解能は30~100nmにまで達してきている^{1, 9)}。この3Dイメージング技術の最大のメリットは、X線の高い透過能を利用して、非破壊で試料内部の3D画像が得られることにある。そのため、同じ観察視野で3D画像の時間変化を追跡できる。すなわち、4D観察が可能である。放射光施設の強力な光源は撮像時間を著しく短縮するので、4D観察には欠かせないものとなっている¹⁾。X線3Dイメージングでは、通常吸収コントラストによる3D形態観察の他、回折コントラストによる多結晶組織、転位等の格子欠陥及びひずみ分布の3D可視化¹⁰⁻¹³⁾、更にはX線吸収端を用いた組成分布の3Dイメージング¹⁴⁾も行うことができ、TEMと同様の複合解析装置としての魅力を併せ持っている。X線による3D4Dイメージングの研究は日本鉄鋼協会の大型プロジェクト研究として採択されており¹⁵⁾、鉄鋼材料への応用も本格化してきている。その詳細については最近の解説¹⁾を参照いただきたい。海外では、特に欧州において研究が盛んで、デンマークRisø国立研究所の3D4D解析グループ¹⁶⁾等が有名である。

X線3Dイメージングの応用例¹⁷⁾を紹介する。Fig.4 (a)はパウダー・イン・チューブ法で作製したMgB₂超伝導体¹⁸⁾の明視野走査透過電子顕微鏡 (bright-field scanning transmission electron microscope: BF STEM) 像である。MgB₂超伝導体は、MgとBの粉末を混合して金属管に封入し、600℃以上程度の熱処理を施すことにより得られるが、総体積が約70%に減少するために、作製したMgB₂超伝導体はFig.4 (a) のように大小さまざまな穴 (pore) を含

んでいる。特に大きな穴は、もともとMg粉末が存在していた箇所と考えられ、融点の低い(660℃)MgがB粉末側に浸透することで MgB_2 が生成する。また、Mgは蒸気圧が高く、酸化し易いといった扱いにくい面があり、MgとBの全てを MgB_2 に反応させるのは容易ではない。その結果、ここでは未反応のB (residual B) が残っている。こうした穴や未反応Bは MgB_2 超伝導体同士の連結性(connectivity)を低下させるので、例えば MgB_2 線材に超伝導電流を流す場合、流せる最大電流(臨界電流)の低下を招く。

Fig.4 (b) ~ (e) は、この MgB_2 超伝導体をX線CTにより3D観察した例である。図の左側 (b) と (d) はMgとB以外に添加物を用いない場合の、右側 (c) と (e) はリンゴ酸 (malic acid) を初期粉末に添加した場合の結果で、上段 (b) と (c) はCTのアルゴリズムにより3D再構成した画像、下段 (d) と (e) は3D画像を輪切りにした断層像 (tomogram) である。Fig.4 (a) の電子顕微鏡像及び各相 (MgB_2 、B) の密度差から、Fig.4 (b) ~ (e) の特に暗い箇所は穴に対応するものと解釈される。この穴の形と分布に注目すると、無添加材 (b, d) とリンゴ酸添加材 (c, e) では明瞭な差を確認できる。すなわち、リンゴ酸を添加すると、穴が伸長した形態から等方的な形態へと変化し、

しかも微細に分布する傾向がある。これらの3D画像データを解析した結果、リンゴ酸の添加により穴のサイズは約半分となり、穴が占める体積率は50%から40%に低下することがわかった。超伝導体同士の連結性を模擬したパーコレーションモデル¹⁹⁾に基づく臨界電流の理論式に、上記の3D画像データから求めたパラメータを代入すると、実験的に求めた無添加材とリンゴ酸添加材の臨界電流の差を定量的に説明できることが明らかとなった。

Fig.4の事例において、電子顕微鏡観察 (a) からナノレベルの微細構造の特徴が明らかになる一方で、サブ μm スケールの穴の形状や分布の定量的・統計的な情報を得るのは困難である。X線CTによる3Dデータは、こうした電子顕微鏡ではわからない定量的・統計的な組織情報を引き出すことにおいて有効であった。逆に、X線CT画像だけでは像強度と不均一組織の対応をつけることは容易ではなく、電子顕微鏡観察との併用がX線CT画像の解釈に必要であったとも言える。

3.3 3DAP

材料分野での3D微細構造解析と言えば、かつては3DAP (three-dimensional atom probe:3Dアトムプローブ) のことを指していたといっても過言ではない。これは、FIM

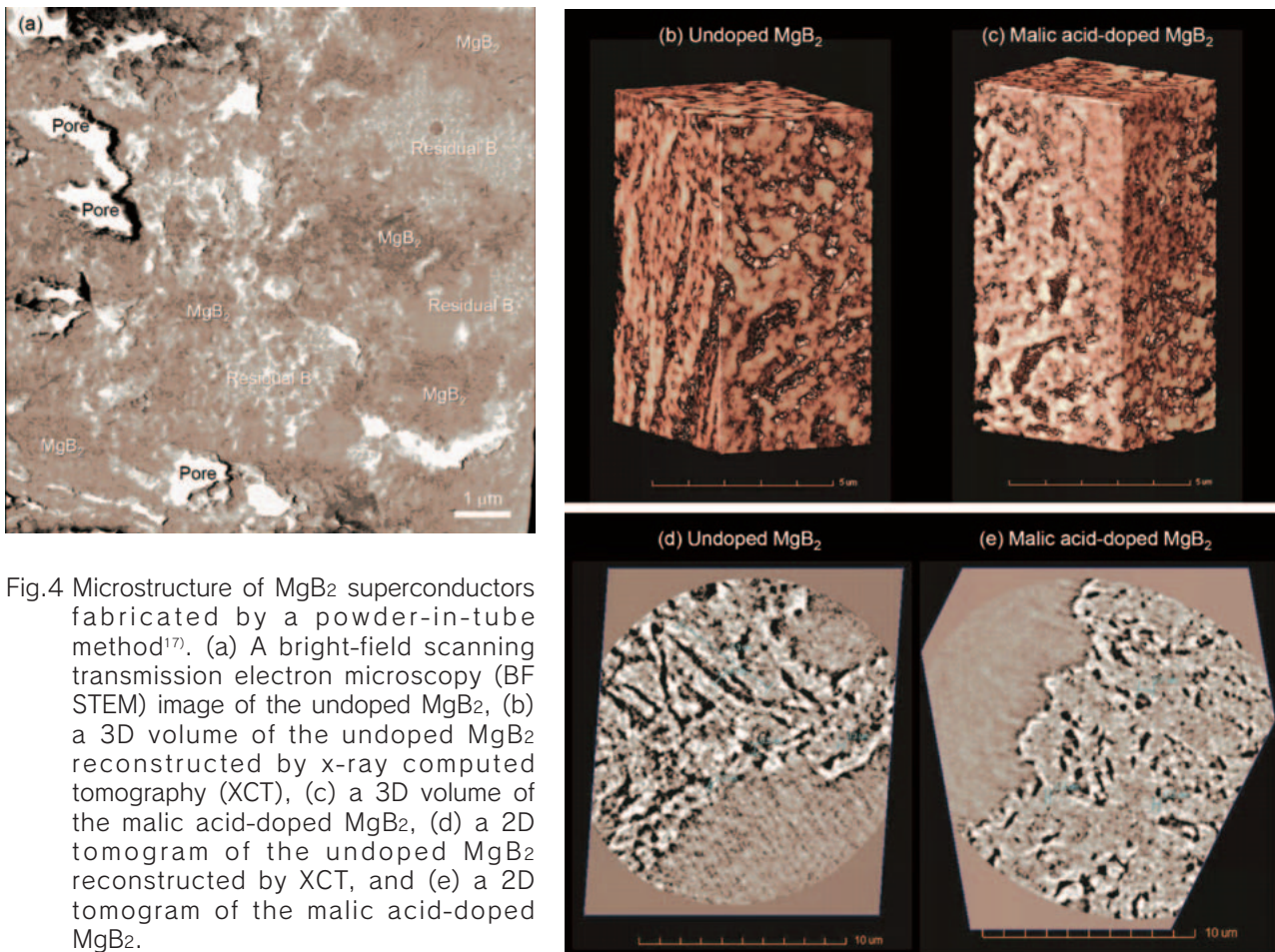


Fig.4 Microstructure of MgB_2 superconductors fabricated by a powder-in-tube method¹⁷⁾. (a) A bright-field scanning transmission electron microscopy (BF STEM) image of the undoped MgB_2 , (b) a 3D volume of the undoped MgB_2 reconstructed by x-ray computed tomography (XCT), (c) a 3D volume of the malic acid-doped MgB_2 , (d) a 2D tomogram of the undoped MgB_2 reconstructed by XCT, and (e) a 2D tomogram of the malic acid-doped MgB_2 .

(field ion microscope:電界イオン顕微鏡)をベースとした3Dイメージング技術で、細い針状試料の先端部における構成元素の空間分布を可視化することができる。その測定原理から、原子の検出確率は50%程度と言われているが、針長手方向の空間分解能はサブnm(単一原子層)レベルに達する。針状試料を作製できるかどうかのポイントとなるが、FIBの登場により、金属試料で通常用いられる電解研磨が困難な材料やデバイスの針状加工も可能となった。更に最近では、レーザを用いた新しい3DAPイメージング技術の開発により、これまでは観察できなかった絶縁体も観察可能となってきた²⁰⁾。3DAPの構造材料への有効な適用例としては、結晶粒界等の界面における偏析²¹⁾や、時効析出初期の合金元素分布の3D可視化²²⁾が知られている。

3DAP装置が導入されている国内機関は、X線CT装置やTEMに比べるとまだ限られているが²³⁾、鉄鋼材料をはじめとして多成分系材料の研究の比重がますます大きくなると予想される将来、3DAPの必要性は高まっていくものと考えられる。但し、光学顕微鏡やSEM・TEMとは異なり、3DAPに国産商用品はなく、比較的高価な装置なので、国産メーカーの参入等により低価格化が進むことを期待したい。

3.4 TEM

医学・生物学の分野から発展を遂げてきた電子線トモグラフィは、TEMによる3Dイメージング技術である。ここに、高角度環状暗視野走査透過電子顕微鏡法 (high-angle annular dark-field transmission electron microscopy:HAADF STEM) の汎用化があいまって、結晶性材料の3Dナノ構造観察が可能となった^{2, 24)}。これは、結晶材料の場合に3D画像の信頼性を低下させる回折による像コントラストを格段に抑え、あたかも非晶質材料を観察しているかのように、質量・厚みに単調依存した像強度が結晶性材料でも得られるようになったためである。その他、元素マップの取得に用いられるEDX (energy dispersive X-ray spectroscopy:エネルギー分散型X線分光法)^{25, 26)}やEELS (electron energy-loss spectroscopy:電子エネルギー損失分光法)^{2, 27)}、ローレンツ法による磁気モーメントの向きの可視化²⁸⁾など、種々のモードで3D観察が可能となっている。更に、回折条件を制御して回折コントラストを積極的に用いれば、転位などの格子欠陥の3Dイメージングも可能である。筆者のグループでは、特にこの格子欠陥の3Dイメージングに力を入れてきた。その中で、高傾斜3軸試料ホルダー (Fig.5)を開発し²⁹⁾、技術的な問題を克服した。この試料ホルダーの応用例については以下で述べる。その他、針状

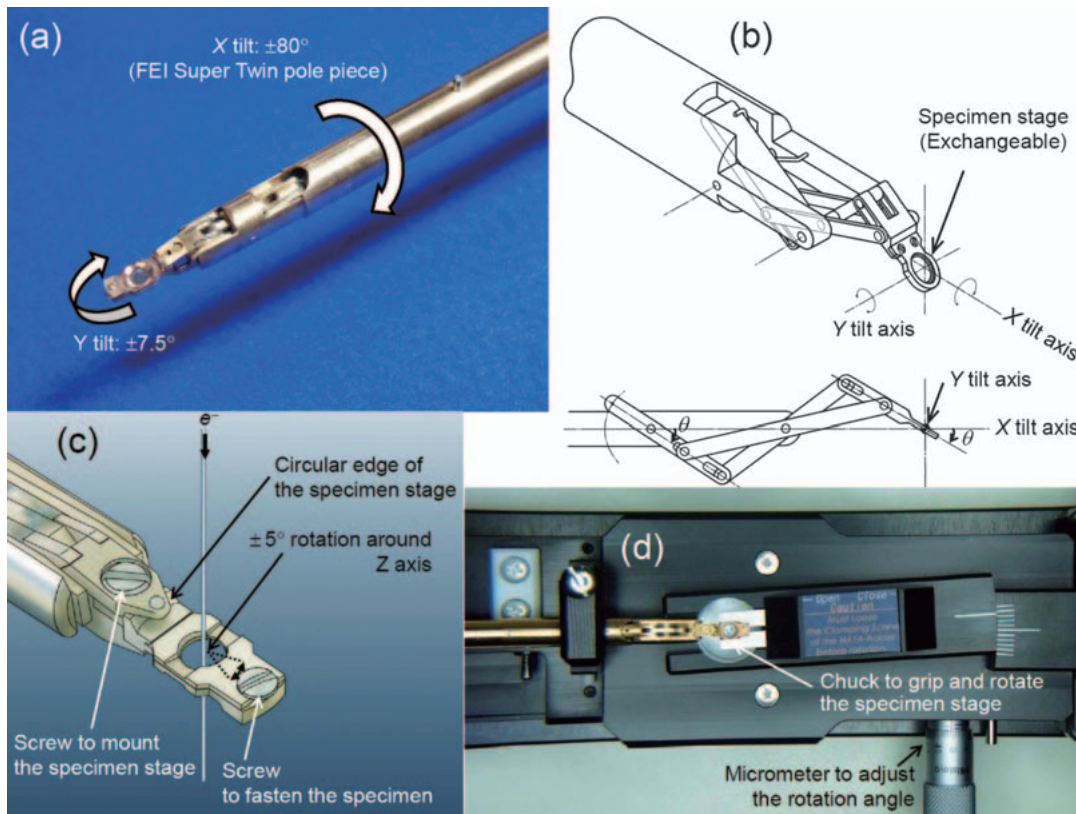


Fig.5 High-angle triple-axis (HATA) specimen holder developed for electron tomography imaging of crystal defects²⁹⁾. (a) Bird's-eye view of the holder, (b) the double-tilt mechanism of the specimen stage, (c) the rotation mechanism of the specimen stage, and (d) a photograph of the stage-rotate dock.

試料を共通試料として、同一視野で電子線トモグラフィー観察と3DAP観察を行って複合的な3D情報を得ようとする試みも報告されている³⁰⁾。3D画像の分解能において、最近のTEMは他の追随を許さず、金属ナノ粒子の原子レベル3D観察が報告されている^{31, 32)}。米国のグループからは4D (3Dその場) 観察も報告されている³³⁾。彼らの方法は巧妙である。パルスレーザー (熱) 照射によりカーボンナノチューブを弾性変形させ、その2Dその場観察を、異なる方向から繰り返し行うことで、4D画像データを構築している。しかし、このような繰り返し観察が適用できない塑性変形等に4D観察を適用するためには、撮像時間の大幅な短縮が必要で、今後の技術発展を待たなければならない。

転位の3D観察は、電子線トモグラフィーならではのアプリケーションである。特に、転位論発祥の地とも言うべき欧州の研究機関からの注目度が高く、筆者らはこれまでに英国・ケンブリッジ大学^{27, 29)}、英国・バーミンガム大学³⁴⁾、ベルギー・アントワープ大学³⁵⁾、デンマーク・デンマーク工科大学³⁶⁾等と共同研究を行ってきた。

Fig.6は電子線トモグラフィーによる γ オーステナイト系ステンレス鋼 (AISI316L) の転位下部組織の3D可視化の例である²⁹⁾。ここでは、Fig.5の高傾斜3軸試料ホルダーを用いて、次のようなデータ取得を行っている。まず、1つの試料傾斜軸を決めて連続傾斜像を撮る (Fig.6 (a))。このとき、面心立方構造の (020) 面がブラッグの条件を常に満たすように試料ステージを注意深く調整する。連続傾斜像撮影後に、試料ステージ上で試料を回転させて、同一視野で再び連続傾斜像を撮る (Fig.6 (b))。この場合、

試料回転角は 90° で、今度は (200) 面がブラッグの条件を満たしている。このようにすることで、視野中に含まれる転位線を全て可視化することが可能となる。例えば、Fig.6 (a) と (b) の矢印で示した箇所では、(a) でのみ見えている転位線がある。

2組の連続傾斜像データから再構築した3D画像がFig.6 (c) である。3D画像は任意の方向から観察できるので、例えば、通常の観察では見ることのできない薄膜試料の面内方向 (Fig.6 (c) の右端) から見ることも可能である。この3Dデータ空間に含まれる転位線の全長は0.14mm、転位密度は $4.0 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ と求められた。転位密度は2D画像からも見積もることができるが、試料の厚みや転位線の異方性によっては見積もった値が変わってくることもあるので、3D画像から求めた転位密度は精度の高いものと言える。

3D画像から見てきた面白い事実を紹介する。Fig.7は、Fig.6 (c) の3Dデータを、直交する3方向の断面に切り出し、各断面に含まれる転位の数 N_d を数えた結果を示している²⁹⁾。3DデータのサイズはX、YおよびZ方向にそれぞれ900、900および105画素であり、1画素のサイズは3nmに相当する。TEM試料の薄膜面にはほぼ垂直なXZ面 (Fig.7 (b)) とYZ面 (Fig.7 (d)) では、 N_d は断面ごとに1~6倍程度の変動を示している。 N_d が高いピークを示す領域は、転位が活動している複数の {111} すべり面が存在する領域に対応していると解釈される。一方、薄膜面にはほぼ平行なXY面での N_d の測定結果 (Fig.7 (c)) は他の2方向とは異なる傾向を示している。すなわち、3Dデータの両端に近いところで N_d が低下している。これは、TEM薄膜試料

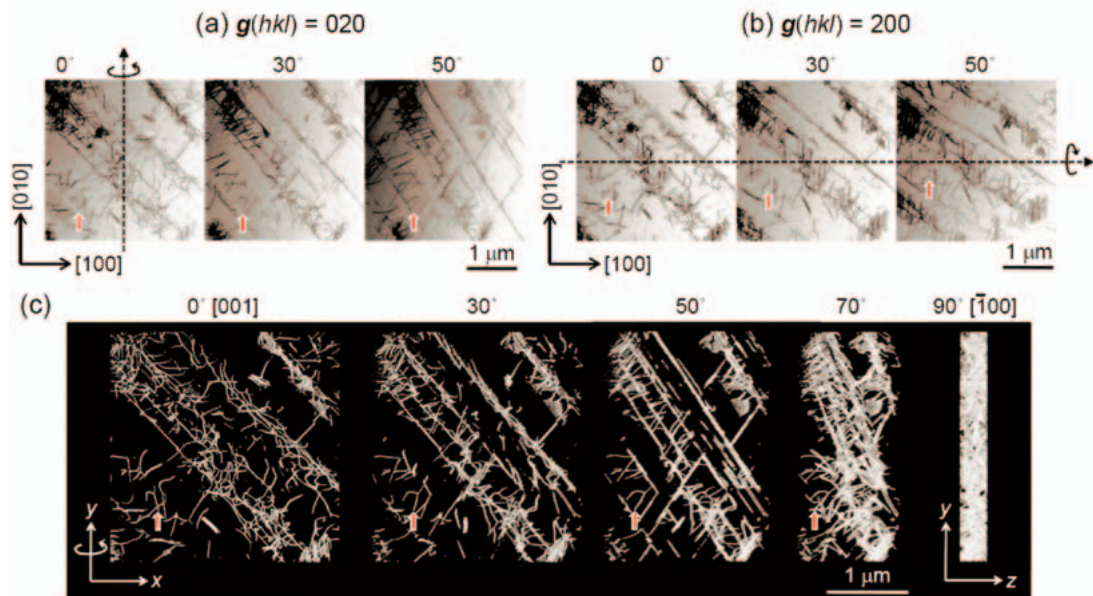


Fig.6 Electron tomography observation of dislocations in an austenitic steel (AISI316L) ²⁹⁾. (a) A part of tilt-series of BF STEM images acquired under the diffraction condition of $g(hkl)=020_{\gamma\text{-Fe}}$, (b) A part of tilt-series under $g(hkl)=200_{\gamma\text{-Fe}}$, and (c) 3D views of the reconstructed dislocation arrangement. Arrowheads indicate a dislocation that is visible only for the diffraction condition of $g(hkl)=020_{\gamma\text{-Fe}}$.

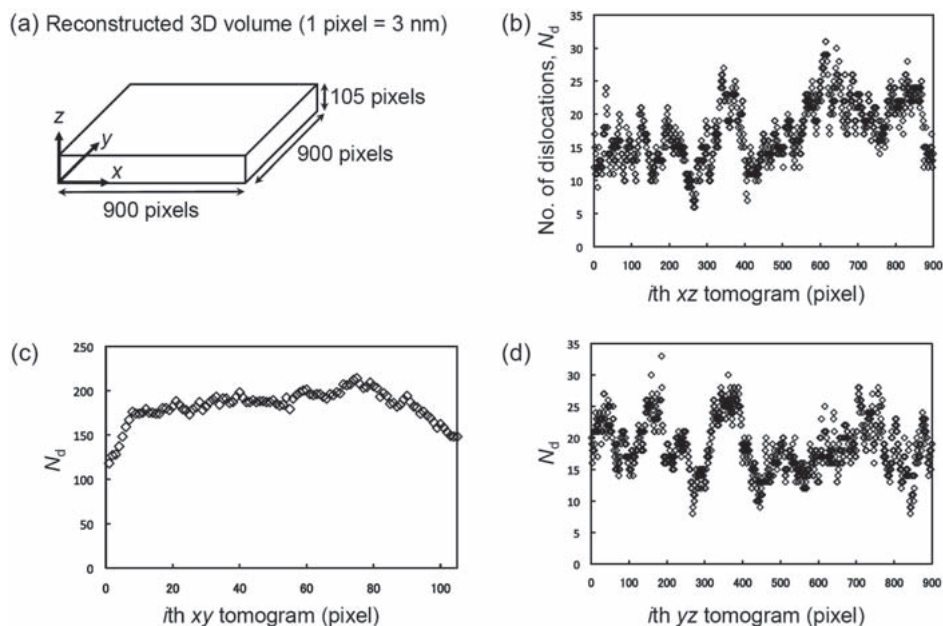


Fig.7 Counting the number of dislocations in the reconstructed 3D volume shown in Fig. 6(c)²⁹⁾. (a) Dimensions of the reconstructed 3D volume, (b) number of dislocations, N_d , in xz tomograms, (c) N_d in xy tomograms, and (d) N_d in yz tomograms.

の表面付近で転位密度が低下していることを意味している。具体的には、約300nmの総試料厚みで、膜面がほぼ(001)面に平行な今回のオーステナイト鋼試料において、試料表面から30~70nmの深さの範囲で転位密度が低下しており、表面近傍の転位密度は内部の70%程度になっていることがわかる。これは、従来から指摘されてきた薄膜化の影響、すなわち、転位のひずみ場が薄膜試料表面で緩和されていることを意味しており、試料表面に向かって転位線が垂直に突き出すように曲がる様子(転位と試料表面の間に働く鏡像力³⁷⁾)も観察されている。この転位観察における試料薄膜化の影響は、これまではバルク中の転位とは異なる観察結果を与える恐れがあるものとして扱われてきたが、九州大学では、薄膜表面近傍での転位構造変化を逆に利用して、材料の力学的性質を評価する試みを始めている。これは、転位が3D画像として見えてきたからこそこの発想と言える。

4. 今後の動向

3D微細構造解析の今後の動向について紹介する。日本鉄鋼協会の材料の組織と特性部会では、平成22、23年度に活動したフォーラム「階層的3D4D解析に基づく材料信頼性向上」⁴⁾に引き続いて、平成24年度に「材料ゲノムの解明」フォーラム³⁸⁾が発足した。前者では主に、本稿で紹介した各種3D解析技術の現状の相互理解や3Dデータ解析法の検討が行われたが、後者では、いよいよ3Dデータの活用が本格化する。具体的には、各種3D金属組織が数値化・データベース化され、異なる組織解析手法、及び

異なる組織スケール間でデータの共有が始まる。これにより、従来から指摘されてきた組織解析手法間のスケールギャップの問題が解消され、真の意味でのマルチスケール微細構造解析が実現していくものと考えられる。3Dデータは、近年その進展が著しい計算材料科学の分野で有効活用される可能性が高く、3D微細構造解析を通じて実験と計算の連携が加速していくものと予想される。また、3Dデータから材料組織をどのように評価し、材料開発に結び付けるか、といった根本的な問題の解決には、例えば数学的なバックグラウンドが必要となってくるので、異分野との連携は3D材料科学の発展を左右するポイントと言える。

上記の国内動向は、世界的に見れば後発的なもので、日本は欧米からやや水をあけられているのが現状である。世界の材料系研究者が集う米国の材料系学会MRS³⁹⁾、TMS⁴⁰⁾における3D関連シンポジウムに参加するなど、海外から積極的に学び、そこから日本独自の技術を創出していくことも考えるべきであろう。

5. おわりに

本稿では、3D微細構造解析技術の現状と展望を、構造材料への応用の話題を交えつつ紹介した。鉄鋼におけるマルテンサイト組織の階層構造に代表されるように、構造材料には複雑かつマルチスケールな微細組織を有するものが多く、構造材料は3D微細構造解析の格好の対象と言える。材料立国として世界一流の技術を有する日本で開発されている様々な実用材料にまで目を向ければ、3D微細構造解析の応用先は更に広がりを見せるものと予想される。

謝辞

本稿で紹介した研究成果は、以下の諸氏と共同で得たものである：田中将己氏、金子賢治教授、東田賢二教授（九州大学）、松本明善氏、戸叶一正氏、北口仁氏、熊倉浩明氏（物質・材料研究機構）、宮崎裕也氏（メルビル）、宮崎伸介氏（日本FEI）、J. S. Barnard氏、P. A. Midgley教授（University of Cambridge, UK）、J. H. Sharp氏（University of Sheffield, UK）、J. H. Kim氏、S. X. Dou教授（University of Wollongong, Australia）、Jeff Gelb氏、Wenbing Yun氏（Xradia, Inc., USA）。本研究の一部は、文部科学省ならびに日本学術振興会の科学研究費補助金、文部科学省九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワークおよびJFE研究助成金の支援の下で行われた。

参考文献等

- 1) 戸田裕之, 上杉健太郎, 鈴木芳生, 小林正和, 竹内晃久: ふえらむ, 17 (2012), 22.
- 2) P. A. Midgley and M. Weyland: Ultramicroscopy, 96 (2003), 413.
- 3) The IMOD Home Page: <http://bio3d.colorado.edu/imod/>
- 4) 日本鉄鋼協会 材料の組織と特性部会 平成22年度新規発足フォーラムHP:<http://www.isij.or.jp/Bukai/Gakujutsu/Zairyo/summary/forum/forumannai22.html>
- 5) Y. Adachi, S. Morooka, K. Nakajima, Y. Sugimoto: Acta Materialia, 56 (2008), 5995.
- 6) 榎本正人: 鉄と鋼, 90 (2004), 183.
- 7) Y. T. Wang, Y. Adachi, K. Nakajima, Y. Sugimoto: ISIJ International, 52 (2012), 697.
- 8) 卓上サイズ3D顕微鏡 シリアルセクションング装置 Genus_3D™ HP:<http://www.nakayamadenki.co.jp/>
- 9) Xradia製シンクロトロン放射光施設用超高分解能X線顕微鏡 UltraXRM-S HP:<http://www.xradia.com/products/ultraxrm-s.php>
- 10) H. F. Poulsen: Three Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy, Springer, Berlin (2004).
- 11) W. Ludwig, P. Cloetens, J. Härtwig, J. Baruchel, B. Hamelin and P. Bastie: Journal of Applied Crystallography, 34 (2001), 602.
- 12) T. Mukaide, K. Kajiwara, T. Noma and K. Takada: Journal of Synchrotron Radiation, 13 (2006), 484.
- 13) K. Kajiwara, S. Kawado, S. Iida, Y. Suzuki and Y. Chikaura: Physica Status Solidi (a), 204 (2007), 2682.
- 14) Xradia製シンクロトロン放射光施設用超高分解能分析X線顕微鏡 UltraSPX-S HP:<http://www.xradia.com/products/ultraspx-s.php>
- 15) 日本鉄鋼協会 産発プロジェクト展開研究 HP:<http://www.isij.or.jp/Josei/1226.htm>
- 16) デンマーク工科大学 RISØ国立持続的エネルギー研究所 材料研究部門HP:http://www.risoe.dtu.dk/About_risoe/research_departments/AFM.aspx
- 17) J. H. Kim, S. Oh, Y.-U. Heo, S. Hata, H. Kumakura, A. Matsumoto, M. Mitsuhara, S. Choi, Y. Shimada, M. Maeda, J. L. MacManus-Driscoll and S. X. Dou: NPG Asia Materials, 4 (2012), e3.
- 18) J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani and J. Akimitsu: Nature, 410 (2001), 63.
- 19) M. Eisterer, M. Zehetmayer and H. W. Weber: Physical Review Letters, 90 (2003), 247002.
- 20) 大久保忠勝, Y. Chen, 小塚雅也, 宝野和博: までりあ, 50 (2011), 397.
- 21) D. Blavette, P. Duval, L. Letellier and M. Guttman: Acta Materialia, 44 (1996), 4995.
- 22) H. S. Hasting, A. G. Frøseth, S. J. Andersen, R. Vissers, J. C. Walmsley, C. D. Marioara, F. Danoix, W. Lefebvre and R. Holmestad: Journal of Applied Physics, 106 (2009), 123427.
- 23) 物質・材料研究機構 磁性材料ユニットHP:http://www.nims.go.jp/apfim/index_j.html
- 24) M. Koguchi, H. Kakibayashi, R. Tsuneta, M. Yamaoka, T. Niino, N. Tanaka, K. Kase and M. Iwaki: Journal of Electron Microscopy, 50 (2001), 235.
- 25) G. Möbus, R. C. Doole and B. J. Inkson: Ultramicroscopy, 96 (2003), 433.
- 26) FEI社走査透過電子顕微鏡ChemSTEM™(3D EDX) HP:http://www.fei.com/products/transmission-electron-microscopes/chemstem.aspx?#btn_tab-5
- 27) S. Hata, K. Kimura, H. Gao, S. Matsumura, M. Doi, T. Moritani, J. S. Barnard, J. R. Tong, J. H. Sharp and P. A. Midgley: Advanced Materials, 20 (2008), 1905.
- 28) C. Phatak, M. Beleggia and M. De Graef: Ultramicroscopy, 108 (2008), 503.
- 29) S. Hata, H. Miyazaki, S. Miyazaki, M. Mitsuhara, M. Tanaka, K. Kaneko, K. Higashida, K. Ikeda, H. Nakashima, S. Matsumura, J. S. Barnard, J. H. Sharp and P. A. Midgley: Ultramicroscopy, 111 (2011), 1168.
- 30) I. Arslan, E. A. Marquis, M. Homer, M. A. Hekmaty, N. C. Barterlit: Ultramicroscopy, 208 (2008), 1579.

- 31) S. Van Aert, K. J. Batenburg, M. D. Rossell, R. Erni and G. Van Tendeloo: Nature, 470 (2011) , 374.
- 32) M. C. Scott, C.-C. Chen, M. Mecklenburg, C. Zhu, R. Xu, P. Ercius, U. Dahmen, B. C. Regan and J. Miao: Nature, 483 (2012) , 444.
- 33) O.-H. Kwon and A.H. Zewail: Science, 328 (2010) , 1668.
- 34) バーミンガム大学電子顕微鏡センター HP:<http://www.birmingham.ac.uk/facilities/electron-microscopy/index.aspx>
- 35) H. Idrissi, S. Turner, M. Mitsuhashi, B. Wang, S. Hata, M. Coulombier, J.-P. Raskin, T. Pardoen, G. Van Tendeloo and D. Schryvers: Microscopy and Microanalysis, 17 (2011) , 983.
- 36) A. Ramar, S. Hata, X. Huang, R. E. D.-Borkowski and G. Winther: Proceedings of 31st Risø International Symposium on Materials Science: Challenges in materials science and possibilities in 3D and 4D characterization techniques, Eds. N. Hansen, D. J. Jensen, S. F. Nielsen, H. F. Poulsen and B. Ralph, Risø National Laboratory for Sustainable Energy, Technical University of Denmark (2010) , 397.
- 37) 加藤雅治:入門転位論,裳華房 (2006) , 61.
- 38) 日本鉄鋼協会 材料の組織と特性部会 平成24年度新規発足フォーラムHP:<http://www.isij.or.jp/Bukai/Gakujutsu/Zairyo/summary/forum/forumannnai24.html>
- 39) 米国MRS (Materials Research Society) Fall Meetingsでの材料系3DトモグラフィーシンポジウムHP:<http://www.mrs.org/f11-cfp-pp/>
- 40) 米国TMS (The Minerals, Metals & Materials Society) International Conference on 3D Materials Science 2012のHP:<http://www.tms.org/Meetings/Specialty/3D2012/home.aspx>