



電子顕微鏡法と材料研究

九州大学大学院総合理工学府物質理工学専攻
博士後期課程1年

赤嶺大志

私は、九州大学大学院総合理工学府の博士後期課程の学生として、西田稔教授、板倉賢准教授、Sahar Farjami 助教ならびに光原昌寿助教のご指導の下、研究に取り組んでいます。この度は、本記事を寄稿させていただく機会に恵まれましたので、簡潔ながら私のこれまでの研究活動と、その経験から見た今後の展望について述べさせていただきたいと思えます。

当研究室では、最先端の TEM や SEM などの電子顕微鏡を用いて、主に金属材料の微細構造解析に取り組んでいます。私は学部4年生の頃には Nd-Fe-B 系 HDDR 磁石の保磁力機構の解明というテーマに取り組み、修士からは磁場下での CoPt 合金の不規則-規則変態における単一バリエーション化機構の解明¹⁾というテーマに取り組んでいます。前者は実用永久磁石材料を対象とした構造解析であるのに対し、後者は単結晶を用いて現象にフォーカスした基礎研究という位置づけになっています。また、2014年5月より2015年1月現在まで、日本学術振興会の「頭脳循環を加速する若手研究者戦略的海外派遣プログラム(事業名:先進材料の実次元マルチスケール解析と機能設計のための超顕微鏡国際ネットワークの構築, 事業主担当者:九州大学・西田稔教授)」の一員として、アントワープ大学の EMAT(Electron Microscopy for Materials Science)という電子顕微鏡の専門機関にて、Dominique Schryvers 教授のご指導の下、研究活動を行っています(2015年2月末まで)。EMAT での研究では、より最新の顕微鏡法に重心を置いた内容に取り組んでいます。博士1年という未熟者ではありますが、このような様々なテーマに取り組む中で、材料研究における電子顕微鏡法について多くの知見を得ることができました。以下では、その経験について順を追って簡潔に述べたいと思えます。

まず、Nd-Fe-B 系磁石の研究では、当時導入されたばかりであった Carl Zeiss 製 Ultra 55が大変活躍しました。収差を抑えて低加速電圧での観察を可能にした Ultra 55は、従来の汎用 SEM とは一線を画す高分解能と高性能な検出器群によって、極めて多くの有用なデータをもたらしてくれました。思い返せば、初めての研究において次世代型 SEM の黎明期に立ち会えたというのは、大変幸運であったのだと感慨深く思います。研究を通して、近年の SEM の有用性は、次の3つの要素の複合利用にあるのだと感じました。第1は精密な電子プローブと高性能な検出器群です。これによりナノメートル分解能で、試料表面の凹凸・組成・チャネリング

(結晶方位)などの情報を切り分けて、かつ同時に取得できます。第2は、EDS(組成分析)やEBSD(結晶方位解析)などの分析機器および加熱・冷却・引張ステージなどのアタッチメント。そして第3は、収束イオンビーム(FIB)との連携による3次元解析です。これら3つの要素が複合的に利用可能になったことで、相乗的に応用範囲が広がったと感じています。例えば、冷却しながらマルテンサイト変態の様子を結晶方位コントラストで観察したり、シリアルセクションングとEDSを併用して3次元EDS像を取得したりできます。このような応用の幅は、今後さらに広がっていくと考えられ、大変興味のあるところです。

CoPtの相変態の解析では、主にTEMを利用しました。シンプルな相変態の解析には、やはり従来の明視野法、暗視野法、そして電子回折法が最も有効であったためです。その後、最新の走査透過電子顕微鏡法(STEM)や高分電子顕微鏡法(HREM)を用いた原子スケールでの界面の解析に着手しています。近年のTEMは球面収差補正装置の登場を契機としてその分解能が飛躍的に向上しました。修士1年当時は原子を見て大喜びしていましたが、現在アントワープ大EMATで研究をしていると、原子像に驚く人はもういません。彼らは次のステージとして、「3次元構造解析」と「定量解析」に取り組んでいます。3次元解析に関しては当九州大学でも盛んに行っているところですが、EMATではとりわけ定量解析への取り組みに感心しました。例えば、高分解能STEM像の1つ1つの原子位置の強度分布をガウス関数でフィッティングして統計処理し、各原子位置の奥行き方向に原子が幾つあるのかをシミュレーションと比較してカウントする。そして、得られた奥行き原子数の分布をもとにその粒子の3次元像を構築する、という離れ業には感銘を受けました。

以上のような経験から総じて感じたことは、近年の電子顕微鏡法は極めて高度にデジタル化されてきているということ、そして3次元で定量的という段階に達しつつあるということです。大変興味深いことに、材料組織の理論シミュレーションの分野でも同様の現象が起きているようです。私は現在、CoPtの相変態過程を解析するために組織観察に加えて、Phase-field法によるシミュレーションに取り組んでいます。組織シミュレーションは従来現象論的でありましたが、情報処理能力の向上による大規模シミュレーションの実現や第一原理計算など他のシミュレーションや実験との連携によるパラメータの精密化によって、組織シミュレーションもまた3次元で定量的という舞台へと歩みを進めているようです。このような顕微鏡法と組織シミュレーションのマッチングは、材料組織解析の次なるステージを予感させ、興味が尽きません。

最後に、これまでの研究をご指導いただいた先生方およびサポートしていただいた同研究室の学生諸君へ深く感謝するとともに、上記のような優れた研究環境に恵まれた幸運を噛みしめ、今後も研究へ尽力していくことを今後の抱負とし、筆をおきたいと思えます。

文 献

- (1) H. Akamine, S. Farjami, M. Mitsuhara, M. Nishida, T. Fukuda and T. Kakeshita: Mater. Trans., 54(2013), 1715-1718.
(2015年2月4日受理)[doi:10.2320/materia.54.177]
(連絡先: 〒815-8580 春日市春日公園6-1)