

## トピック2

# マテリアル系電子線トモグラフィーの実際と動向

波多 聰<sup>1)\*</sup>\*\* 斉藤 光<sup>2)</sup>\* 村山 光宏\*\*\*,\*\*\*\*,\*\*\*\*\*  
佐藤 和久\*\*\*\*\* 工藤 博幸\*\*\*\*\*

### 1. はじめに

ミクロンからナノ・ピコメートルのスケールで無機固体物質・材料の微細構造観察を行う手段として、電子顕微鏡はこれまで中心的な位置を占めてきた。一方、最近ではX線や中性子線など、電子線以外をプローブに用いた顕微法の進展と、そうした実験施設の全国的および全世界的な共同利用の推進に伴い、個々の顕微法の長所と短所が次第に明らかになりつつあり、見たいものがよく見える顕微鏡技術を選べる時代が到来しつつある。また、顕微鏡法(Microscopy)は材料科学工学だけでなく医学、化学、生物学、地質学など様々な分野に跨がるものであり、異分野の顕微鏡技術を材料科学工学に取り入れる、あるいは逆に異分野に応用する試みが盛んである。

上記の背景を念頭に置きつつ、本稿では三次元観察技術を探り上げ、その中でも限定された手法ではあるが、透過電子顕微鏡法(transmission electron microscopy: TEM)または走査透過電子顕微鏡法(scanning transmission electron microscopy: STEM)による電子線トモグラフィー(electron tomography: ET)の基礎および最近の主な研究動向を紹介する。ETは観察対象の形態の他、構造や組成の違い、観察対象やその周りの電磁場など、TEM/STEMが可視化する様々な情報を、それらの一般的な可視化形式である投影像から元の三次元空間に再構成する手法であり、TEM/STEM像の二次元投影的な観察に埋もれる情報を補完する技術と位置づけられる。ETが物質・材料に本格的に応用され始めたのは2000年頃からであり、ETの原理や観察方法および応用例については、当誌でも既に複数採り上げられている

他<sup>(1)-(8)</sup>、材料・顕微鏡関連の学会刊行物にも解説記事があるため<sup>(9)-(15)</sup>、ETの基礎に関する本稿での記述は最低限に留め、その分参考文献の充実に努めた。また、三次元電子顕微鏡法としては、走査電子顕微鏡(scanning electron microscopy: SEM)と集束イオンビーム(focused ion beam: FIB)の複合機を用いたスライスアンドビュー(slice and view)もよく知られている。試料の任意の二次元断面が見られる点で、スライスアンドビューもETの一手法と言えるのかもしれないが、SEM-FIBによるこの三次元観察法はETと呼ばれるよりもスライスアンドビューと呼ばれる方が一般的である。光学顕微鏡の連続切片観察法(serial sectioning)と同じで、SEM-FIBによる三次元画像再構成は基本的には連続切片画像の位置合わせとひずみ補正(台形補正など)だけで行われ、TEM/STEMやX線顕微鏡のような数学的再構成アルゴリズムを使わないためか、観察に用いる顕微鏡の基本仕様がSEMであるかTEMであるかによる区別が便利のためか、といった理由が考えられる。

### 2. 電子線トモグラフィー(ET)観察に必要な条件

現在市販されているTEM/STEMの基本機能の一つと言ってもよい程、ETはTEM/STEMの一手法として確立してきたが、ET機能が備わっていないTEM/STEMでも以下に述べる必要な諸条件を満たせばET観察は可能である。

#### (1) 投影要件

ET観察では、試料を傾斜しながら多くのTEM/STEM像を撮影する。これを、連続傾斜像(tilt series)と呼ぶ。連続傾斜像の像強度は三次元可視化したい物理量(最も簡単な

\* 九州大学大学院総合理工学研究院; 1)教授 2)助教(〒816-8580 春日市春日公園6-1)

\*\* 九州大学超顕微解析研究センター; 教授 \*\*\* 米国バージニア工科大学; 教授

\*\*\*\* 米国太平洋北西国立研究所; 主幹研究員 \*\*\*\*\* 九州大学先端物質化学研究所; 教授

\*\*\*\*\* 大阪大学超高圧電子顕微鏡センター; 准教授 \*\*\*\*\* 筑波大学システム情報系; 教授

Placticals and Trends of Electron Tomography for Materials Research; Satoshi Hata\*\*\*, Hikaru Saito\*, Mitsuhiro Murayama\*\*\*,\*\*\*\*,\*\*\*\*\*, Kazuhisa Sato\*\*\*\*\* and Hiroyuki Kudo\*\*\*\*\* (\*Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Fukuoka. \*\*The Ultramicroscopy Research Center, Kyushu University, Fukuoka. \*\*\*Virginia Tech, VA, USA. \*\*\*\*Pacific Northwest National Laboratory, WA, USA. \*\*\*\*\*Institute for Materials Chemistry and Engineering, Kyushu University, Fukuoka. \*\*\*\*\*Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, Osaka University, Osaka. \*\*\*\*\*Faculty of Engineering, Information and Systems, University of Tsukuba, Ibaraki)

Keywords: three-dimensional (3D), electron tomography (ET), transmission electron microscopy (TEM), scanning transmission electron microscopy (STEM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray imaging

2018年10月5日受理[doi:10.2320/materia.57.589]

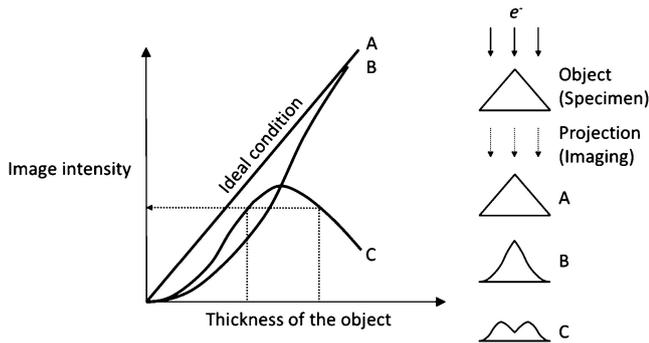


図1 投影要件の説明図<sup>(17)</sup>. 正しい再構成画像を得るためには、像(Projection)の強度が観察対象(Object)の質量や厚みの単調関数でなければならず、グラフ中のAとBがそれに相当する。一方、Cのように像強度(縦軸)が観察対象の厚み(横軸)の単調関数関係にない場合には、その像強度分布は真の投影像の強度分布からかけ離れたものとなり、三次元画像再構成におけるアーティファクトの原因となる。

例としては、試料の厚みや密度)の単調関数でなければならず、これを投影要件(projection requirement)と呼ぶ<sup>(16)</sup>。図1は投影要件の説明図である<sup>(17)</sup>。信頼できる三次元再構成画像を得るために、連続傾斜像が投影要件を満足しているかどうかはきわめて重要なことであり、投影要件の破綻が三次元再構成画像にどのような影響を及ぼすかの研究も進んでいる<sup>(18)-(20)</sup>。

## (2) 高角度試料傾斜

転位(線状欠陥)のステレオ観察<sup>(21)-(24)</sup>を除いて、ET観察では理想的には $\pm 90^\circ$ まで試料傾斜できることが必要である。実際には、針状試料の場合以外、例えば薄膜試料においては、 $\pm 80^\circ$ 以上の高傾斜では試料ホルダーや試料そのものが視野を遮ったり、電子線が透過しなくなったりといった理由で撮影できないので、 $\pm 60^\circ \sim 80^\circ$ がETに求められる最大傾斜角度とされている。

汎用のTEM/STEM機と通常の試料ホルダーを用いて可能な試料傾斜範囲は $\pm 20^\circ \sim 30^\circ$ 程度であり、その程度の試料傾斜範囲では三次元再構成画像の空間分解能が著しい異方性を示し、具体的には無傾斜時の試料厚み(電子線入射)方向の空間分解能が大きく低下してしまう<sup>(25)</sup>。そのため、高角度傾斜が可能な試料ホルダーが必要となる。最近では、電子顕微鏡および周辺機器メーカーの努力により、ET観察可能な種々の機能を有する試料ホルダーが入手可能であり<sup>(26)(27)</sup>、またX線分析の高検出効率<sup>(28)</sup>など傾斜観察以外の目的でもET対応ホルダーが目ざされつつある。

## (3) 観察視野のユーセントリック位置調整

結晶性材料の制限視野回折図形を見ながら目的の結晶方位を探す際に、試料傾斜に伴う視野ずれが起こらないと方位合わせが容易になる。これは、顕微鏡ゴニオメータの一軸回転

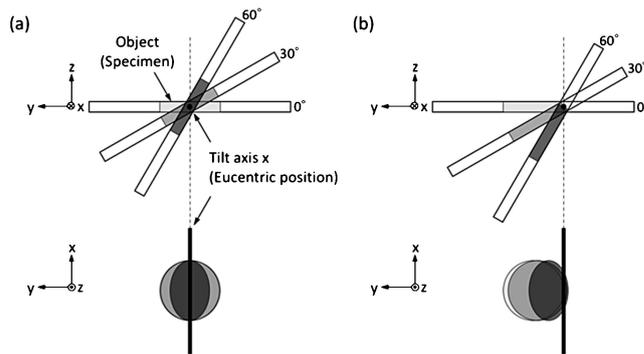


図2 ユーセントリック位置に試料の観察視野があるとき(a)とないとき(b)の試料傾斜に伴う観察視野の動き。(b)の場合には試料傾斜に伴う焦点外れも大きくなるが、図には表現していない。

軸(図2における傾斜軸x)上に試料の観察視野部分が位置している状態を意味し、そのような位置をユーセントリック位置(eucentric position)と呼ぶ。この観察視野の位置をユーセントリック位置に合わせる調整は通常 $\pm 10^\circ$ 程度で行われることが多いが、ET観察では $\pm 60^\circ \sim 80^\circ$ の傾斜を行うため、ユーセントリック位置調整が不十分だと試料傾斜中の視野移動や焦点外れを招き、連続傾斜像観察を中断せざるを得なくなる。ここで、このユーセントリック位置調整の精度は、電子顕微鏡ハード(メーカー)側のゴニオメータ調整に強く依存し、同じ機種でもユーセントリック位置調整に差が出る。ゴニオメータの性能は電子顕微鏡のカタログを見てもわからない点であるが、ET観察ではきわめて重要である。

## (4) 試料損傷および試料汚染への対策

連続傾斜像のデータ取得には、自動取得ソフトウェアを使っても $30 \sim 90$ 分程度は要し、一連の取得作業をマニュアルで行うと数時間に及ぶ。そのため、通常の観察よりも同一箇所に長時間電子線を照射することになるため、電子線照射に伴う観察視野の損傷と汚染を抑える対策が必須である。特に、有機物系試料の場合や原子分解能ETの場合には不可避な問題であり、加速電圧、電子線照射(電流)量といった実験パラメータの最適化はET観察において重要な位置を占める。最近では、シンチレータによる電子から光への変換を行わず、直接電子を検出するタイプのカメラや検出器が開発され、少ない照射電子線量でもET観察に耐える撮像が可能となってきており、わずか3.5秒で一組の連続傾斜像撮影を行ったという報告もある<sup>(29)</sup>。

## (5) 連続傾斜像取得ソフトウェアは必要か

電子顕微鏡メーカー各社が販売している連続傾斜像取得ソフトウェアを搭載可能かは装置に依存するが、自動撮影が必須でなければ当該ソフトはET観察に必須ではない。ただし、手動で撮影を行う際にはいくつか注意する点がある。TEMの場合には、集束レンズの条件を一定にして入射電子線量を一定に保つ。STEMの場合には、入射電子プローブ

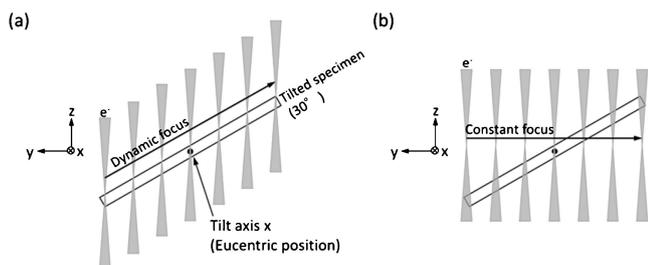


図3 STEM ダイナミックフォーカスがあるとき(a)とないとき(b)の電子プローブと試料位置の関係。

の収束角が大きくなると、薄膜試料で試料傾斜角が大きくなるに連れて視野中の焦点外れの領域が拡大していくので(図3(b)), 三次元可視化したい視野が試料の中央部(おおよそ画像サイズの1/3程度)になるように倍率を設定する. 市販のソフトウェアにはダイナミックフォーカスという機能があり, 試料高傾斜時の焦点外れの少ないSTEM像取得を可能にしている(図3(a)). その他, 観察倍率, 画像ピクセル数, 試料傾斜角度など電子顕微鏡側の各種条件および連続傾斜像を1つにまとめた書式(.mrcなどが一般的)のファイルを作製し, この後の三次元再構成への作業をスムーズに行うための準備が, 連続傾斜像取得ソフトウェアがあると自動で行える. また, この後に紹介する連続傾斜像を繰り返し取得するようなET観察では, 膨大なデータが短時間のうちに作られることになるので, 市販であれ手作りであれ連続傾斜像取得ソフトウェアの構築は高度なET観察のための要素技術として必要であろう. 実際, 欧米のET研究グループでは, 考え得るありとあらゆるET観察・解析の作業においてソフトウェア開発を進めていることが最近の国際会議で認識された<sup>(30)</sup>.

### (6) 三次元画像再構成

ここから先はコンピュータでの作業となる. (1)撮影した連続傾斜像を共通の試料傾斜軸について位置合わせする作業, (2)連続傾斜像から三次元画像を再構成する作業, (3)三次元再構成データを出力および解析する作業の3つに大きく分けられる. 電子顕微鏡製造メーカーの市販ソフトの他<sup>(31)-(32)</sup>, 研究者が開発したフリーウェアのソフトも使用できる<sup>(33)-(35)</sup>.

上記(1)と(2)は, 三次元再構成画像の実効的な正確さ(accuracy)と空間分解能を大きく左右する作業であり, 現在でも研究対象となっている. なかでも最近では, 試料傾斜角度 $\pm 90^\circ$ 近傍に連続傾斜像を撮影できない角度範囲(情報欠落)がある, 連続傾斜像の枚数が少ない, ノイズを含んだ画像である, といった状況でも観察対象の三次元形態を正しく再構成できるアルゴリズムが材料系試料のET観察にも適用され, その効果が認識されつつある<sup>(36)-(39)</sup>. 図4はそうした新しい三次元再構成法の一例として, 圧縮センシング<sup>(40)-(41)</sup>に基づく新規アルゴリズム(Iterative SEries Reduction: ISER)<sup>(42)</sup>を, 従来法であるフィルター逆投影法(Filter Back Projection: FBP)と比較したものである. FBPでは連

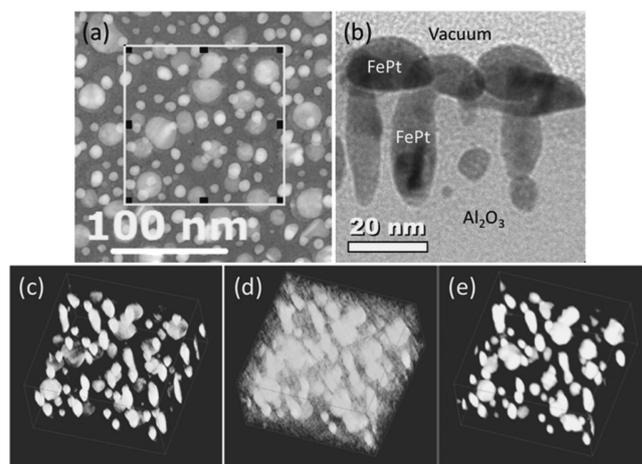


図4 Xe イオン照射を施した FePt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜<sup>(43)</sup>における FePt ナノ粒子の三次元再構成結果を, 従来のフィルター逆投影法(FBP)と圧縮センシングを用いた新規再構成アルゴリズム(ISER)と比較した例<sup>(42)</sup>. (a)試料傾斜角度 $0^\circ$ での平面 TEM 明視野像(白黒反転して表示). 図中の正方形で囲んだ領域は三次元画像再構成を行った領域を表す. (b)断面 TEM 明視野像. (c)  $1^\circ$ 傾斜ごとに撮影した合計130枚の連続傾斜像から FBP により再構成した合計130枚の連続傾斜像データから13枚の画像を抽出して FBP により再構成した場合. (d) (c)の連続傾斜像データから13枚の画像を抽出して FBP により再構成した場合. (e) (d)と同じ13枚の画像から ISER により再構成した場合.

続傾斜像枚数を130枚(c)から13枚(d)に減らすと, ストリートアーティファクトと呼ばれる試料厚み方向に強いストリーク状のコントラストで粒子の形態の認識が難しくなる. 一方, ISER(e)では, 13枚の連続傾斜像からでも明瞭な三次元再構成画像が得られている. しかも, 圧縮センシングベースの ISER(e)には, 粒子と真空領域の界面のように像強度が大きく変化する箇所を正しく再構成する特徴があり, FBP(c, d)のように試料厚み(図の上下)方向に粒子が先細りするいわゆる高傾斜角度の情報欠落に伴うアーティファクトが ISER(e)ではあまり現れず, その傾向は実際の粒子の断面形状(b)とも一致している.

上記(3)の三次元画像データの出力と解析の部分に関して, 三次元画像には見る者にインパクトを与える様々な可視化技術やナノスケールの定量的微細構造評価技術が使われているものの, そこに至る作業には依然として主観的な部分が排除されていないのが現状と考えている. 具体的な主観的判断を要する場面として, 三次元再構成画像における析出物と母相の界面の像強度が連続的である場合にどこに閾値を設けてその界面を決めるか, 転位のコントラストが空間的に広がっている場合に転位線をどのようにして描くか, といった例が挙げられる. このような主観的作業が必要な要因は三次元再構成画像にあり, 観察対象とそれ以外の境にある点や面を例えば画像ピクセル単位で決定する作業そのものが overestimation の要素を含んでいる. したがって, 析出物の場合には合金全体における体積率を熱力学的に導かれる値に合うように

閾値を合わせる，転位の場合にはあらかじめすべり系がわかっているならば *overestimation* にならない太さの線をすべり面に沿って描く，などの準客観的な策が考えられ，そうした作業には観察している対象や現象の十分な理解が必要となる．つまり，試料のことをよく理解している者が ET のデータを正しく有効に活用できると言える．

### 3. 最近のトピック

著者らが2018年に参加した三次元微細構造観察関連の発表がなされた国際会議<sup>(30)(44)</sup>や最近の文献を参考に，ETの物質・材料研究応用に関連したトピックを紹介する．

#### (1) 原子分解能 ET

ETで最もホットなトピックは原子分解能観察，つまり三次元で原子一つ一つの座標を決めるというものである．この原子分解能 ET の手法開発は米国<sup>(45)-(48)</sup>とベルギー<sup>(49)-(51)</sup>のグループがリードしてきており，日本は周回遅れと言わざるを得ないが，応用面で健闘している<sup>(52)</sup>．応用先は，大きき数 nm~10 nm のナノ粒子のように電子線の吸収や動力学的回折の影響が少ない微小な離散型形状の結晶性試料である．こうした原子分解能 ET が成功を収める例が増えてきた背景として，80 kV 以下の低加速電圧でも安定して原子分解能 STEM 観察が行えるようになってきたこと，結晶と真空の界面や結晶格子点など，先見情報をうまく取り込んで三次元原子位置の再構成の収束度を高める三次元再構成法が発展してきたこと<sup>(49),(53)</sup>が挙げられる．今後は，非晶質材料<sup>(48),(54)</sup>や薄膜のように非離散型試料への原子分解能 ET の適用がトピックになるものと思われる．

#### (2) その場 (*in-situ*) ET

原子分解能に達しない中低倍率 ET の最近の応用として，高速撮影可能なカメラや各種その場観察法を組み合わせたその場 (*in-situ*) ET への取り組みが指摘される．三次元に時間軸を加えた四次元 (4D) ET については Zewail らが2010年に発表しているが<sup>(55)</sup>，彼らの手法はカーボンナノチューブの可逆的な弾性変形を種々の方向から繰り返しその場観察することで 4D-ET データを構築するというもので，不可逆過程には適用できない．不可逆過程のその場 ET 観察の最も初期の報告はフランスからと思われる<sup>(56)</sup>．ドイツでは X 線イメージング用に開発された pnCCD 社製の直接検出型カメラを TEM に搭載し，前述したように撮像時間3.5秒の ET 観察が行われ，リアルタイム ET の実現が近いことが速報された<sup>(29)</sup>．国内では筆者らのグループが2014年から塑性変形の *in-situ* ET 観察システムの開発を始め，ヨーロッパ勢に遅れて第一報を報告している<sup>(57)</sup> (図5)．以上の報告はいずれも TEM によるものであるが，材料学的に意味のある像コントラストで，かつ投影要件を高度に満たす ET 観察を行う点では STEM，特に高角度環状暗視野法 (HAADF) の適用が望ましく，STEM 高速撮影の研究も ET<sup>(58)</sup>に関わらず中心

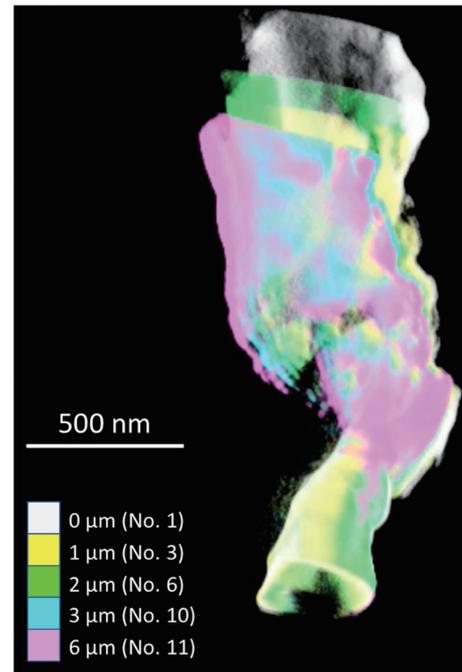


図5 その場変形電子線トモグラフィーによる Pb-Sn はんだ合金のナノスケール塑性変形<sup>(57)</sup>．図中の  $\mu\text{m}$  値および No. 値はそれぞれ試料変形を担うアクチエータの移動距離および移動直後に撮影した ET 画像の番号．

的トピックと言える．

*in-situ* ET の課題は高速撮影に伴い，ゴニオメータを高速で回転して連続傾斜像を撮ることに伴う視野やユーセントリック位置，焦点の変動等により実効的な像分解能が制限されることにある．これらは顕微鏡ハード面の課題と言うことができ，ユーザーレベルでの改善や開発のみでは限界がある．顕微鏡メーカーの参画・先導による根本的な技術革新が要求される部分である．

#### (3) SEM による三次元イメージング

SEM による三次元イメージングの代表格は前述したスライスアンドビューであり，最近では電子チャネリングコントラストイメージング (ECCI) による転位の可視化をスライスアンドビューに組み合わせた報告もある<sup>(59)</sup>．ただし，スライスアンドビューで見る像は常に試料表面の像であり，試料表面では転位のひずみ場は鏡像力の影響で緩和され<sup>(60)(61)</sup>，転位密度の低下<sup>(26)</sup>や転位線の曲がり<sup>(62)</sup>などが実際に ET 観察されている．こうした試料表面部での転位の変化は材料によっても異なる可能性が考えられ，転位の三次元観察を進めるにあたっては ET とスライスアンドビューの両方において試料表面の影響を検討し，理解しておく必要があろう．

TEM/STEM 機における試料空間は顕微鏡の心臓部ともいべき対物レンズの中にあり，その自由な空間の確保には限界がある．特に，微小プローブを用いる STEM に重きを置く最近の装置では，試料周りの設計の変更により高角度試料傾斜が以前よりも制限される例もあり，試料室空間を大

きくとれる SEM や X 線顕微鏡に比べてデメリットな点と言わざるを得ない。欧米ではその点に着目して SEM による STEM 観察やそれを基礎とした ET 観察<sup>(63)</sup>、電子回折<sup>(64)</sup>といった技術開発が進んでいる。つまり、中低倍率観察はその手法開発も含めて TEM ではなく SEM で行う方が実用的にもコスト的にも有利であるという立場である。TEM と SEM の融合というコンセプトは国内でも早くから顕微鏡関連学会等で議論されてきたが<sup>(65)</sup>、それに実際に取り組んで装置開発や応用をリードしているのは残念ながら欧米であり<sup>(66)</sup>、国内の研究者・技術者および顕微鏡メーカーの奮起を期待したい。

#### (4) X 線による三次元イメージング

電子顕微鏡を凌駕する勢いで進歩しているのが X 線イメージングの分野である。三次元イメージングに関して、空間分解能の点では電子顕微鏡に軍配が上がるものの、その場観察など他の点では X 線がリードしている。例えば、合金析出組織の三次元イメージングでは中低倍率 ET と空間分解能において遜色なく、X 線の透過能を活かして定量的な組織の評価で優れた成果が挙げられている<sup>(67)</sup>。X 線の回折コントラストを利用した多結晶組織や転位の三次元可視化も進歩しており、空間分解能では電子顕微鏡に分があるものの、角度分解能では X 線が 2 桁程度優れるため、転位周りの引張・圧縮ひずみ場の三次元可視化<sup>(68)</sup>、粒内ひずみ分布の三次元可視化<sup>(68)</sup>、SEM 後方散乱電子回折 (EBSD) では測定困難な低角度側の結晶方位差の測定<sup>(69)</sup>など、電子顕微鏡のパフォーマンスを凌ぐ材料評価技術が身近になってきている。

## 4. おわりに

本稿では、電子顕微鏡による三次元観察法である ET の実際と現状について、ET 実験の現場を意識した視点と、材料研究における ET の俯瞰という二通りの視点から概説した。マテリアル系 ET はナノ材料への応用で大きな成功を収めているのに対して、金属やセラミックスの変形など、いわゆる構造用材料への ET の応用はまだこれからという見方もできそうである。一方で、X 線イメージングや SEM など、観察対象のサイズが中低倍率 TEM/STEM とオーバーラップする他のイメージング手法との比較が本筋になっていくと思われる、どれを選ぶかが材料研究者側に委ねられてきているであろう。

本稿で紹介した研究成果は、株式会社メルビル、株式会社システムインフロンティア、JST 先端計測分析技術・機器開発プログラム、科学研究費 (#18K18954, #18H05479)、池谷科学技術振興財団、JFE21 世紀財団、超顕微科学研究拠点事業、九州大学からの支援を受けたものです。

## 文 献

- (1) 伊野家浩司, 金子賢治, 堀田善治: まてりあ, **45**(2006), 598-604.
- (2) 波多 聡, 田中将己, 東田賢二, 宮崎裕也: まてりあ, **46**(2007), 785.
- (3) 光原昌寿, 波多 聡, 池田賢一, 中島英治, 田中将己, 東田賢二: まてりあ, **48**(2009), 610.
- (4) 松尾 孟, 池田賢一, 波多 聡, 中島英治: まてりあ, **48**(2009), 612.
- (5) 元木創平, 金子武司, 青山佳敬, 西岡秀夫, 大藏善博, 近藤行人, 陣内浩司: まてりあ, **48**(2009), 622.
- (6) 波多 聡, 光原昌寿, 田中将己, 宮崎裕也, 池田賢一, 金子賢治, 中島英治, 東田賢二, 松村 晶: まてりあ, **49**(2010), 274-279.
- (7) 定松 直: まてりあ, **50**(2011), 534.
- (8) 波多 聡, 宮崎裕也, 権堂貴志, 宮崎裕也, 川本克己, 堀井則孝, 古河弘光, 佐藤和久, 工藤博幸, 村山光宏: まてりあ, **55**(2016), 595.
- (9) 馬場則男: 顕微鏡, **39**(2004), 4-10.
- (10) 鷹岡昭夫: 顕微鏡, **39**(2004), 11-14.
- (11) 田中信夫: 顕微鏡, **39**(2004), 26-30
- (12) 陣内浩司, 西 敏夫: 顕微鏡, **39**(2004), 31-33.
- (13) 波多 聡, 木村耕輔, 光原昌寿, 田中将己, 宮崎裕也, 高紅葉, 松山加苗, 松村 晶, 東田賢二, 池田賢一, 中島英治, 森谷智一, 土井 稔: ふえらむ, **13**(2008), 719-726.
- (14) 金子賢治, 馬場則男, 陣内浩司: 顕微鏡, **45**(2010), 37-41.
- (15) 金子賢治, 馬場則男, 陣内浩司: 顕微鏡, **45**(2010), 109-113.
- (16) P. W. Hawkes (J. Frank (ed.)): *Electron Tomography, Methods for Three-Dimensional Visualization of Structures in the Cell*, 2nd edition, Springer Science+Business Media, (1992), 83-111.
- (17) 波多 聡, 佐藤和久, 村山光宏, 土山聡宏, 中島英治: 鉄と鋼, **100**(2014), 889-896.
- (18) T. Kaneko, H. Nishioka, T. Nishi and H. Jinnai: *J. Electron Microsc.*, **54**(2005), 437-444.
- (19) J. Yamasaki, M. Mutoh, S. Ohta, S. Yuasa, S. Arai, K. Sasaki and N. Tanaka: *Microsc.*, **63**(2014), 345-355.
- (20) L. C. Gontard: *Ultramicrosc.*, **154**(2015), 64-72.
- (21) B. Hudson: *J. Microsc.*, **98**(1973), 396-401.
- (22) B. Modéer: *Scripta Metall.*, **8**(1974), 1145-1152.
- (23) E. Oveisi, A. Letouzey, D.T.L. Alexander, Q. Jeangros, R. Schaublin, G. Lucas, P. Fua and C. Hébert: *Sci. Rep.*, **7**(2017), 10630.
- (24) L. A. Jácome, K. Pöthkow, O. Paetsch, H.-C. Hege: *Ultramicrosc.*, **195**(2018), 157-170.
- (25) N. Kawase, M. Kato, H. Nishioka and H. Jinnai: *Ultramicrosc.*, **107**(2007), 8-15.
- (26) S. Hata, H. Miyazaki, S. Miyazaki, M. Mitsuhashi, M. Tanaka, K. Kaneko, K. Higashida, K. Ikeda, H. Nakashima, S. Matsu-mura, J. S. Barnard, J. H. Sharp and P. A. Midgley: *Ultramicrosc.*, **111**(2011), 1168-1175.
- (27) K. Sato, H. Miyazaki, T. Gondo, S. Miyazaki, M. Murayama and S. Hata: *Microsc.*, **64**(2015), 369-375.
- (28) S. Koshiya and K. Kimoto: *Micron*, **93**(2017), 52-56.
- (29) V. Migunov, H. Ryll, X. Zhuge, M. Simson, L. Strüder, K. J. Batenburg, L. Houben and R. E. Dunin-Borkowski: *Sci. Rep.*, **5**(2015), 14516.
- (30) 19th International Microscopy Congress (2018) website: <http://imc19.com/>
- (31) TEMography™ website: [https://www.temography.com/modules/products0/index.php?content\\_id=2](https://www.temography.com/modules/products0/index.php?content_id=2)
- (32) Thermo Fisher Scientific Software website: <https://www.feicom.com/software/>
- (33) IMOD website: <http://bio3d.colorado.edu/imod/>
- (34) TomoJ website: <http://www.cmib.fr/en/download/softwares/>

TomoJ.html

(35) ASTRA Toolbox website: <https://www.astra-toolbox.com/#>

(36) R. Leary, Z. Saghi, P. A. Midgley and D. J. Holland: *Ultramicrosc.*, **131**(2013), 70–91.

(37) Z. Saghi, G. Divitini, B. Winter, R. Leary, E. Spiecker, C. Ducati and P. A. Midgley: *Ultramicrosc.*, **160**(2016), 230–238.

(38) S. V. Venkatakrishnan, L. F. Drummy, M. A. Jackson, M. De Graef, J. Simmons and C. A. Bouman: *IEEE Trans. Image Process.*, **22**(2013), 4532–4544.

(39) N. Monsegue, X. Jin, T. Echigo, G. Wang and M. Murayama: *Microsc. Microanal.*, **18**(2012), 1362–1367.

(40) D. L. Donoho: *IEEE Trans. Inf. Theory*, **52**(2006), 1289–1306.

(41) E. J. Candes, J. Romberg and T. Tao: *IEEE Trans. Inf. Theory*, **52**(2006), 489–509.

(42) 工藤博幸, 董建, 加茂勝己, 堀井則孝, 古河弘光, 波多聰, 村山光宏, 佐藤和久, 宮崎裕也, 顕微鏡, **51**(2016), 48–53.

(43) M. Shirai, K. Tsumori, M. Kutsuwada, K. Yasuda and S. Matsumura: *Nucl. Instruments. Methods Phys. Res. B*, **267**(2009), 1787–1791.

(44) 4th International Congress on 3D Materials Science (3DMS 2018) website: <https://www.tms.org/3dms2018>.

(45) M. C. Scott, C.-C. Chen, M. Mecklenburg, C. Zhu, R. Xu, P. Ercius, U. Dahmen, B. C. Regan and J. Miao: *Nat.*, **483**(2012), 444–447.

(46) C.-C. Chen, C. Zhu, E. R. White, C.-Yi. Chiu, M. C. Scott, B. C. Regan, L. D. Marks, Y. Huang and J. Miao: *Nat.*, **496**(2013), 74–77.

(47) R. Xu, C.-C. Chen, L. Wu, M.C. Scott, W. Theis, C. Ophus, M. Bartels, Y. Yang, H. Ramezani-Dakhel, M. R. Sawaya, H. Heinz, L. D. Marks, P. Ercius and J. Miao: *Nat. Mater.*, **14**(2015), 1099–1103.

(48) J. Miao, P. Ercius and S. J. L. Billinge: *Sci.*, **353**(2016), aaf2157.

(49) S. Van Aert, K. J. Batenburg, M. D. Rossell, R. Erni and G. Van Tendeloo: *Nat.*, **470**(2011), 374–377.

(50) B. Goris, S. Bals, W. Van den Broek, E. Carbó-Argibay, S. Gómez-Graña, L. M. Liz-Marzán, G. Van Tendeloo: *Nat. Mater.*, **11**(2012), 930–935.

(51) G. Guzzinati, T. Altantzis, M. Batuk, A. De Backer, G. Lumbbeck, V. Samaee, D. Batuk, S. Idrissi, J. Hadermann, S. Van Aert, D. Schryvers, J. Verbeeck and S. Bals: *Mater.*, **11**(2018), 1304.

(52) Q. Zhang, K. Kusada, D. Wu, T. Yamamoto, T. Toriyama, S. Matsumura, S. Kawaguchi, Y. Kubota and H. Kitagawa: *Nat. Commun.*, **9**(2018), 510.

(53) K. J. Batenburg, S. Bals, J. Sijbers, C. Kübel, P. A. Midgley, J. C. Hernandez, U. Kaiser, E. R. Encina, E. A. Coronado and G. Van Tendeloo: *Ultramicrosc.*, **109**(2009), 730–740.

(54) S. M. Collins, R. K. Leary, P. A. Midgley, R. Tovey, M. Benning, C.-B. Schönlieb, P. Rez and M. M. J. Treacy: *Phys. Rev. Lett.*, **119**(2017), 166101.

(55) O.-H. Kwon and Z. H. Zewail: *Sci.*, **328**(2010), 1668–1672.

(56) T. Epicier, L. Roiban, S. Li, M. Aouine, F. C. Santos Sires, A. Tuel and D. Farrusseng: *IMC 2014 Proc.* (ed. P. Hozák), Czechoslovak Microscopy Society (2014), IT-10-O-2812.

(57) S. Hata, S. Miyazaki, T. Gondo, K. Kawamoto, N. Horii, K. Sato, H. Furukawa, H. Kudo, H. Miyazaki and M. Murayama: *Microsc.*, **66**(2017), 143–153.

(58) S. Bals, E. Bladt, H. Vanrompay, A. Skorikov, A. Beche, W. Albrecht and Q. Xu: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_591.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_591.pdf).

(59) S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima: *Scripta Mater.*, **101**(2015) 80–83.

(60) 加藤雅治: 新教科書シリーズ 入門転位論, 裳華房(2006), 59–62.

(61) 坂公恭: 結晶転位論 鉄から窒化ガリウムまで, 丸善(2015), 54–55.

(62) S. Hata, M. Shimizu, K. Ikeda and H. Nakashima: *Microsc.*, **64**(2015), i13.

(63) L. Han, M. Boese, F. Zhou, M. Rauscher and F. Pérez-Willard: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_1307.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_1307.pdf).

(64) B. Haas, J. Rouvière, J. Müller and C. T. Koch: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_995.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_995.pdf).

(65) N. Kuwano, M. Itakura, Y. Nagatomo and S. Tachibana: *Microsc.*, **59**(2010), S175–S181.

(66) J. Müller, B. Haas, W. V. den Broek, S. Fairman and C. T. Koch: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_1018.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_1018.pdf).

(67) C. S. Kaira, C. Kantzos, J. J. Williams, V. De Andrade, F. De Carlo and N. Chawla: *Acta Mater.*, **144**(2018) 419–431.

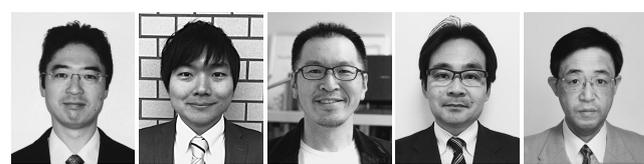
(68) H. Simons, A. King, W. Ludwig, C. Detlefs, W. Pantleon, S. Schmidt, F. Stöhr, I. Snigireva, A. Snigirev and H. F. Poulsen: *Nat. Commun.*, **6**(2015) 6098.

(69) Carl Zeiss X-ray Microscopy : Diffraction Contrast Tomography (2017), <https://www.zeiss.com/content/dam/Microscopy/us/download/pdf/Products/X-Ray/dct-digital-technote.pdf>.

★★

波多 聰  
 1994年3月 九州大学大学院総合理工学研究科修士課程修了  
 1994年4月 九州大学大学院総合理工学研究科助手  
 2007年4月 九州大学大学院総合理工学研究院准教授  
 2015年3月 現職  
 専門分野：電子顕微鏡，金属ナノ組織，規則-不規則変態  
 ©透過型電子顕微鏡による金属材料のナノ構造解析に従事。最近は，電子線トモグラフィや自動結晶方位マッピングの応用を中心に活動。

★★



波多 聰      斉藤 光      村山光宏      佐藤和久      工藤博幸