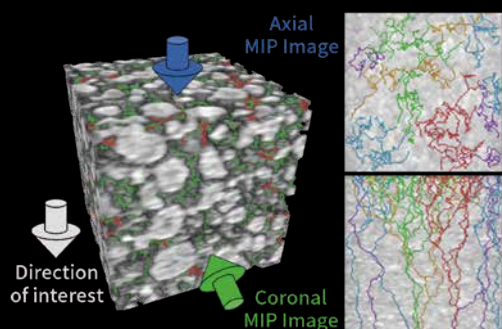


Materia Japan

まてりあ Vol.61

MTERE2 61 (1) 1~62 (2022)

No.1
2022



・年頭のご挨拶

・金属素描 ～ルテニウム～

特集

三次元組織解析の最前線 前編

・新技術・新製品

・思い出の教科書，この一冊！

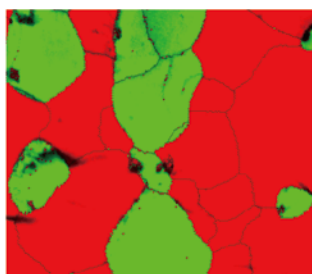
解決します 削り過ぎ 改善します 人によるバラツキ 開放します 手研磨から

自動低負荷試料作製システム
IS-POLISHER

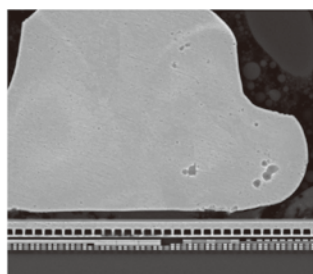
ISPP-3000

包埋せずに試料をつかむ 新発想の試料研磨機

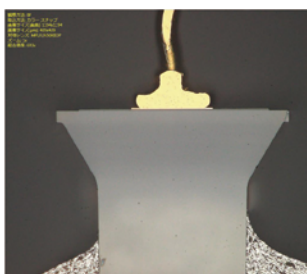
- ◆削り量を1 μ m単位で設定できるので削り過ぎない
- ◆同じ条件で研磨ができるのでバラツキをなくせる
- ◆手研磨の条件を保存できるので自動化が可能



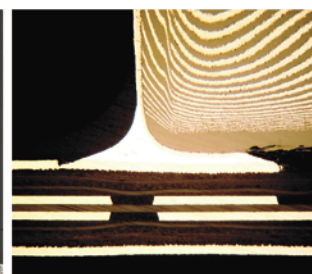
ハンダ
EBSD



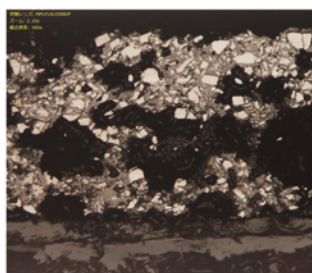
金ボンディング
構造解析



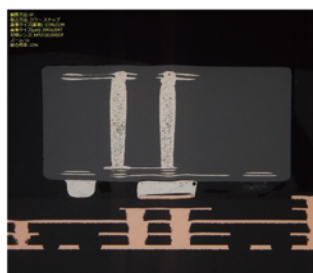
LED
断面観察



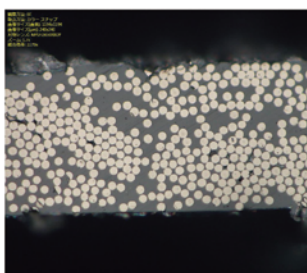
MLCC
故障解析



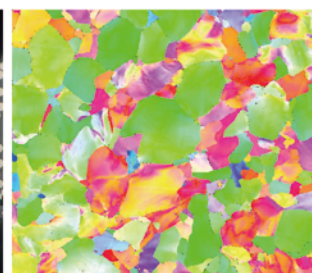
リチウム電池
構造解析



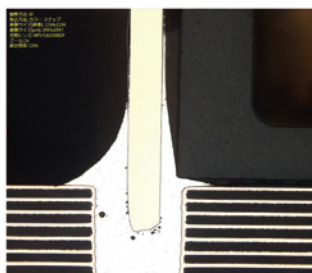
SAWフィルター
断面



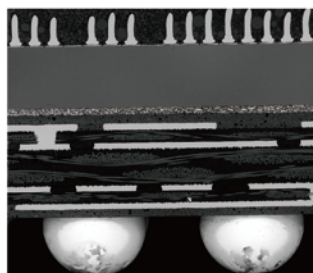
CFRP
構造解析



SUS
EBSD



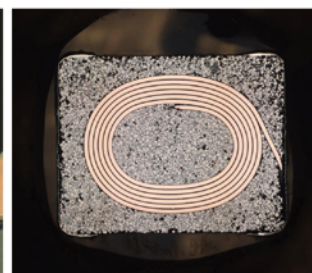
スイッチ部
ハンダフィレット観察



BGAパッケージ
断面



ボンディング
密着性観察



チップコイル
構造観察

～IS-POLISHER は幅広い業界の分析・解析分野で活躍しています～



IKEGAMISEIKI

◆資料請求・お問合せは
株式会社 池上精機

〒222-0057 神奈川県横浜市
港北区新羽町 543-1-2F

TEL.045-717-5136
<https://is-polisher.com>

IS ポリッシャー

検索



1

2022
Vol.61
No.1

まてりあ

◎会告原稿締切：毎月1日
(翌月号(1日発行)掲載です。)

- 支部行事：shibu@jim.or.jp
- 本会記事：stevent@jim.or.jp
- 掲 示 板：materia@jim.or.jp

巻頭言	年頭のご挨拶 中野貴由	1
紹介	公益社団法人日本金属学会の組織と活動概況	2
金属素描	No.20 ルテニウム(Ruthenium) 森 浩亮	3

特集「三次元組織解析の最前線 前編」

企画にあたって 田辺栄司 佐々木秀顕 川西咲子 鈴木賢紀 竹田 修 永井 崇	5
トモグラフィ画像再構成の基礎とトレンド ～解析的再構成法から圧縮センシングを経て深層学習まで～ 工藤博幸 藤井克哉 橋本 康 矢代 航 ヴォルフガング・フォグリ	7
ポスト 3D イメージングのアプリケーション 滝 克彦 古賀玄義 間杉綾乃 登丸彩子	15
FIB-SEM による 3 次元構造解析 仲野靖孝	22
TEM を用いた結晶方位マッピングの原理と応用 鈴木清一	27
TEM トモグラフィ 古河弘光	35

新技術・新製品	高速モータの高効率化に寄与する Si 傾斜磁性材料 JNRF® の開発 財前善彰 尾田善彦 大久保智幸 笠井勝司 戸部輝彦	44
	耐熱性および加工性に優れたフェライト系ステンレス鋼 NSSC® NCA-F の開発 田井善一 藤村佳幸 濱田尊仁 奥 学 今川一成	47

思い出の教科書、この一冊!	金属材料概論 小原嗣朗(著) 宇部卓司	50
---------------	---------------------	----

本会記事	会告	51	次号予告	59
	研究集会	57	新入会員	60
	掲示板	57	追悼	60
	会誌・欧文誌 1 号目次	59	行事カレンダー	61

【今月の表紙写真】 リチウムイオン電池電極材料の導電パス解析
(滝 克彦 古賀玄義 間杉綾乃 登丸彩子 21頁 図14より掲載)

表紙デザイン：ビーコン コミュニケーションズ株式会社 グラフィックスタジオ
複写をご希望の方へ 本会は、本誌掲載著作物の複写に関する権利を一般社団法人学術著作権協会に委託しております。本誌に掲載された著作物の複写をご希望の方は、(一社)学術著作権協会より許諾を受けて下さい。但し、企業等法人による社内利用目的の複写については、当該企業等法人が社団法人日本複写権センター((一社)学術著作権協会が社内利用目的の複写に関する権利を再委託している団体)と包括複写許諾契約を締結している場合にあっては、その必要はありません。(社外頒布目的の複写については、許諾が必要です。)
権利委託先 一般社団法人学術著作権協会
〒107-0052 東京都港区赤坂 9-6-41 乃木坂ビル 3F FAX 03-3475-5619 E-mail : info@jaacc.jp <http://www.jaacc.jp/>
複写以外の許諾(著作物の引用、転載、翻訳等)に関しては、直接本会へご連絡下さい。

 **NIPPON STEEL**

日本製鉄株式会社

挑め、
Challenge
NIPPON
Japan
から
To the world
世界へ



鉄の進歩は、世界の進歩であった。
困難なこと、うまくいかないこと、
失敗を繰り返す中から、
新しい技術を生み出し、時代を変えてきた。
鉄は、叩かれて強くなる。
ここから、世界に挑んでゆけ。

インターンシップ情報

インターンシップの日程やプログラム内容の詳細が
ご覧になれます

<https://www.nipponsteel.com/internship/>



採用情報

会社情報や仕事情報、社員のインタビューなどの詳細が
ご覧になれます

<https://www.nipponsteel.com/recruit/>



Amazing T!tanium

チタンで、世界に驚きと感動を。



東邦チタニウム株式会社

スポンジチタン



高純度チタン



THC触媒



超微粉ニッケル



高純度酸化チタン



当社ホームページ
<https://www.toho-titanium.co.jp/>



採用情報（リクナビ2023）
<https://job.rikunabi.com/2023/company/r661500069/>



横浜本社 〒220-0005 神奈川県横浜市西区南幸一丁目1番1号 JR横浜タワー22階 TEL : 045-394-5522

茅ヶ崎工場 〒253-8510 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 TEL : 0467-82-2161

若松工場 〒808-0021 福岡県北九州市若松区響町1-62-1 TEL : 093-771-7553

八幡工場 〒805-0058 福岡県北九州市八幡東区前田西洞岡2-3 TEL : 093-663-1483

日立工場 〒317-0055 茨城県日立市宮田町3453 TEL : 0294-23-7267

黒部工場 〒938-0042 富山県黒部市天神新8 TEL : 0765-54-9381

この星の 未来は、かるい。

かるい未来は、あかるい未来だ。
めまぐるしい気候変動。増えつづける廃棄物。
地球の問題は、ますます大きくなっている。
あらゆるものを軽量化することで、
資源の再利用を加速させることで、
エネルギーのムダを最小限にすることで、
この星を、軽やかに変えていく。
アルミニウム。それは、未来を照らす金属だ。

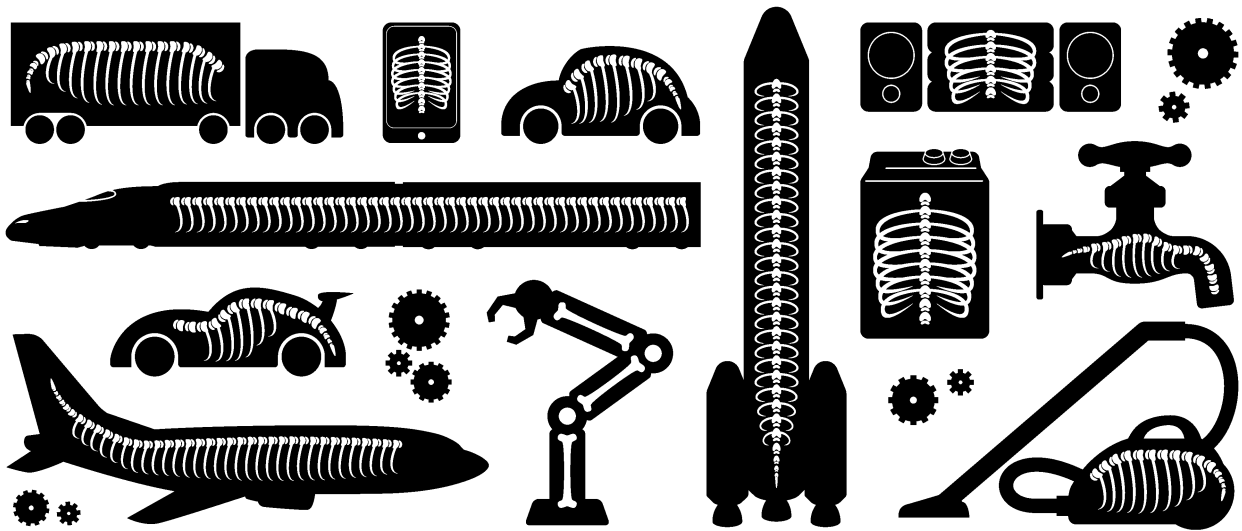
UACJ

Aluminum lightens the world
アルミでかなえる、軽やかな世界



DAIDO STEEL GROUP
Beyond the Special

外からは見えませんが、骨のある会社です。



多彩なフィールドで、フロンティアを目指しています。

大同特殊鋼の素材は、暮らしや産業を支える多彩な製品や部品に使われています。
私たちはこれからも、素材の力で新たな価値創造に貢献していきます。

★ 大同特殊鋼



挑戦・柔軟・誠実

JFE スチール



JFE スチールは、
常に世界最高の技術をもって
社会に貢献します。

JFE スチール 株式会社 〒100-0011 東京都千代田区内幸町2丁目2番3号(日比谷国際ビル) TEL 03(3597)3111 URL <http://www.jfe-steel.co.jp/>

年 頭 の ご 挨拶

—with/post コロナ時代に持続的に発展する学会として—

公益社団法人 日本金属学会 会長 中 野 貴 由

新年、明けましておめでとうございます。皆様にはご健勝で新年をお迎えのこととお慶び申し上げます。

昨年は、コロナ禍の中においても、ワクチン開発や接種が進み、治療薬開発の朗報も飛び込んで参りました。賛否両論はございましたが、世界的イベントである東京オリンピック・パラリンピックも無事開催されました。一昨年にはまだまだ手探りだった新型コロナ感染症への対策も、昨年は、withコロナでの新たな生活様式が人々に深く浸透し、一昨年では想像もつかなかったほどの変化と発展を実感する1年となりました。五灯会元の「松無古今色、竹有上下節」の句には様々な解釈がありますが、この句に時間軸をあてはめれば、松のような“不変さ”と“持続的成長”を、竹のような“急激な変化と発展”，そして“ただただ流れていく歳月にお正月のような節目が必要なように、松と竹の異次元の融合の必要性を強く感じる日々にあります。

本年が日本金属学会会員の皆様にとってますます希望の持てる活気に満ちた一年になりますことを確信しております。

コロナ禍は、本会の活動においても、“ピンチをチャンスに変える”絶好の機会を与えています。私が講演大会委員長を務めていた一昨年の春期講演大会は中止せざるをえませんでした。しかしながら高梨弘毅前会長をはじめとする関係の皆様のご尽力により、一昨年の秋期講演大会、昨年の春期大会と本会初のオンラインでの講演大会が開催されました。2度の大会では講演数・参加者数の微減が認められましたが、昨年の秋期講演大会では、オンラインの積極的活用によりコロナ禍前と同水準の900件にも迫る講演数と1400名を超える参加者を記録し、コロナ禍の中での講演大会の復活さらには持続的成長を遂げることができました。これは、講演大会委員や事務局の献身的なご尽力と何よりも会員の皆様の強いご支援・ご協力による賜物であり、厚く御礼申し上げます。

加えて、明るい未来に向けた with/post コロナ時代における本会の持続的な発展に向けて、昨年より理事会を中心に様々な施策を計画・検討しております。本年は、(1) 昨年からスタートした本会出版図書の電子書籍化の拡充と会員向け無料閲覧の開始、(2) 新たなロゴマークの制定や学会パンフレットの制作、ホームページのリニューアル等の広報活動の強化、(3) MI、カーボンニュートラル、Additive Manufacturing、新材料・新機能創製をはじめとする時代を先取りした産学協創研究会の創設と拡充、(4) post コロナ時代を見据えたオンライン教育講座の開催とシリーズ化、(5) 金属学の国際的ハブ機能としての本会秋期講演大会での国際セッションの開始と継続化、(6) 堀田善治欧文誌編集委員長および編集委員のご尽力により、1.4(2020年)まで上昇した Materials Transactions のインパクトファクターのさらなる向上と高水準値の定着、(7) 若手育成・助成制度の充実とシニア会員制度の充実他の検討、をおこない、コロナ禍でのニューノーマルな時代に対応すべく精力的に活動をすすめて参ります。

本年も公益社団法人として、引き続き公益目的事業を公正かつ適切に推進して参りますので、会員の皆様に於かれましては厚いご支援のほどよろしくお願い申し上げます。

最後になりましたが、本会会員の皆様の益々のご健勝とご発展を祈念いたしまして年頭のご挨拶とさせていただきます。



2022年1月1日

公益社団法人日本金属学会は1937年2月14日に創設され、2021年2月末時点の会員数は国内外合わせて4,757名、156団体で、金属およびその関連材料に関する研究成果を世界に発信する学会として活動を展開している。組織図に示すように、「社員総会」、「理事会」、「監事」の下で、「委員会」、「支部」、「事務局」により、学術誌や学術図書の刊行、講演会や講習会の開催、調査・研究、表彰・奨励の事業を行っている。広報活動を強化し、金属学会のプレゼンスの向上等を図ることを目的として、2021年に「広報委員会」を設置した。

新型コロナウイルス感染症の拡大により、2021年は講演大会のオンライン開催への変更、理事会を始めとした会議や研究集会等のオンラインでの開催や中止を余儀なくされ、一部の活動が滞った。

刊行事業では、会員の情報交換や啓発・教育を目的として、会報「まてりあ」を刊行し、会員に配布している。2021年は第60巻となり、表紙のデザインを一新し、「60巻記念企画」を掲載した。さらに、魅力ある会報に向け「あのころの“まてりあ”」、「よくわかる！ピンポイント講座」、「実学講座」等の企画の掲載を開始した。和文の学術論文誌「日本金属学会誌」および、材料系14学協会で共同刊行している英文の学術論文誌「Materials Transactions」を刊行して、研究成果を国内外に広く発信している。日本金属学会誌では年間約60編の論文を、Materials Transactionsでは年間約340編の論文を掲載している。Materials Transactionsはインパクトファクターが1.389に上昇した。関連分野に関する専門書や教科書等の「学術図書類」を刊行しており、2021年から既刊図書の電子書籍化と販売を開始した。

講演会・講習会事業では、最新の研究成果を発表・討議するとともに、会員間の交流を図ることを目的として、春秋2回の「講演大会」を開催している。2021年は春秋ともオンラインで開催した。春期講演大会は約630件の講演、約1200名の参加で、秋期講演大会は約880件の講演、約1500名の参加で開催した。講演大会では、材料に関する関心を高める

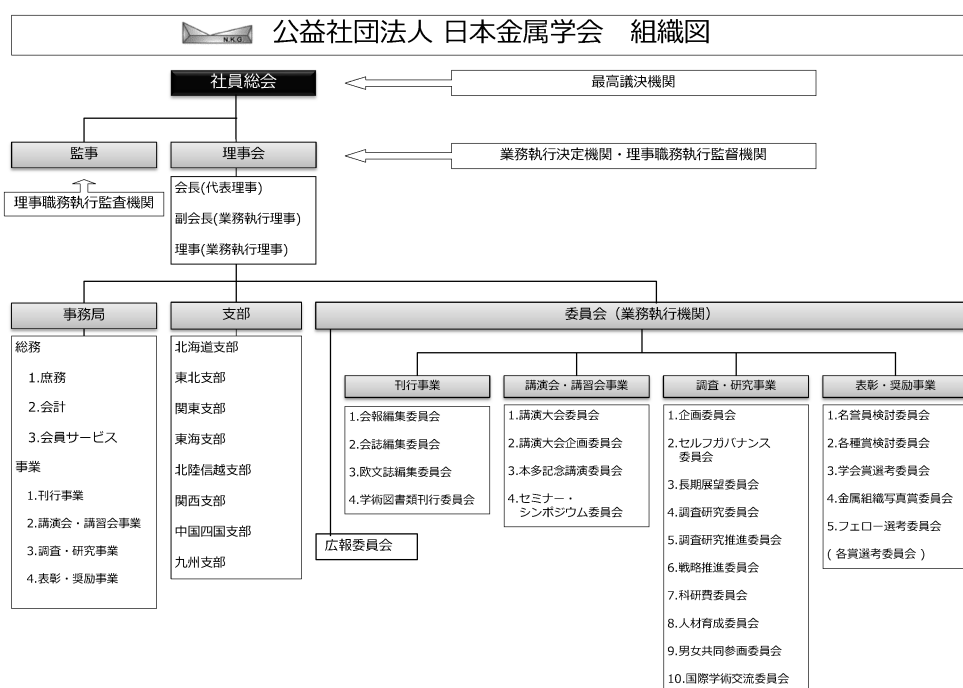
らうための「高校生・高専生ポスター発表」，「機器展示」，「技術セミナー」もオンラインで実施した．さらに，秋期講演大会では，「学生キャリアサポートセミナー」を開催した．また，「セミナー」，「シンポジウム」等は開催を翌年に延期した．「国際会議」も2021年の開催はなかった．

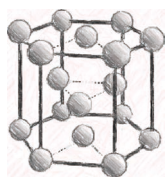
調査・研究事業では、関連が深い専門分野の研究者や技術者が集う9つの「分科」で「調査研究委員会」の活動を行っている。先端領域や学際的領域の研究を促進する目的で「研究会」や「若手研究グループ」が活動しているが、2021年は活動が困難であったため、活動期間を1年延長した。また、学術・技術の発展や若手研究者の奨励を目的とした助成事業として「フロンティア研究助成」を行っている。他に、材料戦略活動、人材育成活動、男女共同参画活動を行っている。また、国際学術交流活動として、World Materials Day Award の授賞、米国 TMS との講演大会へ研究者の相互派遣、韓国 KIM との共同シンポジウム開催等を実施しているが、2021年は全て中止した。一方で、2021年は ASM International と連携に関する覚書を締結し、ASM コンテンツの会員価格での提供等を開始した。

表彰・奨励事業では、「名誉員」や「学会賞」を始めとして、優れた研究や技術開発の成果を上げた者や当該分野の発展に寄与した者の表彰や今後の貢献が期待される者の奨励を目的とした「各種賞」は、2021年も例年通り17件の表彰・奨励を行った。また、金属学会フェローを認定した。

例年は、全国の8支部も活発に活動しており、各支部で独自に講演会、講習会、研究会、見学会などを実施しているが、2021年は縮小せざるを得なかった。

日本金属学会は21世紀を担う研究者や技術者の入会を歓迎します。「まてりあ」は、会員のみに提供されます。会員には、講演大会への会員参加費での参加および登壇費の免除、刊行物の会員価格での購入、セミナー・シンポジウム・講演発表会等への会員割引価格の参加等の特典があります。





シリーズ「金属素描」

No. 20 ルテニウム (Ruthenium)

大阪大学 森 浩 亮



元素名：Ruthenium，原子番号：44，原子量：101.07，電子配置：[Kr] 4d⁷ 5s¹，密度：12.36 Mg·m⁻³ (293 K)，結晶構造：最密六方 (室温～融点)，融点：2523 K，沸点：4150 K⁽¹⁾，地殻存在量：0.6 ng·g⁻¹⁽²⁾。【写真】ルテニウム・マーブル (大粒) (㈱フルヤ金属写真提供)

ルテニウム (Ru) という名は「ロシア」を意味する中世のラテン語 *Ruthenia* からつけられた⁽³⁾。金 (Au)，白金 (Pt) などの高価な貴金属の仲間ではあるが，活躍の場は装飾品ではない。したがって普段の生活ではまず耳にすることがないであろう。しかしながら，ルテニウムの応用分野は多岐に渡り拡大しつつある。本稿ではその一端を紹介する。

2016年にはおよそ30.9トンのルテニウムが消費され，そのうち13.8トンが電子機器，7.7トンが触媒，4.6トンが電気化学機器に用いられた⁽⁴⁾。白金族以外の金属とルテニウムが合金化することはほとんどないが，少量含むと様々な特性が改善することが知られている。具体的には，白金や，パラジウム (Pd) などの柔らかい金属にルテニウムを少量添加した合金は強度が増すため，電気接点に使われる。また，0.1%のルテニウムを添加したチタン (Ti) 合金は塩酸に対する耐腐食性が格段に向上する⁽⁵⁾。一方で，ルテニウム (96.2%) とイリジウム (3.8%) の超合金は美しい光沢があり，硬度が高く，耐劣化性にも優れるので高級万年筆のペン先に用いられる。

今後更なる需要の増加が見込まれる分野に触媒利用が挙げられる。ルテニウム化合物は様々な酸化状態 (0 から +8) を有するため，酸化・還元反応問わず多様な触媒反応に用いられる。有機合成化学分野では，2001年に不斉水素化反応が，2005年にオレフィンメタセシス反応が発見されノーベル賞授与事由の研究として脚光を浴びたが，いずれもルテニウム錯体が触媒として機能する。エネルギー分野では，化学肥料の原料であり水素エネルギーキャリアでもあるアンモニアの合成法 ($\text{N}_2 + 3\text{H}_2 \rightarrow 2\text{NH}_3$) への貢献が期待されている。既存の鉄 (Fe) 触媒は，高温・高圧を必要とするが，ナノ構造制御されたルテニウム触媒は，水素被毒を抑制し，温和な条件下において律速段階である窒素解離を促進する⁽⁶⁾。また，光

励起寿命が長く，光励起後の電子移動過程において生ずる酸化種が安定であるルテニウム錯体の特性を利用し，色素増感太陽電池が開発されている⁽⁷⁾。

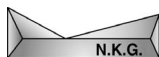
金属触媒の性能を向上させる手法として合金化が有効であるが，前述したように，ルテニウムは合金を形成しにくい。しかしナノサイズ領域では原子レベルで異種金属元素と混じりあい，ユニークな触媒性能が発現する場合がある。例えば，Ru-Pd の固溶体合金ナノ粒子は，有害な一酸化炭素の除去反応で既存の触媒を凌駕する。また Ru-Ni 固溶体合金ナノ粒子は低温での水素生成反応に超高活性を示す⁽⁸⁾。原子レベルでのルテニウムの固溶化は，その手法を含めまだまだ未開拓であるが，新たな機能発現の可能性を秘めた研究分野である。

このように魅力的な特性をもつルテニウムであるが，金属ルテニウムの融点および沸点がロジウム (Rh) やパラジウムより高く扱いやすい反面，高温酸化で生成する四酸化ルテニウム (RuO_4) は揮発性が高く，人体への影響も確認されていることからその使用には十分な対策が必要である。

文 献

- (1) 金属データブック改訂4版 日本金属学会編：丸善，(2004)。
- (2) R. L. Rundnick and S. Gao: "The Crust", Elsevier Ltd., (2004), 1-64.
- (3) V. N. Pitchkov: *Platinum Metals Review*, **40** (1996), 181-188.
- (4) U. S. Geological Survey *Minerals Year Book*, (2016)。
- (5) R. W. Schutz: *Platinum Metals Review*, **40** (1996), 54-61.
- (6) 秋鹿研一：触媒，**46** (2004), 660-666.
- (7) 荒川裕則：色素増感太陽電池，CMC 出版，(2007)。
- (8) K. Mori, K. Miyawaki and H. Yamashita: *ACS Catal.*, **6** (2016), 3128-3135.

次回！ 金属素描 No. 21 イリジウム



公益社団法人日本金属学会への入会のおすすめ

公益社団法人日本金属学会は、本多光太郎先生のご提唱により1937年2月14日に創設され、金属及びその関連材料分野の学術および科学技術の振興を目的として、学術誌や学術図書の刊行、講演会や講習会の開催、調査・研究、表彰・奨励の事業を行っています。社会基盤材料をはじめエネルギー材料、エコマテリアル、電子・情報材料、生体・福祉材料、材料と社会等の分野でご活躍の研究者、技術者、学生の皆様、当該分野に関心のある方の入会をお待ちしております。

会報「まてりあ」は、会員のみに提供されます。さらに、会員には、講演大会への会員参加費での参加及び登壇費の免除、刊行物の会員価格での購入、本会主催のセミナー・シンポジウム・講演発表会等への会員割引価格の参加等の特典があります。

最新の研究や技術の動向をいち早く得ることができます

- 会報「まてりあ」が毎月無料で配付されます(電子ジャーナルも閲覧できます)。まてりあでは、専門外の方のための入門講座や講義ノート、解説記事で分野の基礎を学ぶことができます。
- 和文論文誌「日本金属学会誌」を会員価格で購読できます(電子ジャーナルの閲覧は無料です)。
- 英文論文誌「Materials Transactions」を会員価格で購読できます(刊行半年後からの電子ジャーナル閲覧は無料です)。
- 最新の研究成果が発表される年2回の講演大会に会員参加費で参加できます。
- 最新の研究や技術に関するシンポジウムに参加できます。
- 最先端の研究を討議する研究会が開催する研究集会に参加できます(新たな研究会を設立することも可能です)。

多様な研究者や技術者と交流ができます

- 様々な場で大学や企業の研究者や技術者と学術・技術の交流ネットワークを作ることができます。
- 各分野の専門家集団で構成される分科の活動に参加することができます。
- 最新の研究成果を発表する、春と秋の年2回開催される講演大会へ会員参加費で参加できます(参加費には講演概要が含まれています)。
- 講演大会概要を会員価格で購入できます。
- 全国に8つの支部があり、身近な研究者や技術者と交流できます。

研究成果を発表、討議して、研究を深めることができます

- 講演大会で研究成果を発表して、分野の専門家と討議できます(非会員が講演するには大会参加費および登壇料が必要になります)。
- 研究成果を論文として日本金属学会誌や Materials Transactions 誌に発表できます。投稿された論文は分野の権威による査読を受けることができます。
- Materials Transactions の投稿料の割引が受けられます(日本金属学会誌の投稿は無料です)。

技術者・学生の能力開発や進路選択への支援が受けられます

- 教科書、データブック、セミナーテキスト等の学術図書類を会員価格で購入できます。
- 本会主催または本会協賛のセミナーや講習会、見学会等に会員価格で参加できます。
- 学生員は本会主催の企業説明会(春期講演大会に併せて開催予定)に参加できます。

表彰を受けられます

- 表彰・奨励制度があります。
- 本会外の表彰へ推薦することができます(各種の学術賞や奨励、助成等の候補の推薦団体に指定されています)。

[入会するには(入会手続き)]

本会ホームページの入会ページ(下記 URL)から入会申し込み下さい。

<https://www.jim.or.jp/member/mypage/application.php>

分子／結晶模型モデル (組み立て用キット)

プラスチックの原子と結合を使った教育学習用の分子／結晶構造の模型です。原子は色で区別され、正しい角度に設定された分枝を持ち、決められた長さの結合長で繋ぎ合わされます。直径1cmと6mmの原子を使う2種類のモデルサイズがあります。

基本セット

■Basic Structure (1cmモデル) Class Set ¥11,000.-

硫酸、塩化ナトリウム、ダイヤモンド、グラファイト、金属、酸と塩基、洗剤、ナイロン、アモルファス構造の学習用(原子515個)

■Lattice (1cmモデル) Class Set ¥11,550.-

ダイヤモンド、グラファイト、塩化ナトリウム、8および12配位金属、塩化セシウム、セ閃亜鉛鉱、ウルツ鉱、ルチル、氷構造の学習用(原子380個)

■Organic and Inorganic Chemistry

(1cmモデル) Class Set ¥9,680.-

アルカン、アルケン、アルキン、環構造、酸素／窒素／硫黄／リンの官能基、ベンゼン環、ポリマー、複素結晶の学習用(原子500個)

結晶セット

■Carbon Nanotube

(原子150個) ¥3,410.-

■Diamond (原子450個) ¥7,700.-

■Beta-Quartz (原子1,400個) ¥14,960.-

■Mica (原子1,550個) ¥27,720.- その他、多数あり



(製作: Cochranes of Oxford Ltd.)

化学プロセス用の物性データベース

DIPPR with DIADEM pro (Design Institute for Physical Property Data)

価格 ¥385,000.-/¥66,000.- (一般/教育)

2,280化合物についての49種類の熱物性値(実測値)、複数の推算式、原文献データと15種類の温度依存物性には推算式の係数などのデータベースです。AIChE推奨のインターフェイスソフトウェア(DIADEM)付きのスタンドアロンシステムです。

おもな機能 (DIADEM)

■検索対象: Name, Formula, CAS番号、物性データ

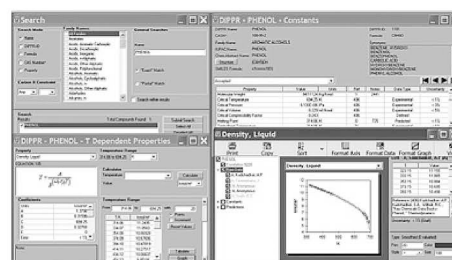
■物性値: 実測値、推算式による予測値

■データ表示: テーブルとグラフプロット

■複数化合物データの重ね合わせプロット

■MDL Chimeプラグインによる構造式の立体表示

■ユーザーデータベースの作成



システムプラットフォーム:
Windows 8/10 (AIChE DIPPR Project 801)

30,000件のセラミックス状態図データベース

ACerS-NIST Phase Equilibria Diagrams, Version 4.4

価格 ¥198,000.- マルチユーザー ¥286,000.-

検索条件

■成分系、元素記号

■著者、出典誌名、出版年

■状態図番号

データ表示

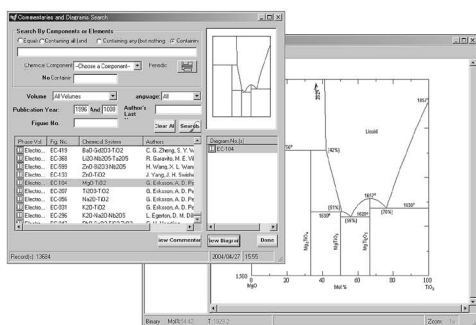
◆モル百分率↔重量百分率

◆Lever rule計算

◆ズームアップ/ズームダウン

データソース/新データ2,500件を追加

●Phase Diagrams for Ceramists (Volumes I・III, Annual Volumes '91, '92 and '93, High Tc Superconductor monographs (two), Phase Diagrams for Zirconium + Zirconia Systems and Phase Diagrams for Electronic Ceramics Vol.15)



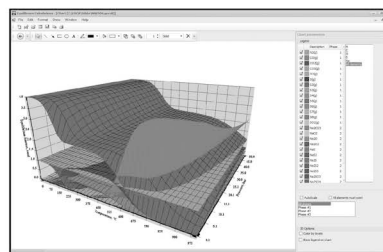
システムプラットフォーム: Windows 8/10

化学反応/平衡計算ソフトウェア

HSC Chemistry for Windows, Ver.10.x

年間使用料 ¥319,000.-/¥110,000.- (一般/教育)

約28,000種についてのエンタルピー、エントロピー、熱容量のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSまたはSOLGASMIXのルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、電気化学セル平衡と相安定性、腐食の研究に使われるEh-pH(ブルーベ)状態図の作成などユニークなモジュールを持ち合わせています。計算結果のテーブルと状態図はクリップボードにコピーできます。SIM Flowsheetモジュールもあり、複数のユニットプロセスからなるプロセス全体のシミュレーションとモデリングができます。



システムプラットフォーム: Windows 8/10
(Outototec Research Oy. 製作)

※表記の価格は税込です。

株式会社 デジタルデータマネジメント

東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル 〒103-0025

TEL.03-5641-1771 FAX.03-5641-1772 <http://www.ddmcorp.com>

マテリアルズインフォマティクスによる材料ゲノムの解析との連携！ 効率的な材料内部組織の三次元可視化！

全自動シリアルセクションング3D顕微鏡

Fully-automated serial sectioning 3D microscope

Genus_3D™

HDR機能
搭載！

実験室に行かなくても、リモートで確認操作できます！

PC、モバイルデバイスから遠隔コントロール、通知機能

新搭載！設定条件ライブラリー

設定値、動作設定、消耗品の自動選定

全自動！電解エッチング

チタン、アルミ、ニッケル、ステンレス等

NEW！純正消耗品

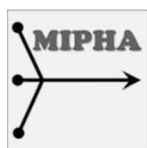
逐次研磨像

3D

Nakayamadenki Co., Ltd.

材料情報統合システム“MIPHA¹⁾”および“shinyMIPHA²⁾”

1)MIPHA: スタンドアロン, 2)shinyMIPHA: クラウドシステム



高度な材料組織形態解析と順・逆解析を搭載

・MIPHA: 機械学習型画像処理、連結性、分岐性、曲率解析、metric特徴量

・shinyMIPHA: パーシステントホモロジー、二点相関関数、豊富な順・逆解析

国内総発売元



株式会社 新興精機

大阪営業所

大阪府吹田市広芝町7-26

TEL : 06-6389-6220 FAX : 06-6389-6221

<http://www.shinkouseiki.co.jp>

営業窓口：池内 ikeuchi@shinkouseiki.co.jp

広い温度領域・各種形状試料・特殊測定に対応します。

等方体や単結晶の弾性率と共に弾性定数 C_{ij} の測定で、最先端研究に大きく寄与

電磁共振式弾性率・弾性定数測定装置

CC II -型 (RT 室温用、HT 高温用、LT 低温用)

○より詳細な力学特性測定

弾性定数(弾性スティフネス C_{ij}) から求めるヤング率、剛性率、ポアソン比は高精度

○新素材研究時の小試料で測定できます。

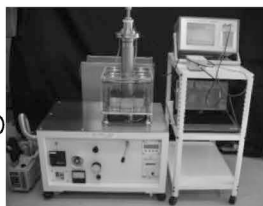
5mm 程度の直方体や円柱の測定。

○単結晶、多結晶

○最高温度 1200℃

○自動解析ソフト開発中

現在、等方体と立方晶の解析まで完成。順次他の結晶に対応します。



室温や比較的低温で最も信頼性の高い装置

自由共振式弾性率、内部摩擦測定装置

JE-型/JG-型 (RT 室温用、HT 高温用、LT 低温用)

○高精度・簡単操作

高再現性・迅速測定

○板状、線材の単純形状

○最高温度：1000℃



弾性率と内部摩擦の高温測定で最高の装置

高温弾性率等同時測定装置

EG-型 (HT 高温用、LT 低温用)

○最も信頼性の高い高温測定

○ヤング率、剛性率、ポアソン比

内部摩擦同時自動測定

○最高温度 1200℃



共振法応用の弾性率や内部摩擦等の物性測定・試験・計測装置の開発専門企業

日本テクノプラス株式会社 <http://www.nihon-tp.com/>

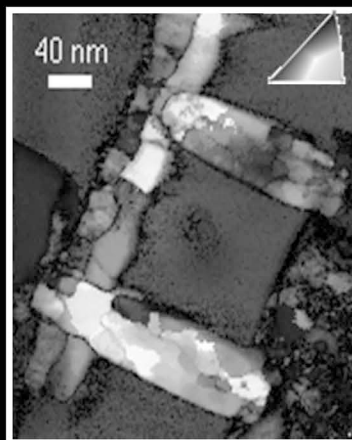
06-6390-5993 info@nihon-tp.com 〒532-0012 大阪市淀川区木川東 3-5-21 第3丸善ビル

ASTAR / TopSpin

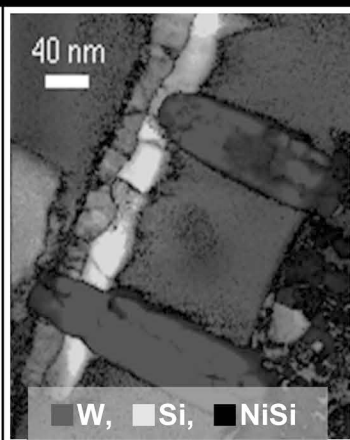
TEM Orientation Image Analysis

NanoMEGAS社では、電子線の走査とプリセッション照射法を組合せ、TEMによる結晶方位マップを可能にしました。連続的に得られた回折パターンは、テンプレートマッチング法により確実に指数付けされます。このテンプレートマッチング法は、SEM/EBSD法よりも優れた相分離性を示し、触媒表面等の微小な結晶構造の変化も検出可能としました。またTEMの優れたファインプローブの使用により、従来のEBSD法では考えられない、高空間分解能の結晶方位マップを実現しています。プリセッション照射では、照射角を大きくすることで、ダイナミカルな効果を低減した回折パターンの取得が可能となります。この状態で試料を連続的に傾斜させながら回折パターンを取得することで、ディフракショントモグラフィも実現しています。これによりTEMを用いた結晶構造解析が大きく進展しました。

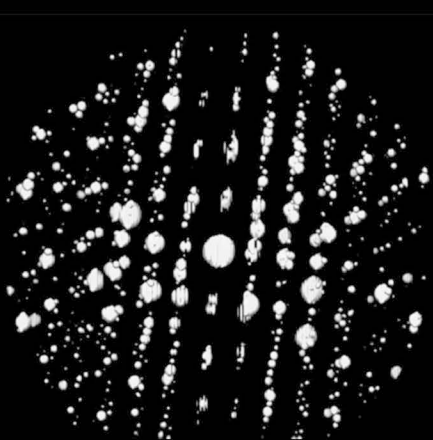
IPF 結晶方位マップ



相マップ

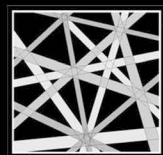


半導体ビア部断面の測定例:
10nmφ以下の結晶粒の指数付けや、相分離も正確に行われていることが判る。



ディフракショントモグラフィの例:
試料傾斜角 $\pm 60^\circ$ で連続的に取得し、3次元に再構築した例。

 **NanoMEGAS**
Advanced Tools for electron diffraction

 **TSL**
solutions

株式会社 TSL ソリューションズ

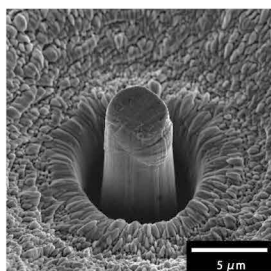
252-0131 神奈川県相模原市緑区西橋本5-4-30 SIC2-401
e-mail: info@tsl-japan.com, Homepage: www.tsl-japan.com

“はかる”技術で未来を創る

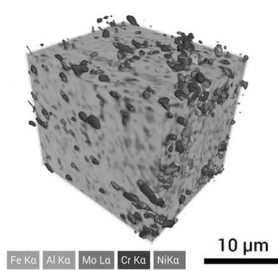
Xe プラズマ FIB-SEM システム

TESCAN AMBER X

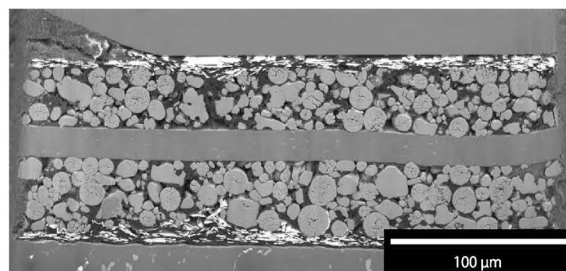
- 最大 1mm 幅の FIB 断面加工が高速で実現
- Ga フリーでの微小試料作製
- カーテニング等のアーティファクトを抑制する
Rocking Stage をはじめとする独自技術
- 超高分解能、フィールドフリー SEM イメージング
- インカラム検出器による二次電子 / 反射電子検出
- ナビゲーションを容易にする広い観察視野
- FIB を一次イオン源とした ToF-SIMS を搭載可能
- 共焦点ラマン顕微鏡との融合が可能



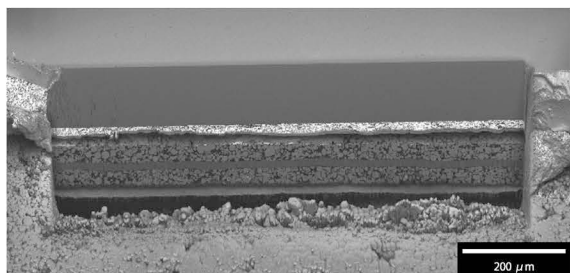
超微細粒アルミニウムから
微小化されたマイクロピラー



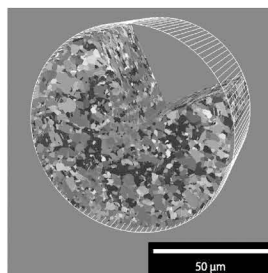
高合金鋼中の析出物の
3D-EDS 像



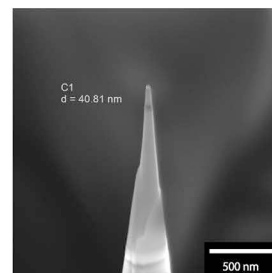
Rocking Stage を用いて研磨されたリチウムイオン電池電極断面



1mm 幅で作製されたリチウムイオン電池電極の加工断面



90 μm 径の銅線断面
3D-EBSD 像



アトムプローブ用試料の作製



www.toyo.co.jp/microscopy



株式会社 東陽テクニカ
ライフサイエンス&マテリアルズ
〒103-8284 東京都中央区八重洲 1-1-6
TEL.03-3279-0771 E-Mail: bunseki@toyo.co.jp

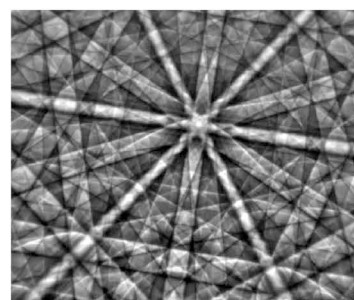
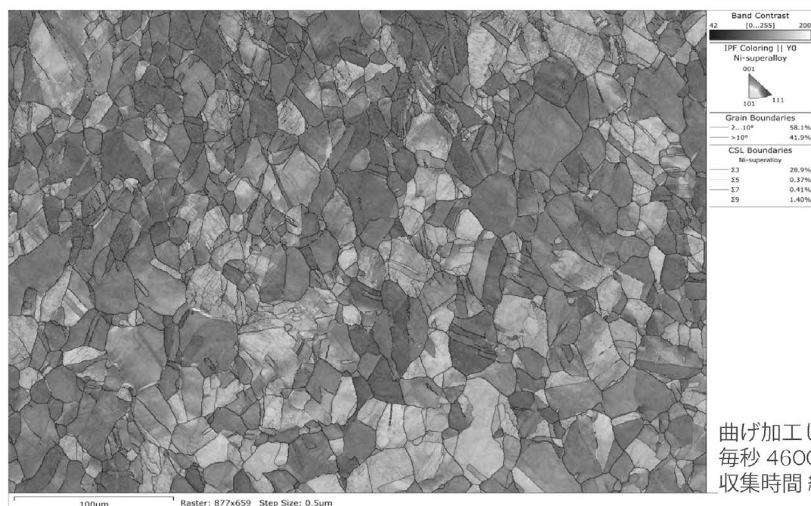
大 阪 支 店	〒532-0003	大阪府大阪市淀川区宮原1-6-1 (新大阪ブリックビル)	TEL.06-6399-9771
名古屋営業所	〒460-0008	愛知県名古屋市中区栄2-3-1 (名古屋広小路ビルディング)	TEL.052-253-6271
宇都宮営業所	〒321-0953	栃木県宇都宮市東宿郷2-4-3 (宇都宮大塚ビル)	TEL.028-678-9117

Symmetry S2

CMOS 搭載 超高速 EBSD 検出器

EBSD に最適化した CMOS イメージセンサーを搭載し、高速・高感度分析を実現

- 最大毎秒 >4500ポイントの高速分析
- 全ての分析で高感度・高スループットを実現
 - ≫ 最高速分析時でも高いパターン解像度でデータ収集
 - ≫ 最大 1244 × 1024 の高解像度パターンを取得可能
 - ≫ 複雑な酸化物や薄膜など、分析が難しい試料に対応した高感度性能
 - ≫ 高い角度分解能 0.05°
- 洗練された機構設計
 - ≫ 検出器チルト機構搭載 (モーター駆動自動キャリブレーション)
 - ≫ 非接触衝突センサー内蔵



Ni 試料から収集した
高解像度 EBSP (1244x1024)

曲げ加工した Ni シート試料の結晶方位マップ
毎秒 4600 ポイントで分析
収集時間 約 2 分

オックスフォード・インストゥルメンツのホームページ (nano.oxinst.jp) では、EDS や WDS、EBSD 分析について、皆様の分析業務にお役に立てる情報を発信しています。

- 様々な分野での分析事例をご紹介するアプリケーションノートのダウンロード
- 分析技術をご紹介する各種ウェビナー
- 分析ソフトウェアの使用方法をご説明するチュートリアルビデオ (英語)
- 分析のヒントなどを毎週発信するブログ

オックスフォード・インストゥルメンツ株式会社

分析機器事業部

〒140-0002 東京都品川区東品川 3-32-42 IS ビル

TEL: 03-6732-8967 / FAX: 03-6732-8939

e-mail: na-mail.jp@oxinst.com

www.oxinst.jp



Bring the 3D microworld to life with stunning colors

TEMography .com

TEMography, a pioneer software suite for electron tomography; SEM supporter for stage control, montage, and correlative light-electron microscopy observation; NBD Stadium for nanoscale strain mapping. TEMography.com offers a variety of application software adding the latest visually appealing power to your transmission and scanning electron microscopy work.



■ TEMography.com Product Line-Up

Product Name	TEM	SEM	Other
Recorder	●		Fully automated tilt-series acquisition for electron tomography including TEM, STEM, EDS, and cryo-, and EDS
TEMography	●		All-in-one software suite for electron tomography
Shot Meister	●		Providing intuitive operational assistance for TEM imaging for all user levels
STEM Meister	●		Providing intuitive operational assistance for STEM imaging for all user levels
NBD Stadium	●		A complete nanoscale strain distribution analysis software suite with multitudinous output options
JEM Toolbox	●		Providing control functions to support user-based software development for TEM and its peripheral devices
Stack N Viz	●	●	All-in-one software suite for 3D reconstructing serial sectioning images (FIB Slice-and-View, array tomography, etc.)

Product Name	TEM	SEM	Other	
SEM Supporter		●	Supporting SEM image acquisition and analysis with various analytical options	
3D-Sight Pro		●	Providing a quick and easy assessment framework for three dimensional surface and morphology with a pair of stereo SEM images	
Image Excite	●	●	●	Providing multiple measurement tools for industrial applications
Image Center	●	●	●	Providing a seamless image data management and sharing environment
MultiImage Tool	●	●	●	Providing customizable image processing and analysis routines to fulfill customer's demands - no programming
Secure Image	●	●	●	Image encryption and tampering prevention system conformed to FDA Part11
Colorist	●	●	●	Intuitive and high throughput segregation and colorization tools

株式会社システムインフロンティア <https://www.sifi.co.jp/>

電子顕微鏡・表面分析装置用周辺機器

クライオ装置



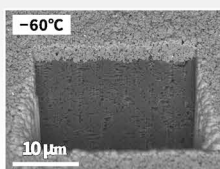
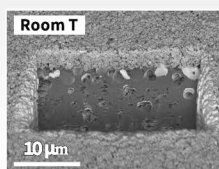
PP3006 CoolLok

- 迅速な試料交換
- 大気非暴露搬送可
- -190℃まで冷却可
- off カラム冷却タイプ



MHCS Micro Heating & Cooling Stage

- -60℃～125℃(真空中)
- 安定度：0.01℃
- マニピュレータと併用可



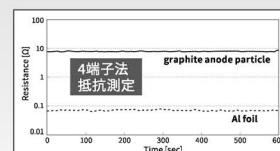
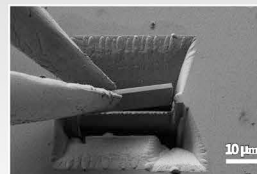
Li イオンバッテリーの断面

クライオリフトアップ

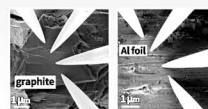


Cryo グリッパー

- マニピュレータ MM3 の Plug in ツール
- 開閉ステップ間隔 20nm
- -196℃～80℃
- 先端形状カスタム可



Li イオンバッテリーセル電気特性



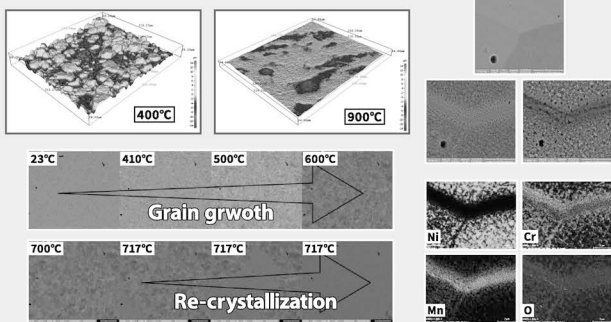
- 冷却加工したサンプルのピックアップに!
- 試料切片を TEM グリッドへ

電子線に弱い試料 の観察・加工

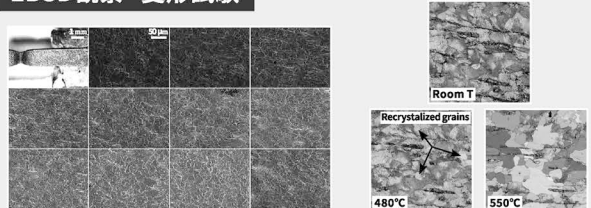
材料特性のその場観察

～化学反応・表面・組織～

表面形態・化学組成・粒成長



EBSD観察・変形試験



加熱ステージ



FurnaSEM1000

- 1000℃まで
- EBSD 観察可
- ガス注入キット
- ソフトウェア など

引張ステージ



MT1000

- 引張、圧縮、屈曲試験
- 温度勾配付加熱
- ガス注入キット
- ソフトウェア など

BSE 検出器



高温・ガス雰囲気下での観察を可能にする BSE 検出器

- 熱電子をカット
- パイプ冷却

お問い合わせはこちら

▶ <https://www.ads-img.co.jp/>

ADS 株式会社 アド・サイエンス

〒273-0005 千葉県船橋市本町2-2-7船橋本町プラザビル
Tel: 047-434-2090 Fax: 047-434-2097

“ 観 察 ” の 一 歩 先 へ

分析観察までの円滑な作業を提供

新鏡筒採用によるSEM観察性能の本質的な向上、
FIB加工機能の充実、連携機能強化による
操作性改善を実現

複合ビーム加工観察装置
Multi Beam System

JIB-4700F

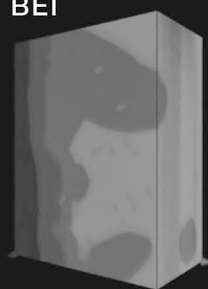


FIB-SEM による三次元元素分析

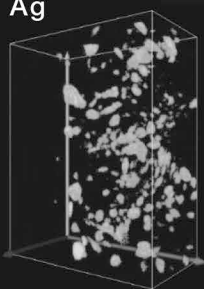
FIB-SEM は試料の内部構造を三次元的に観察 / 分析できます。

三次元再構築像は、様々な方向から試料を観察することができ、内部構造を詳細に三次元的に解析できます。

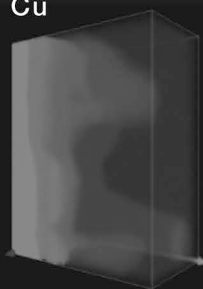
BEI



Ag



Cu



Sn



— 2 μ m

図：鉛フリーはんだの 3D-EDS 分析 三次元再構築像

BEI : 反射電子組成像 Ag : Ag-L α 線の EDS マップ Cu : Cu-L α 線の EDS マップ Sn : Sn-L α 線の EDS マップ

JEOL  **日本電子株式会社**

本社・昭島製作所 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL:(042)543-1111(大代表) FAX:(042)546-3353
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

JEOLグループは、「理科学・計測機器」「産業機器」「医用機器」の3つの事業ドメインにより事業を行っております。

「理科学・計測機器事業」電子光学機器・分析機器・計測検査機器 「産業機器事業」半導体関連機器・産業機器 「医用機器事業」医用機器

企画にあたって

田辺 栄司¹ 佐々木秀顕² 川西 咲子³
鈴木 賢紀⁴ 竹田 修⁵ 永井 崇⁶

三次元解析技術は、近年のXeプラズマFIB-SEMの登場と、TEMのオプションとして普及した電子線トモグラフィによって、幅広いサイズ・分解能の領域を連続的にカバーすることが可能になり(図1)、単なる非破壊検査の一手法から、密度・組成・結晶構造といった多岐にわたる三次元情報を可視化する組織解析の重要なツールにまで発展した。その一方、医学系を除けば系統的な解説書が少なく、ユーザの立場からはブラックボックスとして利用せざるをえない現状がある。本特集では各手法の開発をけん引されている研究者に加えて、ハード・ソフトウェアメーカーの開発担当者にも執筆していただき、より利用者の立場にたった解説になることを目指した。また、分野間の連携の試みとして、原理・撮影・解析手法を中心とした前編を6分野が、金属・材料科学での応用を中心とした後編を3分野が担当した。本編についても著者への依頼、構成、編集等について徳永透子先生(名古屋工業大学)、木口賢紀先生(東北大学(現 熊本大学))をはじめとする3分野の先生方に多大なご協力をいただいた。

まず、総説としてトモグラフィ研究の第一人者の工藤博幸教授(筑波大学)に、「トモグラフィ画像再構成の基礎とトレンド：解析的再構成法から圧縮センシングを経て深層学習まで」と題して、投影データから断層像を再構成するアルゴリズムの歴史的発展から最新の高ノイズかつ少数データから再構成する手法までを解説していただいた。また、世界を席巻する海外ソフトメーカーの製品群に対抗し、三次元データの可視化・解析ソフトを開発されている滝克彦氏(日本ビジュアルサイエンス(株))には、「ポスト3Dイメージングのアプリケーション」と題して、三次元データを、客観的に数値化する手法をご紹介いただいた。

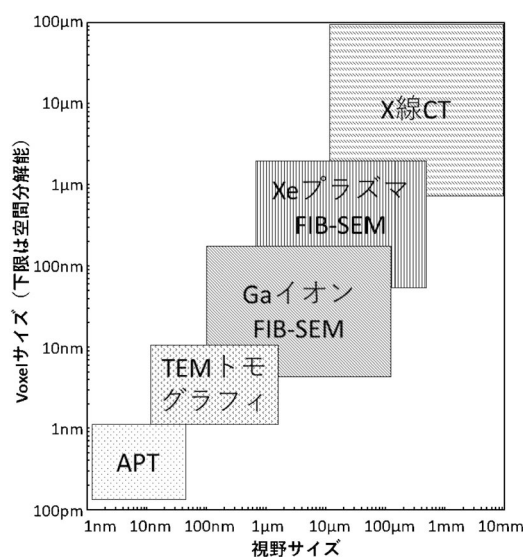


図1 三次元形態・組織観察手法の視野サイズとVoxelサイズの概念図。文献(1)に筆者の経験を加味して作成した。大半のシステムは空間分解能より細かいVoxelサイズを設定できるため、縦軸の下限は実用空間分解能とした。また、Ga及びXeプラズマFIB-SEMはスライス厚の実用下限を表示した。三次元アトムプローブトモグラフィ(APT)は後編に掲載予定である。

各撮影手法については、FIB-SEMメーカーの立場から仲野靖孝氏(株)日立ハイテク)に、「FIB-SEMによる3次元構造解析」と題して、FIBとSEMそれぞれの原理から3D-EBSDへの応用に至る解説をいただいた。次に黎明期からEBSDを国内に紹介されてきたことで知られるは鈴木清一氏(株)TSLソリューションズ)に、「TEMを用いた結晶方位マッピングの原理と応用」と題して電子回折を利用した高分

¹ 広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター(〒739-0046 広島県市鏡山3-13-26)

² 愛媛大学大学院理工学研究科

³ 東北大学多元物質科学研究所

⁴ 大阪大学大学院工学研究科

⁵ 東北大学大学院工学研究科

⁶ 千葉工業大学工学部

Preface to Special Issue on “New Trends of 3D Imaging and Analysis (3D Observation, Reconstruction and Analysis)”; Eishi Tanabe¹, Hideaki Sasaki², Sakiko Kawanishi³, Masanori Suzuki⁴, Osamu Takeda⁵ and Takashi Nagai⁶

Keywords: tomography, FIB-SEM, EBSD, TEM, electron diffraction, ASTAR

2021年11月22日受理[doi:10.2320/materia.61.5]

解能・高速結晶方位解析技術の背景と製品化された ASTAR の原理と応用事例をご紹介いただいた。最後に、20年以上にわたって TEM の自動制御による連続傾斜像撮影から再構成・可視化に至るソフトを一貫して開発されてきた古河弘光氏(株式会社システムインフロンティア)には、「TEM トモグラフィ」と題して、具体的に三次元再構成に適した試料作りやグリッドの選択、撮影・再構成の上での注意事項・問題点等について解説いただいた。

なお、執筆者の方々には無理を承知で「過度に数式が多くならないように」依頼している。予めご了承ください。また、三次元空間の解説を二次元の誌面に掲載しているため、グレースケール印刷では理解が難しい図があるかと思われる。オンライン版(<https://www.jim.or.jp/journal/m/>)にはカラーで掲載されているので、併せてご覧いただきたい。

本特集が、三次元データの背景にある撮影・解析技術への理解、また、データの妥当性への判断の一助となれば幸甚である。

文 献

- (1) T. L. Burnett, R. Kelley, B. Winiarski, L. Contreras, M. Daly, A. Gholinia, M. G. Burke and P. J. Withers: Ultramicroscopy, **161** (2016), 119-129.



田辺栄司 佐々木秀顕 川西咲子 鈴木賢紀 竹田 修 永井 崇

三次元解析に関する用語説明

三次元解析手法を使う上で頻出する用語を、ユーザの立場から簡単に説明する。定義の省略や、個人研究が含まれているので予めご了承ください。

voxel : 三次元での画素、二次元の pixel を三次元化したもの。X 線・TEM トモグラフィでは一般に立方体であるが、FIB-SEM の場合は SEM 像の pixel サイズと FIB 加工のスライス厚が異なるため、正四角柱となる。

連続断面 SEM 像・連続スライスイメージング・Auto Slice & View : いずれも FIB-SEM の FIB 加工と SEM 観察の繰り返して画像データを得る手法の名称で、詳しくは「FIB-SEM による 3 次元構造解析」をご覧いただきたい。装置メーカーの登録商標も含まれるため、本特集でも、滝らは「断層像」、仲野は「連続断面 SEM 像」、古河は「アレイ(Array)・トモグラフィや FIB-SEM トモグラフィ」と呼んでおり、表現の苦心がうかがえる。

断層像 : 一般に X 線トモグラフィで得られる回転軸に垂直な 2 次元の断面像。医療用 CT の主な表示方法。ただし、FIB-SEM や生物・ソフトマテリアル向けのウルトラミクロトム連続切片でも使用する場合がある。「ポスト 3D イメージングのアプリケーション」にあるように、慣習的に「Axial」と表示される。

ボリュームレンダリング(VR: Volume Rendering)⁽¹⁾ : 半透明で奥行きのある三次元可視化手法。X 線トモグラフィではヒストグラムから大気散乱由来のピークだけを取り除くと、トポグラフィ的な表面像になり、更に低密度成分を取り除いていくとより立体感のある表現となる(図 1)。当たり前の機能のように思われているが、断層像からボリュームレンダリングを作成する可視化ソフトは高価で、CPU・GPU パワーを猛烈に消費する。

- 文 献 (1) R. A. Drebin, L. Carpenter and P. Hanrahan: ACM SIGGRAPH Computer Graphics, **22-4**(1988), 65-74.
(2) A. Namiki, Y. Tanaka and T. Yokoyama: Earth, Planets and Space, **70**(2018), 147.

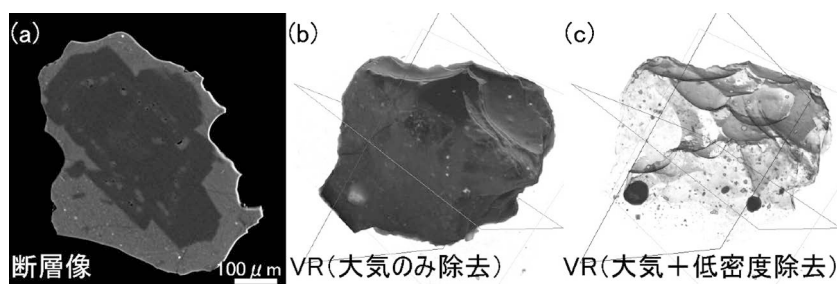
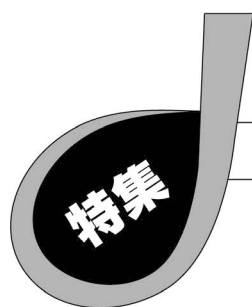


図 1 阿蘇山中岳から採取された火山灰(名古屋大学大学院並木敦子准教授ご提供⁽²⁾)のマイクロフォーカス X 線 CT データの可視化例 (a)中央付近の断層像、明るいものが高密度、(b)ヒストグラムから大気由来の成分を除去し、各軸を45°傾斜させた VR 像、(a)とは明暗が反転し、暗いものが高密度、(c) (b)から更に低密度物質由来の成分を除去した VR 像、高密度、すなわち重元素を含む鉱物の三次元分布が可視化されている。



トモグラフィ画像再構成の基礎とトレンド

～解析的再構成法から圧縮センシングを経て深層学習まで～

工藤 博幸¹⁾ 藤井 克哉²⁾ 橋本 康²⁾

矢代 航^{**,***} ヴォルフガング・フォグリ^{****}

1. はじめに

CT (Computed Tomography) 技術は1973年に医療診断において実用化されたが、2000年以降非破壊検査や材料計測に用いられ既に有効なツールとして定着している。CT 技術のキーは、X 線・電子線その他波動を用いて測定された物体の線積分を表す投影データから、データ処理により断面の画像を生成する画像再構成法にあるといつて過言ではない。

本論文では、CT 画像再構成法の歴史的な変遷と進歩について、当該分野に馴染みがない読者を対象として平易に解説する。

まず、CT 画像再構成法の進歩をまとめると、表 1 のようになる。2000年頃までは第 1 世代のフーリエ変換や微積分に基づく解析的再構成法、及び画像と投影データの間係を表す線形方程式を反復法で解く逐次近似再構成法が用いられていた⁽¹⁾⁻⁽⁸⁾。これらの手法の欠点は、投影データの方向数が少ない状況(スパースビュー CT と呼ばれる)や投影データの

表 1 CT 画像再構成法の歴史的進歩の概観。

	第1世代 1973年～2000年頃	第2世代 2000年頃～2017年	第3世代 2017年以降
画像再構成法のクラス	・解析的再構成法 (フーリエ変換, 微積分) ・逐次近似再構成法	・圧縮センシング ・統計的再構成法	深層学習
具体的な方法	フィルタ補正逆投影 (FBP)法, ART法, SIRT法	TV正則化, MBIR (Model-Based Iterative Reconstruction)	FBP再構成+畳み込みニューラルネットワークで雑音・アーティファクトを低減する後処理
性能・何が可能になったか	CTには「細かいサンプリング+高SN比」の投影データが必要	スパースビューCT, 低線量CTが実用化	効果は未だ未知

* 筑波大学システム情報系; 1)教授 2)研究員(〒305-8573 つくば市天王台 1-1-1)

** 東北大学 国際放射光イノベーション・スマート研究センター; 教授

*** 東北大学 多元物質科学研究所; 教授

**** 東京学芸大学 自然科学系; 准教授

Fundamental and Trend of Tomographic Image Reconstruction: from Analytical Reconstruction Method, through Compressed Sensing, to Deep Learning; Hiroyuki Kudo*, Katsuya Fujii*, Koh Hashimoto*, Wataru Yashiro**,* and Wolfgang Voegel**** (*Faculty of Engineering, Information and Systems, University of Tsukuba, Tsukuba. **International Center for Synchrotron Radiation Innovation Smart, Tohoku University, Sendai. ***Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Tohoku University, Sendai. ****Department of Physics, Tokyo Gakugei University, Tokyo)

Keywords: tomography, CT, inverse problem, image reconstruction, sparse-view CT, low-dose CT, filtered backprojection, compressed sensing, total variation, deep learning

2021年 9 月13日受理[doi:10.2320/materia.61.7]

SN 比が悪い状況(低線量 CT と呼ばれる)では、画質の劣化が大きいことであった。そして、2000年代になり粗くサンプリングされた測定データから原信号を高精度で復元する圧縮センシング(Compressed Sensing, CS)と呼ばれる逆問題解法が発見され、第2世代としてCSやそれに関連したスパース正則化に基づく画像再構成法が研究され実用化に至った⁽⁹⁾⁻⁽¹⁹⁾。CTが発明されて30年が経過して、ようやく少ない方向数やSN比が悪い投影データでCTを実現する夢がかなえられた。更に、2017年には第3世代と位置づけられる深層学習を用いた画像再構成の研究が始まり、現在世界的に精力的に研究が行われている状況である⁽²⁰⁾⁻⁽²⁶⁾。

本論文では、上述の歴史を踏まえ、第1世代の解析的再構成法と逐次近似法、第2世代の圧縮センシング、第3世代の深層学習再構成法、について解説する。

2. 解析的再構成法と逐次近似再構成法(第1世代)

まず、CTにおける画像再構成問題を定式化することから始める。図1に、CTにおける投影データ収集の様子を示す。物体の物理量分布を表す画像を $f(x,y)$ とする。CTでは、各角度 θ 方向から物体に平行なX線を照射してX線源と反対側に配置した検出器により、物体を透過したX線の強度を測定する。この測定データは、動径 r と角度 θ の関数として $p(r,\theta)$ と表され、X線が通過する直線 $x\cos\theta+y\sin\theta=r$ 上の $f(x,y)$ の線積分の意味を持っており投影データと呼ばれる。投影データを測定する角度範囲は通常 $0^\circ\sim 180^\circ$ であり、この範囲の投影データを測定すれば物体を通過する全ての直線上の線積分を測定したことになる。 $f(x,y)$ と $p(r,\theta)$ の関係は次式で表される。

$$p(r,\theta) = \int_{-\infty}^{\infty} f(r\cos\theta - s\sin\theta, r\sin\theta + s\cos\theta) ds \quad (1)$$

式(1)を $f(x,y)$ に $p(r,\theta)$ を対応づける変換と考え発見者の名にちなみラドン変換と呼ぶ。CTにおける画像再構成は、式(1)に基づき $p(r,\theta)$ から $f(x,y)$ を復元する逆問題である。

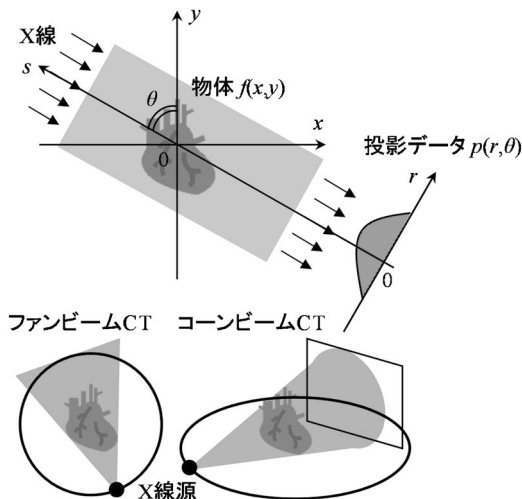


図1 CTにおける投影データ収集の方法。

(1) フィルタ補正逆投影 (Filtered Backprojection, FBP)法⁽¹⁾⁻⁽³⁾

現在のほとんど全てのCT装置では、第1世代の解析的再構成法に属するFBP法と呼ばれる手法が用いられている。FBP法は式(1)をフーリエ変換や微積分を用いて解析的に $p(r,\theta)$ から $f(x,y)$ を求める逆変換の形に変形し、逆変換を計算することで画像再構成を行う手法である。以降では、FBP法の導出を簡潔に述べる。まず、FBP法の基礎となるのは投影切断面定理と呼ばれる $f(x,y)$ と $p(r,\theta)$ をフーリエ空間で関係づける定理である。いま、 $f(x,y)$ の2次元フーリエ変換を $F(\mu,\nu)$ (μ,ν は x,y に対応する角周波数)、 $p(r,\theta)$ の動径 r に関する1次元フーリエ変換を $P(\omega,\theta)$ (ω は角周波数)で表すと、次式が成り立つ。

$$F(\omega\cos\theta, \omega\sin\theta) = P(\omega,\theta) \quad (2)$$

図2に式(2)の意味を示すが、角度 θ 方向の投影データ $p(r,\theta)$ は $f(x,y)$ の2次元フーリエ変換 $F(\mu,\nu)$ の θ 方向の切断面の情報を持っている。よって、様々な角度 θ の投影データを1次元フーリエ変換して画像の2次元フーリエ変換 $F(\mu,\nu)$ の情報を埋め、2次元フーリエ逆変換することで画像再構成ができる。その手順は次式で表される。

$$p(r,\theta) \xrightarrow{\text{1D Fourier}} P(\omega,\theta) = F(\omega\cos\theta, \omega\sin\theta) \xrightarrow{\text{2D Inverse Fourier}} f(x,y) \quad (3)$$

FBP法は式(3)の2次元フーリエ逆変換の部分を実験で計算することから導かれ、その処理手順は最終的にStep-by-Stepの表現で書くと次式となる。

[Step 1] 投影データの1次元フーリエ変換

$$P(\omega,\theta) = \int_{-\infty}^{\infty} p(r,\theta) \exp(-j\omega r) dr \quad (4)$$

[Step 2] フィルタ関数 $|\omega|$ の乗算と1次元フーリエ逆変換

$$q(r,\theta) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} P(\omega,\theta) |\omega| \exp(j\omega r) d\omega \quad (5)$$

[Step 3] 逆投影

$$f(x,y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^\pi q(x\cos\theta + y\sin\theta, \theta) d\theta \quad (6)$$

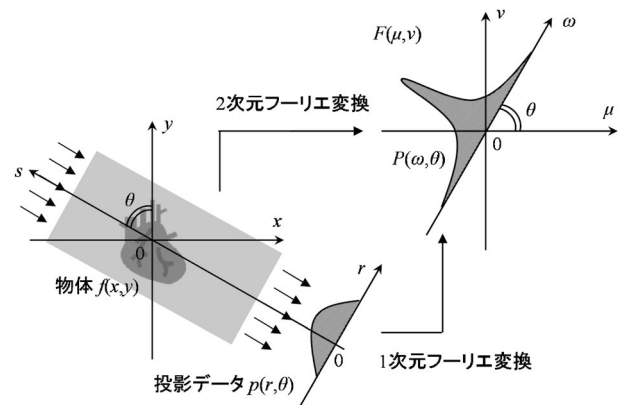


図2 投影切断面定理の意味。

FBP法の直感的な意味は以下のように解釈すると分かりやすい。式(6)の逆投影と呼ばれる演算は、各再構成点 (x, y) に対してこの点を通る $0^\circ \sim 180^\circ$ の投影データを加算する演算で、いわば全ての方向の投影データを重ね合わせる処理である。しかし、数学的に逆投影のみで画像再構成を行うとぼやけて再構成されてしまい、逆投影の画像のぼけを先に投影データに高周波強調フィルタを作用させ補正するのがFBP法である。

現在の医療用CT装置は、X線管からファン状のX線を照射するファンビームCTとコーン状のX線を照射して3次元断層像を生成するコーンビームCTが主流である(図1)。FBP法はファンビームやコーンビームにも拡張することができる⁽¹⁾。

(2) 逐次近似再構成法⁽⁴⁾⁻⁽⁸⁾

次に、解析的再構成法とは考え方が全く異なる逐次近似再構成法について述べる。基本となる考え方は、式(1)を離散化して画像と投影データの関係を表す線形方程式を作り、これを様々な反復法を用いて解くことで画像再構成を行う手法である。いま、画像の画素値を一列に並べた J 次元ベクトルを $\mathbf{x} = (x_1, x_2, \dots, x_J)^T$ 、投影データを一列に並べた I 次元ベクトルを $\mathbf{b} = (b_1, b_2, \dots, b_I)^T$ で表す。このとき、式(1)を離散化すると次式の線形方程式で近似的に表すことができる。

$$A\mathbf{x} = \mathbf{b} \left(\sum_{j=1}^J a_{ij}x_j = b_i \quad (i=1, 2, \dots, I) \right) \quad (7)$$

式(7)において測定した投影データの数 I が画像の画素数 J より大きく $I \geq J$ であれば、式(7)を解くことで投影データ $\mathbf{b}$ から画像 $\mathbf{x}$ を再構成することができる。ただし、式(7)は次元が極めて大きく数万次元になるため反復法を用いて解くのが一般的である。このような考え方の再構成法を逐次近似再構成法と呼ぶ。代数的に定式化することが本質であり逐次近似法という用語は適切でないと思われるが、CT分野ではそのように呼ばれる。

式(7)を解く線形方程式の反復解法は様々なものが存在するが、ここでは初期の段階に考案されたART(Algebraic Reconstruction Technique)法とSIRT(Simultaneous Iterative Reconstruction Technique)法について述べる⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。幾

何学的に考えると、方程式 $A\mathbf{x} = \mathbf{b}$ を構成する各々の式 $\sum_j a_{ij}x_j = b_i (i=1, 2, \dots, I)$ は J 次元ベクトル空間の超平面 $h_1, h_2, \dots, h_I$ を表しており、全ての超平面は一点で交わりその交点が方程式の解である。一般の次元の場合には図では描けないが、 $J=2, I=2$ の場合の様子を図3(a)に示す。交点を求める反復法として、初期画像 $\mathbf{x}^{(0)}$ を与え図3(a)に示すように超平面 $h_1, h_2, \dots, h_I$ に順番に一つずつ射影を行うことを繰り返す(一巡が終了したら最初に戻る)方法が考えられる。このような反復法は画像再構成の分野でGordonらにより提案されART法と呼ばれる⁽⁶⁾。後になって、ART法は数学者Kaczmarzが既に発見していた線形方程式の反復解法と同じであることが分かった。ART法の反復式は、一般の次元 J の場合について次式で表される。

初期化: $\mathbf{x}^{(0)}$, arbitrary

反復: $k=0, 1, 2, \dots$

$$\mathbf{x}^{(k+1)} = \mathbf{x}^{(k)} + \frac{b_i - \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{x}^{(k)}}{\|\mathbf{a}_i\|^2} \mathbf{a}_i \quad (i = k(\bmod I) + 1) \quad (8)$$

ただし、 $\mathbf{a}_i$ は行列 A の i 行目の行ベクトルを表し($\cdot$ はベクトルの内積)、最後の $i = k(\bmod I) + 1$ は射影を行う超平面を選ぶ順番を決める関数でアクセスオーダーと呼ばれる。ART法の最大の特徴は一回の画像更新に投影データの二標本値 b_i のみを用いる点で、このような構造の反復法をRow-Action型と呼ぶ。近年ART法のアクセスオーダーを上手く設計すると極めて高速に収束することが示され、Row-Action型の反復法がリバイバルしている⁽⁸⁾。問題点としては、線形方程式の解法であるため、投影データに雑音が含まれ全ての超平面が一点で交差しない場合には、雑音が上手く平均化されずSN比が悪い画像に収束する点が挙げられる。

次に、ART法の雑音特性が悪い問題点を解決したSIRT法について述べる。いま、式(7)において $I > J$ ではあるが投影データ $\mathbf{b}$ に雑音が含まれる場合を考える。この場合、 $A\mathbf{x} = \mathbf{b}$ を満足する $\mathbf{x}$ は存在せず、雑音の影響を抑制するには最小2乗法に基づき次式の評価関数 $f(\mathbf{x})$ を最小化するのが妥当である。

$$f(\mathbf{x}) = \|A\mathbf{x} - \mathbf{b}\|^2 = \sum_{i=1}^I \left(\sum_{j=1}^J a_{ij}x_j - b_i \right)^2 \quad (9)$$

$f(\mathbf{x})$ を最急降下法を用いて最小化する具体的な反復式は次式

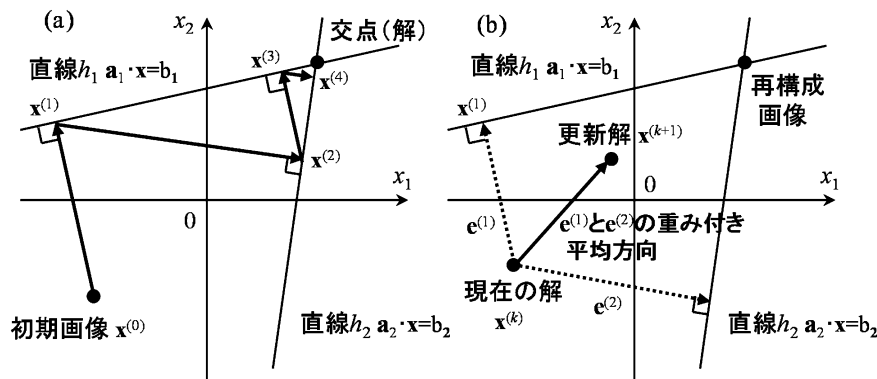


図3 (a) ART法の画像更新の幾何学的意味、(b) SIRT法の画像更新方向とART法の画像更新方向の関係。

となる。

初期化： $\mathbf{x}^{(0)}$, arbitrary

反復： $k=0,1,2, \dots$

$$\mathbf{x}^{(k+1)} = \mathbf{x}^{(k)} + \alpha A^T(\mathbf{b} - A\mathbf{x}^{(k)}) \quad (10)$$

ただし、 $\alpha > 0$ は更新量を表すステップサイズである。SIRT 法は α を $0 < \alpha < 2/\|A^T A\|$ を満たすように選べば式(9)を最小化する最小 2 乗解に収束し ART 法と比較して雑音特性が良い。一方、式(10)は投影データの全標本値を同時に用いて画像更新を行う形をしており、このような構造の反復法を同時反復型と呼び収束が遅いことが知られる。また、ART 法の画像更新と SIRT 法の画像更新には図 3(b)に示す関係がある。SIRT 法の画像更新方向 $A^T(\mathbf{b} - A\mathbf{x}^{(k)})$ は ART 法の更新方向である各超平面 $\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{x} = b_i (i=1,2, \dots, I)$ への射影を全ての超平面について同時に計算して重み付き平均化したものになっている。最後に、歴史的に ART 法や SIRT 法は電子顕微鏡分野において 3 次元画像を様々な方向の電子顕微鏡画像から構築する(現在の電子線トモグラフィを)目的に提案されたこともあり、電子線トモグラフィ分野では SIRT 法の使用が定着している。

3. 圧縮センシング(第 2 世代)⁽⁹⁾⁻⁽¹⁹⁾

様々な CT 技術の応用において、長年少ない方向数の投影データから画像再構成を行うスパースビュー CT、X 線管の電流を落として低線量で測定した SN 比が悪い投影データから画像再構成を行う低線量 CT の実用化の要望が大きい。例を挙げればきりが無いが、代表的な例を述べる。医療用 CT の分野では、2000 年代に入り CT 検査の被曝ががんリスクを高めることを指摘する論文発表や米国で発生した被曝事故が重なり、低線量 CT の実用化は 2000 年頃から現在の最重要テーマの一つである⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。別の例として、電子線トモグラフィの分野では、連続傾斜像の測定に数十分程度の時間がかかり測定時間短縮のためスパースビュー CT への期待が非常に大きい⁽¹¹⁾。放射光 CT や暗視野 CT においても、同様に測定時間が長い問題点がある。第 1 世代の画像再構成法では、再構成の処理中に雑音の平滑化を行ったり測定データ不足を何らかの先験情報で補う枠組みが組み込まれていないため、スパースビュー CT や低線量 CT の画像再構成には太刀打ちできなかった。しかし、2000 年代に入って Candès らと Donoho が、圧縮センシング(Compressed Sensing, CS)と呼ばれる不足した測定データから原信号を高精度で復元する逆問題の新解法を発見し、状況は一変した⁽¹²⁾⁽¹³⁾。その後 CS は多くの計測技術に波及したが、CT 分野でも膨大な数の CS を用いた画像再構成法の研究開発が行われようやくスパースビュー CT や低線量 CT が実用化に至った。以降では、CS の原理を平易に述べる。

CS の原理はスパースビュー CT を例に説明するのが最も分かりやすい。投影データの方向数が少ないスパースビュー CT の状況では、式(7)の画像と投影データの関係を表す式において未知数の数 J が測定データの数 I よりはるかに大き

い $J \gg I$ の状況となり、 $A\mathbf{x} = \mathbf{b}$ を満たす画像 $\mathbf{x}$ は無数に存在し画像再構成問題の解は一意に定まらない。このような状況でも、高精度で画像 $\mathbf{x}$ が復元できる場合があることを数学的に示し、更には実際に様々な事例に適用すると従来の逆問題解法と比較してはるかに高精度で画像復元できる手法が CS である。CS のキーは以下に述べる「スパース性」という従来の逆問題解法にはなかった着想である。スパース性とは、画像 $\mathbf{x}$ にある行列 W を乗じて線形変換した際に変換係数 $W\mathbf{x}$ にゼロ成分(ゼロに近く無視できる成分)の数が多い性質のことである。図 4 に、楽器音と自然画像の場合の典型的なスパース性の例を示す。例えば、望遠鏡で撮影された画像は背景が黒でゼロの画素が多い、楽器音は少数の正弦波の重ね合わせで表現できフーリエ変換した空間ではスパース、自然画像は(画像自身はスパースでないが)微分して濃度勾配を取るとエッジ以外はほぼゼロになりスパース、などが代表的な例である。この信号をスパースにする変換 W をスパースファイ変換と呼び、扱う信号の種類により様々なものが考えられる。そして、 $A\mathbf{x} = \mathbf{b}$ を解いて信号を復元する際にスパース性を用いて $\mathbf{x}$ の未知数の数を削減して解が一意に定まる良条件の問題にして解くのが CS である。しかし、変換 W でスパースにできることは既知でも変換係数 $W\mathbf{x}$ のどの要素がゼロかは事前に未知の場合が多いため、CS では、

(1) $W\mathbf{x}$ のどの要素がゼロ(ゼロに近い)かを同定すること、

(2) $W\mathbf{x}$ のゼロと同定された要素を無視して $\mathbf{x}$ を復元すること、

の 2 つの問題を同時に解く必要がある。その解法としては、分析型と呼ばれる解法と合成型と呼ばれる解法が存在する。合成型 CS の説明は他の文献に譲り、以降では通常の正則化を用いた逆問題解法と類似して分かりやすく CT で採用されている分析型について述べる。分析型では、以下の最適化問題を解くことにより信号復元を行う。

[測定データに雑音がない場合]

$$\text{minimize } f(\mathbf{x}) \text{ subject to } A\mathbf{x} = \mathbf{b} \quad (f(\mathbf{x}) \equiv \|W\mathbf{x}\|_p^p) \quad (11)$$

[測定データに雑音がある場合]

$$\text{minimize } \beta f(\mathbf{x}) + \|A\mathbf{x} - \mathbf{b}\|^2 \quad (f(\mathbf{x}) \equiv \|W\mathbf{x}\|_p^p) \quad (12)$$

ただし、 $p \geq 0$ はノルムの次数を表すパラメータで、CS では

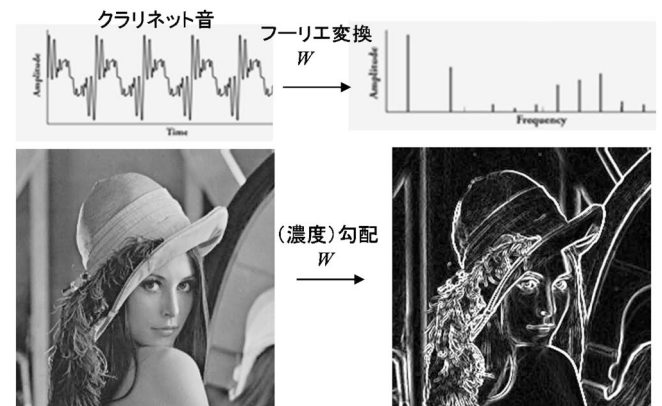


図 4 圧縮センシングにおけるスパースファイ変換 W によるスパース化の例。

$p=1$ が用いられ理由は後述する．式(11)の意味は， $f(\mathbf{x})$ で $W\mathbf{x}$ のスパース性を評価しており，計測方程式 $A\mathbf{x}=\mathbf{b}$ を満たす $\mathbf{x}$ の中からスパース性が最大($f(\mathbf{x})$ が最小)のものを選り出すと解釈できる．また，式(12)のパラメータ β はハイパーパラメータと呼ばれ，この値を調節してどの程度強くスパース性を課するかを決定して使用する．次に，式(11)，(12)の $f(\mathbf{x})$ において $p=1$ とすれば，何故スパース性を評価してスパースな $\mathbf{x}$ を抽出できるかを述べる．まず， $p=0, 1, 2$ について $\|\cdot\|_p$ の定義は次式である．

$$\|\mathbf{z}\|_2^2 = \sum_{k=1}^K z_k^2, \|\mathbf{z}\|_1 = \sum_{k=1}^K |z_k|, \|\mathbf{z}\|_0 = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \sum_{k=1}^K |z_k|^\varepsilon \quad (13)$$

図5に，式(13)のノルムの等値線を変換係数ベクトル $\mathbf{z}$ の次元が2の場合について $p=0, 1, 2$ を比較して示す．スパースな $\mathbf{z}$ は $\mathbf{z}=(z_1, z_2)^T$ の片方の成分がゼロのベクトルだから座標軸上の黒丸で示す点である．図から， $p=0$ と $p=1$ は座標軸上から離れた非スパースな点を過度に大きく評価する性質があり，逆に座標軸上のスパースな点を上手く選り出すことができる．これが $p=1$ が好まれる理由であり，その効果は実際の問題では $p=2$ と比較して非常に大きい．一方，CSのほとんど全ての手法で $p=1$ が使われ $p=0$ はほとんど使われないが， $p=0$ のノルムは非凸関数で最小化が困難なことが主な理由である．

CT画像再構成の分野では，分析型のCS解法の中でもトータルバリエーション(Total Variation, TV)正則化と呼ばれる手法が多く用いられる．TV正則化では，解を選り出す評価関数として画像のTVノルムと呼ばれるものを用い，画像再構成問題を次式のように定式化する．

[測定データに雑音がない場合]

$$\text{minimize } \|\mathbf{x}\|_{\text{TV}} \text{ subject to } A\mathbf{x}=\mathbf{b} \quad (14)$$

[測定データに雑音がある場合]

$$\text{minimize } \beta \|\mathbf{x}\|_{\text{TV}} + \|A\mathbf{x}-\mathbf{b}\|^2 \quad (15)$$

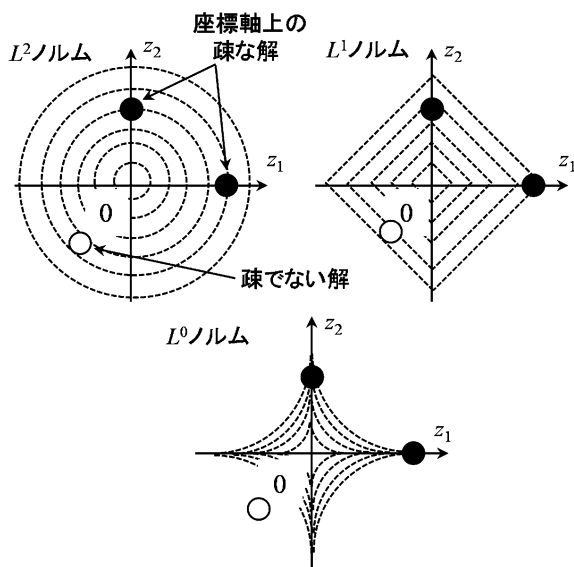


図5 スパースファイ変換 W を施した変換係数 $\mathbf{z}$ の空間における L^2, L^1, L^0 ノルムの等値線．

ただし， f_{mn} をサンプリングされた2次元画像とすると，TVノルム $\|\mathbf{x}\|_{\text{TV}}$ は次式で定義される．

$$\|\mathbf{x}\|_{\text{TV}} = \|\nabla f_{mn}\| = \sum_m \sum_n \sqrt{(f_{mn}-f_{m+1,n})^2 + (f_{mn}-f_{m,n+1})^2} \quad (16)$$

即ち，TV正則化はスパースファイ変換として画像の濃度勾配 $\|\nabla f_{mn}\|$ を計算する変換を用いたCSとみなすことができる．簡単なものであるが，TV正則化は画像のエッジを保存して濃度変化が平らな部分のみを平滑化する効果が驚くほど大きく，これがTV正則化が好まれる理由である．

次に，式(14)，(15)の問題を解く反復法について述べる．

TV正則化の反復解法の研究は画像再構成分野における人気テーマで実用的にも重要であることから，多くの研究が行われている(14)–(19)．この問題が難しい理由はTVノルムが微分不可能であるため，最急降下法など微分可能な評価関数の最適化手法を使用できない点にある($\mathbf{x}=0$ で微分不可能であることは簡単に確認できる)．初期の研究では，簡単な解決策である次式のように微分可能な関数で近似して微分可能最適化の手法を用いるアプローチが用いられた．

$$\|\mathbf{x}\|_{\text{TV}} \cong \sum_m \sum_n \sqrt{(f_{mn}-f_{m+1,n})^2 + (f_{mn}-f_{m,n+1})^2 + \varepsilon} \quad (17)$$

ただし， $\varepsilon > 0$ は評価関数を平滑化して原点で微分可能にするために導入した小さな正の定数である．しかし，TVが上手く効きにくい問題点があり，最近では微分不可能最適化の手法で厳密に最小化する研究が主流である．表2に，TV正則化の画像再構成問題を解く最近の反復法を整理してまとめて示す(14)–(19)．

上述の説明はスパースビューCTを想定したが，投影方向数は十分だが低線量で投影データを測定する低線量CTの画像再構成についても，式(12)，(15)の定式化を用いて行うことができる．最小2乗誤差 $\|A\mathbf{x}-\mathbf{b}\|^2$ が小さいこと，スパース性が大きい画像であることの2つの条件を同時に満たす $\mathbf{x}$ が高画質の画像である点は同様であり，式(12)，(15)のように定式化して両者の重み付き和を最小化して画像再構成を行う．ハイパーパラメータ β の値を調節して，2つの条

表2 TV正則化の画像再構成問題を解く最近の反復法のまとめ．

手法(文献番号)	定式化	収束	厳密な収束性
SART-TV法(14)	式(14)	遅い	?
FISTA(15)	式(15)	遅い	Yes
Chambolle-Pockアルゴリズム(16)	式(14),(15)	遅い	Yes
OS拡張ラグランジアン(17)	式(15)	速い	No
Row-Action型近接スプリッティング(18)	式(14),(15)	速い	Yes
FBP法組み込み型主双対反復法(19)	式(14),(15)	速い	Yes

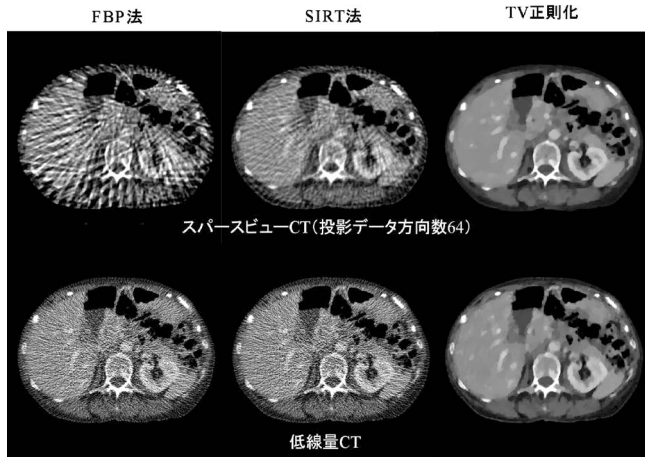


図6 スパースビューCT(投影データ方向数64)と低線量CTにおけるFBP法, SIRT法, TV正則化の再構成画像の比較(腹部CT実画像の例).

件のバランスを決定して使用する. 医療用CT分野では, 2010年代に医療用CT装置の大手メーカーによる低線量CT再構成法の開発競争が行われ, 現在は全ての大手メーカーがTV正則化による再構成法を製品に搭載している. 学術的な名称としては, MBIR(Model-Based Iterative Reconstruction)と呼ばれている.

図6に, スパースビューCTと低線量CTの設定で, FBP法, SIRT法, TV正則化の3手法の再構成画像を比較したシミュレーション実験の結果を示す. 原画像として腹部CT実画像を用い, スパースビューCTでは投影方向数が64方向で弱いポアソン雑音を加えた投影データから, 低線量CTでは投影方向数が1024方向で強いポアソン雑音を加えた投影データから再構成を行っている. TV正則化の再構成画像は, FBP法やSIRT法と比較して劇的に画質が改善されていることが分かる.

4. 深層学習(第3世代)⁽²⁰⁾⁻⁽²⁶⁾

画像処理分野において, 深層学習は画像認識, 領域分割,

物体検出などの問題から研究が開始されたが, 2017年に初めてCT画像再構成に適用した2件の論文が発表された⁽²⁰⁾⁽²¹⁾. そして, その後論文数が急激に増加してCT分野のホットな研究テーマとなっている. 深層学習とCSの優劣に関しては世界的に未だはっきり断言できない状況であるが, 以降では深層学習がどのようにスパースビューCTや低線量CTの画像再構成に用いられるかを述べる. 図7に, 深層学習を用いた再構成法の原理を示す. まず, スパースビューや低線量で測定した投影データに通常のFBP法で画像再構成を行い, アーティファクトや雑音で劣化した劣化画像 y を生成する. そして, y を画像変換を行う畳み込みニューラルネットワーク(Convolutional Neural Network, CNN)に入力して画質を改善した出力画像 x を求めるのが基本となる適用方法である. 即ち, 画像再構成には通常のFBP法を用い, 発生した雑音やアーティファクトを低減する後処理をCNNで行うのである. CNNとしては画像変換を行うネットワークのU-Net, 敵対的生成ネットワーク(Generative Adversarial Network, GAN)に属するpix2pix, ResNetなどの構造のものが用いられる. CNNの学習では画質を最も良く改善するCNNパラメータ(重み w , バイアス b)を決める必要があるが, 劣化画像 y と正解画像 x のペアを多数集めた学習データ (x_i, y_i) ($i=1, 2, \dots, N$)を準備して, 次式で表される平均2乗誤差(MSE)の損失関数を最小化してCNNパラメータを求める.

$$MSE(w, b) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \|x_i - \text{CNN}(w, b)y_i\|^2 \quad (18)$$

ただし, $\text{CNN}(w, b)$ はCNNに劣化画像を入力して画質を改善した画像に変換する演算を表す. 学習に用いる損失関数としては, 相互エントロピーや平均 L^1 ノルム誤差, 最近の研究では人間が画像を見るときの画質評価指標に近いSSIM(Structural Similarity Index)やPerceptual Lossと呼ばれるものを用いる研究も存在する. 上述の適用方法で最も問題になるのは, 学習データをどのように収集するかである. CNNの学習には, 多数の正解画像 x_i と劣化画像 y_i のペアが必要だが, 同一の人物を良条件と悪条件の両方で撮影したCT画像ペアなど全く存在しない. そこで, 通常の撮影条件

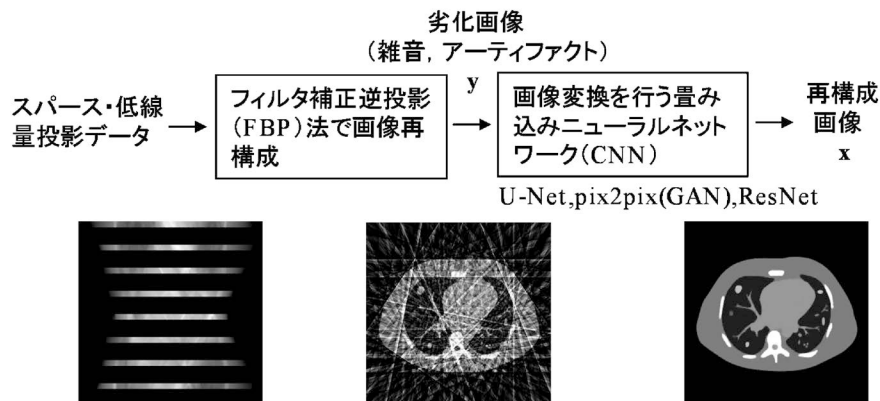


図7 深層学習を用いたCT画像再構成法の原理.

の正解画像 $\mathbf{x}_i (i=1, 2, \dots, N)$ のみを集め対応する劣化画像 $\mathbf{y}_i (i=1, 2, \dots, N)$ は投影データを測定して FBP 法で画像再構成するイメージング過程を計算機でシミュレーションして生成する方法が多くの場合用いられている。

深層学習を用いた手法に関して最も興味があるのは、画質性能や計算時間などの視点で CS より優れているかだが、現状で結論が出ている箇所を整理すると以下になるだろう。まず、計算時間に関しては、深層学習は学習に時間はかかる反面 CNN モデルを作ってしまうと CNN を通すだけで画質改善が実現でき CS のように反復計算が不要であり、CS より優れている。画質性能に関しては、CS と深層学習で発生する劣化の性質に違いがある。CS では、TV 正則化などの手法が画像は区分的に（構造物境界を除いて値が一定の領域の組み合わせでできている）という仮定で画像再構成を行うため、階段状アーティファクトの発生や滑らかな濃度変化の消失の形で劣化が現れやすい。一方、深層学習では、学習データに含まれない構造物（例えば、医療用 CT の場合では病変や血管）や個人差が大きい構造物が消失する形の機械学習特有の劣化が発生しやすい。

図 8 に、深層学習と TV 正則化の再構成画像を比較した実例を示す。腹部 CT 実画像のデータセットを用い、投影方向数が 64 方向のスパースビュー CT の状況を想定している。学習データは 58 症例の 3D-CT 画像から肝臓が大きく写るスライスを 5 枚ずつ切り出した計 290 枚の画像、評価に用いるテストデータは 16 症例の 3D-CT 画像から肝臓が大きく写るスライスを 5 枚ずつ切り出した計 80 枚の画像としている。画質評価指標である MSE 値と SSIM 値を個別の画像上

に、80 枚のテストデータの平均の PSNR (Peak Signal-to-Noise Ratio) 値と SSIM 値を図中の表にまとめて示す。上述のように、TV 正則化の画像は滑らかな濃度変化が消失しており、深層学習では血管などの低コントラスト構造物の消失が随所に見られる。更に、図中で Hybrid 法と記載したのは、筆者らが文献(26)で提案した TV 正則化と深層学習を組み合わせ、TV 正則化と FBP 法の 2 つの再構成画像を 2 入力 1 出力の CNN に入力して組み合わせ画質改善を行う新手法の結果であるが、両者の欠点を上手く補い合い驚きの画質改善が実現できている。

深層学習を用いた CT 画像再構成法の最新のトレンドとしては、投影データを入力として直接再構成画像を出力する CNN の構造を用いる方向⁽²²⁾、学習の損失関数に人間の視覚により合致したものをを用い性能を向上させる方向⁽²³⁾、Cycle GAN や教師あり自己学習など必要な学習データを削減する方向⁽²⁴⁾⁽²⁵⁾、CS と組み合わせ画質性能を向上させる方向⁽²⁶⁾、などがある。

5. おわりに

本論文では、CT 画像再構成の基礎と近年のトレンドについて、解析的再構成法から出発して CS を経由して深層学習に至るまでを平易に解説した。画像再構成に関して深く理解するには各々の項目を詳しく説明した論文や書籍を読むことが必要だが、本論文を読んで興味を持った内容や手法にたどり着くまでのインデックス的なものとして、利用していただきたい。最後に、より深く学びたい読者のために、CT の画像再構成に関して日本語で詳しく書かれた文献として筆者による文献(27)があることを申し添える。

本研究は JST-CREST(JPMJCR1765)の助成を受けた。

文 献

- (1) A. C. Kak and M. Slaney: Principles of Computerized Tomographic Imaging, SIAM, (2001).
- (2) R. M. Lewitt: Proc. IEEE, **71**(1983), 390-408.
- (3) L. A. Shepp and B. F. Logan: IEEE Trans. Nucl. Sci., **21** (1974), 21-43.
- (4) Y. Censor: Proc. IEEE, **71**(1983), 409-419.
- (5) G. T. Herman: Fundamentals of Computerized Tomography: Image Reconstruction from Projections, Springer, (2009).
- (6) R. Gordon, R. Bender and G. T. Herman: J. Theor. Biol., **29** (1970), 471-481.
- (7) P. Gilbert: J. Theor. Biol., **36**(1972), 105-117.
- (8) G. T. Herman and L. B. Meyer: IEEE Trans. Med. Imaging, **12** (1993), 600-609.
- (9) 工藤博幸: 日本医用画像工学会誌, Medical Imaging Technology, **32**(2014), 239-248.
- (10) H. Kudo, T. Suzuki and E. A. Rashed: Quantitative Imaging in Medicine and Surgery, **3**(2013), 147-161.
- (11) 工藤博幸, 董建, 加茂勝己他: 日本顕微鏡学会誌, 顕微鏡, **51**(2016), 48-53.
- (12) E. J. Candes, J. Romberg and T. Tao: IEEE Trans. Inf. Theory, **52**(2006), 489-509.
- (13) D. L. Donoho: IEEE Trans. Inf. Theory, **52**(2006), 1289-1306.

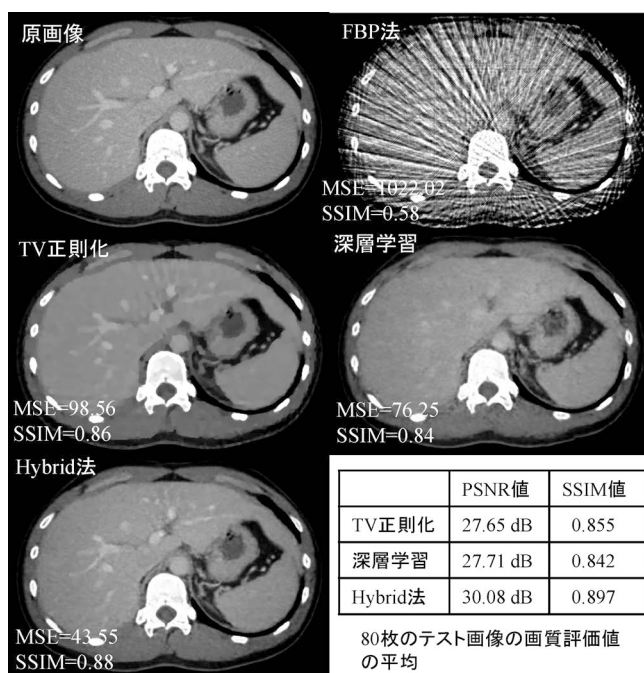
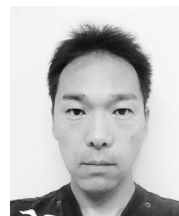


図 8 スパースビュー CT (投影データ方向数 64) における FBP 法, TV 正則化, 深層学習, Hybrid 法 (文献 26) の再構成画像の比較 (腹部 CT 実画像の例)。

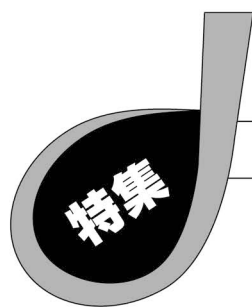
- ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
工藤博幸
1985年東北大・工・通信卒，1990年同大大学院博士課程了．現在，筑波大・システム情報系・教授．2020～，日本医用画像工学会(JAMIT)会長．1990年電子情報通信学会論文賞，1991年・2001年・2006年・2008年・2018年・2019年日本医用画像工学会論文賞(6回)，2018年日本コンピュータ外科学会論文賞，2006年・2008年国際雑誌「Inverse Problems」High Lights，2008年国際雑誌「Physics in Medicine and Biology」High Lights，「新方式CTの構成方式と画像再構成法に関する先駆的研究」により平成30年度文部科学大臣表彰科学技术賞(研究部門)受賞．CTを中心とした医用イメージング，画像処理の研究に従事．



橋本 康



ヴォルフガング・フォグリ



ポスト 3D イメージングのアプリケーション

滝 克彦^{*1)} 古賀 玄義^{*2)} 間 杉 綾 乃^{*2)} 登 丸 彩 子^{*2)}

1. 緒 言

X線CTやFIB SEMを始めとする様々なイメージング装置からは通常、連続的な断層画像一式が出力される。デジタルの三次元的な画像情報をソフトウェアを利用し、対象や目的に応じて可視化・計測・解析・評価・解釈・定量化・変換することが求められている。工業製品や材料等の分析に有用な昨今の3Dイメージング以降のアプリケーションと技術について、ソフト屋の立場で概説する。

2. 3D画像に関する基礎知識

(1) 断層画像の位置合わせ

FIB SEMや連続切片から得られた断層画像を用いて3D構築を行うには、位置合わせが前処理として必須である。弊社では、様々なアルゴリズムによる位置合わせ手法をソフトウェア化した⁽¹⁾、テンプレートマッチングを用いた実装がこの用途に対して、最も優秀で実用的なアルゴリズムであった。

ソフトウェア内部では、1枚目と2枚目、2枚目と3枚目といったように隣接する画像データ間において、次の断層画像にも類似のテクスチャが現れると仮定して、連続的にテンプレートマッチングを繰り返すことで処理が進行する。

自動処理だけでは、必ずしもうまくいかないのが現実であるため、手動による修正を組み合わせ、良好な操作性で位置合わせできること、また入力される画像が必ずしも良質とは限らないため、輝度ムラ補正やノイズ低減などの前処理を効率良く行えることも、この種の業務を行う上で、必要な要件である。

(2) 3D画像とソフトウェア技術

三次元の画素をボクセル(voxel)、断層像を連続的に積層したデータ構造をボリュームデータと言う。ボクセルには、8 bit ($2^8=256$ 階調)のように深度(depth)を持つ輝度値が格納され、デジタル画像であるが故に Partial Volume Effect に

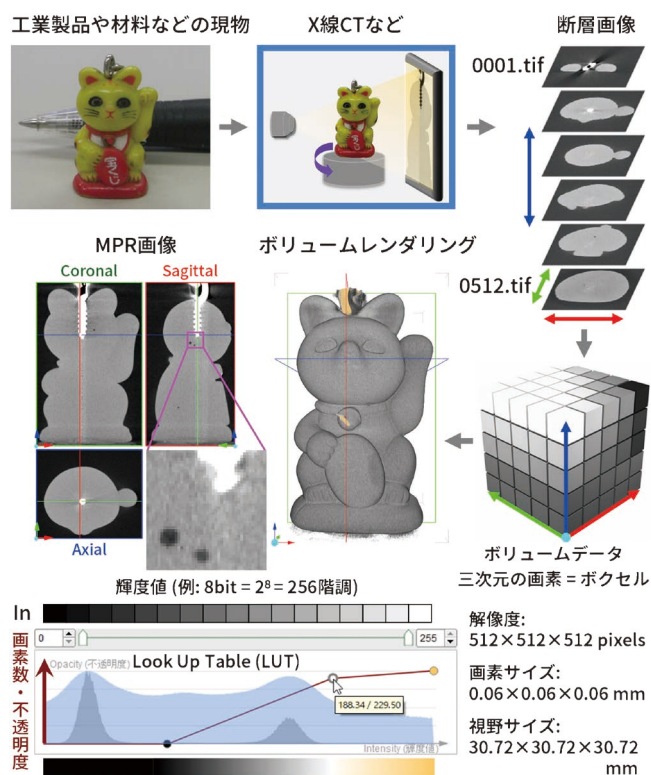


図1 3Dイメージング(撮像)から可視化まで。(オンラインカラー)

* 日本ビジュアルサイエンス株式会社 1)代表取締役 2)エンジニア(〒160-0022 東京都新宿区新宿 6-26-2)
Applications for post 3D Imaging; TAKI Katsuhiko, KOGA Harumichi, MASUGI Ayano and TOMARU Ayako(Nihon Visual Science, Inc., Tokyo)
Keywords: 3d reconstruction, volume rendering, image processing, porous media, fiber, composite material, 3DMA (medial axis), X-ray CT, FIB SEM
2021年9月13日受理[doi:10.2320/materia.61.15]

よる曖昧なボケ成分も含んだ情報の持ち方をしている。ボリュームデータは単なる輝度値の三次元配列に過ぎず、撮像装置から得られた画素サイズを乗じて単位系を付すと、実寸相当の寸法と対応する。

3D 画像の可視化技術としては、ボリュームレンダリングが知られており、コンピュータ・グラフィックスによって不定形な物体や空間を容易に美しく描画することができる。二次元の断層像の表現は、MPR (Multi Planer Reconstruction) 画像がよく使用される。

入力されたボリュームデータのヒストグラムに対して、色や不透明度 (opacity) の変化を折れ線状に定義することで、画素各々の属性が決定され、可視化が行われる。こうしたユーザーインターフェースを Look Up Table (LUT) と言っている。LUT を適切に調整することで、着色や半透明表示を駆使し、内部構造を描画したり、観察したい部分に任意にコントラストを設定し、動的に画像を変化させて見ることができる (図 1)。

(3) ヒストグラムの評価

横軸に輝度値、縦軸に画素数を取り、度数分布を描くと、グレースケール画像についてのヒストグラムをプロットすることができる。ヒストグラムはイメージングされた空隙やマテリアルの輝度成分が合成された分布を表している訳なので、各成分を解釈すると、量的な評価ができたり、二値化処理の際の閾値 (threshold) をルールを設けて安定的に決定できるなど、画像解析をする際に利便性が高い。

図 2 の例では、ヒストグラムを正規分布でフィッティングし、樹脂とガラス繊維の 2 成分が交差する輝度値で閾値を設定した場合と正規分布を根拠に算出した体積比を比較している。実務では、このように各成分の混合や程度に基づいて閾値を設定するが、複雑な構造になればなる程、輝度成分が近接・複合し、単純な閾値設定が難しくなるので、的確な分析を行うために画像データに加えて、複合材料であれば、重量比、体積比といった、試料に関するできるだけの情報を収集し、参考値として参照・考慮しながら画像解析を行う。

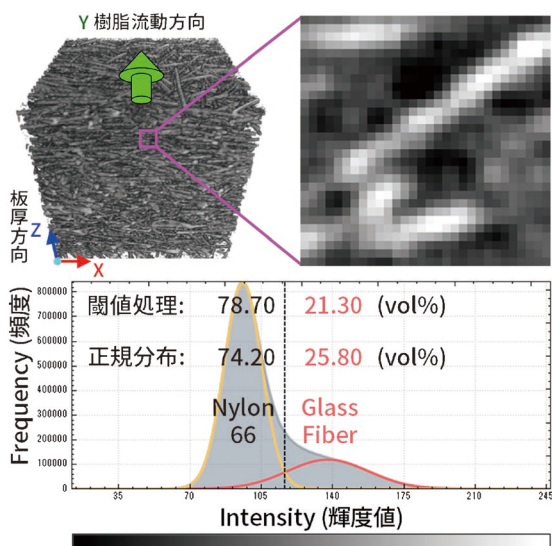


図 2 3D 画像のヒストグラム。(オンラインカラー)

(4) 二値化処理とラベリング

ユーザーが着目する画像中の関心領域 (ROI : Region of Interest) を分離/抽出するには、二値化 (binarize) や segmentation (画像領域の抽出) を行う。この手の画像処理は、1 回の単純な閾値設定だけでうまくいくことはあまりなく、時には手作業も要するため、ソフトウェア製品の実装やユーザーの知識・経験に関する画像処理上のノウハウとなっている。

認識した画像領域に関して通常、ラベリング (labeling) 処理が行われる。元画像に加えてラベル情報を保持することで、粒子、空隙などの要素を個別に識別することが可能となり、数を数える、体積を求める、色分けするといった処理が行えるのである (図 3)。

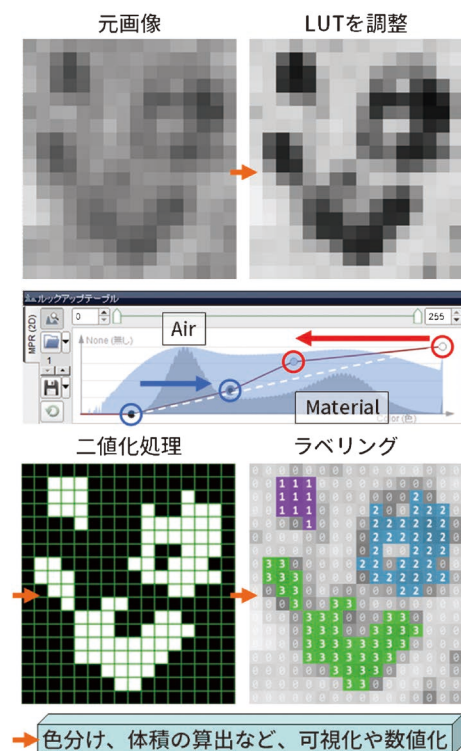


図 3 二値化とラベリング処理。(オンラインカラー)

3. 3D 画像解析の事例

(1) 複合材料の大局的構造評価

イメージング装置が年々、高性能化してもデジタル画像の解像度は有限であり、高分解能と広視野は原理的に両立しない。イメージングにより明瞭な可視化、二値化や関心領域の抽出が困難な場合でも、また個別構造に着目しなくても、輝度値から得られたヒストグラムや統計値を比較評価することで、ばらつき、偏りや変化といった複合材料の大局的な構造を簡便かつ有意に推定/評価できる可能性がある。筆者らはこうした方法を検討し⁽²⁾、手順とユーザーインターフェースをソフトウェア化した。

図 4 は単純二値化した図 2 の 3D 画像を用いて、画像解析

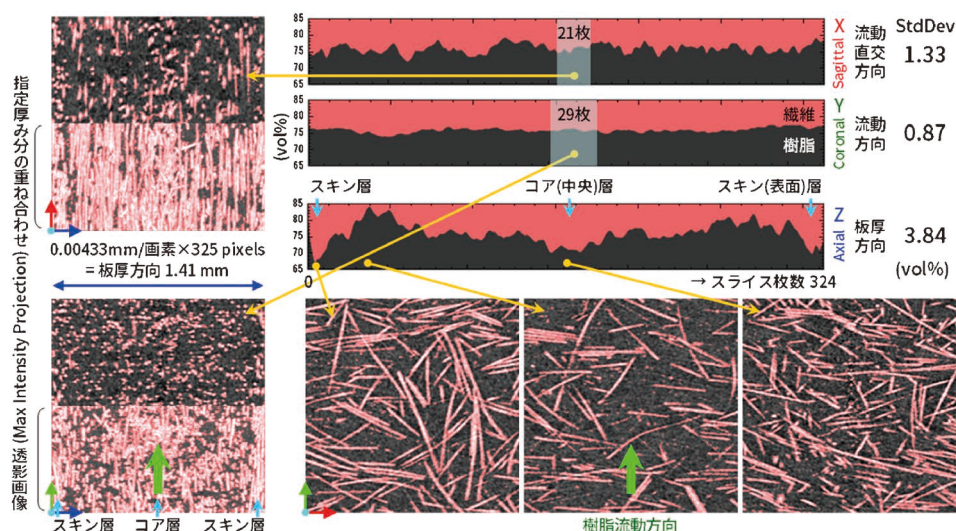


図4 ガラス短繊維の分布評価。(オンラインカラー)

した結果である。筆者らは、X線CTを用いて、射出成形された樹脂成形品中の $\phi 10\ \mu\text{m}$ のガラス短繊維を可視化、解析する手法を確立し、スキン/コア層に関する繊維配向の定説を検証した⁽³⁾。この場合、薄板状の成形品から採取した試験片をX線CT撮像後、等方的なボリュームデータを切り出し、繊維の粗密とばらつきをXYZ各方向について対等に比較し、評価指標を設けることで、この材料の異方性について、有意な分析結果を導いている。

(2) 画像データの領域抽出

図5は、鋳鉄鋳物から採取した試験片をX線CTで撮像し、内部の黒鉛粒子を3D可視化した画像である。凝固時間が長くなるに従って、粒子が凝集し、体積と表面積が大きくなり、より複雑な構造を持つチャンキー黒鉛が形成されることを明らかにした⁽⁴⁾。

ラベリング処理を行い、粒子を個別に認識し、有効直径に応じて色分け、量的評価をすることで、三者の構造の違いを効果的に可視化し、説明した。

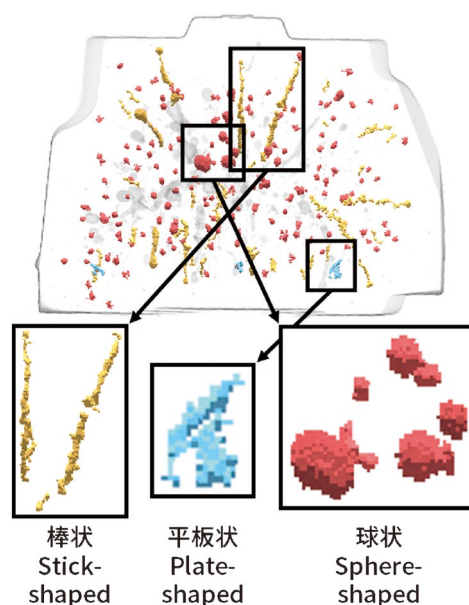


図6 アルミダイカスト鋳巣の形状別分類。(オンラインカラー)

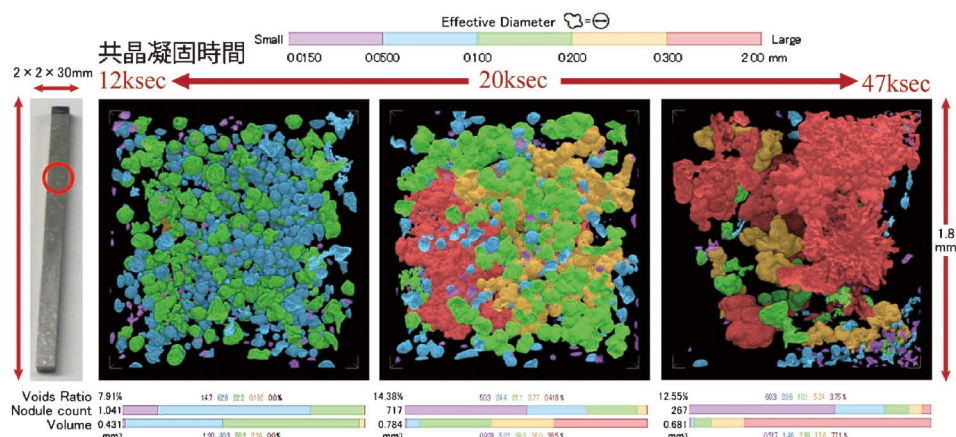


図5 鋳鉄鋳物の黒鉛粒子解析。(オンラインカラー)

(3) 空隙・粒子の形状による分類

図6はアルミダイカスト鑄巣を形状により分類して可視化した画像である。筆者らは、少ない計算量で不定形状をした空隙、粒子等を形状因子により、良好に分類するロバストな計算方法を考案した⁽⁵⁾。

細長い鑄巣が放射状に分布している構造は、成形時の湯流れの影響を受けた結果と推定される。巻込み巣は気泡が固まって形成されるため、丸い形状になり易いと言われている。一方、引け巣は複雑形状を呈することが多い。無論、こうした識別が必ずしも正確に鑄巣の由来を示すとは限らないが、鑄巣が多いか少ないかといった量的な評価に留まっていることが多い検査・分析業務において、このように形状による分類と可視化は、データの解釈において有用な示唆を与える。

(4) 空隙・粒子の球状化率算出

さらに球状黒鉛鑄鉄のX線CT画像から、JIS G 5502に規定されている球状化率の分析を三次元的に実施した⁽⁵⁾。図7は黒鉛粒子1個1個について、直交する3方向の重心モーメントの比を求めてプロットした散布図である。重心モーメントは、不定形状の固有ベクトルから求めた直交する3軸方向の長さに相関する値である。

(5) 空隙・粒子の方向性の分析

図8は不定形状をした粒子が混ざった複合材料において、平板状をした粒子のみを選抜し、法線方向を算出して、5×5×5の区画に分割した単位空間あたりの平均的な配向性を矢印で示した画像である⁽⁶⁾。

方向性の算出は、図9の通り、細長い/平たい粒子どちらかについて可能である。矢印の長さは配向の強さを、矢印の色は粒子の粗密を表す。

(6) Watershed による画像領域の分割

複雑構造を持つ材料は、イメージングはできても画像解析で困るケースが少なくない。つながった複雑構造をルールに基づいて分離・抽出する画像処理手法が有効な場合がある。

ある。

奥村らは、水素吸蔵合金充填層をX線CT撮像し、水素を吸い込み、微粉化が進展していく過程をCT撮像し、画像解析を行うことで現象を段階的に解析した⁽⁷⁾。層状に堆積し

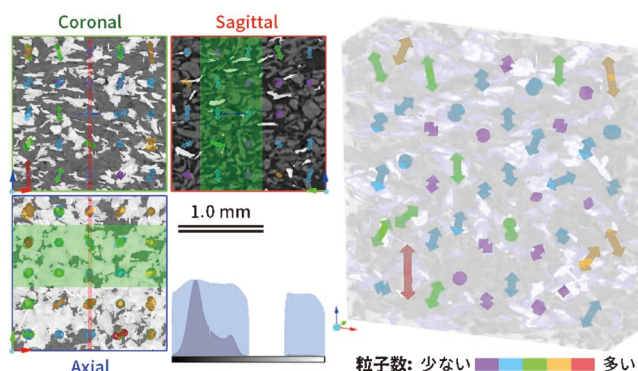


図8 平板状粒子の法線方向の図示。(オンラインカラー)

細長い粒子の主軸方向算出の例を二次元的に図解

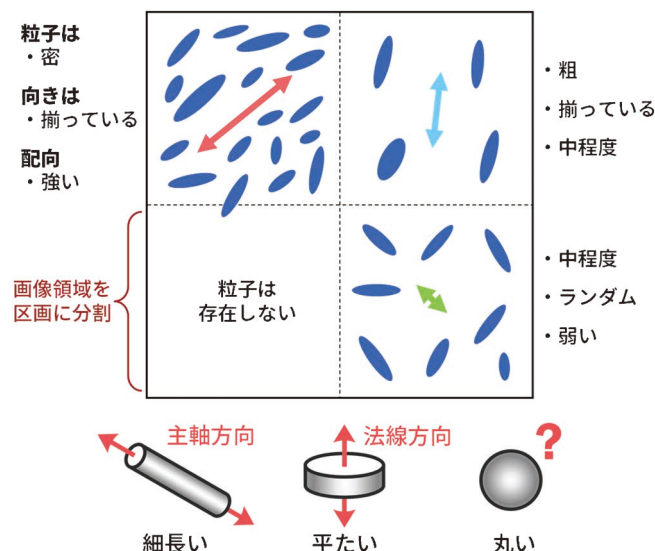


図9 粒子の方向性図示のルール。(オンラインカラー)

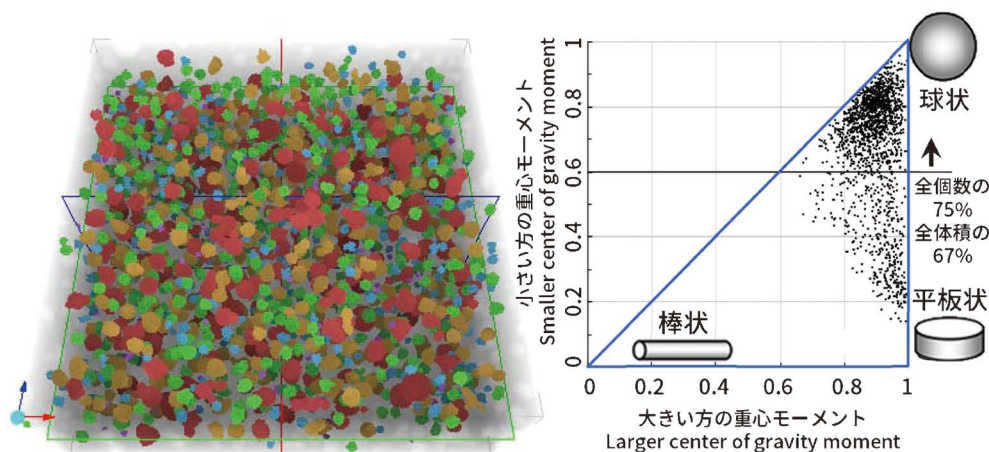


図7 球状黒鉛鑄鉄の球状化率算出。(オンラインカラー)

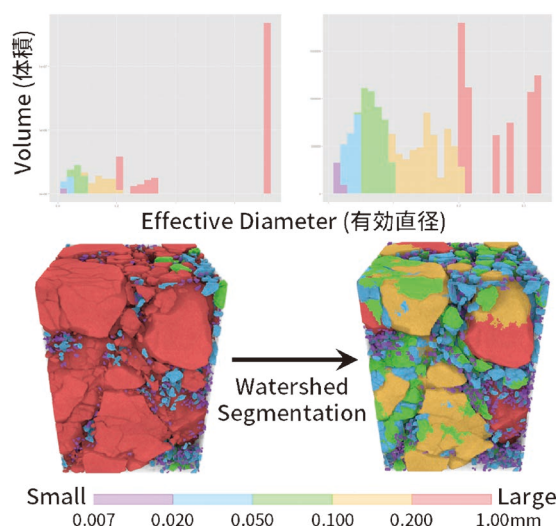


図10 水素吸蔵合金充填層の Watershed 分割. (オンラインカラー)

た粒子群を Watershed により分離することで個別に認識し、数値化を実現した(図10).

(7) 経時変化の画像解析

図11は、X 線 CT 装置内に小型試験機を設置し、軟素材でできたボールを圧縮している様子を *In-situ* 観察した画像である。ボリウムデータ同士の位置合わせを行い、ボールの画像領域を segmentation し、ラベル情報間の差分をとって、体積の変化を比較した。ボールが潰された結果、鉛直方

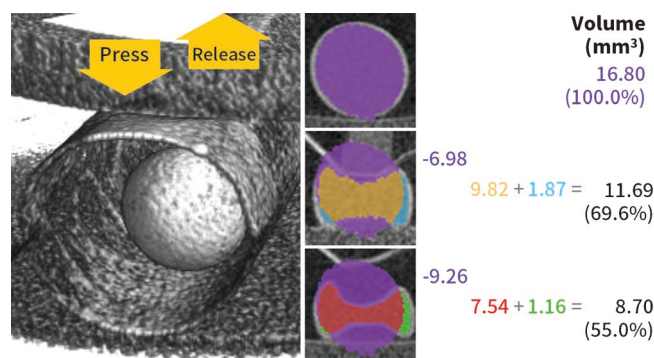


図11 圧縮した球状軟素材の体積変化算出. (オンラインカラー)

向には体積が大きく減少し、水平方向には膨張していることを計測した。

4. 繊維構造の解析

細長い繊維について、安定的に画像解析が可能なデータを取得しようと思うと高分解能撮像を目指すことになり、自ずと視野は狭くなる。結果として、視野を跨ぐ繊維は長さが不定、視野外に出た構造は不明になってしまう。画像データから繊維解析を実施するためには、これらが制約と留意点である。

図12に繊維解析の例を示す。三次元の視野内で、複雑に交差、分岐する繊維 1 本 1 本を個別に認識するには、細線化

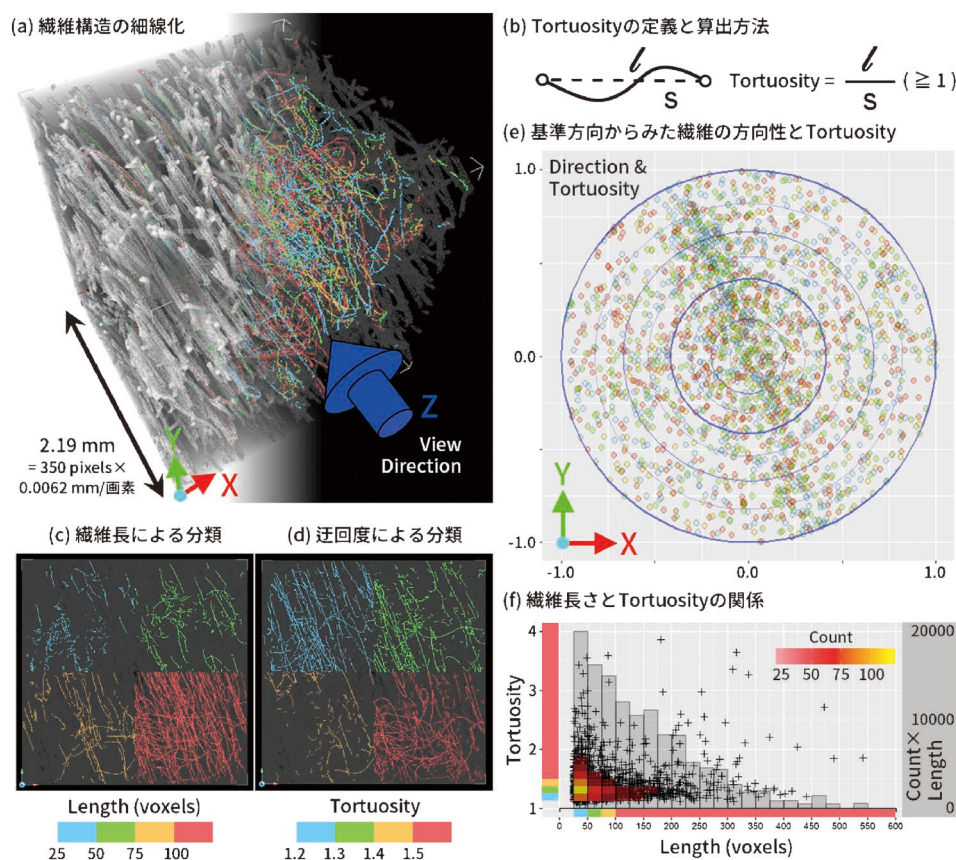


図12 不織布繊維構造の解析. (オンラインカラー)

(skeletonize)処理を行う(図12(a))。繊維の評価指標としては、経路長と直線的な最短距離との比 Tortuosity(迂回度/屈曲度)をしばしば用いる(図12(b))。図12(c)、図12(d)では、繊維長と Tortuosity により分類した繊維を4分割された MIP(最大輝度投影)画像でそれぞれ表した。ここでは、両端が視野内に含まれる繊維のみを選抜し、長さ25画素相当(≒156 μm)以下の細線化構造を除外し、解析対象を限定した。

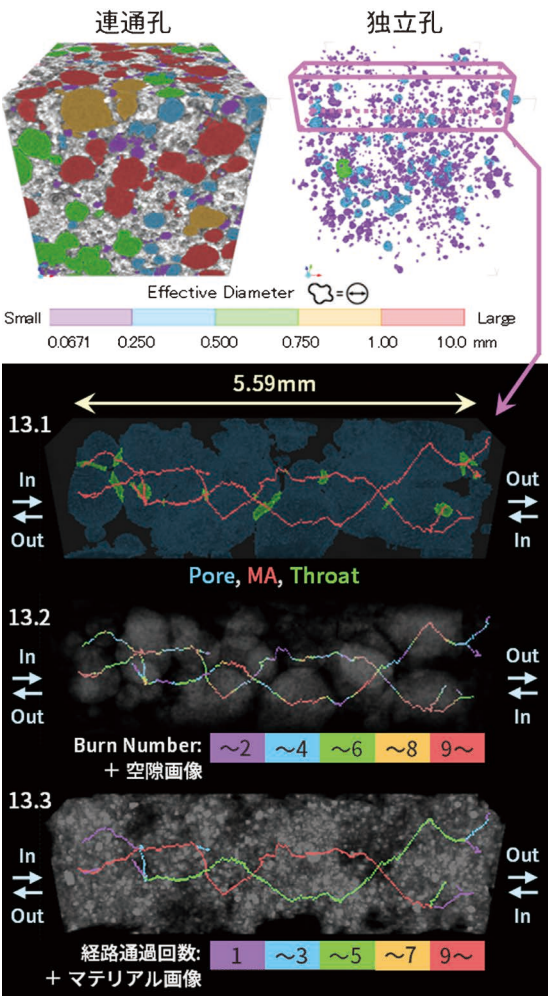


図13 多孔質地質材料の3D解析。(オンラインカラー)

図12(e)は、図12(d)と同様に Tortuosity により分類、色分けされた繊維群全体の方向性を示している。繊維の方向は、三次元ベクトルに変換し、長さ1.0に正規化した上で一方の端点を中心に置き、他方の端点を視線方向からみた円形の投影面にプロットして表した。

図12(f)は、Tortuosity と繊維長さの関係を散布図で表している。右縦軸は、散布図と重ねたヒストグラムに対応し、繊維の本数に重みとして長さを乗じた度数分布を意味している。

5. 多孔体材料の三次元画像解析

多孔体材料の利用シーンを想定すると、空隙を通過する流体の透過や拡散が材料の機能や性能を特徴付ける因子と考えられる。無論、独立孔はこうした働きに寄与しない。この種のマテリアルを画像解析する場合、特にそのネットワーク構造に着目する。

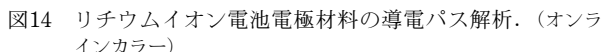
我々のソフトウェアでは、3DMA (Medial Axis) と称する手法を用いて、3D 画像を細線化し、そのネットワーク構造を記述・解釈することによって、粒子や空隙の形態や分布を統計的に評価/分析することができる⁽⁸⁾。

3DMA では、二値化した 3D 画像の空隙/マテリアルいずれかに対して、内包する球体を定義し、少なくとも2点で接するまで、その径を大きくしていった時、球の中心を連続的に結んだ軸を Medial Axis(MA, 中心軸)と呼ぶ。MA は三次元的につながったネットワーク構造を抽象化したスケルトンモデルとみなすことができる。さらに MA の経路に沿って連通する空隙について、細くくびれた部分に多面体を近似し、これを Throat と定義する。連通孔を流体が通る場合に、くびれ部分がボトルネックとなることから、Throat の面積を求めて、これを多孔体の連通性を評価する指標のひとつとして採用する。そして、つながった空隙を Throat で仕切ることにより、分割された空隙(Nordal Pore)を認識し、その体積を算出する。多孔体解析の典型的なフローを図13に、得られる評価指標の一部を表1に示す。

この例では、対向する面同士をお互いに入口・出口とする経路(Face to Face Path)を図左右方向にすべて抽出した。図13.1では整理された情報を示すために、3D 画像を部分的に

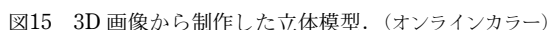
表1 多孔体構造の主な評価指標。

No.	パラメータ名称	意味	個数	平均値	標準偏差	単位
1	Effective Pore Volume	Throatによって分割された連通孔個々の体積。但し、画像エッジ部を除く。	1,624	10,408,659	61,896,399	μm ³
2	Effective Pore Radii	1を球相当半径で表した値	1,624	79.87	65.67	μm
3	Effective Throat Area	くびれ部に作られた空隙を仕切る面の面積	3,517	8362.34	20,939	μm ²
4	Effective Throat Radii	3を円相当半径で表した値	3,517	40.55	31.90	μm
5	Pore Coordination Number	Throatで仕切られた空隙から隣の別の空隙へつながる分岐数。配位数とも言う。	1,624	2.22	2.52	個
6	MA Burn Number	画素換算で、経路の太さに相当する値	91,295	3.81	3.08	画素
7	Shortest Face to Face Path Tortuosity	対向する面 InからOutへ最短距離で通過する経路の迂回度	266	1.66	0.11	比率



筆者らは、リチウムイオン電池の電極材料に多孔体解析を適用し、Tortuosity を求めて、導電パスの評価指標とした⁽⁹⁾。図14は空隙のネットワーク構造を細線化した結果である。上面から下面に至る経路を抽出し、右図2つは断層像を指定方向に投影して得られるMIP画像で示している。方向と入口を限定すると、各経路はお互いにつながっておらず、上面からみると一定の範囲を占有して広がっていることが分かる。

大多数のユーザーにとって、ソフトウェアはブラックボックスな道具かもしれないが、画像解析の背景には、本稿で説



最後に 3D 画像から制作した立体模型をご覧に入れる(図 15)．筆者らは、連続的な断層像を立体感を損なわない程度に、できるだけ少ない枚数に集約し、透明パネルに印刷/積層することで、3D 画像を立体模型化する技法を考案した．内部構造の可視化が可能、浮島状の中空構造、複雑形状を再現でき、色や濃淡、透明感の表現に優れ、誰でも裸眼で自然な立体感を伴う観察ができる利点がある．

- (1) <https://www.nvs.co.jp/index.php/product-service/sw/slice-aligner>
- (2) 奥村真彦, 滝 克彦, 齋藤泰洋, 松下洋介, 青木秀之: 日本金属学会誌, **79**(2015), 497-503.
- (3) 中野 亮, 塩田忠弘, 開本 亮, 滝 克彦, 高塩 創, 千容星: 成形加工, **20**(2020), 237-241.
- (4) 藤本亮輔, 富澤雅美, 原 拓生, 滝 克彦: 鑄造工学, **93**(2021), 612-617.
- (5) 礎 良輔, 滝 克彦: 鑄造工学 第172回全国講演大会 講演概要集(2018), 25.
- (6) 多比良恵, 横井秀俊, 滝 克彦: 成形加工(年次大会), **23**(2012), 127-128.
- (7) 齋藤泰洋, 松下洋介, 青木秀之, 川上理亮, 滝 克彦: 日本金属学会誌, **79**(2015), 16-22.
- (8) W. Lindquist ら: Phys. Chem. Earth, **24**(1999), 593-599.
- (9) 福満仁志, 滝 克彦ら: Electrochemistry, **83**(2015), 2-6.
- (10) 滝 克彦ら: 第34回 日本展示学会研究大会 研究発表梗概集(2015).

★★



FIB-SEM による 3 次元構造解析

仲 野 靖 孝*

1. はじめに

本稿では、集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)加工観察装置と走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)複合装置である FIB-SEM についての解説と FIB-SEM を用いて 3 次元構造解析を行った結果について述べる。本技術の特長は、FIB 加工によって試料内部の構造や欠陥を露出させ、SEM を用いてその構造を観察・分析できることである。また、FIB 加工と SEM 観察を 1 つのサイクルとして複数回行うことで、連続断面 SEM 像を取得することができる。この連続断面 SEM 像を 3 次元再構築することで、試料の内部構造を立体的に解析できる⁽¹⁾。この手法を用いることで、注目する内部構造、任意の断面画像や介在物の空間分布を容易に表示でき、かつ表面積や体積などを定量的に解析することもできる⁽²⁾。電子顕微鏡を用いた 3 次元観察手法には、透過電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)・走査透過電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscope: STEM)を用いた電子線トモグラフィ法もある。それぞれに特長はあるが、FIB-SEM を用いた 3 次元観察は、試料前処理の簡便さ、3 次元再構築できる領域の広さと数 nm の空間分解との両立が魅力である。

2. FIB とは

FIB 加工観察装置は、集束されたイオンビームを試料に照射し、表面の原子を弾き飛ばすスパッタリング現象を用いて、目的の箇所を加工する装置である⁽³⁾。また、集束されたイオンビームを試料上に 2 次元で走査して、そこから発生した 2 次電子を結像することで、走査イオン顕微鏡(Scan-

ning Ion Microscope: SIM)像を取得することができる。これにより、試料表面を観察することが可能である。

一般的な FIB のイオン源には、Ga⁺ イオンが用いられる。Ga⁺ イオンビームは、数〜数十 keV に加速され、そのビーム径を数〜数百 nm まで集束できる。これにより、数 nm オーダーの位置精度で微細加工を行うことが可能である⁽⁴⁾。図 1 に、様々な断面加工法・断面加工幅・加工精度の関係図を示す。機械研磨は、mm オーダー以上の断面加工に向いており、加工精度は 50〜100 μm である。アルゴンイオンミリングに代表させるブロードイオンビーム(Broad Ion Beam: BIB)は、機械研磨よりも高い精度での加工が可能で、加工精度は 20〜50 μm で断面加工幅は 10 mm 以下である。Ga⁺ イオン FIB は、数 nm の加工精度をもち、断面加工幅は数 nm〜数百 μm である。また近年は、プラズマ FIB(Plasma

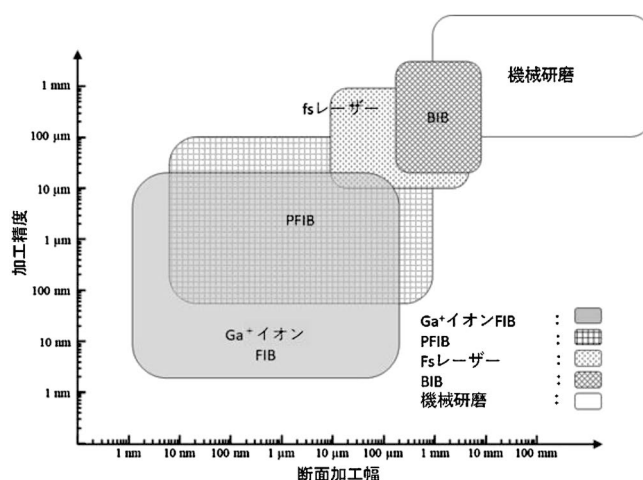


図1 断面加工手法・断面加工幅・加工精度の関係図。

* 株式会社日立ハイテク；技師(〒312-0033 ひたちなか市毛1040)

3D Structural Analysis by FIB-SEM; Kiyotaka Nakano (*Hitachi High-Tech Corporation, Hitachinakashi)

Keywords: fib: focused ion beam, sem: scanning electron microscope, semiconductor, 3d-ebcd: three dimensions electron backscatter diffraction, carbide drill, principle

2021年9月24日受理[doi:10.2320/materia.61.22]

Focused Ion Beam: PFIB)やフェムト秒レーザー(以下、「fsレーザー」と略す)を用いた製品も販売されている。PFIBは、Ga⁺イオンFIBよりも広い1 mmの断面加工を行うことができ、加工精度は、100 nm程度である。またfsレーザーは、100 nmの断面加工を行うことができ、加工精度は10 μm程度である。このように様々な装置が開発されており、加工幅や加工精度の用途に合わせて装置を選択する必要がある。

3. SEMとは

SEMは、収束させた電子線を試料上に2次元で走査して、そこから発生した信号を結像して画像を取得できる装置である。図2に、電子線照射により試料から発生する信号の模式図を示す。電子線を試料に照射した場合、試料からは、2次電子(Secondary Electron: SE)、後方散乱電子(Back-scattered Electron: BSE)、特性X線、蛍光、電子線後方散乱回折、オージェ電子、吸収電子などの信号が発生する。SEMでは、主に、表面情報を有するSEや組成・結晶情報を有するBSEを像情報形成に用いる。また、特性X線は組成分析、電子線後方散乱回折は結晶方位計測に用いることができ、そのための各種分析機器をSEMと組み合わせることで画像取得だけでなく、様々な情報を得ることができる。

4. 連続断面SEM像の取得と3次元再構築⁽⁵⁾

図3は、3次元再構築データ取得までの手順を示す模式図である。試料は、円柱の内部に円錐形がある構造を有す。図3(a)に、試料の上面像を示す、一定のスライスピッチで矢印方向に加工を行い、破線(1~9)の断面観察を行うと、図3(b)に示すような試料の構造に対応した連続断面SEM像が取得できる。スライスピッチを考慮し連続断面SEM像を画像処理ソフトでつなぎ合わせることで、図3(c)のような試料の3次元構造が再構築される。試料の上面像や一部の断面像からでは試料内部の円錐形状を把握することは困難であ

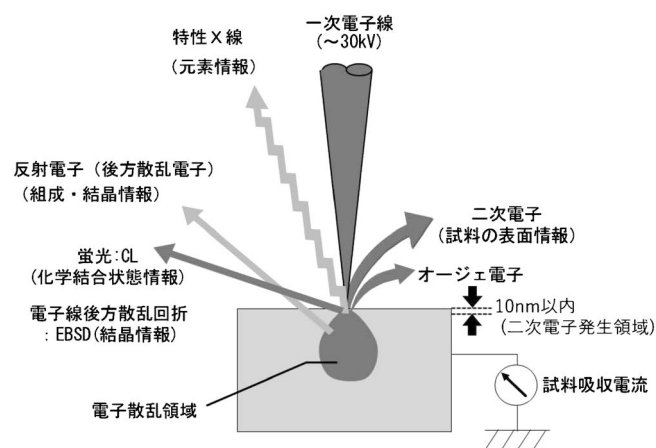


図2 電子線照射により試料から発生する信号の模式図。

るが、このような3次元再構築データであれば、外形だけでなく、内部の構造や、実際に取得したのとは違う任意の方向の断面を表示することができ、ボリュームレンダリングなども可能になる。

5. FIB-SEM装置の構成

FIB-SEM装置は、FIBとSEMの光軸が試料上で交差するように設計されており、FIB加工によって作製された試料の断面は、即座にSEM観察することができる。FIBカラムとSEMカラムの配置には、大きく分けて斜め配置型カラ

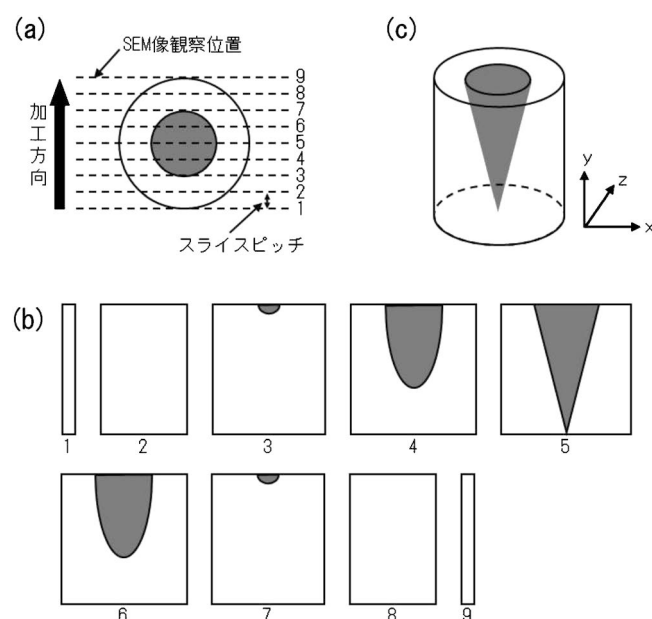


図3 3次元再構築データ取得までの手順を示す模式図。
(a)上面像 (b)連続断面像 (c)3次元再構築像

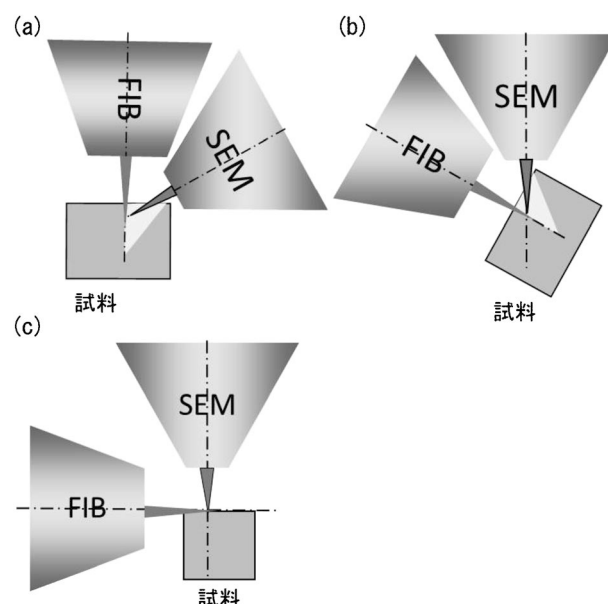


図4 FIBカラムとSEMカラムの位置関係図。

ムと直交配置型カラムの2種類がある．図4にFIBカラムとSEMカラムの位置関係図を示す．図4(a)(b)は，斜め配置型カラムで，垂直方向にFIBカラムを有し，斜めからSEMカラムを搭載している場合と，垂直方向にSEMカラムを有し，斜めからFIBカラムを搭載している場合がある．図4(c)は直交配置型カラムで，垂直方向にSEMカラムを有し，水平方向にFIBカラムを搭載している．

斜め配置型カラムは，様々なサイズの試料を試料室内に挿入でき，TEM用の試料作製に用いられている．しかし，連続断面SEM像を取得した場合，FIBカラムとSEMカラムが斜めの関係で配置されているため，断面SEM画像のy方向が圧縮された画像になる．また，視野もz方向とy方向の2方向でズレが生じるため，位置補正量が大きくなる．一方，直交配置型カラムは，試料室内に挿入できる試料サイズが比較的小さいサイズに限られている．しかし，連続断面SEM像を取得した場合，FIBカラムとSEMカラムが直交の関係で配置されているため，断面SEM像は，真上から観察された圧縮のない像となり，空間分解能に方向による差異のない画像が取得できる．また，視野は，切削が進むz方向にズレが生じるだけで，位置補正量は極めて小さくなる．図5に斜め配置型カラムと直交配置型カラムのSEM像を比較した結果を示す．試料は3D NANDメモリーで，観察条件は，加速電圧：25 kV，信号：BSEで取得した画像である．図5(a)は，斜め配置型カラムで取得したSEM像で，y方向の傾斜補正処理をした画像であり，図5(b)は，直交配置型カラムで取得した画像である．それぞれの画像を比較した場合，(a)の方が同心円状にある各層のコントラスト差が低い．また，直径を測長した結果，(a)は111 nm，(b)は，118 nmであり，計測値にも違いが生じる．このことより，試料構造を忠実に反映した連続断面SEM像取得の目的には，直交配置型カラムの方が適していると言える．

6. FIBのスライスピッチ精度

FIBのスライスピッチは，スキャンの条件設定によって任意に制御することが可能である．スライスピッチが小さい

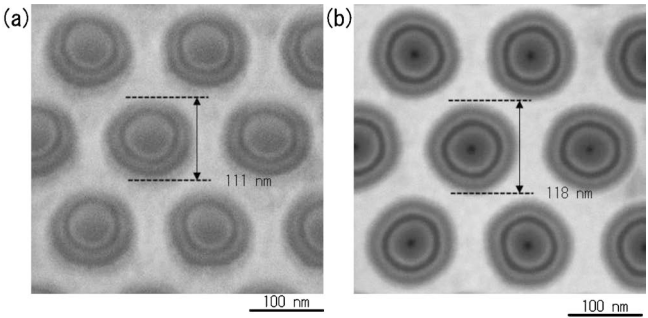


図5 斜め配置型カラムと直交配置型カラムによるSEM像.
(a)斜め配置型カラム(配置角度：54° 傾斜補正済み)
(b)直交配置型カラム
試料：3D-NANDメモリー，加速電圧：25 kV

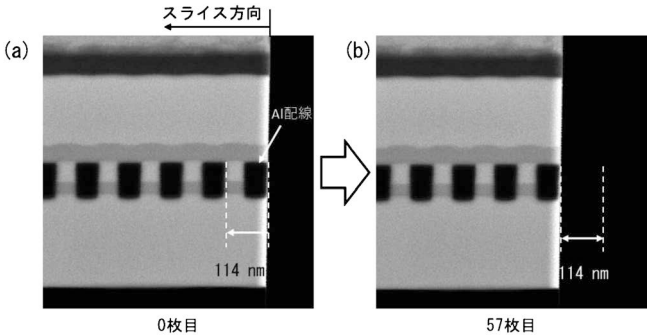


図6 スライスピッチ精度を確認したAl配線断面STEM像.
(a) 0枚目 (b)57枚目加工後
試料：Al配線 加速電圧：25 kV

表1 スライスピッチ精度の測定結果.

実験回数	スライス回数
1回目	57
2回目	56
3回目	57
4回目	57
5回目	57
平均値	57
標準偏差	0.71

ほど，微細な構造の3次元再構築ができる．スライスピッチの精度は，3次元再構築データのz方向の分解能に直結し，その再現性が重要である．図6に，スライスピッチ精度の測定例を示す．試料はAl配線を用い，マイクロサンプリング法⁽⁶⁾で抽出した後，厚さ：100 nmの薄膜試料にした．STEM像から，Al配線が114 nm間隔で配線されていることが確認できる．FIB加工を試料右端より矢印方向に2 nmのスライスピッチでFIB加工を進め，スライスごとにSTEM像を取得した．スライス回数の理論値は，114 nmを2 nmで除算した57回になる．図6(a)はスライス加工0枚目，図6(b)は，スライス加工57枚目のSTEM像で，次のAl配線の手前まで加工されているのが確認できる．表1は，スライスピッチ2 nmで114 nm加工を5回行い，そのスライス回数の平均と標準偏差を算出した．5回の平均値は57回，標準偏差は0.71であった．この結果から，2 nmスライスピッチ精度が確認できた．

7. 超硬ドリル母材の3次元観察

直交型カラムFIB-SEM(Hitachi NX9000)を用いて，超硬ドリル母材である超硬合金の3次元観察した結果について述べる．

図7は，超硬ドリル母材の断面SEM像である．加速電圧：1 kVでSEM観察した結果を示す．SEM像(a)から，1

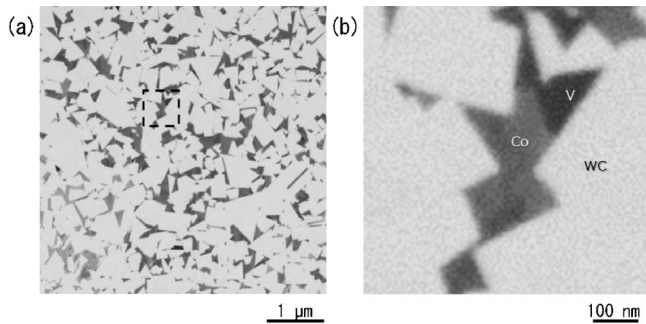


図7 超硬ドリル母材の断面 SEM 像.
(a)SEM 像 (b) 8 倍拡大図
試料：超硬ドリル母材，加速電圧：1 kV

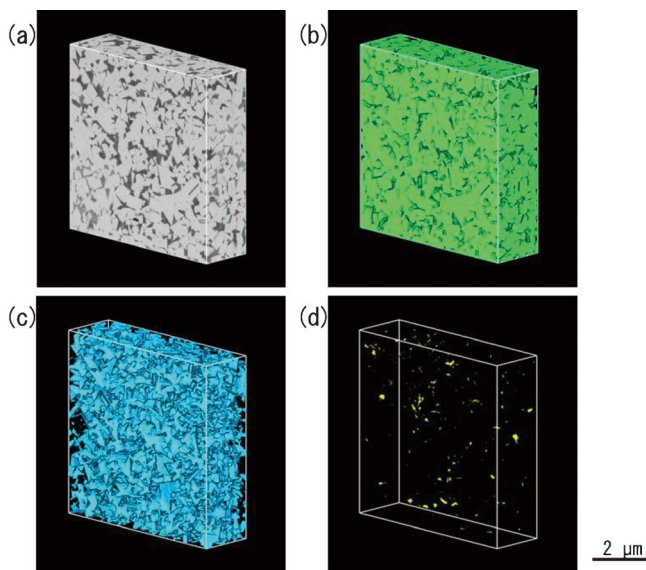


図8 超硬ドリル母材の3次元構築結果．(オンラインカラー)
(a)ボリュームレンダリング (b)WCの3次元分布
(c)Coの3次元分布 (d)Vの3次元分布
試料：超硬ドリル 加速電圧：1 kV，
スライスピッチ：5 nm，スライス枚数：285枚

～2 μm の明るいコントラスト粒子と0.1～0.5 μm の黒いコントラスト粒子が分散していることが確認できる．破線で囲んだ領域を8倍に拡大した図を(b)に示す．超硬合金の母材は，タングステンカーバイド(WC)，結合剤のコバルト(Co)，添加剤のパナジウム(V)で構成されており，それぞれ異なるコントラストで観察されている．

図8に，超硬ドリル母材の3次元再構築結果を示す．連続断面 SEM 像は，加速電圧：1 kV，スライスピッチ：5 nm，スライス枚数：285枚を取得した．3次元再構築ソフトウェアは，MEDIA CYBERNETICS 社製 Image-Pro Premier3D を用いた．図8(a)はボリュームレンダリングで，WC，Co，V の3次元分布が確認できる．図8(b) (c) (d)はコントラストを3階調に分け抽出した各元素の3次元分布を示す．各階調ごとにラベリングし，それぞれの体積が求めた．表2に超硬ドリル母材の体積割合を示す．全体の体積は33.72 μm^3 で，WCは25.56 μm^3 ，Coは8.15 μm^3 ，Vは0.01

表2 超硬ドリル中の体積割合．

項目	WC	Co	V	合計
体積(μm^3)	25.56	8.15	0.01	33.72
体積率(%)	75.79	24.17	0.04	100

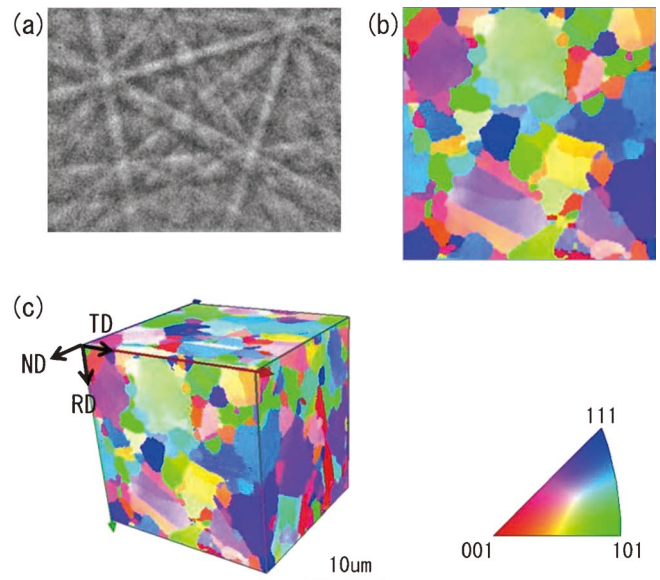


図9 3D-EBSD 測定の結果．(オンラインカラー)
(a)EBSD パターン (b)EBSD マップ
(c)3D-EBSD
試料：ニッケル(Ni) 加速電圧：20 kV
スライスピッチ：150 nm，スライス枚数：150枚
1 サイクルの所要時間：9 min/枚
総加工観察時間：22.5 hour
検出器：Oxford NordlysNano

μm^3 であることが分かった．この結果より，体積割合は，WC が75.79%，Co が24.17%，V が0.04%であることが分かる．連続断面 SEM 像の3次元再構築結果は，断面 SEM 像1枚だけでは想像しにくい3次元的な分布が把握でき，材料ごとの3次元表示，体積や体積割合などを求められる．

8. FIB-SEM と分析装置の組み合わせ

試料がどのような元素で構成されているか，結晶がどの方向を向いているかを分析するには，SEM に各種分析装置を組み合わせる測定が必要である．例として，図9に結晶方位を3次元解析した結果を示す電子線後方散乱回折(Electron backscatter diffraction: EBSD)法は，試料に電子線を照射したときに発生する菊池パターンを解析することで，結晶方位や結晶系が測定できる分析手法である．各測定点で図9(a)に示すような EBSD パターンを取得して，解析することで図9(b)のような結晶方位マップを作製することができる．また，FIB で断面加工して EBSD 分析するサイクルを繰り返すことで3D-EBSD データを取得できる．図9(c)に，

が、各分野の解析に携わる方々の助けになれば幸いである。

FIB-SEM についての解説と FIB-SEM を用いて 3 次元構造解析結果について紹介した。FIB-SEM を用いた 3 次元観察は 3 次元的な試料構造を表示するだけでなく、定量的な計測を行える点に大きな利点がある。一方、FIB 加工や 3 次元再構築処理によるアーティファクトが発生する場合もあるので、前処理や、観察条件に注意する必要がある。今後の試料解析において、断面画像 1 枚の 2 次元解析だけでなく、空間分解能、分析領域、組成情報など目的に合わせた 3 次元解析手法を選択する必要性が増加すると思われる。本稿

- (1) B. J. Inkson, M. Mulvihill and G. Möbus: Scr. Mater., **45** (2001), 753-758.
- (2) H. Z. We, S. G. Roberts, G. Möbus and B. J. InKson: Acta Mater., **51**(2003), 149-163.
- (3) R. L. Seliger and W. P. Fleming: J. Vac. Sci. Technol., **10** (1973), 1127.
- (4) T. Ishitani and T. Ohnishi: J. Vac. Sci. Technol., **A9**(1991), 3084-3089.
- (5) 森川晃成: 応用物理学会第, **81**(2012), 512-515.
- (6) T. Ohnishi *et al.*: JAPAN Patent 2774884.



仲野靖孝

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

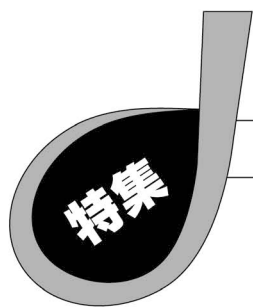
2006年 名城大学大学院工学研究科修士課程修了
主な略歴

2006年4月 株式会社 日立ハイテクノロジーズ
入社

2020年4月 株式会社 日立ハイテク 解析ソリュ
ーション開発部 所属

専門分野：FIB-SEM・化合物半導体
◎電子顕微鏡・FIBのアプリケーション技術の研究
開発に従事。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



TEM を用いた結晶方位マッピングの 原理と応用

鈴木 清 一*

1. はじめに

1990年代初めに SEM/EBSD 法(以下 EBSD 法)が確立し、1990年代中頃に結晶方位マップの取得が可能な装置が市販されるようになると、材料の組織観察法は一変した。EBSD 法では空間分解能にも優れ、結晶方位の測定も 0.3° 程度の精度で行うことは十分に可能である。この EBSD 法の使用により、50~100 nm 程度またはそれ以上の大きさの組織であれば、全面的結晶方位マップの作成も可能となった。しかしナノマテリアルと言われる微細な結晶粒を持つ材料組織の観察では限界も見えてきている。この限界を克服するため、TEM においても同様に結晶方位に基づいたマップを得たいという要望は強く、それを可能にする装置の開発が望まれていた。2000年には TexSEM Laboratories 社(現 Ametek/EDAX 社)の David Dingley らにより ACT (Automated Crystallographic indexing in TEM)法⁽¹⁾を用いた装置が販売されている。この方法では、蛍光スクリーン全体に広げた照射電子線を連続的に傾斜し、光軸上に設置した小さな OL 絞りを通過した電子線により形成される暗視野像を、照射電子線の傾斜角に対応させ記録する。その暗視野像の同じピクセルの輝度変化を照射電子線の傾斜角に対応させプロットすると、そのピクセルに対応する位置の回折パターンが再構築される。この回折パターンを指数付けし結晶方位マップを求めようとしたものであった。しかし、再構築した回折パターンでは十分なスポットが得られず、特に複数の回折パターンが重なった状態では正確な結晶方位を求めるのが困難な場合が多く、あまり満足のいく結果は得られなかった。2006年に S. Nicolopoulos および E. Rauch らは PED (Precession Electron Diffraction)法⁽²⁾⁽³⁾とテンプレートマッチング

法⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾による回折パターンの指数付けを組み合わせ、TEM を用いて結晶方位マップを得る手法を紹介した。この手法ではプリセッションをかけながら 2 nm 程度に絞った電子線を試料上で走査させ、回折パターンを連続的に記録し、指数付け・結晶方位の算出を行っている。彼らはこの手法を ASTAR 法と称している。FE(Field Emission)型の TEM では NBD(Nano Beam Diffraction)法で知られるように、1-2 nm 程度のビーム径の照射電子線でも指数付けには十分な回折パターンを得ることができる。さらにテンプレートマッチング法による指数付けでは、複数の結晶方位の回折パターンが重なった場合でも、指数付けおよび結晶方位の算出が可能であった。これにより TEM を用いた実用的な結晶方位マップの取得が初めて可能になった。これらの技法に関してはすでに優れた論文が多数発表されている。本解説では、最初に ASTAR 法と EBSD 法との違いを説明する。次に ASTAR 法による結晶方位マップの作成の基本となる PED 法および回折パターンの指数付け方法であるテンプレートマッチング法について説明する。最後にすでに発表されている論文を参照しながら、この手法を用いて得られたデータを紹介するとともに、その特徴や限界等についても議論する。

2. EBSD 法の特徴と結晶方位マップ

まず初めに EBSD 法⁽⁷⁾の長所と課題についてまとめてみたい。図 1 には市販のアルミニウムフォイルを測定した例を示す。(a)は 1×2 mm と比較的広い領域を 2 μ m ステップで、そして(b)は白枠で示した 10×20 μ m の領域を 20 nm ステップで測定した逆極点図結晶方位マップ(IPF マップ)である。EBSD 法では、広い領域の測定でマイクロ組織の全体像を把握できる一方、100 nm 以下の結晶粒も測定できるとい

* 株式会社 TSL ソリューションズ；代表取締役(〒252-0131 相模原市緑区西橋本 5-4-30)
Introduction of the Crystal Orientation Mapping Technology Using TEM; Seiichi Suzuki(TSL Solutions KK, Sagami-hara, Kanagawa)
Keywords: orientation map, EBSD(electron backscatter diffraction), PED(precession electron diffraction), diffraction pattern, template matching, phase discrimination, pattern deconvolution
2021年 9 月13日受理[doi:10.2320/materia.61.27]

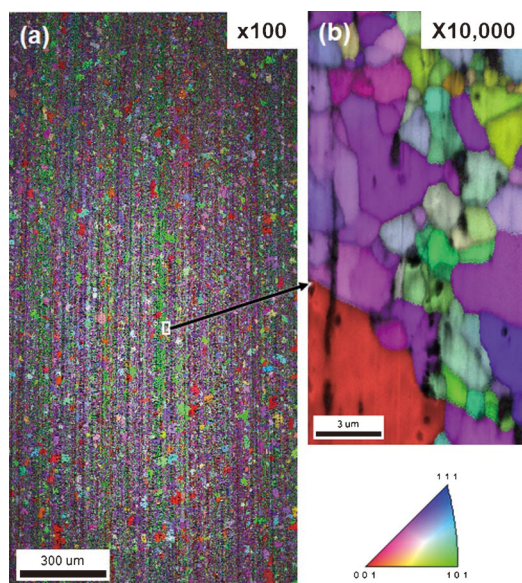


図1 EBSD法で測定したアルミニウムフォイルのIPFマップ。(a)100倍で測定した広域のIPFマップ、(b)は(a)の白枠の部分を10,000倍で測定した局所領域のIPFマップ。

うダイナミックレンジの広さが大きな長所の一つである。しかし鉄のパラライト組織を観察するとセメンタイト相は全く検出ができない。これはEBSD法の空間分解能の限界を示すもので、EBSDパターンを形成するための光源の大きさからきている。EBSD法に使用されるFE-SEMの照射電子線プローブ(以下プローブと記す)径は10 nmφ前後であるが、これがそのまま光源になるわけではない。EBSD法の場合は照射電子線が試料の原子で散乱され全方向に広がる散乱電子線がEBSDパターンの光源となる。つまり光源は試料中にあると考える。この散乱電子線の広がり、試料が70°程度に大きく傾いているので縦横で大きく異なるが、Ni合金試料を用い15 kVの加速電圧で測定した場合、横方向で50–60 nmにもなっている⁽⁸⁾。実際には強度分布を考慮すると実効的にはこの値の半分程度かとも考えられるが、いずれにしてもそれほど小さい値ではない。これがEBSD法における空間分解能の限界を決める最大の要因となっている。このEBSD法の空間分解能を改善する手法の一つとして2012年にR. R. Kellerらにより透過EBSD法[TKD(Transmission Kikuchi Diffraction)法]⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾が紹介された。これはTEM用の薄膜試料を用い、試料を透過した電子線で形成されるEBSDパターンを用いることで空間分解能を改善しようとするものである。試料が薄膜であるため試料中の電子線の広がり、TKD法の使用により空間分解能は大きく改善された。(図9参照)しかしこの場合でもEBSDパターンの発生原理は同じである。EBSDパターンの形成には、試料中で散乱された電子線がそれなりの強度を持つ必要がある。つまりある程度の体積が必要となる。このためあまり試料を薄くするとEBSDパターンそのものが得られなくなる。これはTEM観察において試料が厚いときにのみ菊池

パターンが得られるのと同じ現象である。TKD法では通常は100 nm前後の厚さの試料を使用するが多い。このような理由によりTKD法では一般的には30 nm程度の結晶粒が検出限界となる。一方EBSDパターンは、結晶格子を影絵のように投影した実格子のパターンで、方位変化には非常に敏感である。検出器の解像度やバンドの検出法にもよるが、0.01°程度の検出も可能である。通常のEBSD法で用いられているHough変換を使用したバンド検出の場合でも0.3°程度の角度分解能が得られる。また結晶構造の違いから相分離も可能であるが、EBSDパターンでは、格子定数はバンド幅となるため、立方晶系で同じ結晶構造を持つ相の分離は極めて難しく、例えば格子定数の違いが1.5%程度のNiとCuの識別は現状ではできていない状況である。

3. TEM回折パターンの特徴とPED

TEMにおける回折パターンは、照射電子線が試料の結晶格子で回折され形成される。通常のTEM観察では試料は十分に薄いので、試料中の電子線の広がりほとんど無視することができる。プローブ径をそのまま光源の大きさと考えることができる。今日のFE-TEMの場合は、プローブ径は1–2 nmφ程度まで絞ることができる。図2には約5 nmφのAu粒子から得られた回折パターンとその指数付け結果を示す。この程度の回折パターンが得られれば指数付け、そして結晶方位の算出は問題無く可能である。このようにプローブ径を絞ることができれば、TEMのスポット回折パターンは極微小領域から得ることが可能で、高い空間分解能が期待できる。

TEMにおける回折パターンは通常逆格子で考え、エワルド球が逆格子点と交わる点が回折スポットとなって現われる。この逆格子上の点は試料の形状効果により試料の厚さに応じて試料面に垂直な方向に伸びているため、試料を2–3°傾けても回折パターンの輝度分布は変化するがスポットの位置はほとんど変化しない。これがTEMにおける回折パターンを指数付けした際、角度分解能の精度が得られにくい原因となっている。このため角度分解能を改善するためには回折パターンの輝度分布の情報を取り込んで指数付けを行うことが必然的となる。しかしその輝度分布はわずかのバンドコンターや結晶の歪み等で大きく変化するため、安定した指数付

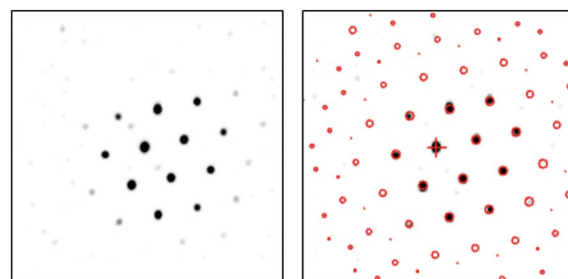


図2 5 nmφ程度のAu粒子から得られた回折パターンとその指数付け結果。

けは容易ではなかった．この問題を解決する手段として PED 法が開発された．PED 法では図 3 に示すように TEM の偏向コイルによりプローブを試料面上に収束点ができるように傾斜させホローコーン状に回している．これをプリセッション (Precession) 照射と称している．しかし試料上でプローブにプリセッションをかけただけでは回折パターンは図のようにリング状になってしまうので、右図で示すように試料より下側の偏向コイル、つまりイメージシフトコイルにて同期させながら電子線を振り戻すことでスポットパターンに戻している．プローブを傾斜させることは、図 4 で示すように、エワルド球を傾けることに相当し、傾けた方向の逆格子点を横切る範囲が広がる．これを 1 周分積算することで中心からより遠い回折スポットも得やすくなる．結晶方位マッ

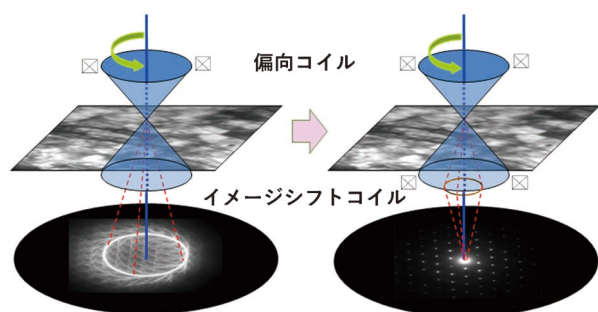


図 3 プリセッション照射のビームの挙動に関する模式図．試料上に収束点を置きホローコーン状に回したビームはイメージシフトコイルで振り戻され、再び静止した回折パターンとなる．

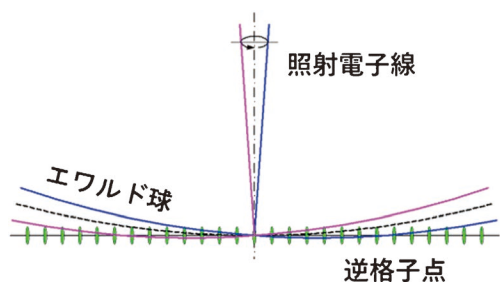


図 4 プローブを傾けた時のエワルド球の変化を表す模式図．エワルド球が形状効果で縦に伸びた逆格子点を切ったところが回折パターンのスポットとなる．

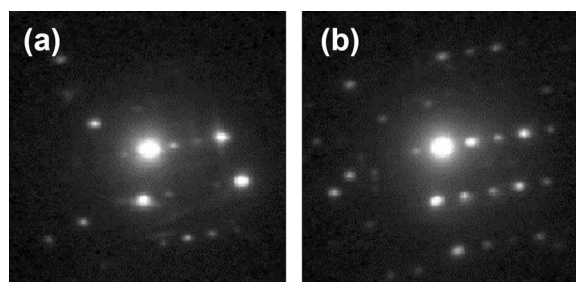


図 5 Al_2O_3 試料から得た回折パターン．(a) プリセッション無しの場合、(b) 0.5° のプリセッションをかけた場合の回折パターン．

プのためには、 0.5° 程度のプリセッション角を使用している．この程度のプリセッション角でもベンドコンターや試料の局所的な歪み等の影響による回折パターン中の輝度分布変化はかなり軽減され、良好な結晶方位マップのための指数付けが可能となる．このプリセッションによるプローブの広がり、プリセッション角に依存する．ASTAR 法にはプリセッションによる軸外収差の影響を位相角ごとに補正する機能がある．この機能を含め十分な軸調整により実際のマッピングで使用する 0.5° 程度のプリセッション角の場合、その広がり、その影響は 10–30% 程度に抑えることが可能である．これにより 1–3 nm 程度のプローブ径を維持した状態で良好な回折パターンを得ることが可能となった．図 5 には Al_2O_3 試料の同じ場所の NBD モードで得た回折パターンと 0.5° のプリセッション角を用いた PED 法の回折パターンを示す．PED 法を用いた方がよりスポットの多いパターンが得られている．この PED 法は逆格子における格子点の伸びが試料の厚さに影響されるため、厚い試料では同じプリセッション角では効果が減ってしまうことになる．また本解説では議論しないが、このプリセッション角を 3° 程度に大きくすると、回折パターンのダイナミカルな効果が軽減され、禁制則の効いた X 線回折のパターンに近づくという効果があり、結晶構造解析に利用されている．

4. 回折パターンの指数付け

TEM における回折パターンの指数付けは、スポット間の距離 (格子定数) とダイレクトビームと各スポットを結ぶベクトル間の角度 (結晶面間角度) を測定し、各スポットの指数付けを行い、結晶方位の算出をするのが基本的な手法である．しかしこの方法では、前述の各スポットの強度の情報を反映しにくいこと、さらに複数の回折パターンが重なってしまうといずれのスポットが 1 つの結晶から生じたグループになっているのかといった判定が困難になる．またこの方法では低指数面が出ている場合は回折スポットが格子状に並ぶので分かり易いが、高次の面指数が出ている場合には対応が難しい．このような要因で大量の回折パターンを効率よく処理する必要がある結晶方位マップの作成には、この指数付け法は現実的ではない．この問題を解決するために開発された指数付け方法がテンプレートマッチング法である．この方法では、試料の結晶構造と TEM の測定条件等に基づき、逆極点図上で可能性のある全ての結晶方位の回折パターンのシミュレーション像を約 1° 間隔で作成する．鉄やアルミニウムといった典型的な立方晶金属では約 1300 枚のシミュレーションパターン (テンプレート) が作成される．このテンプレートと実際に取り込んだパターンとを比較し、最もよく合う 1 枚を抽出すれば、そのパターンを計算した際の結晶系および結晶方位が求める解となる．この方法では各スポットの強度はスポットの大きさに換算して表しており、各スポットの輝度分布の情報を反映したものとなっている．この概念を図 6 に示した．TEM の回折パターンではダイレクトビームの位

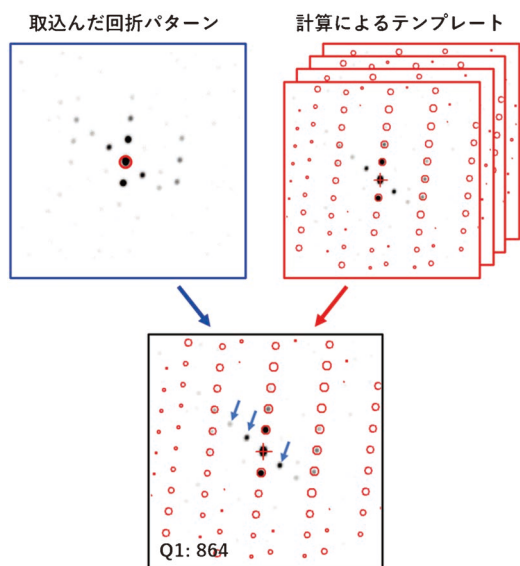


図6 テンプレートマッチング法による回折パターンの指数付けの模式図。矢印のスポットは、別の結晶粒からの回折パターン。

置が明確なので、取り込んだ回折パターンとテンプレートのカメラ長を正確に合わせておけば、画像を重ねる基準点は明確に定まる。パターン的一致具合は次の式(1)により判断している。この式の j は一次元に換算した回折パターン像およびテンプレート像のピクセルの番号を示している。分子の部分は重ね合わせた回折パターンとテンプレートの対応するピクセルを掛け算しその値の積算を求めている。テンプレートは2値化された情報であるから、重ねたパターン画像に対応する各ピクセルの値を掛け算するとテンプレート上でスポットに対応するピクセルのみ値を持つことになる。分母はこの値を規格化するパラメータに相当する。この値をIndex値(Q 値)と称している。この Q 値が最大となる点が最もよく一致したテンプレートとなり、結晶方位が決められる。なおテンプレートはND逆極点図を用いて作成している。このためテンプレートにはND軸回りの回転方向に関する情報は無く、オイラー角では ϕ_1 が 0° のテンプレートとなっている。このため各テンプレートで取り込んだパターンと重ねる場合には、テンプレートをセンタースポット回りに回転させ、 Q 値が最も高くなる回転角を求め ϕ_1 の値を決めている。テンプレートは一つの結晶方位から生じる回折スポットの集合体である。複数の結晶方位のパターンが重なった場合でも、前述の方法で最も Q 値が大きくなるテンプレートを選択することは可能である。

$$Q(i) = \frac{\sum_{j=1}^m P(X_j, Y_j) T_i(X_j, Y_j)}{\sqrt{\sum_{j=1}^m P^2(X_j, Y_j)} \sqrt{\sum_{j=1}^m T_i^2(X_j, Y_j)}} \quad (1)$$

図6下に示した回折パターンとテンプレートを重ねた図では矢印で示したように幾つかのスポットがテンプレートと一致していない。これらスポットが一致するテンプレートを

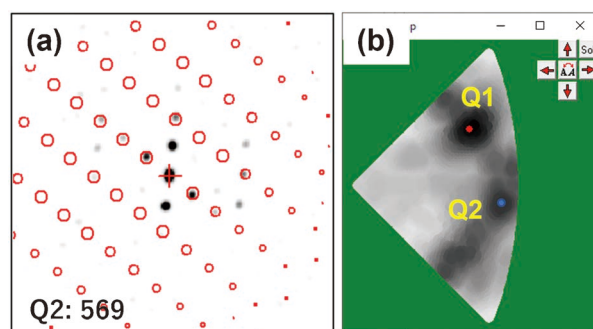


図7 (a)は図6の矢印で示した残りのスポットを指数付けた場合。(b)は2つの結晶方位を逆極点図上に示した例。

選ぶと図7(a)に示すようになる。つまりこのパターンは少なくとも2つの結晶粒からの回折パターンが重なった状態であることが判る。図7(b)にはこの時の可能性のある方位を逆極点図上に示した。テンプレートマッチング法では、その中から最も Q 値が高くなる回折パターンを抽出し結晶方位の算出を行っている。この方法では、取り込んだ回折パターンとテンプレートのスポットの位置に微妙なズレがあった場合でも、ズレ量に応じて Q 値は変化する。これにより微妙な違いの回折パターンでも識別できる可能性がある。これによりEBSD法ではほぼ不可能である同じ結晶構造を持つ立方晶系の相分離もある程度可能となっている。またこの手法は簡単な計算の繰り返しであるためパソコンによる高速処理が可能である。パソコンの性能に大きく依存するが、現状では 288×288 ピクセルの解像度で得た立方晶の回折パターンの場合、単相で1秒間に500枚程度の回折パターンの指数付け、結晶方位の算出が可能となっている。

5. TEM回折パターンによる結晶方位マップの例

TEM回折パターンによる結晶方位マップの最大の特徴は空間分解能に優れていることである。図8には空間分解能確認用としてTEM倍率校正用グレーティング上のAu蒸着粒子を測定したIPFマップの例を示した。測定に使用したTEMは日本電子製JEM-2100Fで、加速電圧200 kV、NBDモード、プローブ径は $1.5 \text{ nm}\phi$ (表示値)、プリセッション角 0.5° 、測定間隔1 nmにて $200 \text{ nm} \times 200 \text{ nm}$ の領域を測定した例である。Auの粒子は回折パターンも得やすく測定しやすい試料ではあるが、白矢印で示した5 nm程度の大きさの粒でも結晶方位がきちんと測定できていることが判る。この測定がEBSD法の測定と比較しどのようなものかの概念を把握する目的で、FIBで作製した半導体のCu配線試料をTKD法で測定した例と比較してみる。TKD法の測定条件は加速電圧25 kV、倍率 $\times 50 \text{ k}$ 、測定間隔5 nmで行ったものである。多少のドリフトが認められるが、20–30 nmの結晶粒も認められ妥当な測定例と考えられる。このIPFマップ上に、図8で示したAu蒸着粒子の測定例のスケールを揃えて重ねてみると図9のようになる。その空間分解

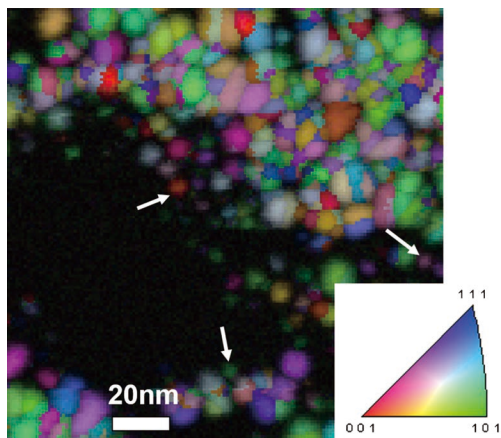


図8 StepSize 1 nm で測定した Au 蒸着粒子の IPF マップ.

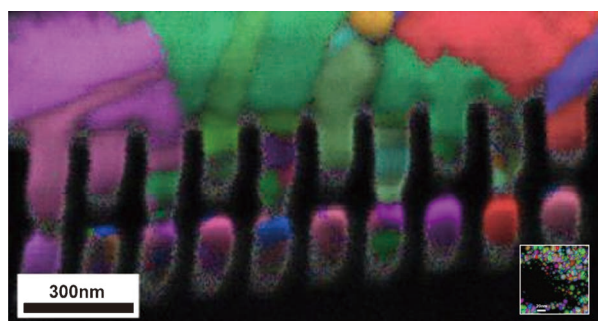


図9 TKD 法で半導体 Cu 配線試料の測定例, 右下には図8のデータを倍率を揃え重ね描きして表示.

能の差は歴然としていることが判る.

図10には市販のピアノ線(0.7 mm ϕ)を伸線方向と直角になるように切り出し作製した試料の観察例を示す. TEM はサーモフィッシャーサイエンティフィック製 Talos F200X G2 を使用し, 加速電圧200 kV, TEM モード, プローブ径約 2 nm ϕ , プリセッション角0.5°, 測定間隔 2 nm にて500 nm $\times$ 500 nm の領域を測定した例である. ピアノ線は EBSD 法では部分的には EBSD パターンが得られるが, 十分な解析は容易ではない試料である. (a)には TEM 明視野像と白枠で示した ASTAR 法による測定領域部分の IPF マップを示した. (b)には隣接するピクセル間の方位差 5°で認識した時の結晶粒マップを示した. 結晶粒マップの色は, 色自体に意味は無く隣どうしの粒を識別しやすいように配色している. (c)にはフェライトとセメンタイトの相マップを示した. ピアノ線は加工度も大きく, TEM 明視野像でもわかるように転位密度が高いので相当の微細粒になっていると推測していたが, 結晶粒はそれ程細かいものではないことが判る. このように結晶粒の状況は, TEM 明視野像からは想像しにくいものとなっていることが判る. また(a)図に示した IPF マップと(c)図の相マップを比較すると, 粒界のように見える黒い線状のものはそれに続く塊状の部分がセメンタイトとして指数付けされていることが判る. 元々の組織にパーライトが多く含まれていたことを考慮すると, 粒内の線上の黒い部分の大半にはセメンタイトが存在していると考えられる. 細い部分は次章で示すように母相(フェライト)部分の回折強度が優勢で, セメンタイトとは指数付けされなかった部分と考

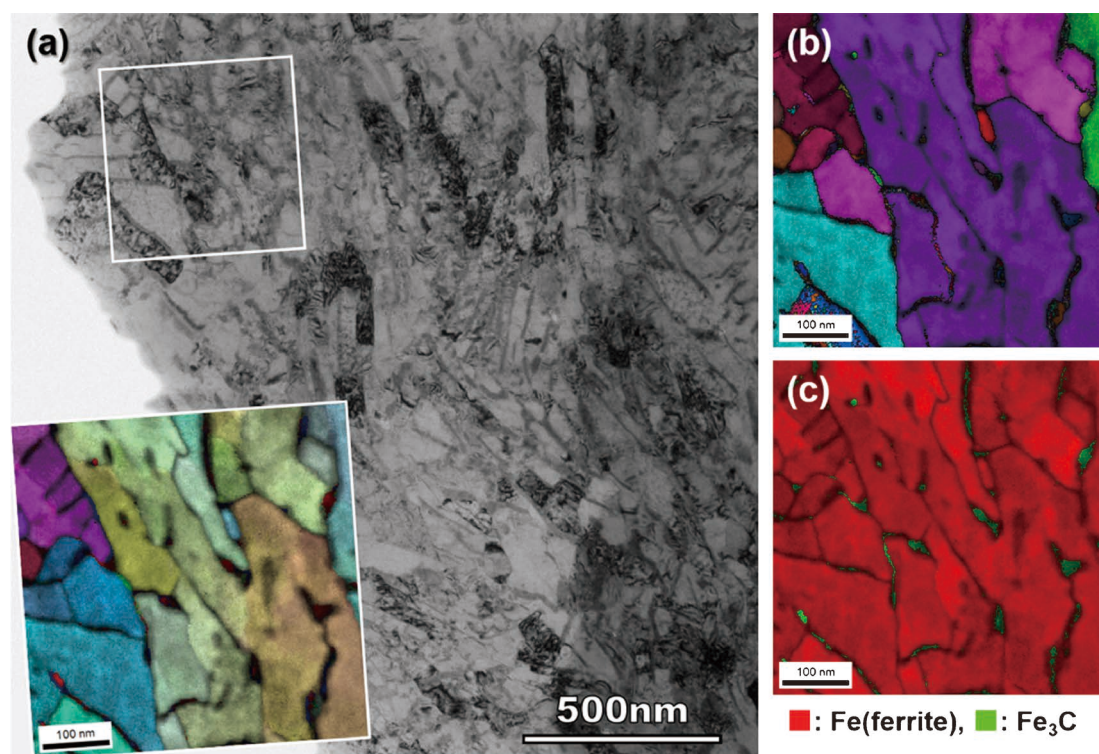


図10 (a)ピアノ線試料の TEM 明視野像. 白枠で示した ASTAR 測定領域の IPF マップを左下に表示. (b)ASTAR 測定領域を隣接するピクセルの方位差 5°で認識した場合の結晶粒マップ. (c)同じ領域のフェライトおよびセメンタイトの相マップ.

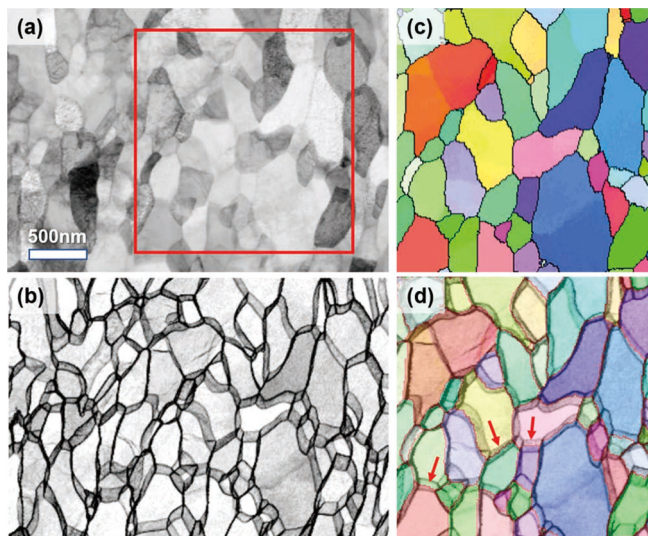


図11 Al_2O_3 試料の観察例．(a)TEM 明視野像，(b)相関度マップ，(c) (a)の明視野像上に赤枠で示した部分の IPF マップ，(d) (b)の相関度マップと(c)の IPF マップを重ねて表示したマップ．

えられる．

次に TEM 回折パターンは EBSD パターンとは異なり試料を透過した電子線で形成される．したがって複数の結晶粒が重なっている場合には，複数の回折パターンが重なった状態となる．テンプレートマッチング法による指数付けでは，前述のように幾つかの可能性がある結晶方位から最も Q 値が高いものを解として採用している．図11には E. Rauch より提供された Al_2O_3 試料の測定例を示す⁽¹¹⁾．(a)は TEM 明視野像，(b)には各ピクセルの回折パターンを上下左右のピクセルのパターンと相関を取り，その相関度を輝度にしたマップを示す．粒内では同じ回折パターンの比較となるので相関度は高く明るく表示され，粒界部分では異なるパターンが重なるので相関度は低く暗めの表示となる．この相関度マップを見ると粒界部分が広がっている部分が多数見られる．これは図12の模式図に示すように粒界が傾いていることを示している．幅の狭い線になっている部分は粒界が試料面に対し垂直に近い状態になっていることを示している．(c)には (a)の明視野像に赤枠で示した部分を ASTAR 法で測定した IPF マップを示す．粒界ははっきりと識別されていることが判る．この IPF マップに (b)の相関マップを重ねたものを (d)に示す．(d)では IPF マップの粒界は赤線で示した．粒界部がバンド状に広がって見えるところでは，赤矢印で示すようにバンド内で IPF マップの色が変化しているところが多数あることが判る．図12に示したような斜めの粒界では，プローブが位置により2つの結晶粒の回折パターンが重なるが，そのうち強度の高い方(つまり厚さの厚い方の結晶粒)がその点の方位として採用されていることになる．このため IPF マップでは粒界は明確な線となって現れるが，厚さのある試料なので実際の粒界は(d)図のようになっており，(c)図のように線で表現するのは中間的なところで割り

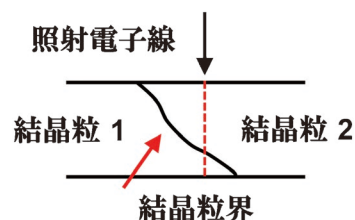


図12 幅広がりとなる粒界部の断面模式図．赤点線の位置では結晶粒 2 の結晶方位となる．

振っている状況であることは認識しておくべきであろう．このように TEM では，試料を透過した電子線を使用するため，得られたデータの中には，厚さに関する情報も含まれていることになる．

テンプレートマッチング法による指数付けでは，回折パターンのスポットの位置の一致具合を見ていることになる．これによりスポット位置の微妙な違いでも，識別できる場合が多い．次には X. Mu および C. Kubel らによってなされた測定でリチウムイオン電池に使用されている LiFePO_4 と FePO_4 を相同定した例を示す⁽¹²⁾．この2つの相はいずれも直方形で，表 1 に示すように格子定数也非常に近く，軸比の違いは a 軸の5.3%が最大である．この2つの相の同じ結晶方位のテンプレートを重ねたものを図13に示す．非常に似かよったパターンで，違いは僅かであるが，周辺部に行くほどズレが大きくなっていることが判る．実際に得られた回折パターンを指数付けした例を図14に示す．この回折パターンでは指数付けの結果はほとんど同じように見受けられるが，周

表 1 LiFePO_4 と FePO_4 の格子定数と各格子の軸比．

	a (nm)	b (nm)	c (nm)	α, β, γ
1. LiFePO_4	1.033	0.601	0.469	90°
2. FePO_4	0.981	0.579	0.478	90°
軸比 (1/2)	1.053	1.038	0.981	

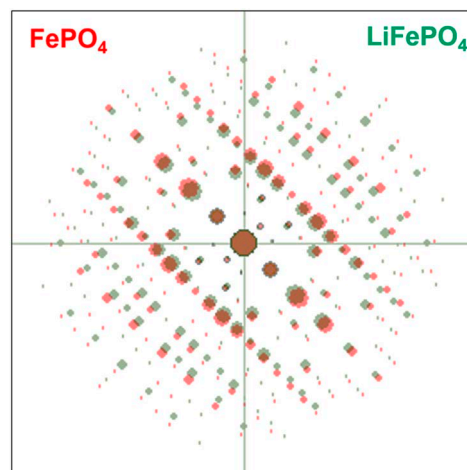


図13 LiFePO_4 と FePO_4 のシミュレーションパターンを重ねて表示した例．

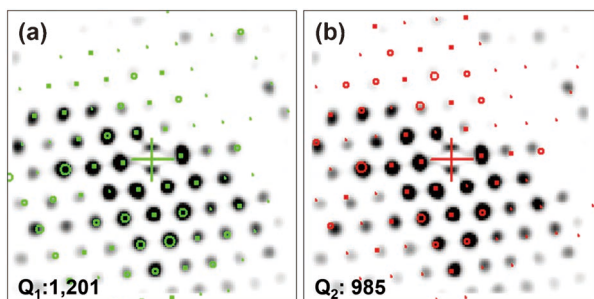


図14 取込んだ回折パターンを(a) LiFePO_4 として、(b) FePO_4 として指数付けした場合の例．この場合は LiFePO_4 と認識される．

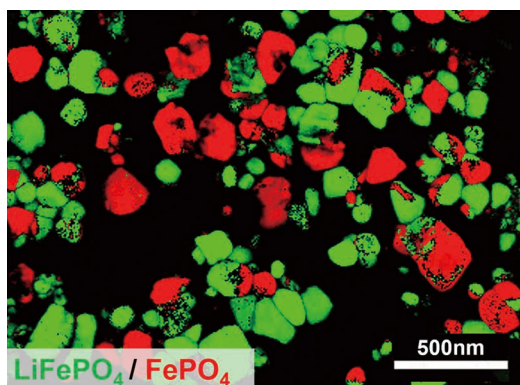


図15 $\text{LiFePO}_4/\text{LiFePO}_4$ 混粒の試料の相マップの例．

辺部になると FePO_4 として指数付けした方のずれが大きくなっていることが判る．この指数付け結果の Q 値は、 LiFePO_4 として指数付けした場合は1,201で、 FePO_4 の場合は985であった．したがってこの回折パターンは LiFePO_4 から得られたものと判定される．このような回折パターンの指数付けでは、より周辺部の回折スポットが得られていることが重要となるため、PED法の適用が非常に有効となる．このPED法を用いて測定した相マップを図15に示す．この2つの結晶の違いは前述のように僅かではあるが、ほぼ完全に分離できていることが判る．これはテンプレートマッチング法が、このような微妙な違いの回折パターンの識別にも有効であることを示している．

6. 回折パターンのデコンボリューション

テンプレートマッチング法による指数付けでは、複数の回折パターンが重なった場合でも指数付けが可能なのは前述した通りである．この特性を利用して E. Rauch らが行ったマルテンサイト中の $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ 析出物の同定を行った例を次に示す⁽¹³⁾．図16(a)にはマトリクスと析出物が混在した回折パターンを示す．この回折パターンをマルテンサイトとして指数付けした場合と、 $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ として指数付けした例を図16(b)と(c)に示す．この場合はマルテンサイトからの回折スポットが強いので、マルテンサイトとして指数付けした場合

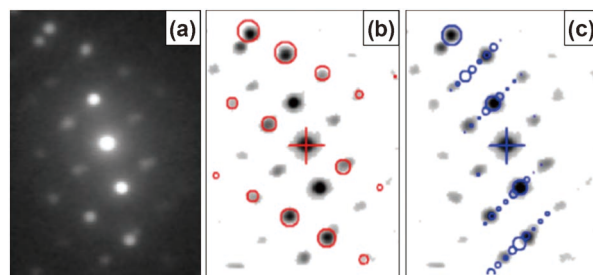


図16 (a) $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ 析出物を含むマルテンサイト相からの回折パターン、(b)マルテンサイトとして指数付けした例、(c) $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ 相として指数付けした例．

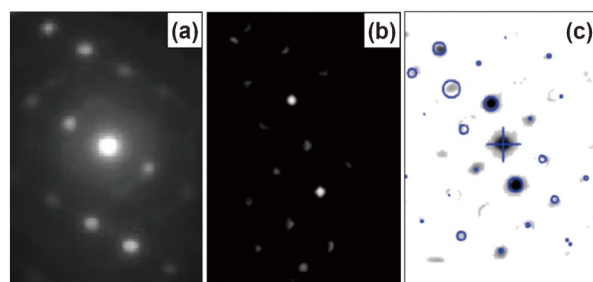
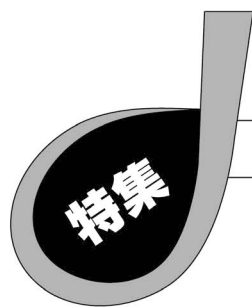


図17 (a)マルテンサイトを平均化した回折パターン、(b)図16(a)から図17(a)の回折パターンを差引いた回折パターン、(c) (b)の回折パターンを $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ 相として指数付けした例．

は特に問題は無いが、 $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ として指数付けした場合には、マルテンサイトからのスポットも $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ 相からのスポットとして指数付けしようとするため処理がうまくできず、間違った結晶方位の指数付けとなっている．図16(b)の指数付けによりこの結晶粒のマルテンサイトの回折スポットがどこに生じるかはテンプレートの情報から知ることができる．この情報を基にマルテンサイトのみと思われる部分の回折パターンを平均化した回折パターン図17(a)を得ることができるので、これを取り込んだ回折パターン図16(a)から引き算する．この処理により $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ の回折パターンが含まれている場合は、その回折パターンが残ることになる．この様子を図17(b)に示した．この回折パターンを $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ として指数付けした例を図17(c)に示す． $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ として良好に指数付けされていることが判る．このようにしてこの試料の指数付けを行った例を図18に示す．(a)はマルテンサイトと $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ の2相で指数付けを行った場合のマルテンサイト相のIPFマップを示し、(b)は前述の方法でマルテンサイト相の回折パターンを削除したうえで $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ として指数付けしたIPFマップである．(a)のマップで黒く抜けている部分は、もともと $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ からの回折パターンが優勢だった部分である．しかし(b)の $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ マップではそれよりもはるかに多くの部分が $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ として指数付けされている．これらの部分はマルテンサイトのマトリクス中に埋もれている $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ で、そのままではマルテンサイトの回折パターンが優勢となるため $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$ が存在するにもかかわらず、マルテンサイトとして指数付けされてしまった部分である．このようにテン



(b)



TEM トモグラフィ

古河 弘光*

1. はじめに

今世紀の初頭くらいから透過型電子顕微鏡 (Transmission Election Microscopy 以下 TEM) の技法の 1 つにトモグラフィ (tomography) が加わり、今日では電子線/EB トモグラフィ、電顕/EM トモグラフィ、TEM トモグラフィ等といった名称で広く知られるようになりました。本稿ではこの TEM によるトモグラフィ (以下 TEM トモグラフィ) について、実践的なノウハウを中心に解説いたします。

“電子線”あるいは“電顕”+“トモグラフィ”というキーワードであれば、走査型電子顕微鏡 (Scanning Election Microscopy 以下 SEM) で撮影した連続切片像から三次元を構築するアレイ (Array)・トモグラフィや FIB-SEM トモグラフィと呼ばれる手法もありますが、“物体を透過した信号を計算することで内部構造の再構成を行う”という狭義のトモグラフィの概念から外れていることから対象外としました。

また、トモグラフィの基本理論や三次元データの可視化、特定の分野への TEM トモグラフィの応用に関しては、本特集でもそれらを専門とされている執筆陣が控えておられますのでここでは掘り下げません。

改めて述べるまでも無く、トモグラフィが最も応用されている事例は CT (Computerized Tomography) の略称で知られる X 線を用いたトモグラフィで、その強力な透過力を活かし、生体はもちろん美術品や大型の機械装置まであらゆる物体の内部構造を非破壊で観察することを可能としています。それに比べ電子線の透過力は遙かに弱く、また高真空中にある試料しか観察できないという制約はありますが、ナノメートルという微細スケールで三次元構造を直視できる手法として、生命科学、材料科学といった分野で活用されています。

2. TEM トモグラフィの手順とソフトウェア

TEM は文字通り試料を電子線で透かし観る装置で、電子線の波長が可視光より遙かに短いという特性から光学顕微鏡の数千倍という高い分解能での観察・撮影を可能としています。この TEM を使って試料を多方向から撮影し、撮影画像の三次元再構成及び、三次元構造の観察を計算機と専用ソフトウェアによって実行する、というのが TEM トモグラフィの手順となります。

前半の撮影プロセスは試料の同一視野の撮影を傾斜角度を変えながら繰り返すという単純なもので、TEM には視野の移動を伴わずに試料の傾斜角度を変えることができるユーセントリックという機能を備えたゴニオメータ (試料の位置、角度を調整する機構) が標準で装備されていますので、TEM トモグラフィの導入に際しては装置自体の改造や付加装置の購入は不要です。

ただ、TEM で常用されている倍率となるとその視野は数 nm から数 μm というスケールですので、いくら高精度の機構であっても試料を傾斜すれば視野が移動することになります。また試料の見掛けの厚さが変わる事で焦点位置も外れてしまいます。これらの調整を試料の傾斜の度に手動で行い、撮影を繰り返す作業は結構な労力です。そこで、各部が電子制御となった新しい設計の TEM では連続傾斜像の撮影には専用のソフトウェアを使用することがほぼ常識となっています。

これに加えて、三次元再構成や三次元構造を観察・解析する各種ソフトウェアも TEM トモグラフィに特化した形で商品化・シェアウェア化され、TEM メーカーからもそれらを統合したソフトウェアパッケージが販売されていますので、装置に合わせたシステムを導入することが TEM トモグラフィ

* 株式会社システムインフロンティア 代表取締役 社長 (〒190-0012 東京都立川市曙町 2-8-3)
TEM Tomography; Hiromitsu Furukawa (President & CEO, SYSTEM IN FRONTIER INC., Tokyo)
Keywords: electron beam, tomography, transmission electron microscope, 3d-reconstruction
2021年 8 月19日受理 [doi:10.2320/materia.61.35]

の準備の第一歩となります。

3. TEM トモグラフィの実践にあたって

筆者は特定の分野の研究者ではなく、こうした TEM トモグラフィ用のアプリケーションソフトウェアの開発・販売を行っている会社の代表で、TEM トモグラフィの導入や応用に関するコンサルティングやサポートをさせて頂いています。20年程前に世界に先駆けて TEM トモグラフィ用の商用ソフトウェアを企画・開発して以来、世代や加速電圧の異なる装置で、生物・材料分野の多様な試料における三次元構造の観察を様々な国や地域のお客様と行ってきました。そうした経験を通して“TEM トモグラフィの撮影及び再構成において、その成否の80~90%はソフトウェアを起動する前に決まっている。”という持論に至りました。

ソフト屋の社長がこんなことを特筆大書すると失笑・苦笑されるのは当然と思われますが、つまりは、正確な三次元構造を観察するには試料の調整や装置の設定を TEM トモグラフィに適するように工夫する事が重要である、と考える次第です。

もちろん TEM トモグラフィは TEM の技法の一つですから、その試料の作成方法も装置の操作も培われてきた技術・知見の延長線上にありますが、試料が厚くなること、試料を大きく傾斜すること、同一の視野に対して百回以上の撮影を行う、という三点において少々の配慮をして頂く必要があります。

4. 試料の傾斜とその調整

TEM トモグラフィの撮影は連続して試料の傾斜角度を変えながら撮影を行うだけと既に述べました。ここで、トモグラフィの原理を忠実に適用するのであれば、一つの傾斜軸に対してあらゆる角度からの透過像が必要とされますので、試料を $+90^\circ$ から -90° の範囲で傾斜して撮影することになります。

しかし、TEM トモグラフィでは、TEM のゴニオメータこそ垂直までの傾斜に対応しているものの、試料やその保持機構の物理的制約によって傾斜可能な角度範囲が制限されるという本質的な問題があります。

では実際、TEM トモグラフィにおいて必要十分な傾斜角度はどれくらいになるのでしょうか？ここでは、試料を柱状に加工することで傾斜角度の制約を取り払うという、東北大学の陣内教授らの研究⁽¹⁾の成果を参考にさせていただきます。まず、図1の様に FIB を使ってジルコニア粒子を樹脂中に分散させた試料を柱状に加工してから、先端を切り落とした試料ホルダに接着することで、 $+90^\circ$ から -90° における連続傾斜像の撮影を実現しています。

そうして得られた連続傾斜像の一部を使って再構成を行い、傾斜角度の制限が再構成結果にどう影響するかを示したのが図2です。

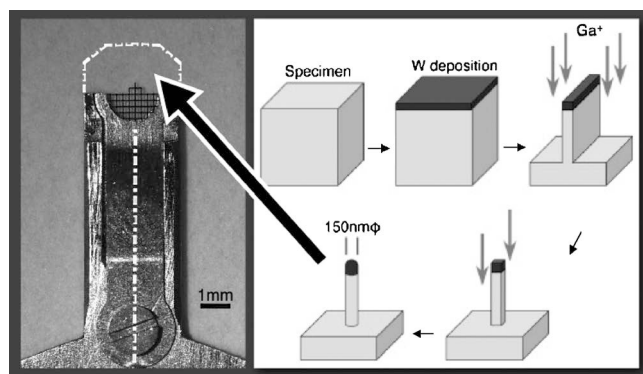


図1 試料の柱状加工⁽¹⁾。

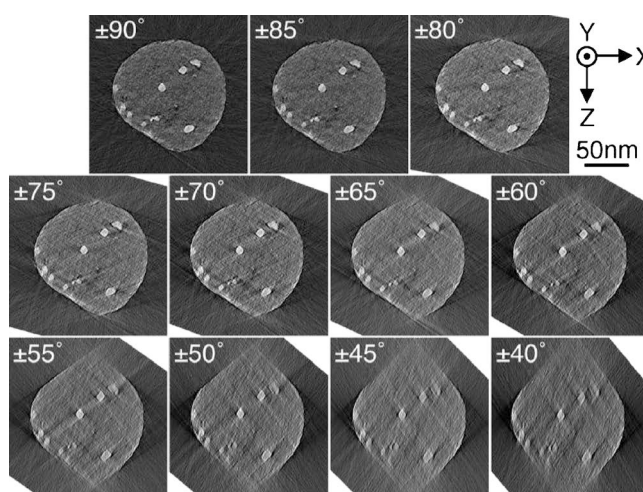


図2 傾斜角度の範囲と再構成結果⁽¹⁾。

この図において左上の画像は全周分の連続傾斜像を使った再構成結果で、傾斜軸が紙面に垂直となる断面を表示しています。再構成に使う連続傾斜像の範囲を $\pm 90^\circ$ から $\pm 40^\circ$ まで 5° 毎に減らしていくと樹脂中の粒子の断面形状、試料の外形共に、徐々に上下に引き延ばされその境界も曖昧になっていく様子が観察されます。どれくらいの傾斜範囲まで許容できるかという判断に明確な基準はありませんが、この試料の形状であれば大凡 $\pm 65^\circ$ くらいまでは傾斜させないと、正しい三次元構造が再現されていないと言えます。

それでは実際に、試料を最大 $\pm 65^\circ$ 傾斜させた状態での撮影を行うために考慮すべき点について以下に説明します。

(1) 試料の調製①：ホルダ

既に述べた通り TEM のゴニオメータ自体は高傾斜が可能なので、TEM メーカーの純正品やホルダメーカーのカatalogを覗けば $\pm 60^\circ \sim \pm 80^\circ$ の傾斜を可能とする試料ホルダを見つけることができると思います。

但し、TEM の電子レンズのタイプによって使用の可否があるので注意が必要です。図3は日本電子株式会社製の高傾斜用ホルダ先端部分のイラストです。右が超高分解能タイプのレンズ用で左が一般用です。超高分解能タイプの電子レン

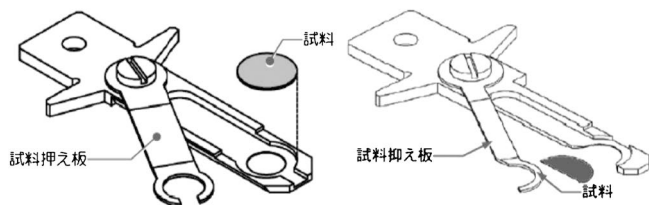


図3 高傾斜用ホルダの先端部(図版提供: 日本電子株式会社).
(左: 一般用 右: 超高分解能用)

ズの場合, 対物レンズの磁片の隙間 (polepiece gap) が試料グリッドの径である 3 mm よりずっと小さい為, ホルダの先端をいかに工夫しても傾斜させることは物理的に不可能になります. このため, 半裁したグリッドをホルダに載せることになりますが, グリッドを巧い具合に切断するには慣れが必要ですし, なにより半分に切ってしまったグリッドではホルダ上で回転できませんので, 観察対象の形状に合わせて傾斜方向を最適化したいという場合の対応が出来なくなります.

(2) 試料の調製②: グリッド

ホルダに続きグリッドの選択にも配慮が必要です. 図4で示した様に, 試料の傾斜角度を大きくしていくと試料がグリッド自体の影に入り観察可能なエリアが狭くなっていく様子が分かります.

この影響を抑えるために, TEM トモグラフィには図5で紹介している様な開口面積の大きなグリッドの使用をお奨めしています.

ただ, そうした目の粗いグリッドや単孔のグリッドだと支持膜が破損し易かったり, 試料が不安定になりやすいので注意が必要です. また, スリット状のグリッドは, スリットの長手方向がホルダの中心線に直交するように配置することで高傾斜まで視野を確保できますが, グリッドを半裁した際と同様に傾斜方向の調整の自由度は失われます.

(3) 試料の調製③: 支持膜

グリッドの目より試料が小さい場合には支持膜が必要になりますが, 粉体や粉碎した試料の観察によく使われるマイクログリッドと呼ばれる網目状の支持膜は TEM トモグラフィとの相性は良いとは言えません. こうした支持膜を使う場合, 通常は網目の穴部分に突き出した試料を観察領域としますが, グリッドの選択の話と同じ様に傾斜していくと網目構造そのものが遮蔽物になってしまいます.

(4) 試料の調整④: 厚さ

試料がマイクローム切片の場合, 目的の構造が含まれるくらいの厚さで切り出すことが前提となりますが, その一方で電子線が透過できる厚さでなければなりません. 切片形状試料を傾斜すると, 電子線が通過するパス, 即ち見掛けの厚さ, は傾斜角のコサインの逆数となり, 切片の厚さに対して 60°で2倍, 75°で約4倍と増加しますのでこの点を考慮して切片の厚さを調整する必要があります.

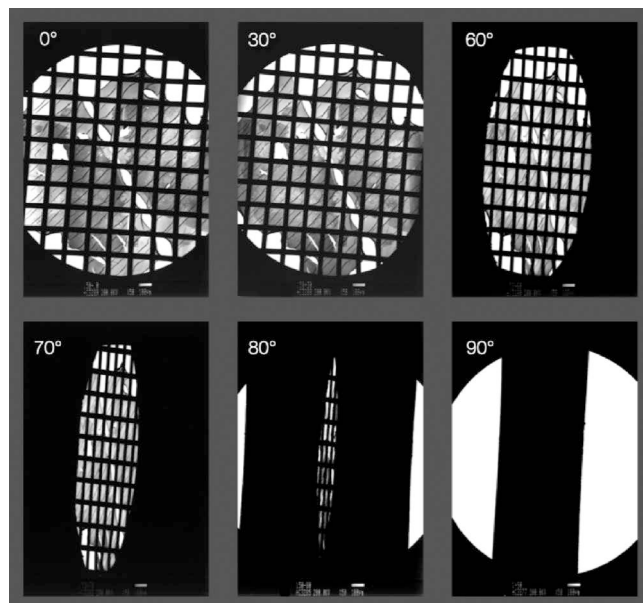


図4 試料の傾斜と観察可能エリアの変化.

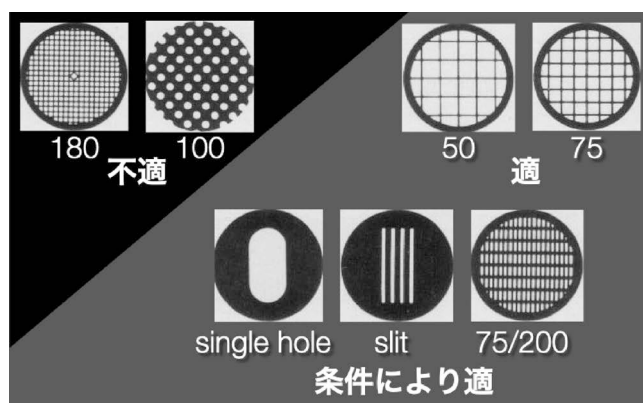


図5 グリッドの形状と TEM トモグラフィとの適性.

ちなみに筆者の経験では, 三次元再構成結果から計測される切片試料の厚さは製作者の意図と比べて30-50%くらい薄くなっていることがほとんどです. これは, 電子線によって切片が収縮することと, ミクロトームという装置の特性の両方に原因があると考えています. (電子線の照射による試料の厚さの変化に関しては, 久留米大学の太田教授らの論文⁽²⁾中にある写真が解りやすいと思います.)

電子線照射に伴う試料の変形は不可避ですが, 連続傾斜像の撮影を開始する前にビームシャワー等である程度試料の変形を落ち着かせることで安定した撮影が可能となります.

(5) 試料の調整⑤: 染色

通常, 生物組織や高分子等の試料は, そのままでは十分なコントラストが得られないので, 重金属を吸着させることで染色を行います. 特に TEM トモグラフィは内部構造の再構成が目的ですから, 切片の表面だけでなく内部まで十分に染色されている必要があります.

しかし試料内部の染色状態を把握するのは難しく、実際に染色が不十分だった為に三次元再構成が終わってみると表面だけで“餡子のない最中”の様な結果が得られた経験も少なくありません。反面、染まりすぎると電子線の透過が悪くなり高傾斜時の撮影が難しくなりますので、試料の材質、構造といった特性に合わせた塩梅を経験から得て頂く他はありません。

クライオ試料等で染色ができない場合は、画像処理に必要なコントラストが得られない事が多く、自動での撮影は難しくなります。しかし、比較的低い(ゴニオメータの機械的な再現性が期待できる程度)倍率であれば、各傾斜角度における視野及び焦点の移動量をあらかじめ計測しておき、撮影時にそれを参照することで自動撮影を行うといった機能を搭載したソフトウェアもあります。

また、金粒子等をマーカーとして試料に混載する方法も良く知られていますが、こうしたマーカーは再構成結果に悪影響を及ぼす可能性がありますので使用時には注意が必要です。

(6) 試料の調整⑥：導電コート

樹脂等、非導電体の切片試料の傾斜角度を大きくしていくと試料が周期的な動きを見せることがたまにあります。いわゆる電荷の蓄積によるドリフトなのですが、既に述べた様に試料を傾斜することで試料の見掛けの厚みが増して電荷が蓄積しやすくなるため発生していると考えられます。こうした場合は、カーボン等、導電性を高めるコーティングを施すことが一般的ですが、TEM トモグラフィの場合は、これを試料の両面に行うとより安定します。

(7) 試料の調整⑦：形状

いままで、主に切片やバルクの試料でTEM トモグラフィを行う際のポイントを説明させて頂きましたが、TEM トモグラフィに向いていると考えられる他の形態の例を紹介します。

(a) レプリカ：傾けても厚さの変化が小さいので高傾斜が可能で、像のコントラストも高く、撮影も容易なことが多いです。更に再構成結果も立体的で見栄えがするので装置やソフトウェアのデモ等にもよく使われます。ただ、試料自体に内部構造が無いので物体内部を再構成できるというTEM トモグラフィの特徴は活かせません。

(b) パーティクル：材質にもよりますが、200 nm くらいまでの粒径のパーティクルやフラグメントは比較的疎な状態で支持膜上に分散できれば高傾斜可能で理想的な撮影が出来ます。

(c) ファイバー：パーティクル同様に分散の状況次第で高傾斜が可能です。複数のファイバーが絡まった状態を撮影する際は傾斜しても他の凝集体と重ならない視野を探します。ファイバー1本を高倍率で撮影する際は、グリッドを回転させてファイバーの方向を傾斜軸に近づけると良好な結果が得られます。

(8) 試料の調整⑧：金属材料

金属試料をTEM で観察する場合は、研磨やミリングといった方法で調整された極薄い部分を観察しますが、試料の傾斜後厚さや形状の変化が大きく、TEM トモグラフィとの相性は良くありません。

最近ではFIB で棒(針)状に加工した試料を、専用のグリッド(Omniprobe 社製等)を使って真空中に突き出させてトモグラフィを行う方法が主流になりつつあります。棒状の試料の長手方向と傾斜軸を合せば、傾斜角度による試料の厚さの変化がありませんので高角度での撮影が可能となりますが、傾斜方向に垂直な画像情報が少ないためアライメントの精度が十分でないという欠点があります。

これを避けるために、棒状の試料を支持膜付きの通常メッシュの上に置いて撮影し、アライメントに支持膜のコントラストを利用することで理想的な再構成が可能となります。

5. TEM の 設 定

調整した試料ホルダをTEM にセットした後は、TEM トモグラフィに向けた装置設定を行っていきます。

(1) TEM の設定①：倍率

ここで適正な倍率について説明する前に、TEM トモグラフィが適用できる倍率の上限と下限について考察します。

まず上限ですが撮影された画像のスケール情報(nm/pix.)が各装置の仕様書に記載された点分解能(200 kV の LaB6 機で0.2 nm/pix. 程度)と同じになる辺りと考えられます。これはカメラが蛍光板の下に設置されている構成で、150 k から200 k 倍程度となります。(一部機種を除く¹⁾日本電子製TEM の倍率表示において、顕微鏡メーカーによってこの倍率の表記がまちまちなので注意が必要。)

これ以上の倍率での撮影になると、撮影画像の解像度がTEM の光学分解能を上回ってしまい、撮影画像1 pix. に有意な情報が含まれない場合が生じることになります。そのため、ソフトウェアでの位置合わせや焦点調整の動作が不安定になります。仮に、手動での撮影を行ったとしても、上限倍率で撮影した画像をデジタル処理で引き延ばした以上の画質は得られないことになります。

反対に倍率の下限ですがこれは試料の厚さで規定されると考えられます。即ち、試料の厚さが200 nm の時に画像のスケール情報が10 nm/pix. 程度の倍率で撮影したとすると、再構成される三次元像のZ方向のピクセル数は20 pix. となります。X-Y 方向が1000 pix. ないし2000 pix. に対してZが20 pix. 程度という結果が三次元データとして有効なのか疑問になりますが、だいたいこの辺りが下限になると考えて良いと思います。これは、先ほどと同じくカメラが蛍光板の下に設置されている構成の場合で1500倍から2000倍に相当し、ほぼ通常観察モードの下限倍率とも一致するので特に配慮する必要はありませんが、カメラが蛍光板の上に設置され

ている場合は下限の倍率について意識する必要があります。

上記の範囲内で適当な倍率を選択しますが、目安は試料を傾斜しない状態で、撮影範囲の上下、左右をそれぞれ三等分したラインで構成される中央部のセクションと三次元観察したい関心領域がほぼ同じか、少し大きくなるくらいの倍率が基準となります。これは、傾斜に伴い予期しない構造が現れる可能性に備える目的の他、撮影後の連続傾斜像を処理する際の回転等の自由度を持たせる為でもあります。

(2) TEM の設定②：絞りと照射条件

TEM の操作に習熟した方であれば、像質の改善や試料保護の為に観察に適した絞りを選択されると思いますが、TEM トモグラフィで自動撮影を行う場合は多少像質が低下しても視野に余裕を持たせる事を優先して、大きめの絞りあるいは開放での撮影をお奨めしています。同様に、蛍光板上のビーム径も撮像素子に対して十分に大きめにしておくことが好ましいです。その理由は、自動撮影では結像位置や焦点の調整の為に偏向系のコイルや照射系・結像系のレンズを制御しますが、これらの条件が大きく変化した際にビームや絞りの端が撮影エリアに入り込んでしまうことを避けるためです。もちろん、ソフトウェアにはビームの中心を維持する仕組みや、絞りの影が検出されたら警告する機能が備わっていますが、安定した連続傾斜像の撮影を行うために TEM 側の設定でゆとりを設けておくことは極めて有効です。

“像質に妥協するのは TEM 屋の矜持に反する”という方もおられるとは思いますが、通常 TEM の撮影は一つの視野で最良な一枚を撮影できれば成功であるのに対して、TEM トモグラフィの撮影は $\pm 60^\circ$ とか $\pm 70^\circ$ といった範囲で均質な画像を撮影することが目的となります。傾斜していない時の画質だけ素晴らしくても高傾斜時に有意な撮影が出来なくては意味がありません。これは試料へのコーティングや支持膜の選択においても言えることです。画質が悪くなると敬遠されがちな厚めのコーティングや穴無しの支持膜も TEM トモグラフィにおいては、画質以上のメリットをもたらす場合があります。

(3) TEM の設定③：加速電圧

既に述べてきたように、TEM トモグラフィの撮影において透過力は重要なファクタです。したがって加速電圧は使用する TEM の最大電圧が基本となります。ただ、電子線損傷を受けやすい試料の場合は撮影が可能となる電圧まで下げざるを得ません。この場合でも、コーティング等の処理で試料の強度をコントロール出来るなら可能な限り高い加速電圧を選びたいところです。

撮影の際の露出も同様です。高傾斜時を想定すれば、なるべく明るい条件が望ましいのですが、ビーム径が小さくなり過ぎることや、撮影途中で試料が焼損してしまうことは避けなくてはなりません。

(4) TEM の設定④：撮像モード

TEM トモグラフィを TEM モードで行う方が良いか STEM モードで行う方が良いかという質問を受けることが多くあります。

STEM のメリットは一点に収束された電子線による強い透過力と暗視野像による回折コントラストの低減、それと引き換えのデメリットはコンタミネーションの付き易さです。本特集の後編で九州大学の波多教授が STEM トモグラフィについて専門的な記事を書かれていると思いますので、ここでは TEM/STEM の使い分けに対する私見だけ述べさせて頂く事とします。

試料がさほど厚くない場合、試料の特性がよく分からない場合はまず TEM モードで連続傾斜像の撮影を試みてください。試料を傾斜させると TEM モードでは観察できなくなるくらい試料が厚い際には STEM の明視野像に切り替えて撮影を、結晶性の試料で回折コントラストの影響が大きい場合には、STEM の暗視野像で撮影というのが私の選択基準です。

ちなみに、STEM モードの場合は再構成時に像を回転させる必要が無いので、先に説明した TEM モードでの倍率の基準より少し高めの倍率で撮影してかまいません。

6. 撮影ソフトウェアの設定

TEM の設定が終わったら、いよいよ自動撮影ソフトウェアを使用しての連続傾斜像撮影となります。もちろん、ソフトウェアによって異なりますが、ここで留意すべき点は撮影時の画素数と傾斜における角度の間隔程度です。

(1) 撮影ソフトウェアの設定①：撮影画素数

撮像素子の画素数は増える一方で、最近では 16 M pix. (4096 pix. $\times$ 4096 pix.) 相当が一般的になりました。もちろん、そのままの画素数でも撮影を行う事は可能ですが、再構成や可視化の処理を通常の PC で行う事を考えると現状では 4 M pix. (2048 pix. $\times$ 2048 pix.) 程度の画素数での撮影が画質と効率のバランスが良いと考えています。

16 M pix. の撮像素子で 4 M pix. の撮影を行う場合、撮像素子全面を使ってビニング (binning) 機能で画素を少なくする方法と、撮像素子の中心部のみをクロップして使う方法があります。撮像素子が CCD だった頃は感度を上げる目的で前者が主流でしたが、撮像素子が CMOS となった今日では、後者の方が TEM のイメージサークルを無駄に広げること無く高倍率の撮影ができるので有利です。

(2) 自動撮影ソフトウェアの設定②：傾斜角度の間隔

傾斜角度の間隔は 1° が基本です。ソフトウェア的には 1° 未満の設定も可能ですが、その場合、設定角度に対する機械的な応答性は TEM の機種や個体差に依存すると考えられます。

試料のダメージやコンタミネーションが心配される場合は、間隔を大きくして撮影枚数を減らしますが、それも 2° 程度までが目安です。それ以上の角度だと情報量が不足しますので再構成時に後述する代数的解法を選択する必要があります⁽³⁾。

生物分野からのニーズでサクストン・スキーム(saxton scheme)という角度設定があります。これは、傾斜角度に応じて角度の間隔を連続的に変化させる方式なのですが、前提としているモデルが二次元形状の射影なので、ごく薄い試料を低倍率で観察する場合以外の使用は適切ではありません。

7. 三次元再構成

撮影が終わったら、連続傾斜像のファイルを三次元再構成用のソフトウェアに読み込んで処理を進めていきます。

(1) 三次元再構成①：アライメント

三次元再構成は多数(～150枚程度)のTEM画像(二次元)を入力して立体構造(三次元)を計算するプロセスですが、実際は図6に図説するように、各TEM画像から傾斜軸に直交する同じ位置の直線成分(一次元)を取り出し、それらから一断面の再構成を実行、その処理を傾斜軸に沿って繰り返す行いうことで三次元を積み上げるという手順になります。このため、各画像上における傾斜軸の位置を正確に知る必要があります。

X線CT装置では線源と検出器の軌道は装置側で固定されていますので傾斜軸の位置は既知情報となります。

一方、TEMの場合は、ゴニオメータの構造的にも、傾斜後に視野を調整するプロセスがあることから、傾斜軸の位置に関する情報は装置側では決められません。よって、連続傾斜像を解析することで傾斜軸の位置を求めなくてはなりません。こうした解析を行うことをTEMトモグラフィではアライメント(alignment)と呼んでいます。

実は、撮影後の処理においては、このアライメントが一番重要かつクリティカルです。その理由は、アライメントの結

果次第で再構成される断面形状が大きく変わってしまうにもかかわらず、アライメントの良否の評価が難しい点にあります。アライメントが再構成結果に及ぼす影響を図7に示しています。

アライメントの評価を容易にするため、試料にマーカを配置する方法もありますが、マーカ自体が測定中に移動したり、試料の収縮の影響を受ける事もありますので絶対的な指標とはなり得ません。なによりマーカ自体が再構成結果にノイズ(アーチファクト)を生じさせる原因となりますから、使用する場合には粒径や分散の具合に十分な注意が必要です。(一応、そうした影響を抑える機能を有するソフトウェアもありますが、試料レベルでの配慮ができればそれに越したことはありません。)

(2) 三次元再構成②：解析的解法による再構成

透過信号から断面が再構成される原理は1917年に数学者Johann Radonによって証明されたラドン-逆ラドン変換対で説明されます。TEMトモグラフィにおいては傾斜を伴う試料撮影がラドン変換に相当しますので、撮影した連続傾斜像に対して逆ラドン変換を行えば元の試料の構造が戻せることになります。

ここでは数式を使った解説はいたしません。逆ラドン変換で一断面を再構成するには、一次元のFFTを撮影枚数と同じ回数、二次元のIFFTを1回行うだけです。非常に高速に演算を実行することができます。

それぞれの変換の物理的作用からラドン変換をプロジェクション(投影)、逆ラドン変換をバックプロジェクション(逆投影)と表すことも多く、逆ラドン変換が積分式であることから、この再構成方法は解析的解法とも呼ばれています。

解析的とはいえ、実データを使って計算する場合には積分ではなく、撮影ステップ毎の離散的な処理になってしまいます。このためフーリエ空間で周波数の均衡が崩れてしまい、図8で示した様に高周波数成分を持ち上げるハイパスフィルタを使った補正が必要になります。

こうしたフィルタ処理が含まれる事から、トモグラフィで行われるバックプロジェクションは、フィルタードバックプ

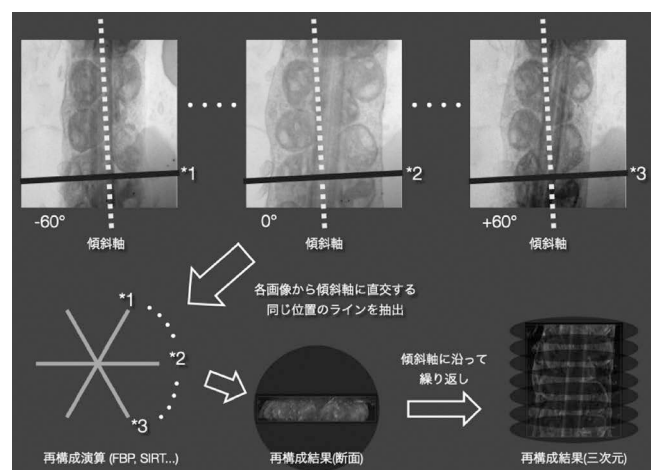


図6 再構成のプロセス。

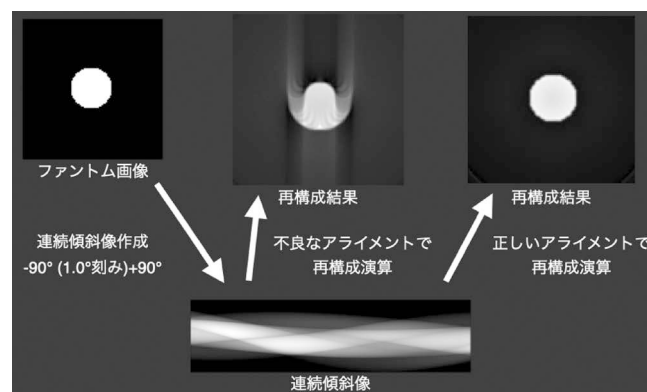


図7 アライメントの良・不良と再構成結果。

ロジェクション (Filtered Back Projection, 以降 FBP) と呼ばれています。まれに filtered ではなく weighted と表現して WBP と呼ばれていることもあります。処理内容は同じです。逆ラドン変換を忠実に計算機用に最適化したとも言える処理で、高速演算が可能です。CT の商用機において半世紀以上もの間、主流の再構成方法とされています。

(3) 三次元再構成③：代数的解法による再構成

医療用の CT 装置開発においては、低線量、高速スキャンといったニーズに対応すべく、S/N 比の悪い信号や少ないプロジェクションでも高画質の再構成ができるよう、FBP に代わるアルゴリズムが研究されてきました。(本特集でも筑波大学の工藤教授が専門的な解説を書かれておられると思います。)

すでに非常に多くの解法が提唱されていますが、基本となる考え方は共通で、再構成したい断面を未知数の行列とし、この行列のプロジェクションと実際に撮影されたプロジェクションの比較を行い、その結果を未知数の行列に反映、再び、その行列のプロジェクションと実際に撮影されたプロジェクションを比較するという手順を繰り返し、両者の差が無くなれば、未知数の行列が解けた (= 再構成ができた) とする方法で、逐次近似法とか反復法と呼ばれます。また、行列演算を使うことから先の解析的解法に対し、こちらを代数的解法と区別しています。

比較や反映方法の多様性から、多くの名称のアルゴリズムが存在し、いずれも原理的に演算時間が FBP の数十~数千倍と非常にコストの高い演算となりますが、計算機の性能向上、特に GPU を使った並列演算技術の進歩でその欠点が解消されつつあります。

また、統計力学の手法や各種の先見情報を加味することでより性能を高めたとされるアルゴリズムが次々と発表されており、目的と手段がマッチすれば良い結果を期待できます。

対象物のあらゆる角度から数千回ものスキャンを行える X 線 CT の場合、通常の条件であれば FBP で十分な画質が得られますが、プロジェクション数が CT の 1/10 以下で、傾斜角の制限もある TEM トモグラフィでは、FBP が適用出来るぎりぎりの条件であるとも言えます。従って、像質や撮影枚数が厳しい場合には、代数的解法を適用する必要があります。

ただ、いずれの代数的解法もアルゴリズムによってその指向とも云える特徴がありますので、データの特性に合わせて適切な解法を選択しなくてはなりません。以下、代表的な代数的解法による再構成の効果を紹介します。

(a) コントラストが低い試料

図 9 の試料は非晶質の水に包埋されたウイルスです。いわゆるクライオ試料で、試料保持部を液体窒素で冷却することで、凍った状態のままの試料を観察出来るホルダにセットしています。中央部の黒い小さなパーティクルは撮影の指標とするために配置したコロイド金です。アーチファクトの影響

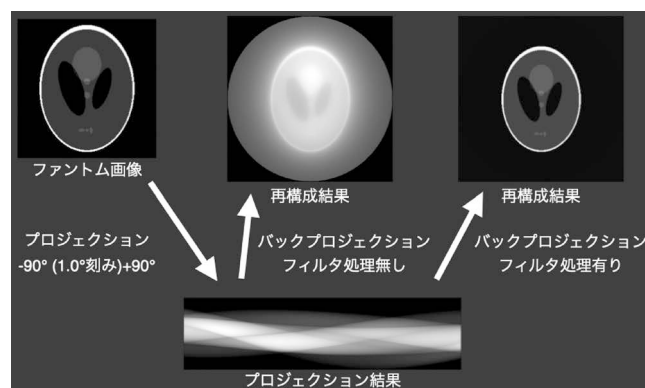


図 8 ハイパスフィルタ処理の有・無と再構成結果。

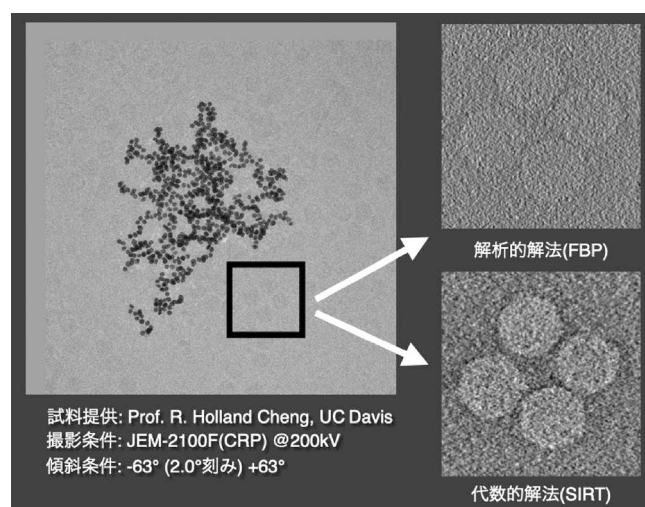


図 9 クライオ撮影されたウイルス。

を避けるためにコロイド金がない右下の正方形部分を再構成エリアとしました。TEM 写真を見て解る通り無染色の為、ウイルスのコントラストは非常に低くなっています。また、電子線による損傷を避けるために 2°ステップでの撮影と言う条件も重なり、FBP での再構成結果では目的のウイルスの形状はほとんど判別できません。

一方、代数的解法の一つである SIRT (Simultaneous Reconstruction Technique) で再構成した結果ではウイルスの形状がはっきり再構成できています。

(b) ハイパスフィルタの影響が顕著な試料

図10の試料は神経細胞の一部でニューロンの周りにオリゴデンドロサイトが巻き付いてミエリン鞘を形成している様子を捉えています。TEM 像では、バウムクーヘンの様な環状の層をなしているミエリン鞘がはっきり観察できますが、FBP で再構成を行うとミエリンの層が画面の水平と近くなる辺りの構造が消えて見えます。これは、FBP の計算過程で行われるフィルタ処理によって低周波成分の信号が弱まってしまった為に生じた結果です。代数的解法であればフィルタ処理は行われませんのでそういった影響は発生しません。

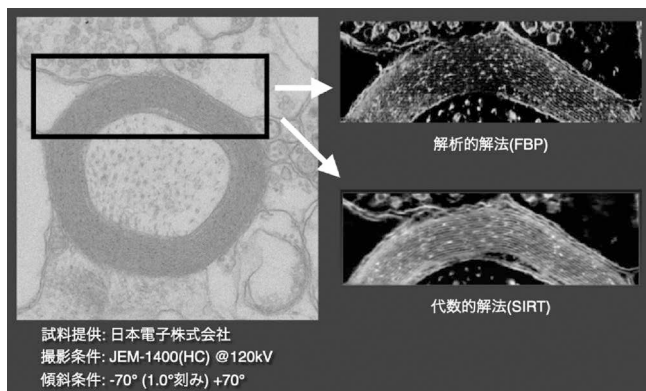


図10 ミエリン鞘の断面.

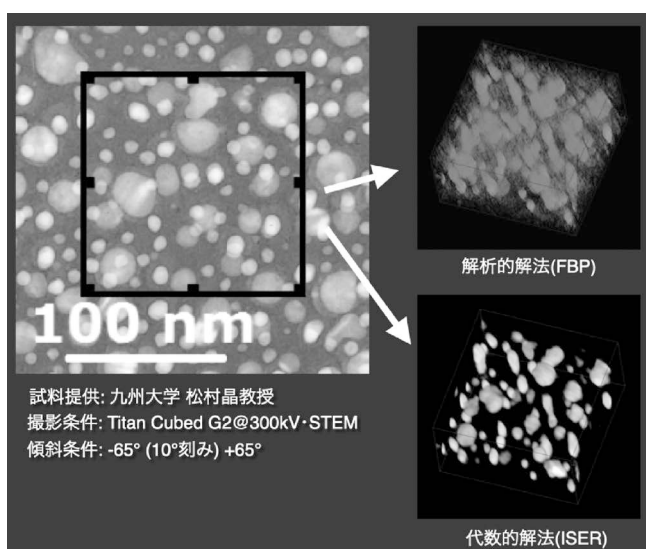


図11 Fe-Pt 粒子(撮影枚数14枚).

こうした方向に依存して再構成結果の一部のコントラストが消えてしまう原因が傾斜角度の制限による影響(ミッシングウェッジ問題)にあるとして、二軸トモグラフィの必要性のエビデンスとされることがありますがそれは間違いです。

(c) 撮影枚数が少ないケース

2013年から17年の4年間、九州大学、バージニア工科大学、大阪大学、筑波大学と弊社で、科学技術振興機構の先端機器開発プログラムの支援のもと、リアルタイム・トモグラフィ開発に取り組みました⁽⁴⁾。この時の課題の一つにトモグラフィの高速化に向けてどこまでプロジェクション枚数を減らすことができるか、というものがありました。この命題に対して筑波大学の工藤教授と共同で開発したアルゴリズムがISER(Iterative Series Reduction)です⁽⁵⁾。

圧縮センシング(Compressed Sensing)の原理を取り込み、少ない撮影枚数からの再構成を可能にしています。

図11では、 -65° から $+65^{\circ}$ まで 10° ステップで撮影した、わずか14枚の連続傾斜像から再構成を行った例を示しています。FBPによる結果ではノイズに埋もれてしまっている

FeやPtの粒子がISERの結果では明確に再構成されていることが分かります。

8. TEM トモグラフィに有効な画像・信号

海外での事例ですが、弊社の製品(TEMography™)を導入頂いた研究者が、反射電子像を使ったTEM トモグラフィの結果を学会で発表していたことがありました。原理的には反射電子や二次電子の画像ではTEM トモグラフィはできませんが、ソフトウェアの厄介なところは、入力する画像の物理的な意味にかかわらず、フォーマットさえ合っていれば処理ができてしまうところです。もちろん、そうして得られた結果は全くのデタラメであることは言うまでもありません。では、こういった画像がTEM トモグラフィに適用可能であるのか少し考察してみます。

トモグラフィとはX線や電子線が物体を透過する間に減衰する量をいろいろな経路上で計測することで、入射した波の通りにくさのマップを作成する事と言い替えられます。ですから、TEM トモグラフィの再構成ソフトウェアに入力できるのは、“試料を透過した像であること”、“吸収・散乱の状態を反映した像であること”という二つが条件になります。

TEM 像でも通常の吸収・散乱コントラストは問題ありませんが、位相コントラストでは再構成ができません。

同様に位相板を使ったコントラスト増強は、散乱・吸収以外の条件が反映されているので再構成結果の物理的な意味が不明です。

結晶性の材料で生じる回折コントラストは、TEM トモグラフィにとってはノイズです。最近では、試料を傾斜させながら撮影した回折像から立体構造を決定するマイクロEDが注目されていますが、当然、全く別の原理ですのでTEM トモグラフィ用のソフトウェアは使えません。

STEMの場合、BF像はTEM 像と同じ原理なので問題はありませんし、DF像は散乱した電子線を画像化しているので、コントラストが逆転している事と、輝度と厚みの関係がBF像と異なる点を再構成計算時に考慮すればトモグラフィは成立します。

EELS(Electron Energy-Loss Spectroscopy: 電子エネルギー損失分光法)は原理的には問題ありませんが傾斜角度が大きくなった時に有効な信号が得られるか否か、という別の問題が生じてきます。

(1) TEM トモグラフィとEDS

電子線によって励起された特性X線を解析することで元素組成を明らかにするEDS(Energy Dispersive x-ray Spectroscopy)は分析を目的としたTEM には欠かせない付属機器となっています。

従来の検出器と比較して高感度を実現した、SDD(Silicon Drift Detector)登場がきっかけで各TEM メーカーはEDS トモグラフィ(STEM-EDSで得られた元素マップ像から三次元の元素マップを再構成する手法)を新機能と謳っていま

ただし、TEM に装着した EDS の場合は同視野の STEM 像が同時に撮影できますので、STEM 像が撮影できているなら電子線は透過できているだろう。故に入射した電子線が試料内部で特性 X 線に置き換わったと考えればトモグラフィも可能、という少々グレーな理屈の上に正当化されています。EDS トモグラフィを行う際は試料の厚さに注意して、必ず STEM 像の再構成結果と元素マップの再構成結果を見比べて結果の妥当性についての確認・検討が必要です。

TEM の性能を飛躍的に向上させた立役者である球面収差補正機(Cs-corrector)ですが、これによって得られる像自体は TEM も STEM も当然ながら TEM トモグラフィの適用対象です。

収差補正機の調整も自動化されてはいますが、試料傾斜の度にこれを行うというのも現実的ではありません。

TEM トモグラフィに関する最初の論文は1968年に D. J. DE ROSIER と A. KLUG によって Nature 誌に発表されています⁽⁶⁾。それから半世紀が経過し、制御や撮像がデジタル

今後も TEM のシステムや撮像素子，計算機の性能は更に向上するものと思われますが，TEM トモグラフィの原理や物理は未来永劫に変わることはありません．本稿が TEM トモグラフィの活用を考えておられる方の一助となれば幸いです．

最後になりますが、本稿の執筆にあたり多くの御助言を頂いたバージニア工科大学の村山光宏教授に御礼を申し上げます。

- (1) N. Kawase, M. Kato, H. Nishioka and H. Jinnai: Ultra-microscopy, **107**(2007), 8–15.
- (2) K. Ohta, R. Higashi, A. Sawaguchi and K. Nakamura: Journal of Structural Biology, **177**(2012), 513–519.
- (3) Y. P. Yu, H. Furukawa, N. Holii and M. Murayama: Metallurgical and Materials Transactions A, **51**(2020), 20–27.
- (4) S. Hata, S. Miyazaki, T. Gondo, K. Kawamoto, N. Horii, K. Sato, H. Furukawa, H. Kudo, H. Miyazaki and M. Murayama: Microscopy, (2016), 1–11.
- (5) 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, 宮崎伸介: 顕微鏡, **51**(2016), 48–53.
- (6) D. I. DE ROSIER and A. KLUG: Nature, **217**(1968), 130–134.



古河弘光

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2010年7月 株式会社システムインフロンティアを
設立、取締役・副社長に就任

2019年2月 代表取締役・社長に就任

◎電子線トモグラフィ用ソフトウェアの他、透過型電
子顕微鏡・走査型電子顕微鏡向けの応用ソフトウェ
ア、画像解析ソフトウェアのコンサルティング、ユ
ーザーサポートといった活動を国内外で展開。
<https://www.sifi.co.jp/about/>

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

高速モータの高効率化に寄与する Si 傾斜磁性材料 JNRF® の開発

財前 善彰^{*1)} 尾田 善彦^{*2)} 大久保智幸^{*1)}
笠井 勝司^{*3)} 戸部 輝彦^{*4)}

1. 緒 言

近年、地球温暖化に対する関心が世界的に高まっており、地球温暖化防止の観点からエネルギー高効率利用およびCO₂の排出削減が強く求められている。モータは国内総電力量の約50%を占め、特に産業用分野では70%以上の電力が消費されている。仮に国内で使用されるモータ効率を1ポイント高めた場合、50万kWクラスの前発1基分の省エネにつながるという試算もあることから⁽¹⁾、モータ高効率化に寄与する技術開発が強く求められている。また、自動車業界においても、CO₂排出量削減の観点から、ハイブリッド自動車(HEV)や電気自動車(EV)、燃料電池車の開発が急速に進展している。このような分野における駆動モータに対する高性能化・高効率化への要求は、ますます厳しくなっており、鉄心材料として使用される無方向性電磁鋼板にも更なる高性能化が求められている。

モータ高効率化の観点からは、高周波域での鉄損低減が強く求められる。JFE スチールでは薄鋼板の仕上圧延後にSiを付与するCVD(Chemical Vapor Deposition)連続浸珪プロセスにより、高周波鉄損の低い6.5%Si鋼(JNEX®)、Si傾斜磁性材料(JNHF®, JNSF®)を開発してきた⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。高速モータ用途では高周波域での鉄損低減とともに、高トルク化(高出力化)の観点から素材の高磁束密度化も強く求められるが、Si傾斜磁性材料は一般的な電磁鋼板(3%Si鋼)と比較して、磁束密度が低いという課題を有していた。著者は、Si濃度分布の最適化と結晶方位制御技術を組み合わせることで、

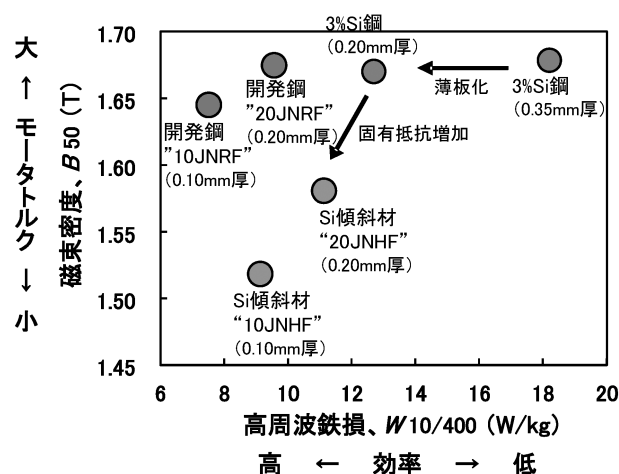


図1 高周波コア材料の磁気特性比較。

3%Si鋼並みの高い磁束密度と現行Si傾斜磁性材料(JNHF®)を凌ぐ低鉄損特性を両立したSi傾斜磁性材料JNRF®を開発することに成功した(図1)。

2. 開発のコンセプト

はじめに鉄損について述べる。電磁鋼板の鉄損は、周波数に比例するヒステリシス損と周波数の約2乗に比例する渦電流損とから構成される。すなわち、周波数の上昇にともない鉄損に占める渦電流損の割合が高くなるため、高周波鉄損の低減には渦電流損の低減が重要となる。渦電流損の低減には固有抵抗増加と薄板化が有効な手段であるが、Si、Al等の合金添加による固有抵抗増加は添加量の増加とともに材料の磁束密度が低下する。一方、薄板化は鋼板の製造コスト上昇、およびコア加工コストの上昇を招く。

上記以外の渦電流損の低減手法として、連続浸珪プロセスによって板厚方向にSi濃度差を付与する技術が挙げられる。本手法で開発されたSi傾斜磁性材料は、10kHz以上の高い周波数域では6.5%Si鋼板よりも低鉄損を示すことが知られている⁽³⁾。このSi傾斜磁性材料は、表層がSi濃度の高

* JFE スチール株式会社
スチール研究所 電磁鋼板研究部：1)主任研究員 2)部長
東日本製鉄所 3)商品技術部：室長
4)冷延部：主任部員

Development of Si-gradient Steel Sheet JNRF Core for High-speed Motors: Yoshiaki Zaizen, Yoshihiko Oda, Tomoyuki Okubo, Shouji Kasai and Teruhiko Tobe(JFE Steel Corporation)

2021年10月14日受理[doi:10.2320/materia.61.44]

い高透磁率層、板厚中心層が Si 濃度の低い低透磁率層となっている。このような材料を板面と平行な方向に励磁すると、図 2 に示すように磁束は透磁率の高い表層に集中し、磁束変化によって生じる渦電流損も表層のみで発生する。このため、Si 傾斜磁性材料の渦電流損は、Si 濃度差を大きくすることで低下する。一方で、ヒステリシス損は Si 濃度差を大きくすることで表層と内層の Si 量の格子定数差にともなう残留応力により増加する⁽⁵⁾。

図 3 に板厚方向の表層と内層の Si 濃度差 (ΔSi) と鉄損の関係を示す。鉄損の極小値はヒステリシス損と渦電流損のバランスで決定されるが、従来の Si 傾斜磁性材料 (JNHF[®]) は高周波用電気機器 (リアクトル等) のコア材料として開発されており、10 kHz 以上の鉄損低減の観点から ΔSi の最適化がなされている。一方、高速モータ用途では 400 Hz ~ 1 kHz 域の鉄損低減が重要となる。本周波数域では鉄損に占めるヒステリシス損の割合が高いため、最適 ΔSi は従来の Si 傾斜磁性材料と比較して小さくなる。図 4 に従来の Si 傾斜磁性材料 (JNHF[®]) と開発材 (JNRF[®]) の Si 濃度分布の模式図を

示す。開発材は 400 Hz 域の鉄損低減を図るため表層と内層の Si 量の格子定数差にともなう残留応力制御の観点から、Si 濃度分布の最適化を行っている。

次に、磁束密度向上について述べる。低磁場域の磁束密度は鋼板内部の残留応力の影響を強く受けることから、図 4 に示した Si 濃度分布最適化による内部応力低減により、鉄損低減と低磁場域の磁束密度向上を両立できる。また、高磁場域の磁束密度向上には Si 量低減による飽和磁化向上が効果的であり、開発材の Si 濃度分布は高磁場域の磁束密度向上の観点でも有効である。

さらに高磁場域の磁束密度を高めるためには集合組織の制御も重要となる。本開発材は中間工程の最適化、および偏析元素の活用を行い、磁気特性に有害な {111} 方位粒を低減し、{100}、{110} 方位粒を増加させる集合組織制御技術を適用することで、低磁場域のみでなく高磁場域の磁束密度向上も図っている。

3. 開発材の磁気特性

開発材の磁気特性一例を表 1 に示す。開発材の板厚は、従来の Si 傾斜磁性材料 (JNHF[®]) と同様に 0.10 mm 厚、0.20 mm 厚である。表 1 より、開発材は従来の Si 傾斜磁性材料 (JNHF[®]) と比較して磁束密度の向上を図るとともに、50 Hz ~ 1 kHz 域の鉄損 $W_{15/50}$ 、 $W_{10/400}$ 、 $W_{10/1k}$ の低減が認められている。図 5 に開発材 (20JNRF) と従来の Si 傾斜磁性材料 (20JNHF) の製品板における板面に平行な {100} 面、{111} 面の X 線反射強度の比率を示す。20JNRF は磁気特性にとって悪影響を及ぼす {111} 方位粒の低減、および磁気特性にとって好ましい {100} 方位粒の増加が認められる。

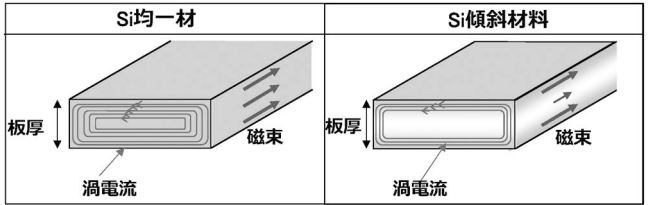


図 2 板厚方向の Si 濃度分布による渦電流損低減。

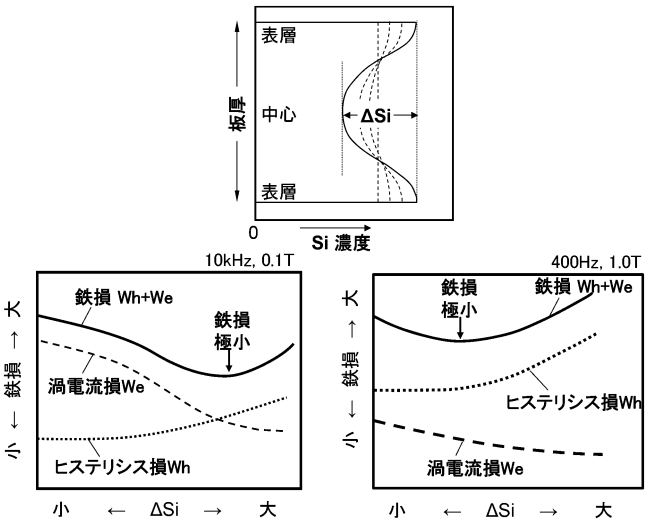


図 3 Si 傾斜磁性材料の板厚方向 Si 分布と鉄損の関係。

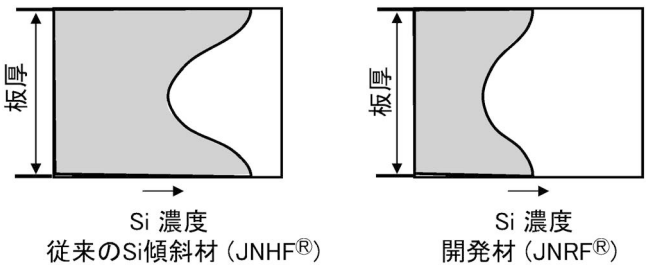


図 4 開発材の Si 濃度分布。

表 1 開発材 (JNRF[®]) の磁気特性一例。

名称	板厚 (mm)	$W_{15/50}$ (W/kg)	$W_{10/400}$ (W/kg)	$W_{10/1k}$ (W/kg)	B_{50} (T)	備考
10JNRF	0.10	1.65	7.50	25.5	1.65	開発材
20JNRF	0.20	1.55	9.50	37.5	1.68	
10JNHF600	0.10	1.89	9.20	27.5	1.51	従来 Si 傾斜材料
20JNHF1300	0.20	1.85	11.2	39.5	1.58	
20JNEH1500	0.20	2.40	12.7	48.0	1.68	

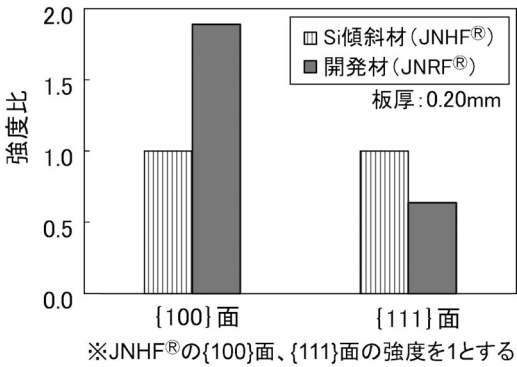


図 5 製品板の面強度比。

このように、板厚方向の Si 濃度分布制御と結晶方位制御を組み合わせることで、3%Si 鋼と同等の磁束密度特性と従来の Si 傾斜磁性材料を凌ぐ低鉄損特性 (50 Hz～1 kHz) を両立する新しい Si 傾斜磁性材料を開発した。

4. HEV/EV 駆動モータへの適用

HEV/EV 駆動モータは、加速・登坂時は高トルクが要求されるため、電磁鋼板には高磁束密度が必要となる。一方、市街地走行、および高速走行時は高効率化が要求されるため、電磁鋼板には低鉄損が必要となる。開発材は高磁束密度と低鉄損特性を両立していることから、高トルク・高効率が必要される HEV/EV のモータコア材として有望であると考えられる。

HEV/EV 駆動モータにおける開発材の優位性を確認するため、出力 15 kW の IPM (埋め込み磁石型、8 極) モータを対象に磁界解析、および実測評価によりモータ効率を評価した。ここでは、板厚 0.20 mm 厚の開発材 20JNRF、従来の Si 傾斜磁性材料 (20JNHF)、3%Si 鋼 (0.20 mm 厚) の 3 種の材料について、ステータ鉄心に適用した場合の比較評価を実施した。

図 6 に磁界解析によって算出したモータ効率マップを示す。開発材 (20JNRF) は、高トルク領域では 3%Si 鋼 (0.20 mm) 適用時と同等のモータ効率を示すとともに、高速・低負荷領域 (回転速度: 3000 rpm～9000 rpm, トルク: 0～20 Nm) では高効率領域の大幅な拡大が認められる。次に図 7 に市街地走行 (4500 rpm, 7.5 Nm)、および高速走行 (9000 rpm, 4.8 Nm) に相当する条件でのモータ効率を示すが、開発材 (20JNRF) は従来の Si 傾斜磁性材料 (20JNHF)、および 3%Si 鋼 (0.20 mm) 適用時と比較して、0.21～0.56 ポイントの効率向上が認められる。市街地・高速走行条件では、鉄損が主体となるため開発材の低鉄損特性を反映したモータ効率の向上が認められたものと考えられる。以上のことから、開発材は HEV/EV 駆動モータの高トルク化・高効率化に大きく寄与できるものと考えられる。

5. 結 言

開発した Si 傾斜磁性材料 (JNRF®) は、高磁束密度と低鉄損特性を両立していることから、特に高トルク・高効率が必要される EV, HEV 駆動モータのコア材料として好適であると考えられる。また今後、小型・高出力化が指向されるモータ分野での活用が期待され、モータの高効率化によってカーボンニュートラルの実現にも大きく貢献するものと考えられる。

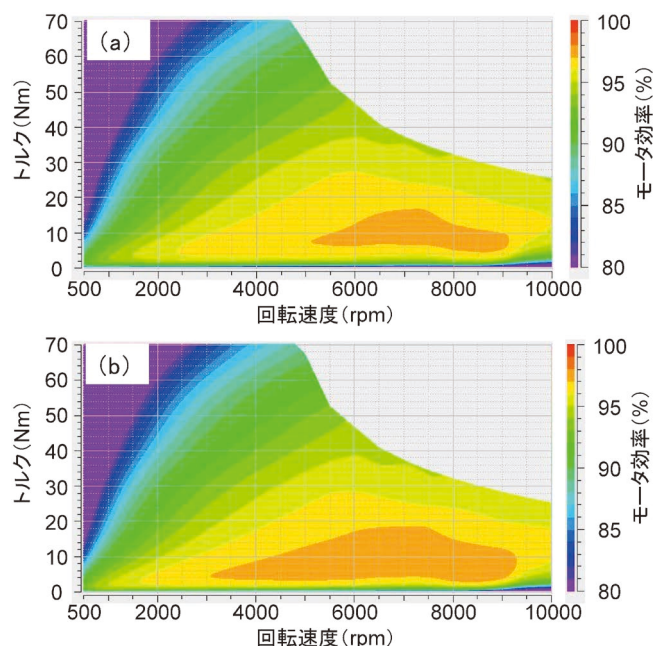


図 6 モータ効率マップの比較 (磁界解析).
(a) 3%Si 鋼 (0.20 mm 厚), (b) 開発材 (20JNRF)

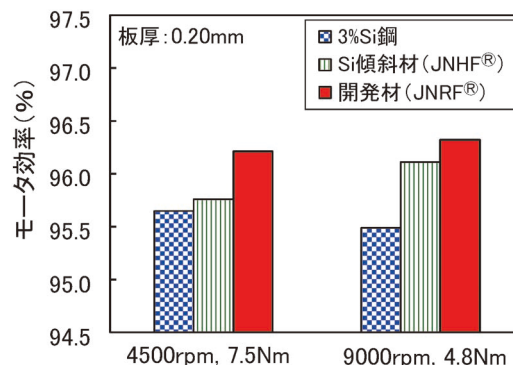


図 7 市街地走行、高速走行条件でのモータ効率評価結果。

なお、Si 傾斜磁性材料に関する特許はこれまでに 20 件以上が登録され、本技術に関するものとしては、特許第 6519725 号、特許第 6870791 号等がある。

文 献

- (1) 森本茂雄：大阪府立大学工学部大学院工学研究科ニュース，**34**(2004)，13-14.
- (2) H. Haiji, *et al.*: J. Magn. Magn. Mater., **160**(1996)，109-114.
- (3) 平谷多津彦 他：まてりあ，**53**(2014)，110-112.
- (4) 平谷多津彦 他：JFE 技報，**36**(2015)，12-16.
- (5) 尾田善彦 他：電気学会論文誌 D，**135**(2015)，1199-1206.

耐熱性および加工性に優れた フェライト系ステンレス鋼 NSSC[®] NCA-F の開発

田井 善一¹⁾ 藤村 佳幸²⁾ 濱田 尊仁³⁾
奥 学⁴⁾ 今川 一成^{**}

1. 緒 言

近年、燃料電池は CO₂ 排出抑制を目的として定置型発電システムおよび燃料電池自動車 (FCV) などへ広く適用が進んでおり、中でも固体酸化物形 (Solid Oxide Fuel Cell, SOFC) は高い発電効率から家庭用燃料電池として実用化されている。

SOFC で発電を担うホットモジュール内部は最高で 800℃ 程度の高温かつ水蒸気を含んだ環境となるため、部品に用いられる材料には優れた耐高温酸化性に加えて耐 Cr 蒸発性が求められる。一般的なステンレス鋼は表面に Cr 主体の酸化皮膜を形成するが、Cr 酸化物は高温環境で一定の蒸気圧を有するため、SOFC セルスタックの酸化物に飛散し、吸着することでセルの性能を低下させる⁽¹⁾⁽²⁾。そのため SOFC ホットモジュール部品には高温環境で表面に緻密な Al₂O₃ 皮膜を形成することで耐高温酸化性および耐 Cr 蒸発性に優れた NSSC NCA-1 (18Cr-3Al-Ti) に代表される Al 含有フェライト系ステンレス鋼が採用されている。一方でステンレス鋼への Al 添加は加工性および加工部・溶接部の靱性を低下させることが知られている⁽³⁾。SOFC ホットモジュール部品の燃料改質器に代表される、複雑な加工および溶接で製造される用途では従来の Al 含有フェライト系ステンレス鋼では製造時の歩留まり低下を招く懸念があった。

そこで SOFC 分野への Al 含有フェライト系ステンレス鋼の適用拡大を目指し、耐熱性を担保しつつ加工性および靱性

を向上させた新鋼種 NSSC NCA-F (18Cr-1.5Al-Nb-B) を開発・実用化した。本稿では開発にかかる基礎検討、開発鋼の諸特性と実用例・特許取得状況について述べる。

2. 開 発 経 緯

(1) 材料設計思想

耐高温酸化性および耐 Cr 蒸発性のターゲットは SOFC 部品として採用実績のある NSSC NCA-1 クラスとした。基本方針は Al 含有量低減による加工性の向上であり、ステンレス鋼の安定化元素である Nb 添加による耐熱性発現を指向した。また、B を添加することで靱性の向上を図った⁽⁴⁾。

(2) 開発に係る基礎検討

従来の Al 含有フェライト系ステンレス鋼よりも Al 含有量を低減しつつ耐熱性を担保するため、Nb 添加が耐高温酸化性におよぼす影響について検討した。

Ti あるいは Nb を添加した 18Cr-0.5Si をベースに 1.0～3.0 mass% の範囲で Al を添加した鋼を実験室で真空溶製し、耐高温酸化性におよぼす安定化元素の影響について検討した。図 1 に 1100℃、24 h 熱処理後の酸化増量に及ぼす Al 含有量の影響を示す。Ti 添加鋼、Nb 添加鋼とも Al 含有量が増加すると酸化増量は減少傾向を示した。Ti 添加鋼では Al 含有量 2.0 mass% で酸化増量が顕著に減少したのに対し

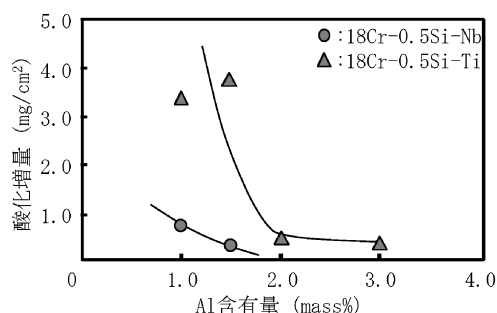


図 1 1100℃、24 h 熱処理後の酸化増量に及ぼす Al の影響。

* 日鉄ステンレス株式会社 研究センター：

1) 機能創製研究部；主任研究員 2) 薄板・自動車材料研究部；主幹研究員 3) 試験分析室 4) 機能創製研究部長

** 日本製鉄株式会社 技術開発本部 鉄鋼研究所 材料信頼性研究部；主幹研究員

Development of Heat-resistant and High Formability Ferritic Stainless Steel “NSSC[®] NCA-F”; Yoshikazu Tai*, Yoshitomo Fujimura*, Takahito Hamada*, Manabu Oku* and Kazunari Imakawa** (*Nippon Steel Stainless Steel Corporation. **Nippon Steel Corporation)

2021年10月20日受理[doi:10.2320/materia.61.47]

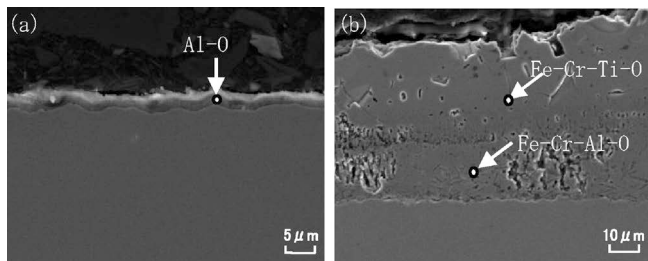


図2 1100°C, 24 h 熱処理後のサンプルの断面 SEM 観察結果.
(a) 18Cr-1.5Al-0.5Si-Nb (b) 18Cr-1.5Al-0.5Si-Ti

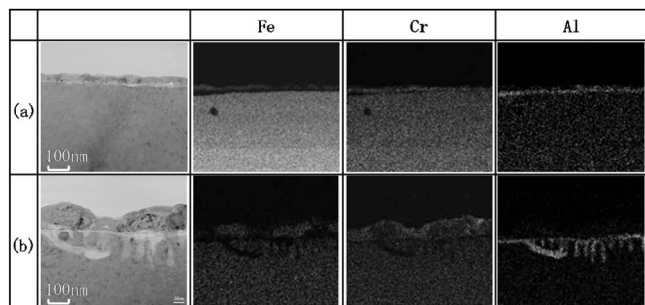


図3 900°C, 0 s 熱処理後のサンプルの断面 TEM 観察結果.
(a) 18Cr-1.5Al-0.5Si-Nb (b) 18Cr-1.5Al-0.5Si-Ti

て、Nb 添加鋼では Al 含有量 1.5 mass% でも高い耐高温酸化性を示した⁽⁵⁾。

図2に1.5 mass% Al を含有する Nb 添加鋼および Ti 添加鋼における1100°C, 24 h 熱処理後の酸化スケール断面 SEM 観察結果を示す。Nb 添加鋼では Al を主体とする厚さ約 3 μm の均一な酸化スケールが形成していたのに対し、Ti 添加鋼では外層に Fe を主体とする微量の Cr, Ti を含んだ酸化物、内層に Cr を主体とする微量の Fe, Al を含んだ酸化物が形成しており、酸化スケールの厚みは内外層を合わせて約 50 μm であった。すなわち同一 Cr および Si 含有量において、Nb 添加鋼は Ti 添加鋼よりも少ない Al 含有量で Al_2O_3 皮膜の安定形成が可能という極めて興味深い知見を得た。

この要因として高温酸化初期のスケール形成挙動および鋼中の元素の拡散に着目した。図3に900°C, 昇温速度 3°C/s, 均熱 0 s 熱処理後の酸化スケール断面 TEM 観察結果を示す。Nb 添加鋼は Al を主体とする厚さ約 50 nm の均一な酸化スケールであったが、Ti 添加鋼では Fe, Cr を主体とする厚さ約 70~120 nm の酸化スケールおよび Al 内部酸化物の形成が認められた。

Nb 添加鋼は Ti 添加鋼に比べて鋼中の Cr 拡散が速いため、酸化初期に Cr_2O_3 系の緻密な酸化スケールを形成し、母材表面の O_2 分圧が低下することで Al の酸化が促進され Al_2O_3 皮膜を形成したと推察される。このことから安定化元素に Nb を用いることで、耐熱性を担保しつつ Al 含有量を 1.5 mass% まで低減できることが明らかになった。

3. 開発鋼の諸特性

表1に開発鋼 NSSC NCA-F および比較鋼として用いた NSSC NCA-1 および SUS445J1 (22Cr-1Mo-Ti, Nb) の代表成分を示す。

表1 NSSC NCA-F および比較鋼の成分代表例 (mass%)。

鋼種	C	Si	Mn	Cr	Al	Nb	Ti	B
NSSC NCA-F	0.01	0.54	0.31	18.1	1.5	0.20	-	0.0024
NSSC NCA-1	0.01	0.34	0.23	18.0	3.1	-	0.16	-
SUS445J1	0.01	0.19	0.16	22.0	0.1	0.20	0.20	-

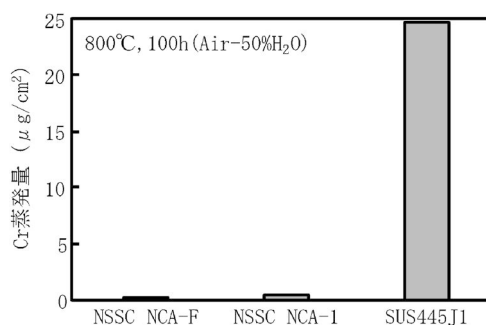


図4 800°C, 100 h 水蒸気酸化試験における Cr 蒸発量。

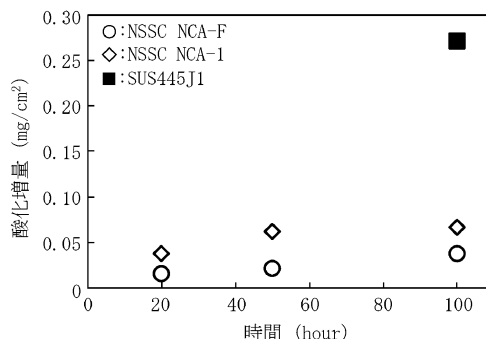


図5 800°C水蒸気酸化試験における酸化増量。

SOFC 内部の高温水蒸気環境を模擬した水蒸気酸化試験によって耐 Cr 蒸発性および耐高温酸化性を評価した。炉内が外気と遮断された管状炉を用い、水蒸気を 50 vol% 含んだ湿潤空気を炉内に導入しながら 800°C で 20~100 h 熱処理を行った⁽⁶⁾。

水蒸気酸化試験において炉外に排出された湿潤空気を冷却して凝縮水として採取し、誘導結合プラズマ質量分析 (ICP-MS) によって Cr 蒸発量を導出した。図4に800°C, 100 h 水蒸気酸化後の Cr 蒸発量を示す。NSSC NCA-F の Cr 蒸発量は NSSC NCA-1 と同程度の 0.5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下であり、SUS445J1 の Cr 蒸発量 24.5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ に対して顕著に低い値を示した。図5に示す水蒸気酸化試験後の酸化増量においても NSSC NCA-F は NSSC NCA-1 以下であった。

図6に水蒸気酸化試験後のサンプル表面 GDS 分析結果を示す。NSSC NCA-F は NSSC NCA-1 と同様、Al を主体とする厚み 1 μm 以下の薄い酸化スケールの形成が認められた。

以上の結果から NSSC NCA-F は SOFC のような高温水蒸気環境で Al_2O_3 皮膜を形成し、NSSC NCA-1 同等の優れた耐 Cr 蒸発性および耐高温酸化性を有することが明らかになった。

NSSC NCA-F および NSSC NCA-1 の機械的性質を表2に示す。NSSC NCA-F は NSSC NCA-1 と比較して 0.2% 耐力、引張強さ、硬さとも低く軟質であり、伸びおよび r 値は

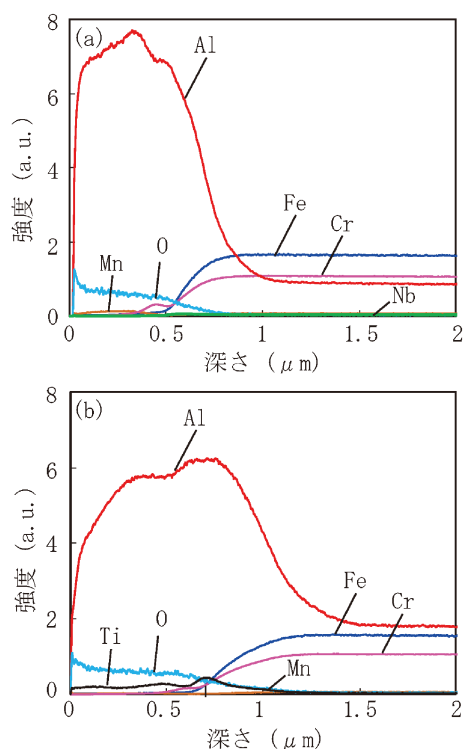


図6 800°C, 100 h 水蒸気酸化試験後のGDS プロファイル.
(a)NSSC NCA-F (b)NSSC NCA-1

表2 NSSC NCA-Fの機械的性質.

	0.2%耐力 N/mm ²	引張強さ N/mm ²	伸び %	硬さ HV	平均 r値
NSSC NCA-F	372	540	30.1	177	1.4
NSSC NCA-1	425	580	28.0	192	1.1

高い。図7は絞り比2.15における円筒深絞り試験後の表面外観写真であり、NSSC NCA-FはNSSC NCA-1にはない良好な深絞り性を有する。図8にTIG溶接部のシャルピー衝撃試験結果を示す。なおJIS Z 2202準拠Vノッチ試験片のノッチ先端が溶接中央部かつ試験の衝撃方向が溶接方向と平行となるようにした。NSSC NCA-1の衝撃値18 J/cm²に対しNSSC NCA-Fは48 J/cm²であり、従来のAl含有フェライト系ステンレス鋼にはない極めて高い靱性を示すことが明らかになった。

以上から、開発鋼NSSC NCA-F(18Cr-1.5Al-Nb-B)は、NSSC NCA-1(18Cr-3Al-Ti)と同等の耐高温酸化性・耐Cr蒸発性と優れた加工性・靱性の両立を達成した。

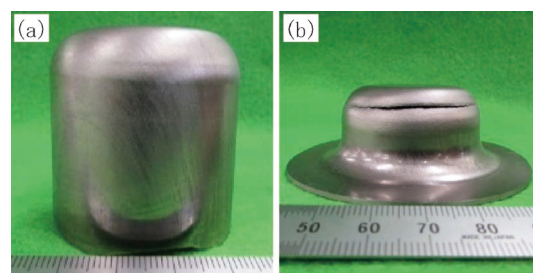


図7 円筒深絞り後の外観.
(a)NSSC NCA-F (b)NSSC NCA-1 絞り比2.15

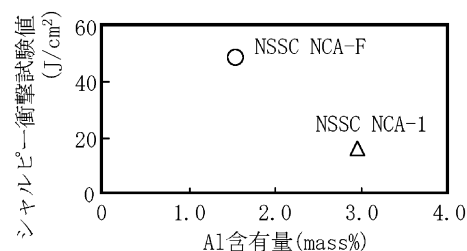


図8 TIG溶接部のシャルピー衝撃試験結果.

4. 実用例・将来性

開発鋼であるNSSC NCA-Fは2020年から営業生産を開始している。従来のAl含有フェライト系ステンレス鋼相当の耐熱性を担保しつつ、優れた加工性および靱性を有するため燃料改質器をはじめとしたSOFCホットモジュール部品に使用されている。

5. 特 許

本開発に関わる特許は国内外に25件出願しており、基本特許の特許第5780716号をはじめ7件登録されている。

文 献

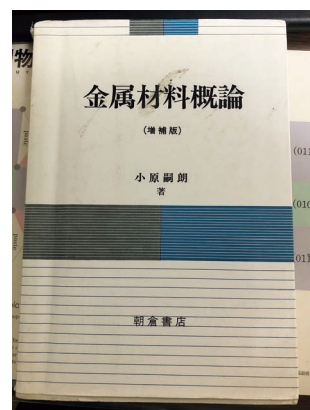
- (1) 堀田照久, 山地克彦, 岸本治夫, 下之蘭太郎, M. E. Brito, 横川晴美: 水素エネルギーシステム, **37**(2012), 107-114.
- (2) 酒井夏子, 山地克彦, 堀田照久, M. E. Brito, 横川晴美: まてりあ, **44**(2005), 207-210.
- (3) 井上宜治, 天藤雅之, 田上利男, 高橋尚久: まてりあ, **45**(2006), 147-149.
- (4) 札軒富美夫, 住友秀彦: 鉄と鋼, **84**(1998), 804-810.
- (5) 田井善一他: 日本製鉄技報, **416**(2020), 70-75.
- (6) 藤村佳幸他: 日新製鋼技報, **97**(2016), 25-32.



金属材料概論

小原嗣朗 著
朝倉書店 1991年

JFE テクノリサーチ株式会社 宇部 卓 司



■使い込んで汚れた同教科書。学部で講義で初めて触れて以来、常に本棚の取り出しやすい位置に置いている本の一つ。若い読者の皆様も良い入門書に出合えることを願っている。

私は現在民間企業での材料分析・研究開発業務に携わっており、JFE グループの企業に属する関係上、鉄鋼材料を中心とした金属材料解析を多く行っています。これまで多くのバイブルと呼ばれる教科書(金属材料学であれば An Introduction to Metallurgy, A. Cottrell)等も数多く勉強しましたが、これらの名著を理解するために必要な基礎知識は別の文献等で勉強したうえで、繰り返し(場合によっては何年も!)読み込む必要があり、入門書と言いながらも初学者の方々に は敷居が高いかと感じています。本稿では将来の金属材料の研究者・技術者を目指す若い読者に向けた金属材料学の1冊目の入門書として、または、学生や若手社員を指導される先生方や企業研究者の方には限られた時間内で金属材料学の初歩を身に付けてもらうための教科書・参考書選定の一つとしてお役立てしたいと考え、筆を執ることといたします。

この教科書に初めて出会ったのは約20年前の大学学部生の時で、私が学んだ材料工学科は無機材料(金属・セラミックス)、有機材料、材料力学の幅広い知識を短期間(2~3年次)に学ぶ必要があり、勉強には大変に苦労した覚えがありました。その中の教科書の一つであった本書は数式が少なくわかりやすい絵が多いという、学生にとっては大変ありがた い教科書であったことと、その後は国家公務員試験や、大学院入試、そして現職と、最も長い間机上の手の届く場所に置いて勉強した教科書となりました(途中で長期貸し出しで帰ってきた際に、別の人の本に替わってしまいました…)。

本書は、金属材料の初学者がこれから金属材料を学ぶ際の基礎的かつ幅広い通論的内容が前述の通り最低限の数式と数多くの挿絵で網羅されております。また、内容的には公務員試験や大学院入試などの金属材料の専門家となる登竜門において心強い参考書となると思われます。

本書の章立ては『金属材料の序論』、『結晶学』、『変形・転位・拡散現象』、『相律・合金』といった基礎物性から『酸化・

腐食』、『実用材料の材料力学』、『実用合金』といった実学的な内容までを系統立てて学ぶことができるようになっています。特に後半の実用合金の項では、人類にとって最も重要かつ基本的な合金の一つである Fe-C 系合金即ち『鉄鋼材料』についての組成、組織、熱処理についての記載が30ページにわたってなされており、まさに「鐵は金の王なる哉」という本多光太郎先生の言を体現するものであると感じます。また、巻末に添付された『金属材料をよりよく理解するための100問』については詳細な回答も記載されている良問が多く、上述の試験勉強に適するだけでなく、備忘として時折解き直すのに最適な分量であることもこの本の特徴であると思います(試験勉強の量的には十分ではありません!勘違いの無きように)。

惜しい点としましては、著者の前書きにもあるように入門書として1冊で完結するようになっているが故に、さらに深いところを勉強したい際にどんな本や文献を参照すればよいかの参考文献の部分がほとんど記載されていない点です。但し、この本で物足りなくなるような読者諸氏は、自身で文献を探して勉強する力を既に身に付けているでしょうし、周りに心強い先生や先輩がいらっしゃると思いますので問題ないのかもしれません。

昨今の日本金属学会でも若手会員の減少が指摘されるように、金属材料学を志す若手の減少は今後の日本の学術・産業界における大きな問題です。その一因の一つとして初学者の時に良い教科書に出会えておらず、挫折しそう・してしまった(私も昔は、ステレオ投影やらせん転位の絵がうまく書けず挫折しそうだった時があります)方々がいるのであれば、本書のような優れた入門書に出会い、再度奮起して金属材料学の世界を志していただくことを願い、筆をおくことといたします。

(2021年10月1日受理)[doi:10.2320/materia.61.50]

本 会 記 事

会 告	2022年春期(第170回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて	51
	2022年春期(第170回)講演大会 第7回「高校生・高専学生ポスター発表」募集	53
	2022年春期講演大会関連広告募集	54
	2022年秋期講演大会公募・企画シンポジウムテーマ募集	54
	第3回日本金属学会フロンティア研究助成募集	55
	電子ジャーナル機関購読のご案内	56
	各賞推薦(自薦)のお願い(村上記念賞・村上奨励賞・奨励賞・論文賞・新進論文賞・まてりあ賞)	56
	日本金属学会誌の冊子発行について	56
	研究集会	57

掲示板	57	新入会員	60
会誌・欧文誌1号目次	59	追悼	60
次号予告	59	行事カレンダー	61

事務局 渉外・国際関係: secgnl@jim.or.jp
 会員サービス全般: account@jim.or.jp
 会費・各種支払: member@jim.or.jp
 刊行物申込み: ordering@jim.or.jp
 セミナー・シンポジウム参加申込み: meeting@jim.or.jp
 講演大会: annualm@jim.or.jp
 総務・各種賞: gaffair@jim.or.jp
 学術情報サービス全般: secgnl@jim.or.jp
 調査・研究: stevent@jim.or.jp
 まてりあ・広告: materia@jim.or.jp
 会誌・欧文誌: editjt@jim.or.jp

・投稿規程・出版案内・入会申込はホームページをご利用下さい。

会 告 (ホームページもご参照下さい)

2022年春期(第170回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて

春期講演大会は、**3月15日(火)から17日(金)まで**東京大学駒場キャンパスにて開催いたします。(感染症拡大の状況によってはオンライン開催に変更させて頂く場合がございます。)ポスターセッションおよび高校生・高専学生ポスターセッションはオンライン開催にて3月22日(火)開催いたします。

尚、**参加申込みは、すべてインターネット申込**となります。詳細は、下記申込要領をご覧ください。

日 程	
日 時	行 事
3月15日(火)	
9:00~9:40	贈呈式
9:50~10:40	学会賞記念講演
10:50~11:40	本多記念講演
13:00~17:00	学術講演
3月16日(水)	
9:00~17:00	学術講演
3月17日(木)	
9:00~17:00	学術講演会
3月22日(火)	ポスターセッション(オンライン) 高校生・高専学生ポスターセッション(オンライン)

《2022年春期講演大会 開催予定の各種シンポジウム》

公募シンポジウム9テーマ

- S1 プラストンの材料科学 IX
- S2 ハイエントロピー合金の材料科学 VII
- S3 エネルギー関連材料の特性評価・解析・予測(II)
- S4 材料機能特性のアーキテクチャー構築シンポジウムIII
- S5 特異反応場における時間/空間応答を利用した新奇材料構造創成
- S6 生体用金属・セラミックス系材料の実用化に向けた評価方法開発・標準化
- S7 永久磁石開発の元素戦略9 一次世代新材料に向けた基礎・基盤研究—
- S8 金属表面の材料化学V—めっき・耐食性・耐酸化性・触媒研究の新展開—
- S9 金属・無機・有機材料の結晶方位解析と応用技術

企画シンポジウム2テーマ

K1 工業製品における材料選択とマルチマテリアル構造～建築構造物～

Materials selection and multi-material structure in commercial products～architectural construction～

ものづくりの基盤形成を担う第8分科発案のシンポジウムで、身の回りの工業製品がどのような材料からできているか、また材料選択やマルチマテリアル構造についてどのように考えるべきなのかを、広く議論する場を提供することを目的とする。前回の「航空機機体」に引き続き、2回目の今回は「建築構造物」を取り上げ、建築構造材料の企業研究者だけでなく、建築家や建築士などにも講演を依頼し、業界の動向や課題、各材料の強みや弱み、新材料の開発ならびに適用可能性について情報提供を頂くことを計画している。これまでの講演大会にはなかった『材料を横断的に捉えるシンポジウム』として、シリーズ化していくことを考えている。

企画責任者：

横浜国立大学教授 廣澤 渉一

E-mail: hirosawa@ynu.ac.jp

共同責任者：

JFE テクノリサーチ 船川 義正 金沢大 渡邊 千尋 熊本大 山崎 倫昭

K2 材料技術史から見るこれからの技術展開Ⅳ—分析機器・評価装置

Future growth expected from technological history of materials IV—Analytical and evaluation instruments

金属材料技術の進展には、分析機器・評価装置の進化が欠かせない。本シンポジウムでは、多くの金属材料研究者・技術者が使用する分析機器・評価装置を取り上げ、各装置の開発・発展に長年携わってきた先生方に、分析・評価の原理から、装置の進化・発展の過程、最新機器・装置から得られた成果を解説していただく。そして、分析機器・評価装置の将来展望やそれに伴う材料研究の新展開について議論する。

企画責任者：

物質・材料研究機構主幹研究員 戸田 佳明

E-mail: TODA.Yoshiaki@nims.go.jp

共同責任者：

奈良女子大 松岡 由貴 東北大 杉本 諭 東京海洋大 盛田 元彰 島根大 森戸 茂一

参加申込要領

インターネットによる大会参加申込期間および URL

(事前申込) 2021年11月25日～2022年2月25日

<https://www.jim.or.jp/convention/2022spring/>

(後期(当日)申込) 2022年3月3日～3月22日

https://www.jim.or.jp/convention/2022spring_after/

参加申込締切後、参加方法や講演概要ダウンロードについては、下記をご参照下さい。なお、領収書は、決済完了後に申込画面から各自印刷して下さい(WEB画面：講演大会 MyPage よりダウンロード)。

◆大会参加費(講演概要ダウンロード権含む)※年会費とは異なります。

参加費・懇親会の消費税扱については、ホームページ(一覧表 PDF)をご参照下さい。

会 員 資 格	事前参加申込 (締切日：2月25日)	後期(当日)申込 (3月3日～3月22日) クレジット決済のみ
正員・維持員会社社員、シンポジウム共催・協賛の学協会会員・鉄鋼協会会員 (本会非会員)	10,000円	13,000円
個人会員で2022年3月1日時点で65歳以上の方*	無 料	無 料
学生員**	6,000円	7,000円
非会員*** 一般	24,000円	27,000円
非会員*** 学生(大学院生含む)	14,000円	16,000円

・お支払後の取消は、準備の都合上ご返金いたしかねますのでご了承下さい。

* [65歳以上の個人会員]：会員情報に生年月日のご登録がない場合は、課金されますのでご注意ください。会員情報に生年月日をご登録させていただきますので、大会参加登録の前に annualm@jim.or.jp まで会員番号・お名前・ご連絡先・生年月日をお知らせ下さい。

** [学生員]：卒業予定変更等により会員種別に相違がある場合、事前に会員種別の変更手続きを行ってから、大会参加をお申込下さい。

*** 非会員の参加申込者には、1年間の会員資格を付与します。ただし特典は重複して付与いたしません。

◆支払方法

事前申込のお支払いはクレジットカードおよびコンビニ振込決済をご利用頂けますが、後期(当日)申込はクレジットカード決済のみとさせていただきます。また、入金後のご返金は致しかねます。事前予約申込は2月25日(金)の入金日をもって事前参加申込完了となります。

◆参加方法および講演概要の WEB 公開

講演概要の公開日は、大会 2 週間前の2022年 3 月 1 日(火)です。

講演大会公開サイトにログイン後、講演概要の閲覧ができます。特許関係のお手続きは、公開日までにお済ませ下さい。

(事前参加申込みの方)参加申込みをされ、参加費を納入された方へは、概要公開日にオンライン参加に必要な参加者個別認証 ID とパスワードを配信いたします。

(後期(当日)申込の方)参加申込受理通知に記載の「登録番号」および「パスワード」が講演概要閲覧に必要な個別認証 ID とパスワードになります。

◆参加証

大会マイページにて「参加証引換券」をダウンロード印刷し、会期当日受付で参加証とお引換え下さい。

◆講演概要集購入について

講演概要集 DVD は作成いたしません。全講演概要は、本大会 Web サイトで公開をします。これまで概要集 DVD のみ購入をされていた方も、通常の参加登録をして頂き、概要の閲覧をお願いします。

◆日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会相互聴講申込は実施いたしません。

参加申込・問合せ先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32 (公社)日本金属学会

☎ 022-223-3685 ☎ 022-223-6312 E-mail: annualm@jim.or.jp

日本金属学会2022年春期(第170回)講演大会 第 7 回「高校生・高専学生ポスター発表」募集案内

申込締切日：2022年 1 月 14 日(金)

「高校生・高専学生ポスター発表」要領

学 会 名 日本金属学会2022年春期(第170回)講演大会

行 事 名 「高校生・高専学生ポスター発表」

開 催 方 法 オンライン

開催予定日時 2022年 3 月 22 日(火) 13:00~17:30の間で 2 時間程度を予定

対 象 者 高校生および 3 年以下の高専学生

発 表 方 法 オンライン(Zoom 使用)

テ ー マ 材料に限定せず、フリーテーマです。(課題研究の成果、科学技術の取組等)ポスター発表資料作成について：別途連絡

講 演 申 込 <https://www.jim.or.jp/convention/2022spring>

講演概要原稿 不要

参加費および講演聴講

- ① 発表者、共同研究者および指導教員の参加費を免除し、講演大会の発表を聴講できる。
- ② 希望があれば、高校生・高専ポスター発表の関係者(親、友人) 5 名程度までの参加費を免除し、講演大会の発表を聴講することができる。
- ③ (現地開催の場合)指導教員は、事前に参加者リストを提出する。(別途用紙を送付予定)
- ④ 指導教員宛てに、参加者用 ID とパスワードおよびプログラム 1 部を事前送付する。

優秀ポスター賞 優秀な発表には最優秀ポスター賞および優秀ポスター賞を授賞します。

問合せ・連絡先 公益社団法人日本金属学会 講演大会係

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

☎ 022-223-3685 ☎ 022-223-6312 E-mail: annualm@jim.or.jp

2022年春期講演大会
大会ホームページ・バナー広告、大会プログラム広告(まてりあ3号付録)、各募集要領

2022年3月15(火)～17(木)の3日間、東京大学駒場キャンパスにて開催される春期講演大会にて、各種広告を募集いたします。

■大会ホームページ・バナー広告

掲載期間 2021年12月～(会期終了後もアーカイブで閲覧できます)
アクセス数 255,000アクセス(約2ヶ月、前回参考値)
サイズ タテ80ピクセル×ヨコ160ピクセル(静止画)
データ形式 静止画のPNG(.png), JPEG(.jpg), GIF(.gif)
リンク先アドレスも合わせてご指定下さい。
バナーデータ(+リンク先指定)入稿後、1週間程度で掲載させていただきます。
掲載料金 1枠50,000円(税別) ※バナーデータ制作費は別途です。
※本会維持員様、プログラム広告掲載会社様は50%OFF。
申込 随時受付致します。
申込最終締切 2月17日(木)

■講演大会プログラム広告(冊子)

発行予定日 3月1日(水) まてりあ3号付録
原稿サイズ A4 1頁 天地260mm×左右180mm
1/2頁 天地125mm×左右180mm
入稿形態 完全データ(グレースケール)
掲載料金 後付モノクロ1頁 ￥70,000(税別)
後付モノクロ1/2頁 ￥40,000(税別)
※広告データ制作費は別途です。
申込締切 1月27日(木)
広告データ締切 2月3日(木)

付設展示会、各種セミナー等の協賛メニューにつきましては、詳細が決定次第ご案内致します。

■申込・問合せ先

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4(友野本社ビル7F)
株式会社 明報社
(担当: 月岡太郎 または、営業担当者まで)
☎ 03-3546-1337 FAX 03-3546-6306
E-mail: tsukioka@meihosha.co.jp
URL: <http://www.meihosha.co.jp>

2022年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集

提案期限: 2022年2月10日(木) 期日厳守

会員の研究活動一層の活性化を図ることを目的として、春秋大会において会員からの提案テーマによるシンポジウム講演を実施いたしており、活況を呈しております。明年の秋期大会の公募シンポジウムテーマを募集いたします。次の要領をご参照のうえ、活発な討論が期待できる有益なテーマを積極的にご提案下さい。(提案様式はホームページよりダウンロードして下さい。)

詳細 まてりあ60巻12号818頁またはホームページ→講演大会→お知らせ

問合せ・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
日本金属学会講演大会委員会宛

2022年秋期講演大会企画シンポジウムテーマ募集

提案期限: 2022年2月10日(木) 期日厳守

最新の研究や技術を発信し、多くの研究者・技術者が集い交流する魅力ある講演大会を目指して、2017年秋期講演大会より企画シンポジウムを実施しています。従来の公募シンポジウムとは違い、企業の方に積極的に講演頂くため、講演概要原稿の提出は問いません。講演発表は、一般(応募)講演枠は設けず、依頼講演および基調講演に限定いたします。

次の要領をご参照のうえ、活発な討論が期待できる有益なテーマおよび他学会との連携企画等積極的にご提案下さい。(提案様式はホームページよりダウンロードして下さい)

詳細 まてりあ60巻12号819頁またはホームページ→講演大会→お知らせ

問合せ・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
日本金属学会講演大会委員会宛

第3回日本金属学会フロンティア研究助成募集

教育・研究機関での金属及びその関連材料分野の学術研究及び技術研究の発展や若手研究者の育成や奨励を主な目的として、金属及びその関連材料分野に関連する材料又はプロセスに関する研究に助成金を交付しますので、助成の対象となる研究を募集いたしますので、応募下さい。

募集期間：2022年3月1日(火)～4月30日(金)まで

募集要項

1. 応募資格

応募者(代表者)は、2022年4月1日時点で45歳以下の日本の教育機関または公的研究機関に所属し、日本国内で研究に従事する者(学生・大学院生および企業との兼務者を除く)であること。ただし、共同研究者は国外でも可とする。

応募は一人一件とします。同一研究室からの複数応募は可能ですが、新規採択は1件とする。

活動開始時には、非会員は会員になることが望ましい。過去に助成を受けた方も、研究期間が終了していれば応募可能。

過去に採択されなかったテーマで再応募する場合は新たに申請書を提出する。

2. 助成の対象となる研究

金属及びその関連材料分野に関連する材料又はプロセスに関する調査、試験、研究及び開発とする。

3. 研究期間：助成研究の実施期間は、原則2年間とする。研究開始日が年度途中となる場合は、年度をまたいだ2年間とする。

4. 助成件数：年間10件以下

5. 助成金額：1件あたり、150万円以下

6. 助成金の使途

研究等に直接必要な費用及び所属組織の必要最低限の間接経費に充当すること。研究者の人件費(臨時雇用の研究補助者等の費用を除く)には充当できないものとする。

7. 助成金の交付方法および交付期間

研究助成金の交付方法は、原則として、助成実施者が所属する組織に対する奨学寄付の形とする。共同研究者が別の組織に所属する場合は、複数の組織に交付することは可能です。

研究実施者は、速やかに助成金受領のために助成金交付の手続き(奨学寄付受付窓口の連絡等)を行うこと。

8. 応募方法

(1)提出書類：所定様式の「研究助成金申請書」に必要事項を記入し、提出する。

申請書の様式は、本会のホームページからダウンロードできます。

必要事項：応募者、研究題名、研究分担者(共同研究者がある場合)、予算(費目、金額)、研究目的(背景、必要性、意義、価値、成果活用の見込み等)、研究計画(実施計画、成果目標等)、報告予定、該当する分科、研究業績、金属学会での活動実績等

(2)作成要領

「研究助成金申請書」に記載された作成要領に従って日本語(専門語等で部分的に外国語を使用することは可)で作成すること。申請書については、作成要領に明記されたページ数制限(概ね4ページ程度)を遵守すること。制限ページ数を超えた申請は受け付けません。

(3)提出方法

作成した研究助成金申請書を、E-mailの添付ファイルで提出して下さい。

なお、ファイルはMS-Word形式として下さい。FAXや紙での申請は受け付けません。

提出書類等は、採否にかかわらず返却しません。

【遵守事項】

研究助成金の交付を受ける際には、研究実施者(応募者及び共同研究者)は、次の事項を遵守下さい。

①助成研究は、あらかじめ本会に提出した助成研究実施計画に従って実施すること。

②助成研究の実施過程において助成研究実施計画を変更する必要がある場合(中止する場合を含む)は速やかに報告し、重大な変更については本会と対応を協議すること。

③助成実施者が所属している組織から別の組織に異動する場合は、本会と対応を協議すること。

④研究終了6ヶ月後までに、終了報告書(A4様式1枚)及び成果報告書を日本語(専門語等で部分的に外国語を使用することは可)で作成し、原則としてE-mail添付にて提出すること。なお、成果報告書は“まてりあ”への成果報告(2頁)の投稿に代えるものとする。

⑤本会から求められた場合は、実施状況を報告すること。また本会が研究施設への訪問を希望した場合は、可能な範囲で対応すること。

⑥研究実施者又は研究実施者の所属する組織は、帳簿を備え、助成研究に係わる経理を他の経理と明確に区別し、本会から照会があった場合はこれに応ずること。

⑦研究成果は研究開始時から研究完了後1年までの間に本会の講演大会における発表2件及び本会の欧文誌又は会誌に論文を投稿すること。

⑧研究成果を学会・学術論文誌・新聞等に発表する場合は、事前に本会に連絡するとともに、本会から資金援助を受けたことを明記すること。

⑨実施計画に記載した研究を実施しなかった場合、提出期限後1年を経過しても研究成果報告書の提出がない場合又は研究実施者が研究中止の申し出をした場合には、研究助成金の全額又は残額を返還すること。

【留意事項】

1. 機器・設備等の帰属

助成金により取得された機器・設備等は、原則として研究実施者の所属する組織に帰属します。

2. 助成研究の成果の帰属

助成研究の成果として得られた特許等の知的財産権は、原則として研究実施者に帰属します。

3. 助成研究の成果の公表等

成果報告は、この法人の会報及びホームページ上で一般の閲覧に供します。

4. 申請書記載情報の取り扱い

申請書に記載された研究情報については、審査・選考以外の目的には一切使用しません。

また、個人情報については、本会外へは一切漏洩しません。

5. その他留意事項

①採否の事由は非公開とし、これに関する問い合わせにはお答えしません。

②研究助成金の申請後、何らかの理由により研究を実施できないことが判明した場合、速やかに本会に報告すること。

問合・申請先 申請書は下記 E-mail アドレスに提出下さい。2, 3 日過ぎても受理返信通知のない場合は、ご連絡下さい。

(公社)日本金属学会 フロンティア研究助成係

E-mail: stevent@jim.or.jp ☎ 022-223-3685

電子ジャーナル機関購読のご案内

機関(IPアドレス)認証による電子ジャーナルのご購読が可能となっております。ご利用下さい。

対象誌 日本金属学会誌, Materials Transactions

年間購読料金 別途お知らせいたします。お問合せ下さい。

対象機関 大学類, 独立行政法人, 企業等

問合せ先 〒105-0022 東京都港区海岸 1-9-18

国際浜松町ビル

丸善雄松堂株式会社 学術情報ソリューション

事業部 外国雑誌・eリソースセンター

☎ 03-6367-6114 FAX 03-6367-6184

E-mail: epro-j@maruzen.co.jp

各種賞推薦(自薦)のお願い

下記の推薦をお願いします。

第19回村上記念賞 候補者推薦のお願い

推薦資格 本会代議員による推薦

推薦締切 2022年2月28日(月)

詳細 までりあ60巻12号809頁またはホームページ→表彰

第19回村上奨励賞・第32回奨励賞 候補者推薦のお願い

推薦資格 本会代議員1名, 講演大会委員1名または正員3名による推薦

推薦締切 2022年2月28日(月)

詳細 までりあ60巻12号809頁またはホームページ→表彰

第70回論文賞・第2回新進論文賞 候補論文推薦(自薦)のお願い

推薦資格 本会代議員, 会誌・欧文誌編集委員, 当該論文の査読者, 著者本人

推薦締切 2022年2月28日(月)

詳細 までりあ60巻12号811頁またはホームページ→表彰

第12回までりあ賞 推薦(自薦)のお願い

推薦資格 会報編集委員または正員3名による推薦, 著者本人

推薦締切 2022年2月28日(月)

詳細 までりあ60巻12号811頁またはホームページ→表彰

日本金属学会誌の冊子の発行につきまして

会誌編集委員会

日本金属学会誌は毎月1日発行としておりましたが、掲載ページ数維持のため、第86巻(2022年)は冊子を2号ずつの合併とし、偶数月1日の発行といたします。なお、オンライン・ジャーナルは引き続き毎月25日に公開いたします。

触媒材料の金属学研究会
第6回ミニシンポジウム
水素吸蔵合金と金属触媒材料の融合を目指して

SDGs ならびにカーボンニュートラルの遂行が叫ばれている昨今、来る水素エネルギー社会のキーマテリアルとして水素吸蔵合金および水素製造や CO₂ 水素化による有用化学品への物質変換に深く関わる触媒材料が注目されている。そこで、今回のミニシンポジウムでは、水素吸蔵合金と金属触媒材料をキーワードとした話題提供を通して新規金属触媒材料への開拓・展開に向けて自由闊達な雰囲気で見聞交換を行う。

日時 2022年2月18日(金) 13:30~17:00

場所 国立研究開発法人 物質・材料研究機構 千現キャンパス(〒305-0047 つくば市千現 1-2-1)

つくばエクスプレス(TX)つくば駅より徒歩15分程度
※新型コロナウイルス感染拡大状況によりオンラインによる開催の可能性あり。

プログラム

- 13:30~13:40 開会のあいさつ(趣旨説明)
- 13:40~14:30 水素化し難い金属から水素化物を創る—高温高圧法と放射光その場観察による新規水素化物探索研究
量研機構 齋藤寛之
- 14:40~15:30 水素吸蔵合金の高性能化・多機能化を實現するナノ材料学と触媒化学への期待
産総研 浅野耕太
- 15:40~16:30 Ni 基水素吸蔵合金触媒の不飽和炭化水素の水素化特性
東北大 附田良太
- 16:30~17:00 自由討論
- 17:00 終了

企画責任者 亀岡 聡(東北大・多元研), 許 亜(NIMS)

参加費 一般1,000円, 学生は無料。

※オンライン開催の場合は無料。

申込・問合せ先 2022年2月14日(月)までに E-mail または FAX にて氏名, 所属, 電話番号を明記してお申し込み下さい。

〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1

東北大学多元物質材料研究所 亀岡 聡

☎ & ☎ 022-217-5723

E-mail: satoshi.kameoka.b4@tohoku.ac.jp

〈公募類記事〉

無料掲載: 募集人員, 締切日, 問合先のみ掲載。

有料掲載: 1/4頁(700~800文字)程度。

「まてりあ」とホームページに掲載; 15,000円+税

ホームページのみ掲載; 10,000円+税

〈その他の記事〉 原則として有料掲載。

原稿締切・掲載号: 毎月1日締切で翌月号1回掲載。

原稿提出先: 電子メール(受け取りメールの確認をして下さい)

E-mail: materia@jim.or.jp

公 募

◇宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所
教育職 公募◇

国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構(JAXA)は、下記の通り教授(教育職)の公募を行いますので、広く適任者の推薦、応募を求めます。

公募職種および人数 教授(教育職) 1名

配属予定部署 宇宙科学研究所 宇宙飛翔工学研究系

求める人物像

今回募集する教授(教育職)には、宇宙システムへの適用を前提として、新たな複合材料そのものの研究や複合材料の特性予測技術の研究を推進するとともに、複合材料の損傷や破壊などのメカニズムに関する専門知識を活かし、開発過程とともに不具合発生時も含め、宇宙科学プロジェクトを強力に支援することを求めます。

さらに当研究所の大学共同利用の役割を理解し大学等の研究者と協調して宇宙科学プロジェクトを中心とする学術研究を遂行するとともに、専門研究能力を生かして当機構内の研究開発やプロジェクトなどの各種活動に積極的に参加し、将来の宇宙開発・宇宙利用に資する人材育成に貢献できる意欲あふれる人材を求めます。また、必要に応じて、関連企業などと連携した共同研究も推進することのできる人材を前提とします。

応募資格 博士号を有すること

着任時期 決定後できるだけ早い時期。ただし、機構の予算状況により、本人との調整を要する場合があります。

応募締切 2022年1月27日(木)12:00(日本時間)必着

問合せ先 宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所

宇宙飛翔工学研究系

研究主幹 澤井秀次郎 教授

E-mail: sawai.shujiro@jaxa.jp

その他 詳細は以下の web サイトを参照下さい。

http://www.jaxa.jp/about/employ/educator_j.html

◇レアメタル研究会◇

- 主 催 レアメタル研究会
- 主 宰 者 東京大学生産技術研究所 教授 岡部 徹
- 協 力 (一財)生産技術研究奨励会(特別研究会 RC-40)
- 共 催 東京大学マテリアル工学セミナー
レアメタルの環境調和型リサイクル技術の開発研究会
東京大学生産技術研究所 持続型エネルギー・材料統合研究センター
東京大学生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット)
- 協 賛 (一社)軽金属学会, (一社)資源・素材学会, (一社)新金属協会, (公社)日本化学会, (公社)日本金属学会, (一社)日本チタン協会, (一社)日本鉄鋼協会 (五十音順)
- 開催会場 ZOOM 等で行う「リアル講演会+講演のネット配信のハイブリッド研究会」
- 参加登録・問い合わせ
岡部研 レアメタル研究会事務担当 宮寄智子
(mailto: okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp)

第100回 2022年3月11日(金)14:00~

An 棟 2F コンベンションホール

リアル講演会+講演のネット配信(Zoom Webinar & YouTube)のハイブリッド研究会

テーマ: 非鉄業界における研究や教育(人材育成)に関する未来

午後2:00~

★第100回記念講演会 非鉄分野の将来を担うホープが夢を語る★

司会 東京大学 生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門 特任教授
東京大学大学院 工学系研究科 システム創成学専攻 教授 所 千晴

講演(各25分+5分質疑応答)(敬称略)

- 国境を飛び越える製錬技術の面白さ, Umicore が取り組む非鉄人材育成(仮)
Umicore, Corporate Research & Development, Associate Scientist
(Recycling & Extraction Technologies) 八木良平
- 高効率エネルギー利用と資源循環に向けたコトづくりと人づくり(仮)
東京大学 生産技術研究所 講師 大内隆成
- 国内外環境変化と非鉄金属, そして研究者としての役割と夢~韓国の非鉄金属分野の事例を中心として~(仮)
Principal Researcher, Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources (KIGAM), Associate Professor, University of Science and Technology, Korea Jungshin Kang

- 非鉄分野における研究者としての夢とロマン(仮)

九州大学大学院 工学研究院 材料工学部門 准教授
谷ノ内勇樹

- 希土類金属製錬学の体系化と展望(仮)

東北大学大学院 工学研究科 金属フロンティア工学専攻 准教授
竹田 修

- 私が追い求めてきた夢とロマン(仮)

東京大学 生産技術研究所 教授 岡部 徹
総合討論・意見交換
モデレーター 東京大学 生産技術研究所 特任教授 黒川晴正
東京大学 生産技術研究所 シニア協力員 中村 崇
午後6:00~
研究交流会・意見交換会

レアメタル研究会ホームページ

https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html
◇NIMS 先端計測シンポジウム2022
マテリアル革新力強化を支えるマルチスケール先端計測◇

最先端計測基盤技術の開発と応用展開により先進材料イノベーションを加速することを目的として, NIMS「先進材料イノベーションを加速する最先端計測基盤技術の開発」プロジェクトならびに先端材料解析研究拠点は, 「NIMS 先端計測シンポジウム2022」を開催します。

2022年の NIMS 先端計測シンポジウムは「マテリアル革新力強化を支えるマルチスケール先端計測」をメインテーマとしました。

最先端材料計測技術を先駆ける NIMS 先端計測シンポジウム2022に是非ご参加いただきますようご案内申し上げます。

開催期日 2022年3月11日(金) 10:00~17:00

会 場 オンライン(Zoom)

名 称 NIMS 先端計測シンポジウム2022

マテリアル革新力強化を支えるマルチスケール先端計測

主 催 「先進材料イノベーションを加速する最先端計測基盤技術の開発」プロジェクト

参 加 費 無料

H P https://www.nims.go.jp/research/materials-analysis/events/amcp_symposium2022.html

参加登録 登録は上記ホームページからお願いします。

締切: 2022年3月10日(木) 12:00

問い合わせ 先端計測シンポジウム2022事務局

E-mail: amcp2022@nims.go.jp

☎ 029-851-3354(内線3861)

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 86, No. 1 (2022)

—論 文—

軟 X 線磁気円二色性顕微分光による Nd-Fe-B 熱間加工磁石の初磁化過程および減磁過程における磁区観察
竹内 誠 蓬田貴裕 菊池伸明 豊木研太郎
小林慎太郎 小谷佳範 中村哲也 日置敬子 岡本 聡

純亜鉛単結晶の曲げ変形挙動における結晶方位依存性
古川 翔 岡 健太 津志田雅之 北原弘基 安藤新二

加熱したポーラスアルミニウムとポリカーボネートの圧着接合
藤岡 巧 半谷禎彦 三ツ木寛尚 天谷賢児

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 63, No. 1 (2022)

—Regular Article—

Materials Physics

Theoretical Evidence for the Single-Ended-Source Controlled Yield Strengths of Micropillar FCC and BCC Metal Single Crystals

Shin Takeuchi, Yasushi Kamimura and Keiichi Edagawa

Os-Free Fe₁₂Ir₂₀Re₂₀Rh₂₀Ru₂₈ High-Entropy Alloy with Single hcp Structure Including Fe from Late Transition Metals

Akira Takeuchi and Takeshi Wada

Manganese-Doped Ceria as a Dual-Functional Nanomaterial in the Treatment of Gaseous Pollutants and Antibacterial

Phan H. Phuong, Nguyen P. Anh, Trung Dang-Bao, Duong N. Linh, Nguyen V. Minh and Nguyen Tri

Microstructure of Materials

Microstructure and Mechanical Properties of the Heterogeneous-Nano Structured Cu-Be System Alloys

H. Jiang, C. Watanabe, H. Miura and N. Muramatsu

Mechanics of Materials

Effects of Cerium on Crystal Orientation Dependence of Fatigue Fracture Behavior of Magnesium Single Crystals

Guojun Lu, Kensuke Miyazaki, Hiromoto Kitahara and Shinji Ando

Simulation and Experimental Study on Forming Process of Wavy Interface in Electromagnetic Pulse Welding Based on Metallic Jet

Luxin Chi, Shifa Liang, Xinxin Wang, Yang Ran and Yingying Wang

Materials Processing

Fabrication of Magnesium Alloy Based Composites Reinforced by Uniaxially Oriented SiC Continuous Fibers Using Low Pressure Infiltration Method

Masataka Yamamoto and Masamitsu Hayashida

Dispersion of Shrinkage Cavity in Aluminum Alloy Castings Using Ultrasonic Melt Treatment for Generating Microbubbles

Yasushi Iwata, Kazuma Hibi, Hiroshi Kawahara, Takuma Minoura, Jun Yaokawa and Yuichi Furukawa

Shot Peening Intensity and Residual Stress Distribution on Cylindrical Surface

Takahiro Ohta

Wear Properties of Self-Fluxing Ni60A-AlMgB₁₄ Composite Coating Fabricated by Plasma Spraying

Hubiao Wang, Guixiong Gao, Yunhai Ma, Hongwei Zhao, Bharat Bhushan and Jin Tong

Engineering Materials and Their Applications

Effect of Grain Refinement on Fatigue Properties of Mg-0.3 at%Ca Alloy in Air and Simulated Body Fluid

Naoko Ikeo, Naoya Kawamura and Toshiji Mukai

First Principles Calculation of Electrical and Optical Properties of Cu₃AsO₄: Promising Thin-Film Solar Cell Absorber from Nonferrous Metal Manufacturing By-Products

Issei Suzuki, Sakiko Kawanishi, Naoki Ohashi, Aiga Gomi, Junya Kano, Hiroto Watanabe, Satoshi Asano and Takahisa Omata

Fundamental Study on Forming Method of Ultrahigh-Strength Steel Sheet to T Model Shape—Development of Forming Method of Ultrahigh-Strength Steel Sheet to L and T Shapes—

Yasuharu Tanaka, Takashi Miyagi, Misao Ogawa, Junki Natori and Minoru Sugawara

—Express Rapid Publication—

Multi-Probe Characterization of Plasticity Heterogeneity: Requirement of Alloy Design Considering Dislocation Planarity for Developing Crack-Resistant Ni-Cr Alloys

Taein Kong, Motomichi Koyama, Misaho Yamamura and Eiji Akiyama

まてりあ第61巻2号 予告

特集「三次元組織解析の最前線 後編」3分野企画

放射光を使った X 線 CT による 3D 観察 ……Spring8 上杉健太郎
3 次元アトムプローブ解析法の最近の進展

………物材機構 佐々木泰祐
中性子イメージングによる 3 次元可視化技術

………JAEA J-PARC 篠原武尚

TEM/STEM トモグラフィによる最近の研究 ……九大 波多 聡

EDS トモグラフィによる三次元元素分布解析

………日本電子㈱ 青山佳敬

結晶学的な三次元組織解析を行うときの留意点 ……島根大 森戸茂一

[実学講座] 金属材料実験の手引き 1. 組織観察

1-4 光学顕微鏡, SEM 観察のための試料の調整

………名大 高田尚記

[新技術・新製品]

—他—

(編集の都合により変更になる場合があります)

新 入 会 員

(2021年10月21日～2021年11月19日)

正 員

石 井 誠 トクセン株式会社	黒 坂 猛 史 株式会社黒坂鍍金工業所	松 原 将 一 三菱重工航空エンジン株式会社
折 井 大 介 株式会社ハーモニック・ドライブ・システムズ	富 田 博 嗣 オイレス工業株式会社	三 井 俊 幸 株式会社神戸製鋼所
久 米 淑 夫 三菱アルミニウム株式会社	藤 崎 大 地 株式会社椿本チエイン	谷 地 宣 紀 株式会社ジェイテクト

学 生 員

石 藤 智 東京都立大学	加 藤 琉 聖 金沢大学
--------------	--------------

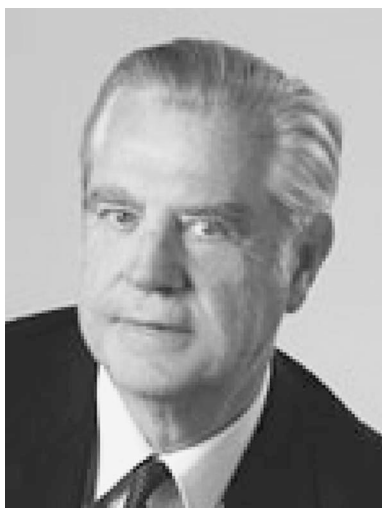
外国一般会員

Cao Han-xue Chongqing University	くー ぺいるーん 豊橋技術科学大学
----------------------------------	-------------------

 住所変更等の手続きは、ホームページ：入会・会員→会員マイページをご利用下さい。



追 悼 本会名誉員 Professor D. de Fontaine を偲んで



本会名誉員でカリフォルニア大学バークレー校名誉教授の Professor D. de Fontaine が2021年11月20日に逝去されましたことをお知らせしますと共に先生のご生前のご業績を偲び、謹んで哀悼の意を表します。de Fontaine 先生は1931年4月のお生まれで享年90歳でした。ノースウェスタン大学で学位を取得後、ベル研究所でのポスドクを経て、1969年カリフォルニア大学ロサンゼルス校に教授として赴任、1979年に同大学バークレー校材料科学科の教授に異動となり、1994年に退職されました。数々の業績の中でも、スピノーダル分解に関する非線形拡散方程式の数値計算、スピノーダルオーダーリングの理論、相平衡状態図の理論、合金の相安定性・相平衡の理論計算等は著名であり、極めて多岐にわたる研究を展開されましたが、これらは、ab-initio alloy theory の創始者、開拓者という言葉に集約できるかもしれません。古典熱力学を愛し、これを超越べく ab-initio 熱力学なるものの構築を目指されてきたように思います。これらの業績は Turnbull Award (Materials Research Society), Hume Rothery Award (TMS), 2度にわたる Exceptional Creativity Awards (U.S. National Science Foundation) 等の著名な賞の受賞につながり、さらに、APS と TMS からフェローの称号を贈られています。彼のもう一つの大きな業績は人材育成に尽力されたことで、de Fontaine 先生の薫陶を受けたかつての院生やポスドクが現在、

世界中の第一線で活躍しています。本邦の金属学会を始めとする材料科学界とのつながりも深く、複数名の日本人研究者が彼の下でポスドクとして研究を行い、さらに JSPS の招聘事業等、幾度もの来日の機会を通じて、多くの日本人研究者に知己を得られました。彼の訃報は文字通り世界を巡りましたが、多くの人の哀悼の辞に接しながら、改めて彼の人と学問が数多くの人々に影響を与えたことを思いました。de Fontaine 先生の在りし日の姿に思いを馳せ、彼が歩き続けた道が多くの研究者によって継承されることを願いながら、心からご冥福を祈ります。

行事カレンダー

太字本会主催(ホームページ掲載)

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
2022年 1 月				
6	第12回社会人のための表面科学ベーシック講座 (Web 開催)	日本表面真空学会	TEL 03-3812-0266 office@jvss.jp https://www.jvss.jp/	
7	第52回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム (Web 開催)	日本非破壊検査協会	TEL 03-5609-4015 mikami@jsndi.or.jp https://sciences.jsndi.jp/stress/	
7	日本セラミックス協会 資源・環境関連材料部会講演会「どこでも気軽にサイエンス！ーオンライン社会の到来を受けてー」 (Web 開催)	日本セラミックス協会他	sakamoto@fitc.pref.fukuoka.jp https://www.ceramic.or.jp/bgenryo/index_j.html	
7	表面分析実践講座2021～実践！最新走査電子顕微鏡実習 実際の作業を通して身につける最新技術～(東京)	日本表面真空学会	https://www.jvss.jp/jpn/activities/06/detail.php?eid=00006	
7	第99回レアメタル研究会(東大生産技研+Web 開催)(12号813頁)	レアメタル研究会	TEL 03-5452-6314 okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html	
8～9	第60回セラミックス基礎科学討論会(熊大)	日本セラミックス協会基礎科学部会	kiso60@chem.kumamoto-u.ac.jp http://www.ceramic.or.jp/bkiso	
11	MSJ 講習会「パワーマグネティクスの基礎と応用」 (Web 開催)	日本磁気学会	TEL 03-5281-0106 https://www.magnetics.jp/education/msjworkshop_powermagnetics/	
12～2.28	第72回表面科学基礎講座「表面・界面分析の基礎と応用」 (Web 開催)	日本表面真空学会	TEL 03-3812-0266 office@jvss.jp https://www.jvss.jp/jpn/activities/04/detail.php?eid=00010	
18	軽金属学会創立70周年記念事業 第118回シンポジウム「押し寄せるオンライン化」 (Web 開催)	軽金属学会	https://www.jilm.or.jp/	定員 100名
18	腐食防食部門委員会第340回例会 (Web 開催)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp https://www.jsms.jp	
20～21	2021年度日本金属学会・日本鉄鋼協会両北海道支部合同冬季講演大会 (Web 開催)(12号808頁)	日本金属学会北海道支部	jim_hokkaido@eng.hokudai.ac.jp	
21	関西支部第25回塑性加工基礎講座「入門 結晶塑性シミュレーション」 (Web 開催)	日本塑性加工学会 関西支部他	TEL 090-9280-0383 kansai@jstp.or.jp	1.7
22	第27回高専シンポジウムオンライン (Web 開催)	高専シンポジウム協議会	TEL 0859-24-5161 date@yonago.kosen.ac.jp https://kosen-sympo.org/	
24～25	第175回塑性加工学講座「圧延加工の基礎と応用」 (Web 開催)	日本塑性加工学会	https://www.jstp.or.jp	定員 70名
24～25	第29回超音波による非破壊評価シンポジウム (Web 開催)	日本非破壊検査協会	TEL 03-5609-4015 nakamura@jsndi.or.jp	
27	表面科学技術研究会2022 炭素材料の新展開-表面で造る・表面を造る・表面を使う-(大阪+Web 開催)	日本表面技術協会 関西支部他	TEL 075-781-1107 kansai_office@stj.or.jp http://www.sssj.org/Kansai/goudou22127.html	参加 1.20
27～28	第50回ガスタービンセミナー (Web 開催)	日本ガスタービン学会	TEL 03-3365-0095 gtsj-office@gtsj.org https://www.gtsj.or.jp/	
28	第33回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—中級編(時効析出)」 (Web 開催)	軽金属学会	http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
28	第20回ナノテクノロジー総合シンポジウム (JAPAN NANO 2022) (東京+Web 開催)	文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム、物材機構	JAPANNANO@nims.go.jp TEL 029-859-2777 https://www.nanonet.go.jp/japannano/2022/	
28～29	第27回薄膜・表面物理分科会、シリコンテクノロジー分科会共催特別研究会「電子デバイス界面テクノロジー研究会—材料・プロセス・デバイス特性の物理—」 (Web 開催)	応用物理学会 薄膜・表面物理分科会他	fukui@jsap.or.jp http://www.edit-ws.jp/	
2022年 2 月				
1～14	Mate2022 28th Symposium on “Microjoining and Assembly Technology in Electronics”(Web 開催)	スマートプロセス学会他	TEL 06-6879-7568 mate@sps-mste.jp http://sps-mste.jp/mate/	
4	第346回塑性加工シンポジウム「低炭素化社会への取り組み」—CO ₂ の回収, 利用, 排出減— (Web 開催)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 100名
14	第421回講習会「放電加工と電解加工の基礎と最新動向～電気加工の最前線～ (Web 開催)	精密工学会	TEL 03-5226-5191 https://www2.jspe.or.jp/form/koshukai/koshukai_form.html	
17	第2回次世代高性能磁性材料研究会 (Web 開催)	日本金属学会若手研究グループ	https://forms.gle/Nx91Cb79dHdTZoiQ6	
18	触媒材料の金属学研究会 第6回ミニシンポジウム「水素吸蔵合金と金属触媒材料の融合を目指して」(つくば)(本号57頁)	研究会 No.78 触媒材料の金属学研究会	TEL/FAX 022-217-5723 satoshi.kameoka.b4@tohoku.ac.jp	申込 2.14

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
24	LMP シンポジウム2022 レーザ加工技術の応用と最新動向(Web開催)	日本溶接協会	TEL 03-5823-6324 http://www-it.jwes.or.jp/seminar/	定員 120名
25	トライボシンポジウム第24回「トライボコーティングの現状と将来」(和光)	理化学研究所大森素形材工学研究室, トライボコーティング技術研究会	TEL 03-5918-7613 tribo@tribocoati.st http://www.tribocoati.st	定員 65名
25	第34回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—応用編(加工・熱処理による組織変化)」(Web開催)	軽金属学会	http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
2022年3月				
7	第47回「組織検査用試料の作り方(組織の現出)」講習会—鉄鋼材料・非鉄金属材料・表面改質処理および異常組織材—(Web開催)	材料技術教育研究会	TEL 047-431-7451 jimukyoku@mskoshukai.jp http://www.mskoshukai.jp	定員 100名
7~9	第13回日本複合材料会議(JCCM-13)(大阪+Web開催)	日本材料学会, 日本複合材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp	
7~9	2021年度量子ビームサイエンスフェスタ(Web開催)	高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所, J-PARC センター他	qbsf2021-office@ml.j-parc.jp https://mlinfo.jp/sp/qbs-festa/2021/	
10~11	表面科学セミナー2022(実践編)「実践! マテリアルズインフォマティクス 実例を通じて学ぶマテリアルズインフォマティクス」(Web開催)	日本表面真空学会	TEL 03-3812-0266 office@jvss.jp https://www.jvss.jp/	
11	第100回レアメタル研究会(東大生産技研+Web開催)(1号58頁)	レアメタル研究会	TEL 03-5452-6314 okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html	
15~17	日本金属学会春期講演大会(東京大学駒場キャンパス)(予定)(1号51頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	講演 1.7 参加予約 2.25
22	日本金属学会春期講演大会ポスターセッション第7回「高校生・高専学生ポスターセッション」(Web開催)(1号53頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 annualm@jim.or.jp	ポスター 1.7 高校生ポスター 1.14
2022年5月				
11~12	第38回希土類討論会(熊本)	日本希土類学会	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org/	発表 1.21
27~29	第142回春期大会(大阪大学)	軽金属学会	https://www.jilm.or.jp/	
2022年6月				
3~5	2022年度塑性加工春季講演会(Web開催)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	
2022年7月				
6~8	第59回アイソトープ・放射線研究発表会(東京)	日本アイソトープ協会	TEL 03-5395-8081 gakujutsu@jrias.or.jp http://www.jrias.or.jp/	
2022年9月				
4~8	第18回アルミニウム合金国際会議(ICAA18)(富山)	軽金属学会	http://www.icaa18.org/	
4~9	第18回液体及びアモルファス金属国際会議(LAM18)(広島)	第18回液体及びアモルファス金属国際会議組織委員会	TEL 082-424-6555 masinui@hiroshima-u.ac.jp https://lam-18.hiroshima-u.ac.jp/	
21~23	日本金属学会秋期講演大会(福岡工業大学)(予定)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	
2022年11月				
22~25	The 1st International Symposium on Iron Ore Agglomerates (SynOre2022)(第1回鉄鉱石塊成鉱に関する国際シンポジウム)(島根)	SynOre2022 組織委員会, 日本鉄鋼協会	TEL 03-6369-9984 synore2022@issjp.com https://synore2022.com/index.html	



まてりあ 第61巻 第1号(2022) 発行日 2022年1月1日 定価1,870円(本体1,700円+税10%)送料120円

発行所 公益社団法人日本金属学会

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312

発行人 山村英明

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

発売所 丸善雄松堂株式会社

〒160-0002 東京都新宿区四谷坂町 10-10

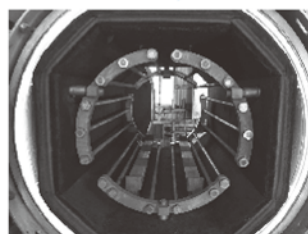
高断熱+省エネ

URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

- 高純度カーボングラファイト部品(純度5ppm以下)
- C/C(カーボン・カーボン)材による精密加工
- カーボン成形断熱材、カーボンフェルト
- 回転式アルミ脱ガス装置用ローター
- 高温真空炉 炉内メンテナンス、カーボンヒーター
- メカニカルシール、パッキン等の摺動部品修理・改造



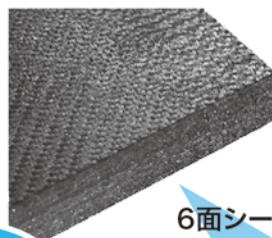
シール



高温真空炉



カーボンヒーター



6面シート
貼り



カーボンフェルト

CO₂削減



メカニカルカーボン工業株式会社

本社: 247-0061 神奈川県鎌倉市台5-3-25 TEL.0467-45-0101 FAX.0467-43-1680

工場: 新潟工場・本社工場・野村工場(愛媛)・広見工場(愛媛) 事業所: 郡山・東京・大阪・松山・周南・福岡

お問い合わせEメール mck@mechanical-carbon.co.jp



日本金属学会発行誌 広告のご案内

まてりあ (会報)

前付) 1色1P ￥100,000 (税別) 1/2P ￥60,000 (税別)

後付) 1色1P ￥95,000 (税別) 1/2P ￥55,000 (税別)

※表紙回り、カラー料金等お問い合わせ下さい。

春・秋期講演大会プログラム

後付) 1色1P ￥70,000 (税別) 1/2P ￥40,000 (税別)

広告ご掲載についてのお問い合わせ・お申込み

株式会社 明 報 社

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル

TEL (03) 3546-1337 FAX (03) 3546-6306

E-mail info@meihosha.co.jp HP www.meihosha.co.jp

日立電界放出形透過電子顕微鏡
HF5000

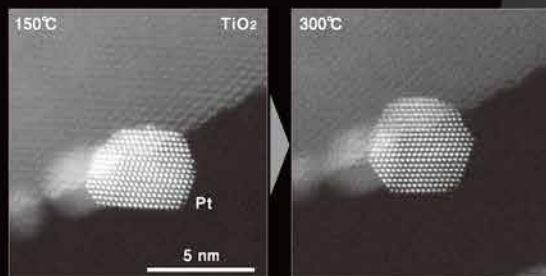
HITACHI
Inspire the Next

普段使いを両立
空間分解能と分析性能を調和した、
日立の200 kV収差補正 その場観察 E-TEM/E-STEM

HF5000

Field Emission Transmission Electron Microscope/
Scanning Transmission Electron Microscope/
Scanning Electron Microscope

試料室へ直接ガス導入 動的变化を捉える E-STEM 動画観察

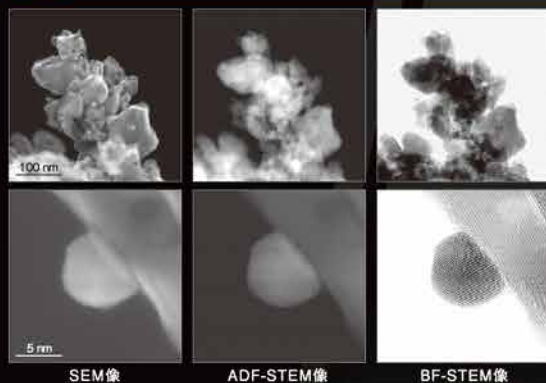


試料室への直接ガス導入機構と低ドリフトのMEMS加熱ホルダとの組合せてSTEM/SEM/TEMで原子分解能レベルでのその場観察、変化を動的に記録できます。

試料: Pt/TiO₂触媒
ガス雰囲気中
加熱温度: 150°C & 300°C
試料ホルダ: Blaze MEMS加熱ホルダ
(右写真)
加速電圧: 200 kV
HAADF-STEM像



収差補正SEM像/STEM像 同時観察



二次電子検出器を標準搭載しており、収差補正SEM/STEM像の同時観察が行えます。試料表面と内部構造の同時観察により、3次元的な試料構造の把握が可能です。収差補正SEM像では、球面収差補正による分解能向上に加え、試料表面のより忠実な像が得られます。

Au/CeO₂触媒の
SEM/ADF/BF-STEM像(上段)と
Au粒子の高分解能像(下段)



※ 2ndモニタオプション付き、モニタ画面は、はめ込み合成です。



Science for
a better tomorrow

株式会社 日立ハイテク

〒105-6409 東京都港区虎ノ門一丁目17番1号 虎ノ門ヒルズ ビジネスタワー 電話03-3504-6111
www.hitachi-hightech.com/jp/science/