

# 結晶学的な三次元組織解析を行うときの留意点

森戸 茂一\* 林 泰輔\*\*

## 1. 結晶方位解析と材料組織

多くの金属材料には特徴的な組織が内包され、それらは力学特性や物性などに影響を与えている。また、これらの組織の多くは結晶学的な特徴を持っており、その特徴が各種物性に影響を与えることが知られている。そのため、金属組織の観察や評価について多くの報告があり、組織の結晶学的解析についても多くの研究がある。

このように金属組織について多くの観察および解析が行われているが、その多くは研磨表面での二次元観察である。実際の金属組織は三次元的に存在しているため、連続切削観察法による観察や形態計量学的な解析など二次元観察からの三次元組織の類推が行われている。しかし、力学特性を検討する上で必要となる結晶方位を含めた三次元観察および解析は多くない。

2000年以降は電子線による結晶方位解析技術の進歩や微細加工技術の発達により、結晶方位情報を含めた詳細な三次元像の取得が求められるようになってきた。本稿では、三次元組織と結晶方位解析を組み合わせた解析手法について解説すると共にその留意点について説明する。

## 2. 結晶方位解析を併用した界面の三次元解析

結晶方位解析を用いた三次元解析は古くから行われている。特に試料表面において観察される界面のトレースを複数観察面から撮影し、それらのトレースから界面を特定する解析は現在でもよく使われている<sup>(1)</sup>。多くの書籍で解析手法が掲載されている<sup>(2)(3)</sup>ので、ここでは簡単に概略を説明する。

図1は観察対象の直方体試料を示しており、それぞれ直交す

る辺の方向を  $X, Y, Z$  とした座標を定義する。この試料の座標は正規直交系の右手系としている(以降、試料座標系)。単純化するためこの試料を既に結晶方位が分かっている単結晶試料と考える。試料内部には平滑な界面が含まれており、その界面は試料表面でトレース線として観察される。図中ではトレース線を黒太線で示している。図中の  $X$ - $Y$  平面および  $Y$ - $Z$  平面内のトレース線方向  $r_1$  および  $r_2$  は、 $X$  および  $Z$  方向からの観察から決定することが出来る。また、試料の結晶方位は既に分かっているので試料座標系から結晶の座標系(以降、結晶座標系)への変換により  $r_1$  と  $r_2$  を結晶座標系で表すことが出来る。トレース線は対象の平面内に存在するので、この平面の法線は  $r_1$  と  $r_2$  の外積方向となる。

この手法は非常に手軽であるが、複数方向からトレース線を観察する必要があるため、1 mm 以下の組織を観察するのは難しい。しかし、近年は集束イオンビーム加工(以降、FIB)の技術が発達したため微細領域での二面トレース解析が可能となった。多くの解析例があるが、ここでは Fe-0.5C-2Mn 合金の旧オーステナイト粒界の解析例を示す。図2(a)は焼入れた Fe-0.5C-2Mn 合金の走査イオン像(以降、SIM)で、旧オーステナイト粒界を白破線で示している。この粒界のトレースに対して垂直に FIB を用い加工する。加工後の

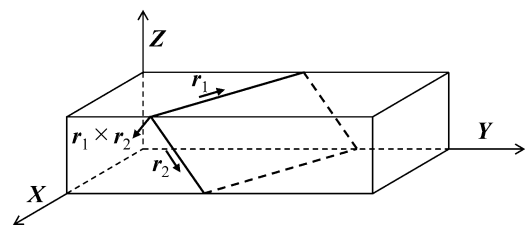


図1 二面トレース解析法の原理。

\* 島根大学次世代たたら協創センター；教授(〒690-8504 松江市西川津町1060)

\*\* 島根大学総合科学研究支援センター；助教

The Focal Point of Crystallography for Three Dimensional Microstructure Analysis; Shigekazu Morito and Taisuke Hayashi (\*Next Generation Tatara Co-Creation Centre, Shimane University, Matsue. \*\*Interdisciplinary Center for Science Research, Shimane University, Matsue)

Keywords: crystallography, three dimensional observation, microstructure, serial-sectioning method, electron backscatter diffraction analysis, focused ion beam milling, 3D EBSD, 3D reconstruction

2021年10月12日受理[doi:10.2320/materia.61.94]

SIM 像が (b) であり、さらに試料を傾斜して撮影した SIM 像が (c) である。この観察領域に対して前もって後方散乱電子回折 (以降 EBSD) 測定を行い結晶方位を求めており、そのデータを合わせて二面解析法から旧オーステナイト粒界を決定することが出来る。

もう一つは切削観察法による面解析で、観察面上の平面のトレース線が観察面の切削後にずれる量を元に計算する手法である。図 3 にその概略を示す。図 3 でも図 1 と同じように直方体の単結晶試料を示し同じ座標系をとっている。図 3 では図 1 の Z 方向から試料を見ていることになる。X-Y 平面内にはトレース線 (図中では黒線) が観察されている。このトレース線内の任意の点を点 O' とする。この X-Y 平面を  $\Delta z$  だけ X-Y 平面と平行に切削する。切削後の平面上で観察されるトレース線を破線で示す。切削前の点 O' と同じ X-Y 座標にある切削後の位置を点 O と置き、切削後の平面上

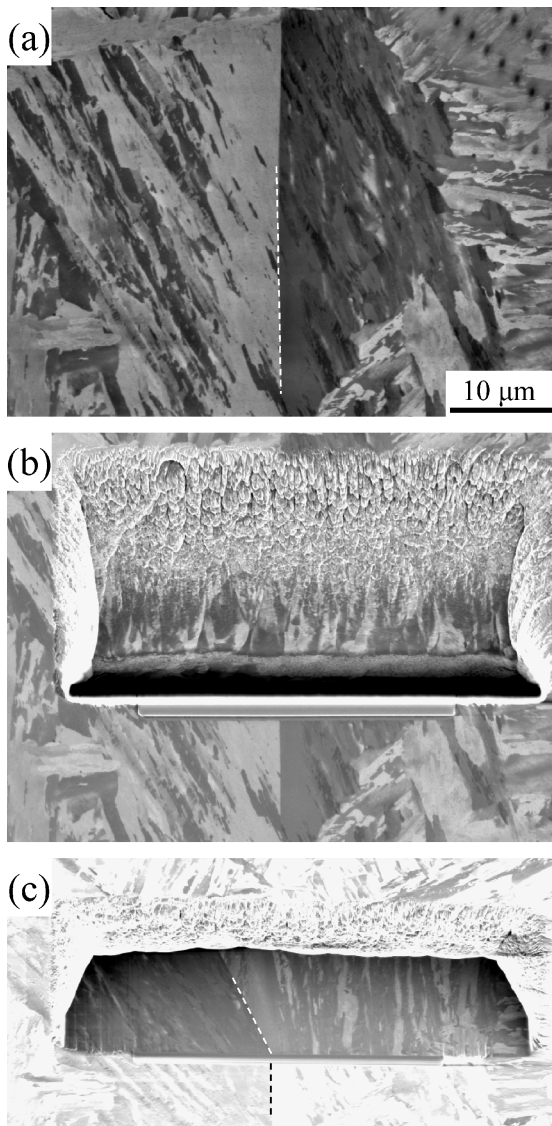


図 2 FIB を用いた二面解析の例：(a) 加工前試料の SIM 像、(b) FIB 加工後の SIM 像と (c) 傾斜後の SIM 像。使用した試料は Fe-0.5C-2Mn 合金焼入材。

で点 O からトレース線までの X 方向への距離  $\Delta x$  と Y 方向への距離  $\Delta y$  を測定する。これらのトレース線が示す面の法線は試料座標系で  $[1/\Delta x, 1/\Delta y, 1/\Delta z]$  となる。このベクトルを結晶座標系に変換すると面法線が得られる。

この手法は平行研磨さえ出来れば実施しやすい反面、切削量を正しく把握する必要があること、測定精度が観察対象と観察面との角度に依存すること、切削前後の像を正しく合わせないと精度が出ないことが問題となる。近年では精密加工の精度が上がり、マクロでは全自動連続切削観察装置<sup>(4)-(6)</sup>、微小領域では FIB<sup>(7)</sup> を利用する事により、この手法を容易に実施する事が出来る。ただ、これらの機器が使用できるのなら組織の三次元観察を行い、三次元像から界面を解析した方が早い。三次元像を用いた解析については次の章で述べる。

これらの手法は対象となる結晶の結晶方位を知る必要があり、古くは結晶の形態や焼鈍双晶<sup>(8)(9)</sup>、マイクロラウエ写真などの X 線回折<sup>(10)</sup>、最近では EBSD 測定<sup>(11)</sup> などの測定が行われる。具体的な結晶方位の測定方法は専門のテキストにおいて詳しく説明されているので、ここでは界面解析の時の留意点について記述する。最も注意すべき点は観察するときと結晶方位を測定するときの試料座標系の違いである。一般的にトレース線を観察するときの試料座標系と結晶方位を測定するときの試料座標系は等しくない。例としては SEM 内での試料座標と EBSD での試料座標の取り方の違いが挙げられる。これは観察するときの座標系では顕微鏡やカメラ、結晶方位を決めるとき座標系ではディテクタなどから見た座標とすることが多く、互いの関係を考慮されていないことが多いためである。どちらかの試料座標系を基準として試料座標系を統一させれば間違いはない。ただ、座標変換時の演算ミスや座標系の取り違いなどの解析ミスを防ぐために焼鈍双晶など既知の界面で解析の確認を行うことが必要と考える。

もう一つ気にしなければならないのが晶系である。試料座標系は一般的に正規直交系であるが、結晶の場合は立方晶以外は正規直交系でとられていない。そのため、結晶座標系と試料座標系を変換するときの演算にミスが起きやすく注意が必要となる。また、対称性も異なり面法線と方向を明確に分ける必要もあるので、解析時に極点図などで確認をとるなど注意が必要である。近年結晶方位解析で利用される EBSD 解析の場合、専用の解析ソフトウェアを用いた解析が行われ、それらのソフトウェアでは各種晶系に対応している。しかし、そのソフトウェアの解析結果を無批判に受け入れるの

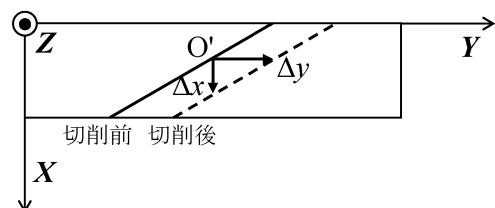


図 3 切削型界面解析法の原理。

は危険である。

### 3. 結晶方位解析データを併用した顕微鏡像による三次元組織構築と解析

前章で切削による界面解析手法を紹介したが、界面だけではなく組織に対しても連続切削による観察が行われている<sup>(12)(13)</sup>。近年では局所結晶方位解析を併用することでより結晶学的に組織の抽出を行うことが出来るようになった。その例を図4に示す<sup>(14)</sup>。図4は極低炭素鋼ラスマルテンサイトの観察例で、研磨と腐食を施し光学顕微鏡観察を行うことを繰り返した像を元の画像として用いている。図4(a)と(b)はそれぞれ切削開始面から194  $\mu\text{m}$ と399  $\mu\text{m}$ 切削した面での光顕像である。ラスマルテンサイトの場合、光学顕微鏡像だけでは組織の識別は難しいので、数回に1回の割合で光学顕微鏡像組織と対応するEBSD測定を行い旧オーステナイト粒界、パケット、ブロックなどの組織を特定している。この解析では光学顕微鏡像の回転や水平移動をビッカース硬さ計で付けた圧痕を画像積層時の位置合わせマーカーとして使い、各組織境界を抽出し三次元像として再構築している。再構築した三次元像の例として(c)と(d)に旧オーステナイト粒界と焼鈍双晶を示す。

光学顕微鏡を用いた切削型三次元解析は研磨機さえあれば行うことが出来る上、比較的広範囲の組織を観察することが出来る。ただ、この手法にはいくつか問題点があり、その中でも切削深さの正確な測定、顕微鏡像の位置合わせの印、写真ごとに異なる組織のコントラストが問題になる。最初の二つの項目は最近の全自動連続切削観察装置などを使えば問題ではなくなるが、手動でこの二項目に対応する場合、多くの場合はビッカース硬さ計などで付けられた圧痕を使い対処す

ることになる。圧痕はマーカーとしてだけでなく、そのサイズから試料表面から圧痕の底までの距離を測定でき、圧痕のサイズ差から切削深さを求めることが出来る。ただ、圧痕は切削を続けると消えるので常に圧痕を打ち続ける必要がある。また、材料のスプリングバックがあるために圧子形状から圧痕サイズと深さの関係を予測することが出来ない。そのため、前もって対象試料に圧痕を付け、レーザー顕微鏡などで圧痕サイズと深さの関係を求めておく必要がある。また、圧痕は切削により形を変えるため圧痕だけでは画像積層時の位置合わせが難しく、組織全体を見て合わせる場合が多い。最後の項目は顕微鏡写真から目的組織を抽出する際に障害となる。組織写真になれば組織を抽出することは出来るが、数百枚の画像を手動で処理することは現実的ではない。そのため画像処理や機械学習などを使って組織の抽出を行う必要がある。

組織の抽出は非常に大きな問題であるため、観察手法を変えて組織の抽出を容易にすることが試みられている。よく使われているのは走査型電子顕微鏡の反射電子像を使い組成差で組織を識別する手法で、FIBを併用した解析例が多く報告されている。一方、組成差がない場合や結晶方位について定量的に解析したい場合はEBSD測定を併用することになる。EBSD測定から得られる結晶方位データをそのまま三次元で用いる手法もあるが、この章では測定結果から画像データを作成しそのデータを用いて三次元組織を解析した例を示す。図5は極低炭素鋼ラスマルテンサイトのブロック内部の三次元観察結果である<sup>(15)</sup>。極低炭素鋼ラスマルテンサイトにはサブブロックと呼ばれる小角粒界で囲まれた組織を内包しているが、光学顕微鏡では識別しにくいのでEBSD測定からサブブロックを抽出し三次元像を作成している。図5(a)は一つの切断面における結晶方位像で、画像の下部以外は一つのブロックで占められている。そのブロック内に小角の方位差を持つ組織が観察される。それらがサブブロックである。得られたEBSDデータを解析し組織を抽出した後に三次元像を再構築した。(b)は一つの旧オーステナイト粒に含まれるパケットを示し、(c)は一つのブロックに含まれるブロックを示している。(c)の色調(印刷版では明るさ)の異なる組織は小角境界で囲まれたサブブロックであり、(c)に含まれているほぼ同じ結晶方位を持つ領域を抽出した像が(d)である。このように結晶方位解析を併用することで通常の観察では判別しにくい小角粒界などの組織を抽出し三次元組織の観察を行うことが出来る。

局所結晶方位解析を絡めて三次元像を構築した場合、追加で界面や長手方向などの結晶学的解析を行うことも出来る。例として図6に極低炭素鋼ラスマルテンサイトのサブブロックの界面解析を挙げる<sup>(16)</sup>。ブロック内には入り組んだサブブロックが存在しているが、その一部を抽出し(a)と(b)に示している。これらのサブブロック境界について前章で述べた界面解析法で測定した結果が図に示されている。また、その応用で組織の長手方向も解析している。

ここで解析対象の三次元モデルについて少し考えてみる。

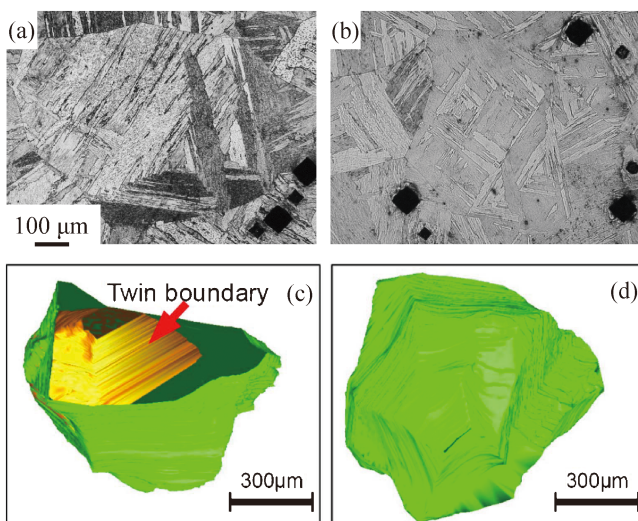


図4 光学顕微鏡像を用いた三次元組織観察例：観察開始位置から(a)194と(b)399  $\mu\text{m}$ 切削した面での光学顕微鏡写真、(c)と(d)は旧オーステナイト粒界(緑色、印刷版では灰色)と焼鈍双晶界面(黄色、印刷版では薄い灰色)の三次元組織でそれぞれ視点が異なっている。(オンラインカラー)

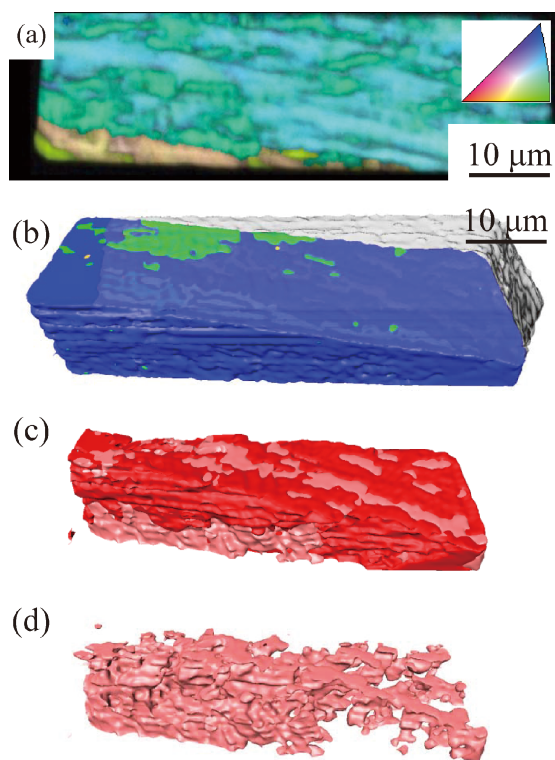


図5 EBSD測定により組織解析を行い三次元像を構築した例：(a)切断面における結晶方位図と(b)パケット，(c)ブロックおよび(d)サブブロックの三次元像．(a)は紙面法線の結晶方位をステレオ三角の色(印刷版ではグレースケール)で表現している．(b)はパケットごとに色を分けて表現している．(c)と(d)では結晶方位がほぼ同じサブブロック集団が2種類あり，それらに色分けしている．印刷版では組織をグレースケールで表現している．(オンラインカラー)

図6の三次元像はIMOD<sup>(17)</sup>という三次元像構築・可視化ソフトウェアを用いている．このソフトウェアでは顕微鏡像から界面を抽出し，微小な三角形(ポリゴン)で構成されたポリゴンモデルで界面を構築する．一方でAmira-Avizo<sup>(18)</sup>などのソフトウェアは，微小な立方体もしくは直方体(ボクセル)を単位胞として組織を構築したボクセルモデルを作成する．ボクセルモデルを用いた界面解析では，組織境界に平滑化処理を施してポリゴンモデルの界面を構築してから解析することになる．

ポリゴンモデルを構築するポリゴンには面法線のデータが含まれており，これを使い界面解析を行うことが出来る．ソフトウェアに依存するが，ポリゴンモデルを編集する事ができ，モデルに含まれるポリゴンの法線をベクトルとして抽出するモードが存在していれば容易に任意の界面における面法線の分布を得ることが出来る．

この解析を行う際に気をつけなければいけない項目として，観察時の位置精度と像歪がある．測定時の位置精度が悪く像歪もあると画像をうまく整理させることが出来ず凹凸のある三次元界面になる．そうするとポリゴンの法線もばらつく．また，切削深さについても注意する必要がある．多くの

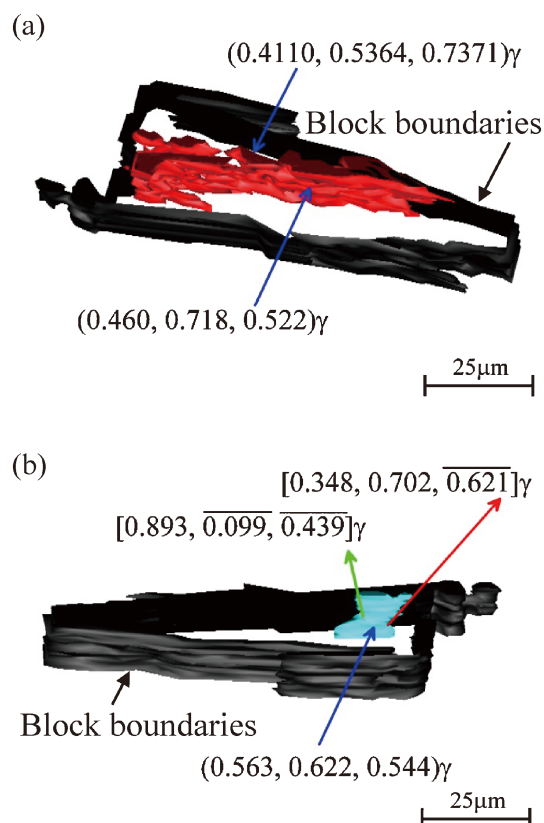


図6 ブロック境界に内包されるサブブロックの解析：内包されるサブブロックの中で(a)赤および(b)水色で示される(印刷版では共に灰色)サブブロックを抽出し界面法線と長手方向を解析している．(オンラインカラー)

ソフトウェアでは各切削ごとの切削深さを入力することが出来ず，平均切削深さを入力するケースが多い．そのような場合，各切削深さのばらつきがそのまま形状や方向，面法線のばらつきにつながる．等間隔に切削されていたとしても切削深さと観察もしくは測定時の分解能が一致していない場合，そのままの精度で三次元構築を行うとボクセルの形状が立方体から極端にずれてしまう．この状態でポリゴンモデルを構築すると平滑化処理がうまくいかず，特定方向にポリゴンが向く．そのため，三次元像構築の際には切削深さと二次元画像の分解能(画像の場合はピクセル解像度)を合わせる必要がある．具体的には切削間隔とEBSDのステップサイズがほぼ同じになるように測定し，二次元像のピクセル解像度と切削間隔が等しくなるように下準備をするのがよい．ソフトウェアによってはボクセルサイズを変更できるものもあり，そのようなソフトウェアを利用している場合は少し高め解像度を持つ二次元画像で三次元像を再構築し，その後ボクセルを立方体に近づけるといった手もある．

#### 4. 三次元 EBSD による組織解析

FIBを用いたマルチスライスEBSDを用いれば，1 μm以下の空間分解能で結晶方位を含む完全な三次元組織解析が可

能である。ただし、コストや時間の観点から3D-EBSDの対象は限られたものとなっている。3D-EBSDが有意性を発揮する事例としては、粒界性格の特定、亀裂先端部等の変形組織における微小方位変化の特定が挙げられる。粒界性格については、例えばRohrerらが用いている二次元断面観察からの統計的再構築法により知ることができる<sup>(19)</sup>。しかし、例えば晶癖面を知ろうとしたとき、その晶癖面が不明瞭な場合に二次元マップを用いて推定することは容易でない。また内部方位回転のような小さな変化量を二次元データから再構築することは困難である。例として、極低炭素鋼マルテンサイトには図7に示すように変態歪の影響による微小な方位回転が存在し、ある種の変形組織となっている。こうした回転は二次元観察でも確認することができていたが、微細な結晶粒周辺の変化を正確にたどるためには二次元観察だけでは不十分であり三次元観察が決定的な役割を果たした。このように、実際の微細組織を可視化しながら作業を進めることができるため、二次元マップの統計値では見えてこない情報を直接的に知ることができる。つまり、何がその組織を特徴づけている量なのか「あたり」をつけることができる。誤差の問題から三次元測定したとしてもその差が有意であるかどうかを直ちに判定することは難しいが、「あたり」を付けた後で二次元マップにより統計的な確認を行うことができる。3D-EBSDによる三次元結晶方位解析は、測定範囲や時間などの制約があることから適用事例が限定されるが、他の方法では得られない貴重な情報を得ることができるという点で優れている。

3D-EBSDの三次元再構築も通常はボクセルモデルで取り

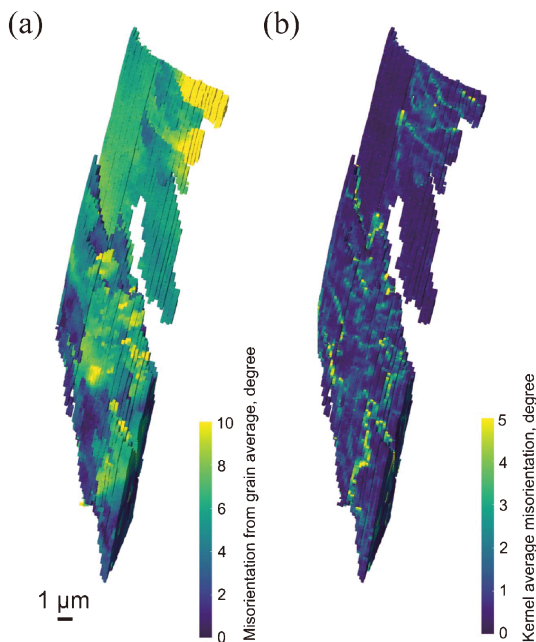


図7 極低炭素鋼マルテンサイト結晶粒の(a)粒内平均方位からの方位差、および(b)kernel average misorientation. 粒内の微小な回転が三次元的にどのように分布しているかを表す。(印刷版ではこれらの角度をグレースケールで表現している)(オンラインカラー)

扱う。界面解析を行うときには、すでに記したようにポリゴンモデルに変換する必要がある。詳細は割愛するが、ポリゴンモデルにもソフトウェアの内部的には様々な定義や制限が存在し、データ構造やその取扱いはソフトウェアごとに仕様異なるという問題がある。前章で紹介した部分的結晶方位情報を用いる方法では通常結晶方位に関する情報は別に管理するが、3D-EBSDデータでは各測定点(ボクセル)に結晶方位情報が保持されるため、これらの情報をモデル変換時に継承させ管理しなければならない。こうした処理はソフトウェアの既定機能を使う場合に関しては利用者が強く意識する必要はないが、独自のプラグインやスクリプトを開発する場合はよく理解する必要がある。

二次電子もしくは反射電子像のようなスカラー量を三次元再構築することは比較的容易である。しかし、ベクトル量(テンソル量)を三次元再構築、可視化、解析するには多次元のベクトル量を適切に表示できないという問題がある。カラーコードで表現可能な単純なベクトルであれば表示可能であるが、実際には正確に情報を表現できる場合の方が少ない。例えば、結晶方位の情報量に対していわゆる結晶方位マップは試料座標系の方向が結晶内でどのベクトルに対応するかを表現しているだけであり、大幅に情報量が削減されている。このため、方位差が色の変化量に対応しないという欠点を有している。ソフトウェア内でベクトル量を各ボクセルに割り当て保持することは容易であり、結晶方位を保持した状態で再構築すること自体は難しいことではない。問題となるのは可視化および定量化するとき、結晶方位自体を表示することが事実上不可能であるため、結晶方位マップや方位差のような次元や情報量を削減した値に変換する必要がある点である。そして、その演算そのものや、その結果の解釈が複雑になりやすいことであろう。さらに表示できたとしても、三次元特有の問題として表面以外を見るためには断面等に加工する必要がある。

このように、ソフトウェア内での処理という観点では結晶方位データを含めて再構築することに問題はないものの、その値を適切に処理する機能は従来の汎用三次元解析用ソフトウェアにはない。一方で測定機器メーカーが提供している結晶方位解析ソフトウェアは三次元対応が進んでいない。幸い、現在ではDREAM.3D<sup>(20)</sup>を用いることで多くの結晶方位に関する処理を行うことができる。三次元可視化ソフトウェアであるParaView<sup>(21)</sup>と連携することで、主だった処理とその可視化に関してはプログラムの作成を必要としない。ただし、二次元解析においても同じであるが、解析を行う際には背景となる結晶学などへの知識が要求される。さらにソフトウェアの操作に習熟する必要があるが、三次元解析はソフトウェアの操作も複雑になっていることから学習コストはより高いものとなる。

以前は三次元解析に対応した結晶方位解析用ソフトウェアがほぼ存在していなかったため、結晶粒や方位差などのスカラー量に変換したうえで二次元マップを作成し、それらを三次元再構築して可視化および定量化解析を行っていた。三次元

解析に組織解析用のソフトウェアを用いることで専門的な機能を利用できるという利点もあったが、結晶方位を扱うときに積層まで戻らないと任意の情報を可視化できないというもどかしさがある。一部の三次元解析ソフトウェアは別途ベクトル情報を埋め込むことも可能であるが、ベクトル情報を処理するために専用のスクリプトを自前で作成する必要があり、そのための環境もすべて三次元解析ソフトウェアごとに変わるため、容易とは言えなかった。特に結晶方位の計算においては回転対称を考慮する必要があるため、材料系研究者にとっては時間的には困難であった。また測定時の座標系に関する情報が共有されておらず、個別に測定機器メーカーに問い合わせる必要があることも混乱に拍車をかけていた。こうした課題は DREAM.3D と ParaView の進歩により大幅に緩和されており、三次元結晶方位解析を一般化するためのソフトウェア基盤が整いつつある。

## 5. DREAM.3D と ParaView による三次元再構築と結晶方位解析

ここでは DREAM.3D と ParaView を用いた作業の流れをまとめる。他のソフトウェアを使う場合でも、マルチスライス法を用いている場合は大まかな流れは同様のものとなる。DREAM.3D はマルチスライス法で得られたマップを積層し、三次元データセットに変換するとともに、結晶方位を基にした各種の解析を可能にする。二次元の結晶方位解析ソフトウェアは基本的に可視化の機能を併せ持つが、DREAM.3D 自体は可視化機能を持たない。代わりに、三次元モデルの汎用可視化ソフトウェアである ParaView を使って可視化を行う。ParaView はグラフィカルインターフェースを有し、習熟が必要であるが基本的機能は直観的に操作できる。また、ParaView は Python スクリプトにより複雑な制御が可能のため、スクリプトを用いればユーザーが指定した性質(計算結果)を自在に描画させることができる。

前章で記したように結晶学や EBSD 測定の知識は必要であるが、DREAM.3D を用いることで容易に三次元再構築と解析を始めることができる。ParaView による可視化作業は一定の習熟が必要となるが、これは他の三次元解析ソフトウェアでも同じことが言える。独自の解析を行うに際しても、DREAM.3D と ParaView はオープンソースソフトウェアであり、ソースコードを理解する能力があれば比較的容易にこれらを利用したプログラムの作成が可能である。言い方を変えれば、多くの処理が測定機器メーカーの用意した解析ソフトウェアで済んでしまう二次元結晶方位解析と比較して、三次元結晶方位解析ではソフトウェア操作の習熟や解析作業にかなりの手間がかかるという点は注意が必要である。

ここからは DREAM.3D を用いた標準的な三次元再構築に関して説明する。DREAM.3D も含めて、標準的な三次元再構築ソフトウェアはボクセルモデルを用いて再構築を行う。従って、二次元マップは正方形グリッドを用いる必要がある。六角形グリッドで測定した場合は変換が必要である。

次に、通常はスライス間の揺動が起きるので、スライス面内の揺動補正が必要になる。粒界がはっきりしている組織であれば、結晶粒重心などを用いた方法で比較的うまくいくようである。しかし、圧延組織のように組織自体が方向性を持つ場合はうまく補正できない場合が多く、FIB 加工した外周部を使うなどの工夫が必要である。

揺動補正が終われば後は積層を行い、三次元モデルを構築する。この際、二次元マップの座標系(特に結晶方位の基準座標系)と三次元モデルの座標系をきちんと紐付ける必要がある。EBSDの測定機器メーカーに応じて基準座標系のとり方が異なるため注意が必要である。DREAM.3D にはこれらの変換を多くの場合において問題なく行えるような仕組みが実装されており、測定装置の状態を正しく把握していれば問題は起きない。DREAM.3D は結晶粒、方位マップカラー、kernel average misorientation などの計算を行うことができる。また、結晶粒界性格などの複雑な計算を行うこともできる。DREAM.3D は結果を ParaView 互換の形式として保存するため直ちに可視化の作業に移行することができる。また、結晶粒の体積などの単純な定量データを出力するのであれば、DREAM.3D からテキストとして出力することができる。

三次元構築が終了すれば、ParaView 側で様々な可視化が可能になる。また ParaView は任意の断面を描画し、断面位置を変化させてアニメーション表示をするなどの解析が可能のため、一目では理解しにくい三次元構造を詳細に解析することができる。また、主要な三次元表示ソフトウェアが有する基本的な機能を備えている。例えば、閾値以上のある値を持つ結晶粒だけを表示し、さらにその断面を表示するというようなことが可能である。事前に準備しておく必要があるが、変位のようなベクトル量がある場合、それらを矢印等で三次元モデルの近傍に表示するようなことも可能である。

解析と可視化を行う上で、界面解析の場合はポリゴンモデルへ変換する必要がある。さらに界面解析においては平滑化が必須となる<sup>(22)</sup>。DREAM.3D はそれらの処理を標準プラグインで行うことができる。さらに、比較的単純なアルゴリズムを用いる場合は ParaView 側で結果を確認しながら平滑化を行うことも可能である。一歩進んだ解析として、三次元観察の結果を二次元断面と比較するとき、ボクセルもしくはポリゴンモデルを任意の平面で切断し、ピクセルもしくは二次元の多角形モデルへと変換して解析を行う必要がある。このような解析を ParaView のグラフィカルユーザーインターフェースだけで行うことは難しいが、スクリプト環境を用いることで元の結晶方位などの情報を継承したまま処理を行うことが可能である。

容易になったとはいえ、例えば ParaView による可視化や形態定量には課題も多い。操作への習熟に時間がかかることはもちろん、材料系研究者が必要とするような専門的な形態解析の機能が不足している面がある。また、形態計量のためのフィッティング等を行う場合、他のソフトウェアでもそうであるが、プラグインやスクリプトにより自前のプログラム

による処理を作成し実行することが必要になるであろう。そういった処理の際に三次元特有の問題として、ボクセルやポリゴン等のモデルごとの扱いの違いや、ソフトウェアごとに大きく異なる内部設計への対応が必要となる。二次元データであれば比較的単純であることから、ソフトウェアごとの違いも対応しやすい。しかし、三次元データは複雑で、さらに用途に応じて様々なデータ構造が存在するため、これらに対応することは二次元と比べて格段に手間がかかることになる。この影響は可視化ソフトウェアの操作にも表れていて、例えば表面の法線ベクトルを計算するにしても、ボクセルモデルからポリゴンモデルへの変換が必要となるなどの制約や余計な手順が発生する。こうした要素一つ一つはそれほど難しいことではないが、多数の要素が積み重なるため、内部のデータ構造や処理の流れを理解していない場合には複雑怪奇な操作を強いられることとなり、操作の習得が難しく時間のかかるものとなる。現在のところ、結晶学から始まって、三次元データ構造やコンピューター上での表現法、いくつかの代表的処理のアルゴリズム等に関する理解は必須である。そのような基礎知識がある前提であれば、近年のソフトウェア側の進歩により、以前よりはるかに明確で再利用性の高いソフトウェア作成環境が整いつつあり、「比較的容易に」材料系研究者が必要とする処理を書くことができるようになっていく。

## 6. 今後に向けて

様々な機器やソフトウェアの開発によりEBSDを併用した三次元組織解析や3D-EBSDによる組織解析は身近な観察手段となってきた。しかし、いくつかの問題点が残っている。その一つに比較的マクロな肉眼から光学顕微鏡組織に対しての分解能の高い三次元結晶方位解析が難しい事が挙げられる。これはSEM筐体内での加工では加工範囲が限定される事が要因である。この問題に関してはSEM筐体内でレーザー加工できる機器などいくつかの解決法が出ており、いずれ解決すると考えている。

情報量が増えると単純に処理できなくなったり、処理できない膨大なデータにユーザーが困惑する事になる。処理に関しては解析用計算機の高性能化が期待できるのでそこまで問題にならないと考える。データの処理に関しては、考えるべき因子が多いので、マテリアルズ・インフォマティクスのような機械学習や理論計算の支援を受けて解析することになると予測される。また逆に精度の高い三次元データが理論構築やデータベース構築の助けにもなると考えている。

金属組織は力学特性など各種特性と関連づけ解析される。今後、金属組織の結晶学的特徴を含めた三次元構造が明らかになることで理論的な解析や各種シミュレーションとの連携も進み、組織制御の効率化や新たな組織制御法の開発が期待される。そのためにも結晶学的な三次元組織観察が増えることを期待する。

本稿の図2は東北大学金属材料研究所との共同研究(No. 20K0028)で得られた結果の一部を示している。また、図7は島根大学次世代たたら協創センターの機器で測定した結果を解析している。この場を借りて謝意を表す。

## 文 献

- (1) 牧 正志, 下岡真正, 梅本 実, 田村今男: 日本金属学会誌, **35**(1971), 1073-1082.
- (2) 坂 公恭: 結晶電子顕微鏡学, 内田老鶴圃, (1997), 26-38.
- (3) 足立吉隆, 小山敏幸: 3D 材料組織・特性解析の基礎と応用, 内田老鶴圃, (2014), 25-30.
- (4) 古城直道, 横田秀夫, 藤崎和弘, 山形 豊, 小久保光典, 姫野龍太郎, 牧野内昭武, 樋口俊郎: 精密工学会誌, **74**(2008), 587-592.
- (5) N. Sato, Y. Adachi, H. Kawata and K. Kaneko: ISIJ Int., **52**(2012), 1362-1365.
- (6) Y. Lu, M. Wang, Z. Wu, I. P. Jones, M. Wickins, N. R. Green and H. C. Basalto: MRS Communications, **10**(2020), 461-466.
- (7) M. Cantoni and L. Holzer: MRS Bulletin, **39**(2014), 354-360.
- (8) 竹内 榮, 本間敏夫, 池田 晋: 日本金属学会誌, **22**(1958), 320-323.
- (9) 竹内 榮, 池田 晋: 日本金属学会誌, **22**(1958), 324-327.
- (10) B. D. Cullity, 松村源太郎 訳: 新版カリティ X線回折要論, アグネ, (1980), 211-230.
- (11) 横江大作: まてりあ, **60**(2021), 645-652.
- (12) G. Krauss and A. R. Marder: Metall. Trans., **2**(1971), 2324-2357.
- (13) 榎本正人: 鉄と鋼, **90**(2004), 183-189.
- (14) Y. Edamatsu, S. Morito, T. Ohba, Y. Adachi: Journal of The Japan Society for Heat Treatment, **49**(2009), 632-635.
- (15) 森戸茂一, A. H. Pham, 大庭卓也, 林 泰輔, 古原 忠, 宮本吾郎: まてりあ, **55**(2016), 594.
- (16) S. Morito, Y. Adachi and T. Ohba: Mater. Trans., **50**(2009), 1919-1923.
- (17) <https://bio3d.colorado.edu/imod/>
- (18) <https://www.fei.com/software/avizo3d/>
- (19) G. S. Rohrer, D. M. Saylor, B. El Dasher, B. L. Adams, A. D. Rollett and P. Wynblatt: Z. Metall., **95**(2004), 197-214.
- (20) <http://dream3D.bluequartz.net/>
- (21) <https://www.paraview.org/>
- (22) S. B. Lee, G. S. Rohrer and A. D. Rollett: Model. Simul. Mater. Sci. Eng., **22**(2014), 025017.

★★  
森戸茂一  
1997年 筑波大学大学院博士課程工学研究科修了  
1997年10月～2005年1月 京都大学工学部材料工学科 助手  
2005年2月～2019年4月 島根大学総合理工学部物質科学科 助教授(法改正により2007年に准教授, 改組により2012年に大学院総合理工学研究科物理・材料科学領域へ変更)  
2019年5月-現職  
専門分野: 金属組織学, 電子顕微鏡  
©鉄鋼材料に含まれるマルテンサイト組織の解析と評価を主に、金属材料の組織評価と組織制御に従事。  
★★



森戸茂一 林 泰輔