

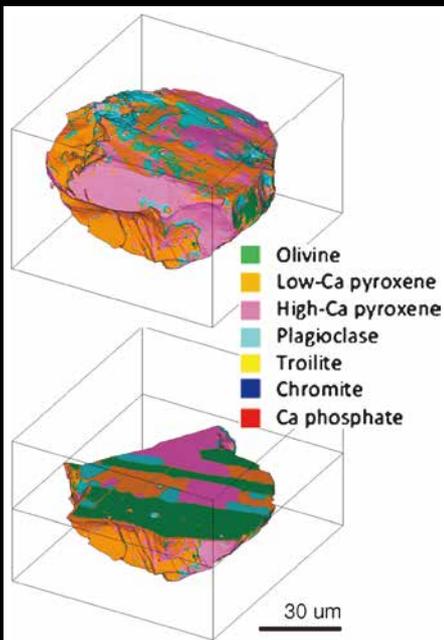
Materia Japan

まてりあ Vol.61

MTERE2 61 (2) 63~130 (2022)

No.2

2022



特集

三次元組織解析の最前線 後編

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

・ 新技術・新製品

・ 科学館めぐり 科学技術館 (東京)

Advanced Imaging Tool
SU8600 / SU8700

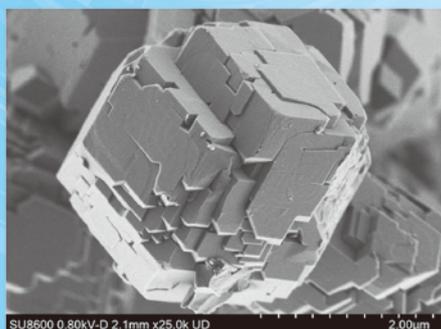
HITACHI
Inspire the Next

データの自動取得をサポート ・光学系の自動調整機能を搭載 ・ワークフローに応じた自動データ取得レシピを作成可能

ビッグデータ時代への対応 ・最大40,960 x 30,720pixelまでの高解像度データを取得

SU8600 超高分解能FE-SEM

- ・高輝度電界放出型エミッターによる高分解能SEM像
- ・高速応答反射電子検出器やCL検出器などの新オプションによる豊富な情報取得



SU8600 0.80kV-D 2.1mm x25.0k UD

試料: RHO型ゼオライト
試料ご提供:
産業技術総合研究所 上村 佳大 様

SU8600

SCANNING ELECTRON
MICROSCOPE

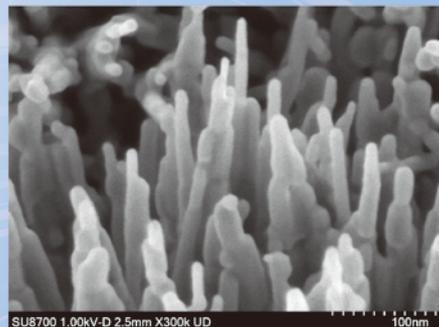


SU8700 超高分解能ショットキーSEM

- ・高輝度ショットキーエミッターによる超高分解能観察と高速分析の両立
- ・アプリケーションレンジを拡張する先進の光学系と検出系

SU8700

SCANNING ELECTRON
MICROSCOPE



SU8700 1.00kV-D 2.5mm X300k UD

試料: 酸化チタン
試料ご提供: School of Chemistry and Chemical Engineering, SJTU,
Prof. Che Shun Ai

 日立ハイテク“SI NEWS”公式Facebookページ
<https://www.facebook.com/HitachiHighTechnologies.SINEWS>

SI NEWSは、弊社製品を使用した社内外の研究論文を中心に、先端の研究動向・技術情報をご紹介します技術機関誌です。Facebookページでは、本誌内容のご紹介を中心に、皆さまの研究に役立つ情報をタイムリーに発信してまいります。



 株式会社 日立ハイテク

本社 〒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/

2

2022
Vol.61
No.2

まてりあ

特集「三次元組織解析の最前線 後編」

| | |
|---|----|
| 企画にあたって 徳永透子 木口賢紀 大塚 誠 國枝知徳 篠原百合 高山直樹 塚田祐貴 山本剛久 山崎由勝 | 63 |
| 放射光を使った X 線 CT による 3D 観察 上杉健太郎 星野真人 竹内晃久 | 65 |
| 3 次元アトムプローブ解析法の最近の進展 佐々木泰祐 埋橋 淳 大久保忠勝 宝野和博 | 72 |
| 中性子イメージングによる 3 次元可視化技術 篠原武尚 | 78 |
| TEM/STEM トモグラフィーによる最近の研究 波多 聰 趙 一方 井原史朗 斉藤 光 光原昌寿 村山光宏 | 84 |
| EDS トモグラフィーによる三次元元素分布解析 青山佳敬 | 89 |
| 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 | 94 |

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 高田尚記 | 101 |
|---|-----|

新技術・新製品

| | |
|---|-----|
| リマニュファクチャリングのための浸炭部品の損傷評価手法 金澤智尚 吉本光宏 ヴィニャス・ダン ベルトラン・ダニーロ 田原佑規 畑 典仁 菅原道雄 早川正夫 | 106 |
| 深紫外ピコ秒レーザーによる軟磁性材のアブレーション加工 河野健太 丸山裕樹 折井庸亮 | 109 |

科学館めぐり

| | |
|---------------------------|-----|
| 科学技術館(東京都千代田区) 盛田元彰 | 112 |
|---------------------------|-----|

美しい金属の写真

| | |
|--|-----|
| Mater. Trans., 57(2016), 824-832; Figure 2. | 114 |
|--|-----|

本会記事

| | | | |
|--------------------|-----|---------------|-----|
| 会告 | 115 | 新入会員 | 127 |
| 企業求人情報・掲示板 | 123 | 書評 | 127 |
| 会誌・欧文誌 2 号目次 | 125 | 行事カレンダー | 128 |
| 次号予告 | 126 | | |

今月の表紙写真

小惑星探査機はやぶさによりもたらされた小惑星イトカワの微小試料の鉱物の 3 次元分布像。
(上杉健太郎 星野真人 竹内晃久 著 66頁 図3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

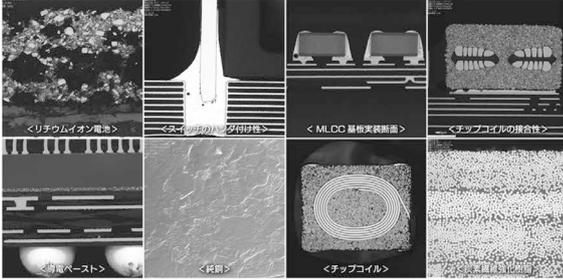
複写をご希望の方へ

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つては、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。

〈構造材料実験機器・製品〉

受託試料研磨

多くのお客様の声にお応えして受託試料研磨サービスを始めました



試料研磨の例

- ◆アルミ・銅・チタン・ハンダ等の軟らかい金属の研磨
- ◆EBSD観察用の試料作製
- ◆指定部位の面出し
- ◆配列出し
- ◆複合材料の研磨
- ◆割れやすい、欠けやすい脆弱な試料
- ◆岩石の薄片試料作製
- ◆試料の寸法出し加工

価格：お気軽に
お問合せ下さい

株式会社 池上精機

〒223-0057 横浜市港北区新羽町543-1-2F
TEL 045-717-5136 FAX 045-717-5137
URL: <https://is-polisher.com/> e-mail: sales@ikegamiseiki.com

〈構造材料実験機器・製品〉

解決します 削り過ぎ
改善します 人によるバラつき
解放します 手研磨から

自動低負荷試料作製システム IS-POLISHERシリーズ



参考価格(税込)：5,478,000円～

- 低荷重研磨で試料表面の加工歪を抑え、EBSD観察が可能
- 削り量を1μm単位で設定できるので、削り過ぎを防止
- 研磨条件をメモリに残せることで、再現性が向上
- 手研磨の条件を保存できるので、自動化が可能

株式会社 池上精機

〒223-0057 横浜市港北区新羽町543-1-2F
TEL 045-717-5136 FAX 045-717-5137
URL: <https://is-polisher.com/> e-mail: sales@ikegamiseiki.com

〈材料検査・評価装置・製品〉

新素材研究用 自由共振式小試料 ヤング率及び内部摩擦測定装置 JEH-RT

価格(税込)：330万円

ヤング率は材料の基礎的な物性値です。新素材研究において、まず必須の測定項目ですが、研究初期においては小さな材料しか作成できません。本装置はヤング率測定において最も操作が容易で測定精度の高い自由共振式装置で小試料測定を実現・開発したものです。試料は板材、角材、線材など断面一様で長さ10mm程度、共振周波数も100kHz程度までの試料の測定ができ、内部摩擦測定もできますので、従来の共振法装置より高い周波数での測定も可能となり、幅広い周波数依存性(ひずみ速度依存性)の測定も可能となり、内部欠陥の研究にも活用できます。



日本テクノプラス株式会社

〒532-0012 大阪市淀川区木川東3-5-21 第三丸善ビル
TEL 06-6390-5993 URL: <http://www.nihon-tp.com>
e-mail: info@nihon-tp.com

〈材料検査・評価機器〉

MagnoMeter

価格(税込)：5,500,000円～
(アカデミックプライス、機種・仕様による)

分散体評価に最適化されたコンパクトなパルスNMRです。
高濃度分散体を希釈せずに評価可能です。
入力パラメーター無・ワンクリック・人為差なし・20秒で
結果が得られます。

高濃度微粒子分散体を希釈せずに評価する方法は多くはありません。MagnoMeterは分散終点や粉体の濡れ性をどなたでも簡単に数値化可能です。高濃度微粒子分散体から得られる結果は複雑である場合もありますが弊社所有の蓄積されたデータおよびノウハウによりそれぞれの分散体がどのような状態であるか予測しフォローさせていただきます。



マジレカ・ジャパン株式会社 代表取締役 池田純子

〒277-0882 千葉県柏市柏の葉5-4-6 東葛テクノプラザ 609
TEL 04-7189-8158 info@mageleka-japan.com
<https://www.mageleka-japan.com/index.html>

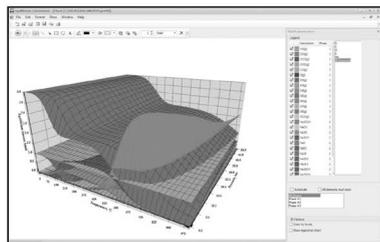


科研費関連機器・製品申請ガイド

〈ソフトウェア・書籍・サービス〉

化学反応／平衡計算ソフトウェア HSC Chemistry for Windows, Ver. 10

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（プールベ）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。Ver.9.4から3元状態図作成のツールが付いています。



年間使用料(税込)
¥319,000(一般)
¥110,000(教育)

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

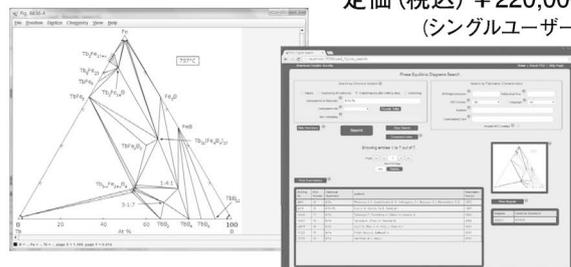
株式会社 デジタルデータマネジメント

〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル
TEL 03-5641-1771 FAX 03-5641-1772
<http://www.ddmcorp.com>

〈ソフトウェア・書籍・サービス〉

約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 4.5

定価(税込) ¥220,000
(シングルユーザー)



- データソース : Phase Equilibrium Diagrams for Ceramics, Vol. 1 - (対応書籍) XIV, Annual 91-93, High-Tc Superconductors I - II, Zirconium and Zirconia System, Electric Ceramics I
- 検索項目 : 元素、成分系、コメントテキスト、PED Volume、Figure Number、刊行年、Authors
- 検索条件 : Inclusive、Exact、Not (partially)
- データ出力 : PDF、PNG (Portable Network Graphics)
- システム構成 : Windows 8/10、Java 7 Runtime Environment、PDF Reader (Javaはサムネイル画像の拡大に必要) (American Ceramic Society)

株式会社 デジタルデータマネジメント

〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル
TEL 03-5641-1771 FAX 03-5641-1772
<http://www.ddmcorp.com>

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

**研磨機・切断機
期間限定キャンペーン中!!**

詳細はお問い合わせください。



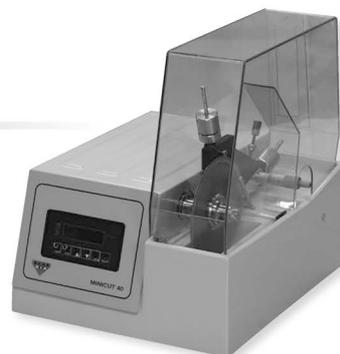
自動研磨機 SCANDIMATIC 33305

ヨーロッパ伝統の重錘を使った昔ながらのシンプルにして堅牢な研磨機。必要最低限の機能のみを搭載。それが経済的な価格を生み出しました。

- φ200mmの研磨盤対応
- 重錘はφ25mm、φ30mmの試料で3個、φ38mmの試料には2個一度に研磨可能
- 研磨盤回転数は40~600rpm、1rpm毎に設定可能
- 本体、PVC製研磨盤、バフを含めて定価100万円(税別)

精密切断機 MINICUT 4000

- 低速で試料にストレスを与えず
- 50~1,000rpmの広い範囲での設定可能
- 切断位置はマイクロメーターで±0.01mmで設定可能
- ダイヤモンド、CBN、SIC製の切断刃を用意



試料埋め込み材料、アクセサリ



SCANDIA社の消耗品は極めて高い評価をいただいております。その代表作がSCANDIQUICKです。

- 試料への密着性が高い常温硬化剤。硬化時間はわずか5分
 - 構成は粉末硬化剤と液体硬化剤。これを10:6の比率で混合
- その他各種有効な消耗品を用意しております。

カタログおよび価格表は弊社にお問い合わせください

フリツシュ・ジャパン株式会社

本社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-2-7
福岡営業所 〒819-0022 福岡市西区福重5-4-2

info@fritsch.co.jp <http://www.fritsch.co.jp>
Tel (045)641-8550 Fax (045)641-8364
Tel (06)6390-0520 Fax (06)6390-0521
Tel (092)707-6131 Fax (092)707-6131

FRITSCH “NANO 領域”

遊星型ボールミル “PREMIUM LINE”

モデル P-7

新型

特色

1. 従来弊社 P-7 と比べて 250% の粉碎エネルギー UP。
自転公転比 : 1 : -2. Max 1,100/2200rpm
粉碎エネルギー : Max 94G (現状 P-7 : 46.08G)
2. 容器は本体内に。
外部に飛び出す危険は無し。
3. 搭載容器も 20、45、80ml の 3 種類。
材質は従来どおり多様。
雰囲気制御容器も各種用意。



従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

premium line と並んで従来どおりの遊星型ボールミル trio も合わせてご提供いたします。



フリッチュ社が開発した遊星型シリーズのバイオニア機種。

世界で初めて容器ひとつで遊星運動に成功したベストセラー機種

少量試料を対象にしたパワフルな機種

全機種共通の特長

- 雰囲気制御容器以外の通常容器、ボールの材質は、ステンレス、クロム、タングステンカーバイド、メノー、アルミナ、ジルコニア、窒化ケイ素、プラスチックポリアミドの 8 種類。
- 乾式、湿式の両粉碎も可能。
- ISO9001、CE、TÜV の国際基準をクリア



P5



P6



P7

カタログおよび価格表は弊社にお問い合わせください

フリッチュジャパン株式会社

URL <http://www.fritsch.co.jp>
E-mail info@fritsch.co.jp

本社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-2-7

TEL 045-641-8550 FAX 045-641-8364
TEL 06-6390-0520 FAX 06-6390-0521

ALLOYS & METALS

| 品名 | 純度 | 形状 | 品名 | 純度 | 形状 | 品名 | 純度 | 形状 |
|-----------------|--------|-------------|----------------|------------|----------------|--------------------|-----------|-------------|
| 純金属 | | | 高純度金属 | | | 中間合金 | | |
| 高純度アルミニウム | 99.99% | 約1kgインゴット | アルミニウム | 99.999% | 粒状100g入 | 燐 | P > 14.5% | 粒状 |
| アルミニウム | >99.7% | 〃 | アルミニウム | 〃 | 約100g塊 | シリコン | Si 15% | 約1kgインゴット |
| アルミニウム粒 | 99.99% | 粒状1kg入 | 銀 | 99.999% | 粒状 | マンガン | Mn 25% | 〃 |
| アルミニウム粉 | 99.97% | 粉末 | ビスマス | 99.9999% | 粒状100g入 | マグネシウム | Mg 50% | 約800gインゴット |
| 銀 | 99.99% | 粒状 | ビスマス | 〃 | 約100g塊 | クロム | Cr 10% | 約1kgインゴット |
| ポロニクリスタル | 99.4% | 3~8mm小塊 | 高純度クロム(4N5) | 99.995% | 薄片状 | テルル | Te 50% | 〃 |
| ポロニアモルファス | 95~97% | 粉末 | 無酸素銅 | 99.99% | 10×10×1mm | コバルト | Co 10% | 〃 |
| ビスマス | 99.99% | 針状 | 鉄(マイロンSHP) | 99.99% | 25×25×2mm | ニッケル | Ni 30% | 〃 |
| コバルト粒(ロシア産) | 99.3% | 粒状 | ガリウム | 99.9999% | 粒状25g入 | 鉄 | Fe 10% | 〃 |
| 電解コバルト(従来品) | 99.9% | フレーク状 | ゲルマニウム | 99.999% | 約50g塊 | チタン | Ti 50% | 〃 |
| 電解コバルト(FB) | 99.9% | 約25×25×10mm | インジウム | 99.999% | 粒状100g入 | ジルコニウム | Zr 50% | 〃 |
| 金属クロム | 99% | 塊状 | インジウム | 〃 | 約100g塊 | ボロン | B 2% | 粒状 |
| 電解クロム | 99% | 薄片状 | マンガン | 99.999% | 薄片状 | アルミ | Cu 40% | 約5~7kgインゴット |
| クロム粉 | 99% | 粉末500g入 | 錫 | 99.999% | 粒状100g入 | | | |
| 電気銅 | 99.99% | 約25×50×10mm | 錫 | 〃 | 約100g塊 | | | |
| 電解鉄(アトミロンMP) | 99.9% | 小片状 | アンチモン | 99.9999% | 粒状100g入 | アルミマグネシウム | Mg 20% | 約2kgインゴット |
| 電解鉄(アトミロンYL) | 〃 | 小片状25kg入 | アンチモン | 〃 | 約100g塊 | アルミマンガン | Mn 10% | 約5kgインゴット |
| 電解鉄(アトミロンFP) | 〃 | 〃 | テルル | 99.9999% | 粒状100g入 | アルミニウム | Ni 20% | 〃 |
| 電解鉄(アトミロンXL) | 〃 | 〃 | テルル | 〃 | 約100g塊 | アルミクロム | Cr 5% | 〃 |
| 電解鉄粉 | 99% | 粉末1kg入 | 亜鉛 | 99.999% | 粒状100g入 | アルミチタン | Ti 5% | 約4~5kgインゴット |
| ハフニウム | 99.6% | スポンジ小塊 | 亜鉛 | 〃 | 約100g塊 | | | |
| インジウム | 99.99% | 塊状 | 亜鉛 | 99.9999% | 粒状100g入 | アルミシリコン | Si 25% | 〃 |
| マグネシウム200 | 99.9% | 約200g塊 | 亜鉛 | 〃 | 約100g塊 | アルミコバルト | Co 5% | 〃 |
| マグネシウム100 | 99.9% | 約100g塊 | 亜鉛 | 〃 | 約100g塊 | アルミモリブデン | Mo 5% | 〃 |
| マグネシウム100(プリン型) | 99.9% | 約100g塊 | 亜鉛 | 〃 | 5φ×150mm塊 | アルミタングステン | W 2.5% | 〃 |
| 電解マンガン | 99.9% | 薄片状 | 亜鉛 | 〃 | 〃 | アルミベリリウム | Be 2.5% | 約50gインゴット |
| モリブデン粉 | 99.9% | 粉末 | 亜鉛 | 〃 | 〃 | アルミ鉄 | Fe 50% | 塊状 |
| ニオブグラニュー | 99.9% | 3~10mm小塊 | タタ | 99.9% | 〃 | アルミジルコニウム | Zr 5% | 約5kgインゴット |
| ニオブ粉 | 〃 | 粉末 | 高純度シリコンスクラップ | 99.999% | 塊状 | アルミボロン | B 4% | 約200gインゴット |
| 電気ニッケル | 99.99% | 25×25×10mm | レアースメタル | | | アルミバナジウム | V 50% | 3~10mm小塊状 |
| ニッケルペレット | 99.97% | 6~12mm球状 | イットリウム | 99.9% | 塊状、削状、粉状 | アルミストロンチウム | Sr 10% | 約100gインゴット |
| レニウム粉 | 99.99% | 粉末 | ランタン | 〃 | 〃 | アルミカルシウム | Ca 10% | 約2.5kgインゴット |
| ルテニウム粉 | 99.9% | 〃 | プラセオジウム | 〃 | 〃 | ニッケルボロン | B 15% | 1~30mm小塊状 |
| アンチモン | 99.9% | 塊状 | ネオジウム | 〃 | 〃 | ニッケルニオブ | Nb 60% | 塊状 |
| 金属シリコン(中国産) | 99% | 〃 | サマリウム | 〃 | 〃 | ニッケルマグネシウム | Mg 50% | 塊状 |
| 金属シリコン(ブラジル産) | 〃 | 〃 | イッテルビウム | 〃 | 〃 | コバルトボロン | B 15% | 1~30mm小塊状 |
| 錫インゴット | 99.99% | 約1kgインゴット | テルビウム | 〃 | 〃 | 燐 | P 5% | インゴット |
| 錫粒 | 〃 | 粒状 | ジスプロシウム | 〃 | 〃 | | | |
| タンタル塊 | 99.9% | 3~10mm小塊 | ホルミウム | 〃 | 〃 | Uアロイ(低融点合金) | | |
| タンタル粉 | 〃 | 粉末 | エルビウム | 〃 | 〃 | Uアロイ 47 | 融点47±2℃ | 約500gインゴット |
| テルル | 99.99% | 小球状 | ガドリニウム | 〃 | 〃 | Uアロイ 60 | 60±2℃ | 〃 |
| スポンジチタン | 99.7% | スポンジ塊 | ツリウム | 〃 | 〃 | Uアロイ 70 | 70±2℃ | 〃 |
| チタン板 | JIS 1種 | 250×250×1mm | ルテチウム | 〃 | 〃 | Uアロイ 78.8 | 78.8±2℃ | 〃 |
| バナジウム | 99.7% | 3~10mm小塊 | セリウム | 〃 | 〃 | Uアロイ 91.5 | 91.5±2℃ | 〃 |
| バナジウム粉 | 〃 | 粉末 | ユーロピウム | 〃 | 〃 | Uアロイ 95 | 95±2℃ | 〃 |
| タングステン | 99.9% | 〃 | ミッシュメタル | TRE > 97% | 5.4φ×6mm 200g入 | Uアロイ 100 | 100±2℃ | 〃 |
| タングステンスクラップ | 99% | 板状 | フェロアロイ | | | Uアロイ 124 | 124±2℃ | 〃 |
| 亜鉛インゴット | 99.99% | 約2kgインゴット | フェロモリブデン | Mo 60% | 3~10mm小塊状 | Uアロイ 150A | 150±2℃ | 〃 |
| 亜鉛粒 | 〃 | 粒状 | フェロニオブ | Nb 60% | 10~30mm 〃 | | | |
| ジルコニウム | >99.5% | スポンジ塊 | フェロバナジウム | V 80% | 3~15mm 〃 | | | |
| | | | フェロボロン | B 20% | 1~30mm 〃 | | | |
| | | | カルシウムシリコン | Ca30%Si60% | 小塊状 | | | |
| | | | フェロホスホル(リン鉄) | P20~28% | 塊状 | | | |

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

「社名」または「大学名」、および「所属と名前」、個人の方は「名前」
 「郵便番号・住所・電話・FAX」・「商品名・純度・形状・希望数量」
 見積・注文でお急ぎの場合は「至急」と明記して下さい。

FAX (03)
3294-9336

株式会社 **平野清左衛門商店**
 〒101-0047 東京都千代田区内神田1丁目5番2号 TEL(03)3292-0811

商品の詳細はホームページでご覧になれます。
<http://1921seizaemon.jp/>

●土曜・日曜・祭日休業 ●手形取引はいたしません
 ●輸出はせず国内取引のみ



原子分解能分析電子顕微鏡
JEM-ARM300F2 GRAND ARM™2

40.5 pm

新しく開発された原子分解能分析電子顕微鏡(GRAND ARM™2)では、
新ポールピース"PHP2"の導入に加え、防音・耐震・レンズ安定度の強化を行い、
世界最高峰の分解能を実現しています。
この世界最高峰の分解能とEDS性能を両立させ、さまざまな研究に対応できます。

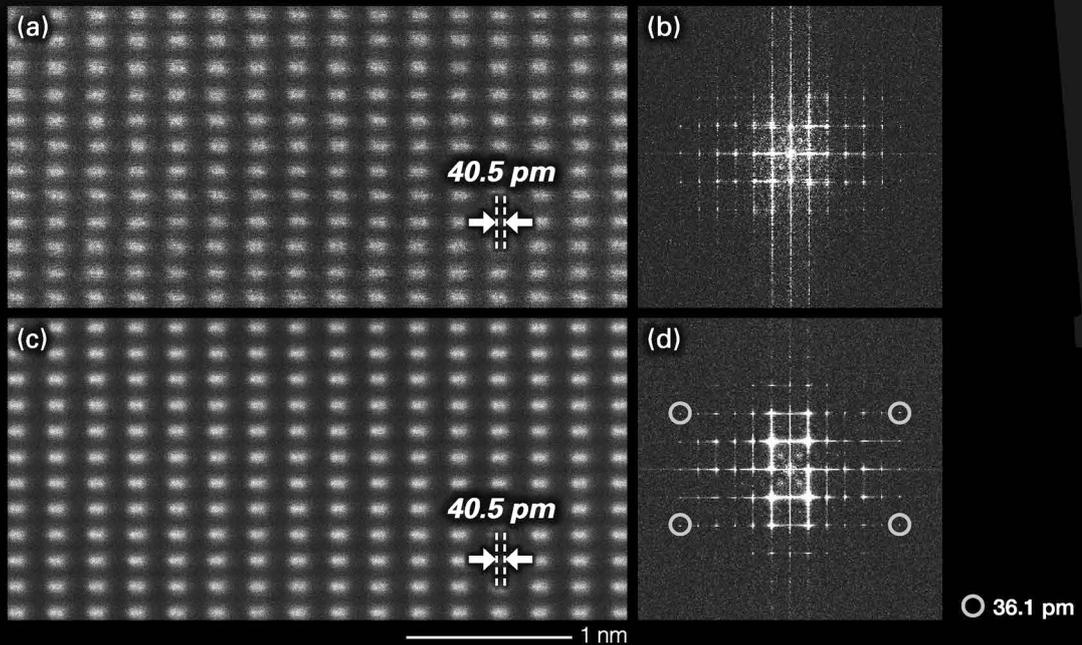


図1 (a) 1フレームで得られたGaN[212]のSTEM-HAADF像とそのFFTパターン(b)。
(c) 20フレーム積算で得られたGaN[212]のSTEM-HAADF像とそのFFTパターン(d)。

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

高精細X線高速検出器

Fiber-optic sCMOS

Zyla5.5 HF

OXFORD INSTRUMENTS ANDOR



主なアプリケーション

- X線・中性子トモグラフィ
- X線撮像
- 電子顕微鏡 (TEM) 撮像
- X線回折

| モデル | ADS-343 (Zyla HF) |
|-----------|-------------------|
| センサータイプ | sCMOS FOP 付き |
| 有効画素数 | 2560×2160 |
| ピクセルサイズ | 6.5 μm (3μm/13μm) |
| 最大量子効率 | 60 % |
| ダイナミックレンジ | 33,000 : 1 |
| フレームレート | 最大 100 fps |

マイクロX線カメラ

レンズカップリングカメラ

Kenvy2



- シンチレータ、リレーレンズシステム、sCMOS カメラによる、高い変換効率を持つ間接変換方式の X 線カメラシステム
- 放射光による X 線マイクロ CT に最適
- 圧電素子による精密なフォーカス調整
- 標準蛍光体 (CsI) のほか
選択可能な蛍光体 (GAGG, LuAG, YAG)

| モデル | ADS-347 (Kenvy-2) |
|-----------|-------------------|
| センサータイプ | sCMOS |
| 有効画素数 | 2048×2048 |
| ピクセルサイズ | 6.5 μm |
| 最大量子効率 | 82 % |
| ダイナミックレンジ | 33,000 : 1 |
| フレームレート | 最大 53 fps |

参考文献: Yoneyama, A., Baba, R. & Kawamoto, M., Quantitative analysis of the physical properties of CsI, GAGG, LuAG, CWO, YAG, BGO, and GOS scintillators using 10-, 20- and 34-keV monochromated synchrotron radiation, Optical Materials Express 11, 3989-411 (2021).

材料特性のその場観察

～表面形態・結晶方位・機械特性～

加熱ステージ

FurnaSEM1000

- 1000°Cまで
- EBSD 観察可
- ガス注入キット
- ソフトウエア など

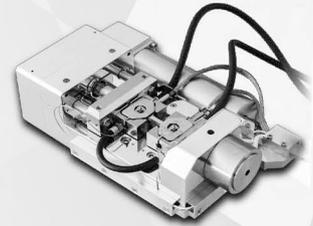


NewTec Scientific

引張ステージ・機械特性

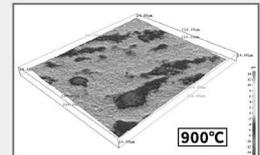
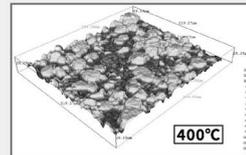
MT1000

- 引張、圧縮、屈曲
- 温度勾配付加熱
- ガス注入キット
- ソフトウエア など

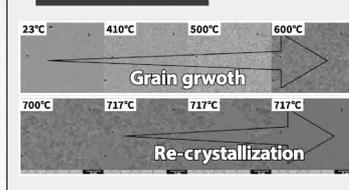


NewTec Scientific

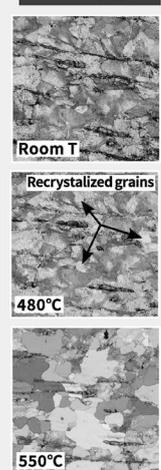
表面3次元構造再構築



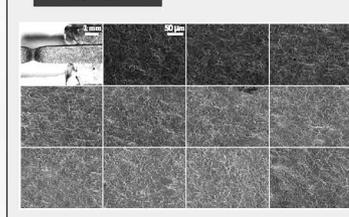
白金の粒成長



EBSD観察



変形試験



* 詳細はお気軽にお問い合わせ下さい。

ナノイメージング製品

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

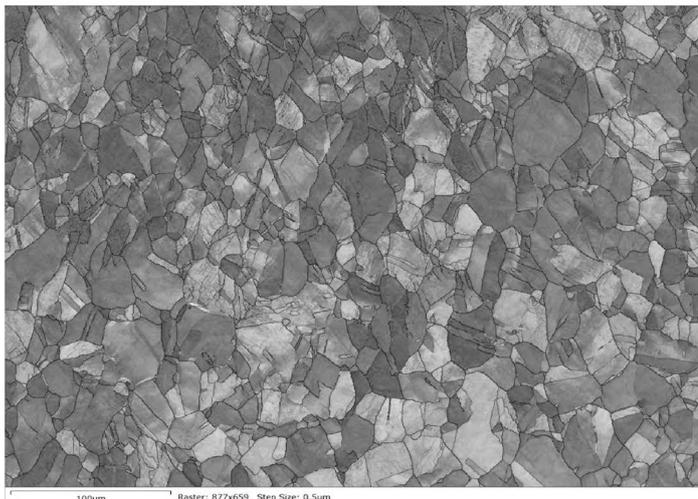
〒273-0005 千葉県船橋市本町2-2-7船橋本町プラザビル
Tel: 047-434-2090 Fax: 047-434-2097

Symmetry S2

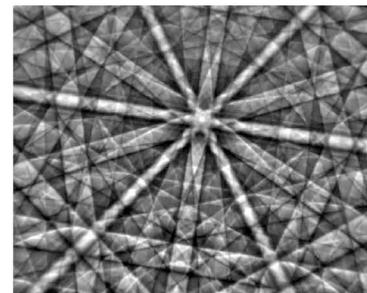
CMOS 搭載 超高速 EBSD 検出器

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



| Band Contrast | |
|--------------------|-------|
| 42 | 200 |
| IPF Coloring Y0 | |
| Ni-superalloy | |
| 001 | |
| 101 111 | |
| Grain Boundaries | |
| <10° | 28.1% |
| >10° | 41.9% |
| CSL Boundaries | |
| Misorientation | |
| 23 | 28.9% |
| 25 | 0.37% |
| 27 | 0.61% |
| 29 | 1.40% |



Ni 試料から収集した
高解像度 EBSD (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



“はかる”技術で未来を創る

ダイナミック X 線 CT システム

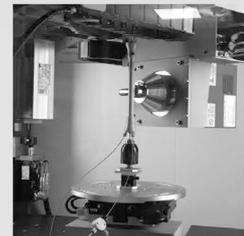
TESCAN DynaTOM

ガントリー機構と高い時間分解能で拓かれる新しい 4D-CT の世界

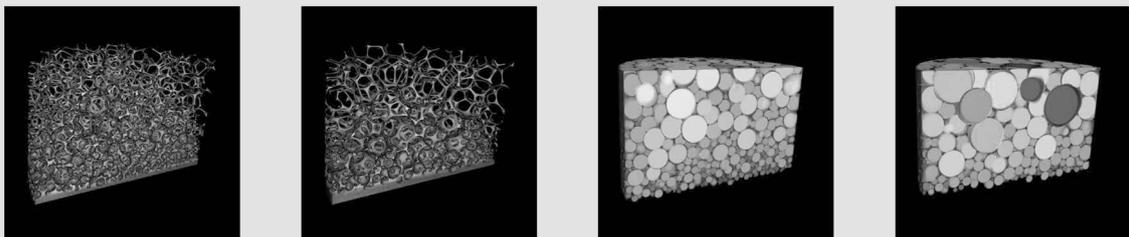
- 試料が回転しないガントリー式を採用し、慎重な扱いが必要な流体・泡のイメージングにも対応
- 高い時間分解能：10 秒以下で 360° 回転
- 標準装備された連続スキャンモードでは、すべての生データを途切れることなく取得
- 4D 実験に特化したユニークな専用ソフトウェア
- 放射光実験の事前スクリーニング用ツールとしても最適



発泡金属の圧縮実験その場観察



X 線源・検出器が試料の周囲を回転する撮影方式



石鹼の泡の溶解の様子を連続イメージング：時間分解能 30 秒で 150 回スキャンを実行し、泡の癒着特性について分析



東陽テクニカ

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
名古屋支店 〒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

企画にあたって

徳永透子¹ 木口賢紀² 大塚 誠³
 國枝知徳⁴ 篠原百合⁵ 高山直樹⁶
 塚田祐貴⁷ 山本剛久⁷ 山崎由勝⁸

近年、分析機器の性能向上は目覚ましく、従来不可能であったスケールでの観察や解析が様々な分野で可能となりつつある。その結果、装置ありきで新しい研究領域や研究テーマが開拓されていく場面も多く見受けられるようになった。また、古くから知られている手法が自動化・デジタル化されることで改めて見直され、新たな脚光を浴びる例もある。一方で、このような装置開発の加速により、装置のポテンシャルを最大限に引き出し、データを正しく解釈するために、研究者や技術者は最先端の知識を絶えず取り入れつづけることが求められている。本特集記事では、前号に引き続き「三次元組織解析の最前線」として、最先端の組織解析手法に加えて、既に活用されてきたものの今後さらなる発展が期待される解析手法に着目した。また、最新の組織解析手法を紹介しつつ、初学者や材料開発の現場の研究者にも広く興味を持っていただける記事となることを目指し、ご執筆者には各手法の要点や基礎的な説明もあわせてご執筆いただいた。

本特集は6分野との連携企画であり、6分野が担当した前号の特集記事「三次元組織解析の最前線 前編」では種々の組織解析手法の原理・撮影・解析技術を中心とした解説をいただき、本特集(後編)では、金属材料・材料組織の三次元解析の応用例を中心に紹介させていただいた。

まずは、SPring-8にてX線CT装置とX線画像検出器の開発にご尽力されている上杉健太郎氏(JASRI)に「放射光を使ったX線CTによる3D観察」と題して、放射光X線CT技術を用いた最新の応用例を、SPring-8における最近の動

向を中心に解説をいただいた。3次元アトムプローブ(3DAP)を用いた多くの実用金属材料の組織解析に携わる佐々木泰祐氏(NIMS)には「3次元アトムプローブ解析法の最近の進展」と題して、3DAPにおける試料作製手法からTEMとの相補的活用による組織解析、最新の応用事例などについてご紹介いただいた。また、中性子を利用した実験技術を幅広く開発・応用されている篠原武尚氏(JAEA)には「中性子イメージングによる3次元可視化技術」と題して、材料中のひずみや結晶粒サイズの分布の可視化をはじめとする、中性子イメージング技術の材料分野への応用例をご紹介いただいた。TEMおよびSTEMによる転位など材料組織の三次元観察を実施されている波多聰教授(九州大学)には「TEM/STEMトモグラフィーによる最近の研究」と題して、電子線トモグラフィー技術を駆使したその場観察について、最近の研究をご紹介いただいた。また、電子線を用いた高精度な三次元観察に注力されている青山佳敬氏(日本電子)に「EDSトモグラフィーによる三次元元素分布解析」と題してEDSトモグラフィーの基礎から、高精度な観察を行うための技術開発、応用例についてご説明いただいた。最後に、電子顕微鏡を用いた組織解析手法の開発にご尽力されてきた森戸茂一教授(島根大学)に「結晶学的な三次元組織解析を行うときの留意点」と題して、精確なデータを得るために必須である、三次元像解析の際の留意点を詳細にご解説いただいた。

なお、前編ですでに紹介された手法に関しては、基礎的な

¹ 名古屋工業大学大学院工学研究科(〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町)

² 熊本大学先進マグネシウム国際研究センター

³ 東北大学多元物質科学研究所

⁴ 日本製鉄株式会社鉄鋼研究所

⁵ 東京工業大学科学技術創成研究院

⁶ JFE スチール株式会社スチール研究所

⁷ 名古屋大学大学院工学研究科

⁸ 宇部工業高等専門学校機械工学科

Preface to Special Issue on “New Trends of 3D Imaging and Analysis (3D Observation, Reconstruction and Analysis)”; Toko Tokunaga¹, Takanori Kiguchi², Makoto Ohtsuka³, Tomonori Kunieda⁴, Yuri Shinohara⁵, Naoki Takayama⁶, Yuhki Tsukada⁷, Takahisa Yamamoto⁷, Yoshikatsu Yamazaki⁸

Keywords: *three-dimensional observation, tomography, X-ray, neutron imaging, energy dispersive X-ray spectroscopy, three-dimensional atom probe*

2022年1月4日受理[doi:10.2320/materia.61.63]

説明は省いてご紹介いただいた。予めご了承くださいとともに、あわせて前編をご覧いただきたい。また、前編と同様、本誌ではグレースケール印刷となっている。理解が難しい図に関しては、カラーで掲載されているオンライン版(<https://www.jim.or.jp/journal/m/61/02/>)をあわせてご覧いただきたい。本特集記事が、三次元解析技術と材料研究が相互に発展する一助となれば幸甚である。

末筆ながら、本特集を企画するにあたり、ご多忙にもかかわらずご執筆いただいた著者の先生方に心より御礼申し上げます。また、分野間での連携企画という試みにおいて、著者への依頼、構成、編集等について田辺栄司様(広島県立総合技術研究所)、佐々木秀顕先生(愛媛大学)をはじめとする6分野の先生方には多大なるご協力をいただきました。この場を借りて厚く御礼申し上げます。



徳永透子



木口賢紀



大塚 誠



國枝知徳



篠原百合



高山直樹



塚田祐貴



山本剛久

放射光を使った X 線 CT による 3D 観察

上杉健太郎¹⁾ 星野真人²⁾ 竹内晃久²⁾

1. はじめに

X 線 CT 法は被写体の内部構造を可視化する手法であり、Hounsfield による医療診断用 X 線 CT スキャナーの開発⁽¹⁾から医療診断分野を中心として広く使われている。X 線 CT 法の特長は内部の三次元情報すなわち X 線吸収係数の分布を非破壊かつ定量的に計測出来ることである。

材料科学などの分野における要求として高空間分解能 X 線 CT 撮影があり、2000年ごろからラボ用装置も放射光 X 線を利用した装置も急激に高空間分解能化が進んだ。2000年ごろはせいぜい 3–5 μm 程度だった空間分解能は、本稿執筆時点ではラボ用装置^{(2)–(4)}も 1 μm 以下の空間分解能に到達しているし、放射光施設特有の X 線顕微鏡光学系を利用した装置では 100 nm 以下という値も珍しくない^{(5)–(7)}。X 線 CT 装置の開発自体、国内はもちろん世界中の放射光施設において行なわれている^{(8)–(9)}。それぞれの施設あるいは担当者の特徴を活かした装置が稼働しており、生物・材料等様々な研究分野での利用が進んでいる。X 線 CT 計測において放射光 X 線を使う理由は、その圧倒的な単色性と光束密度を生かし、空間・時間・密度(コントラスト)の各分解能を上げていくことである。また、CT 計測の可能性を拓くという意味では、高エネルギー X 線の利用は欠かせなくなっている。例えば単純な投影型では X 線光学系の改良や画像検出器の改良が進み、ESRF や SPring-8 を中心に 100 keV 以上での計測の重要性が認知されてきている。

本稿では大型放射光施設 SPring-8 における、X 線 CT 計測の最近の進展とこれからの課題について述べる。

2. 最近の進展

(1) X 線顕微鏡光学系を利用した X 線ナノ CT・マルチスケール CT

(a) X 線ナノ CT

顕微鏡的用途で用いられる X 線 CT は、およそ 1 μm の空間分解能を境界に 2 つに大別される。投影光学系をベースとした X 線マイクロ CT (図 1) は約 1 μm 以上の構造を捉えることができ、それより細かい構造を観察するためには X 線顕微鏡技術と組み合わせた X 線ナノ CT が用いられる。メゾスコピックとよばれるナノ～ミクロンの構造領域は、電頭と光頭がカバーする領域の間にあることから多くの分野(材

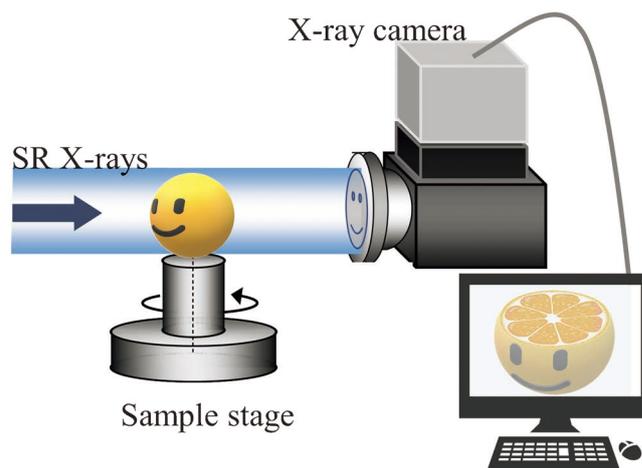


図 1 放射光 X 線マイクロ CT 装置の模式図。(オンラインカラー)

* 公益財団法人高輝度光科学研究センター；1) 主席研究員 2) 主幹研究員(〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1) 3-D Observation with Synchrotron Radiation X-ray CT.; Kentaro Uesugi*, Masato Hoshino and Akihisa Takeuchi (*Japan Synchrotron Radiation Research Institute, Sayo-gun, Hyogo)
Keywords: *synchrotron radiation, x-ray, micro-tomography*
2021年10月13日受理[doi:10.2320/materia.61.65]

料科学，地球惑星科学，電池・デバイス)において未知の領域となっている．X線ナノCTはこの領域の3次元構造を非破壊で観察することができる装置として期待されている．現状の3次元構造計測の実用レベルの空間分解能は100 nm前後であるが⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾，これが数十nmに達すればこの領域は完全にカバーできる．

X線ナノCTのベースとして用いられるX線顕微鏡は，様々な技術が提案・開発されてきた．集光ビームを走査プローブとして用いる走査型X線顕微鏡や，X線用の対物素子を像拡大用の結像素子として用いる結像型X線顕微鏡，さらに高コヒーレンス光を利用したホログラフィや coherent diffraction imaging (CDI)，あるいはその技術を応用したptychographyが急速に発展してきた．これらは，それぞれ特徴を持つが，中でも結像型X線顕微鏡は単位時間辺り得られるデータ量が最も大きく，光源に要求される性能も他と比べて少ないことから，放射光だけでなく実験室系においても利用されている．特に大強度X線が利用できる放射光施設においては様々な状況下での測定やその場観察等の利用も広がっている．

ここでは，SPring-8 BL20XU，BL37XU，BL47XUで共用利用されている結像型X線顕微鏡をベースとしたX線ナノCTを紹介する．概略図を図2に示す．光学系は基本的に光学顕微鏡のそれと同じである．コンデンサにより試料面上直径50~100 μm程度の領域を均一に集光照射し，試料を透過したX線はX線対物素子で拡大され，X線画像検出器の検出面上で結像される．ただし，X線の屈折率はあらゆる物質に対してほとんど1であるため，可視光領域で用いられるレンズのような屈折型，反射型の素子は，そのままではX線領域では対物素子として有効に機能しない．X線領域に特化した様々なX線光学素子が開発されているが，ここでは，フレネルゾーンプレート(Fresnel zone plate, FZP, NTT Advance Technology)と呼ばれる，X線の回折を利用するタイプの素子を対物素子として用いている．検出器には，レンズカップル式可視光変換モジュールを取り付けた16bit sCMOS(ORCA Flash 4.0, 浜松ホトニクス)カメラを利用しており，測定時の実効画素サイズは30~50 nm程度である．ナノオーダーのCT計測を可能とするために，試料の回転ステージにはスライドガイド軸受け式回転ステージ(神津精機)を用いており，軸ブレ精度は100 nm程度である．光学素子製作の技術的困難さから，エネルギー領域は

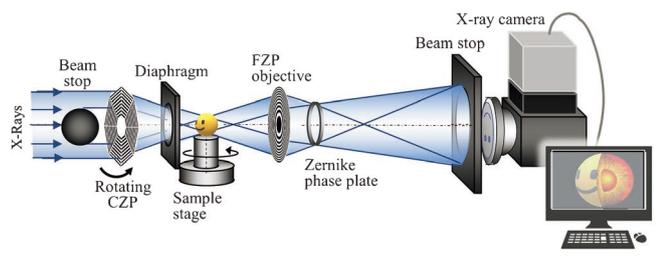


図2 X線顕微鏡光学系を利用したX線ナノCT装置の模式図．(オンラインカラー)

10 keV程度あるいはそれ以下での利用に長年限られてきたが，近年数十keVの高エネルギー利用も可能になってきた⁽¹¹⁾⁽¹²⁾．

X線の回折を利用するFZPの場合，X線のエネルギーによって焦点距離が変わるため，結像顕微鏡光学系として必要な鏡筒長もエネルギーによって異なる．鏡筒長7mのBL47XU，27mのBL37XUは主に6~15 keVのエネルギー領域で，鏡筒長165mに達するBL20XUでは15~37.7 keVのエネルギー領域に対応する．これらの装置の空間分解能は実測で50~100 nm (half-pitch)である⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾．また，通常の吸収コントラストに加え，ゼルニケ型位相コントラスト法による高感度計測も可能である．一般的なCT測定時間は，BL47XUでは7.5分(露光0.25 s/frame, 1800投影)，BL20XUでは15分~30分(0.5~1 s/frame×1800投影)であるが，露光時間や投影数を減らすことで高速計測も可能である．測定例として，小惑星探査機はやぶさが持ち帰った，小惑星イトカワの微粒子のCT像を図3に示す．鉄の吸収端を挟む7 keVと8 keV 2つのX線エネルギーで吸収係数の定量測定をすることによって，鉱物の3次元分布の精細なマッピングに成功している．このCTデータから，イトカワは地球上で見つかるLL4-6普通コンドライトと呼ばれる隕石と同じような鉱物組成を持っているということが示された⁽¹³⁾．

(b) マルチスケールCT

「できるだけ試料をこわさず，できるだけ大きいものを，できるだけ高い解像度で観察したい」というのは，普遍的かつ究極の目標の一つといえよう．分解能と視野を段階的に切り替えるマルチスケールイメージングはこの要求に答える測定技術の一つといえる．光学顕微鏡では対物レンズを交換するなど，マルチスケールイメージングは確立された技術として容易に利用されている．しかし，物体内部を観察する3Dイメージングでは，このような測定を非破壊で行うことは容易ではない．なぜなら，対象物は視野に対して平面的に大きだけでなく，光軸方向にも大きな厚みを持つからである．このような状況では，プローブ光には，大きな物体を透過させるための高い透過力と，微細構造による微小なコントラスト変動を検出するための物質との高い相互作用という，

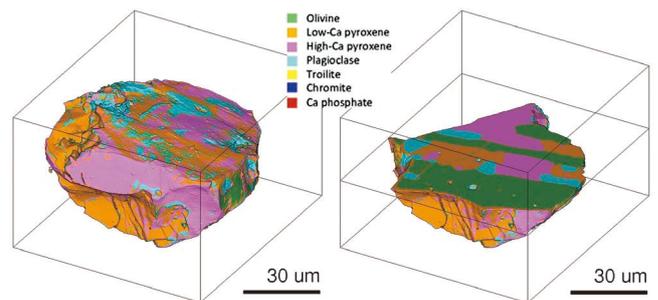


図3 小惑星探査機はやぶさによりもたらされた小惑星イトカワの微小試料の鉱物の3次元分布像．(オンラインカラー)

相反する特性が求められる。この要求に応えるために、X線マイクロCTと高エネルギーX線位相差ナノCTを組み合わせたX線マルチスケールCTシステムが開発された⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。これは前述したように、近年20 keV以上の高エネルギーX線に対応可能になったことで実現した技術である。高い透過力を持つ高エネルギーX線を使えるようになればより多くの物質を破壊せずにそのメソスコピック領域の「生きた」構造観察、つまり3次元でなく4次元あるいはそれ以上の観察が可能になり、材料の真の理解につながる。SPring-8ではBL20XU、BL47XUでこのマルチスケールCTが実施されている。実験装置は、広視野・低解像度イメージング用のマイクロCT(図1)と、狭視野・高解像度イメージング用のナノCT(図2)の組み合わせで構成されている。マイクロCTで試料全体を撮影し、試料をステージから取り外すことなくナノCTでその関心領域(region of interest, ROI)を精密に計測する。両者の測定モードは、専用ソフトウェア上で簡単に切り替えることができる。ナノCTモードでは巨大な試料の微細構造を感度良く計測するために、X線位相コントラスト法による高感度計測が導入されている。本システムは、大きな物体の内部をナノメートルスケールで非破壊的に3Dイメージングできるという利点に加え、マイクロCT計測を組み合わせることでミリサイズの試料を扱えることから、試験機も導入しやすく、時分割、*in-situ*, *ex-situ*, *operando*などの4D-CT観察がより容易に実施できるようになった。

測定例として、チタン合金Ti-6Al-4Vの内部起点の疲労き裂を非破壊で観察した例を図4に示す。チタン合金は、その優れた機械的特性から航空機材料等にも広く使われているが、 10^7 回を超える非常に高いサイクルの負荷がかかると内部疲労破壊を起こすという問題があり、この亀裂の発生と成長のメカニズムの理解が急務となっている⁽¹⁴⁾。実験ではまず、直径0.45 mmの試料(図4(a))の全体をマイクロCTモードで測定した(図4(b))。次に、マイクロCTデータから内部亀裂の位置を特定した(図4(b)の丸で囲んだ部分)。最後に、特定した内部領域をナノCTモードで非破壊的に観察した(図4(c))。($\alpha+\beta$)二相微細構造と初期クラックの3次元的位置関係が明確に観察できる。また、試験機で追加の負荷をかけることによって、内部亀裂の伝播過程の精細な追跡も可能となった(図4(d))。

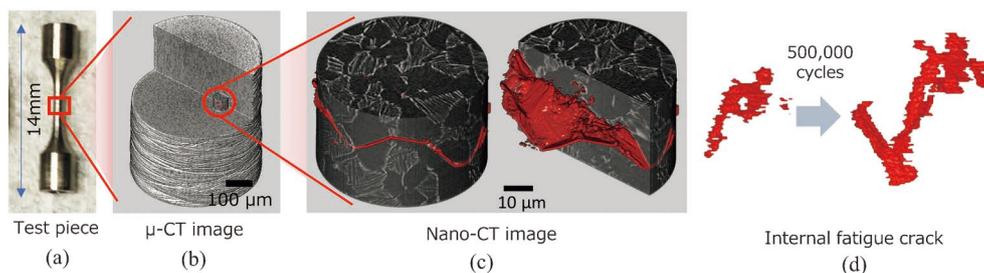


図4 Ti-6Al-4V合金の内部疲労亀裂のCT画像。20 keVにて撮影。(a)試験片写真 (b)マイクロCTによる撮影データ (c) (b)の円内のナノCTによる撮影データ。(d)内部疲労亀裂が 5×10^5 回の疲労試験により成長した様子。(オンラインカラー)

(2) 高エネルギー計測と高精細化

大型の試料、あるいは適当なサイズであっても高密度物質で構成される試料の内部構造を非破壊で可視化しようとした場合、その試料に対して十分なX線透過率を得るためには、高エネルギー領域のX線が必要となるということは周知の通りである。なお、本項での高エネルギー領域とは、概ね100 keV以上を差すこととする。そのため、高エネルギーX線マイクロCTでは、鉄や銅といった標準的な金属材料から構成された試料や化石試料などが主なターゲットとして挙げられる。高エネルギーX線という点に限定すれば、産業用・工業用CT装置など、放射光施設で利用可能なX線エネルギーよりもはるかに高いエネルギーによる測定も可能であるが⁽¹⁵⁾、ミクロンオーダーの空間分解能における計測、あるいはX線ビームの空間コヒーレンスを活かした屈折コントラストを用いた高コントラスト測定などは、放射光ベースの高エネルギーX線画像計測が得意とするところといえる。一方で、X線エネルギーに依らず、試料内部構造を包括的かつ詳細に観察したいというニーズは昔からあり、“高精細画像計測”という計測技術の成熟を待つ必要があった。近年科学計測における高精細CMOSカメラの実用化により、X線画像計測の高精細化を本格的に進める時期に来ていると考えられる。本稿で取り上げる高エネルギーX線マイクロCTの場合、幸いなことに、測定ターゲットは上記のように大型化する傾向があるため、高精細画像計測を組み合わせることで、内部構造を広く・細かく可視化する技術として相性が良い。ここでは、SPring-8における高エネルギーX線マイクロCTの最近のアップデートと、それに高精細カメラを組み合わせた測定の現状について紹介する。

まず、放射光施設における高エネルギーX線ビームの効率的利用に関して述べる。画像計測に限らず、放射光X線を用いた計測の場合、一般的には分光器で単色化されたX線が用いられる。特に、ある元素の吸収端近傍における測定や、フレネルゾーンプレートといった回折型の光学素子を用いた測定の場合、分光器を通して得られる単色性の高いX線の有用性は言うまでもない。その一方で、高エネルギー領域のX線画像計測では、必ずしも高い単色性が必要となるわけではなく、むしろ積分強度が重要視される画像計測においては、エネルギー分解能に優れた分光器から得られる単色

X線では、必要以上に単色性が上がり、かえって非効率的となる。また、SPring-8のような大型放射光施設といえど、高エネルギー領域のX線強度は低下していくため、効率の良い高エネルギーX線画像計測のためには、エネルギーバンド幅の広いX線ビームの利用が適切といえる。そこで、最近の高エネルギーX線画像計測では、放射光偏向電磁石光源から得られる白色X線に着目して、その高エネルギー領域成分を広いエネルギーバンド幅で利用する計測技術開発の推進している。分光器を使わずに、高エネルギー領域のX線を取り出すには、適当な材質・厚みのアブソーバーを用いて、低エネルギー成分を除去する方法が最も簡便である。ここでは、適当なアブソーバーを用いて、高エネルギーX線を取り出す方法を紹介する。SPring-8の偏向電磁石から得られる白色X線に対して、タングステン厚さ0.5 mmと鉛厚さ2 mmを組み合わせたアブソーバーを用いることにより、ピークエネルギー約200 keV、エネルギーバンド幅100 keV程度の高エネルギー白色X線スペクトルを得ることができる⁽¹⁶⁾。アブソーバー自身には、白色X線照射により強い熱負荷がかかるため、空冷をするとともに、光源側にタングステンを配置することにより、鉛への熱負荷を軽減し、その変性を防いでいる。また、アブソーバー自身の透過強度ムラに伴う、透過投影像およびCT再構成像への影響を低減させるために、X線ビームに直交する面内でアブソーバーを1500~2000 rpmで回転させている。

SPring-8では、偏向電磁石ビームラインBL28B2において、白色X線を用いた高エネルギーX線マイクロCTを行うことが可能である。測定光学系の概要を図5に示す。BL28B2は、計測に利用できるハッチが2つあり、光源に近い上流側の光学ハッチ2に試料ステージを設置し、下流側の光学ハッチ3にX線画像検出器を設置している。なお、

高エネルギー領域のX線を取り出すためのアブソーバーおよび高エネルギーX線用シャッターは光学ハッチ1の最下流部分に設置している。高エネルギーX線用シャッターは、ロータリーソレノイドにより簡便に開閉を行うことが可能である。シャッターの開閉スピードはともに80ミリ秒以下である。X線画像検出器は、他の放射光X線画像計測同様に、シンチレータによる可視光変換型の画像検出器であり、実効画素サイズ数ミクロン以上の計測に対応するため、タンデムレンズ系を用いた可視光光学系を採用している。しかし、高エネルギー領域のX線では、厚いシンチレータを容易に透過してしまうため、可視光光学系の配置に注意が必要となる。また、高分解能測定のためには、実効画素サイズに対する可視光光学系の光学的性質(シンチレータ厚みと実効的な焦点深度の関係など)も考慮する必要がある。視野幅50 mmまで測定可能な高エネルギーX線画像計測専用開発した画像検出器では、シンチレータを透過したX線からの散乱の影響を低減させるために、水平面内において、X線の光軸と直交するように可視光光学系の光軸を設定している⁽¹⁷⁾。可視光光学系を介して画像を検出するカメラには、高精細カメラを用いることで、広く・細かく撮影することが可能となる。高精細CMOSカメラには、浜松ホトニクス社製のC13949-50U(画素数4096(H)×3008(V)、画素サイズ3.45 μm×3.45 μm, 12bit ADC)やBaumer社製のVCXU-201M.R(画素数5472(H)×3648(V)、画素サイズ2.4 μm×2.4 μm, 12bit ADC)などが利用可能である。使用するビームモニターやシンチレータ、可視光光学系の倍率を変えることにより、広視野計測から高分解能計測まで対応することが可能であり、計測条件例を挙げると、実効画素サイズ12.1 μm/pixelで視野幅49.6 mm、実効画素サイズ3.99 μm/pixelで視野幅16.3 mmといった測定が可能である。なお、投

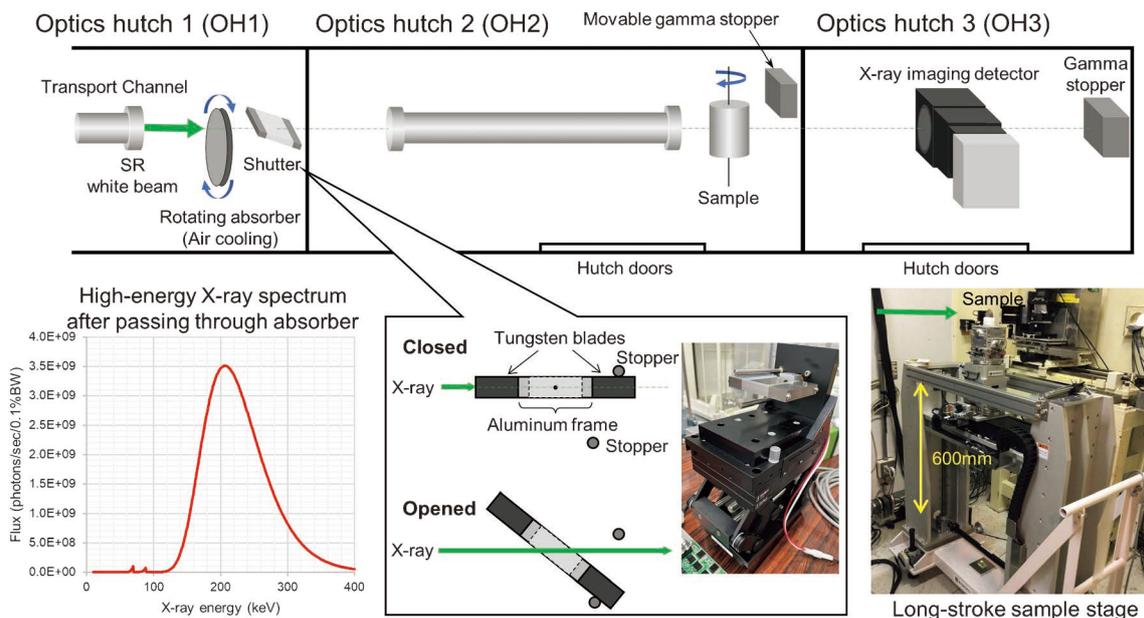


図5 BL28B2における高エネルギーX線マイクロCT装置の模式図と照射X線のスペクトル。(オンラインカラー)

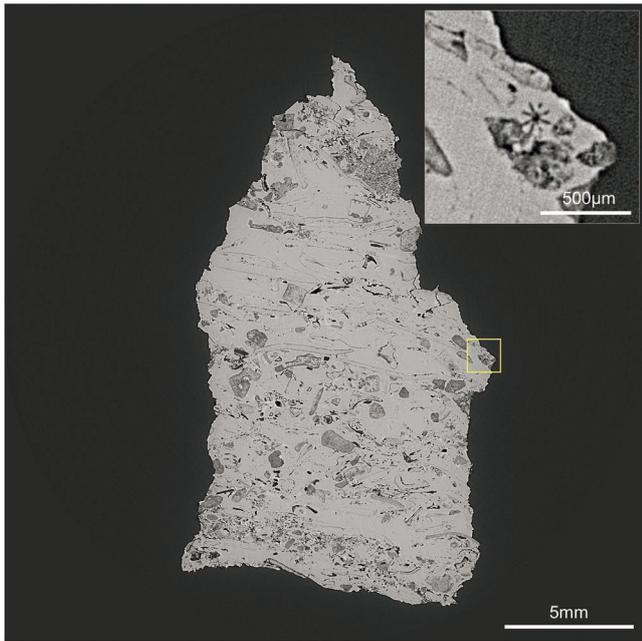


図6 高エネルギーX線マイクロCT装置で撮影された石灰岩の超高精細CT像。(オンラインカラー)

影像の縦方向の視野幅は、光源からの高エネルギーX線の放射幅に依存しており、BL28B2におけるX線マイクロCT測定位置(光源から45m地点)における縦有効幅はおよそ1.5mmである。画像1枚あたりの撮影にかかる露光時間は概ね30ミリ秒程度であり、CT撮影1回あたりの測定に要する時間は5分前後である。ただし、上記のように、視野縦幅の有効領域は1.5mmであるため、ボリュームデータの測定のためには、試料を鉛直方向にステップ走査して、繰り返しCT測定を行う必要がある。測定例として、石灰岩の高エネルギーCT像を図6に示す。実効画素サイズは $2.36\mu\text{m}$ として、オフセットスキャン法を併用することにより、更なる高精細計測を行った。投影数は7200投影である。図6に示した石灰岩の断層像は、 $10,549 \times 10,549$ 画素によって構成されており、右上に示した四角で囲った領域の拡大像では、直径 $150\mu\text{m}$ 程度の微小な含有物のスポーク状の構造も明瞭に測定できている。

3. 4D-CT

放射光X線イメージングでは高い光束密度のX線を利用し、計測時間が短くできる。空間分解能(検出器の画素サイズ)や用いるX線エネルギーにもよるが、最近では投影像1枚当たりの露光時間が1ミリ秒以下となるケースも出てくるようになった⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾。こうなると単純に時間分解能を持ったCT計測が可能となる。これは最近では4D-CTと呼ばれるようになってきた。放射光X線を利用した4D-CTには一つ大きな利点がある。X線の平行性が高く、試料と検出器の距離をある程度長くとっても、画像検出器に写る像(特にサイズ)はそれほど変化しないことである。これにより、電

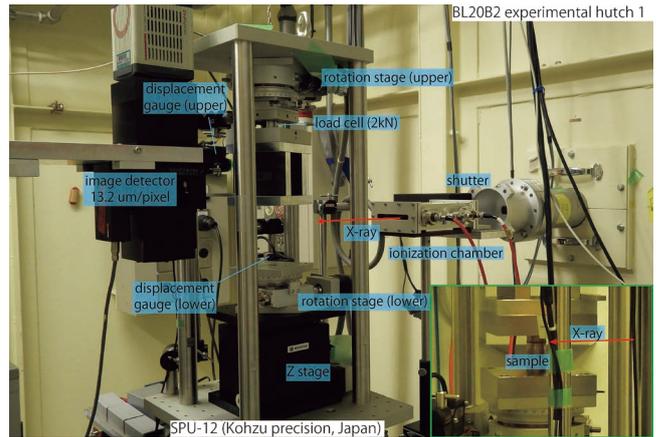


図7 BL20B2におけるその場観察CT装置の様子。(オンラインカラー)

気炉や引張試験機など種々の材料試験機の設置が可能となる⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。また、観察する事象も多岐にわたる。前述の破壊や変形などの不可逆変化が起こるような材料試験はもちろん、弾性変形のように繰り返しの動作が可能な事象や呼吸・心電同期を行った小動物のCT撮影なども実施されている⁽²²⁾。不可逆変化の観察のためにはいかに試料を高速で回転させるか、ということを考える必要がある。つまり、精度良く回転するステージとその回転運動に耐えられる試料を用いなければならない。現状では数Hz(100ミリ秒より長い時間分解能)程度のCT像の撮影が一般ユーザーに供されているようである。一方で可逆変化である現象の観察はタイミングさえきちんと合わせれば、ミリ秒の時間分解能での計測が十分可能である。

本項では、SPRING-8 BL20B2で製作されたその場観察CT装置(神津精機製SPU-12)の概要とそれを使った実験例を示す⁽²³⁾。図7は、実験装置の写真である。実験ハッチには、試料ステージとX線画像検出器が設置されている。実験ハッチでは、幅20mm以上、高さ3mm以上の大きなビームを使用することができる。試料位置での光束密度は、25keVのX線で $1.5 \times 10^9 \text{ photons mm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 程度である。今回の実験は25keVで行われたが、15keV~37keVの範囲であれば問題なく利用可能である。

SPU-12では、数マイクロメートルの分解能(動作精度)を実現している。試料回転ステージの最高回転速度は毎秒20度以上。上下にZステージを配置し、試料に一方方向性の荷重がかけられる。最大荷重は2kNである。上下の回転ステージを独立に動作させ、試料をねじめることも可能である。

X線画像検出器は、ビームモニターAA60P(浜松ホトニクス)と科学計測用CMOSカメラ(ORCA Flash 4.0, 同社)で構成されている。ビームモニターは、薄膜蛍光面(厚さ $20\mu\text{m}$ の $\text{P43}(\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S:Tb}^+)$ 粉末)と可視光光学系($f=105\text{mm}$ レンズ)で構成されている。カメラには $f=50\text{mm}$ のレンズが搭載されており、その結果実効画素サイズは $13.2\mu\text{m}/\text{pixel}$ となった。画像のフォーマットは 2048×2048 , ADC

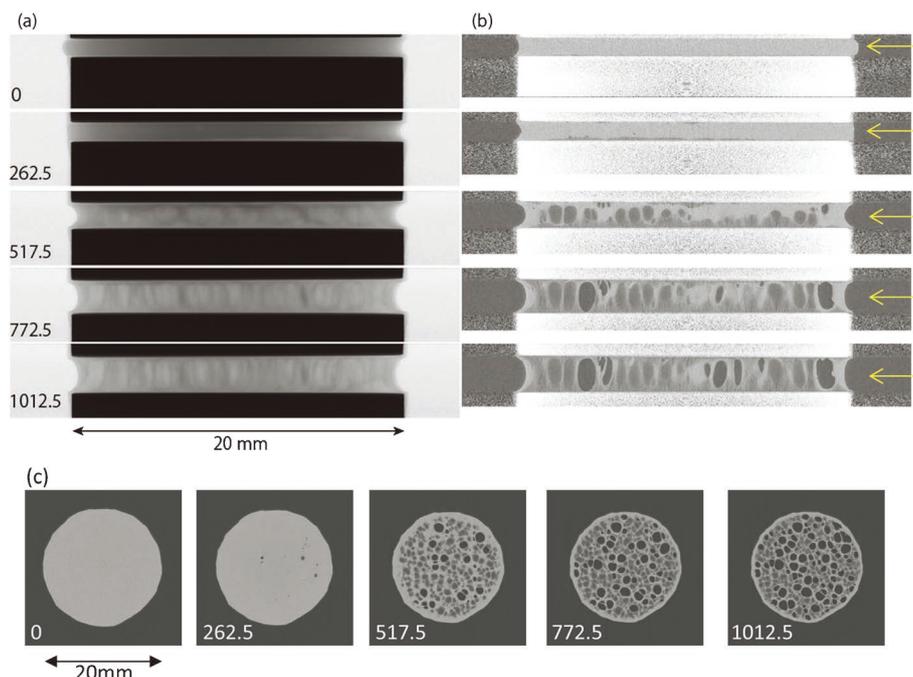


図8 SBRを引っ張りながら撮影したCT像。数字は撮影開始からの時間(秒)を表す。(a)各時刻のX線透過画像。(b)サンプルの中心で仮想的に切断したX線CT画像。(c)2本のピンの中間点でのCT画像。(オンラインカラー)

は16ビットである。測定中、試料ステージは一定の速度で回転し続けている。パルスモーターコントローラ(PM16C-04-XDL, ツジ電子)から0.2度毎にカメラに対してトリガ信号が出力される。この実験では、一方荷重時の移動速度を $2\mu\text{m}/\text{sec}$ としたが、これはCT1回当たりの撮影時間(7.5秒)に動く量を検出器の空間分解能以下にさせるためである。試料はシリカ粒子(20 nm)を付着させたスチレン・ブタジエン・ゴム(SBR)で、厚さ1 mmのSBRを金属棒の先端に接着剤で貼り付けた。図8にこの装置で得られたX線画像を示す。(a)(b)(c)はそれぞれ単純投影像、試料の縦断層像(試料中心部での virtual slice)および、SBRの中心位置でのCT像となっている。(a)と(c)の図の横にある数値は測定開始からの時間(秒)を表している。開始から200秒ほど経過(引張の距離は $400\mu\text{m}$ 程度)したところからボイドが発生し始めた。500秒を過ぎるころには、たくさんのボイドが発生していることがわかる。さらにCT撮影中でも計測系の空間分解能以下の変形は画質に影響しないこと、常にゆっくりと変形させることで粘弾性体が緩和することを防いでいることが分かる。

4. X線CTのこれからの課題 —3D画像処理および画像解析—

X線CTは試料の透過像を画像再構成し断層像を作るまでが計測であると考えられる。つまり再構成画像(CT像)が生データと言える。試料由来あるいは試料環境由来の計測の難しさはあるが、サンプリング定理をはじめとする変換に対しての基本式は確立しているし、最近ではGPGPUを利用し

た画像再構成ソフトも充実しており、ほぼストレートに実施可能である。難しいのはここから先の処理である。例えばデータ量であるが、 2048×2048 画素のカメラを使った場合、CT像1枚当たり 2048×2048 画素になるので、16bit画像であれば8 MB、これが2048枚重なると16 GBとなる。これが 4096×3008 画素のカメラを使うと96 GBになる。これをデータ取得用計算機から画像処理用計算機に転送するのに相当な時間がかかる。さらに、3Dデータから必要な情報を抽出するためのノイズフィルター適用、Erosion-Dilation処理やセグメンテーションもかなりの計算機資源を必要とする。また、通常CT撮影は1回で終わることはなく、一般的なケースでも1日に50-60スキャン行うことはザラであり、撮影を進めながら前述の処理を遅滞なく進めることは難しい。つまり、これらを高速かつ自動で処理するような仕組みが必要とされるようになってきた。機械学習を利用したノイズ除去やセグメンテーションの研究も精力的に進められているが、個々の研究事例に対する適用はできているものの、ユニバーサルに適用できるようなものはまだ登場しておらず、試料タイプや条件に応じて何度も学習をやり直す必要がある。計算能力の向上や転送速度の向上を含めたハードウェアの進化も重要だが、新しいアルゴリズムを利用した画像処理のソフトウェアが登場することを期待したい。

5. おわりに

本稿ではSPring-8における放射光X線CTの最近の進展を中心に記述した。X線CTは世界中の放射光施設で開発・利用されておりその成果はめざましい。ラボ用のCT装置も

3次元アトムプローブ解析法の最近の進展

佐々木泰祐¹⁾ 埋橋 淳²⁾ 大久保忠勝³⁾ 宝野和博⁴⁾

1. はじめに

3次元アトムプローブ(3DAP)は、電界イオン顕微鏡(FIM)から発展した飛行時間型質量分析装置で、図1に示すように直径100 nm程度の針状試料(tip)先端から原子を一個ずつ電界蒸発させ、位置敏感型検出器に向かって放出されるイオンの飛行時間質量測定により原子種の同定と位置測定(x_i, y_i)を同時に行う。イオンが検出される順序*i*は原子の深さ座標 z_i に対応するので、得られた原子種と(x_i, y_i, z_i)から3次元原子マップ、つまりアトムプローブトモグラフィー(APT)を構成することができる⁽¹⁾。近年、X線マイクロトモグラフィーや電子線トモグラフィーが汎用的な材料解析手法として普及し始めているが、APTは3次元空間の原子を直接観察できることから、透過像のコントラストから3次元画像を構成するX線・電子線トモグラフィーとは本質的に異なる。

2000年代初頭までのアトムプローブでは、針状試料にDCの高電圧を印加し、これにnsの電圧パルスを重畳させて原子を電界蒸発させていたため、解析可能な材料は導電性材料に限定されていた⁽²⁾。2004年にRouen大学のDeconihoutらは電界蒸発の補助に超短パルスレーザーを用いると、電圧パルス駆動と同質の3DAPデータが得られることを示した⁽³⁾。同時期にNIMSのグループは、レーザー波長を赤外域から紫外域へと短波長化すると絶縁体バルク材料からも3DAP解析が可能になることを報告し⁽⁴⁾、3DAP解析の適用可能範囲が導電性材料から絶縁体にまで広がるきっかけとなった。また、最近の商用機では、位置敏感検出器の改良により従来わずかと30~40%程度であった検出効率が最大で80%

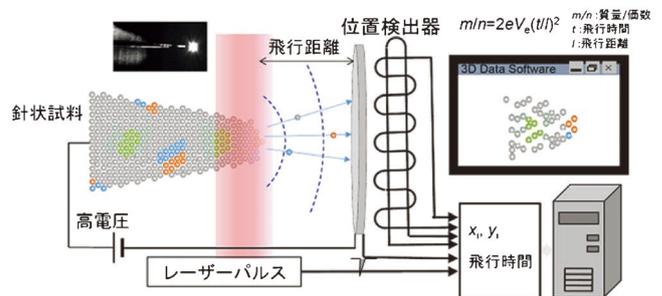


図1 レーザー補助3DAPの模式図。(オンラインカラー)

程度にまで劇的に上昇したり、10年前まではせいぜい数百万原子程度の3DAPデータしか取得できなかったところが、現在では高速信号処理によって数千万から数億原子といった広領域からの3DAPデータが短時間で取得できるようになった。このような装置面での革新に加え、集束イオンビーム装置(FIB)を用いた針状試料作製法の発展により、3DAPまたはAPTを用いた材料解析事例が増えてきている。とはいえ、3DAPで分析できる領域はナノ領域に限定されること、また回折による構造情報が得られないことから、材料解析で意味ある情報を得るためには透過型電子顕微鏡(TEM)との相補的利用が不可欠である。本稿では、3DAPとTEMを相補的に用いた材料組織解析の例を示し、ここ10年程度の3DAPを用いたナノ組織解析の進歩について述べる。

2. 3DAP解析の強み～ナノ結晶軟磁性材料の解析～

一般に、ナノスケールの微小な領域の構造や元素分布を解

* 国立研究開発法人物質・材料研究機構; 1)主幹研究員 2)主任エンジニア 3)副拠点長 4)フェロー(〒305-0047 つくば市千現1-2-1) Recent Advances in 3D Atom Probe Analysis; Taisuke Sasaki, Jun Uzuhashi, Tadakatsu Ohkubo and Kauhoro Hono (Research Center for Magnetic and Spintronic Materials, National Institute for Materials Science, Tsukuba)

Keywords: three-dimensional atom probe (3DAP), transmission electron microscope (TEM), focused ion beam (FIB), structural materials, functional materials

2021年11月12日受理[doi:10.2320/materia.61.72]

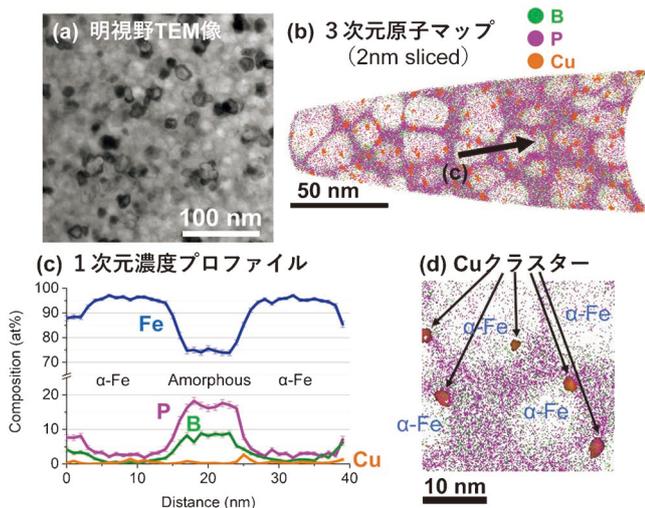


図2 Fe-P-B-Cu ナノ結晶軟磁性材料の(a)明視野TEM像、(b)スライスした3次元原子マップ、(c)(b)内の矢印からの組成プロファイル、(d)α-Fe結晶粒を取り囲んで銅クラスターが形成されている様子⁽⁵⁾。図2(d)では、銅クラスターの視認性をよくするため等濃度曲面でクラスターを描画した。

析する際は、(走査)透過型電子顕微鏡((S)TEM)解析にEDSやEELSなどの元素分析を組み合わせた解析を行う。しかし、TEM試料の膜厚(一般的に50nm前後)より小さなサイズの原子クラスターや析出物、ナノ結晶などをTEMにより定量的に評価することは極めて難しい。3DAPは数十ppmという検出限界と原子レベルに近い空間分解能で、母相に埋もれたナノ領域の軽元素を含む元素分布を定量的に評価できるという、他の解析手法にはない特長がある。

図2(a)はFe-P-B-Cuナノ結晶軟磁性材料の明視野TEM像である⁽⁵⁾。10nm程度の微細なα-Fe結晶粒がアモルファス母相中に分散している様子を観察できるが、Bを含む溶質元素がこのナノ結晶とアモルファス相でどのように分布しているのかが材料設計上必要な情報である。図2(b)はこの試料を3DAPで観察した結果得られた3次元原子マップである。なお、個々の原子が見えるように2nmにスライスした領域の原子のみが示されている。B、P原子の分布からα-Feナノ結晶が明瞭に観察される。矢印で示す方向に濃度プロファイルを描くと、図2(c)に示す通り、α-Fe結晶粒とそれを取り囲むアモルファス相の元素分布を定量的に評価できる。ナノ結晶の組成は $\text{Fe}_{96.2}\text{P}_{2.6}\text{B}_{0.6}\text{Cu}_{0.6}$ で微量のPとBが固溶したα-Fe相、溶質元素は残存アモルファス相に $\text{Fe}_{74.5}\text{P}_{17.0}\text{B}_{8.2}\text{Cu}_{0.3}$ の組成で濃化することによりアモルファス相が安定化している。さらに、図2(d)では、TEM像からは確認できない数nmのサイズの銅クラスターがα-Fe結晶粒の周囲とα-Fe内部に形成していることも確認でき、多くのナノ結晶軟磁性材料で報告されてきたように⁽⁶⁾、この銅クラスターがα-Fe結晶粒の不均一核形成サイトとして作用したことを示唆している。

このように、3DAPはナノサイズの組織の元素分布に関する定量的な知見が得られることに加え、TEMでは定量が困

難なクラスターの数密度などの組織因子を評価できる。一方、取得したデータを3次元再構築する際のパラメータ設定には任意性があるため、3DAPデータだけで組織の実際の形状やサイズが再現できないことがある。よって、TEMと3DAPの特長を相補的に活用することで、ナノ組織の定量解析が可能となる。

3. 3DAP試料作製技術の発展～任意領域からの3DAP解析

3DAP用の針状試料はかつて電解研磨法により作製されていた⁽²⁾。そのため、結晶粒界や異相界面などは電解研磨中に偶然試料の先端に出現しない限り分析できないという、試料中の特定領域解析においては決定的な弱点があった。通常、マイクロサイズの高結晶試料では、電解研磨で結晶粒界を分析できる確率は1%にも達しない。このような3DAPの制約を克服するために、Larsonらは、FIB/SEMを用いて特定の領域から3DAP試料を作製する技術を確認した⁽⁷⁾。このFIB/SEMによる特定領域からの針状試料作製が可能になったことで、結晶粒界や異相界面などの局所領域からの3DAP解析も日常的に行うことができるようになった。

図3(a)に9Cr耐熱鋼の旧オーステナイト粒界付近のSEM像を示す。FIBを用いて矢印で示す領域をリフトアウトし(図3(b))、図3(c)に示すようにFIBの環状加工を用いて旧オーステナイト粒界が針状試料に含まれるように加工した後3DAP解析を行った結果、ボロンが旧オーステナイト粒界に偏析する様子を明瞭に観察できた(図3(d))。また、図3(c)

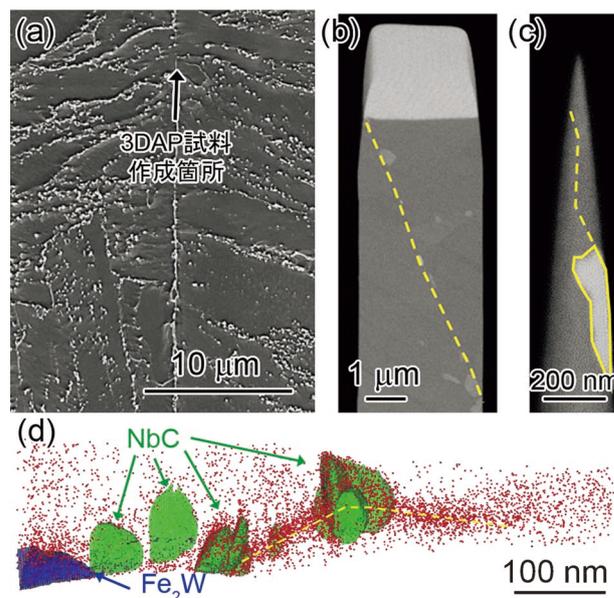


図3 (a) 9Cr耐熱鋼の旧オーステナイト粒界を含む2次元SEM像、(b) (a)中の矢印で示す領域からリフトアウトした3DAP試料、(c) (b)を針状に加工した後のSEM像、(d) (c)で示した試料より得た3次元アトムマップ。青い等濃度面で Fe_2W 粒子を、緑の等濃度面でNbC粒子を表示した。

に見られる粒子状の Fe_2W 相が3次元原子マップ上で青い等濃度面を表示した粒子として観察されるだけでなく、反射電子SEM像では観察が難しいNbC相が粒界上に析出する様子が緑の等濃度面を表示した粒子で観察される。さらに、これらの第2相粒子と母相の界面にボロンが偏析した様子まで観察することができる。

4. TEMと3DAPによる同一視野解析手法の高度化

FIB/SEMを用いた試料作製法の発展により、簡便に高度なTEMと3DAPによる同一視野解析が行えるようになった。局所電極を備えた商用の局所電極アトムプローブ(LEAP)では、TEM試料を担持するグリッドを分析室に持ち込めるため、FIBで針状試料をTEMグリッド上に作製し、TEM観察後、同一領域からの3DAP解析が可能である(図4)。

TEMとの同一視野解析が必須の解析例として、転位や積層欠陥への溶質元素の偏析がある。鉄鋼材料では炭素が転位に偏析して転位運動を固着するが、転位芯への炭素やボロンなど軽元素の偏析を(S)TEMで分析することは難しい。一方、転位を含む試料のTEM/3DAP同一視野解析を行うと、TEMにより試料内に含まれる転位を同定してから3DAP解析を行えるため、転位芯への合金元素偏析を直接観察できる。

図5(a)は、溶体化処理後、引張試験により2%の予ひず

みを導入後、170°Cで20分の時効処理を行ったMg-1.2Al-0.8Zn-0.5Mn-0.5Ca (mass%) (AZMX1100)合金圧延材の3DAP解析前の試料の明視野TEM像である⁽⁸⁾。この試料は、塗装焼付け硬化を示すマグネシウム合金板材として注目される新合金である。EBSDを用いて予め試料の結晶配向を解析し、マグネシウム母相の[0001]方向が試料面直方向に配向した結晶粒から針状試料を作製したため、明視野TEM像中のa~dで示す底面<a>転位のコントラストが分析方向にはほぼ垂直となっている(図5(b))。この領域から得た3次元原子マップでは、全体に均一に分布するZnとCaのクラスターに加え、合金元素が線状に濃化した領域が観察される。明視野TEM像と0.48 at%の等濃度面を使ってCaの分布を強調した3次元原子マップを重ねると、図5(c)のように、明視野TEM像の中の転位のコントラストと3次元原子マップ中のCaとZnが濃化した線状のコントラストが一致することから、CaとZnが転位芯に偏析していることが分かる。図5(d)には図5(c)中の矢印で示した等濃度面からの溶質元素の濃度変化を示しており、転位芯にはCaに加えてAlとZnが偏析している。この3DAP解析結果により、この合金での短時間時効による硬化は、Ca、Al、Znが転位に偏析して固着したことが原因であることが示された。

5. 3DAP解析の応用範囲の広がり～金属材料から無機物、有機物へ～

3DAP解析により解析できる材料は金属に限らず、半導体などの解析も可能である⁽⁹⁾。ここでは、その一例として、GaN半導体の3DAP解析結果について紹介する。GaNは次世代パワー半導体として期待されており、現在、Mgイオンを注入することでp型半導体を作製する方法が有力視されている。これまでに、Mgイオンの注入により転位や空孔が導入され、それらの欠陥の修復とMg活性化のための熱処理プロセスでMgの欠陥中への偏析が起こることはTEM-EDSによっても報告されていた⁽¹⁰⁾。しかし、注入するMgの濃度はたかだか0.01 at%以下のオーダーであることから、Mgのクラスター形成については不明な点が多かった。図6

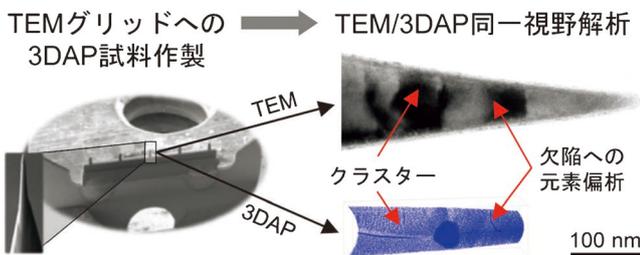


図4 TEMグリッド上にFIB/SEMを用いて作製したマグネシウム合金の3DAP解析試料をTEMと3DAPで同一視野を解析する様子。

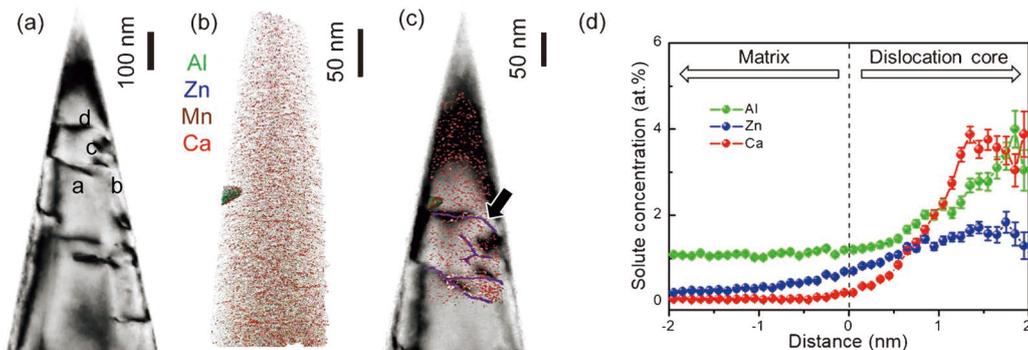


図5 ひずみ時効処理を行った試料から作製した3DAP試料の(a)明視野TEM像と、それから得た(b)3次元原子マップ⁽⁸⁾。(c)は(b)を0.48 at%Caの等濃度面を用いて溶質クラスターと転位芯への溶質元素の偏析を強調し、(a)と重ね合わせた図。図5(c)中の矢印で示した等濃度面の近傍における溶質濃度変化を示すproximity diagram。

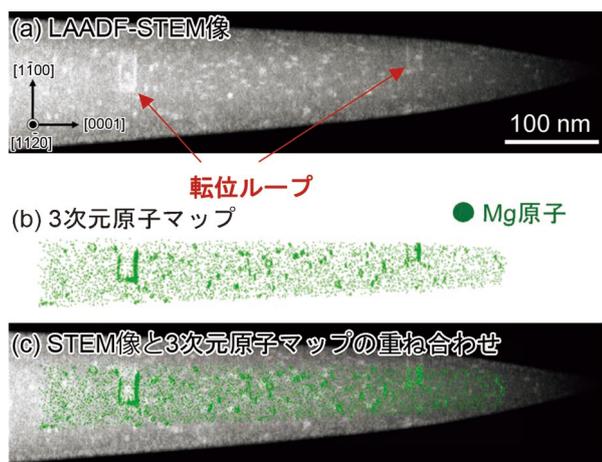


図6 Mg イオンを注入した窒化ガリウム半導体より作製した3DAP 解析試料の (a) LAADF-STEM 像, (b) LAADF-STEM 観察した領域より得た Mg の 3次元原子マップ, (c) (a)および(b)を重ね合わせた像⁽¹¹⁾.

(a)は Mg イオンを $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (約0.01 at%) 注入したのち、1300°Cで熱処理した GaN の 3DAP 解析用試料の低角環状暗視野 STEM (LAADF-STEM) 像である⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。この観察手法では格子歪みなどに起因する欠陥が明るいコントラストとして観察される。この 3DAP 試料から取得した 3次元の Mg 原子マップ(図 6(b))より、Mg 原子の分布を精緻に知ることができる。図 6(c)に示すように STEM 像と 3DAP より得た Mg の原子マップを重ね合わせると、転位ループへの Mg の偏析に加え、高密度の Mg のクラスターが形成されていることが明瞭に観察され、それが Mg のドープントとしての効果を不活性にしている原因であることが示された。

これまで示してきた例は金属や半導体などの無機材料の例ばかりだが、紫外光短波長レーザーによる電解蒸発の補助は、有機物を含む材料の 3DAP 解析さえも可能にした⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。そこで、最近我々が行った豚の歯の 3DAP 解析の例を示す⁽¹⁵⁾。一般的に歯と聞いて思い浮かべるのは、「エナメル質」と呼ばれる生体でもっとも硬い組織であるが、「象牙質」はその内部に存在し、ヒドロキシアパタイト $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ というカルシウム主成分の繊維形状の結晶とコラーゲンなどの有機物から構成される。図 7(a)に示すのは豚の歯の象牙質で熱処理によって含まれる有機物を乾燥させた後に取得した高角環状暗視野 (HAADF-STEM) 像で、ここでは繊維形状のヒドロキシアパタイト結晶が確認できる。実際にはこの繊維状ヒドロキシアパタイトの隙間部分には有機物と水分とで満たされている。この試料を 3DAP で解析することにより得られた 3次元原子マップが図 7(b)である。図では視認性向上のため等濃度曲面により描画している。分析結果の詳細については本題から外れるので参考文献をご覧いただきたいが、有機物を約30%含むような材料の 3DAP 解析さえも昨今は可能になった。

冒頭で述べた通り、3DAP は飛行時間型質量分析なので、EDS や EELS などでは分析ができない水素を含む全ての元

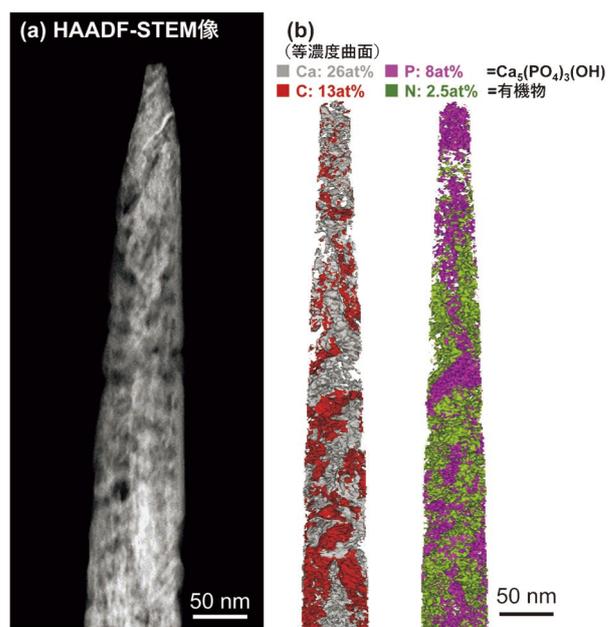


図7 (a) 豚の歯の象牙質を熱処理後に撮影したヒドロキシアパタイト $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ の HAADF-STEM 像, (b) 熱処理前の象牙質(無機質ヒドロキシアパタイト70%, 有機物30%)より得た 3次元原子マップ(等濃度曲面により描画)⁽¹⁵⁾。

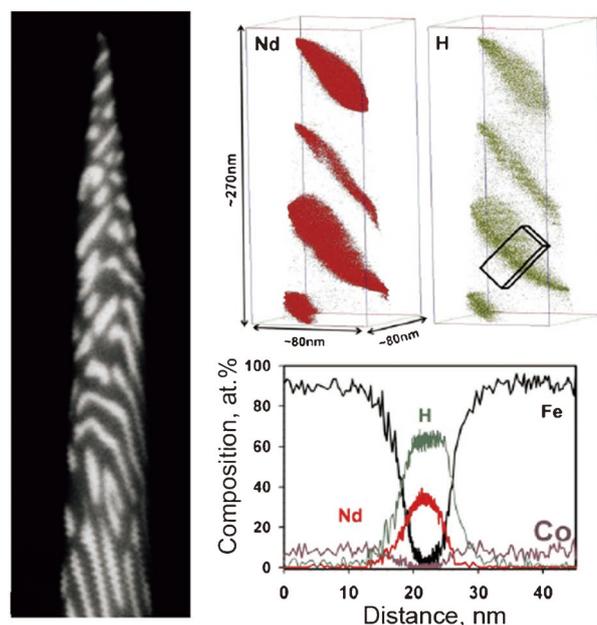


図8 (a) HDDR 処理を施したネオジウム磁石粉末中のネオジウム水素化物 (NdH_2) の 3DAP 解析の例⁽¹⁶⁾。

素を分析できる。図 8(a)に示す通り、水素を吸蔵させたネオジウム磁石粉末を 3DAP で分析すると、粉末中に形成するネオジウム水素化物 (NdH_2) 中の水素が定量的に分析できている⁽¹⁶⁾。このように質量分析で元素を同定するアトムプローブでは検出効率に質量依存性がなく、軽元素の定量分析ができるという特長がある。一方、水素は超高真空中の残留ガスの主な元素であることから、水素を定量分析するためには試

料先端からイオン化される残留ガスが試料に固溶していた水素かを区別する必要がある^{(16)–(18)}。この問題を解決するために、高橋らは、残留ガスとは異なる質量電荷比を有する重水素をチャージした鉄鋼材料の3DAP分析を行い、鋼中に分散したTiC析出物にトラップされた水素の3DAP観察に成功した⁽¹⁹⁾。最近では、Oxford大学やMax-Planck Instituteのグループが鉄鋼材料中の析出物や転位などへの水素トラップの観察例を報告するなど、現在、3DAPのコミュニティでは微量水素の分布の解析がホットな研究テーマになりつつある^{(20) (21)}。低温でのFIB加工が可能なクライオFIB/SEM複合装置や、クライオFIB/SEM複合装置から大気非暴露かつ低温維持で3DAP装置へ試料挿入可能なモジュール(VCTM)なども市販されるようになっており、微量な水素の存在状態の解明への3DAP解析の積極的な適用が今後さらに広がるものと思われる。

レーザーアシスト、高速信号処理、FIB/SEMによる微細加工、TEM/3DAP同視野解析、微量水素の分析など、近年の3DAPまたはAPTは目覚ましい発展を遂げているが、分析の効率化と再現性にはまだ課題が残る。FIB/SEMを用いた試料作製には熟練した経験が必要である。試料形状により検出器上への投影領域が大きく変化するだけでなく、レーザーアシスト電界蒸発では熱伝導の影響が分析の定量性にも大きく影響する。3DAPデータを再現性良く収集するためには、一定形状の試料を作製する熟練技術が必要とされる。そこで、NIMSでは熟練技術に頼ることなく一定して質の高い3DAP分析を行える環境を整えるため、FIB/SEMによる試料作製の自動化に向けた取り組みを進めている。最新のFIB/SEMにはPython等のスクリプトによる自動操作を可能にする機能が備わっており、これを活用すれば、図9に示すように3DAP試料作製の自動化が可能になる。まず図9(a)でFIB加工の指示を出し、図9(b)のようにFIB加工を実行、加工終了後に自動的に図9(c)SEM像を取得して

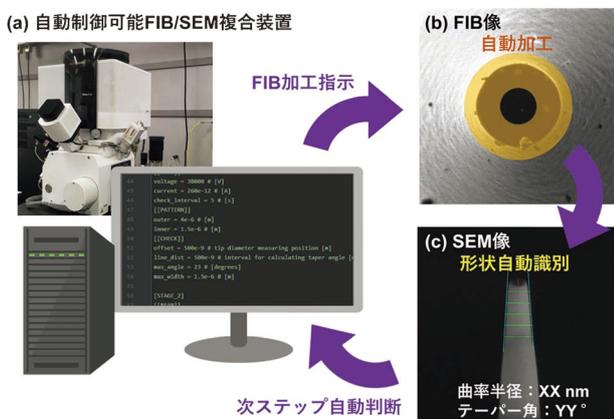


図9 (a)スクリプトによる自動制御可能なFIB/SEM複合装置からFIB加工を装置に指示し、(b)FIBにより針状加工を行ったのち、(c)側面からSEM像を観察し形状を認識し、次のステップを自動判断する工程の模式図。(オンラインカラー)

3DAP試料の形状を認識させ、次の工程を自動判断し試料作製を進める。こうした3DAP試料自動作製の本格運用が始まれば、熟練工の巧の技にたよることなく、3DAP分析を効率的にかつ再現性良く行えるようになると期待される。

6. ま と め

3DAP解析技術はここ10年程度で飛躍的な進歩を遂げた。FIB/SEMを用いた局所領域からの試料作製法の進歩やTEMとの同一視野解析の高度化によって、現在では解析したい領域からの3DAP解析がルーチーン的に行えるようになった。また、紫外光レーザーによる電界蒸発のアシストにより、3DAP解析が適用可能な材料は、金属材料などの導電性のある試料から絶縁体試料や生物試料にまで拡大した。この進化した3DAP解析を適用することで、広範な材料の原子トモグラフィーの可視化とそのデータからの定量分析が可能となってきている。より詳細は、最近出版された教科書を参考にされたい⁽²²⁾。

文 献

- (1) A. Cerezo, T. J. Godfrey and G. D. W. Smith: Rev. Sci. Instrum., **59**(1988), 862–866.
- (2) M. K. Miller: Atom Probe Tomography, Springer US, Boston, MA, (2000).
- (3) D. Deconihout, F. Vurpillot, B. Gault, G. Da Costa, M. Bouet and A. Bostel: IFES04 Progr. Abstr., Graz, (2004), 84.
- (4) Y. M. Chen, T. Ohkubo, M. Kodzuka, K. Morita and K. Hono: Scr. Mater., **61** (2009), 693–696.
- (5) Y. Nomura, J. Uzuhashi, T. Tomita, T. Takahashi, H. Kuwata, T. Abe, T. Ohkubo and K. Hono: J. Alloys Compd., **859** (2021), 157832.
- (6) K. Hono, D. H. Ping, M. Ohnuma and H. Onodera: Acta Mater., **47**(1999), 997–1006.
- (7) K. Thompson, D. Lawrence, D. J. Larson, J. D. Olson, T. F. Kelly and B. Gorman: Ultramicroscopy, **107** (2007), 131–139.
- (8) M. Z. Bian, T. T. Sasaki, T. Nakata, Y. Yoshida, N. Kawabe, S. Kamado and K. Hono: Acta Mater., **158**(2018), 278–288.
- (9) S. E. Bennett, R. M. Ulfing, P. H. Clifton, M. J. Kappers, J. S. Barnard, C. J. Humphreys and R. A. Oliver: Ultramicroscopy, **111** (2011), 207–211.
- (10) K. Iwata, H. Sakurai, S. Arai, T. Nakashima, T. Narita, K. Kataoka, M. Bockowski, M. Nagao, J. Suda, T. Kachi and N. Ikarashi: J. Appl. Phys., **127** (2020), 105106.
- (11) A. Kumar, W. Yi, J. Uzuhashi, T. Ohkubo, J. Chen, T. Sekiguchi, R. Tanaka, S. Takashima, M. Edo and K. Hono: J. Appl. Phys., **128**(2020), 065701.
- (12) A. Kumar, J. Uzuhashi, T. Ohkubo, R. Tanaka, S. Takashima, M. Edo and K. Hono: J. Appl. Phys., **126**(2019), 235704.
- (13) L. M. Gordon, M. J. Cohen, K. W. MacRenaris, J. D. Pasteris, T. Seda and D. Joester: Science, **347**(2015), 746–750.
- (14) L. M. Gordon, L. Tran and D. Joester: ACS Nano, **6**(2012), 10667–10675.
- (15) J.-B. Forien, J. Uzuhashi, T. Ohkubo, K. Hono, L. Luo, H. P. Schwarcz, A. C. Deymier, C. Krywak, C. Fleck and P. Zaslansky: Acta Biomater., **120** (2021), 91–103.
- (16) H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, T. Nishiuchi, S. Hirose and K. Hono: Ultramicroscopy, **111** (2011), 615–618.
- (17) J. Takahashi, K. Kawakami, H. Otsuka and H. Fujii: Ultramicroscopy, **109**(2009), 568–573.
- (18) R. Gemma, T. Al-Kassab, R. Kirchheim and A. Pundt:

Ultramicroscopy, **109** (2009), 631–636.

- (19) J. Takahashi, K. Kawakami, Y. Kobayashi and T. Tarui: *Scr. Mater.*, **63** (2010), 261–264.
- (20) Y.-S. Chen, D. Haley, S. S. A. Gerstl, A. J. London, F. Sweeney, R. A. Wepf, W. M. Rainforth, P. A. J. Bagot and M. P. Moody: *Science*, **355** (2017), 1196–1199.
- (21) A. J. Breen, L. T. Stephenson, B. Sun, Y. Li, O. Kasian, D. Raabe, M. Herbig and B. Gault: *Acta Mater.*, **188** (2020), 108–120.
- (22) B. Gault, M. P. Moody, J. M. Cairney and S. P. Ringer: *Atom Probe Microscopy*, Springer New York, (2012).

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
佐々木泰祐

2008年 筑波大学大学院数理物質科学研究科博士課程修了
主な略歴 物質・材料研究機構 NIMS ポスドク研究員
アラバマ大学 ポスドク

2011年4月- 現職

専門分野：微細組織解析，軽金属材料，永久磁石

◎3DAP, TEM, SEM を用いて種々の金属材料の微細組織をマルチスケールで解析し，高特性化の指針構築や材料開発を進めている。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



佐々木泰祐



埋橋 淳



大久保忠勝



宝野和博



中性子イメージングによる3次元可視化技術

篠原 武尚*

1. はじめに

中性子イメージングは中性子ビームを用いた観察技術であり、X線と同様に観察対象内部の2次元/3次元形状情報を非破壊で観察する技術である。特に、中性子は電氣的に中性であるために優れた物質透過能力を有するだけでなく、軽元素に対する高い感度や同位体識別能力を有することから、他の放射線プローブとは異なる透過画像を与え、水をはじめとする液体の分布や挙動の可視化や、X線が透過できない金属製の物体の欠陥探査等に利用されてきた。これまで、中性子イメージング(より厳密には「中性子ラジオグラフィ」)では、原子炉等の定常中性子源からの白色中性子をそのまま利用して、透過画像を取得してきた。しかしながら、新しい大強度の中性子線源の建設や中性子関連デバイスの高性能化による中性子線源自体の増強と利用効率の向上により、中性子エネルギー/波長を選択した単色中性子イメージングが実用段階になった結果、これまでの中性子イメージングが形状情報の観察であったのに対して、観察対象内部の物理特性を反映した画像の取得が可能となった。これは、物質と中性子との相互作用(吸収、散乱、屈折、反射、干渉など)の多くは中性子エネルギー/波長に依存してその大きさが変化するため、相互作用の結果として生じる中性子透過率変化を画像コントラストとして有効に活用することが可能となったことによる。さらに、エネルギー/波長スキャンにより単色イメージングはエネルギー選択型中性子イメージングに発展し、得られた位置毎の中性子透過スペクトルの解析を通じて観察対象内部の結晶組織構造の違いの空間分布を可視化することにつながった(ブラッグエッジイメージング)⁽¹⁾⁻⁽³⁾。また、中性子スピンの情報を利用した磁場イメージングもこの単色中性子イメージングの実現により可能となった⁽⁴⁾⁻⁽⁵⁾。

一方、我が国においては、北海道大学や高エネルギー加速

器研究機構の加速器中性子実験施設においてパルス中性子ビームを用いたイメージング技術の開発が進められた。パルス中性子は中性子の発生時刻からの飛行時間(Time-of-Flight, ToF)の分析によりそのエネルギーを知ることができるため、飛行時間ごとの画像を取得することによって、原子炉等からの定常中性子を単色化するのと比較して高いエネルギー分解能と実験効率を実現することができ、エネルギー依存性を解析する上では非常に有利であった(このようなイメージング法をエネルギー選択とは区別して、エネルギー分析型中性子イメージング⁽⁶⁾と呼ぶ)。そして、パルス中性子は定常中性子と比べて広いエネルギー範囲の中性子を一度に利用することができるため、eVからkeV程度のエネルギーを持つ熱外中性子領域において起こる中性子共鳴吸収反応を用いた原子核種選択型イメージング⁽⁷⁾⁽⁸⁾や対象核種の熱振動状態を解析する温度のイメージング技術の開発⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾がなされた。

このような先行研究を基にJ-PARCのパルス中性子実験施設である物質・生命科学実験施設(MLF)には、世界に先駆けてパルス中性子イメージング専用実験装置である「エネルギー分析型中性子イメージング装置(RADEN)」が建設され、本格的なエネルギー分析型中性子イメージングの実用化とユーザー利用が開始された⁽¹¹⁾。本稿ではこのエネルギー分析型中性子イメージングを利用した3次元での物理的情報の可視化の研究開発について紹介する。

2. 中性子を用いた3次元可視化技術

最初に、基本的な中性子イメージングについて述べる。一般的な中性子イメージングの撮像系はX線イメージングと同様に、中性子を可視光に変換するシンチレータ、光を中性子ビーム軸から避けるためのミラー、光学レンズ、そしてCCDやCMOSセンサーを用いたデジタル画像撮像カメラから構成される。視野範囲は1cm角~30cm角程度であり、

* 日本原子力研究開発機構 J-PARC センター; 研究主幹(〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方 2-4)
Three-dimensional Visualization Technique Based on the Neutron Imaging; Takenao Shinohara (*J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency, Tokai)
Keywords: *pulsed neutron, energy-resolved neutron imaging, bragg edge, strain tomography, polarized neutron, polarimetric tomography*
2021年11月12日受理[doi:10.2320/materia.61.78]

空間分解能は撮像素子のピクセル数と視野範囲、シンチレータ厚に依存し、 $10\ \mu\text{m}$ ~ $300\ \mu\text{m}$ 程度である。観察対象を回転させながら透過像を撮像することにより中性子を用いたトモグラフィも可能である。飛行時間分析を用いたイメージングでは、撮像系に時間分解能が必要であるため、カメラ型ではなくガス検出器等の中性子イベントを記録する2次元検出器を利用することが多い。中性子イメージングの基本的な撮像技術については、日本アイソトープ協会刊行の「中性子イメージングカタログ/中性子施設ハンドブック」に詳しく説明されているので、興味がある方はこちらを参考されたい⁽¹²⁾。

さて、X線と中性子の大きな違いは物質との相互作用断面積の違いであり、先にも述べたように中性子は金属でもよく透過する。たとえば、X線がほとんど透過しないPbは中性子にとっては非常に透過しやすい物質であり、また、数cm厚程度の鉄板でも中性子は容易に透過することができる。そのため、身の回りの機械部品などがそのまま観察対象となる。中性子トモグラフィの例としてアルミニウム合金製鋳造品⁽¹³⁾と付加製造技術により製作したマルエージング鋼製の部品の結果を図1に示す。アルミニウム合金製鋳造品では内部の空隙が明瞭に観察され、マルエージング鋼製の部品の観察では厚肉部の部分の空隙率(porosity)の違いや微細構造の違いによるコントラストが確認されている⁽¹⁴⁾。CT値の定量性に関しては、白色中性子を用いた場合にはスペクトルの影響を受けるために絶対値での議論は難しいが、定性的

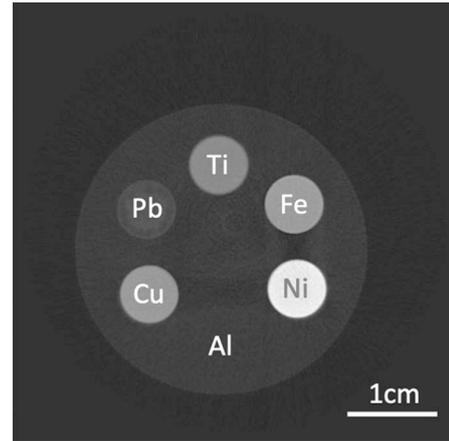


図2 金属製中性子CT用 round robin 試験体を用いた元素毎のCTコントラストの相違。Pbのような重金属についても中性子を用いることでCT再構成が可能である⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。

には断面積の違いを反映したコントラストを得ることができ、図2のように各種金属製ロッドをCT値によって識別することが可能である⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。定量性を厳密に議論する場合には単色中性子を用いて実験することが望ましいが、結晶構造による散乱等の透過率スペクトルには多くの情報が含まれるため十分な注意が必要である。

3. 中性子を用いた物理的情報の3次元可視化

エネルギー分析型中性子イメージングは、中性子透過率のエネルギー依存性を解析することで観察対象内部の物理的性質の空間分布を可視化する。中性子透過率のエネルギー依存性において、低エネルギー領域(おおむね0.1 eV以下の熱・冷中性子領域)には中性子回折による透過中性子の減少を反映した鋸刃のような構造(ブラッグエッジ)が見られ、一方、高エネルギー領域(1 eV~数10 keVの熱外中性子領域)には共鳴吸収反応による鋭い中性子吸収が見られる。そのため、ブラッグエッジのプロファイルをフィッティングすることで、結晶構造、ひずみ、結晶子サイズ、選択配向に関する情報を得ることができる⁽¹⁾⁻⁽³⁾。特に、パルス中性子を利用すると、高いエネルギー分解能で正確な透過率スペクトルを得ることができるため、高い精度での定量解析が可能である⁽¹⁷⁾。この解析を場所ごとに行い、得られたパラメータをマッピングすることで、結晶組織情報の2次元空間分布を画像化することができる。共鳴吸収反応は原子核種に依存するため、吸収が起こるエネルギーと吸収の大きさ(断面積)から核種とその量を同定することができる。そのため、共鳴吸収を利用したイメージングは元素分布の定量解析に利用することができる。さらに、共鳴吸収は多くの場合鋭いピークであり、その線幅は原子核の熱振動によるドップラー効果により変化する。そのため、吸収線幅の解析から特定元素の温度の情報を知ることができ、高温領域に限定されるものの、構成元素を用いた温度分布の可視化にも利用することが可能で

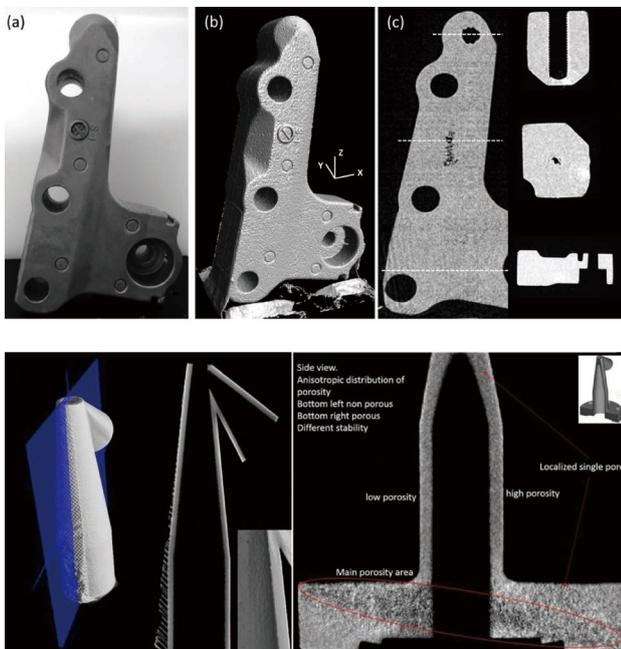


図1 中性子CTの実施例。上：アルミニウム合金製鋳造品⁽¹³⁾。(a)：外観写真，(b)：CT再構成結果の立面像，(c)：断層像。下：付加製造技術により製作されたマルエージング鋼製の部品⁽¹⁴⁾。左：X線CTの結果，右：中性子CTの結果。X線は分解能が高く表面の粗さや先端部の鋭さをよく表現する一方で、中性子では材料内部の空隙率の違いがよく表現されている。(オンラインカラー)

ある⁽⁷⁾⁻⁽¹⁰⁾。これら以外にも、偏極中性子を用いたイメージングでは磁場可視化に応用できるが、磁場中でのスピンの挙動は中性子速度(すなわちエネルギー)に依存するため本質的にエネルギー依存性の解析が必須である⁽⁴⁾⁽⁵⁾。また、中性子の干渉現象を用いた位相イメージングにおいても、干渉条件は頭に中性子エネルギーに依存するため、これも本質的にエネルギーの選択が必要である⁽¹⁸⁾。つまり、中性子透過強度から観察対象に関する物理的な情報を抽出するには、中性子エネルギー依存性を積極的に考慮した解析が必須であり、解析を通じて得た物理量は定量的な取り扱いが可能である。つまり、エネルギー分析型中性子イメージングは物理的な情報を定量化し、その空間分布を可視化する技術といえる。

エネルギー分析型中性子イメージングにより得られた画像を元に3次元的な立体画像を再構成する仕組みはこれまでにいくつもなされているが、今の段階では3次元画像化の実現は限定的である⁽¹⁹⁾⁻⁽²²⁾。これは、通常のCTの再構成では対象とする量がスカラー量であるが、エネルギー分析型イメージングが扱う数値のいくつかはスカラー量では無く、観察方向や配置に依存するために観察対象を単純に回転させながら透過スペクトルを撮像するだけでは再構成に必要な情報が不足する、もしくは原理的に取得できない場合があるからである。次節以降に、エネルギー分析型中性子トモグラフィに関する最近の研究例について紹介する。

(1) 結晶組織情報の3次元可視化

エネルギー分析型中性子イメージングで最も応用研究例が多いのがブラッグエッジイメージングである。中性子回折・散乱に伴う透過率変化のエネルギー依存性を利用するものである。中性子透過率は回折限界の波長の前後で大きく変化するためにスペクトルにはエッジのような構造が現れるが、回

折が起こる指数毎にエッジができるため、透過率スペクトルはギザギザの鋸の刃のような形になる。エッジが現れる中性子波長から結晶相の情報が得られるが、エッジの高さ(透過率の大きさ)から結晶相の体積分率を知ることができるため、トモグラフィと組み合わせることで、結晶相の3次元的な分布やその体積比率を表現することができる^(図3)⁽²³⁾。ただし、配向の強い試料については正確な分布が得られていることが保証されない点は注意しなければならない。

ブラッグエッジイメージングではエッジの位置の微小なずれからひずみを解析することもできる。(ただし、ブラッグエッジの生じる波長は散乱角 $\theta=90^\circ$ (すなわち完全な後方散乱)の条件であるため、観察しているひずみの方向については注意しておく必要がある。)ブラッグエッジイメージングで観測するひずみの方向はビームの入射方向に依存するが、束縛条件を与えることによりひずみのトモグラフィも可能である。豪州ニューキャッスル大学のグループは、J-PARC MLFの長期課題の制度を利用して、複数年のプロジェクトを実施し、ブラッグエッジによるひずみ量分布の評価を3次元に拡張する技術開発を進めた。まず、C字型の形状の鉄鋼試料に荷重を印加した状態で回転させながらブラッグエッジイメージングを実施し、独自に開発したアルゴリズムを用いてひずみ分布の断層像を得た。この結果と有限要素法による数値解析結果、CT再構成により得た断層像から変形量を求めデジタル画像相関法(DIC)から導出した値を比較し、弾性ひずみのトモグラフィが可能であることを示した^(図4)⁽²⁴⁾。その後、弾性ひずみから残留ひずみへと展開するため、1軸方向に塑性変形させたリングと焼きばめ試料を用い、トモグラフィの試験を実施した。得られた結果は豪州の研究用原子炉OPALに設置された工学回折装置KOWARIで求めたひずみ分布と比較され、両者の値はおおむね一致することが確認された^(図5)⁽²⁵⁾。アルゴリズムの詳細はここ

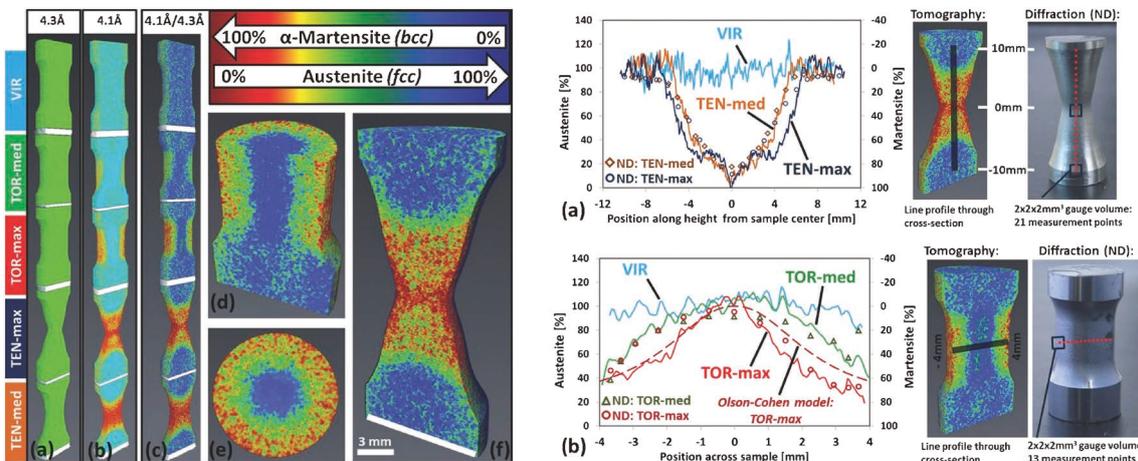


図3 エネルギー選択型中性子トモグラフィにより求めた結晶相の分布⁽²³⁾。左図(a), (b) : オーステナイト相のブラッグエッジ前後の波長でのCT再構成像。左図(c)~(f) : (a)と(b)の比から求めた結晶相の体積分率の分布。右図(a) : 引張試験試料の再構成から得た体積分率。右図(b) : ねじり試験試料の体積分率。試料中心に沿った再構成結果のプロファイル(実線)と回折から求めた結果(マーカー)の比較を行っている。VIRは初期状態、-maxは最大負荷を印加した状態で、-medはその中間の負荷条件での結果。(オンラインカラー)

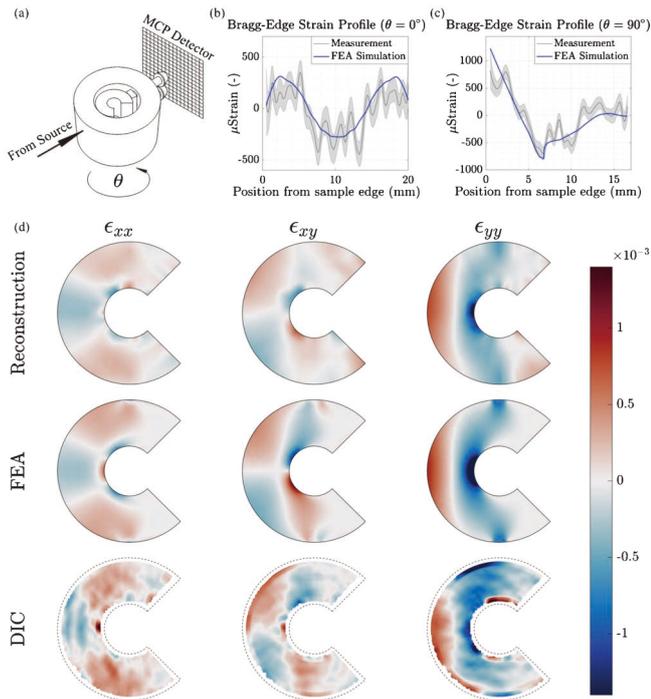


図4 ブラッグエッジスペクトル解析による弾性ひずみのトモグラフィ結果⁽²⁴⁾。(a)：実験模式図，(b)ブラッグエッジ解析から求めたひずみ量の投影プロファイル($q=0^\circ$ および 90°)，(d)トモグラフィ再構成結果と有限要素法による数値解析結果(FEA)，デジタル画像相関法により求めた結果(DIC)の比較。再構成結果はFEA，DICの結果とおおむね一致し，弾性ひずみ分布のトモグラフィによる評価が実証された。(オンラインカラー)

では触れないが，再構成方法の開発は引き続き進められており，最終的には，回転軸方向に等方的な試料だけではなく，より一般化された，3次元的なひずみ分布の再構成がデモンストレーションされている⁽²⁶⁾。ただし，この3次元ひずみ分布の再構成には，2軸での試料の回転が必要であるため非常に長い測定時間を要する。これが任意の試料への展開への大きな障壁の一つとなっている。

一方，多結晶試料の結晶粒の形状と方位の分布を解析する3次元中性子回折(3DND)法の開発が進められている。この技術は放射光を用いた3次元X線回折(3DXRD)⁽²⁷⁾を中性子に展開したものであり，J-PARC MLFの単結晶中性子構造解析装置 SENJU⁽²⁸⁾において，デンマーク工科大メンバーを中心としたグループにより実施されている⁽²⁹⁾。3DXRDとの大きな違いは取り扱うことができる試料の大きさや種類であり，中性子の高い物質透過能力を最大限に活かすことで，ミリメートルからセンチメートル程度の大きさの試料を扱うことができるだけでなく，タングステン等の重元素を観察対象として使用することができる。パルス中性子の飛行時間分析と SENJUの大きな検出器バンクを利用することで非常に広い散乱角範囲をカバーすることができ，多数の回折点を一度に取得できる。粒子形状は，試料の下流に飛行時間分解能を有する高空間分解能の2次元検出器を配置することで試料透過像を取得して判別する。これは，ブラッグエッジ

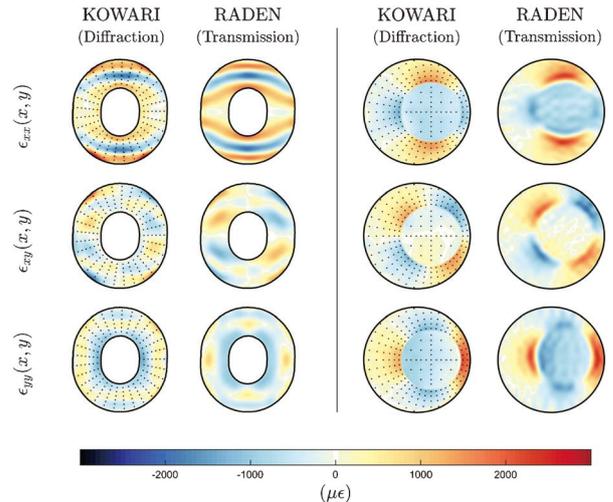


図5 ブラッグエッジスペクトル解析による残留ひずみのトモグラフィ結果⁽²⁵⁾。圧縮により変形したリング試料(左)と冷やしばめ試料(右)についての中性子回折結果(KOWARI)と再構成結果(RADEN)の比較。再構成結果にはアーチファクトが見られるものの，ひずみの分布は良い一致を示している。(オンラインカラー)

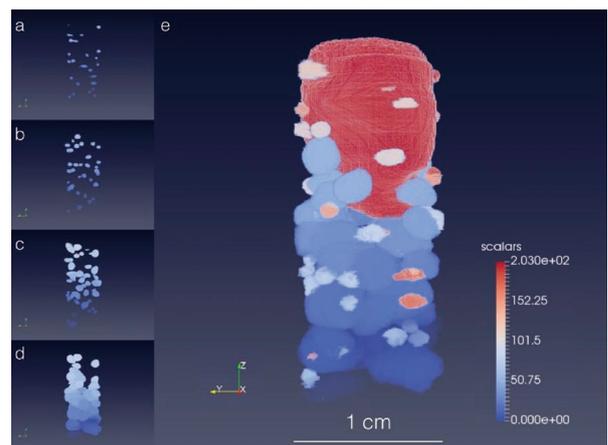


図6 飛行時間分析型3DNDによるFeロッド内の結晶粒分布の可視化結果⁽²⁹⁾。左の(a)~(d)は表示する粒サイズの範囲を変えた図であり，(e)はすべての粒サイズを含む最終的な再構成結果を示す。(e)の上部の赤色で示す領域は，結晶粒サイズが微細で粒子形状が判別できない粉末状の領域である。(オンラインカラー)

と同様に飛行時間に応じて回折による透過中性子強度にも変化が起こるため，結晶粒形状を反映した透過率変化を観察されることを利用している。回折点と結晶粒の対応関係を調べてグルーピングし，各結晶粒の3次元的な位置，形状，方位を決定して，マッピングすることで，最終的な試料内の結晶粒の分布を得る。例として，図6に直径1cmのFe円柱についての再構成結果を示す⁽²⁹⁾。

現在の3DNDではビーム発散度や透過中性子用画像検出器の空間分解能により，再構成可能な結晶粒サイズは200 μm ~数mmとX線に比べて大きい，検出器性能の向上や測定条件の最適化でより小さい結晶粒の再構成が可能になる。また，将来的には外場の印加や変形過程の時間変化のよ

うな *in-situ* 観察への応用だけでなく、磁気散乱を利用した磁気構造分布や磁区のマッピングへの展開が期待されている。

(2) 磁場情報の3次元可視化

先に述べた通り、中性子はスピン磁気モーメントを有するため磁場と直接相互作用することができる。その結果、非一様磁場中においては磁場勾配の大きさと方向に依存した加速度を受けてビーム軌道が変化し、また、中性子スピンは磁場ベクトルを軸として回転運動(Larmor 歳差運動)をする。いずれにおいても中性子の状態の変化は磁場ベクトルと中性子のスピン、運動状態(中性子の速度)に顕に依存するため、中性子スピンの初期状態が既知である時に中性子ビームの軌道変化やスピンの回転を検出することができれば、中性子が通過した経路中の磁場に関する情報を得ることができる。つまり、中性子スピンの状態の変化を位置毎に調べることで磁場の分布を可視化することが原理的に可能である。実際には、スピンの初期状態を規定するためにスピン偏極した中性子(偏極中性子)を入射ビームとして利用し、観察対象を通過後の中性子の偏極度(スピン量子化軸への射影)を解析することでスピン状態の変化を取得するが、磁場は「強さ」と「向き」を持つベクトル量であるため、偏極度もまた3次元に拡張してベクトルとして取扱う必要がある⁽³⁰⁾。そのため、J-PARCのRADENにはパルス中性子のスピンの量子化軸を3次的に制御可能な3次元中性子偏極度解析装置が導入されている⁽³¹⁾。この装置を用いた磁場の3次元可視化技術(3次元偏極度解析中性子トモグラフィ(3DPNT))の開発が進められている。この技術は磁場の強さと向きのそれぞれについての3次元分布を可視化するものであり、3次元偏極度解析を試料を回転させて実施する。つまり、各試料回転角に対する合計18スピン条件で撮像し、その結果を用いて磁場の再構成を行うことになる。

実験結果の例を図7に示す⁽³²⁾。観察対象はアルミニウム

線で作製したソレノイドコイルであり、ここに電流を印加して発生した磁場の3次元分布を再構成した。図から分かるように、ソレノイドコイル内部だけでなくその周辺の磁場も再現されており、空間磁場という境界が存在しない対象においても3次元分布を表現できている。再構成して得られた磁場強度はビオ・サヴァールの法則を用いて計算した結果および磁場プローブを用いて計測した値とよく一致し、定量性においても信頼性があることは特筆すべき特長である。この再構成アルゴリズムは偏極度とスピン回転角との間の線形性が保たれる範囲、言い換えると歳差回転角が $\pi(=180^\circ)$ を超えない磁場強度の範囲(Phase wrapping limit)に限定され、1 mT以下の弱磁場のみ適用可能であった。しかしながら、偏極度の中性子波長依存性を考慮し、順投影計算と逐次近似に基づく再構成法の開発により歳差回転角が π を超える強度の磁場を扱うことが可能となり、再構成可能な磁場強度の範囲の上限が緩和された⁽³³⁾。

磁場の3次元分布を可視化する技術には、磁場プローブを走査させる手法や(放射光や可視光の)偏光特性を用いた方法などが開発されているが、いずれも万能な技術ではなく可視化可能な対象は限定的である。ここで紹介した偏極中性子を用いた手法も未だ開発段階の技術であり、応用例はソレノイドコイル中の空間磁場に限定されている。しかしながら、中性子は物質内部を進入して磁場と直接相互作用することができるため、閉鎖空間中だけでなく磁性体や超伝導体等の物質内部の磁場分布を可視化する可能性を持ち、これまではシミュレーションでしか評価できなかった磁場分布を実験的に評価することが可能になると考えられる。

4. おわりに

中性子を用いた3次元可視化技術はエネルギー選択/分析やスピン偏極などのビーム制御技術と組み合わせることによ

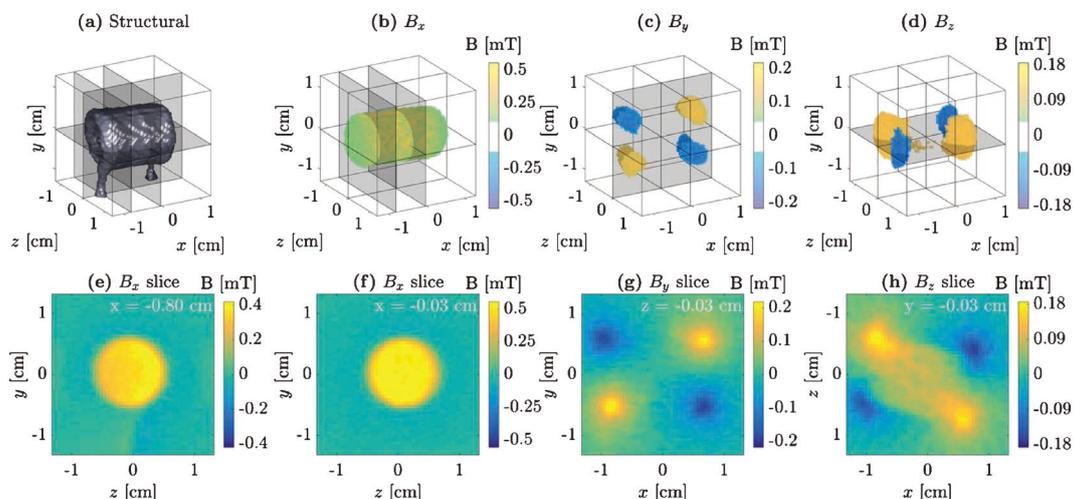
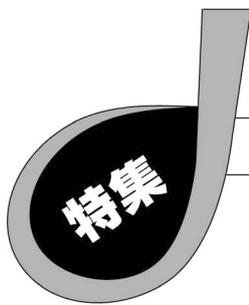


図7 3DPNTによるソレノイドコイル内部の磁場分布の3次元可視化結果⁽³²⁾。再構成により求められた x , y , z の各方向の磁場成分(B_x , B_y , B_z)の分布((a)~(c))と図中の灰色出示した断面の B_x , B_y , B_z 成分の2次元分布((e)~(h))を示す。コイル内部の磁場はほぼ B_x 成分のみで表現されるが、コイルの端部には B_y , B_z 成分が現れることが分かる。また、コイルがわずかに xz 面内で傾いているため、 B_z 成分もコイル内部にも現れている。(オンラインカラー)



TEM/STEM トモグラフィーによる最近の研究

波多 聰^{*1),**} 趙 一方^{***} 井原史朗^{****1)}
斉藤 光^{****2)} 光原昌寿^{*2)} 村山光宏^{****3),*****}

1. はじめに

電子線トモグラフィー(Electron Tomography: ET)は透過電子顕微鏡法(Transmission Electron Microscopy: TEM)や走査透過電子顕微鏡法(Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM)による三次元観察手法の一つである。現在, ETの空間分解能は既に原子分解能に到達しており, ナノ粒子に限定されたものではあるが, 非晶質物質の原子分解能 ET 観察もいよいよ実現可能となってきている⁽¹⁾。一方で, ここ数年, その場観察と ET を融合したその場 ET 観察への取り組みが増加しつつある⁽²⁾。本稿では, その場 ET 観察について最近の研究を中心に紹介する。

2. その場 ET 観察の例

ET が材料系分野で最も成功している応用例はナノ材料である。これは, 透過型の電子顕微鏡画像における投影要件(像の強度が試料厚み, 密度, 濃度など三次元可視化したい対象の単調関数となっていること)や, 非弾性散乱の影響で試料が厚くなると像がぼやけたり投影要件が破綻したりするといった物理的な制約から, 自然と導かれるものと考えられる。それでは, ET がその場観察と融合すると, ナノ材料研究にどのような展開が考えられるだろうか。例えば, ナノ粒

子の加熱や化学反応に伴う形態変化をその場 ET 観察により三次元可視化できれば, ナノ粒子が材料として機能している際の表面や内部のダイナミクスを三次元的に明らかにし, 機能発現との関係を定量的に理解することに繋がると期待できる。この方面で精力的な研究を展開しているグループとして, 原子分解能 ET を先導する米国 Miao ら⁽¹⁾⁽³⁾やベルギー Bals ら⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾, 環境 TEM によるオペランド型その場 TEM ET をリードするフランス Epicier ら⁽⁷⁾⁽⁸⁾(図1)が挙げられる。

一方で, バルク材料を観察対象とした場合に最近応用例が増えているのが結晶中の転位である。もちろん X 線でも転位の三次元可視化は可能であるが⁽⁹⁾, 変形組織など, 転位密度が高い場合の転位線一本一本の可視化においては電子線の方が現時点では有利なようである。そのためか, 筆者らがその場 ET の手法開発に関する研究⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾を紹介した際には, 転位の各種ダイナミクスの三次元可視化に触れてほしいという要望が複数寄せられた。具体的には, 応力下での析出物・粒界と転位の相互作用や, 再結晶に伴う転位下部組織の変化を三次元動画像として可視化することへの期待が大きい。こうした期待が寄せられる背景として, これまで盛んに行われてきた結晶塑性挙動のその場観察や各種理論計算だけでは十分に解明できていない点や, 更なる知見がもたらされる可能性があるためではないかと推察している。

転位の動的挙動のその場 ET 観察としては, ステンレス鋼

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

** 超顕微解析研究センター; 教授

*** 九州大学大学院総合理工学府; 大学院生

**** 九州大学先端物質化学研究所; 1)助教 2)准教授 3)教授

***** バージニア工科大学工学部材料工学科; 教授

Recent Studies on TEM/STEM Tomography; Satoshi Hata^{***}, Yifang Zhao^{***}, Shiro Ihara^{****}, Hikaru Saito^{****}, Masatoshi Mitsuhashi^{*}, Mitsuhiro Murayama^{****,*****}(*Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Fukuoka. **The Ultramicroscopy Research Center, Kyushu University, Fukuoka. ***Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University, Fukuoka. ****Institute for Materials Chemistry and Engineering, Kyushu University, Fukuoka. *****Department of Materials Science and Engineering, Virginia Tech, Blacksburg, VA, USA)

Keywords: three-dimensional (3D), in-situ, electron tomography (ET), transmission electron microscopy (TEM), scanning transmission electron microscopy (STEM)

2021年11月12日受理[doi:10.2320/materia.61.84]

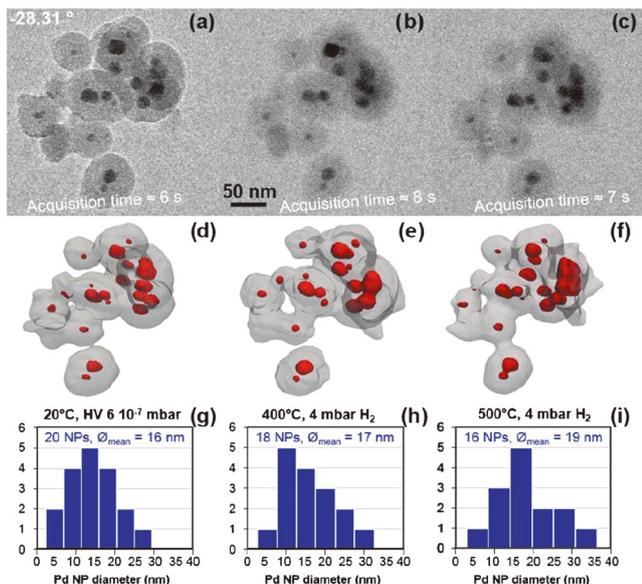


図1 SiO₂に包埋されたPdナノ粒子のその場ET観察⁽⁸⁾. (a)–(c) 20°Cで高真空中下(6×10⁻⁷ mbar), 400°Cで4 mbarの水素雰囲気中35分保持後, および500°Cで4 mbarの水素雰囲気中60分保持後にそれぞれ撮影した連続傾斜TEM明視野像における試料傾斜角度-28°での像のみを表示. (d)–(f) 各連続傾斜像データから再構成した三次元画像. (g)–(i) Pd粒子の形態を球とみなして(d)–(f)の三次元画像から求めたサイズ分布. 水素雰囲気下での熱処理に伴いPdナノ粒子の平均粒径が16 nm→17 nm→19 nmと増大している. (オンラインカラー)

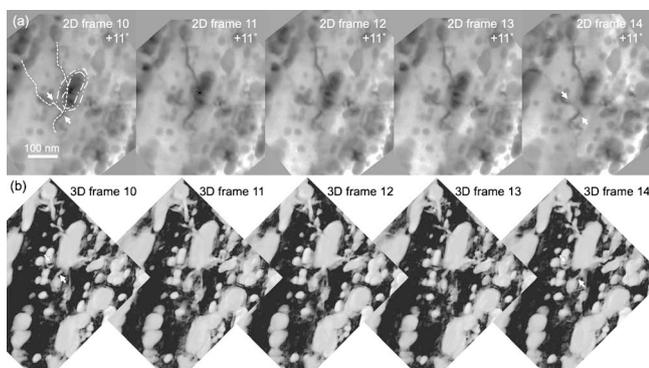


図2 伸線加工後に熱処理を施したパーライト鋼のその場変形ET観察⁽¹²⁾. 直径3 mmのディスク状試料に電解研磨を施した試料を使用. (a) 試料への引張応力負荷と連続傾斜TEM明視野像の撮影を繰り返し, 10~14番目の連続傾斜像データから試料傾斜角度11°のみを表示. 一点鎖線で囲んだ大小重なる見える球状化セメンタイト粒子に, 点線で示した転位がバイパス状に相互作用している様子が見えている. (b) 各連続傾斜像データからの三次元再構成結果. セメンタイト粒子に相互作用している転位領域(矢印)が応力負荷とともに広がっている.

における転位と粒界の相互作用をその場ET観察した米国Kacherら⁽¹³⁾, そこから数年遅れてパーライト鋼における球状化セメンタイト粒子と相互作用する転位の動きをその場ET観察した筆者らによるもの(図2)⁽¹¹⁾⁽¹²⁾が挙げられる. さらに, 転位一本一本の形態と性質の変化の過程にまで踏み

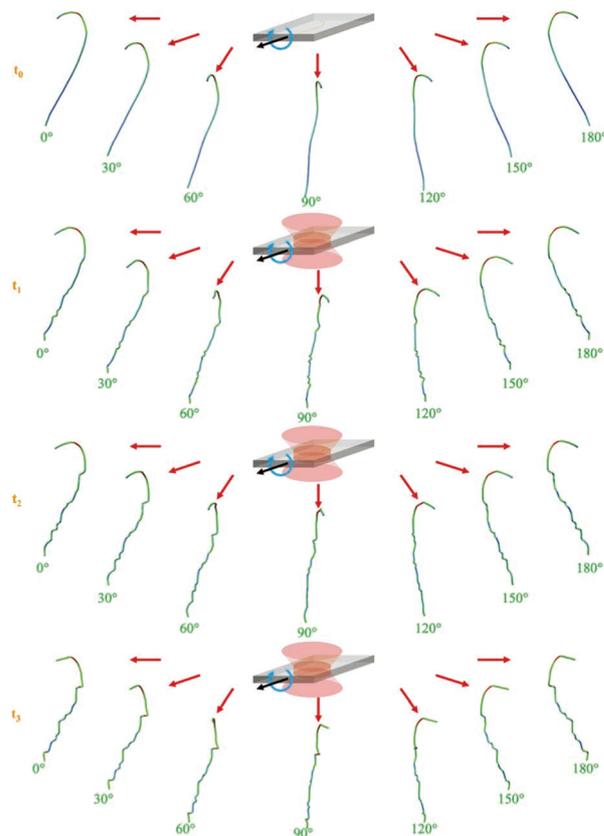


図3 MgOにおける転位の熱処理および電子線照射下でのその場ET観察⁽¹⁴⁾. 電子線加速電圧はいずれも200 kVであり, 図中の角度は観察方向を表す. t₀: 熱処理および電子線照射前の初期状態のSTEMトモグラフィー観察結果. t₁: 650°Cで15分間かけて3.0×10⁷ electron/nm²の電子線照射後. t₂: 650°Cで45分間かけて9.0×10⁷ electron/nm²の電子線照射後. t₃: 650°Cで105分間かけて21.1×10⁷ electron/nm²の電子線照射後. 転位の上昇運動と交差すべりにより転位の形態が直線的な形状から, らせん的な形状へと変化している. (オンラインカラー)

込んで三次元ダイナミクスの可視化と解析を行った報告がなされたのはごく最近である. フランスMussiらによるMgOの加熱および電子線照射に伴うらせん形状転位の発達過程のその場ET観察(図3)⁽¹⁴⁾が初期の成功例として挙げられる.

3. その場ET観察の課題と要素技術の進展

その場ET観察における課題は多いが, なかでも喫緊の課題は時間分解能の向上である. ET観察では試料を±60~75°まで傾斜しながら多数のTEM/STEM像(投影像)を収録する必要があり, それには通常, 数十分から数時間を要する. そのため, もともとETはその場観察から最も遠いところに位置づけられる観察手法であったと言える. その場ETという観察手法が現実味を帯びてきたのは, 連続傾斜像の収録時間を劇的に短縮できるという認識が共有されてきた2010年代の前半頃であり, それには次のような背景があった. まず, その場TEM観察に適用できる高速連続画像収録が可能カメラが商用化されたこと. 続いて, 直接倍率や空

間分解能の制限はあるものの、試料傾斜を途中で止めることなく連続的に傾斜角度を変えながら同一視野の連続撮影が行える程に試料ステージゴニオメーターの機械的動作が安定化してきたことが挙げられる。

現在の電子顕微鏡技術において ET 観察の時間分解能を制限しているのは試料ステージゴニオメーターの機械的動作である。例えば、Thermo Fisher Scientific 社の TEM/STEM (Titan G3 Cubed, 図 4) を例に挙げると、最速で毎秒約 28° の試料傾斜が可能であるが、 -70° から $+70^\circ$ まで連続傾斜するのに約 5 秒かかる⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。これに対して、TEM 用カメラに関しては、例えば電子直接検出型のタイプだと毎秒 1000 フレーム程度の連続撮影が可能である⁽¹⁵⁾。これらのスペックから、例えば 1° 傾斜ごとに 1 フレーム、試料傾斜角度 -70° から $+70^\circ$ まで合計 141 フレームを連続撮影するとしても、仮にゴニオメーターの傾斜速度に制限がなければ撮像総時間は 0.141 秒程度と見積もられ、試料傾斜に要する時間に比べると十分に短い。したがって、その場 TEM ET の最高時間分解能は試料ステージゴニオメーターの傾斜速度で決まり、5 秒程度と言える。実際、図 1 に示すその場 TEM ET 観察での撮像時間は、三次元画像 1 フレームあたり 6~8 秒となっている。つまり、6~8 秒間に試料に変化がないことを仮定して三次元画像 1 フレームを再構成していることになる。最近報告が増えている転位のステレオ観察による三次元可視化の場合⁽¹⁶⁾でも、十分な空間分解能を得るには 10° 程度の視差角、すなわち試料傾斜が必要となる。この場合も試料ステージゴニオメーターの傾斜動作が律速となり、ステレオペア画像 1 組の撮影に最短でも 0.5 秒程度の試料傾斜時間

を要することになる。このように、その場 ET 観察の材料応用を考える場合、時間分解能の把握は重要である。現状では、試料を加熱する過程のその場 ET 観察の多くは、連続傾斜像の撮影は試料温度を室温に戻して行っている⁽²⁾⁻⁽⁵⁾(ただし、図 1 は例外で、試料温度を高温で維持したまま撮影している)。同様に、図 2 の塑性変形その場 ET 観察では連続傾斜像撮影時は試料にかかる応力を一定にしている⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。すなわち、加熱しながら、あるいは応力を変化させながらの

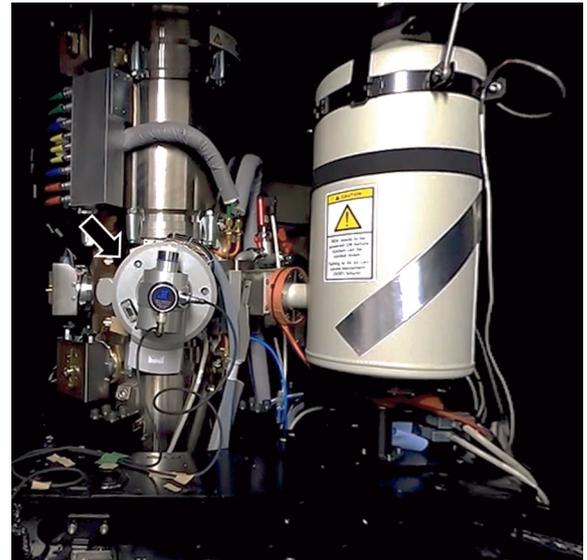


図 4 毎秒 28° の連続試料傾斜が可能な TEM/STEM (Titan G3 Cubed) の試料ステージゴニオメーター(図中矢印)。(オンラインカラー)

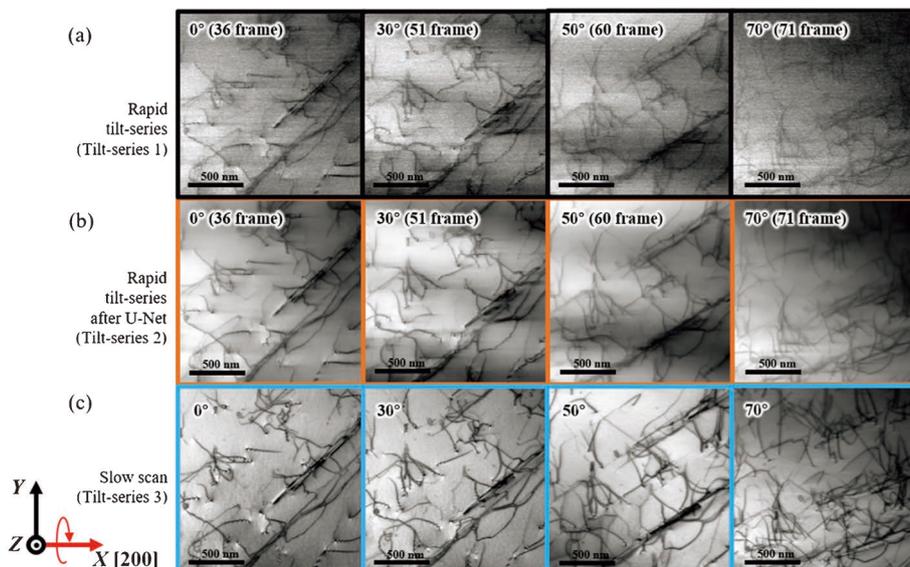


図 5 異なる条件で撮影したオーステナイト鋼の転位の STEM 明視野連続傾斜像の比較⁽¹⁹⁾。撮影時の加速電圧はいずれも 300 kV であり、像中の角度値は試料傾斜角度を表す。(a) 試料を毎秒 28° の速さで連続傾斜しながら、 512×512 ピクセルの STEM 像を撮像速度 70 ミリ秒/フレーム (= 114 ナノ秒/pixel)。画像スキャンに 30 ミリ秒/フレーム、画像保存に 40 ミリ秒/フレームかかり、合計 70 ミリ秒/フレームで連続撮影。連続傾斜像の総収録時間は約 5 秒。水平方向に沿った直線状の擬像コントラストが顕著。(b) (a) と同じスキャン条件で撮影した類似の転位 STEM 画像 8750 枚を、深層学習型アルゴリズム U-Net に学習させ、その結果得られたノイズフィルターを (a) の連続傾斜像に適用したもの。線状の擬像コントラストが取り除かれ、像コントラストが向上している。(c) (a) と同一の視野において、試料傾斜 (2°) と撮像 (撮像速度 1.6 秒/フレーム) を交互に繰り返す通常の収録方法で得た STEM 明視野連続傾斜像。連続傾斜像の総収録時間は約 30 分。(オンラインカラー)

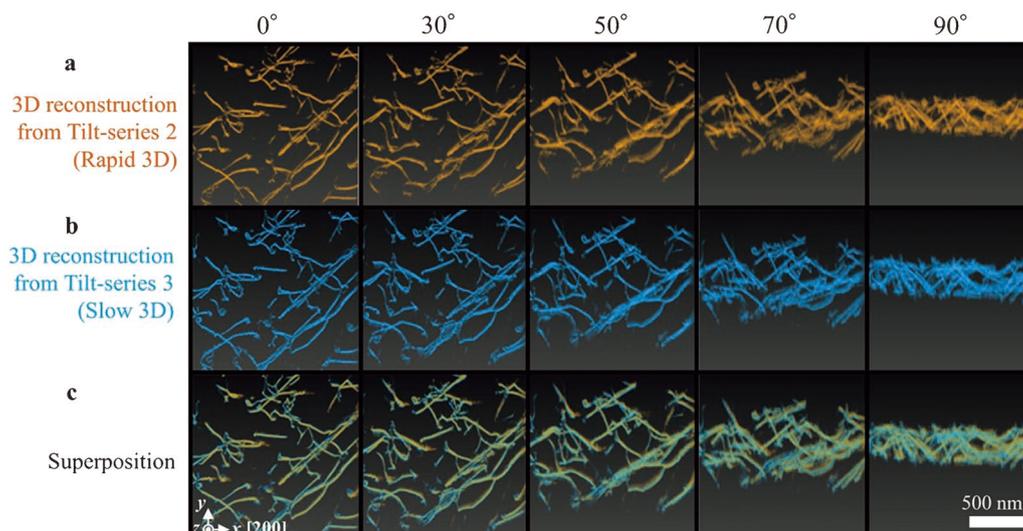


図6 図5に示したSTEM連続傾斜像からの三次元再構成結果の比較⁽¹⁹⁾。(a)図5(b)の高速スキャンSTEM連続傾斜像からの再構成結果。(b)図5(c)の通常条件で収録した低速スキャンSTEM連続傾斜像からの再構成結果。(c)(a)と(b)を重ねて表示したもの。三次元再構成された転位の三次元像コントラストは両者でほぼ一致している。(オンラインカラー)

その場ET観察を行った報告は少なく、今後の課題と言える⁽¹⁷⁾。

当初、電子プローブを二次元走査して画像を取得するSTEMは高速画像収録という点ではTEMに比べて不利と考えられてきたが、その認識を修正するほどの技術革新が最近報告されてきている⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾。東大の石川らは、独自の装置開発によりSTEM撮像速度の高速化を図っている⁽¹⁸⁾。九大の斉藤らは、電子プローブの高速スキャン時に顕著となるSTEM像中のノイズや擬像の成分を、機械学習の技術を活用して効果的に取り除くことに成功するとともに(図5)、TEM ETと同レベルの5秒で、通常観察と同レベルの像コントラストを有するSTEM連続傾斜像を収録可能であることを示している(図6)⁽¹⁹⁾。

TEMだと色収差でぼやけてしまうような厚い試料でもSTEMだとぼやけることなく観察できる⁽¹¹⁾。高角度環状暗視野(High-Angle Annular Dark-Field: HAADF)法を使えば回折コントラストの影響を避けて質量厚みコントラストの連続傾斜像が得られる⁽²⁰⁾⁽²¹⁾など、ETの観察モードとしてSTEMはTEMより優れる点が多く、特に材料系試料においてSTEMモードが使えることはETの適用範囲拡大に直結する。STEM高速撮影技術の進歩により、その場ET研究は確実に加速するものと思われる。

このように、最近の技術革新によってTEMやSTEMのET観察に必要な連続傾斜画像データが5秒程度で得られるようになった。またこれに関連して、STEM連続傾斜像を収録した直後にリアルタイムで三次元再構成画像が出力される技術も開発されてきている⁽⁵⁾。こうした技術革新は、今後のTEM/STEM観察のスタイルにパラダイムシフトをもたらすことにならないだろうか。通常の観察に比べて時間がかかる、作業工程が多くて面倒、といった理由で敬遠されてきたETに対する認識が見直されることを期待したい。

4. おわりに

本稿では、TEM/STEMトモグラフィー(ET)のトピックとして、その場観察とET観察を融合したその場ET観察に関する最近の研究を紹介した。電子プローブを用いるETに限らず、コンピュータ断層撮影法(Computed Tomography: CT)とその場観察の融合、すなわちその場CTは三次元イメージング技術における共通課題と認識される。医療系では既に心臓の動きが三次元動画で可視化されている⁽²²⁾他、その場X線CTの材料応用も進んでいる⁽²³⁾。像コントラスト形成メカニズムの違いなどから、異種プローブ間での直接の技術移転は容易ではないかもしれないが、各種プローブを横断するその場CT技術の進歩や横断的活用を経て、その場ETも着実に進歩するものと予想される。

本稿で紹介した研究において、以下の皆様にご協力いただきました。ここに御礼申し上げます。鯉池卓、仲間陸人(九州大学)、株式会社マックスネット、株式会社システムインフロンティア、株式会社メルビル。また、本稿で紹介した研究は次の研究助成を受けて行われました：文部科学省およびJSPS科学研究費補助金(JP18H05479, JP19H02029, JP20H02426, JP20H02479, JP20K21093), JST-CREST(JPMJCR18J4, JPMJCR1994), JST先端計測分析技術・機器開発プログラム、池谷科学技術振興財団。

文献

- (1) Y. Yang, J. Zhou, F. Zhu, Y. Yuan, D. J. Chang, D. S. Kim, M. Pham, A. Rana, X. Tian, Y. Yao, S. J. Osher, A. K. Schmid, L. Hu, P. Ercius and J. Miao: *Nat.*, **592**(2021), 60–64.

- (2) S. R. Spurgeon, C. Ophus, L. Jones, A. Petford-Long, S. V. Kalinin, M. J. Olszta, R. E. Dunin-Borkowski, N. Salmon, K. Hattar, W.-C. D. Yang, R. Sharma, Y. Du, A. Chiaramonti, H. Zheng, E. C. Buck, L. Kovarik, R. L. Penn, D. Li, X. Zhang, M. Murayama and M. L. Taheri: Nat. Mater., **20**(2021), 274–279.
- (3) J. Zhou, Y. Yang, Y. Yang, D. S. Kim, A. Yuan, X. Tian, C. Ophus, F. Sun, A. K. Schmid, M. Nathanson, H. Heinz, Q. An, H. Zeng, P. Ercius and J. Miao: Nat., **570**(2019), 500–503.
- (4) H. Vanrompay, E. Bladt, W. Albrecht, A. Bäché, M. Zakhosheva, A. Sánchez-Iglesias, L.M. Liz-Marzán and S. Bals: Nanoscale, **10**(2018), 22792–22801.
- (5) A. Skorikov, W. Albrecht, E. Bladt, X. Xie, J. E. S. van der Hoeven, A. van Blaaderen, S. Van Aert and S. Bals: ACS Nano, **13**(2019), 13421–13429.
- (6) H. Vanrompay, J.-W. Buurlage, D. M. Pelt, V. Kumar, X. Zhuo, L. M. Liz-Marzán, S. Bals and K. J. Batenburg: Part. Part. Syst. Char., **37**(2020), 2000073.
- (7) L. Roiban, S. Li, M. Aouine, A. Tuel, D. Farrusseng and T. Epicier: J. Microsc., **269**(2018), 117–126.
- (8) S. Koneti, L. Roiban, F. Dalmas, C. Langlois, A.-S. Gay, A. Cabiac, T. Grenier, H. Banjak, V. Maxim and T. Epicier: Mater. Charact., **151**(2019), 480–495.
- (9) H. Simons, A. C. Jakobsen, S. R. Ahl, C. Detlefs and H. F. Poulsen: MRS Bulletin, **41**(2016), 454–459.
- (10) S. Hata, S. Miyazaki, T. Gondo, K. Kawamoto, N. Horii, K. Sato, H. Furukawa, H. Kudo, H. Miyazaki and M. Murayama: Microsc., **66**(2017), 143–153.
- (11) S. Hata, H. Furukawa, T. Gondo, D. Hiramami, N. Horii, K. Ikeda, K. Kawamoto, K. Kimura, S. Matsumura, M. Mitsuhara, H. Miyazaki, S. Miyazaki, M. Murayama, H. Nakashima, H. Saito, M. Sakamoto and S. Yamasaki: Microsc., **69**(2020), 141–155.
- (12) S. Hata, T. Honda, H. Saito, M. Mitsuhara, T. C. Petersen and M. Murayama: Curr. Opin. Solid State Mater. Sci., **24**(2020), 100850.
- (13) J. Kacher and I. M. Robertson: Acta Mater., **60**(2012), 6657–6672.
- (14) A. Mussi, P. Carrez, K. Gouriet, B. Hue and P. Cordier: Comptes Rendus. Physique, **22**(S3) (2021), 1–15 (doi: 10.5802/crphys.80).
- (15) V. Migunov, H. Ryll, X. Zhuge, M. Simson, L. Strüder, K. J. Batenburg, L. Houben and R. E. Dunin-Borkowski: Sci. Rep., **5**(2015), 14516.
- (16) L.A. Jácome, K. Pöthkow, O. Paetsch and H.-C. Hege: Ultramicrosc., **195**(2018), 157–170.
- (17) W. Albrecht and S. Bals: J. Phys. Chem C, **124**(2020), 27276–27286.
- (18) R. Ishikawa, Y. Jimbo, M. Terao, M. Nishikawa, Y. Ueno, S. Morishita, M. Mukai, N. Shibata and Y. Ikuhara: Microsc., **69**(2020), 240–247.
- (19) Y. Zhao, S. Koike, R. Nakama, S. Ihara, M. Mitsuhara, M. Murayama, S. Hata and H. Saito: Sci. Rep., **11**(2021), 20720
- (20) M. Koguchi, H. Kakibayashi, R. Tsuneta, M. Yamaoka, T. Niino, N. Tanaka, K. Kase and M. Iwaki: J. Electron Microsc., **50**(2001), 235–241.
- (21) M. Wayland, P. A. Midgley and J. M. Thomas: Chem. Commun., **10**(2001), 907–908.
- (22) <https://www.youtube.com/watch?v=-bOFRHgCOV0>
- (23) W. Yashiro, W. Voegeli and H. Kudo: Appl. Sci., **11**(2021), 8868.

★★

波多 聡
 1994年 九州大学大学院総合理工学研究科修士課程修了
 1994年 九州大学大学院総合理工学研究科助手
 2007年 九州大学大学院総合理工学研究院准教授
 2015年 現職
 専門分野：電子顕微鏡，金属ナノ組織，規則-不規則変態
 ©透過型電子顕微鏡による構造材料や超伝導材料の微細構造解析に従事。最近は，電子線トモグラフィーやナノ領域結晶方位マッピングの応用を中心に活動。

★★



波多 聡 趙 一方 井原史朗

斎藤 光 光原昌寿 村山光宏

EDS トモグラフィーによる 三次元元素分布解析

青山 佳 敬*

1. はじめに

便利な日常の生活を支える工業製品の多くは電子制御された電化製品が担っている。これらの製品は持続可能な社会を目指す点からも高速化と省電力化が望まれている。電子デバイスの小型化と省電力化には半導体素子のピッチを小さくすることで達成されてきたが、現在はそれに加え半導体素子を三次元的に配置することにより更に集積化したCPUやメモリーなどの電子デバイスが開発されている⁽¹⁾⁽²⁾。従ってこれらの電子デバイス解析には透過電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)による二次元のTEM像の観察では十分ではなく、三次元の構造解析手法が必要になっている。電子線トモグラフィー(Electron Tomography: ET)はTEMと計算機トモグラフィー(Computerized Tomography: CT)を組み合わせた三次元微細構造解析を行う手法である。この方法では試料ステージを傾斜させながらTEM像もしくはSTEM像を連続的に撮影し、得られた画像の連続傾斜シリーズを逆投影することで三次元構造を再構成することができる⁽³⁾。TEM/STEMトモグラフィーによって得られた三次元再構成像の分解能はサブナノスケールに達しており、半導体の三次元微細構造解析に適用されている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。さらに近年ではETとエネルギー分散型X線分光法(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS)を組み合わせて三次元の元素マップを得るEDSトモグラフィーが試みられている⁽⁶⁾⁻⁽⁹⁾。本報告ではEDSトモグラフィーの詳細とその応用例を示すとともにEDSトモグラフィーが抱える課題について報告するものである。

2. EDS トモグラフィーの概要

EDSトモグラフィーは、TEM内に挿入された試料に対して試料を傾斜しながら元素マップを取得し、得られた二次

元の元素マップの連続傾斜シリーズに対してコンピューターを用いて再構成の計算をすることにより三次元の元素マップを得る手法である⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。EDSトモグラフィーは2000年代には既に報告されていたが、当時はSi(Li)検出器が使われており、検出器の大きさが限られていたため、検出感度が低くかつ信号処理速度も遅いため、EDSマップの連続傾斜シリーズを撮影するために長時間電子線を試料に照射する必要があった。そのため、電子線ダメージやコンタミネーションの影響が深刻で対象となる試料は限られていた。しかし近年、シリコンドリフト検出器(Silicon Drift Detector: SDD)が開発され信号処理速度が大幅に向上し、大面積の検出器も作製可能になったこと、またTEM内に複数のEDS検出器を導入することが可能になったことにより、Si(Li)検出器が使われていた時代に比べ現在は検出立体角が13~16倍ほどになり、高速にEDSマップが取得できるようになった⁽¹²⁾⁽¹³⁾。これにより金属や半導体材料などについてEDSトモグラフィーによる三次元元素マップを取得することが盛んに行われるようになってきた。しかしながら電子線照射に弱い生体試料やソフトマテリアルは依然としてEDSトモグラフィーによる解析を適用することは難しい状況にある。

3. EDS トモグラフィーの取得方法

EDSトモグラフィーによる三次元元素マップを得るまでには三つの工程を経なければならない。最初の工程は二次元の元素マップの連続傾斜シリーズを得ることである。高傾斜試料ホルダーに固定された試料をTEM内に搬送し、試料ステージを傾斜させながらEDSマップを取得する。このとき傾斜角度(θ)の範囲は ± 60 度~ ± 80 度に制限される。本来なら ± 90 度が望ましいのだが、薄膜に加工された通常のTEM試料の場合、高角(θ)に試料ステージを傾斜すると試料厚みは $1/\cos(\theta)$ 倍に厚くなり、TEM/STEM像もEDSマップも取得ができない。この取得できない角度範囲は高角側に存

* 日本電子株式会社 EM 事業ユニット EM アプリケーショングループ；副主査(〒196-0021 東京都昭島市武蔵野 3-1-2)
The Three Dimensional Elemental Analysis by Using EDS Tomography; Yoshitaka Aoyama*(JEOL Ltd., Tokyo)
Keywords: *electron tomography, EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy)*
2021年10月12日受理[doi:10.2320/materia.61.89]

在し楔型になるのでミッシングウェッジと呼ばれており、三次元再構成像に虚像を発生させる原因となる。電子線トモグラフィーでは、ミッシングウェッジを可能な限り小さくするために、高傾斜できる視野を選択することが重要である⁽¹⁴⁾。二次元の元素マップの連続傾斜シリーズの撮影は、トモグラフィー用自動取得ソフトウェアとEDSアナライザーソフトウェアを連携させることにより自動化されている。

図1は塗膜試料にEDSトモグラフィーを適用して自動で取得したEDSマップの連続傾斜シリーズの抜粋である。実際には傾斜角度範囲 ± 60 度、角度ステップ4度で取得しており、31枚のEDSマップの傾斜シリーズが元素種ごとに生成されたデータセットになっている。

二番目の工程は連続傾斜シリーズに対して位置合わせと三次元再構成の計算を行うことである。連続傾斜シリーズの取得時に三次元再構成したい対象物が常に画像の中心に来るようにレンズの偏向コイルを使って自動で位置合わせしてくれるが、この位置合わせ精度は高い分解能の三次元再構成像を得るためには十分でない。取得した連続傾斜シリーズに対して更に高精度の位置合わせを計算で行った後に三次元再構成の計算にかけることが一般的に行われている。EDSトモグラフィーの場合は、図1のようにSTEM像と元素種ごとの連続傾斜シリーズが複数出力されるので、バッチ処理によってすべての元素種の連続傾斜シリーズに対し、位置合わせを同一の条件で行い、一括で三次元再構成される。

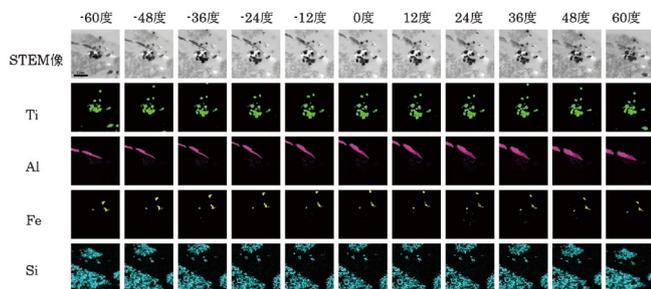


図1 傾斜角度範囲は ± 60 度、角度ステップは4度で撮影した塗膜試料のEDSマップの連続傾斜シリーズを12度ごとに抜粋した。スケールバーの長さは1 μm に対応している。(オンラインカラー)

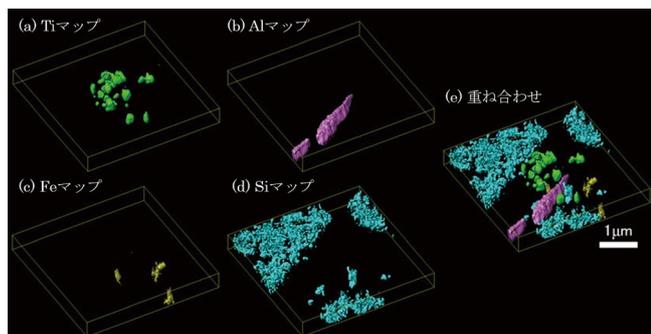


図2 塗膜試料の三次元元素マップ。(a) Tiマップ、(b) Alマップ、(c) Feマップ、(d) Siマップ、(e) 重ね合わせ(Ti, Al, Fe, Si)。(オンラインカラー)

三番目の工程は、再構成された元素種ごとの三次元データを三次元可視化ソフトウェアで重ね合わせて表示することである。図2(a)-(d)は塗膜試料の三次元元素マップであり、それぞれチタン・アルミニウム・鉄・シリカの分布を示している。それぞれの三次元元素マップのボリュームデータを重ね合わせて表示することで元素の分布が明瞭に理解できるようになる(図2(e))。

4. EDS トモグラフィーの適用例：半導体試料

三次元構造を持つ代表的なトライゲートの半導体 FinFET にEDSトモグラフィーを適用したアプリケーションを紹介する。FinFETはフィン状のシリコンチャンネルの上方と両側面の三面をゲートで囲った構造になっており、より細いチャンネルを実現できる構造であり、実用化されている多くの半導体素子に適用されている。

試料の加工は、まずウェハをダイヤモンドカッターで小片に加工し、機械研磨で薄片化した後、アルゴンイオンスパッタ装置を用いて薄膜に加工しTEM試料とした⁽¹⁵⁾。EDSマップの連続傾斜シリーズの取得は数時間かかるので電子線照射による試料表面のコンタミネーションの付着を防止するために、事前にグロー放電により試料表面をクリーニングしている。また位置合わせ用のマーカーとして金コロイドナノ粒子を試料上に散布している。用いた装置は冷陰極電界放出型電子銃と球面収差補正装置、二つの大面積SDD(158 mm^2)を装備した加速電圧300kVのTEM(JEM-ARM300F, JEOL Ltd.)である。SDDの立体角はそれぞれ1.106 sr, 1.108 srであり十分に早く取得できるシステムが構築されている⁽¹³⁾。試料ホルダーはEDSトモグラフィー用に開発した高傾斜分析ホルダーを用いており、 ± 70 度以上の高傾斜が可能でありながら先端が細く薄く設計されており試料から発生したX線を効率よく検出可能な構造をしている。FinFETを断面方向から観察したHAADF像が図3(a)である。HAADF像中の白色の粒子は連続傾斜シリーズの位置合わせ用に散布した5nm ϕ の金コロイドナノ粒子である。

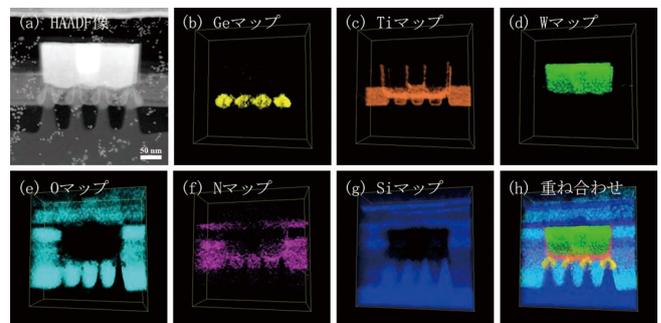


図3 FinFET試料のHAADF像(a)とその三次元元素マップ(b)-(h)。(b) Geマップ、(c) Tiマップ、(d) Wマップ、(e) Oマップ、(f) Nマップ、(g) Siマップ、(h) 三次元元素マップの重ね合わせ(Ge, Ti, W, O, N, Si)。(オンラインカラー)

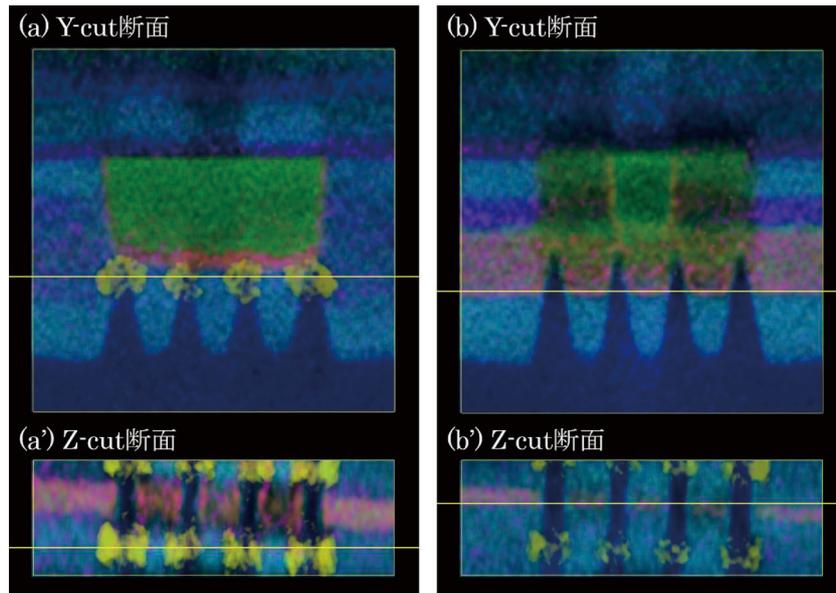


図4 FinFET 試料の三次元元素マップ. Si 基板の面に対して垂直な Z 方向から観察した再構成断面を (a') および (b') とする. (a') および (b') 中の黄色の直線で切り取った断面を観察した三次元元素マップをそれぞれ (a), (b) とする. (オンラインカラー)

この視野において傾斜角度範囲 ± 64 度、角度ステップ4度、計33枚のEDSマップの連続傾斜シリーズを取得した. 総取得時間は120分掛かった. 得られたEDSマップの連続傾斜シリーズを三次元再構成した三次元元素マップが図3(b)-(h)である. 絶縁膜であるNは軽元素のためSN比が低い, GeやTi, Wのマップは高いSN比を示しており, 構造を明確に捉えることができている. 図4には図3(h)で示したFinFETの三次元元素マップをいくつかの方向から切り出した断面を示す. 図4(a)はチャンネルに垂直なY-cut断面で, カットした位置は図4(a')のZ-cut断面の黄線で示してあるようにSi/Ge ストレッサーのある場所である. Si/Ge ストレッサーとはチャンネルを格子定数の大きなSi/Ge 混晶で挟んで, シリコンのチャンネルを圧縮し歪ませることでチャンネルのキャリア(この場合PMOSなのでホール)の移動度を向上させる構造である(移動度が向上するとスイッチング速度と消費電力が軽減されるので, 現在では殆どの半導体素子でこの構造が適用されている). 青色で示されたシリコンのフィン状のチャンネルを黄色で示されたSi/Ge ストレッサーが挟んで覆っている様子が捉えられている. 図4(b)はチャンネルのほぼ中央の断面である. チャンネルとゲート電極とその間の窒化膜, 酸化膜の元素分布が確認される.

5. EDS トモグラフィーの課題

EDS トモグラフィーは三次元の元素分布像を得る手法として非常に有効な手法であるが, 二つの大きな問題を抱えている. それを模式的に表したのが図5である. 球形の試料に対して電子線を走査した場合, EDS 検出器に近い側で発生

するX線は遮る物体がないため, そのままEDS 検出器に到達するが, EDS 検出器から遠い側に電子線を照射したときに発生するX線は試料自身の中を透過するため, 試料自身によって吸収されてしまう(図5(a)). これにより, 試料に含まれる元素の濃度と試料厚みが同じでも, EDS 検出器から遠い領域からのX線カウントは近い側より低下することになり, 逆投影の理論からはずれてしまうので, 三次元再構成像に虚像を形成する原因となる⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾. もう一つのEDS トモグラフィーをする上で注意しなければならないことは, 試料ホルダーや試料グリッドによる遮蔽の効果である(図5(b)). ゴニオステージを傾斜させながらEDSマップを取得していくので, 特定の傾斜角度のときにEDS 検出器が試料ホルダーや試料グリッドの陰になってしまい, 発生した特性X線が遮蔽されることになる. この遮蔽の効果も三次元再

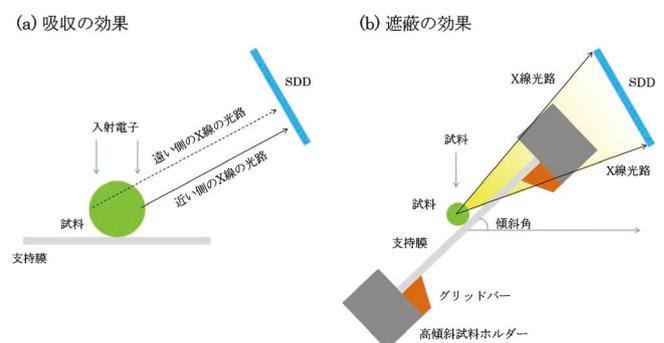


図5 EDS トモグラフィーにおける虚像を作り出す原因を示す模式図. (a) 入射電子線によって発生した特性X線はSDDに到達する前に試料自身に吸収されてしまう. (b) X軸傾斜時に試料とSDDの間に試料ホルダーが入り, 特性X線を遮ってしまう. (オンラインカラー)

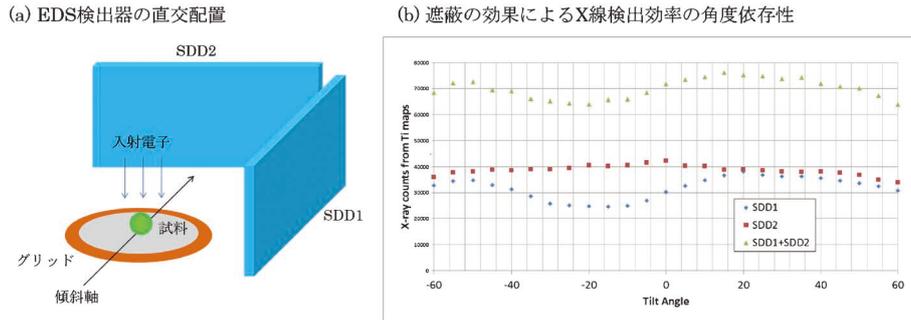


図6 (a) 直交配置型 EDS システムの模式図. 傾斜軸の右側に SDD1, 傾斜軸上に SDD2 がそれぞれ直交して配置されている. (b) 直交配置型 EDS システムでチタン粒子の元素マップを取得したときの X 線検出効率の角度依存性. SDD1 は -20 度付近で X 線量が大きく落ち込んでいるのに対し, SDD2 はどの角度でも比較的均一な X 線量になっており, 遮蔽の効果の影響が少ない. (オンラインカラー)

構成像に虚像を形成する原因となるが, 撮影方法や試料の形状を最適化することで大幅に低減することが可能である. EDS 検出器が試料ホルダーの右側と軸上に配置された直交配置型 EDS システム(図 6(a))の TEM を用いて酸化チタンの粒子の X 線カウントを傾斜角度を変えて測定した結果が図 6(b)である. 試料ホルダーの右側に配置した EDS 検出器(SDD1)は -20 度付近に傾斜したときに図 2(b)のように試料ホルダーが陰になり, X 線カウントが低下している. 一方, 傾斜軸上に配置した EDS 検出器(SDD2)は ± 60 度の範囲ではほぼ一定の X 線カウントを示している. つまり直交配置型 EDS システムの場合は傾斜軸上に配置された EDS 検出器(SDD2)のみを用いることによって遮蔽の効果を低減できる(図 7(a)). また EDS 検出器が試料ホルダーに対して左右両側に配置された対向配置型 EDS システム(図 7(b))の場合は, プラス側(右側)に傾斜したときは右側の EDS 検出器(SDD1)のみを, マイナス側(左側)に傾斜したときは左側の EDS 検出器(SDD2)のみを使用することにより遮蔽の効果を

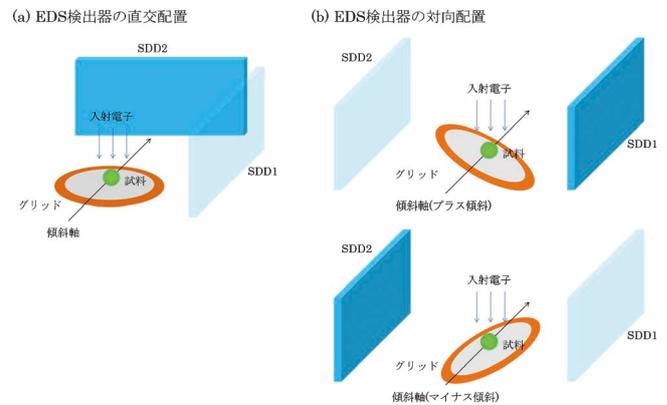


図7 EDS 検出器が直交して配置されている場合, 傾斜軸上に配置された SDD2 のみを使用することで遮蔽の効果が除去できる (a). 一方, 対向に配置されている場合は, 右に傾けたときは右の SDD1 を, 左に傾けたときは左の SDD2 を使用することで遮蔽の効果を除去できる (b). (オンラインカラー)

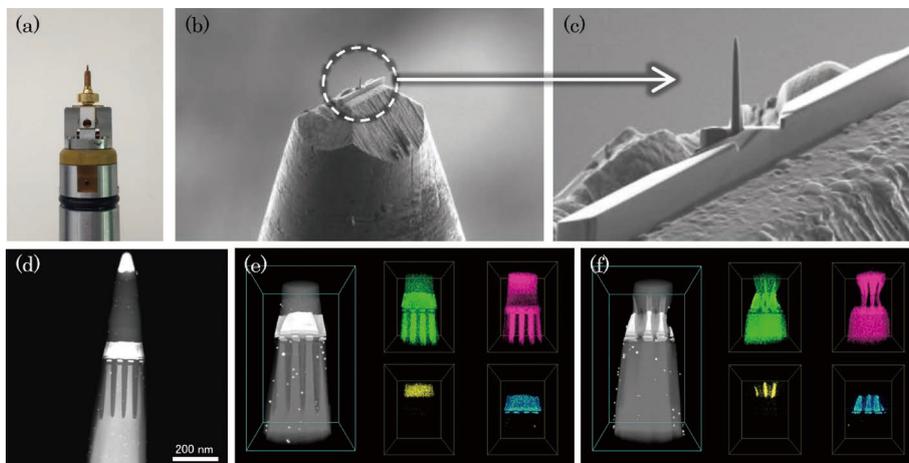


図8 棒状に加工された半導体試料の EDS トモグラフィーの適用例. アトムプローブホルダー (a) の先端に試料ブロックを設置し, FIB で棒状に加工することで棒状試料を作製する (b), (c). 棒状に加工された NAND フラッシュメモリーの HADF 像 (d) で示された領域に対して EDS トモグラフィーを適用し三次元元素マップを取得した. 三次元元素マップ (e) は電子線入射方向である Z 方向, (f) は Y 方向からそれぞれ観察している. ミッシングウェッジのない三次元元素マップが得られている. (オンラインカラー)

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⁽¹⁾。多くの書籍で解析手法が掲載されている⁽²⁾⁽³⁾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の方向 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ため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

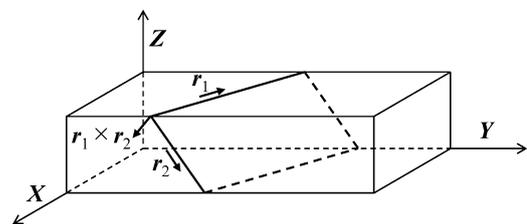


図1 二面トレース解析法の原理。

* 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 Δz 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

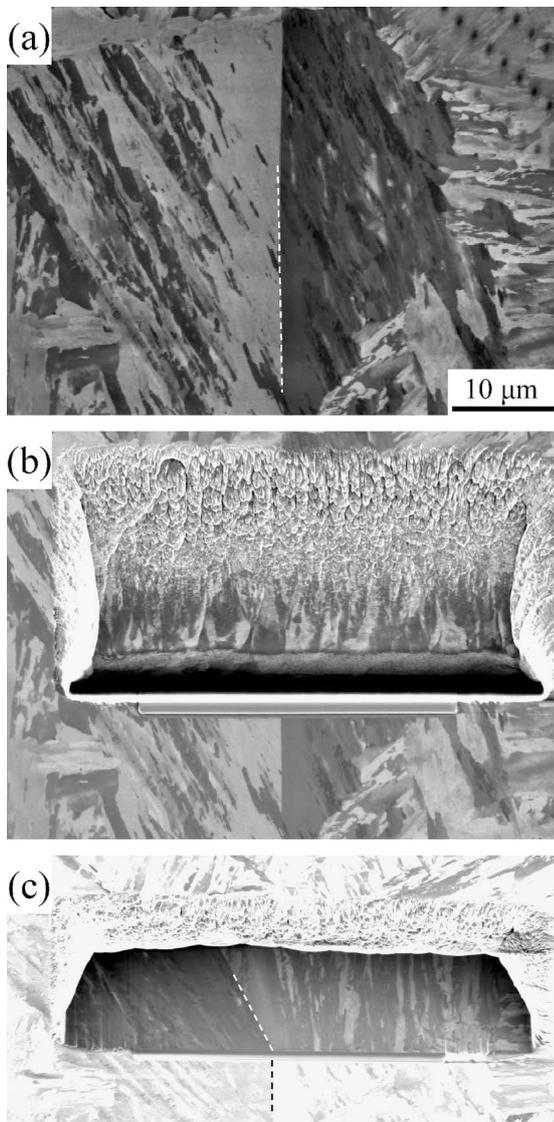


図 2 FIB を用いた二面解析の例：(a) 加工前試料の SIM 像、(b) FIB 加工後の SIM 像と (c) 傾斜後の SIM 像。使用した試料は Fe-0.5C-2Mn 合金焼入れ材。

で点 O からトレース線までの X 方向への距離 Δx と Y 方向への距離 Δy 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⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾、微小領域では FIB⁽⁷⁾ 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⁽⁸⁾⁽⁹⁾、マイクロラウエ写真などの X 線回折⁽¹⁰⁾、最近では EBSD 測定⁽¹¹⁾ 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

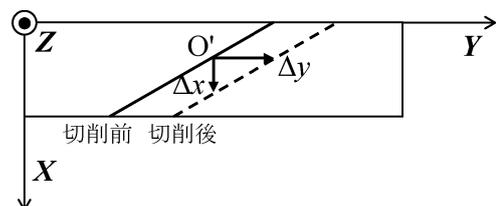


図 3 切削型界面解析法の原理。

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⁽¹²⁾⁽¹³⁾。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⁽¹⁴⁾。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 μm と399 μm 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⁽¹⁵⁾。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⁽¹⁶⁾。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。

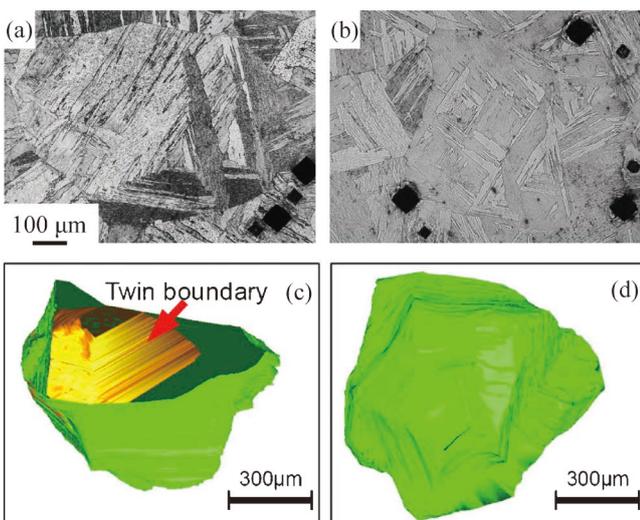


図4 光学顕微鏡像を用いた三次元組織観察例：観察開始位置から(a)194と(b)399 μm 切削した面での光学顕微鏡写真、(c)と(d)は旧オーステナイト粒界(緑色、印刷版では灰色)と焼鈍双晶界面(黄色、印刷版では薄い灰色)の三次元組織でそれぞれ視点が変わっている。(オンラインカラー)

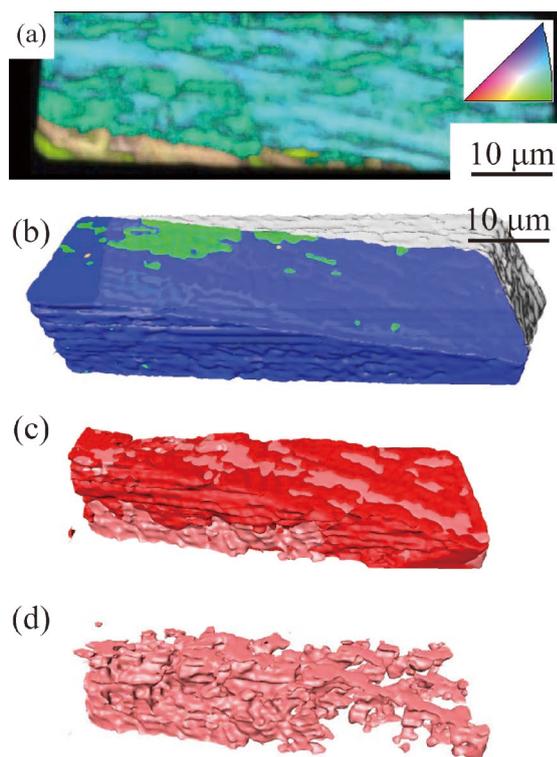


図5 EBSD測定により組織解析を行い三次元像を構築した例：(a)切断面における結晶方位図と(b)パケット，(c)ブロックおよび(d)サブブロックの三次元像．(a)は紙面法線の結晶方位をステレオ三角の色(印刷版ではグレースケール)で表現している．(b)はパケットごとに色を分けて表現している．(c)と(d)では結晶方位がほぼ同じサブブロック集団が2種類あり，それら色分けしている．印刷版では組織をグレースケールで表現している．(オンラインカラー)

図6の三次元像はIMOD⁽¹⁷⁾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⁽¹⁸⁾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

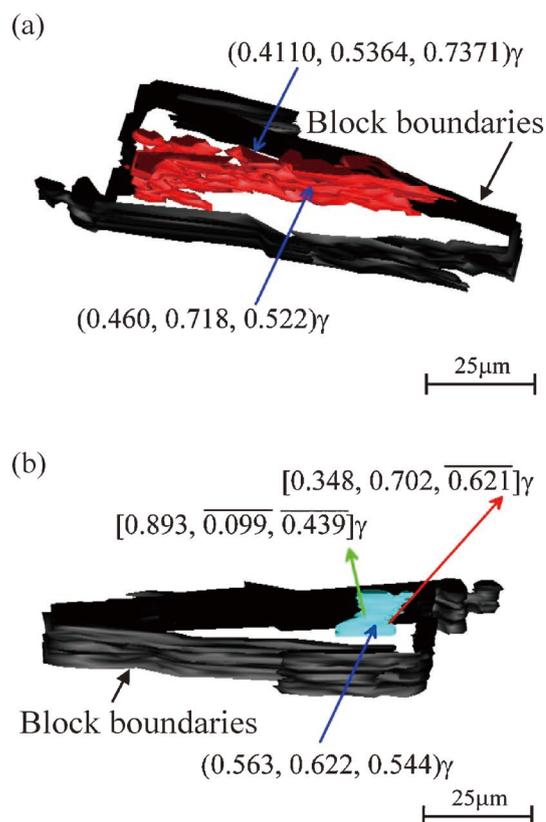


図6 ブロック境界に内包されるサブブロックの解析：内包されるサブブロックの中で(a)赤および(b)水色で示される(印刷版では共に灰色)サブブロックを抽出し界面法線と長手方向を解析している．(オンラインカラー)

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場合が多い．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ふ手もある．

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⁽¹⁹⁾。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

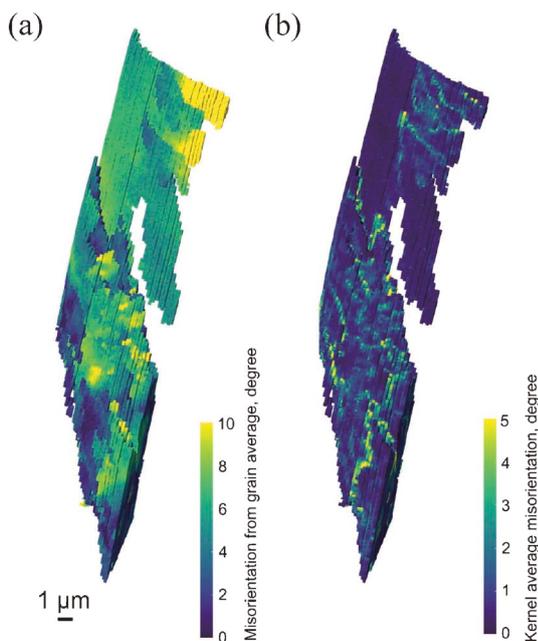


図7 極低炭素鋼マルテンサイト結晶粒の(a)粒内平均方位からの方位差、および(b)kernel average misorientation. 粒内の微小な回転が三次元的にどのように分布しているかを表す。(印刷版ではこれらの角度をグレースケールで表現している)(オンラインカラー)

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が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、解析する際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⁽²⁰⁾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⁽²¹⁾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⁽²²⁾。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する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軸に, 金属材料の組織評価と組織制御に従事。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



森戸茂一



林 泰輔



1. 組織観察

1-4 光学顕微鏡, SEM 観察のための試料の調整

高田尚記*



1-4-1 はじめに

金属組織学という学問分野があるように金属系材料にとっては組織に関する知見を得ることが極めて重要です。その組織観察の際に不可欠な技術が、試料の形状調整と表面研磨技術です。どんな顕微鏡の達人でも、表面状態の劣悪な試料では意味のある組織観察はできません。本項では、光学顕微鏡や SEM を用いた組織観察時に必要となる試料形状の調整や研磨方法についての初歩を概説します。

1-4-2 試料形状の調整

1-4-2-1 試料ステージ駆動と対物レンズとの関係

組織観察が必要となる試料の大きさは、溶解・凝固させたようなインゴット状の大きなものから、僅かに合成できた微粒子状まで様々でしょう。ある程度の大きさを有する試料の場合には、観察に用いる顕微鏡のステージ範囲内となるように最終的な試料形状を決めてから以下に述べる切断加工を行います(図1参照)。特に、試料の高さ、試料表面の凸凹に配慮が必要です。例えば、光学顕微鏡の場合には、ステージ Z 軸の最大移動距離から作動距離(Working distance: WD)を差し引いた長さが、試料表面にピントを合わせられる最大高さとなります。WD は用いる対物レンズに依存しますので注意してください。SEM の場合には、取り扱い説明書などに試料高さの制限値が明記されていますので、確認しておきましょう。試料表面の凸凹については、平面であることが最適ですが、試料全面を平面状に加工できない場合もあります。光学顕微鏡では、対物レンズレボルバーの回転時に、横方向から直接視認できない SEM の場合には試料移動時に、接触の危険性が高くなります。いずれの場合にも、ステージの動きや対物レンズとの位置関係を事前に確認しておくことが必要です。ステージを最上位位置から下限位置まで移動させたり、XY 方向の最大値まで移動させたりしてみま

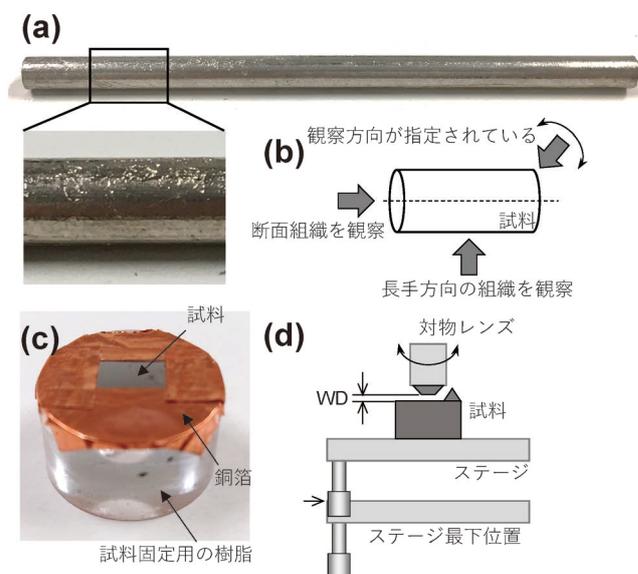


図1 試料のどの箇所を観察するのかを認識してから切断加工を行うことが必要です。

(a)は棒状の試料、(b)はその加工方向を模式的に示しています。例えば、(b)に示すように、長手方向に沿った組織変化を見るのであれば、その方向が表面に現れるように切断、研磨を行っていきます。特定の方向から組織を観察しないと、目的とする解析ができない場合もあります。この場合にはその方向が表面に現れるように傾けて切断し、研磨加工を行います。断面組織の場合、試料の内部ではなく、表面のごく近傍を観察したいときには、切断後、試料を樹脂に包埋してから研磨加工を行って表面近傍の組織を出していきます。樹脂包埋することで、研磨ダレも防げます。(c)は樹脂包埋した試料の一例です。SEM 観察を行う場合には、(c)に示すように導電性の高い Cu 箔で周囲を覆うと便利です。

試料の高さや、表面の凸凹は、例えば(d)に示す光学顕微鏡の場合、ステージを最も下げた位置から対物レンズ下端までの距離から、用いている対物レンズの WD の値を、差し引いた距離が試料の最大高さとなります。対物レンズを切り替えるレボルバー回転時に、レンズと試料表面が接触しないかも確認が必要です。

試料加工においては、最終的な形状を念頭において、部材から加工していくことが重要です。

* 名古屋大学大学院工学研究科 物質プロセス工学専攻; 准教授

Keywords: optical microscope, scanning electron microscope, microstructure, sample preparation, polishing

(光学顕微鏡, 走査電子顕微鏡, 組織, 試料調整, 研磨)

2021年11月12日受理[doi:10.2320/materia.61.101]

しょう。SEM の場合には、これ以外にも、回転、傾斜機構もあります。特に傾斜については注意が必要です。ステージを動かすときには、ぜひ、くしゃくしゃにした小さなアルミホイルを置いて試してみてください。試料表面とステージ調整の関係や、レボルバーを回転させたときなどの状況がよく理解できますし、万が一の場合にも、対物レンズに対するダメージは高くありません。

1-4-2-2 試料の大まかな形状調整⁽¹⁾⁽²⁾

観察対象となる組織を考慮し、試料のどの箇所を観察すべきなのかについて十分検討してから、形状調整を始めましょう。インゴットであれば部材の表面近傍は避けるべきでしょうし、単結晶であれば切り出し方位を考慮しなくてはなりません。目的とする観察箇所が最終的に試料表面位置となるように、後述する研磨加工も含めて、形状の調整を行います。金属系材料の場合には、切断加工によって歪や変質層が現れます。このことを念頭において試料の加工法を選択します。

大型の部材から切り出すときには、バンドソー、ジグソー、金ノコなどが使えます。鉄鋼系の材料や硬度・強度に優れた合金の場合には、鉄鋼系の切断刃(工具材料)は適しません。アルミナなどの砥粒が含まれている回転刃を用いた切断機を用います。加工対象が薄板状の場合で、かつ、アルミニウム合金などのように切断しやすい場合には、カッター、強力ニッパー、糸ノコなどで手軽に切断することも可能です。1 mm 程度のアルミニウム合金の薄板であれば、カッターで十分切断可能です。ただし、これらのラフな切断方法を用いると、切断面近傍の加工変質層だけではなく、切断時に部材を曲げてしまったり、応力をかけてしまうことで生じる転位組織の変化や歪、相変態なども誘起されますので、留意ください。以下は、ラフな加工を経て 20 mm 程度にまで調整された試料の加工について説明します。この程度の大きさであれば、小型の切断機が適しています(図 2 参照)。この切断機は、回転刃を用いて、ステージ移動による強制で、もしくは、重力(調整用の重りも含めて)で、試料を切断刃に対して移動させて切り込んでいきます。回転刃(一般にブレードと呼ばれます)には、ブレード全体が刃として機能するもの、座金部分の外周部に砥粒が結着されているもの、また、切断に使用する砥粒が、ダイヤモンド、アルミナ、SiC、BN、など様々な種類が用意されています。研磨剤などを取り扱っているメーカーのカタログなどを確認すると、ブレードがどの材料に適しているかなど明記されていますので、ぜひ参考にしてください(Web で多数検索できます)。金属材料の場合には、ブレードが目詰まりしやすいため、ブレードのフラッシング(砥石のようなもの)を定期的に行います。ブレードの切断具合が劣化してきたからと言って、すぐにブレードを交換する必要はありません。小型棒状のフラッシング部材が用意されていますので、定期的にこの部材を切断することでブレードの切れ具合を良好に保つことができます。試料の固定は、ネジで絞めこんで固定する場合や、例えば、厚めのスライドガラスに専用樹脂を用いて試料を固定し、そのガラス

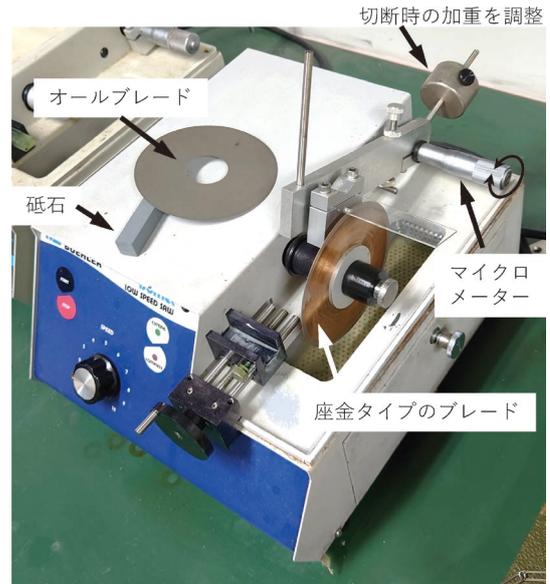


図 2 小型精密切断機の一例(ブレードとの位置関係を見えやすくするために、スライドガラスを取りつけている)。一度、スライドガラスを取りつけて少し切り込んでみると、切断位置を確認することができます。図中矢印で示した試料位置調整のためのマイクロメーターを動かす場合には、必ず、一定方向にのみ回転させていくようにして、試料を移動させます。

ごと切断する方法があります。切断する幅が決められている場合には、一度、試料端を切断して初期のブレード位置を決めてから、ブレード厚さ+指定の厚さ、だけ試料を移動させていきます。この時に、試料の位置駆動のためのマイクロメーターやハンドルは必ず一定方向へ動かす習慣をつけておきましょう。試料の移動中に回転方向を変える(反転させる)と、誤差が非常に大きくなります。切断できる試料厚さは、0.5 mm 程度が限界と考えてください。加工歪などを考慮すると、もっと厚めに切断して、その後は、後述する研磨加工で調整していくことを強く薦めます。

1-4-2-3 その他の切断方法

前項で紹介した方法は、ごく一般的に使用されている切断加工方法でした。これ以外にも、より高度な切断方法が知られています。

- **ワイヤーソー**：加工変質層を低減できる方法として用いられます。回転する糸に砥粒を垂らして、その砥粒で切断していく方法です。細い領域を研磨しながら切断していくというイメージでしょうか。切断には時間を要しますが、例えば、上述したブレード回転型とは比較にならない程度まで、加工変質層を低減できます。ワイヤー切断機では、切断に使用する研磨砥粒の種類が加工変質層の程度に影響します。切断対象と用いる砥粒についてはメーカーで参考資料が用意されていますので、参照ください。

- **放電加工**：名称の通り、放電させながら切断していく設備です。ごく狭い範囲を放電させて溶解していきます。溶解させますので、切断面近傍には、溶解・急冷されたときの変質層が形成されます(回転刃での切削よりも変質層は大きく増加します)。ここまで述べた切断法での加工変質層への配慮

だけではなく、切断時の熱の影響もより広い範囲に及ぶ可能性があるので注意が必要です。類似の手法として、YAGや炭酸ガスレーザーなどを用いて、局所的に溶解させながら切断していく方法もあります。

- ・オシレーション切断：回転刃に対して試料が移動する切断機の場合には、切り込み量を小さくして、何度も試料を往復させて切り込み深さを増加させていくオシレーション切断法が利用できます。この方法を用いると、一回で切断させる場合と比較して、切断面の加工変質層を薄くすることが可能となる場合があります。

1-4-3 研磨

1-4-3-1 機械研磨⁽²⁾

光学顕微鏡を用いた金属組織観察用の試料表面は、一般に粗研磨、精研磨、仕上げ研磨(一般にバフ研磨ということが多い)の工程を経て研磨されます。粗研磨や精研磨は、固定した研磨紙を用いて乾式もしくは水で濡らした湿式にて手で研磨するのが一般的です。研磨紙(エメリー紙と称されることが一般的です)は、紙の上にアルミナ系(または炭化ケイ素)の砥粒をバインダーに混ぜて塗り、固めた研磨紙のことを指します(砥粒は固定されているので固定砥粒となります)。研磨砥粒の大きさに従って分類されており、研磨紙の番号 n は、砥粒の粒子径が $25.4/n$ mm を意味しています。研磨紙番号が大きいほど砥粒が細かくなります。したがって、小さい番号のエメリー紙を用いて粗研磨を行い、徐々に大きい番号のエメリー紙に変えて精研磨していくことになります。その後、回転する研磨盤(バフと呼ばれる研磨布を敷いている場合が多い)の上に、金属試料を手で保持し、研磨剤を滴下(補充)しながら仕上げ研磨を行います。この研磨剤は含まれている粒子の大きさと分類され、数 μm のものから徐々に微細な粒子のものに変えていきます。粒子の材質はアルミナ、ダイヤモンド、酸化ケイ素粒子(コロイダルシリカと呼ばれる水溶性懸濁液)など種々用意されています。研磨剤の適切な濃度や滴下量は材質だけでなく、研磨盤上のバフ布(布の柔らかさ、毛の長さ)によっても変化するため、その最適化には試行錯誤する必要があります。

試料を手で保持して研磨する場合、試料が研磨盤の回転に引っ張られて、持っていけない程度の力で保持しながら、研磨盤の中心から外周までの幅を有効に使って研磨するとよいと思います。試料の保持に過度の力を入れると、研磨面に傾きを生じ、平坦性が失われることによって研磨面が丸みを帯びること(しばしば「ダレる」と表現されます)がありますので、注意してください。順に砥粒の粒径を細かくしていく作業のことを、番手を変えていく、と表現したりします。精研磨時に、この番手を変えるときには、必ず、光学顕微鏡を用いて、研磨傷を確認していきましょう。一つ手前の研磨傷が残っている状態で、次の番手に移っても研磨時間が長くなるだけです。例えば、番手を変えるごとに試料を直角に持ち替えるようにすると、番手ごとの研磨傷の残りを確認しやすくなります。試料表面に観察される機械研磨で導入された傷

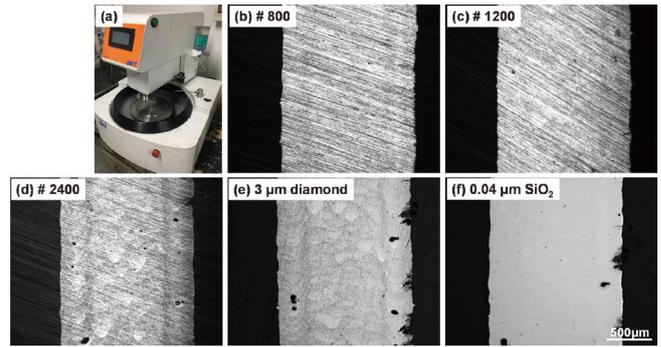


図3 アルミニウム合金の研磨面と研磨工程の一例。(a)自動回転研磨装置の外観、(b)800番エメリー紙、(c)1200番エメリー紙、(d)2400番エメリー紙、(e)粒子径 $3\mu\text{m}$ のダイヤモンド粒子を含む研磨剤、(f)粒子径 $0.04\mu\text{m}$ の二酸化ケイ素粒子を含む研磨剤

研磨に用いる砥粒が細かくなるにつれて、線状の研磨傷がなくなっていくことが分かります。(f)のような研磨面状態を鏡面と呼びます。鏡面状態の表面は非常に平滑度が高いため、内部の組織は、このままでは観察できません。組織を現出させるための腐食(エッチング)が必要となります。

が全く見えなくなれば、研磨は終了です。図3に、研磨を行う人の技術の差が出ない自動回転研磨装置(図3(a))を用いたアルミニウム合金の試料表面の機械研磨に伴う研磨面状態の変化(光学顕微鏡像)を示します。エメリー紙の番号を800番から2400番に増やしていくと、研磨による試料表面の傷が徐々に細かくなり、金属組織に由来するコントラストが見えるようになってきます(図3(b)-(d))。更に微細な粒子の研磨剤を用いた仕上げ研磨後、機械研磨による傷が見えなくなる(しばしば「鏡面になる」と表現されます)のがわかります(図3(e), (f))。この「鏡面」状態では、光学顕微鏡を用いた組織形態の観察は困難です。そのため、機械研磨を施した試料表面に腐食(エッチング)処理を行い、試料表面に金属組織に由来する凹凸を付けた表面を観察します。腐食(エッチング)処理の条件は材料によって様々ですので、先行研究や他の専門書⁽³⁾⁻⁽⁵⁾を参考に自分の試料に適した条件を模索する必要があります。

1-4-3-2 電解研磨

アルミニウムのような軟らかい金属では、上述したように切断加工や機械研磨によって試料表面に加工変質層が発生しやすいことが知られています。加工変質層は組織観察に影響するばかりではなく、例えば、試料表面近傍の結晶方位情報を取得する電子線後方散乱回折(EBSD)法を実施する場合などの表面に敏感な計測を行うときにも、しばしば問題となります。加工変質層の除去法の一つとして、試料表面の電解研磨が効果的です。この加工変質層の除去は、試料表面における局所的な力学特性を評価するナノインデンテーション試験⁽⁶⁾やマイクロ機械試験⁽⁷⁾⁽⁸⁾に供する場合も必須となるでしょう。

電解研磨を試料に施す前処理として、機械研磨による試料表面の「鏡面」仕上げは必ずしも必要ありません。最適化された条件での電解研磨は、試料表面を平坦にします。電解研磨装置の外観を図4(a)に示しますが、電流計と電圧計が付

1-4-3-3 イオン研磨

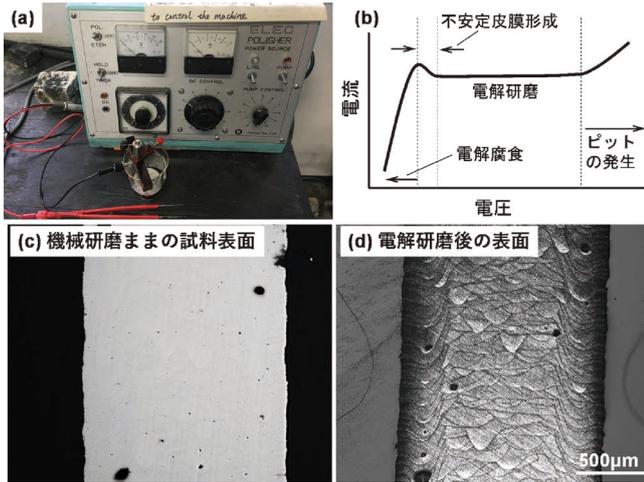


図4 (a)汎用の電解研磨装置の外観、(b)電解研磨時の電圧と電流の関係の模式図、(c)粒子径0.04 mmの二酸化ケイ素粒子を含む研磨剤で仕上げたアルミニウムの表面と(d)それに過塩素酸を用いた電解研磨を施した試料表面の光学顕微鏡組織写真

条件にも依存しますが、電解研磨時に慎重に電圧を高くしていくと、(b)に示すように電流が一定となる条件が現れます。一般的な電解研磨はこの条件の範囲内で行います。

いた直流電源装置とワイヤーにつながる陰極板、試料(試料表面は陽極となる)をつかむピンセットから成る単純な装置構成です。電解槽(多くの場合ビーカー)内に電解研磨溶液(材料によって研磨液は異なります)を入れ、陰極板と試料を溶液に浸し、通電します。その際、電圧を徐々に上昇させ、電流の変化を見ることが重要になります。最初は電圧を上げると、それに伴って電流値も上がります。この電流値が、試料表面から金属が溶けている量に依存する値です。更に電圧を上昇させていくと、電流が電圧の増加にかかわらず一定になる値が見つかります。この状態が良好な電解研磨の電流・電圧条件と一般に理解されています。図4(b)に、電解研磨時の電圧と電流の関係の模式図⁵⁾を示します。実際、著者も未知の材料の電解研磨の条件を探るとき、この電流一定の条件を見出すようにしています。一般の電解研磨は試料表面を平坦にしますが、いくつかの相から成る組織(複相組織)である場合、溶解速度の差を利用して試料表面に組織形態に由来する凹凸をつけることも可能です(図4(c), (d))。そのため、組織形態を反映した明瞭なコントラストを得ることが可能となり、美しい光学顕微鏡像を撮影することができます。図4(c), (d)で示した光学顕微鏡像は、金属3Dプリンタ技術のひとつであるレーザー粉末床溶融結合法で積層造形したAl-Si合金の組織形態⁹⁾¹⁰⁾を示しています。レーザー照射による局所溶融・急冷凝固した溶融池(Melt pool)の形状が明瞭に観察されています。この溶融池境界近傍の比較的粗大なSi相が母相との凸凹を生み出し、コントラストを生み出しています。なお、電解研磨を施すと試料表面に機械研磨による研磨傷が現れてくることもあります(図4(d))(この理由は機械研磨時に生成した加工変質層に由来する金属の溶解速度の局所的な違いと思っていますが、正確な理由はわかりません)。電解研磨条件の最適化は慎重に決める必要があります。

硬い相と軟らかい相が混在する複相組織で構成される材料や全く異なる機械的特性を有する材料を組み合わせた複合材料などにおいて、均一に研磨された試料表面を作製するには、熟練の研磨技術が必要でした。近年、イオン研磨(イオンミリングと呼ばれます)技術は飛躍的な進歩を遂げ、複合材料や難加工材料においても、ほとんど物理的損傷等を伴うことなく試料表面を均一に研磨仕上げることが可能になっています。特に、金属材料の表面に硬質もしくは軟質材料がコーティングされているような試料の断面を観察する場合に有効です。コーティング材と母材の研磨特性が異なるため、機械研磨による平滑な試料表面の作製は機械研磨では実現できません。しかし、このイオン研磨技術の進歩はその問題を解決し、例えば著者の溶融アルミニウムめっき¹¹⁾や亜鉛めっき¹²⁾鋼板の研究に不可欠な研磨技術となっています。

市販のイオン研磨装置であるクロスセクションポリッシャ¹³⁾(日本電子株式会社、図5(a)参照)を例に挙げて、イオン研磨によるSEM観察用試料の作製方法を述べていきます。高真空下のチャンバー内にてアルゴンイオンビームを照射し、試料と同時に遮蔽板(シールドプレート)と呼ばれる試料を押しさえる板の断面を加工する装置です。加速電圧が可変なアルゴンイオンビームを用いて、試料断面表層部を比較的精密に加工することができ、平滑かつ加工変質層が極めて少ない試料表面を得ることができます。溶融アルミニウムめっき鋼板の断面観察を行うために、イオン研磨を施した試料のSEM

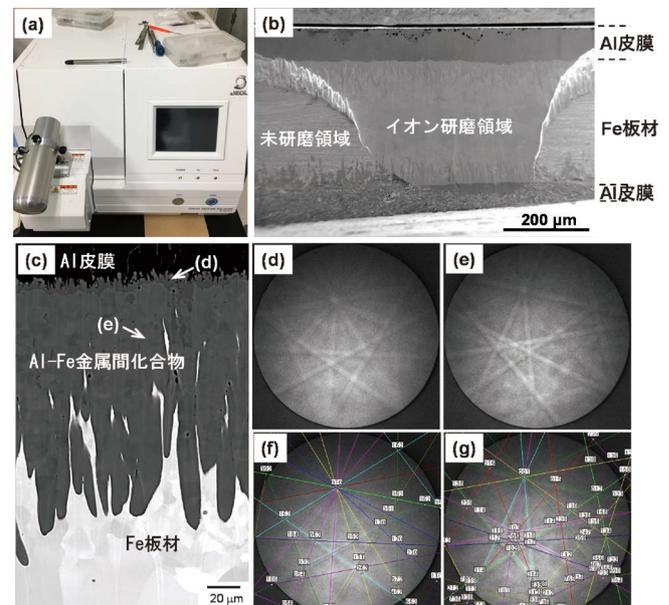


図5 (a)汎用SEMでの観察用試料調整に有用なイオン研磨装置の外観、イオン研磨によって加工された試料表面の、(b)低倍率、(c)高倍率のSEM像、および、(d)-(g)イオン研磨表面から取得したEBSDパターンと指数解析結果((d), (f)は(c)中に示した(d)の箇所、(e), (g)は(e)の箇所から取得)。(c)に示すように研磨が非常に困難なAlめっき皮膜と金属間化合物との界面近傍においても、(d)に示すような明瞭なEBSDパターンが得られている。

二次電子像を、図 5(b)に示します。イオン研磨された試料表面には、イオンビーム照射(図中上方向から)による加工跡が観察されます。イオン研磨中には、紙面垂直方向を軸として試料が約30°左右に回転している(スイングしている)ため、試料表面には、V字状の研磨領域(図 5(b))が現れます。この試料は、アルミニウムと鉄という異なる性質の材料を組み合わせているだけでなく、その界面には脆性的な金属間化合物相も存在するのですが(図 5(c))、イオン研磨表面は平滑に研磨されていることがわかります(図 5(b))。また加工変質層が極めて少ない表面であるため、SEM 反射電子像には組織に対応する明瞭なコントラストが観察されるばかりでなく(図 5(c))、EBSD パターンの取得も可能です(図 5(d), (g))。SEM 観察と EBSD 解析を組み合わせて使用する研究者にとっては、理想的な試料表面が調整可能です。一見とても便利に見えるイオン研磨においても、加速電圧や遮蔽板と試料の相対位置の調整など様々な条件を調整し、最適化するための試行錯誤は必要であることも申し添えておきます。

SEM 観察用の試料作製にとっても有用なイオン研磨ですが、気を付けなければならない点もあります。例えば、多くの気孔が内部に存在するような材料(例えば、ポーラス材料)の試料表面では、穴の内部表面の影響を受けて不均一に研磨されます。図 6 に多数の気泡を内包するアルミニウムのイオン研磨後の試料表面を示します。低倍率の観察では一見平滑な表面に見えますが(図 6(a))、イオンビーム照射方向の上側から穴に沿って尾を引くような研磨跡が観察されます(図 6(b))。この研磨跡は試料表面の凹凸に対応し、組織観察には不向きな試料表面となります。したがって、イオン研磨を行う場合、試料内部の構造(空隙の有無)に注意を払う必要があります。

より高度なイオンを用いる加工法として、Ga イオンを用いた FIB(Focused Ion Beam)加工法も有用です(Ga イオンだけではなく Os イオンを用いる機種もあります)。この FIB 加工法は、イオンビームをより細く絞られるため、~10 nm 程度の加工分解能を実現できます(機種に依存します)。ただし、上述したイオン研磨装置と比較して、加工領域が小さいこと(数 100 μm 程度以下)や、高度な加工技術が必要となります。光学顕微鏡や SEM 観察のための試料調整には、

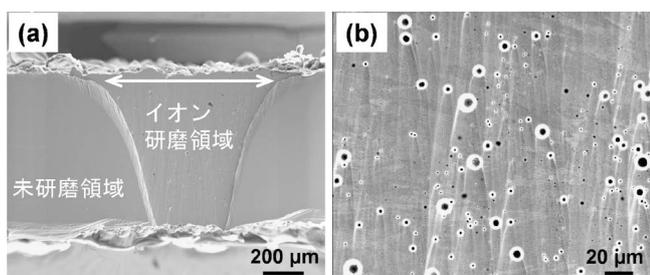


図 6 多くの気孔を内包するアルミニウムのイオン研磨後の試料表面。

(a)低倍 SEM 像、(b)高倍 SEM 像。(a)の矢印の範囲はイオン研磨された箇所。(b)に認められるように、気孔の箇所から下方向に線状の研磨ムラが確認されます。

イオン研磨装置が適しているでしょう。FIB 加工については、「TEM 観察のための試料調整」を参照ください。

1-4-4 おわりに

金属材料を対象に光学顕微鏡および SEM を用いた組織観察に必要な切断加工と研磨方法の原理と技術の初歩を説明してきました(TEM 観察のための試料調整については 1-7 を参照ください)。今回ご紹介した研磨技術は、ほんの一握りの情報だと思います。今では簡単にインターネットを使って情報を手に入れることができますので、さらに知りたいことがあれば積極的に調べてみましょう。ですが、今も昔も切断加工・研磨技術は試行錯誤によって確立されたものがほとんどです。ですので、本当に良い組織観察用の試料を作製するためには、自身で材料を触って、切って、磨いてみる必要があります。金属の研磨を通して、リアルな金属を体感してくださいね。ぜひチャレンジしてみてください。

文 献

- (1) 山本剛久, 仁平正三: セラミックス, **33**(1998), 56-60.
- (2) 工具については、例えば、澤 武一: トコトンやさしい切削工具の本, 日刊工業新聞社(類似の書籍は、Web で多数検索できます)。
- (3) Günter Petzow: 金属エッチング技術, 松村源太郎訳, アグネ (1977).
- (4) Günter Petzow: 金属・セラミックス・プラスチック 組織学とエッチングマニュアル, 内田裕久, 内田晴久訳, 日刊工業新聞社(1997).
- (5) 金属組織の現出と試料作製の基本, 材料技術教育研究会編, 大河出版(2008).
- (6) A. C. Fischer-Cripps: Nanoindentation, Springer (2010).
- (7) J. R. Greer and J. T. M. De Hosson: Prog. Mater. Sci., **56** (2011), 654-724.
- (8) 竹安崇一郎, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋 眞: 軽金属, **68** (2018), 250-256.
- (9) 高田尚記, 小平寛久, 関沢圭人, 鈴木飛鳥, 小橋 眞: 軽金属, **67**(2017), 582-588.
- (10) 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋 眞: 鑄造工学, **91**(2019), 612-617.
- (11) N. Takata, M. Nishimoto, S. Kobayashi and M. Takeyama: Intermetallics, **67**(2015), 1-11.
- (12) 高田尚記, 早野邦尚, 鈴木飛鳥, 小橋 眞: 鉄と鋼, **105** (2019), 701-708.
- (13) IB-19530CP クロスセクションポリッシャ™ 断面試料作製装置, JEOL 日本電子㈱ <https://www.jeol.co.jp/products/detail/IB-19530CP.html>



高田尚記

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
2006年3月 九州大学 大学院 総合理工学府 博士後期課程修了
2006年4月 大阪大学 大学院 工学研究科 特任研究員
2007年10月 東京工業大学 大学院 理工学研究科 助教
2015年9月- 現職
専門分野: 材料組織学, 材料強度学
◎鑄造: 鍛造, 積層造形, 溶融めっき等の異なる材料創製プロセスが生み出す組織形成の理解とそれに基づく材料・プロセス設計に関する研究に従事。また、マイクロ機械試験やその場観察を活用した金属の塑性変形に関する研究もやっている。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

リマニュファクチャリングのための 浸炭部品の損傷評価手法

金澤智尚^{1*} 吉本光宏³⁾ ヴィニャス・ダン²⁾ ベルトラン・ダニーロ²⁾
田原佑規¹⁾ 畑 典仁³⁾ 菅原道雄⁴⁾ 早川正夫^{**}

1. 評価手法開発の背景

環境に配慮した循環型社会への貢献は、産業界においても喫緊の課題として多種多様な取り組みが行われている。

その様な中で、リユースに分類されるリマニュファクチャリング(再生)は、サブパーツの再利用によって省資源効果に優れると同時に、他の資源循環手段と比較しても高い経済性を有することから、経済と環境の両立を可能とする手段として、世界的な注目を集めている⁽¹⁾。

近年において再生産業は、航空機、自動車部品、建設・鉱山機械の順に市場が拡大傾向にある。中でも、建設・鉱山機械の分野では、車体が長時間稼働となることから、定期メンテナンスが重要となり休車時間やコスト低減が顧客の関心事となっている。その上で、現地調達容易で新品よりも安価な再生品は、部品交換で済むことから短時間の休車となるために需要が高い。しかしながら、再生品の中でも原動機や減速機などに多用される浸炭部品の歯車やベアリングは、目視判定や寸法測定のみでの再利用判定に留まり、外観で無損傷の状態でも、リスクの回避を優先し、再利用化が進んでいない。

そのため、日立建機㈱と物質・材料研究機構(NIMS)は、要素試験と市場回収済みの歯車から採取した試験片に対し、機械的・組織的な変化を破壊・非破壊の両面から捉えることで、浸炭部品の定量的な損傷評価手法を開発した。

2. 評価手法開発のコンセプト

先行文献では、要素試験後の機械的性質や組織変化を評価するものであり、負荷履歴が不明である稼働機械から回収した部品の損傷評価に直接適用することは困難である。例えば、要素試験片に対しては、X線回折法(XRD法)が先行しており、XRD法と渦流探傷測定との非破壊検査を主として、疲労損傷が増加するにしたがい、残留オーステナイト相(γR)が減少した例や、電圧との相関性を示した事例がある。また、負荷回数と残留応力(σ_x)の相関関係から余寿命の予測式を提案されている。他には、X線回折ピークの半価幅が減少する傾向を見出されている⁽²⁾⁻⁽⁵⁾。

そこで本評価手法では、図1の通り、ローラピッチング試験片および稼働中の機体より回収した歯車を破壊・非破壊手法にて相対比較しながら、評価を行った。試験条件は表1の通りであり、表層・断面組織の観察をマイクロスコープと走査型電子顕微鏡(SEM)にて行い、非破壊検査手法として、XRD($\cos\alpha$ 法)を用いた。本手法では、損傷プロセスを機械的性質・組織的变化と関連付けることによって、市場回収された浸炭部品の再利用判定に科学的根拠を示すものである。

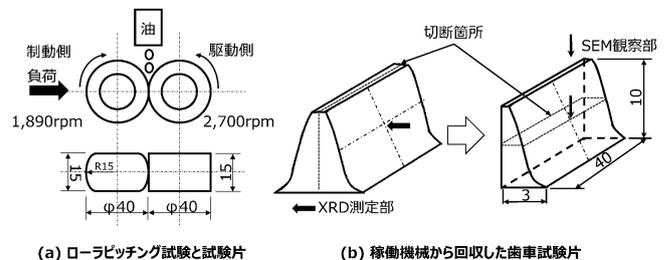


図1 ローラピッチング試験と各試験片形状。

表1 ローラピッチング試験条件。

| No. | 負荷, P / kN | 面圧, SP / GPa | すべり率, $Sr (\%)$ | 試験オイル | 流量, $Fr / (\text{ml}/\text{min})$ | 温度, $T / ^\circ\text{C}$ |
|-----|------------------------|-----------------------|-----------------|-------|--------------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 1 | 2.0 | 30 | GL490 | 300-450 | 80±5 |
| 2 | 6 | 3.7 | | | | |

* 日立建機株式会社；1)主任，技師，2)一般，3)部長代理，4)事業部長

** 国立研究開発法人物質・材料研究機構；グループリーダー
Damage Evaluation of Carburizing Gear for Remanufacturing; Tomohisa Kanazawa*, Mitsuhiro Yoshimoto*, Dan Vinas*, Danilo Beltran*, Yuuki Tahara*, Norihito Hata*, Michio Sugawara* and Masao Hayakawa**(*Hitachi Construction Machinery Co. Ltd. **National Institute for Materials Science)

2021年10月28日受理[doi:10.2320/materia.61.106]

3. 損傷評価手法の提言

(1) 表層・断面組織の評価

ローラピッチング試験前後の表層状態を図2に示す。試験前(a)と同様に面圧2.0 GPa (6.4×10^4 サイクル, 1.3×10^6 サイクル)の(b)と(c)には、明瞭なクラックは認められなかった。面圧3.7 GPa (2.6×10^5 サイクル)の(d)では、摺動面に明瞭なクラックが認められ、(e)ではピッチング損傷が顕在化した。稼働後の歯車(f)は、試験前材(a)と同様の形態を呈しており、稼働後の歯車表層(g)には擦れた痕跡があるものの明瞭なクラックやピッチングは認められなかった。したがって、表層形態のみでは、微視的な損傷挙動の変化を捉えられないと言える。

次に、表層断面のSEM像を図3に示す。試験前材(a)では、マルテンサイト相の中に単一のコントラストを有する γ R(白矢印)が認められる。稼働後の歯車(b)は、微細な γ Rは見られるものの、幅 $2 \mu\text{m}$ を超える粗大な γ Rが消失している。ピッチング損傷材の表層断面(c)では、微細な γ Rが消失した。

図4は γ Rの粒子面積のヒストグラムであり、図3の組織観察を反映している。試験前材では γ Rの平均面積 $0.74 \mu\text{m}^2$ 、面積率(γ Rの粒子面積の総和 \div 視野面積)は25%であったが、稼働後の歯車では平均面積 $0.56 \mu\text{m}^2$ 、面積率14%と減少した。ピッチング損傷材では、平均面積 $0.59 \mu\text{m}^2$ 、面積率5%であり、負荷に伴い γ Rの個数、粒子面積、面積率が減少した。 γ Rの面積率の関しては、XRDによる非破壊検査でもほぼ同様の傾向が得られており、損傷プロセスを反映していると考えられる。

μm^2 、面積率(γ Rの粒子面積の総和 \div 視野面積)は25%であったが、稼働後の歯車では平均面積 $0.56 \mu\text{m}^2$ 、面積率14%と減少した。ピッチング損傷材では、平均面積 $0.59 \mu\text{m}^2$ 、面積率5%であり、負荷に伴い γ Rの個数、粒子面積、面積率が減少した。 γ Rの面積率の関しては、XRDによる非破壊検査でもほぼ同様の傾向が得られており、損傷プロセスを反映していると考えられる。

(2) 損傷評価手法

XRD法により得られる σ_x 比と γ R比の関係から歯車の損傷評価の検討を試みる。図5の通り、無損傷の領域Aでは、 γ R比の減少に伴って σ_x 比が増加する傾向があり、本領域では、表層面の観察結果[図2(b),(c),(g)]からも、マイクロクラックは形成されていない。したがって、従来であれば目視判定や寸法測定のみで再利用可能と判定している歯車に対し、 γ R比と σ_x 比の数値からも、より信頼性の高い評価が可能となる。

一方で、損傷を伴う領域Bでは、図2(d)の様なピッチング部以外の摺動面においても、 γ R比と σ_x 比が全面に渡って著しく減少しており、摺動疲労に伴う微視的な変化も捉えられていると想定される。よって、目視判定などの簡易評価では判定が困難な歯車でも、 γ R比と σ_x 比の数値により再利用不可能との判定が、高い精度で可能となる。

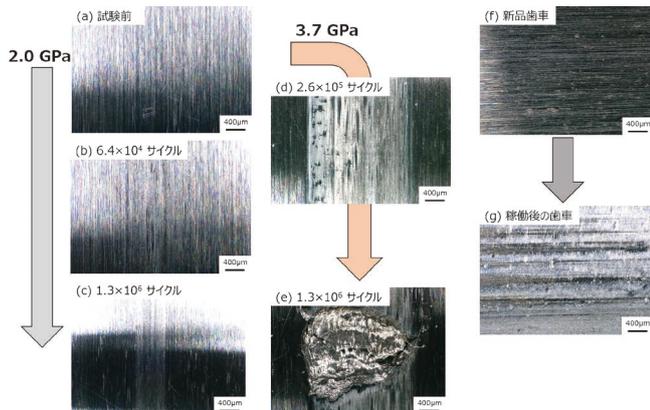


図2 ローラピッチング試験片と歯車の表層面の経時変化。

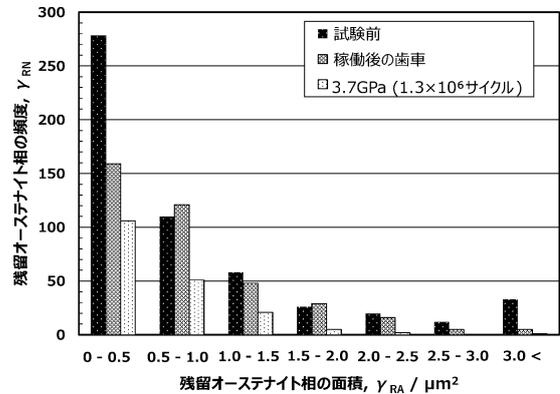


図4 残留オーステナイト相サイズの変化を示すヒストグラム。

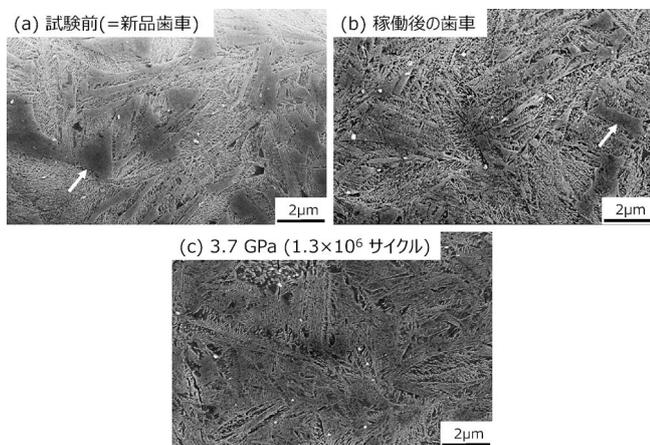


図3 浸炭処理の断面組織のSEM像-焼き戻しマルテンサイト相と残留オーステナイト相(白矢印)。

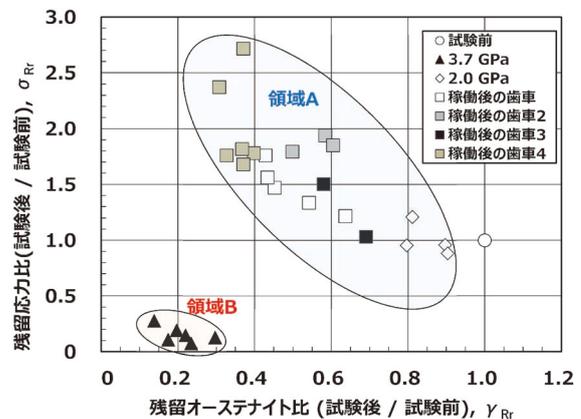


図5 損傷評価における残留応力比と残留オーステナイト比の関係。

すなわち、損傷評価の信頼性向上には、目視評価および寸法測定以外に、本手法での評価結果ならびに組織形態を系統的にまとめたデータベース化(DB)が必要となる。しかし実用上は、再利用判定時に破壊検査が出来ないことから、DBの情報に基づき、浸炭部品表層部に対して、 γR 比と σx 比の低下域を再利用可否の評価基準とすることが求められる。以上により、従来手法よりも機械的・組織的な観点を考慮した形で、信頼性の高い損傷評価が、浸炭部品に対して実現可能と期待される。

4. 実用化と今後について

本技術は、特開2021-103088の通り知財として出願公開されており、日本金属学会誌にも本技術の一部内容が、技術論文として掲載されている⁽⁶⁾⁽⁷⁾。加えて、2021年5月には、日立建機とNIMSの共同プレスリリースとして公表され、日本経済新聞社や日刊工業新聞社などの主要メディアにて掲載されている⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

実用面では、日立建機において2021年度5月より日本国内の拠点にて本手法の導入を開始しており、**図6**の通り、AI技術も活用した機能向上の検証も進めている。

これまでの実績では、本手法の導入以前で100%スクラップとしていた歯車が、導入後はスクラップ率70%と改善され、約3割の歯車が再利用可能となっている。再利用可能な部品の増加に伴い、環境面においても貢献している。

今後、本手法が日立建機の主要拠点で活用され始めると、国内拠点での上述したスクラップ率の実績から鉄のスクラップ量は、約30(ton/年)低減されると試算している。また、Life-Cycle Assessment手法に基づいた鉱山機械一台のライフサイクル(LC)当たりの歯車部品の二酸化炭素の排出量は、**図7**の通り約14(ton-CO₂/LC)と試算されており、本手法の展開によって、カーボンニュートラルの実現にも大きく寄与することが期待される⁽¹⁰⁾。

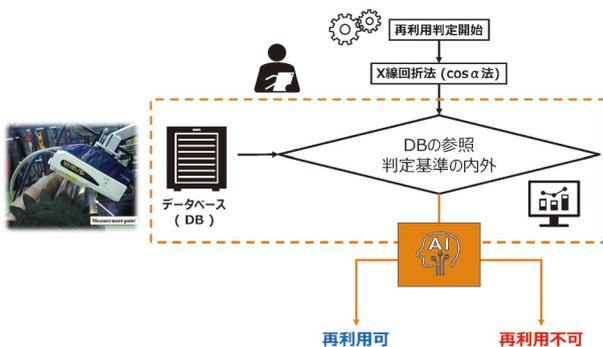


図6 再利用判定のプロセス。

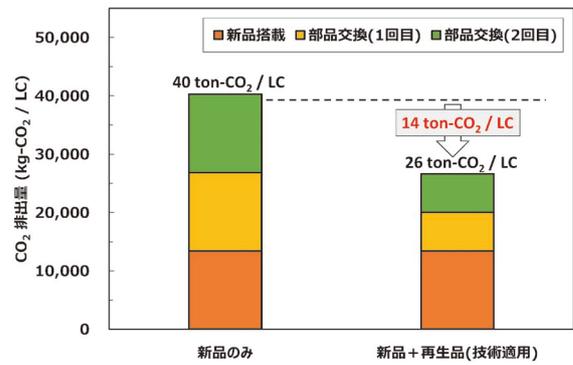


図7 鉱山機械1台のLC当たりの歯車部品のCO₂排出量。

5. 今後の展開

リマニュファクチャリングは、新しい産業であることも影響し、研究開発事例の報告件数は、他産業と比較が少ない。しかしながら、今後の循環型社会の形成において、重要産業の一つとされている⁽¹¹⁾。したがって、研究開発がより活発になると予想される中で、本事例の再利用判定技術は、先駆的な開発事例となり、歯車の他にベアリングなどの部品にも展開が可能と考えられる。他にも、溶接部位の余寿命診断などにも応用の可能性があり用途は広く、具体的な産業への展開に関しては、航空・宇宙分野のエンジン、プラントの高圧配管、自動車のトランスミッションなどへの技術転用も期待される。

文 献

- (1) 松本光崇, 土屋哲男, 板垣宏知: エレクトロニクス実装学会誌, **24**(2021), 1-7.
- (2) 野村 剛, 大平隆昌, 三田村宣晶, 名取理嗣, 植田 徹, 上光一郎, 馬上英信: 国際特許 WO 2011/074654, (2011), 1-35.
- (3) T. Kanazawa, M. Hayakawa, D. Beltran, M. Yoshimoto, K. Saito, Y. Maruyama, M. Uchiyama and T. Sasaki: Mater. Trans, **62**(2021), 135-138.
- (4) 嘉村直哉, 藤田 工, 佐々木敏彦: 材料, **67**(2018), 694-699.
- (5) 吉崎正敏, 川原正明: 日本機械学会誌, **85**(2019), 1-16.
- (6) 金澤智尚, 吉本光宏, 畑 典仁, 早川正夫, 目黒 奨, 廣戸孝信, 松下能孝: 特開2021-103088, (2021), 1-19.
- (7) 金澤智尚, 早川正夫, 田原佑規, 畑 典仁, 吉本光宏, 目黒奨, 廣戸孝信, 松下能孝, 菅原道雄: 日本金属学会誌, **85**(2021), 198-206.
- (8) https://www.hitachicm.com/global/jp/news-list_jp/21-05-20j/, (2021.09.24参照)
- (9) https://www.nikkei.com/article/DGXLRSP610704_Q1A520C2000000/, (2021.09.24参照)
- (10) 金澤智尚, 松本光崇, 吉本光宏, 菅原道雄, 吉村彰大, 松野泰也: 日本LCA学会誌, **17**(2021), 124-135.
- (11) 梅田 靖: サーキュラーエコノミー, 勁草書房, 初版(2021), 5-8, 26.

深紫外ピコ秒レーザーによる軟磁性材の アブレーション加工

河野 健太¹⁾ 丸山 裕樹²⁾ 折井 庸亮³⁾

1. はじめに

(1) 背景

近年、省エネルギー化はますます重要になっており、中でも世界中の発電所で発電した電力量の過半数を消費していると言われているモータ、変圧器、リアクトルなどの電気機器は更なる高効率化に向けた研究開発が取り組まれている。モータをはじめとする電気機器は電磁鋼板などの軟磁性の金属材料が鉄心に用いられ磁気回路が構成されている。一般に鉄心の形成には薄い軟磁性材料の打ち抜き加工が用いられており、試作検討や少量生産においては、ワイヤ放電加工やレーザー加工による軟磁性材の切断加工が用いられている。レーザー加工は試作検討や少量生産の場面において、CAD データを変更するだけで加工形状が容易に変更でき、加工精度も高いといった様々なメリットがある。しかし、高効率化が求められる電気機器の鉄心の形成において、レーザー加工は致命的ともいえる欠点があることが知られている。それはレーザー光により、材料が加熱されることによって生じる鉄心の鉄損増加である⁽¹⁾。一般に、レーザー加工では材料を加熱し熔融させるため、加工部周辺に熱の影響が残る、鉄心の磁気特性が劣化する。そのため、鉄心の形成にレーザー加工を用いると、電気機器のエネルギー効率が大きく低下してしまう。そのため、高効率化が望まれる電気機器の鉄心の形成にはワイヤ放電加工が用いられることが多い。

(2) 深紫外ピコ秒レーザー加工の原理

近年、従来の熔融を伴うレーザー加工とは異なるメカニズ

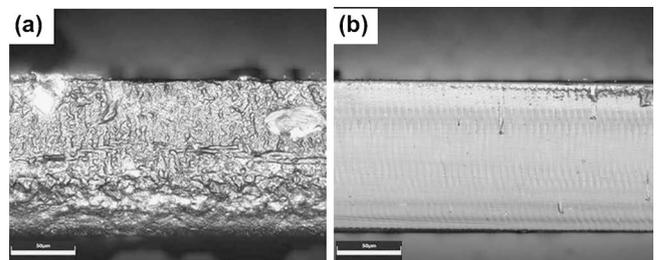


図1 レーザーのパルス幅による熔融加工とアブレーション加工の違い。
(a) ナノ秒レーザーで熱的に熔融切断したポリイミドフィルム断面
(b) ピコ秒レーザーでアブレーション加工したポリイミドフィルム断面

ムである超短パルスレーザーを用いたアブレーション加工の産業応用が進んできた。これは光のパルス幅がピコ秒(ピコ秒は10のマイナス12乗)オーダーの非常に短い時間幅のパルスレーザーを用いることによって、瞬間的に材料を蒸発・昇華させる加工方法である。この技術を用いるとレーザー光が材料に照射されてから加工部周辺にエネルギーが熱として拡散しはじめる時間(数10ピコ秒)より先にレーザー加工が完了するため、加工部周辺への熱の影響が非常に少なく、高品質な加工が実現できる(図1)。ナノ秒レーザーでは加工部周辺に熱が拡散するため樹脂が溶けているが、ピコ秒レーザーでは加工部周辺に熱の拡散がないため断面が非常に平坦である。今回、電磁鋼板に対して、深紫外ピコ秒レーザーによる切断検証を行い、その優位性を確認したので報告する。

2. 深紫外ピコ秒レーザー

当社(スペクトロニクス)では独自のレーザー技術による国産ピコ秒パルスレーザーを開発し事業を展開してきた。特に、世界でも唯一当社が商品化に成功している波長が深紫外領域(波長 266 nm)のピコ秒レーザーは2013年に発表後⁽²⁾、産業用途に高出力化、高品質化、長期安定動作への改良を進めてきた⁽³⁾。深紫外ピコ秒レーザーはパルス幅が短く、非熱

* スペクトロニクス株式会社; 1) 研究開発 Gr. 研究開発 Tm. リーダー 2) 営業 Gr. ソリューション Tm. 3) 研究開発 Gr. マネージャー
Ablation Processing on Electric Steel Sheets by DUV Picosecond Laser; Kenta Kohno, Yuki Maruyama and Yosuke Orii, (Spectronix Corporation)
kohno@spectronix.co.jp
2021年10月30日受理[doi:10.2320/materia.61.109]

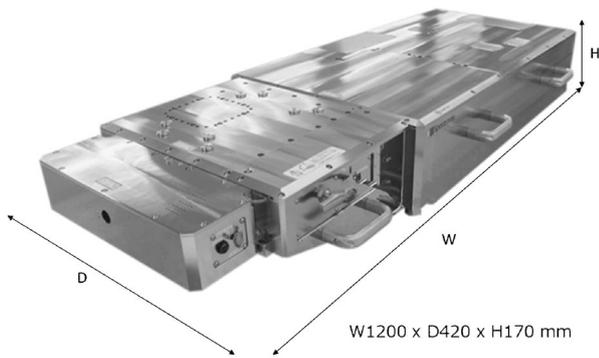


図2 商品化が完了した深紫外ピコ秒レーザー。
(スペック：波長 266 nm, パルス幅 15 ps, 平均出力 8 W@200 kHz)

的加工が行えるだけでなく、波長が短いことによる利点があり、従来の可視・近赤外レーザーが苦手としていたガラスや樹脂などの透明材料や、金属材料などの高反射材料も効率よく加工することができる。従来、産業用途で用いられてきた深紫外光を発生するエキシマレーザーは装置が大型であり、メンテナンス等のランニングコストも大きかったが、深紫外ピコ秒レーザーはテーブルトップサイズであり、特殊な定期メンテナンスも一切不要である(図2)。

近年、レーザーによる金属の切断加工では、出力が数 kW 級のファイバーレーザーの応用が進んでおり、厚さが数 10 mm 程度の金属材料に対しての高速切断技術が取り組まれている。このような比較的厚い鉄板等の切断に対しては、残念ながら当社のピコ秒レーザーの出力はまだ不十分である。一方で、幸いにも電磁鋼鉄をはじめとする軟磁性金属材料は低鉄損化に向けた薄帯化が進んできており、厚さが 100 μm を切るような非常に薄い材料が電気機器へ利用されはじめている。そのため、薄いガラスやセラミックプレートの微

細加工を行っていた既存のレーザー微細加工用設備とのサイズの親和性が良く、加工に必要なレーザーの出力も小さく済むため、アブレーション加工の早期適応が期待できる。

3. 電磁鋼鉄の切断検証

深紫外ピコ秒レーザーによる切断実証のため、一般的にモータの鉄心の切断加工に用いられるワイヤ放電加工、 CO_2 レーザー加工、そして、深紫外ピコ秒レーザー加工による切断の比較を行った。材料は一般的なモータに用いられている 0.35 mm 厚さの無方向性電磁鋼鉄 35A360 を選定した。なお、磁気特性測定には幅 10 mm、長さ 60 mm の試料を用い、測定は励磁周数 50 Hz、磁束密度 0.1~1.5 T で行った。

(1) 切断部の性状

切断部の性状は図3の通りとなった。ワイヤ放電加工では、サンプルを加工液中で加工するため、経時的な酸化の影響で断面にわずかに錆が生じていることが分かる。 CO_2 レーザーでの切断では、バリが発生している上、加工部周辺への熱の影響による変色が確認できる。一方、深紫外ピコ秒レーザーを用いた場合では、加工部周辺にバリや熱による変色がない高品質な切断加工が行えている上、切断面に金属光沢が残っており、酸化等の影響が少ないことが分かる。また、ワイヤ放電加工、 CO_2 レーザー加工を用いる場合、材料を切断する際にスタート穴を用意する必要があるが、深紫外ピコ秒レーザーでの加工では、スタート穴が不要であるなど、加工品質以外での面でのメリットも大きい。

(2) 磁気特性測定

磁気特性を測定して得られた結果を得た図4に示す。

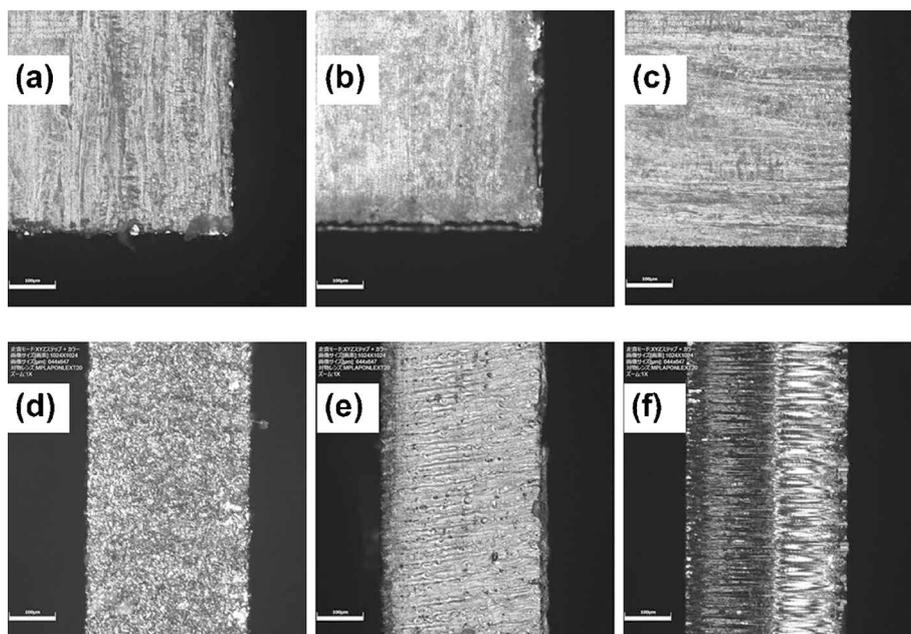


図3 切断方法による切断部の性状の違い。(ワイヤ放電加工で切断したサンプルの表面(a)と断面(d)。 CO_2 レーザー加工で切断したサンプルの表面(b)と断面(e)。深紫外ピコ秒レーザーで切断したサンプルの表面(c)と断面(f)。

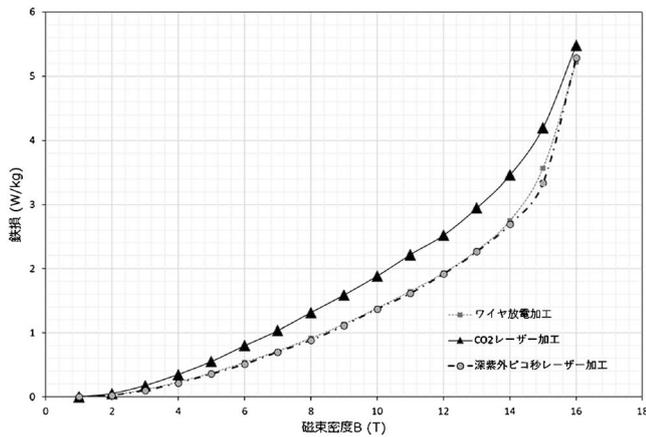


図4 加工方法の違いによる鉄損量の変化.

CO₂レーザーによる切断加工では、ワイヤ放電加工に比べて鉄損が大きいたことが分かる。これは先行研究で報告されている通りの傾向である。一方で、深紫外ピコ秒レーザーを用いた切断では、ワイヤ放電加工と同等の鉄損量であり、レーザー照射による材料への熱の影響が大幅に低減されていることが分かる。この結果から深紫外ピコ秒レーザーを用いて切断することにより、従来のレーザーを用いた熱的な溶融による加工ではなく、アブレーション加工が行えていると判断できる。筆者の知る限り、超短パルスレーザーによる軟磁性材料へのアブレーション加工を磁気特性の計測による効果確認を含めて報告された例は本報告が初めてである。

4. 現在までの実績・特許

深紫外ピコ秒レーザーでの金属へのアブレーション加工は既に複数のユーザによって、超硬合金製金型など加工が困難な材料への適用が検討されており、今回報告した軟磁性材料の加工に対してもすでに電気機器への利用検討が始まっている。深紫外ピコ秒レーザーに関しては、国内特許第6571943号、国内特許第6903325号を取得している。

5. ま と め

従来、レーザーを用いて軟磁性材料を切断すると加工部の熱による磁気特性の悪化(鉄損増加)が課題となっていたが、深紫外短パルスレーザーによるアブレーション加工を適応することで切断による磁気特性の劣化を低減できることを確認した。近い将来に試作検討や少量生産の場面で、深紫外ピコ秒レーザーをはじめとした超短パルスレーザーによる軟磁性体への非熱的加工の適応が進むと考えている。比較的新しい概念である超短パルスレーザーによる加工が電気機器へ応用されることで、従来の加工工法の制約に縛られない形状の機器の発展や打ち抜き加工が困難であったナノ結晶軟磁性体などの応用が進み、更なる省エネルギー社会の実現が進展することが期待される。

6. 謝 辞

本研究に用いた深紫外ピコ秒レーザーは国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業として開発された。また、検証にあたり磁気特性の評価にご協力頂きました大分県産業科学技術センター様に厚く御礼申し上げます。

文 献

- (1) 轅立祐希, 佐藤 尊, 戸高 孝, 下地広泰: 電気学会全国大会, (2020).
- (2) Y. Orii, Y. Takushima, M. Yamagaki, A. Higashitani, S. Matsubara, S. Murayama, T. Manabe, I. Utsumi, D. Okuyama and G. Okada: Tech. Digest of CLEO (2013), paper JTh2A.64.
- (3) K. Kohno, Y. Orii, H. Sawada, D. Okuyama, K. Shibuya, S. Shimizu, M. Yoshimura, Y. Mori, J. Nishimae and G. Okada: Opt. Lett., 45(2020), 2351-2354.

科学館めぐり

科学技術館(東京都千代田区)

文責：東京海洋大学 盛田 元彰

(2021年10月訪問)

1. 技術を体で楽しむ科学館

私が皇居近くの科学技術館を訪ねたのは、長い緊急事態宣言・まん延防止等重点措置が解除されたばかりの2021年10月の初旬であった。多くの小学生が待ち焦がれた校外学習を楽しんでいた。最近では、いずれの科学館においても体験型の展示が増えているが⁽¹⁾、科学技術館では、ほとんどの展示が体を動かして手や耳、目といった五感で工学を感じられるものであった。ゆえに文章だけでは、その魅力を十分に伝えられないが、著者なりに理科が不得意な人にも足を運んでもらえるような内容になるよう努めた。

いつでも体験できる展示物のほか、実験ショーも多く実施されている(例えば図1)。是非、皆さんにも訪れてもらいたい。科学技術館の規模はかなり大きく、公式サイトでもバーチャル見学ができるため、事前に現地の様子を見られる。

2. 鉄を体で体験する「鉄の丸公園一丁目」

日本には鉄に出会えるミュージアムとして、岩手県釜石市の鉄の歴史館、兵庫県神戸市の灘浜サイエンススクエア、千葉県市川市の現代産業科学館⁽²⁾、そして本稿で取り上げている科学技術館がある。また、島根県には鉄の道文化圏に和銅博物館⁽³⁾のほか7つの博物館がある。科学技術館の特徴

は、遊びを通して生活の回りで鉄がどのように活躍しているかを体験して学べる。科学技術館の4階にある「鉄の丸公園一丁目」と名付けられた展示室はまさに名前の通り公園のようなスペースであった。例えば、鉄のバネ特性を活かしたシューティングゲームや、高硬度や加工性を活かしたベアリングカーリングゲーム、鉄が奏でる音に注目したスティールパンがある。スティールパンとはトリニダード・トバゴ発祥のドラム缶から作られた打楽器である。このように鉄という素材に興味を持つきっかけとなる仕掛けが多くなされている。入口すぐそばにあるシアター設備は、タイムマシンをかたどっており、部品として鋼線、棒鋼、鋼板等から成る実際の鉄鋼製品が貼り付けられている。鉄の見た目の良さが活かされており、これから鉄鋼を勉強したいと興味をもっている人や専門とする方も面白いと感じるだろう(図2)。「鉄の丸



図2 鉄の丸公園一丁目の外観写真。

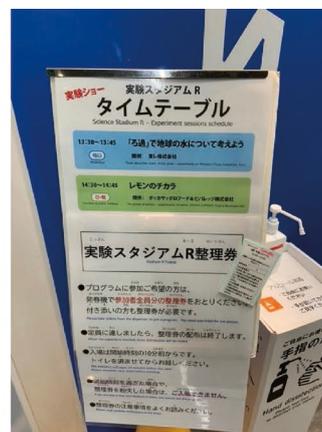


図1 実験スタジアム：【「ろ過」で地球の水について考えよう】の実験ショーは毎日行われている。日曜・祝日には【レモンのチカラ】のショーも開催される。整理券が必要である。

公園一丁目」でも実験・工作教室があり、工作は「鉄板を使って昆虫を作ろう」、「エッチングでステンレス鋼板に絵を描こう」、「鋳造でオリジナルメダルをつくろう」という鉄や金属の特徴を使ったプログラムで開催されている。エッチングとは酸で金属表面を溶かす表面処理のことである。例えば、エッチングをすることで光沢のある金属表面はくすんだような様相になる。表面をマスクキングし、マスクングされていない部分をエッチングすることで絵を描ける。鋳造とは、目的とする型を作製し、その中に高温で溶かした金属を流し込み、冷やして固めることで型の形状へと金属を成形する手法である。鋳造は鍋や水道、自動車・鉄道・航空機などの輸送機器や電化製品等、例を挙げればきりがなほ採用されている。大変重要な工業技術であり、それらを工作として体験できる場所は貴重である。開催については公式サイトにて確認して体験してほしい。

3. 環境に配慮した鉄づくり：なぜ薄くて強い鉄を作るのか？

自動車の車体に使用される鉄は、より強く進化してきた。これは強い鉄を作れば、同じ強さに耐えるために必要な厚みが薄くすむため、安全性を保ちつつ車体を軽量化できるから



図3 自動車用鋼板の厚みの差による重さの差。

である。結果として、鉄の進化は二酸化炭素の排出量の減少に貢献してきた。しかし、実際にどの程度軽くなったかを感じることはなかなかできない。この「鉄の丸公園一丁目」では1975年式の鉄製のボンネットと2000年式の鉄製のボンネットが置かれており、ロープを引いて重さを体験できる展示がある(図3)。たった0.2mmの差であるが1975年のボンネットは本当に重かった。著者は体験したことで車体を軽量化することによってどれくらい燃費が向上したのかについて興味湧き、調べてみると少し昔のデータではあるが、ガソリン車では車体重量1トンから1.5トンの範囲において100kg軽くなることで、燃費が約1km/L程度改善するようだ(4)。2021年3月末現在8200万台の車が日本にはあることを考えると(5)、鉄の高強度化はものすごく環境に貢献している。

科学館で見つけた金属材料！ “分別された鉄、アルミ、銅”

科学技術館では車をシュレッダーにかけた後に採取された鉄鋼、アルミ、銅が展示されていた(図4)。今、私たちには資源循環を考えた取組が求められており、材料を利用するには常にリユース・リサイクルを念頭に入れた設計が、より要求されるようになるだろう。鉄鋼やアルミニウムは今でも優れたリサイクル性があるが、スクラップのリサイクル過程で混入する不純物の影響で一部の用途に限られてしまうことが問題である。そのため、材料特性を向上させ用途を広げる資源循環技術の研究開発を進める必要がある(6)。また、現在では採算の合わない素材は再利用されていないが、リサイクルする過程を効率化することで、より多くの素材をリサイクル可能とすることが、将来技術として期待されている(7)。

文 献

- (1) 梅津理恵：まてりあ, **60**(2021), 362-362.
- (2) 盛田元彰：まてりあ, **59**(2020), 326-327.
- (3) 小村滴水：まてりあ, **59**(2020), 542-543.
- (4) 中村 守：産総研 TODAY, **6-1**(2006), 16-17.
- (5) “自動車保有台数(昭和41年から)の推移”。一般財団法人自動車検査登録情報協会 HP, <https://www.airia.or.jp/publish/>



図4 車のリサイクルの流れを示したパネル展示と展示内の鉄スクラップ：同じ展示室内には実際のトラック、車、バイク等の運転を体験できる展示もある。

statistics/number.html, (accessed 2021-10-19).

- (6) 2050年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略, (2021), 112-113, https://www.meti.go.jp/policy/energy_environment/global_warming/ggs/pdf/green_honbun.pdf, (accessed 2021-10-19).
- (7) 伊東賢宏: NEDO2020年度成果報告会 “資源循環社会実現に向けた取組”, (2020), 2, <https://www.nedo.go.jp/content/100932829.pdf>, (accessed 2021-10-19).



科学技術館外観.

科学技術館へのアクセス

*東京メトロ

東西線: T-08「竹橋」駅下車(1b出口) 徒歩約550 m

T-07「九段下」駅下車(2番出口) 徒歩約800 m

半蔵門線: Z-06「九段下」駅下車(2番出口) 徒歩約800 m

鉄新宿線: S-05「九段下」駅下車(2番出口) 徒歩約800 m



(2021年10月26日受理)[doi:10.2320/materia.61.112]

(〒102-0091 東京都江東区越中島 2-1-6

<http://www.jsf.or.jp/index.php>)

~美しい金属の写真~

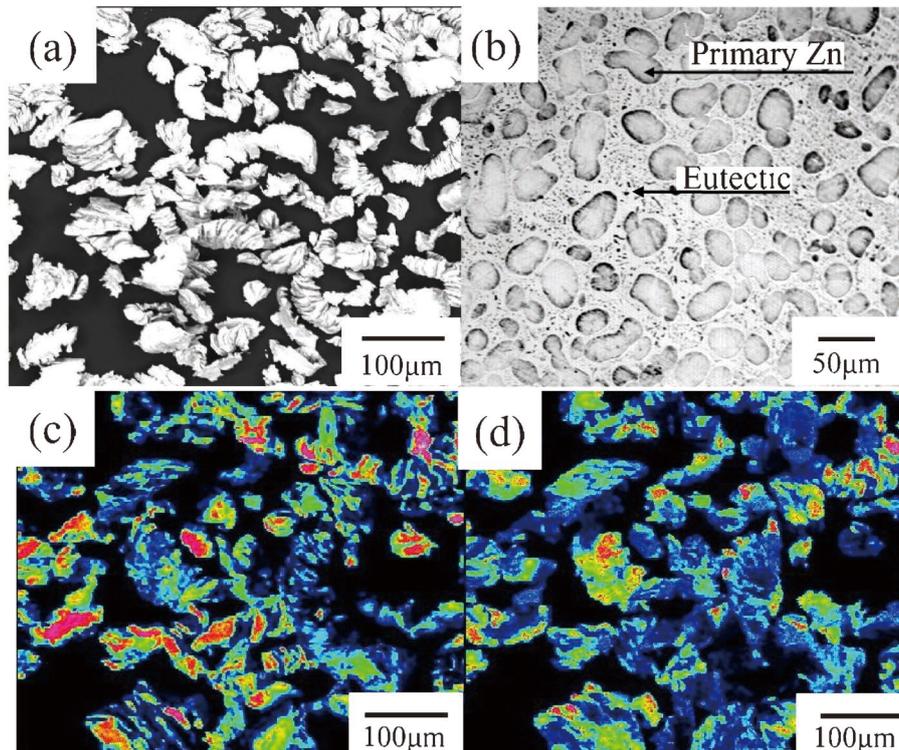


Fig. 2 Scanning electron and optical micrographs showing (a) the morphology and (b) microstructure of used pre-alloyed powders with the composition of Zn-50 mass%Sn-8 vol%Al₂O₃, and their characteristic X-ray images of (c) Sn and (d) Zn.

<Kazuhiro Matsugi, Hiromu Matsumoto, Zhe-Feng Xu, Yong-Bum Choi, Ken-ichiro Suetsugu and Koji Fujii: “Application of Spark Sintering to Preparation of Zn-50Sn-Al₂O₃/Cu Joints for AC-Low Voltage Fuse Elements Without Lead” Mater. Trans., **57** (2016), 824-832 より転載>

本 会 記 事

| | | | |
|------------|---------------------------------------|----------|-----|
| 会 告 | 2022年春期講演大会開催方法変更のお知らせ | 115 | |
| | 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 | 115 | |
| | 2022年春期講演大会ホームページ・バナー・各種広告募集 | 118 | |
| | 2022年秋期講演大会公募・企画シンポジウムテーマ募集 | 119 | |
| | 各種賞(村上記念賞・村上奨励賞・奨励賞・論文賞・まてりあ賞)候補者推薦募集 | 119 | |
| | 第3回日本金属学会フロンティア研究助成募集 | 120 | |
| | 会誌編集委員会からのお知らせ | 121 | |
| | 欧文誌編集委員会からのお知らせ | 121 | |
| | 研究集会 | 122 | |
| 企業求人情報 | 123 | まてりあ次号予告 | 126 |
| 掲示板 | 123 | 新入会員 | 127 |
| 会誌・欧文誌2号目次 | 125 | 行事カレンダー | 128 |

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年春期講演大会開催方法変更のお知らせ

2022年春期講演大会は、新型コロナウイルス感染拡大の状況を考慮し、参加者の皆様の安全のため オンライン開催に変更いたします。皆様のご理解とご協力をお願い申し上げます。

講演大会委員会委員長 御手洗容子

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(木)までオンライン(Zoom)にて開催いたします。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)に開催いたします。

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) 9:50~10:40 10:50~11:40 13:00~17:00 | 学会賞記念講演 本多記念講演 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年春季講演大会 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 X
- 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・基盤研究一
- 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。

◆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

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)，付設展示会(オンライン版)，誌上展示会(まてりあ5号)，技術セミナー，誌上技術セミナー(まてりあ5号)，学生キャリアサポートセミナー 各募集要領

2022年3月15日(火)～17日(木)，22日(火)の4日間，オンラインにて開催される春期講演大会では，各種広告，オンライン展示，各種セミナーを募集いたします。

■大会ホームページ・バナー広告

掲載期間 2022年1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，前回参考数値)
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。
※付設展示会(オンライン版)に1枠分の掲載料金が含まれています。
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(火) 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)
※付設展示会(オンライン版)出展社様は，50%OFF。
※広告データ制作費は別途です。
申込締切 1月31日(月)
広告データ締切 2月7日(月)

■付設展示会(オンライン版)

研究開発用機器，書籍，ソフトウェア等の出展(掲載)を募集します。
1コマの内容 社名，連絡先，URL，展示内容(展示製品，PRポイント，動画リンク，等)，等
掲載期間 2月中旬～3月22日(火)
展示料金 1コマ ¥90,000(税別)
※バナー広告1枠と誌上展示会1枠(まてりあ5号)とのセット料金
申込・原稿締切 2月4日(金)

■まてりあ5号・誌上展示会

オンライン展示会のフォローアップ広告を募集します。

発行予定日 5月1日(日)
掲載料金 1枠(1/4頁) ¥28,000(税別)
※付設展示会(オンライン版)に1枠分の掲載料金が含まれています。
※本広告企画は，付設展示会(オンライン版)に出展されていない企業様も出稿できます。
申込締切 3月31日(木)
広告原稿締切 3月31日(木)

■技術セミナー(Zoom版)

オンライン会議システムを利用した企業セミナーへの参加企業を募集します。
開催日程 3月15日(火)，16日(水)，17日(木)，
12:20～12:50
参加料金 1枠30分 ¥50,000(税別) ※動画版1枠無料掲載
申込締切 2月10日(木)

■技術セミナー(動画版)

大会ホームページにセミナー動画リンク(テキスト)を掲載いたします。
※動画をご準備頂き，動画サイトにアップロードして下さい。
掲載期間 随時掲載開始～3月22日(火)
掲載料金 1枠 ¥30,000(税別)
申込最終締切 2月24日(木)

■まてりあ5号・誌上技術セミナー

技術セミナーのフォローアップ広告を募集します。
発行予定日 5月1日(日)
掲載料金 モノクロ1頁 ¥100,000(税別)
申込締切 3月31日(木)
広告原稿締切 3月31日(木)

■学生キャリアサポートセミナー(Zoom版)

オンライン会議システムを利用した学生向けセミナーを募集します。本大会参加者のみならず，本会学生会員，日本鉄鋼協会・学生会員の参加も見込まれます。
会社概要，今後の採用情報，インターンシップ募集情報，研究開発動向等をご紹介下さい。
開催日程 3月17日(木)13:00～19:00
(各社の説明は，開催時間帯のうちの30分間)
参加料金 1枠30分 ¥50,000(税別)
※動画版1枠無料掲載
※1社1枠まで。複数枠の申込みはできません。
申込締切 2月10日(木)

■学生キャリアサポートセミナー(動画版)

大会ホームページにセミナー動画リンク(テキスト)を掲載いたします。

※動画をご準備頂き、動画サイトにアップロードして下さい。

掲載期間 随時掲載開始～3月22日(火)

掲載料金 1枠 ¥30,000(税別)

申込最終締切 2月24日(木)

■申込・問合せ

〒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 までりあ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 までりあ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

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

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(奨学寄附受付窓口の連絡等)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



会誌編集委員会からのお知らせ

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。



欧文誌編集委員会からのお知らせ

Materials Transactions 論文フリーアクセス公開サービス(Open Choice)について

『公開後すぐに、できるだけ多くの読者に読んでもらいたい!!』というご要望に応えるため、投稿・掲載費用に、追加費用(3万円)をお支払いいただければ、半年間の認証期間を設けることなく、公開即フリーダウンロードを可能とするサービス(Open Choice)がございます。

是非ご利用下さい。詳細は、[ホームページ：刊行物 → 欧文誌](#) をご参照下さい。

Recent Research and Development in the Processing, Microstructure, and Properties of Titanium and its Alloys

(チタンおよびチタン合金のプロセッシング・組織・特性に関する研究・開発の最前線)

チタンに関する最大の国際会議、第15回チタン世界会議、は2023年にスコットランドのエジンバラで開催されます。これに合わせて航空宇宙、医療、環境などの応用分野を念頭にチタンの低コスト化、用途拡大、高機能化などの研究が活発化するものと思われます。日本のチタンに関しての学術団体も設立されたところです。これまでMaterials Transactions誌では、チタン世界会議と前後してチタンおよびチタン合金に関する特集号を2009年、2013年、2019年に発行してきました。今回もチタン・チタン合金やチタン系金属間化合物に関してのプロセッシング、組織および特性、例えば製精錬、積層造形法(AM)、マルチマテリアル化、加工、複合化、組織形成、相変態、力学的・化学的・物理的特性などに関しての最新の研究・開発の成果に関しての論文を広く募集します。

上記テーマに関する特集を、Materials Transactions 63巻12号(2022年12月発行)に予定しております。多数ご投稿下さいますようお願いいたします。

掲載予定号：第63巻第12号(2022年)

原稿締切日：2022年6月1日(水)

- 投稿に際しては、日本金属学会欧文誌投稿の手引・執筆要領(本会 Web ページ)に従うこと。
- 通常の投稿論文と同様の審査過程を経て、編集委員会が採否を決定する。
- 著者は、投稿・掲載費用をご負担願います。

問合せ先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会欧文誌編集委員会

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

https://jim.or.jp/

研究会 No. 75

キンク研究会 2022年度研究会

「ミルフィーユ構造物質のキンク強化：実験と理論の両面からのアプローチ」

キンク研究会は、近年注目の集まっているキンク変形という特異な変形挙動を題材に、回位などの新たな視点から材料の変形と破壊についての基礎的議論を深めるとともに、キンク導入を利用した高強度材料の開発を進め、新しい材料研究領域の構築に展開していくことを目的として平成27年度から活動しています。

令和4年度キンク研究会では、マグネシウム合金をはじめとするミルフィーユ構造物質におけるキンク強化を実験と理論の両面から捉えた議論を行いたく、下記3名の講師の方々から話題提供をいただき、参加者の皆様とともにキンク強化の理解を深めたいと思います。本研究会にご参加希望の方は、下記要領にて事前申し込み下さい。

日時 2022年3月29日(火) 13:30~17:00

共催 軽金属学会「LPSO/MFS 構造材料研究部会」、新学術MFSセミナー、高性能Mg合金創製加工研究会、熊本大学MRCセミナー

方式 Zoomによるオンライン開催(参加申込者へミーティングIDとパスワードを後日連絡)

参加費 無料

申込方法 3月22日(火)17:00までに、事務局(藤居)まで参加のメールを送信して下さい。

事務局 東京工業大学 物質理工学院

藤居俊之(E-mail: fujii.t.af@m.titech.ac.jp)

プログラム

- | | | |
|-------------|--|--------------|
| 13:30~13:35 | 開会挨拶 | 名大 君塚 肇 |
| 13:35~14:20 | 高次塑性加工法によるバルク材へのキンク導入とキンク制御 | 物材研 染川英俊 |
| 14:20~15:05 | 格子欠陥がキンク強化に及ぼす影響の定量的評価~高次勾配結晶塑性メッシュフリー法によるアプローチ~ | 佐賀大 只野裕一 |
| 15:05~15:15 | —休憩— | |
| 15:15~16:00 | キンク組織の変形により生じる回位と連携的変形 | 東工大 稲邑朋也 |
| 16:00~16:55 | 総合討論 | 司会: 東工大 藤居俊之 |
| 16:55~17:00 | 閉会挨拶 | 熊大 河村能人 |

掲載料金：会員：20,000円(税別)(一般：40,000円(税別))
 原稿締切・掲載号：毎月1日締切で翌月号に1回掲載。
 原稿字数：840字程度
 掲載内容：求人側の必要事項：会社概要・職種・資格・待遇・勤務地・応募方法・応募締切日・問合せ先・書類提出先・ホームページアドレスなど求職者の知りたい情報。
 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

IR 電力中央研究所

◇一般財団法人電力中央研究所 研究職 募集◇

事業内容 電力中央研究所は、1951年に電気事業の共同研究機関として設立されました。

電力業界の中央研究機関として、また非営利の学術研究機関として、電気事業が直面している経営課題や、地球規模のエネルギー・資源、環境、持続的経済発展をめぐる諸問題の解決を図るべく、研究開発に取り組んでいます。

職種 研究職(正職員、任期なし)
所属 エネルギートランスフォーメーション研究本部
 材料科学研究部門

勤務地 神奈川県横須賀市
待遇

○給与等

- ・初任給 博士了294,200円 修士了240,000円
 ※前職がある場合は、経験・能力を考慮し
 当所規定により決定

- ・諸手当 時間外手当, 扶養手当, 通勤交通費等
- ・昇給 年1回
- ・賞与 年2回

○勤務形態

フレックスタイム制(コアタイム：11時～15時,
 標準労働時間：7時間40分/日)

○休日・休暇

完全週休2日制(土・日), 祝日, 創立記念日(11月7日), 夏季・年末年始休暇 他 有給休暇(20日/年)

募集テーマ 「統計的特性評価に基づく構造材料の劣化モデリング」

当所では、原子炉圧力容器鋼や原子炉内構造物ステンレス鋼などの原子炉材料を対象として、化学組成や金属組織、強度の特性分布を実験的に詳細評価するとともに、得られた実験データの統計分析に基づく材料劣化モデリング研究に取り組んでいます。

本募集で採用された方には、金属材料物性の統計的データ分析に基づく材料劣化挙動のモデル化に従事頂きます。

応募資格・専門分野

- ・修士または博士課程修了者(新卒・キャリアいずれも可)
- ・金属組織の分析・評価、機械特性評価等の金属工学や応用物理に関する実験研究および金属材料物性の統計的データ分析の素養をお持ちで、材料劣化モデリング研究に

意欲的に取り組んで頂ける方。

応募方法 以下の URL より応募して下さい。

<https://mypage.111.i-web.jp.com/criepi/bosyu/career/search/detail.html?no=14>

応募締切 通年採用(候補が決まり次第、終了)

HP アドレス 会社 HP : <https://criepi.denken.or.jp/>

採用 HP : https://recruit.denken.jp/index_top.html

問合せ先 総務グループ 採用担当

☎ 03-3201-6601(代表)

E-mail: saiyo@criepi.denken.or.jp

掲示板

〈公募類記事〉

無料掲載：募集人員、締切日、問合せのみ掲載。

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

◇東北大学金属材料研究所 原子力材料工学研究部門
 助教 公募◇

公募人員 助教 1名

(東北大学は、男女共同参画を推進しています。

子育て支援の詳細等、男女共同参画の取組については下記 URL をご覧下さい。

URL: <http://www.bureau.tohoku.ac.jp/danjoyo/>)

所属 東北大学金属材料研究所原子力材料工学研究部門

専門分野 原子力・核融合炉等に適用可能な材料科学に関わる研究。所属部門教員と共同して意欲的に取り組んでいただける方であれば、これまでの経験は問わない。

応募資格 博士の学位を有する方、あるいは着任予定時期までに博士の学位を取得見込みの方

着任時期 決定後、できるだけ早い時期

勤務形態 常勤 任期あり 7年(再任審査後最長で3年の更新)

待遇 東北大学の規定による

公募締切 令和4年1月31日(月) 必着

提出書類 (1)履歴書(写真添付)

(2)研究業績リスト((原著論文、国際会議の発表・プロシーディング、著書、特許、競争的資金獲得状況、論文引用度データ等)、論文データベース個人ID(例えば ResearcherID)があればリストの初めに記載)

(3)主要論文別刷3編(コピー可)

(4)これまでの研究概要(2,000字程度)

- (5)着任後の研究計画(2,000字程度)
 (6)推薦書, または照会可能者1~2名の氏名と連絡先

書類送付先 〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1
 東北大学金属材料研究所
 原子力材料工学研究部門 教授 笠田竜太
 ☎ 022-215-2065 FAX 022-215-2066
 E-mail: r-kasada@imr.tohoku.ac.jp

※応募書類の封筒表面には「原子力材料工学研究部門助教応募書類」と朱書きし, 書留にてお送り下さい。

※応募書類の返却は致しません。

※履歴書は本応募の用途に限り使用し, 個人情報とは正当な理由なく第三者へ開示することは一切ありません。

◇物質・材料研究機構 若手国際研究センター
 ICYS リサーチフェロー公募◇

募集人員 ICYS リサーチフェロー 若干名
所 属 若手国際研究センター
専門分野 独自の発想に基づき, NIMS の優れた研究環境のもと独立して様々な材料(量子材料, 電池材料, 磁性材料, 構造材料, データ科学, 有機材料, 生体材料等)の研究に取り組む若手研究者を募集。国内最高ランクの給与と年間200万円の研究費を支給。NIMS 定年制研究員への応募時の優遇措置あり(概ね5割が採用)。
応募資格 博士学位取得後10年以内, または着任までに取得見込みの方
着任時期 2022年8月1日~2023年3月1日
任 期 最長3年(産休・育休制度あり)
提出書類 様式などの詳細は下記 URL をご参照下さい。
<https://www.nims.go.jp/icys/recruitment/>
応募締切 2022年3月31日(木)必着
問合せ先 物質・材料研究機構 ICYS 採用担当
 E-mail: icys-recruit@nims.go.jp

集 会

◇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 宮崎智子
 (mailto: tmiya@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)

東京大学大学院 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

日本金属学会誌掲載論文
Vol. 86, No. 2 (2022)

—論文—

フラッシュ現象を利用した正方晶ジルコニア(8Y-CSZ)の微視き裂の修復

内藤楓貴 森田孝治 寺田大将

—速報論文—

ポーラスアルミニウムとアルミニウム緻密板材の発泡中のプレス加工による接合

大塚 駿 半谷禎彦 三ツ木寛尚 天谷賢児

Materials Transactions 掲載論文
Vol. 63, No. 2 (2022)

—Review—

Structure and Properties of Au-Sn Lead-Free Solders in Electronic Packaging

Xi Wang, Liang Zhang and Mu-lan Li

—Regular Article—

Microstructure of Materials

A New Approximate Solution for Diffusional Growth and Dissolution of Cylindrical Precipitates

Akira Seki and Kotarou Hayashi

Microstructure Control of Continuous Casting Slab of Grain Oriented Silicon Steel

Jiang-bo Li, Bi-rong Deng, Xiu-zhi Yang, Liang Liang, Hai-chuan Wang and Ting Wu

Advanced Mg-Al-Ca Alloys with Combined Properties of High Thermal Conductivity, High Mechanical Strength and Non-Flammability

Yoshihito Kawamura, Kazuki Ougi, Shin-ichi Inoue, Takanori Kiguchi, Makoto Takafuji, Hirotaka Ihara and Donald S. Shih

Precipitation Behavior of Aluminum-Manganese Alloy under Different Heating Methods

Hongkai Zhang, Hao Xiao and Ke Huang

Fabrication of Textured Porous Ti_3SiC_2 by Slip Casting under High Magnetic Field and Microstructural Evolution through High Temperature Deformation

Nana Hashimoto, Ken-ichi Ikeda, Seiji Miura, Koji Morita, Tohru S. Suzuki and Yoshio Sakka

Formation of Particle-Dispersed Nanocomposite and Supersaturated Solid Solution by Mechanical Alloying of Al and Al_2O_3 Powders

Tatsuaki Sakamoto, Tomoharu Mizuka, Shinya Shiga and Hiromichi Takebe

Preferential Dynamic Grain Growth Mechanism Enabling the Control of Microstructure and Texture by High Temperature Deformation: Experimental Evidence and Applicability

Hiroshi Fukutomi, Kazuto Okayasu, Yusuke Onuki, Makoto Hasegawa, Equo Kobayashi, Bohumir Strnadel and Osamu Umezawa

Mechanics of Materials

Double Steady-State Creep Behavior in Solid-Solute-Strengthened Zircaloy-4

Tetsuya Matsunaga, Hiromichi Hongo, Masaaki Tabuchi and Yoko Yamabe-Mitarai

Age-Hardening Behavior in High-Nitrogen Stable Austenitic Stainless Steel

Takuro Masumura, Tatsuya Honda, Kosuke Naridomi, Shohei Uranaka, Toshihiro Tsuchiyama, Goro Miyamoto and Shota Yamasaki

Effect of Residual Stress Distribution on the Formation, Growth and Coalescence of Voids of 27Cr White Cast Iron under Impact Loading

Quyen Hoang Thi Ngoc, Ngoc Tran Vu Diem, Viet Nguyen Hoang, Hai Nguyen Hong, Ha Le Thu and Nam Nguyen Duong

Densification Behavior and Microstructures of the Al-10%Si-0.35Mg Alloy Fabricated by Selective Laser Melting: from Experimental Observation to Machine Learning

Yuta Yanase, Hajime Miyauchi, Hiroaki Matsumoto and Kozo Yokota

Materials Chemistry

Thermodynamics of Oxygen in Molten Nd-Fe-B Alloy for Production of Low-Oxygen Nd-Fe-B Magnet

Ryota Nakazawa, Kosuke Noguchi and Yoshinao Kobayashi

Thermodynamic Property of Oxygen in Nd-Dy-O System for Reduction of Dy Consumption in Nd-Fe-B Magnets

Ryota Nakazawa, Kosuke Noguchi and Yoshinao Kobayashi

Hydrothermal Synthesis of Zn_2GeO_4 and Mn^{2+} Doped Zn_2GeO_4 (ZGO) Nanoparticles with Controlled Luminescent Properties

Nguyen Mai Cao Hoang Phuong Lan, Cao Xuan Thang, Nguyen Duc Trung Kien and Nguyen Viet Tung

Effect of Room Temperature Fine Particle Peening Pretreatment on Grain Refinement of Fe-Cr Alloys by AIH-FPP

Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi and Jun Komotori

Temperature Dependence of Solid-Liquid Interfacial Energy for Pure Metals by Metadynamics-Based Simulations

Kensho Ueno, Satoru Fukuhara and Yasushi Shibuta

Materials Processing

Evaluation of Ejection Force for Die Castings by FEM Thermal Stress Analysis with Elasto-Plastic-Creep Model

Shoji Ueda, Shinji Sannakanishi, Hidetoshi Shiga,
Muhammad Khairi Faiz and Makoto Yoshida

Engineering Materials and Their Applications

Optical, Electrical Properties and Structure of Multilayer Iron-Doped Indium-Tin Oxide Thin Films Sputtered on Preheated Glass Substrates

Makoto Ohtsuka, Ruslan Sergiienko, Svitlana Petrovska and
Takashi Nakamura

Effects of Mechanical Properties of Steels on Dynamic Collapse Behavior of High Strength Steel Hat Columns

Yoshitaka Okitsu, Shusaku Takagi, Yoshikiyo Tamai,
Tadashi Naito, Kaneharu Okuda,
Naoki Takaki and Tomoaki Sugiura

Coining of Pierced Hole with Aid of Scrap

Takashi Yasutomi, Shigeru Yonemura, Tohru Yoshida and
Masaaki Mizumura

Hydrogen Embrittlement Behavior of Pure Ni and Ni-20Cr Alloy with Different Grain Sizes

Naohiro Kobayashi, Motomichi Koyama, Kenji Kobayashi,
Tomohiko Hojo and Eiji Akiyama

—Express Rapid Publication—

Classification of Mechanical Properties of Aluminum Foam by Machine Learning

Yoshihiko Hangai, Kenji Okada, Yuuki Tanaka,
Tsutomu Matsuura, Kenji Amagai, Ryosuke Suzuki and
Nobuaki Nakazawa

Analysis of Hardness Homogeneity in Pure Niobium Subjected to Equal Channel Angular Pressing

Reinan T. F. dos Santos, Thamyres M. Lima and
Wilton W. Batista

High-Temperature Heat-Treatment at 1673 K: Improvement of Pitting Corrosion Resistance at Inclusions of Type 304 Stainless Steel under Applied Stress

Shimpei Tokuda, Izumi Muto,
Yu Sugawara and Nobuyoshi Hara



◎日本金属学会誌では、新規論文の投稿を歓迎しております。

- (1) 投稿・掲載費用が無料,
 - (2) オンラインでの公開後、即時に無料で全文のダウンロードが可能,
 - (3) 公開後2年以内であれば、欧文誌への英訳論文の投稿が可能
- などの利点があります。是非ご検討下さい。



まてりあ第61巻3号 予告

[金属素描] イリジウム

[最近の研究] 歯科臨床で利用される審美修復物

.....岩手医科大学 武本真治

[最近の研究] ロジウムの薄膜化による特異な機能発現と環境触媒への応用

—他—

—編集の都合により変更になる場合がございます—

新 入 会 員

(2021年11月20日～2021年12月20日)

正 員

大谷誠一郎 川崎重工業株式会社 岸村浩明 防衛大学校 山下享介 大阪大学
貝沼僚太郎 三菱商事 RtM ジャパン株式会社 齋藤設雄

学 生 員

浅井琳太郎 新潟大学 尾崎奈保 信州大学 下野祐太 京都大学
阿部泰寛 東北大学 上川洸瑠 東北大学 杉原健太 兵庫県立大学
江幡朋陽 東北大学 亀谷憲嗣 京都工芸繊維大学 豊永哲也 大阪大学
大川諒一郎 名古屋工業大学 菅野友貴 山形大学 中島聡一郎 信州大学
小川紘平 兵庫県立大学 北垣翔 大阪府立大学 林和磨 兵庫県立大学
小川達哉 北海道大学 阪西龍太郎 名古屋工業大学 南野純平 大阪府立大学

外国一般会員

ZHAO LUO 東北大学

外国学生会員

高鍾斌 京都大学 劉建坤 京都大学



書 評

日本の金・銀・銅が世界を変えた～地中の宝を文明の宝に変えた技術とその歴史～

池田大亮 著

昨年の東京オリンピックで使われた金・銀・銅メダルが、日本各地で集められた廃棄家電をリサイクルして得た金32 kg、銀3,500 kg、銅2,200 kg から作られたことはご存知であろう。都市鉱山を利用すれば、日本は立派な資源国であることが証明された。

ところが、日本は古来より、金・銀・銅の「天然資源が豊かな国」であったことを本書は語る。708年に日本で初めて流通した通貨「和同開珎」は、武蔵国秩父で採掘された自然銅から造られたこと、中世には陸奥国で盛んに採取された金を用いて、内外装全て総金箔貼りの中尊寺金色堂が建立されたこと、室町時代から採掘が始まった岩見銀山では当時、世界の銀の3分の1を産出し、計6,000トンが輸出されたことから、日本が金・銀・銅の一大資源国であったことが分かる。

本書はこれらの歴史事実を羅列するだけでなく、なぜ日本で多様な鉱物資源が形成されたか、それらの鉱物に人類(および日本人)がどのように出会い利用したか、近代以前の日本人がいかにより探

鉱、採鉱、選鉱、製錬を行ったかを解説していく。和同開珎を流通させ大仏を建立できるほど、国内で銅が生産できた奈良時代から、一転して平安時代中期から鎌倉時代には、中国の銅銭を輸入して需要に対応せざるをえないほど、国内銅産量が激減する。この理由を、古文書を読み解くほどの著者の豊富な知識と理系的・文系的アプローチで、もの見事に推測していく。さらに、銅の新たな製錬技術が開発されたことにより、室町時代からは銅の輸出が再開できたことを解説する部分は、本書の圧巻であろう。

著者は、趣味の鉱物採集と史跡・博物館巡りが高じて本書を執筆した旨を記すが、本書の内容は金属学だけでなく、歴史学、地政学、地学、地球化学、植物学、経済学…様々な学問を駆使した研究論文と言える。著者の本職での経験に基づく「電気銅のよもやま話」も、「まてりあ」読者に大いに参考になる。

(物質・材料研究機構 構造材料研究拠点 戸田佳明)
[2021年 B6 版 アグネ承風社サイエンス 114頁 2000円+税]

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)(1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 |
| 21 | 第7回 初心者にもわかる信頼性工学入門セミナー(Web開催) | 日本材料学会 | TEL 075-761-5321 jimuj@office.jsms.jp http://sinrai.jsms.jp/ | |
| 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 | | | | |
| 3 | ウィンタースクール「トポロジー最適化の基礎～積層造形によるものづくりへの応用～」(Web開催) | 日本計算工学会 | TEL 03-3868-8957 office@jcses.org https://www.jcses.org/ | 2.18 |
| 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 jimuj@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://mlfinfo.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)(本号124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(オンライン開催)(本号115頁) | 日本金属学会 | TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp | 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 | |
| 29 | キンク研究会 2022年度研究会「ミルフィーク構造物質のキンク強化: 実験と理論の両面からのアプローチ」(Web開催) | 研究会 No. 75 キンク研究会 | fujii.t.af@m.titech.ac.jp | 3.22 |
| 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 |
| 11～13 | 日本顕微鏡学会第78回学術講演会(郡山+Web開催) | 日本顕微鏡学会 | TEL 03-6457-5156 jsm-post@microscopy.or.jp http://conference.wdc-jp.com/microscopy/conf2022/index.html | |
| 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/ | |

| 開催日 | 名称・開催地・掲載号 | 主催 | 問合せ先 | 締切 |
|-----------------|--|---------------------------|---|----|
| 2022年8月 | | | | |
| 3～6 | ICYRAM2022(福岡) | MRS-Japan | TEL 092-802-2755 mtanaka@chem-eng.kyushu-u.ac.jp https://icyram2022.wixsite.com/official-site | |
| 2022年9月 | | | | |
| 4～8 | 第18回アルミニウム合金国際会議(ICA18)(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 | |

～2022年度の会費お払込について～

2022年度の会費お払込のお手続きはお済みでしょうか。会員の皆様には、既にお手続きのご案内をお送りいたしておりますが、お手続きが未だの方は、ご対応をお願いいたします。

尚、本会ホームページの[会員専用ページ](#)からは支払いの確認や、クレジットカード決済などができます。また、ご連絡先住所の変更もこのページからできますのでご利用下さい。

[JIM ホームページ](#)

入会・会員 → [会員マイページ](#) → ID & パスワード入力 → 会費決済 or 各種変更届手続きへ



2021, 2022年度会報編集委員会 (五十音順, 敬称略)

| | | | | | | |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 委員長 | 竹田 修 | | | | | |
| 副委員長 | 田中 秀明 | | | | | |
| 委員 | 池尾直子 | 石川史太郎 | 井田駿太郎 | 植木 洸輔 | 宇部 卓司 | 大塚 誠 |
| | 大野直子 | 岡田周祐 | 川西 咲子 | 木口賢紀 | 北村一浩 | 國枝知徳 |
| | 小嶋隆幸 | 小島淳平 | 小柳 禎彦 | 小山元道 | 齊藤雄太 | 近藤亮太 |
| | 齊藤信雄 | 篠原百合 | 佐々木秀顕 | 佐藤豊人 | 芹澤 愛 | 鈴木賢紀 |
| | 鈴木真由美 | 田辺 栄司 | 高島克利 | 高山直樹 | 堤 祐介 | 趙 研 |
| | 塚田 祐貴 | 寺本武司 | 圓谷貴夫 | 寺西 亮 | 轟 直人 | 土井康太郎 |
| | 徳永透子 | 長岡 亨 | 豊木研太郎 | 永井 崇 | 長谷川 誠 | 永瀬丈嗣 |
| | 袴田昌高 | 本間智之 | 春本高志 | 藤井 進 | 松本洋明 | 松浦昌志 |
| | 松垣あいら | 宮崎秀俊 | 眞山 剛 | 三井好古 | 諸岡 聡 | 宮部さやか |
| | 盛田元彰 | 山本剛久 | 山崎由勝 | 山中謙太 | 吉年規治 | 山本知一 |
| | 横井達矢 | 李 誠鎬 | | | | |

まてりあ 第61巻 第2号(2022) 発行日 2022年2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

ボールミルといえば、レッチェ 全13種類

レッチェでは掲載製品のほかに多数のボールミルを取り扱っております。必要な容量や粒度に合わせてお選びいただけます。



www.retsch.jp

温度重視



冷却も加熱もできる
レッチェ ミキサーミル MM500 コントロール

-100℃ ~ 100℃の温度コントロール

▶ 粉砕ジャーのサイズ：50 ml ~ 125 ml

パワー重視



ミキサーミル最大級 35Hzの粉砕力
レッチェ ミキサーミル MM500 NANO

長時間粉砕（最長 99 時間）にも対応しメカノケミストリー、メカノケミカルなどの反応系の用途に最適

▶ 粉砕ジャーのサイズ：50 ml ~ 125 ml

処理量（少）重視



複数サンプル同時粉砕
レッチェ ミキサーミル MM500 VARIO

* 2 個架けタイプの MM400/200 もございます

粉砕ジャーを最大 6 個同時にセット。生体試料や細胞破壊にも適しています。

▶ 粉砕ジャーのサイズ：1.5 ml ~ 50 ml

温度重視



凍結粉砕に特化
レッチェ 凍結粉砕機 クライオミル

液体窒素で常に -196℃の凍結粉砕

▶ 粉砕ジャーのサイズ：5 ml ~ 50 ml

パワー重視

温度重視



メカニカルアロイングやナノレベルの微粉砕に最適
レッチェ 高エネルギーボールミル Emax

水冷式クーリングシステムの採用で、試料の過熱を防ぎながら、強力なエネルギーで連続的に粉砕。

▶ 粉砕ジャーのサイズ：50 ml ~ 125 ml

処理量（中〜多）重視



ボールミルのクラシック
レッチェ 遊星ボールミル PM 100

* 2 個架け PM200、4 個架け PM400 もございます

公転と自転を組み合わせた遠心力で、従来のボールミルでは実現不可能な強力な粉砕力

▶ 粉砕ジャーのサイズ：12 ml ~ 500 ml

切断・埋込・研磨 / ポリッシング・硬さ試験機のことなら



自動研磨機

Qポル XL

www.qatm.jp

Qポル XL は、Φ 300 ~ 350 mm の作業ホイールを使用できる堅牢な自動研磨およびポリッシング装置です。特に大型サンプルの研磨・ポリッシング作業に適した構造および機能が充実しています。

本体イメージ



特長

- Φ 300 ~ 350mm 作業ホイールの使用が可能なパワフルな行動
- ステンレス鋼で保護された作業領域
- 正確で効率の良い作業を可能にする研削量測定システム
- プロセス中に左右に往復移動可能なポリッシング・ヘッド
- 最適な研磨剤供給システムの構築が可能なモジュール方式
 - ・マグネチック・スターラー
 - ・研磨液量監視
- 大型サンプルに対応できる広範囲の荷重 (50 ~ 750N)
- プロセスの効率化を推進する自動サンプル洗浄システム (オプション)
- 研磨剤を均一に供給する可動式供給アーム
- 自動で開閉する安全フード
- 作業ホイールの汚れを低減させるスピン・サイクル機能
- 装置の状況をモニタリングできるシグナル・タワー (オプション)
- 管理が容易な循環冷却システム / 沈殿槽 (オプション)
- 作業領域内の清掃を容易にするスパイラル式洗浄ホース

仕様

| | |
|----------|--------------------------------------|
| 作業ホイール寸法 | Φ 300~350mm |
| 作業ホイール数 | 1 面 |
| 回転速度 | 作業ホイール：50~600rpm ポリッシングヘッド：50~350rpm |
| 回転方向 | 反時計方向 (ポリッシングヘッドのみ時計方向可) |
| 荷重 | 中央荷重：20~400N |

| | |
|-----------------|----------------------------------|
| サンプルホルダー (数) | Ø159 - 204 mm |
| 研磨剤自動供給 (オプション) | 4- ダイヤモンド懸濁液、1- 潤滑剤、1- 酸化物研磨剤 |
| 電源 | 三相 220-240V / 50/60Hz 接続ロード：6kVA |
| 寸法 (W)x(D)x(H) | 901x710x265mm |
| 重量 | ~ 420kg |



ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社

東京本社 〒160-0022 東京都新宿区新宿5-8-8
TEL:03-5367-2651 FAX:03-5367-2652
info@verder-scientific.co.jp

大阪営業所：〒559-0031 大阪市住之江区南港東8丁目2番52号
TEL：06-6655-0003 Fax：06-6629-8080

名古屋営業所：〒460-0003 愛知県名古屋市中区錦2-9-14 伏見スクエアビル5F
TEL：03-5367-2651 (東京本社) Fax：03-5367-2652 (東京本社)

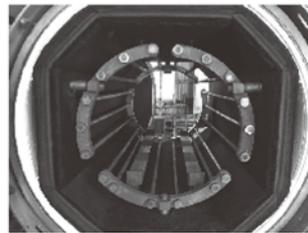
名古屋営業所へのQATM製品に関するお問い合わせは：
090-9002-5421 (名古屋営業所 所長 赤星)

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

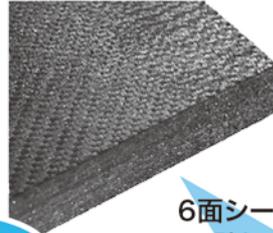
高温真空炉



カーボンヒーター



シール



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



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

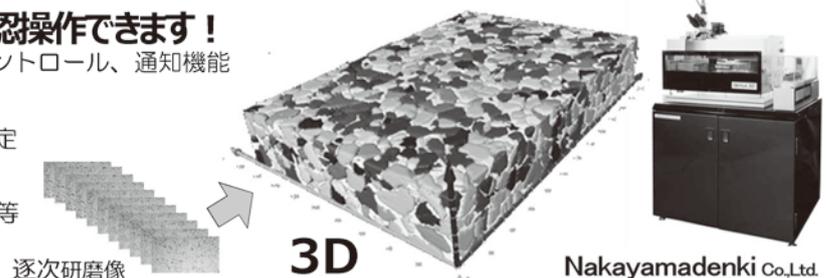
新搭載！設定条件ライブラリー

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



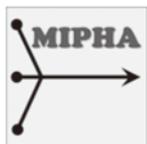
逐次研磨像

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

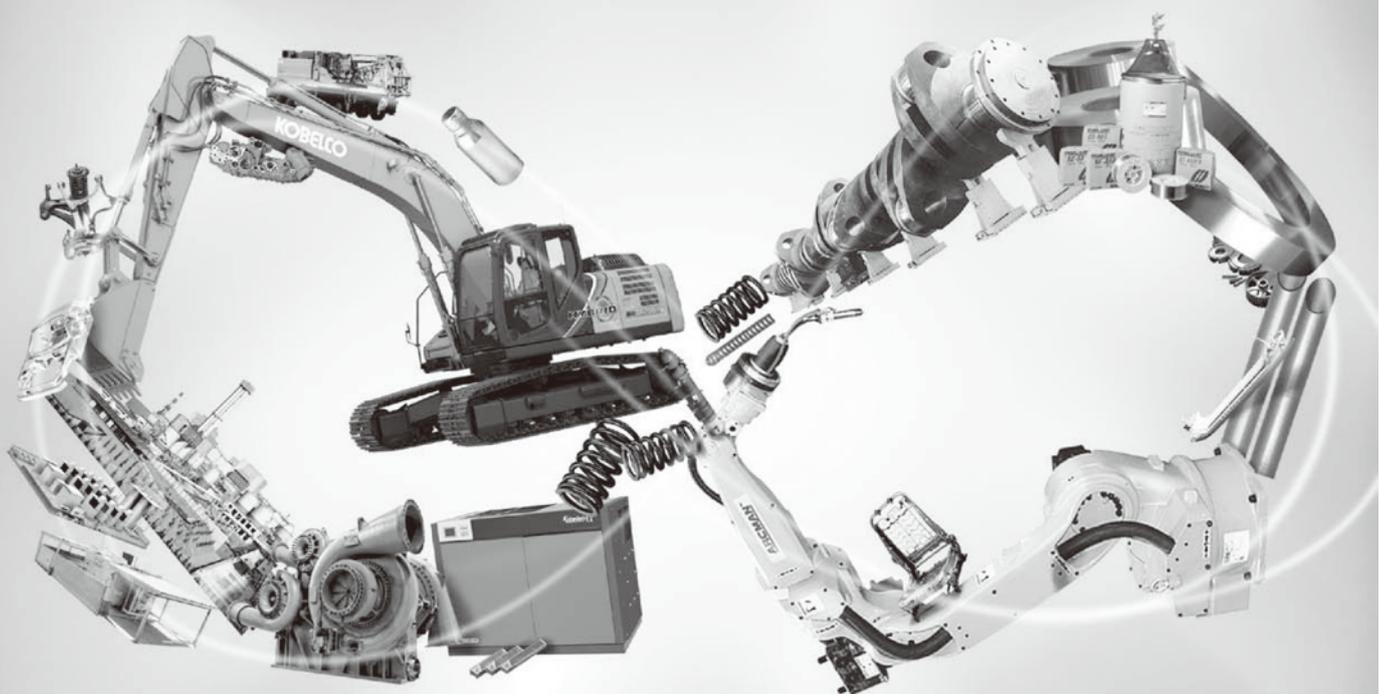
大阪府吹田市広芝町7-26

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

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

営業窓口 : 池内 ikeuchi@shinkouseiki.co.jp

領域を超えると、
可能性は無限大。



乗り物の軽量化。工場の省エネ化。水素ビジネスの推進。電力の安定供給。
人々の暮らしを支え、社会の課題に挑んできた私たちの独創的な「技術力」は、
幅広い事業分野それぞれが持つ、知見を掛け合わせることで磨かれてきました。
これからも、複合経営ならではの領域を超えた開発力を活かし、
「技術」の無限の可能性に挑んでいきます。

「素材」「機械」「電力」で、未来を切りひらく。

KOBELCO
神戸製鋼グループ