

TEM-CT を活用した鉄鋼材料の三次元組織解析法の確立

研究代表者	九州大学 大学院総合理工学研究院	波多 聰
研究分担者	バージニア工科大学 材料工学科	村山 光宏
研究分担者	東北大学 金属材料研究所	佐藤 和久

1. 緒言

材料の組織をより定量的に解析し、材料特性との関係付けや新しい組織学的知見の獲得を目指す試みとして、各種顕微鏡法による三次元観察の取り組みが盛んである。観察対象は、原子クラスターからバルク体まで様々なスケールに及んでいる。特に、本研究で採り上げる透過電子顕微鏡法 (transmission electron microscopy: TEM) は原子レベルから数十 μm オーダーまでのスケールをカバーし、形態だけでなく結晶構造や化学組成など、様々な組織・構造情報を同一視野から取得できる強みがある。

TEM による三次元観察法として、従来ステレオ観察が行われてきたが、近年、より定量性を求めて電子線トモグラフィー (electron tomography) とその関連技術が大きく進展しつつある。これは、X線断層撮影法 (computed tomography: CT) の原理を TEM に適用したものであり、電子線トモグラフィーとは一般に TEM-CT のことを指す。TEM-CT では、TEM 内で試料を連続的に傾斜させることにより、試料に対して種々の入射方向から TEM (投影) 画像を撮影し、連続傾斜像を得る。続いて、逆投影法などのアルゴリズムを用いて連続傾斜像を数値処理することにより、三次元構造を再構築する。TEM-CT 技術の進展に伴い、ナノ粒子における原子配列や三次元形状[1-3]、結晶材料中の析出物の三次元形態[4-6]や転位の立体配置[7-10]など、通常の TEM で観察できる対象物の多くにおいて、その三次元構造の観察が可能となってきた。

しかし、現在までのところ、TEM-CT を鉄鋼材料の組織解析に適用する試みは極めて限定的である。オーステナイト系を除く鉄鋼材料は常温において強磁性体であり、薄片化した TEM 試料においても、鉄の強磁性に起因して像のボケ、電子ビームの飛び (偏向) や薄膜試料のたわみ・変形など、TEM 観察時に種々な困難を引き起こす。更に、TEM-CT では、試料を TEM 内で一軸傾斜しつつ多くの連続傾斜像を撮影しなければならないが、対物レンズの磁場中で強磁性体試料を傾斜させることは上述の問題をさらに増大させることにもなり、通常の像観察法では質の高い三次元画像は得られない。観察視野の広さを犠牲にして、集束イオンビーム加工法で数十 μm サイズの試料を切り出すこと、すなわち、強磁性体試料の体積を減じることは上記の強磁性に起因した問題点を低減するには有効であるものの、それでも試料傾斜角度が正から負に移る際に試料傾斜軸が偏倚するなど、強磁性に起因した問題の本質的解決には至っていない。

そこで本研究では、実際の構造鉄鋼材料の組織と力学特性との因果関係を理解する上で、十分な統計的信頼性を得られると考えられる数 $100 \mu\text{m}^2$ 以上の観察視野を有する試料を用いて、TEM-CT 観察を可能ならしめる実験条件を探索することを目的とした。本研究では、通常とは異なる観察モードでの TEM-CT 観察、具体的には試料直近の対物レンズを用いない、すなわち、試料にレンズ磁場が印加されないようにレンズ系を調整した観察モードを選択し、強磁性を有する鉄鋼材料における析出物および転位の TEM-CT 観察を実施した。更に、その後の三次元再構成では、新しい計算アルゴリズムも試行して、鉄鋼 (磁性) 材料のための TEM-CT 技術を総合的に整

備することを目指した。

2. 実験方法

2.1. 試料

以下に示す数種類の鉄合金を用いた。いずれも室温で強磁性体である。

- 9Cr フェライト系耐熱鋼 ($M_{23}C_6$ 炭化物をマルテンサイトラス境界部に有している)
ー機械研磨の後、ツインジェット電解研磨を用いて薄片化
- Fe-2 mass% Cu 合金 (5%加工材)
ー集束イオンビーム (FIB) 加工によるマイクロサンプリング (30 kV Ga^{2+} イオン、試料面積約 $15 \times 10 \mu m^2$) の後、低加速電圧イオン研磨 (Ar イオンビーム加速電圧 300 V) にて試料表面のダメージ層を除去
ー機械研磨の後、ツインジェット電解研磨を用いて薄片化、イオン研磨にて表面仕上げ
- Fe-V-C 合金 (5%加工材)
ーFIB マイクロサンプリング (30 kV Ga^{2+} イオン、試料面積約 $15 \times 10 \mu m^2$) の後、低加速電圧イオン研磨 (300 V) にて試料表面のダメージ層を除去
ー機械研磨の後、ツインジェット電解研磨を用いて薄片化、イオン研磨にて表面仕上げ

2.2. 電子顕微鏡

以下の三種類の TEM を用いた。同一メーカーの装置を揃えることで、観察条件の影響を議論し易くした。

- FEI TECNAI F20 (加速電圧 200 kV、二段集束レンズ系、高傾斜三軸試料ホルダー) : 九州大学
- FEI TITAN 80-300 (80-300 kV、三段集束レンズ系、高傾斜三軸試料ホルダー、結像系 (TEM) 収差補正) : 東北大学
- FEI TITAN 80-300 (80-300 kV、三段集束レンズ系、極小集束レンズ絞り) : バージニア工科大学

いずれの装置も走査透過電子顕微鏡 (STEM) 観察が行える。また、通常の TEM/STEM モードに加えて、対物レンズを用いない結像方法として、低倍率モード Low-Mag (LM)-STEM、LM-TEM および TEM ローレンツモードの選択が可能である。磁性材料中の転位や析出物を観察対象とする本研究では、特に低倍率モードの有効性に注目した。観察条件の詳細については、結果と考察の箇所述べている。

2.3. CT 観察

CT 観察は、連続傾斜像観察と三次元画像再構成の二つのステップに分けられる。今回は、観察対象が磁性体であるために、信頼できる三次元画像再構成を得るために不可欠な投影要件[4]、すなわち像強度と観察対象の厚みや質量の間に成り立つべき単調関数の関係が、撮影した連続傾斜像の中で大きく破綻してしまう可能性がある。そのため、本研究では連続傾斜像の撮影には自動撮影ソフトを用いずに、撮像ごとに観察条件 (電子線入射方向や回折条件) の変化を修正しつつ、手動で行った。投影要件を著しく逸脱した像コントラストの画像を連続傾斜像から除いた後に、

重みつき逆投影法 (Weighted back projection: WBP) [3, 4, 11, 12]、逐次反復再構成法 (simultaneous iterative reconstruction technique: SIRT) [3, 12, 13]あるいは圧縮センシング法 (compressive sensing: CS) [14]を適用した。

3. 結果と考察

試料直近の対物レンズ (図 1 参照) を用いない TEM-CT 観察を鉄鋼材料に応用する利点であるが、この方法では試料と電子顕微鏡のレンズによる磁場干渉を無視できるため、磁性体試料でも体積を減らす手間が省け、前述した実験上の困難さを回避できる可能性が高い。一方、対物レンズ系を用いない分、像分解能が低下する。本研究で用いた装置 (FEI Tecnai F20 および Titan 80-300) を例にとると、対物レンズ非使用時の公称分解能は TEM で 2.0 nm、STEM で 10 nm 以下である。しかし、析出物や転位の空間的配置および数密度の定量解析の場合、超高分解能は必ずしも必要ではなく、上述の分解能は決して悪い値ではない。

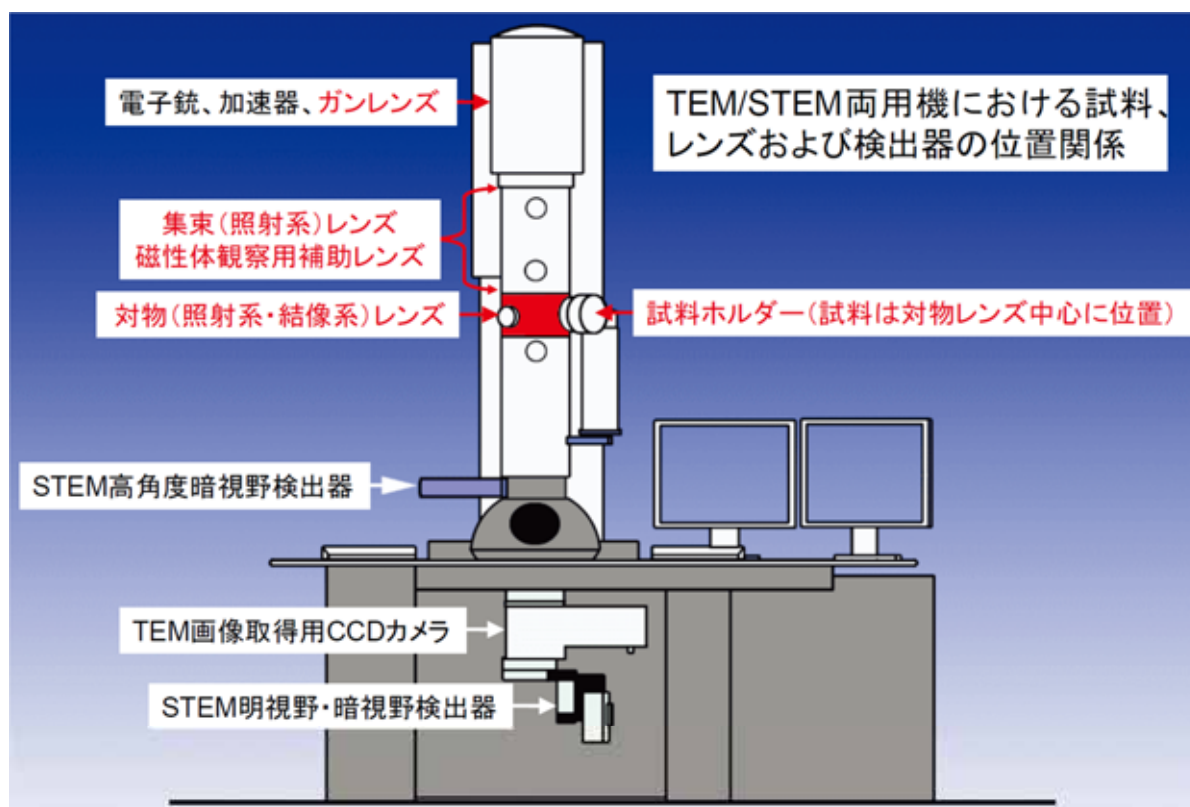


図 1. 一般的な TEM/STEM における試料、レンズおよび検出器の位置関係。

以下、磁性体の TEM-CT 観察に必要な、または我々の使用しうる装置構成の中で適した観察条件を述べる。次に、このような条件を満たした状態で、実際に析出物や転位を三次元観察した結果を示す。

3.1. 磁性体の TEM-CT 観察に最適な試料形状

FIB マイクロサンプリング試料の作製では通常、バルク材料から 10 μm サイズの直方体形状薄片を切り出し、 Ga^{2+} イオンビームを用いて薄片の片側の任意の領域 (通常は長手方向の中心部)

が電子線を透過する厚みになるまで加工を行う。したがって、得られる薄片試料は楔状であり、加工条件によっては、数～数十 μm 四方の電子線が透過する部位（観察可能領域）でも連続的に試料厚みに変化が生じる。即ち、試料は全体として体積が非常に小さいものの、長手方向、奥行き方向および厚さ方向について非対称的である。

一方、電解研磨試料の作製では通常、バルク材料から機械加工により直径 3 mm、厚さ 50 μm 程度の円板状試料を作製し、中心部を電子線が透過する厚みになるまで電解研磨によって薄片化する。このような電解研磨試料では、試料体積が FIB マイクロサンプリング試料に比べて大きく、試料全体での磁化は体積に比例するため、強磁性材料の観察には不利とされてきた。しかしながら、電解研磨条件を最適化することで、観察可能領域を FIB マイクロサンプリング試料より広く、かつ均一な厚みに仕上げるができる。特に比較的低倍での観察を行う場合、電子線が照射している領域全体を均一形状にするには電解研磨法が有利である。電子線照射領域が全体として対称な形状である場合、試料全体の体積が大きくても、電子線と強磁性体試料の相互作用が連続傾斜像取得に及ぼす影響を実験上問題ない程度まで低減できる。

Robertson のグループ[15]は、電解研磨試料を作製後、FIB マイクロサンプリング法を用いて観察可能領域の一部を切り出し、これを用いて連続傾斜像を取得することで、特定の回折条件を保ちながら転位組織の連続傾斜像を撮像することに成功している。この実験は非磁性のオーステナイト鋼を用いて行われており、一軸傾斜において特定の回折条件を保つことを目的としているため、強磁性材料でも像質や撮像条件の向上に有効かについては検討されていない。Robertson らの方法は、既に電子線が透過する程度まで薄くした試料を二次加工するという点で、電解研磨試料の外周を切り取って試料の体積を小さくする手法と共通するものがある。加工による薄片試料の損傷や追加工による塑性変形を防ぐ点からは、彼らの方法は機械加工より有効と考えられるが、時間とコストの点からは不利といえる。このような追加工については時間と費用の観点から今回検討しなかったが、将来的に有効性を確認する必要があると考えている。

3.2. 観察モード

材料組織解析に通常用いるタイプの装置においては、次の三つのモードが選択できる。

- 通常モード HM-STEM または HM-TEM 対物レンズ ON
- 低倍率モード LM-STEM または HM-TEM 対物レンズ OFF
- TEM ローレンツモード 対物レンズ OFF

もちろん、これら以外にも全てのレンズを個々に設定することにより様々なモード設定が可能であるが、通常そのようなレンズプログラムはメーカーから支給されないため、汎用の電子顕微鏡を用いた材料組織解析という点から応用が容易な手法とは言えなくなる。そこで本研究では、対物レンズの励磁をほぼ 0 にしたまま観察を行うためのレンズプログラミングが既に行われている LM-STEM および TEM ローレンツモードを用いて、対物レンズと試料の磁場干渉の影響を低減できるか、また、組織解析に有効な程度の空間分解能で観察が可能であるかを試みた。

3.2.1. LM-STEM モード

LM-STEM モードの利点について述べる。一般に、STEM の電子線収束角 (α)、電子線の波長 (λ) および対物レンズの球面収差 (C_s) に基づいて STEM の最適な電子プローブ収束角が決まる。

今回用いた FEI Tecnai F20 および TITAN 80-300 はいずれも Super Twin (ST) タイプの対物レンズを使用しており $C_s=1.2$ mm である。電子線の波長は $\lambda=0.00251$ nm (200 kV)、 0.00197 nm (300 kV) である。通常の STEM では電子線収束角 $\alpha=9$ -10 mrad 程度となる。一方、LM-STEM モードで極小径の第二コンデンサー絞りをを用いた場合、 $\alpha=0.2$ mrad 程度まで小さくすることができ、この場合には直径数 nm でほぼ平行な電子プローブを使った STEM 観察ができる (parallel-beam STEM)。この parallel-beam STEM モードでは、通常モードの STEM 像に比べて被写界深度が 10 倍以上の像が観察できる。これによって、連続傾斜像を取得する際に、特に高傾斜角において傾斜軸直行方向で像のフォーカスがずれることを防止できると考えられる。

次に、LM-STEM モードでの観察条件について述べる。電子線の透過能は加速電圧の平方根に比例することから、加速電圧 200 kV と 300 kV では透過能に 20% 程度の差が見られることになる。また、収束角と対物レンズの球面収差係数を固定した場合、STEM モードでの分解能は 300 kV の方が 200 kV よりも 20% 程度高いと予想される。今回の観察ではこれに加えて、FEI Tecnai F20 が二段集束レンズ (STEM 像の焦点を C2 レンズで合わせる) に対して、TITAN 80-300 は三段集束レンズ (STEM 像の焦点を C3 レンズで合わせる) という集束レンズ系の構成に違いがあった。図 2 に示すように、TITAN 80-300 による LM-STEM 像は、Tecnai F20 の LM-STEM 像に比べて像コントラストおよび分解能が高いと言えるが、この差が加速電圧による透過能と分解能のどちらが主因となって生じたのか区別できなかった。ただし、一般的には加速電圧が高いと対物レンズの磁場が高くなることから、300 kV は強磁性を持つ構造用鉄鋼材料の観察には不適當ではないかと予想されるが、対物レンズを用いない LM-STEM では、300 kV の方が適していると結論できる。

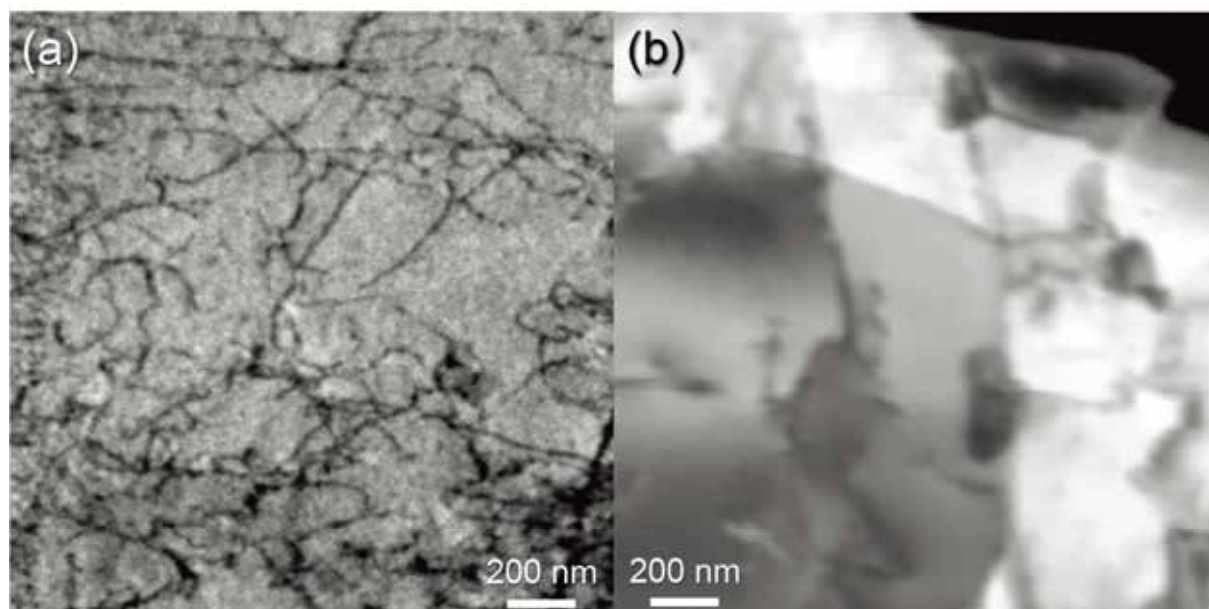


図 2. (a) 加速電圧 300 kV (FEI TITAN 80-300) で撮影した Fe-V-C 合金の LM-STEM 明視野像, (b) 加速電圧 200 kV (FEI TECNAI F20) で撮影した 9Cr フェライト系耐熱鋼の LM-STEM 暗視野像. いずれの像でも、転位と析出物の相互作用が観察されている.

3.2.2. LM-STEM モードでの CT 観察

本研究では、FIB マイクロサンプリング試料と電解研磨試料を用いて、比較的低倍率（直接倍

率 2 万倍程度) で連続傾斜 LM-STEM 像を取得した。傾斜角度を変化させた時点で電子顕微鏡像のコントラストが変化したり、像にぼけが生じたりした場合には、その角度前後における電子線および試料の位置・状態を精査することで、以下のような結果を得た。

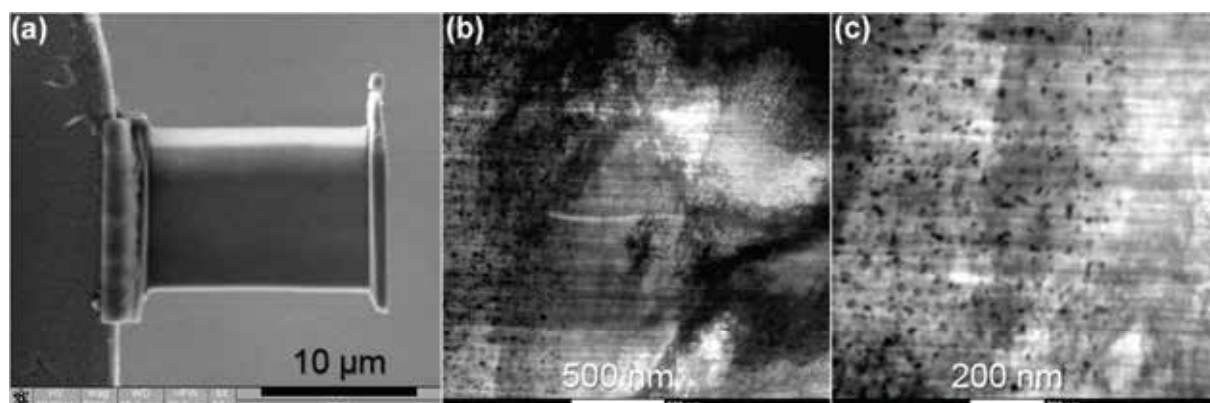


図 3. (a) Fe-2 mass% Cu 合金 5%加工材の FIB マイクロサンプリング試料の全体像 (Ga^{2+} イオンによる薄片化終了後), (b) LM-STEM 像 (ジェントルミルによる表面ダメージ層除去後), (c) (b) の拡大像.

図 3 に、Fe-2 mass% Cu 合金 5%加工材から FIB を用いて作製した試料片と LM-STEM 観察結果を示す。まず、図 3 (a)は Ga^{2+} イオンによる薄片化終了後の FIB マイクロサンプリング試料の全体像である。試料面積は約 $15 \times 10 \mu\text{m}^2$ であり、この後、ジェントルミルを用いて更なる薄片化と表面ダメージ層の除去を行った。その結果、数ミクロン四方位程度の平坦な視野が得られ、図 3 (b)に示すような組織が観察された。像中の左側に析出物による暗い粒子状のコントラストが見られ、この部分の拡大像を図 3 (c)に示す。粒径 10-20 nm サイズの析出物が分布している様子が明瞭に観察できる。EDS 分析の結果、これら析出物からは Cu が検出された。しかしながら、FIB 加工に起因した線状のコントラストが像全面に現れており、ジェントルミルを用いてもこれら試料表面の凹凸が残存していることがわかる。

一方、電解研磨を用いて薄片化した場合、このような線状の凹凸コントラストは現れない。図 4 に LM-STEM モードにて観察した連続傾斜像の例を示す。このとき、ST レンズを搭載した TITAN を用いて、集束レンズ絞り (C2) 径 50 μm 、プローブ収束角 0.35 mrad、カメラ長 9.1 m の条件にて、HAADF 検出器により暗視野像観察を行った。図 4 を見ると、傾斜の途中で像コントラストの反転が生じていることがわかる。例えば、傾斜角 0° 、 -5° 、 -10° の像において、暗視野、明視野、暗視野と、像コントラストが交互に変化しており、同時に真空部分のコントラストも変化している。このような試料傾斜に伴う一見不可解な像コントラストの変化は、試料傾斜角度に依存した STEM プローブの偏向に起因することが判明した。蛍光板上でプローブを観察しながら試料を傾斜させると、プローブ位置が図 5 の模式図に示すように直線的に偏向する様子が観察された。すなわち、強磁性体試料をポールピース内で傾斜することにより、空間的な試料位置変化が生じ、このとき電子線がローレンツ力を受けて偏向されるものと考えられる。プローブが円環状検出器に達すると、明視野像が現れ、検出器よりも遠方に移動すると再び暗視野像が現れることになる。実際、プローブの移動量は傾斜角に依存し、プローブの軌跡には再現性が見られた。本観察モー

ドでは対物レンズ磁場の励磁は 4.2%であり、磁場強度約 1,000 Oe 程度に相当する。

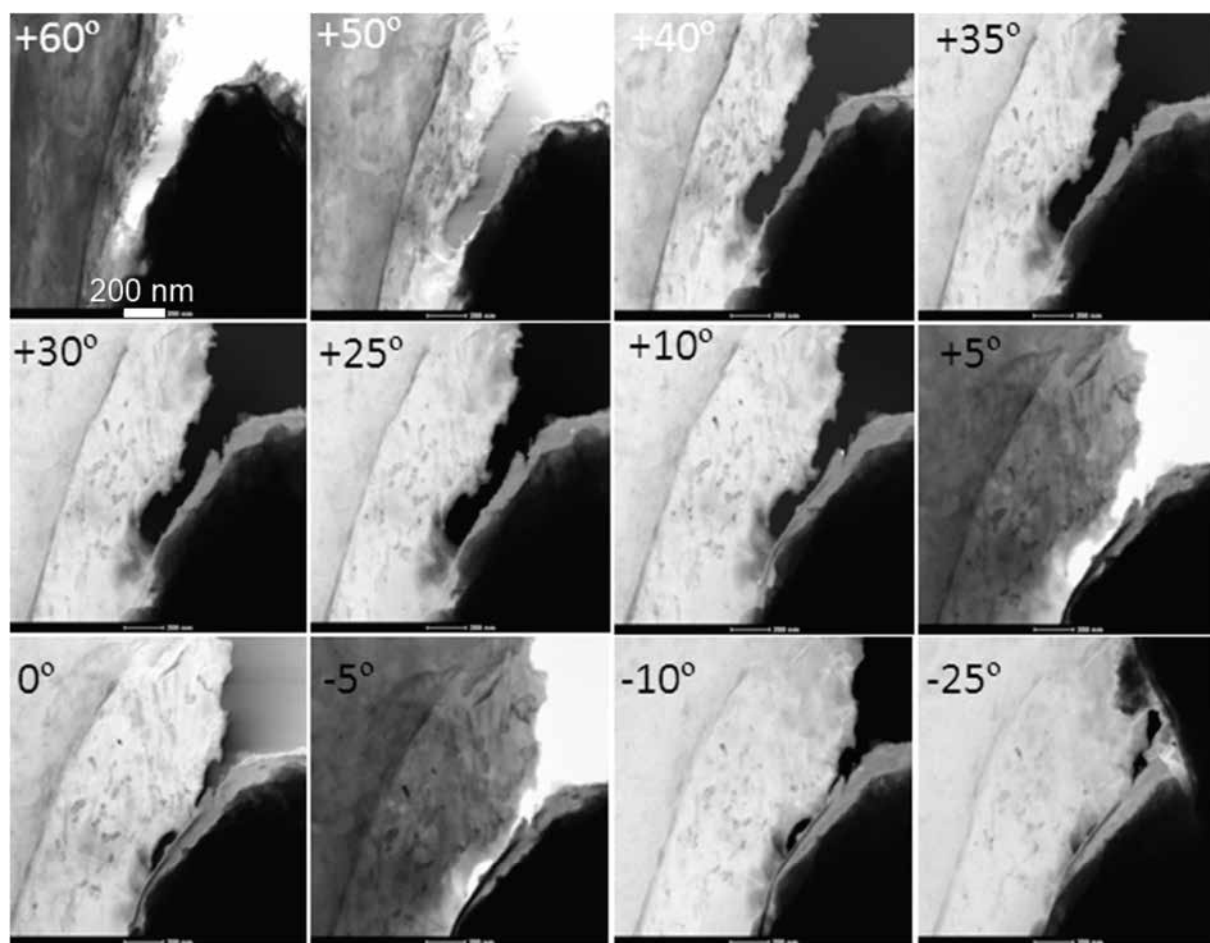


図 4．電解研磨にて薄片化した Fe-2 mass% Cu 合金試料の連続傾斜像（抜粋）．

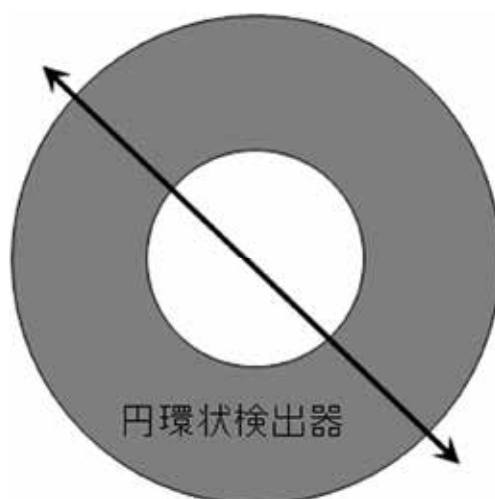


図 5．STEM プローブのローレンツ力による偏向を表す模式図．実線はプローブの軌跡を表す．プローブが円環状検出器の検出範囲に位置する場合，明視野像が現れる．

同様に、Fe-V-C 合金についても、電解研磨を用いて試料作製を行い、広範な平坦領域を有

する試料を得た。その例を図 6 に示す。LM-STEM 観察条件は、集束レンズ絞り (C2) 径 $50\text{ }\mu\text{m}$ 、プローブ収束角 0.2 mrad 、カメラ長 9.1 m である。FIB 試料で観察された線状のコントラストや試料の極端な凹凸は見られない。析出物による粒子状のコントラストが明瞭に観察できる。LM-STEM-EDS マッピングの結果、これら析出物の領域から V が観察された。

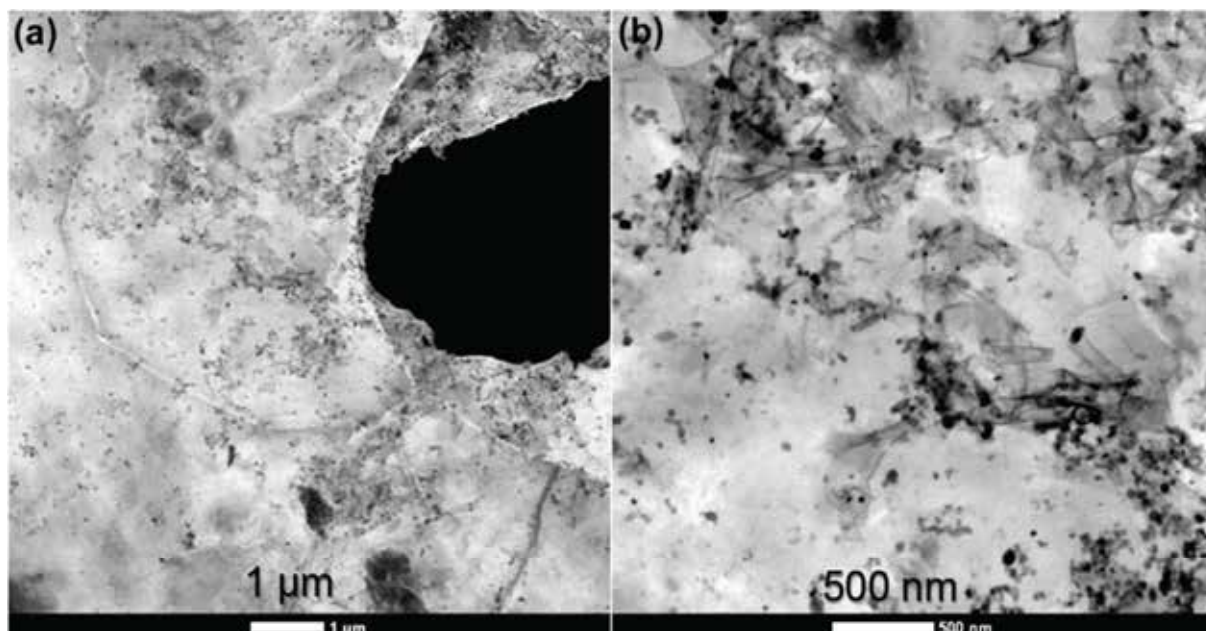


図 6．電解研磨により作製した Fe-V-C 合金組織の LM-STEM 像．粒子状の析出物が観察される．

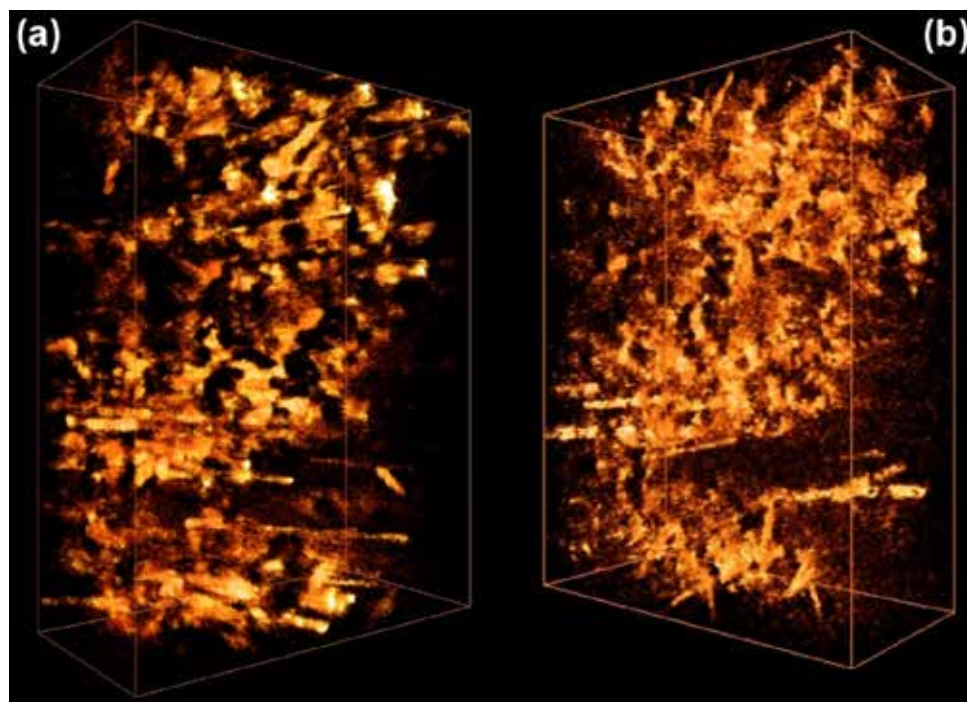


図 7．Fe-V-C 合金組織の三次元再構築結果．(a) SIRT, (b) WBP. 再構築領域の大きさは $1407\text{ nm} \times 1848\text{ nm} \times 693\text{ nm}$ でピクセルサイズは 5.25 nm .

続いて、LM-STEM モードで高角度環状暗視野（HAADF）検出器を用いて連続傾斜像の観察を行ったところ、図 4 と同様に特定の傾斜角において明視野像が観察された。そこで、このようなコントラストが反転した画像を除去し、傾斜軸調整の後、三次元再構築を行ったところ、図 7 に示すような結果が得られた。図 7 (a) は SIRT による再構築結果、(b) は WBP による再構築結果である。これら再構築には、傾斜角 -52° から $+58^{\circ}$ まで合計 52 枚の画像を用いた。再構築画像から VC 析出物の空間分布の様子がわかる。しかしながら、連続傾斜像の観察時にプローブがローレンツ力で偏向を受けた結果、結像に用いた電子の散乱角が一定ではなく、傾斜角度に依存して連続的に変化している。したがって、トモグラフィーの前提である投影要件を厳密には満たしておらず、再構築結果の解釈はあくまで定性的なものに留まると考えられる。この点に関する詳細な解析は今後の課題である。

3.2.3. LM-TEM ローレンツモード

通常 LM-TEM モードでの最高倍率は高々 1500 倍程度であり、鉄鋼材料中の炭化物などの析出物を観察するに十分な空間分解能は有していない。しかし、TEM ローレンツモードでは、対物レンズの代わりにローレンツレンズを用いることで最高倍率 8 万倍程度を達成している。ローレンツモードは強磁性材料の磁区観察を行うことを目的としているため、試料に磁場を印加しない（対物レンズの磁場を 0 にする）ことが可能である。したがって、ローレンツモードを使い、なおかつ TEM 球面収差補正を用いることができれば、数 nm サイズの析出物観察などが可能となると考えた。ローレンツ電顕法には、約 1 mm 程度の非常に大きなディフォーカスを利用して磁気コントラスト観察を行うフレネル法と、磁気による回折波の分離を絞りにより選択して磁気コントラストを暗視野像として観察するフーコー法がある。我々の目的は磁気コントラストの観察ではなく、むしろ対物レンズ磁場を限りなく小さくした条件下で微細な析出物や転位を観察することが主目的であり、この場合、正焦点位置近傍で暗視野像を観察するフーコー法の利用が最適である。このとき、通常の TEM 暗視野法における対物絞りに代わり制限視野絞りをを用いて暗視野像観察を行う、本研究では、実際にフレネル法によるローレンツ像の観察は支障なく実施できたが、フーコー法は種々の問題により実施できなかった。特に軸調整に困難をきたし、この原因は試料を透過する際にローレンツ力で傾いた電子線を補正コイルでセンタリングできないことに起因すると推察しているが、詳細は不明である。結論として、暗視野像観察（転位など）を標準のローレンツ TEM（LM-TEM）または収差補正ローレンツ TEM モードで行うことは現時点では困難であると言える。

3.2.4. 析出物と転位の CT 観察に最適な観察条件

図 7 に示したように、LM-STEM モードでの CT 観察では、析出物の空間位置の可視化については数 nm 以上のものであれば可能なことがわかった。一方、回折コントラストに依存する転位の LM-STEM-CT 観察は、今回の装置構成では実用的なレベルに到達できないことがわかった。高輝度電子プローブによるコントラスト増加および電子プローブがほとんど平行なことによる大焦点深度など、LM-STEM は一般に転位組織を観察する程度の倍率では利点が多いと想定していたが、特に 200 kV の装置では分解能低下の問題が無視できず、通常の収束電子線による STEM による観察結果を上回ることはできなかった。

さらに、LM-STEM モードにおいても、試料傾斜に伴って、投影レンズのシフト機能による補正範囲を超える電子線の移動が生じることがわかった。厳密には、LM-STEM モードにおいても対物レンズの励磁は完全に 0 にはならない。TITAN 80-300 の場合、LM-STEM モードにおける対物レンズの電流値は約 4%であり、これはおよそ 1000 Oe に相当する磁場が発生していることを示す。すなわち、LM-STEM モードにおいても鉄の飽和磁化より高い磁場が存在することになり、電子顕微鏡のレンズによる磁場干渉は避けられないことがわかった。

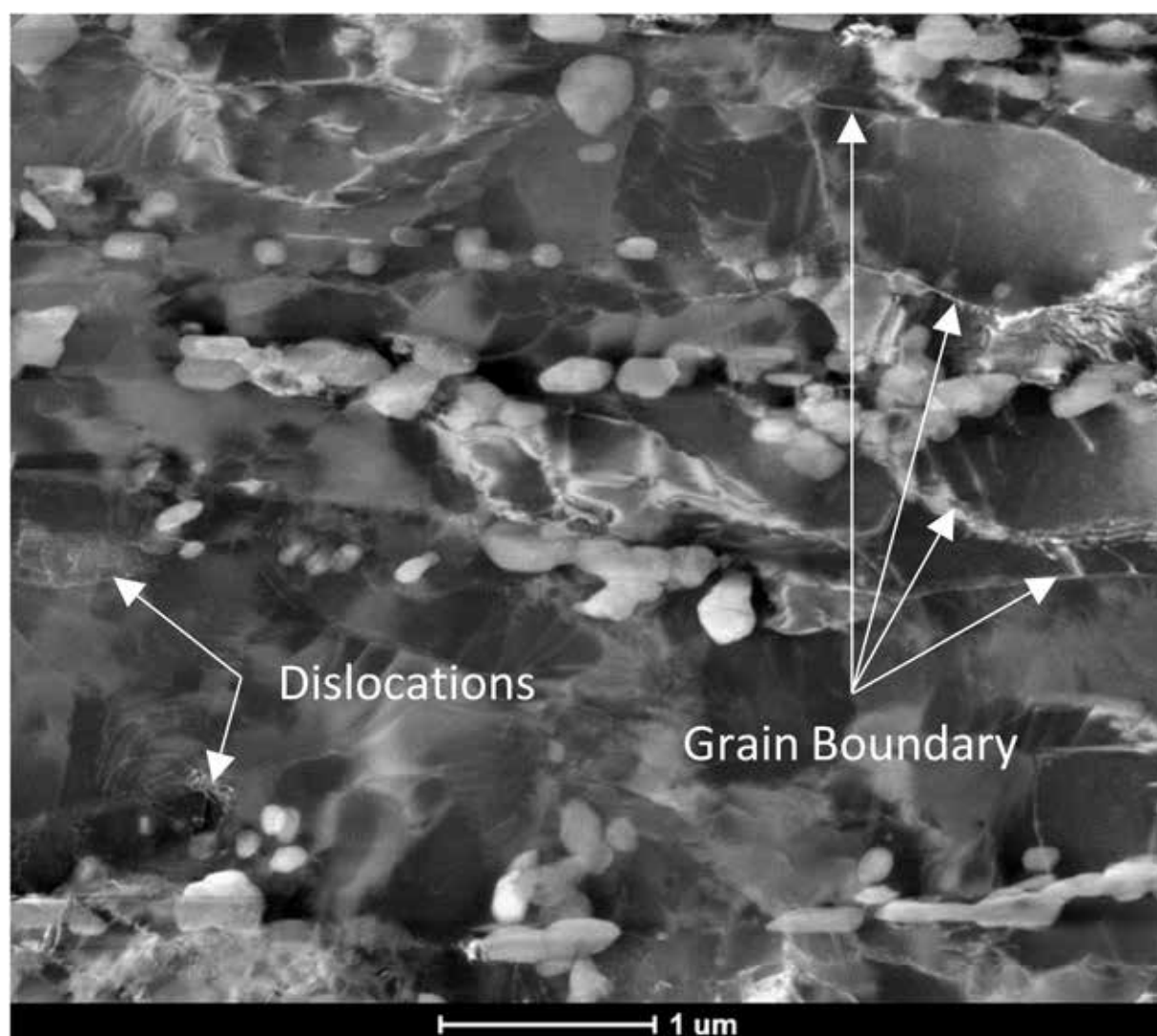


図 8．通常の STEM モードで撮影した 9Cr フェライト系耐熱鋼の環状暗視野像．小さな集束レンズ絞りで平行ビームモードを用いることで回折コントラストを強調している。マルテンサイトラス境界に沿って分布する $M_{23}C_6$ 析出物や、ラス境界を形成する転位が観察されている。

一方、同装置の通常 STEM モード（図 8）での対物レンズの電流値は約 89%である（この値は各装置の構成やレンズ系のアラインメントによって若干異なる）。この対物レンズ強励磁の状態では、試料下面における対物レンズの後方磁界が強いために、LM-STEM モードで頻発する問題、すなわち透過波が試料の磁場で偏光して環状暗視野（ADF）検出器に当たり、暗視野像が明視野像になってしまう頻度は低かった。しかし、通常 STEM モードの CT 観察でも、試料とレンズ系

の磁場干渉の影響は残り、ある試料傾斜角度において回折条件が突然変化したり、高傾斜時の試料の両端での焦点はずれ量を補正する Dynamic focus 機能の効果が低減したりした。後者には、試料傾斜によって対物レンズの非点が連続的に変わってしまうことも影響していると考えられる。

圧縮センシング法[14]を用いた三次元再構成アルゴリズムは、回折条件が変化したこと起因する傾斜像間のコントラスト変化を修正し、定量的な三次元再構成像を作製する際に効果的であることがわかった。回折条件をより一定に保つためには、電子線を手動で傾斜させることができる TEM モード（暗視野 TEM-CT）を用い、圧縮センシング法による三次元再構成アルゴリズムによって回折条件を一定に保持し、最大試料傾斜角の制限や不等間隔な傾斜角度ステップといった部分を補正する手法がより有効と考えられる。

4. 結言

本研究では、磁性体である鉄鋼材料の TEM-CT 観察技術の確立を目指して、試料形状から TEM/STEM レンズ系の設定、さらには三次元再構成アルゴリズムに至るまでの一連の作業プロセスを詳細に検討した。その結果、各プロセスを最適化すれば、鉄鋼材料の組織と力学特性の因果関係を理解する上で、十分な統計的信頼性が得られると考えられる数 $100\ \mu\text{m}^2$ 以上の観察視野において、三次元組織観察が可能となることがわかった。こうした作業プロセスの技術開発と同時に、電子顕微鏡のハード側にも改良が必要であり、顕微鏡メーカーの開発協力が不可欠であることも認識された。これらの課題を克服していけば、鉄鋼材料の研究開発の現場で TEM-CT が活躍する日はそう遠くないものと期待される。

謝辞

本研究では、JFE21 世紀財団より資金援助をいただくことにより、構造材料研究への応用を強く意識した形で、三次元顕微鏡法による観察技術の基礎について検討・研究する貴重な機会を得ました。また、本研究での電子顕微鏡観察は、Nanoscale Characterization and Fabrication Laboratory (CTAS-Virginia Tech)、東北大学百万ボルト電子顕微鏡施設ならびに九州大学超高压電子顕微鏡室において実施させていただきました。ここに、厚く御礼申し上げます。研究遂行においてご支援いただいた以下の諸氏に感謝申し上げます：土山聡宏博士、赤間大地博士、今村亮祐氏、吉本健朗氏、光原昌寿博士、池田賢一博士、中島英治教授（九州大学）、Niven Monsegue 博士（Virginia Tech）、今野豊彦教授、青柳英二氏、早坂祐一郎氏、兒玉裕美子博士（東北大学）、佐藤馨博士（JFE スチール）。

参考文献

- [1] S. Van Aert, K. J. Batenburg, M. D. Rossell, R. Erni and G. van Tendeloo, *Nature* **470**, 374 (2011).
- [2] M. C. Scott, C.-C. Chen, M. Mecklenburg, C. Zhu, R. Xu, P. Ercius, U. Dahmen, B. C. Regan and J. Miao, *Nature* **483**, 444 (2012).
- [3] K. Sato, K. Aoyagi and T. J. Konno, *J. Appl. Phys.* **107**, 024304 (2010).
- [4] Midgley and Weyland, *Ultramicroscopy* **96**, 413 (2003).
- [5] K. Inoke, K. Kaneko, M. Weyland, P. A. Midgley, K. Higashida and Z. Horita, *Acta Mater.* **54**, 2957 (2006).

- [6] K. Kaneko, K. Inoke, K. Sato, K. Kitawaki, H. Higashida, I. Arslan and P. A. Midgley, *Ultramicroscopy* **108**, 210 (2008).
- [7] J. S. Barnard, J. Sharp, J. R. Tong, P. A. Midgley, *Science* **313**, 319 (2006).
- [8] J. S. Barnard, A. S. Eggman, J. Sharp, T. A. White and P. A. Midgley, *Philos. Mag.* **90**, 14 (2010).
- [9] M. Tanaka, K. Higashida, K. Kaneko, S. Hata and M. Mitsuhashi, *Scripta Mater.* **59**, 901 (2008).
- [10] S. Hata, H. Miyazaki, S. Miyazaki, M. Mitsuhashi, M. Tanaka, K. Kaneko, K. Higashida, K. Ikeda, H. Nakashima, S. Matsumura, J. S. Barnard, J. H. Sharp and P. A. Midgley, *Ultramicroscopy* **111**, 1168 (2011).
- [11] R. A. Crowther, D. J. de Rosier and A. Klug, *Proc. R. Soc. London A* **317**, 319 (1970).
- [12] J. Tong, I. Arslan and P. Midgley, *J. Struct. Biol.* **153**, 55 (2006).
- [13] P. Gilbert, *J. Theor. Biol.* **36**, 105 (1972).
- [14] N. Monsegue, X. Jin, T. Echigo, G. Wang and M. Murayama, *Microscopy and Microanalysis* **18**, 1362 (2012).
- [15] J. P. Kacher, G. S. Liu and I. M. Robertson, *Scripta Mater.* **64**, 677 (2011)