

## 二国間交流事業 共同研究報告書

平成23年 3月31日

独立行政法人日本学術振興会理事長 殿

共同研究代表者所属・部局 九州大学・大学院総合理工学研究院

職・氏名 <sup>(ふりがな)</sup> 教授・西田 稔  
<sup>にしだ みのる</sup>

1. 事業名 相手国(ベルギー)との共同研究 振興会対応機関( FWO )
2. 研究課題名 電子顕微鏡拠点施設の協力によるナノ構造解析技術の開発と先端材料研究への展開
3. 全採用期間  
平成21年4月1日～平成23年3月31日( 2年0ヶ月)
4. 研究経費総額
  - (1) 本事業により交付された研究経費総額 5,000千円  
初年度経費2,500千円、 2年度経費2,500千円、 3年度経費0千円
  - (2) 本事業による経費以外の国内研究経費総額 800千円

5. 研究組織

(1) 日本側参加者

氏名 (ふりがな)	所属・職名	研究協力テーマ
西田 稔 なかしま ひではる 中島 英治 まつむら しやう 松村 晶 ひがしだ けんじ 東田 賢二 くわの のりゆき 栗野 範之 かねこ けんじ 金子 賢治 ともきよ よしつぐ 友清 芳二 いたくら まさる 板倉 賢 はた ますし 波多 聰 いけだ けんいち 池田 賢一 たなか まさき 田中 将己 みつはら まさとし 光原 昌寿 にしうら ともひろ 西浦 智博 わたなべ なつき 渡邊 奈月  まつだ みつひろ 松田 光弘 はら とおる 原 徹	九州大学大学院総合理工学研究院・教授 九州大学大学院総合理工学研究院・教授 九州大学大学院工学研究院・教授 九州大学大学院工学研究院・教授 九州大学産学連携センター・教授 九州大学大学院工学研究院・教授 九州大学超高压電子顕微鏡室・特任教授 九州大学大学院総合理工学研究院・准教授 九州大学大学院総合理工学研究院・准教授 九州大学大学院総合理工学研究院・助教 九州大学大学院工学研究院・助教 九州大学大学院総合理工学研究院・助教 日本学術振興会・特別研究員 九州大学大学院総合理工学府・博士課程学生・ 日本学術振興会特別研究員  熊本大学自然科学研究科・助教 物質・材料研究機構ナノ計測センター・主任研 究員	材料の相変態と微細構造解析 材料の力学特性と格子欠陥の解析 相変態生成物の3次元解析 材料の力学特性と格子欠陥の解析 走査電子顕微鏡の新しい応用 相変態生成物の3次元解析 電子線回折の理論解析 走査電子顕微鏡の新しい応用 相変態生成物・格子欠陥の3次元解析 走査電子顕微鏡の新しい応用 格子欠陥の3次元解析 格子欠陥の3次元解析 材料の相変態と微細構造解析 分析電子顕微鏡による材料解析  材料の相変態と微細構造解析 分析電子顕微鏡による材料解析

(2) 相手国側研究代表者

所属・職名・氏名 アントワープ大学・教授・Dominique M. SCHRYVERS

(3) 相手国参加者（代表者の氏名の前に○印を付すこと）

氏名	所属・職名（国名）	研究協力テーマ
○Dominique Maurits SCHRYVERS	アントワープ大学・教授	材料の相変態と微細構造解析 走査電子顕微鏡の新しい応用 分析電子顕微鏡による材料解析
Dirk Van DYCK	アントワープ大学・教授	電子線回折の理論解析
Sara BALS	アントワープ大学・教授	相変態生成物・格子欠陥の3次元解析
Jo VERBEECK	アントワープ大学・博士研究員	材料の力学特性と格子欠陥の解析
Joost BATENBURG	アントワープ大学・博士研究員	格子欠陥の3次元解析
Wim TIRRY	アントワープ大学・博士研究員	相変態生成物の3次元解析
Hosni IDRISSE	アントワープ大学・博士研究員	格子欠陥の3次元解析
Shanshan CAO	アントワープ大学・博士課程学生	相変態生成物の3次元解析

## 6. 研究概要（研究の目的・内容・成果等の概要を簡潔に記載してください。）

本研究は、両国の透過型電子顕微鏡（TEM）拠点施設であるアントワープ大学物理学科 TEM 解析グループ Electron Microscopy for Materials Science (EMAT) と九州大学 TEM 解析グループの設備、人材、知的資源をお互いに有効活用しつつ、特に若手研究者の交流と育成によって、材料のナノ構造解析技術の進展と材料科学への展開を図ることを目的とした。

2年間の共同研究活動で、構成員9名（日本側6名、ベルギー側3名）による101日に及ぶ人材交流と、双方の機関において下記に示す計11件の講演会を実施した。

講演題目 / 講師（日本側、アントワープ大学、EMAT Friday Lecture として）

- Three-Dimensional Imaging of Dislocations Using Electron Tomography / Dr. Masatoshi Mitsuahara
- Development of Cube Texture in Aluminum Foils for Electrolytic Capacitors / Dr. Ken-Ichi Ikeda
- Trace Analysis of the Self-Accommodated B19 · Martensite in Ti-Ni Shape Memory Alloy / Dr. Tomohiro Nishiura
- Quantitative Analysis of Large Angle CBD and Functional Properties of High-Temperature Oxide Superconductor / Prof. Yoshitsugu Tomokiyo
- Crack Tip Dislocations and the Sequential Multiplication Process of Dislocation Sources along the Crack Front Revealed by HVEM-Tomography / Dr. Masaki Tanaka
- A New High-Angle Triple-Axis Specimen Holder and Its Applications to Electron Tomography / Prof. Satoshi Hata

講演題目 / 講師（ベルギー側、九州大学、超高压電顕室 HVEM 研究会と共催）

- Atomic Resolution Electron Tomography: A Dream? / Prof. Dr. Dirk Van Dyck
- The Stobbs Factor Explained / Prof. Dr. Dirk Van Dyck
- Study of the Origin of the Work Hardening in Fe-Mn-C and Fe-Mn-Si-Al TWIP Steels / Dr. Hosni Idrissi
- An Overview of Recent Alloy and SM Work at EMAT / Prof. Dominique Schryvers
- TEM Characterization of Freestanding Pd and Al Films for Lab-on-Chip Nanomechanical Tensile Testing / Dr. Hosni Idrissi

共同研究成果の一部として、図1にNbのTEM内その場引張試験（アントワープ大学の特徴的技術）により試料内に導入された転位を3次元観察（九州大学の特徴的技術）した結果を示す。ある転位群が異なるすべり面で活動していることが明瞭に観察される。このような3次元構造とその場引張試験での動的観察結果を併せ、材料内部での転位運動の詳細を理解することが出来る。これ以外にも、Al、TWIP鋼などで同様の観察を行った。Alではイオンビーム照射により導入される点欠陥と転位の相互作用について、TWIP鋼では変形中に生成する双晶境界での転位の乗り越え機構について、それぞれ重要な知見を得ることに成功している。さらに、3次元再構築演算についての共同研究も行った。図2は、オーステナイト系ステンレス鋼内部の転位組織の3次元像である。(a)は通常の再構築演算で得られた結果(データの取得と再構成演算は九州大学側)、(b)は(a)と同じものをアントワープ大学が開発したDiscrete Tomography (DT) アルゴリズムで再構築したものである。DTを用いれば可視化される転位線が細くなり、分解能は向上する。また、アルゴリズムの性質上、再構築に必要な傾斜像取得枚数を減らせるため高速な3次元観察が可能となる。しかし、情報を失っている箇所も一部に見受けられる。高精度かつ高速な3次元観察の実現に向けて、Total Variation Minimization (TVM) など最新の画像解析手法を取り入れた再構築アルゴリズムの応用や、情報欠落部を発生させない360° トモグラフィーの利用などを議論し、今後の研究展開について相互の認識を深めた。

以上の活動を通して両拠点が集積している知識と技術をお互いに習得し合い、特に若手研究者は自身の国際感覚を養うとともに、将来の研究活動に繋がる国際協力関係を築いた。

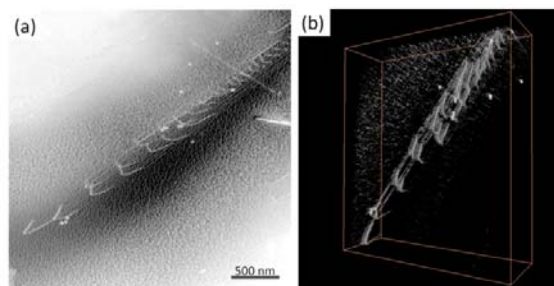


図1 純ニオブ中を運動する転位の(a) 2次元と(b) 3次元観察結果。白い線が転位。

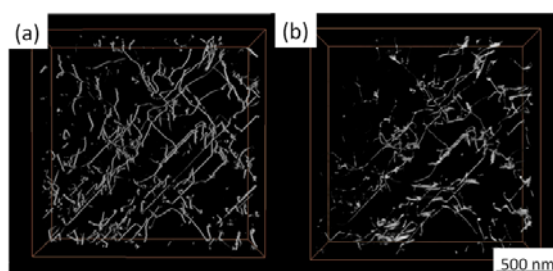


図2 3次元再構築演算の比較。(a)はFBP法、(b)はDT法で再構築している。