



集束イオンビーム技術による透過電子顕微鏡法と関連手法の進歩

Progress of Transmission Electron Microscopy and Related Methodology Due to Focused Ion Beam Technique

新日本製鐵(株) 先端技術研究所
解析科学研究部 主幹研究員

杉山昌章 Masaaki Sugiyama

同左 主任研究員 重里元一 Genichi Shigesato

同上 主任研究員

池松陽一 Yoichi Ikematsu

同左 主任研究員 高橋 淳 Jun Takahashi

1 はじめに

鉄鋼材料の材質設計の歴史は、相変態や時効・析出のような製造中に進行する現象を有効に活用し、いかに目的の材料組織を造り込めるかという技術への挑戦でもあった。そしてそのためには、マクロからミクロレベルまで統一的に材料組織を解析する技術が必要であり、光学顕微鏡に始まり、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、そして電界イオン顕微鏡、と常にその最先端の分析装置の導入が検討され、鉄鋼材料に対して何が判るのか、という視点で大いなる技術開発とその蓄積が繰り返されてきた。そして近年では、鉄鋼材料組織制御技術も原子レベルで議論されるようになり、観察技術に対しても、マクロから原子レベルまでの材料組織理解の統一性が求められるようになってきた。

一方、装置技術としての電子顕微鏡の進歩は、現在の日本では半導体産業を牽引役として歩んでいる。設計の段階でナノレベルに制御された高性能シリコンデバイスにおいては、人工的に作られたデバイス材料をまさにナノレベルで構造解析し制御するわけであり、電子顕微鏡で解析されたデータがそのまま最終製品の特性を支配することが多い。ところが、このような半導体材料との対比の中で鉄鋼材料を考えてみると、ナノオーダーに及ぶ組織制御が行われているとしても、母体は多結晶であり、しかも時には中心偏析や粒界偏析などの不均一性要因を持ち、また溶接部のように僅かな条件変化で不均一性が拡大する微細組織因子を有する所もある。また表層部は数 μm オーダー以上の凹凸を有する場合が多く、製造工程中から最終製品に及んでも、さまざまな表面酸化物や表面処理層を有し、多くの材料組織の不均一性要因を持っているのが鉄鋼材料である。即ち、ナノ領域の分析や構造解析が可能な最近の高度な電子顕微鏡技術を正しく活用してマクロな特性制御に生かそうと考えた場合、研究者はまさに、「材料の不均一性」と正面から対峙しなければならない時代

となったのである。

本稿では、このような鉄鋼材料の不均一性と対峙する材料研究の視点から、どのように最近の透過電子顕微鏡に代表される顕微鏡の活用技術が変化してきているのかを考える。特に、集束イオンビーム技術による試料加工法や新しい観察技術において新しい応用技術が生まれつつあり、鉄鋼材料の組織制御技術はさらに進化しつつあることを言及したい。

2 透過電子顕微鏡における電子銃ナノビーム化の果たした役割

鉄鋼業で主に使われた電子顕微鏡技術の進歩を簡単に振り返る。1980年代の製鉄業は、TMCP (Termo Mechanical Control Process) 技術が実用化され、厚鋼板を中心に高強度高靱性の鋼板が精力的に研究され、製造プロセス中に制御される析出物に関する研究も、加速電圧200 kVの分析電子顕微鏡を用いて盛んに行われた¹⁾。また相変態や転位のダイナミックな動きを観察しようと、加速電圧1000 kVの超高電圧電子顕微鏡も精力的に用いられた時代でもある²⁾。その後1990年代に入り、200 kVの汎用電子顕微鏡に搭載できる、充分な輝度と電子線の平行性を有する新しい点光源電子銃技術(電界放出型電子銃)が確立され、高分解能仕様の分析電子顕微鏡が登場した³⁾。一台の装置で、原子配列を直接観察できる結晶構造像の撮影と、電子線を試料上で直径1 nmに絞り込んでの局所元素分析が可能となったのである。元素分析の原理は、電子線が試料に照射された時の存在元素から発生する特性X線のエネルギーを検出し元素同定するものであり、エネルギー分散型X線分光法(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: 以下、EDSと略す)と呼ばれ、原子%オーダーでの定量分析が可能である。

この電界放出型電子銃を搭載した電子顕微鏡は鉄鋼材料開発分野で幅広く応用され、かつ各社に普及し、新日本製鐵に

においては例えば、V添加鋼中に存在する1nm厚みの板状極微細V炭化物の解析⁴⁾、加工パーライト界面での10nmオーダーのSi、Mn、Crの偏析と相分配関係の解析^{5, 6)}、非晶質極薄腐食皮膜と鋼板界面でのCu偏析の解析⁷⁾、高強度ベイナイト鋼に代表される微細組織解析⁸⁾などに活用され、さらにアトムプローブ電界イオン顕微鏡との組合せも積極的に行い⁹⁾、40～50キロ級の耐火鋼¹⁰⁾、明石海峡大橋ケーブルワイヤ¹¹⁾、耐サワーラインパイプ¹²⁾などの開発を一例として、様々な鉄鋼製品開発にその解析技術知見が活用されてきた。また基礎科学分野においても、フェライト鋼中でのCu析出物の挙動に関わる基礎的知見¹³⁾に代表されるように、主な元素の鋼中での挙動について原子レベルでの解析的研究が多いに進んだ。他社においても、佐藤ら¹⁴⁾が報告しているように、電界放出型電子銃搭載の透過電子顕微鏡の波及効果は大きく、ナノサイズに収束された電子線の活用で、鉄鋼材料の材料組織解析技術はまさに原子レベルに到達したといえる¹⁵⁾。さらに、最近の電子顕微鏡ハード技術の進展も著しい。まだ鉄鋼材料分野での応用は始まったばかりであるが、今後の技術進展次第ではこれまで充分に解明できなかった対象への適用が可能になるかもしれない。その透過電子顕微鏡が持つ個々の技術と鉄鋼分野での主な適用範囲を分類すると、表1ようになる。界面の微細構造や、軽元素の状態解析、また比較的弱かった無機・有機皮膜などに対する原子レベルでの材料解析アプローチが可能になる日が近い。

ところで、このような技術の蓄積により、鉄鋼材料のナノレベルの構造解析や元素分析に対する適用技術範囲は拡大したが、現実の鉄鋼材料は、単一な現象で最終特性が発現しているケースは稀であり、複数の現象が多様に絡み合ってその優れた特性を発現している場合が多い。また、品質や製品寿命という視点からみた破壊や腐食、経年劣化などの現象に対処する場合には、現象発現の起点が重要であり、材料の平均構造を議論しても有効でない場合が多い。そこで電子顕微鏡の技術進歩と共に、試料作製技術に代表される周辺技術の変革も重要であり、次項以降で、最近のイオンビーム技術を

用いた新しい動きを紹介する。

3 イオンビームを用いた特定領域の微細加工技術

透過電子顕微鏡では、試料を電子線が透過できる0.2 μm 以下の厚さに薄片化しなければならないので、電解研磨法やアルゴンイオンビームを利用した研磨法、またマイクロトーム法などの薄片化試料作製技術が研究されている。これらの薄片化手法の特徴は、ミリメートルオーダーでは可能であってもミクロンオーダーで薄片化される領域を特定することはできない点である。一方で、半導体デバイス分野ではすでにデバイス素子単位がミクロンオーダーであり、その構造解析のために、イオンビーム技術の導入が図られつつあり、簡単にその歴史的変遷を振り返る。

常温で液体金属であるGaイオンを用いたリソグラフィ技術や注入技術は、1985年頃より直径10 nmのイオンビームが得られるようになったのをきっかけに、集束イオンビーム(Focused Ion Beam : FIB)システムとしてその技術開発が進み^{22, 23)}、初めはマスクレスのリソグラフィ技術や回路修理技術として期待され、最終的には微細加工技術としての応用技術が進歩し、透過電子顕微鏡用の試料作製技術としてもその有効性が提唱されるように変化した^{24, 25)}。もちろん、このようなGaイオンビームを用いたスパッタリングの原理で材料を加工していく技術は、シリコンデバイスに限定されるものではなく、鉄鋼材料においても数時間のうちにその試料加工が可能であることが判り、同技術の鉄鋼材料への適用技術に各社が注目した。鉄鋼材料への有効性を合金化溶融亜鉛めっき鋼板の断面組織観察を例に取り示したのは黒田ら²⁶⁾であるが、極薄Snめっき鋼板などへも適用できることがさらに示された²⁷⁾。一方、局所的な材料組織を観察するだけであれば問題はなかったが、さらに直径1nmに電子線を絞ってEDS元素分析を行った場合に、FIB加工試料特有のトレンチ形状²⁸⁾では急峻な試料厚み変化のために電子顕微鏡の対物レンズ内での磁場擾乱を抑制することができず、十分な非点収差補正ができないことが判明した。即ち、鉄鋼材料のような磁性材料に対しては、FIB加工法で作製した試料ではナノレベルでの元素分析が自在にできなかったのである。この頃、諸外国ではリフトアウト法が開発され²⁹⁾、トレンチ形状特有の厚手部位を伴わず薄片部のみを抽出する技術が開発され、半導体シリコンデバイス分野で適用されていた³⁰⁾。しかしこの方法の欠点は、薄片部のみをガラス棒で取り出し試料支持用メッシュに固定する点であり、観察後に再びFIB加工することができなかった。シリコン材料と異なり、鉄鋼材料に代表される金属材料では最終的な最適薄さに仕上げる

表1 透過電子顕微鏡に関する最新技術と鋼材への応用対象

新しい透過電子顕微鏡技術	鉄鋼分野で期待される解析対象
エネルギーフィルタリング	微小介在物、析出物 ¹⁶⁾
HAADF-STEM	微小析出物 ¹⁷⁾ 、界面構造
電子線ホログラフィー	磁性材料 ¹⁸⁾
無収差顕微鏡技術 ¹⁹⁾	微粒子、界面構造、無機・有機皮膜
電子線トモグラフィー ²⁰⁾	微粒子、多孔体、三次元構造 ²¹⁾

判定が難しく、電子顕微鏡観察とFIB仕上げ加工を繰り返すのが常であり、再加工ができる条件を有した薄片部のみの抽出技術が要望されていた。

このような金属材料側のニーズが、半導体用にFIBの中にマニピュレータを持ち込むという技術を開発していたメーカーに出会い、即座にそのマニピュレータ技術の鉄鋼材料分野への応用を提案した経緯がある。このようにして、マイクロサンプリング法³¹⁾と呼ばれるFIBマニピュレータ技術が鉄鋼材料分野に応用されるようになり、真に、鉄鋼材料や製品の持つ不均一性や「変化の起点」に対する透過電子顕微鏡を用いたアプローチ法が確立したのである³²⁾。

そこでこのFIBマイクロサンプリング法というイオンビーム技術により鉄鋼材料の特定部位を抽出していく手順について、その概略を説明する。図1 (a) は、特定部位の周辺部をGa イオンビーム照射によるスパッタリングで取り除いた走査イオン顕微鏡 (Scanning Ion Microscope : 以下、SIM と略す) 像である。溝加工した周辺部は変質を受けている (写真では白くみえる) が、中央の抽出する部分は、予めタンゲステン保護層を装置内で形成させて表面を保護しているので問題はない。次に、中央抽出部を拡大したSIM 像を図1 (b) に示すが、ここではさらにマニピュレータを試料に接着させた状態であり、抽出部左上のブリッジ部をイオンビーム加工で切断したところである。その後、図1 (c) に示すように、マニピュレータと共に抽出試料を持ち上げて、母材から切り離していく。そして別に用意した試料装着シートに、図1 (d) に示すようにマウントする。この時の試料と装着シートとの接着には、保護層作製と同じ原理でタンゲステン膜を利用する。

この技術を実用材料に応用した例を示す。図2は自動車用

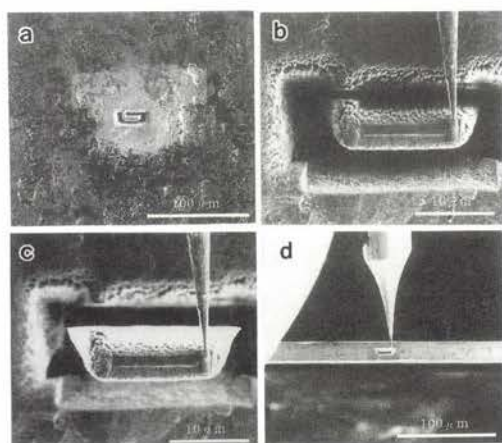


図1 マニピュレータを用いた微小試料の抽出手順を示す一連のSIM像
(a) 目的部位の周囲の堀加工、(b) マニピュレータの試料部への接着と母材との結合部の切断、(c) 抽出試料のピックアップ、(d) 抽出試料の電顕用専用シートへ装着。装着後、マニピュレータ先端分は切断。

合金化溶融亜鉛めっき鋼板の表面形態を示す走査電子顕微鏡 (Scanning electron Microscope : 以下、SEM と略す) 像である。鉄と亜鉛の合金化反応の結果としてその表面は凹凸になるが、その後スキンプラス圧延をかけると、同2のSEM 像に示されるように平坦部と凹部の混在形態となる。ところがこの凹部であるが、スキンプラス圧延の結果生じるものと、合金化反応過程で本質的に生じるクレータ³³⁾と呼ばれる凹部の二種類が混在している。このクレータの分布は、成形時の油溜りとしての効果、或いは凹凸分布による光反射起因の鋼板表面品位の問題など、さまざまな鋼材の最終特性との関連が知られており、その形成機構や微細構造に関する研究は数多く行われている^{34, 35)}。この深いクレータ部分を含む領域を切り出して、SIM 像で観察した結果を、図3 (a) に示す。下線Xで示したクレータ断面組織のみを選択的に観察することは従来は比較的困難であったが、FIBを使うことにより、まず図3 (b) に示すようにその断面組織を簡単に加工し、観察することができる。クレータ底部はB₁-B₂の部分にあたり、そこでのめっき層の厚みは周囲に比べ明らかに薄いことが判る。さらに周辺部の鋼板界面部に観察される矢印Aで記載したΓ相の形成がクレータ底部にはほとんど見られず、合金化反応の進展状況が異なることが判る。この領域を、図1に示

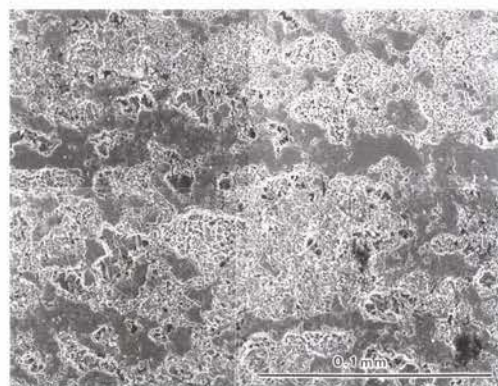


図2 合金化溶融亜鉛めっき鋼板の表面組織を示すSEM像

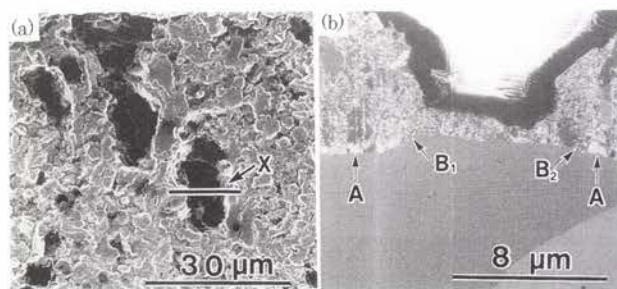


図3 合金化溶融亜鉛めっき鋼板のクレータとその断面組織を示すSIM像
(a) 表層から見たクレータ組織、(b) クレータ位置X部分の断面組織

したマイクロサンプリング法の手順で抽出し、そのクレータ底部の断面組織を透過電子顕微鏡で観察した。図4 (a) に示すように、クレータ底部には確かに Γ 相はなく、積層欠陥を有する δ 相（記号Aで示す結晶）が直接銅板との界面に形成されていることが図4 (b) の電子回折図形の解析から判った。またクレータ底部と銅板との界面部分に対しEDS点分析を行った結果、図4 (c) に示すように、界面部にAlが偏析していることが判った。複数箇所の観察から、クレータ底部ではこのようなAl偏析箇所がしばしば観測された。めっき浴中に添加された微量Alが合金化初期にFe-Al金属間化合物バリヤ層を形成し、この分解とともに合金化が起これと考えられているが、このクレータ底部にAlが残存していることは合金化反応の遅れを示唆するものであり、我々はこのクレータの断面組織解析に基づき、クレータの形成機構に関わる一つのモデルを提案した³⁶⁾。もちろん銅材組成やめっき諸条件によって様々な合金化反応が実際には起きているので、実用材料の課題に対処していくためには、その製造条件に応じた特定局所領域の材料組織解析が必要である。また求められる性能も、耐食性から表面品位、また剥離性や摺動性などの機械的特性へと多岐に渡るので、実験室的レベルではなく実用上の様々な不均一性の中でのクレータを随時解析していかなければ効果が小さい。ここにマイクロサンプリング法と連動したFIB技術が、このようなめっき組織の不均一性を考慮しながらクレータを選択できるという事で、新しい解析アプローチ法を提示しているといえる。

ところで、このFIB技術もまだ完全ではない。Ga イオン

ビームを用いたスパッタリング現象において、汎用的に使われる加速電圧30 kVのイオンビーム加工では、数十nm深さ領域において原子の位置交換（イオンミキシング）が起きている。透過電子顕微鏡で観察する時の試料状態の模式図を図5に示すが、薄片試料の両表層の数十nm深さ位置では、FIB加工中に発生したカスケード損傷の残存状態にあり、格子位置の原子は何らかのイオンミキシングを経た後の組織を見ていることになる。鉄鋼材料の場合は、実際に透過電子顕微鏡観察すると多数の微小格子欠陥の形成が観測される。現在、これらのイオンミキシング層をどのようにに取り除くかが重要課題とされているが、加速電圧1kVのArイオンミリングでも除去することは困難であることが判っており、1kV未満の極低加速電圧によるArイオンミリング法が検討されている。図6 (a) に表層部に導入された格子欠陥の電子顕微鏡明視野像を示す。黒い全面の点状コントラストが微小欠陥

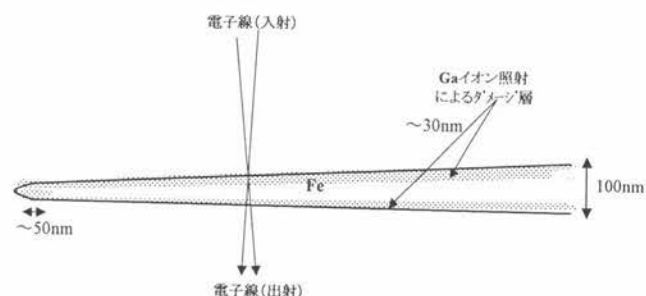


図5 電顕観察時の試料厚み方向の模式図
薄片化加工は左端試料先端方向より実施。予想されるGaイオンビームダメージ層はドット領域で示す。

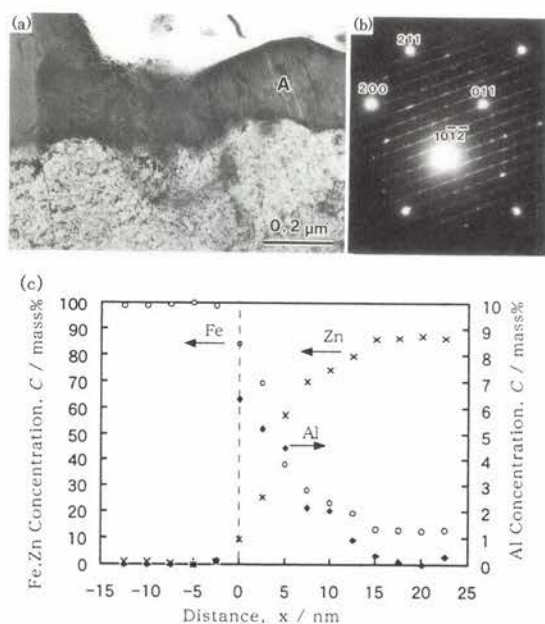


図4 合金化溶解亜鉛めっき銅板のクレータ底部の断面組織
(a) めっき断面と銅板界面部の透過電子顕微鏡明視野像、(b) 結晶粒A位置からの電子回折図形、(c) 界面部分のEDS点分析結果。原点がおよその界面位置。亜鉛めっき側を正距離で表示。

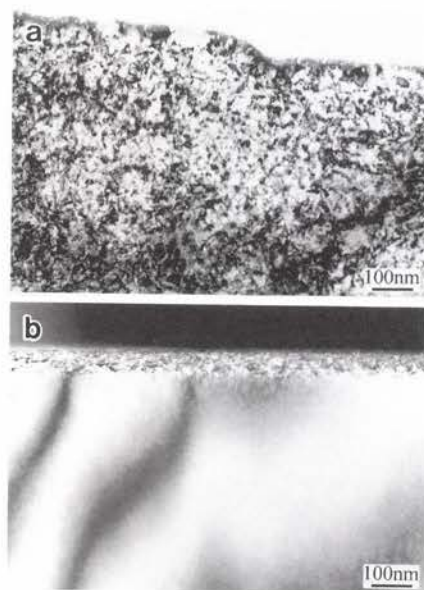


図6 FIB加工後に銅板表面に導入された格子欠陥分布を示す電子顕微鏡明視野像
(a) FIB加工直後の銅板表層部に導入された格子欠陥像、(b) 低速アルゴンイオンミリングで加工層を取り除いた同一試料。写真上部は、先端方向の残存する加工ダメージ層。

の存在を示す。この表層部を極低加速電圧でArイオンミリングを行い、ダメージ部を除去した後に電子顕微鏡観察した結果が図6 (b) である。図5の模式図における薄片試料表層のダメージ層は除去されるが、図5の模式図に示した試料先端部のダメージ層は除去されずに残ることになるので、イオンビームが直接当たる試料先端部で、約50 nm程度の格子欠陥生成領域があることが判った。もちろん入射ビーム方向がほぼ平行になる加工面ではその格子欠陥分布はやや浅くなるが、ナノレベルに電子線を集束しての元素分析が広く行われる現在、特定領域を選択的に薄片化できるFIB技術がさらに発展するためには、このダメージ層の理解と完全なる除去技術の早期確立が望まれる。

4 動的観察技術によるダイナミック組織観察

鉄鋼材料の組織制御技術において、マイクロサンプリング法に代表されるFIB技術の確立により、マクロ特性からみた材料組織のばらつきを選択しながら電子顕微鏡解析をすることで、不均一性に対峙した時の一つの解があることを示してきた。その技術内容から、クラックなどの破壊起点や腐食の開始点などの解析にもそのまま適用できる技術であることは容易に想像できるであろう。しかしながら、不均一点の数だけ分析しないといけない所に、かなり力づくで問題に対処しなければならない側面が残る。もちろん鉄鋼の品質保証上の課題に対処する時はそのような力技も価値があるが、新製品開発に活かす物理現象を不均一性の中から見出す時には状況が異なるであろう。

例えば、鉄鋼材料の強度や靱性を支配する重要な因子として析出物と粒界が挙げられ、ピンニング現象や変態起点、Solute Drag効果や粒界拡散、またSite-competition問題に関する研究など、興味深い現象が多数ある。これらの現象を動的観察することができれば、変化の起点として上述の特定領域サンプリング技術が功を奏し、不均一性の中に存在する材料特異点の解析が可能になる。この点では、まだまだ技術

開発要素がたくさんあるが、その一つとして走査イオン顕微鏡 (SIM) 観察技術を活用した動的観察技術を構築した。

溶接部組織の微細化技術として活用されている鋼中酸化物を利用したフェライト変態組織微細化技術³⁷⁾をとりあげて説明する。高温ステージとFIB技術を活用することにより、SIM像において、600℃の等温保持によりオーステナイトからフェライト変態が開始される瞬間を捉えることに成功した³⁸⁾。どのような因子を持った析出物が組織微細化の鍵を握るかを知することは、新しい材料設計指針を立てる上で非常に重要であるが、変態後の組織からの解析ではまだ情報は不十分である。実際にこれまでの変態後組織の解析的研究により、析出物周囲に形成されるMn欠乏層がフェライト粒内変態に及ぼす大きな因子の一つであることが判っているが³⁹⁾、変態核そのものを見ているわけではない。Mn欠乏層の存在は変態を促進させるが、変態起点となっていると予想している析出物界面の正確な情報は、動的観察により変態の瞬間を確認しながらその後の解析を進めることで、初めて解明されたと考えている。図7に動的観察した一例を示すが、通常はオーステナイト粒界からフェライト変態が進行する材料において、写真中央に示した結晶粒内部の析出物からフェライト変態が開始されている。黒いコントラスト部分が成長中のフェライト相である。またこの析出物は800℃の高温下で試料内部から掘り出されたものであり、イオンビーム加工技術の活用により、その場観察技術でしばしば障害となる表面効果を大きく抑制できることを実証した⁴⁰⁾。そしてこの析出物を上述のマイクロサンプリング法で抽出して、さらに微細構造を電子顕微鏡解析することにより様々な情報を得ることができる。この材料では、Mn欠乏層の有効性がさらに確認できたが、条件を変えた試料を用いた実験から、今後はまさに変態核となっている界面情報に関するものが得られることが期待される。

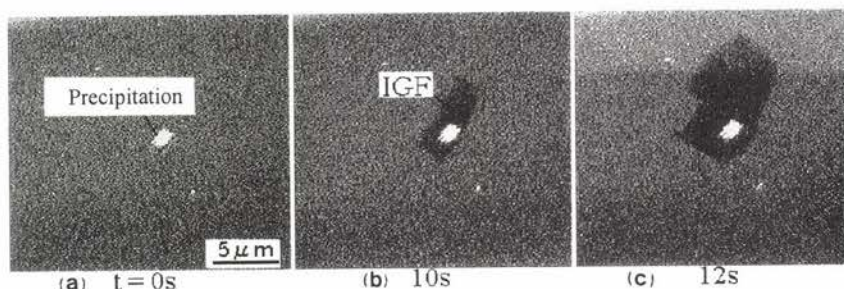


図7 析出物からのフェライト粒内変態挙動を600℃でその場観察したSIM像の連続写真
各図下の時間は、保持時間を示す。黒いコントラストが変態後のフェライト相。

5 粒界解析に対する新しいアプローチ

析出物のみならず、鉄鋼材料の場合は前述したように、結晶粒界もその最終的な特性に影響を及ぼす重要な組織因子の一つである。しかしここでも組織の不均一性との対峙が起きている。従来の電子顕微鏡技術では薄片化された部分に存在する粒界を解析していたので、分析している箇所が現象の代表点であることを実証するための関連実験が必要であった。これに対して、上述のマイクロサンプリング法を用いることにより、破壊や腐食の起点、またさまざまな特性につながる各種粒界構造の直接的な解析は可能になった。しかしながら注意しなければいけない点は、粒界偏析やそれに関わる現象は、電子顕微鏡のEDS元素分析分解能を超えている場合が多いということである。もちろんこの点は従来から予測され、アトムプローブ技術に注目し鉄鋼材料分野で活用してきた⁴¹⁾。そして現在では、三次元のアトムプローブ技術が確立され⁴²⁾、粒界近傍での炭素やボロンの三次元分布状態が解明できるようになり⁴³⁾、透過電子顕微鏡と相補的に使われる三次元アトムプローブ技術が確立している。そこで現在の重要な課題は、ここでもマクロ特性に影響を及ぼす粒界の選択が自在にできるか、という点である。

この一つの回答として、同様にFIB技術を用いて狙った粒界からのアトムプローブ測定用の試料作製技術が検討されている⁴⁴⁾。我々は、FIB装置の走査イオンビームを任意形状に走査することで、図8に示すような手順で特定粒界の針状試料を作製できるようになった⁴⁵⁾。図8 (a) は特定の粒界を含む円柱を切り出した所であり、ここからさらにイオンビームにより図8 (b) のように針状加工する。最終的には、針状先端部まで粒界を持ってくる必要があり、図8 (c) に示す最終形状まで加工する。また観察においては粒界性格を考慮した上で議論することが望ましいので、アトムプローブ測定前に針先端部の粒界前後の菊池パターンを電子回折法で測定し、粒界角関係を決定する。図9に、測定データを三次元構築した粒界部の原子分布の一例を示す。同一試料の粒界を示す電子顕微鏡写真も方位を合わせて挿入した。図9 (a) は鉄原子の存在分布であり、針状全体形状を示す。同一場所での炭素

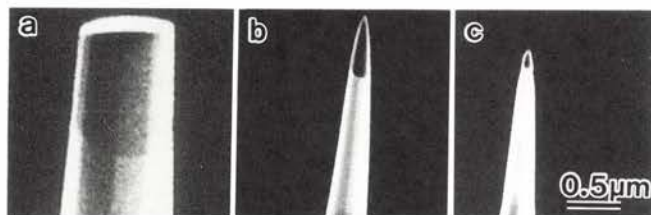


図8 FIB加工技術で作製する針状試料の加工フロー

6 おわりに

透過電子顕微鏡技術の進歩により、原子レベルに及ぶ鉄鋼材料分析が可能となり、現在も急速な技術進展が見られている。そこで得られた知見をマクロな特性にどのように応用するのか、或るいはマクロな材料現象を原子レベルでどのように解析するのか、どうしても鉄鋼材料の持つ組織の不均一性と対峙しなければならない。この課題の克服のために、新しい集束イオンビーム技術が大きな役割を果たしつつある現状を紹介した。特にマニピュレータの装置内への導入により、電子顕微鏡試料作製技術に新しい流れが作られたことを示した。またSIM像観察と高温イオンビーム加工技術の組合せを生かし、新しい動的その場観察技術を構築しつつある現状を紹介した。また粒界選択においても、イオンビーム技術は

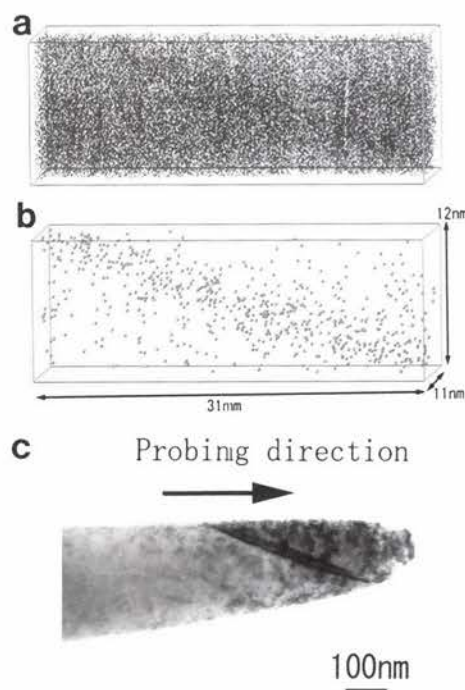


図9 極低炭素BH鋼の粒界上に偏析する炭素分布を示す三次元アトムプローブマッピング像
(a) 鉄原子の存在分布、(b) 炭素原子の存在分布、(c) 同一試料の電顕明視野像

特定粒界の選択を可能にしつつある。

なお本稿では、「見る」という視点だけから、マクロ特性と原子レベル解析との狭間にある不均一性に関わる諸課題への対応方法について解説した。しかし各種の表面分析技術や分光分析技術においても、顕微鏡技術と同様に、実用材料に迫る解析技術の在り方についての検討が大いになされている。先端的な解析技術が進歩し、本稿で述べたように、従来は困難な課題と考えられていた「不均一性との対峙」が充分対応可能なレベルに進歩しつつある現在、このようなナノレベルの視点が製造技術に深く入り込み、鉄鋼材料開発がさらに力強く展開していくことが期待される。併せて、動的その場観察技術のように、材料の持つダイナミックな変化に対する理解の深まりが、現場製造プロセスの理解へのヒントを与えていくことも見逃せないであろう。

参考文献

- 1) M. Tanino : Proc. Int. Conf. on Physical Metallurgy of Thermo mechanical Processing of Steels and Other Metals, THERMEC-88, Tokyo, (1988), 70.
- 2) M. Tanino, S. Sakata and H. Komatsu : Proc. of High Voltage Electron Microscopy '77, Kyoto, (1977), 447.
- 3) 市橋幹雄, 砂小沢成人, 上野武夫 : 電子顕微鏡, 26 (1991), 169.
- 4) Y. Ikematsu, R. Uemori, S. Funaki and H. Morikawa : Electron Microscopy, vol.2, EUREM 92, Granada, (1992), 265.
- 5) T. Tarui, S. Ohashi, T. Takahashi and R. Uemori : Iron & Steelmaker, 21 (1994), 25.
- 6) 丸山直紀, 植森龍治, 森川博文 : 新日鐵技報, 359 (1996), 6.
- 7) M. Sugiyama, T. Hara and H. Asahi : Corrosion, 57 (2001), 777.
- 8) Y. Terada, H. Tamehiro, H. Ishikawa, M. Sugiyama, R. Chijiwa and N. Ayukawa : Proc. 7th Int. Offshore and Polar Engineering Conf., Honolulu, (1997), 220.
- 9) 植森龍治, 佐賀誠, 森川博文 : 日本金属学会会報, 30 (1991), 498.
- 10) 千々岩力雄, 為広博, 吉田譲, 船戸和夫, 植森龍治 : 日本金属学会会報, 32 (1993), 432.
- 11) 高橋稔, 樽井敏三, 今野信一 : 鋼構造論文集, 1 (1994), 119.
- 12) 寺田好男, 石川肇, 千々岩力雄, 杉山昌章, 為広博 : まてりあ, 38 (1999), 236.
- 13) N. Maruyama, M. Sugiyama, T. Hara and H. Tamehiro : Mater. Trans. JIM, 40 (1999), 268.
- 14) 佐藤馨, 山田克美, 石黒康英, 有賀珠子, 小林聡雄 : まてりあ, 38 (1999), 707.
- 15) 佐藤馨, 仲道治郎, 船川義正, 塩崎毅 : 材料とプロセス, 15 (2002), 1219.
- 16) 池松陽一, 重里元一, 杉山昌章 : 新日鐵技報, 381 (2004), 16.
- 17) T. J. Konno, M. Kawasaki and K. Hiraga : J. Electron Microsc., 50 (2001), 105.
- 18) Y. Murakami, J. H. Yoo, D. Shindo, T. Atou and M. Kikuchi : Nature, 423 (2003), 965.
- 19) T. Kawasaki, Y. Takai and R. Shimizu : Appl. Phys. Lett., 79 (2001), 3509.
- 20) 馬場則男 : 顕微鏡, 39 (2004), 4.
- 21) 田中信夫 : 顕微鏡, 39 (2004), 26.
- 22) J. Orloff and P. Sudraud : Microelectronic. Eng., 3 (1985), 161.
- 23) J. Melngailis : J. Vac. Sci. Technol. B, 5 (1987), 469.
- 24) E.C.G. Kirk, D.A. Williams and H. Ahmed : Inst. Phys. Conf. Ser. 100 (1989), 501.
- 25) M. Tarutani, Y. Takai and R. Shimizu : Jpn. J. Appl. Phys., 31 (1992), L1305.
- 26) 黒田光太郎, 坂公恭 : まてりあ, 34 (1995), 769.
- 27) 太田裕樹, 石川伸 : まてりあ, 39 (2000), 951.
- 28) L.A. Giannuzzi and F.A. Stevie : Micron, 30 (1999), 197.
- 29) B.I. Prenitzer, L.A. Giannuzzi, K. Newman, S.R. Brown, R.B. Irwin, T.L. Shofner and F.A. Stevie : Metall. Mater. Trans. A, 29A (1998), 2399.
- 30) R.M. Langford and A.K. Petford-Long : J. Vac. Sci. Technol. A, 19 (2001), 2186.
- 31) T. Onishi, H. Koike, T. Ishitani, S. Tomimatsu, K. Umemura and T. Kamino : Proc. of 25th Int. Symp. For Testing & Failure Analysis, 14-18 November, Santa Clara, California, (1999), 449.
- 32) 杉山昌章 : 電子顕微鏡, 37 (2002), 167.
- 33) J. Hamers, A van der Heiden, W. van Koesveld and J.P. Schoen : Proc. 4th Int. Conf. on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet (GALVATECH'98), Chiba, JAPAN, The Iron and Steel Institute of Japan (1998), 597.
- 34) J. Inagaki : J. Surf. Finishing Soc. of Japan, 51 (2000), 574.

- 35) Y. Adachi : J. Surf. Finishing Soc. of Japan, 51(2000), 581.
- 36) 杉山昌章, 岡田守弘, 高田良久, 末広正芳 : 日本金属学会誌, 65, (2001), 397.
- 37) S. Ohkita and Y. Horii : ISIJ Int., 35 (1995), 1170.
- 38) G. Shigesato and M. Sugiyama : J. Electron Microsc., 51 (2002), 359.
- 39) 重里元一, 杉山昌章, 栗飯原周二, 植森龍治, 富田幸男 : 鉄と鋼, 87 (2001), 23.
- 40) 杉山昌章, 重里元一 : 新日鉄技報, 381 (2004), 11.
- 41) 植森龍治, 谷野満 : 日本金属学会会報, 25 (1986), 222.
- 42) 宝野和博 : ふえらむ, 4 (1999), 474.
- 43) K. Seto, D.J. Larson, P.J. Warren and G.D. Smith : Scripta Materialia, 40 (1999), 1029.
- 44) D.J. Larson, D.T. Foord, A.K. Petford-Long, T.C. Anthony, I.M. Rozdilsky, A. Cerezo and G.W.D. Smith : Ultramicroscopy, 75 (1998), 147.
- 45) 高橋淳, 杉山昌章, 丸山直紀 : 新日鉄技報, 381 (2004), 26.

(2004年10月26日受付)

ブックレビュー

本多光太郎 —マテリアルサイエンスの先駆者—

平林眞 編 本多記念会 監修

2004年12月 アグネ技術センター発行

A5判 220頁 定価3,150円(消費税込)

本書は本多光太郎没後50周年を記念して、ゆかりのある人々によって編集、出版されたものである。この本はいろんなエピソードを集めただけの所謂思い出話集ではない。しっかりしたデータベースに基づいた個人史、本人の代表的な著作、本人の業績と技術の歴史を分析的に関連付けた科学史的な文献集で内容の半分以上が構成されている。あまり主観をはさまず、事実で淡々と構成していることがかえって新鮮に感じられ、それでいて、内容が興味深いのは本多光太郎という対象のスケールの大きさと人間的な魅力によっているのかもしれない。また、残りの思い出話にしても、それぞれ、幅広い本多人脈の錚錚たる方々の話はなかなか読み応えがある。

記録文書的部分においても一般的なこの種の本に共通した難解さがあまり感じられない。これは本人の業績の推移が日本における金属学研究の大きな流れと同期していてわかりやすいこと、また、研究対象の分野は基礎から応用まで非常にバラエティに富んでいるが、いずれも実用的な応用展開がはっきりしているためと思われる。

「鉄鋼研究所長としての私の希望」の著作のなかで資源小国の我が国における鉄鋼、金属の基礎研究の重要性を説いて、国の予算増を強く訴えているが、経営者としての本多光太郎の素顔にもふれることができる。研究成果を論文、さらには実用製品につなぐ実績を重視し、企業や他機関との人事交流にも力をいれている。自らが発明家であったが、研究所の予算のかんりの部分を特許実施料収入で支えていたことも注目に値する。

思い出話では教えを受けた人、ゆかりのある人それぞれの話や紹介されている本多語録を通じて一貫した本多光太郎の科学者、技術者としての人間像が浮かび上がってくる。また、広い人脈から登場人物も多彩で、中谷宇吉郎、寺田寅彦をたどって夏目漱石との接点があるのもおもしろい。

(三菱重工業(株)技術本部 広島研究所 橋本律男)