



シンクロトロン放射光を用いた 3D/4Dイメージングとその鉄鋼材料への展開

Application of Synchrotron Radiation 3D/4D Imaging to Steels

豊橋技術科学大学 大学院工学研究科
機械工学系 教授

戸田裕之
Hiroyuki Toda

高輝度光科学研究センター
副主席研究員

鈴木芳生
Yoshio Suzuki

高輝度光科学研究センター
副主幹研究員

竹内晃久
Akihisa Takeuchi

高輝度光科学研究センター
研究員

上杉健太郎
Kentaro Uesugi

豊橋技術科学大学
大学院工学研究科
機械工学系 准教授

小林正和
Masakazu Kobayashi

1 はじめに

物質・生物科学は、主として表面・断面や薄膜等の二次元(2D)的な観察により発展してきた。2D情報は幾何学的に不完全であり、往々にして三次元(3D)構造を大きく見誤らせる。また、観察対象のごく一部のみをサンプリングするため、統計学的にも不完全な情報となる。例えば、物体内のごく少数の特徴点が全体の特性を規定する様な場合、2D情報は全く意味を持たない。そのため、近年、電子線やX線等によるトモグラフィ法(以下CT)やシリアルセクションング法等の3D観察が活用され始めている。この中で、十分な大きさの試料の内部で生じるマイクロ・ナノレベルの動的現象を4D観察(3Dの連続観察)できるのは、シンクロトロン放射光を用いたX線CT(以下、SRCT)に限られる。

SPring-8やESRFなどの第三世代放射光施設の登場により、SRCTの空間分解能は2000年前後には光学顕微鏡と同程度(約 $1\mu\text{m}$)となり¹⁾、その後、さらに100nm台へと向上している^{2,3)}。また、SRCTにより何かを単に観察するだけではなく、他の手法では得られない高度な定量情報を抽出する試みもなされている。後述するように、これは、力学的歪みやき裂進展駆動力、元素濃度などの4D高密度マッピング、および結晶方位情報を含んだ多結晶組織の4D観察である。これらは、2Dでは各種歪み計測法、EDX、EBSPなどと異なる技法に拠らざるを得ない。しかし、3D/4Dでは、SRCTという単一の手法を用いてその様な多彩な情報が得られることは、大きな利点と言える。

ところで、これら一連の研究は、主として軽金属やセラミックス、生体を含む有機材料をその対象としてきた。本報

では、これを鉄鋼材料にまで拡張しようとする著者らのごく最近の努力も合わせて紹介する。

2 シンクロトロン放射光を用いた X線CTの観察精度

2.1 鉄鋼のイメージングにおける空間分解能

X線CTでは、基本的に画素サイズと回転ステップで規定されるサンプリング周波数により分解能が決定される¹⁾。その他、回転ステージのブレやシンチレーター、可視光の光学系など様々な因子がこれに重畳し、実効的な分解能が決定される。投影型CTの場合には、可視光に対するレイリーの回折限界($0.61\lambda/NA$: λ は波長、 NA は開口数)によりその上限は $0.7\mu\text{m}$ 程度と規定される¹⁾。また、鉄鋼材料の場合には、高エネルギーを要するため、X線の阻止能を考えシンチレーターにある程度の厚みが必要になる。これが空間分解能を低下させる大きな要因となる¹⁾。

10年程前から、鉄鋼材料を対象にしたCT観察の報告がなされている。ほとんどの報告で空間分解能の表示はなく、空間分解能と画素サイズを取り違えたと思しき記述も多い。Everetteらは白色X線を用い、空間分解能 $3\mu\text{m}$ の観察を行ったとしている²⁾。ただし、分解能を実測した旨の記述がなく、分解能 $3\mu\text{m}/\text{voxel}$ と表記されていることから、 $3\mu\text{m}$ という数字はいわゆる空間分解能ではなく、画素サイズを指すものと推察される。もしそうであれば、実効分解能は、他の条件が理想的に良くても最高で $6\mu\text{m}$ となる。この他、Cheongら³⁾は90keVの、Shobuら⁴⁾は66.4keVの、また塩澤ら⁵⁾は35keVの単色X線を用いてそれぞれ鉄鋼材料のCT計

測を行っている。いずれの場合も空間分解能は実測されていないものの、サンプリング周波数から判断して、他の条件が理想的に良くても最高でそれぞれ $19\mu\text{m}$ 、 $35\mu\text{m}$ 、 $15\mu\text{m}$ 程度と推測される。

2.2 高分解能化のトライアル

次に、SPring-8のアンジュレータービームラインを用いた最近の高分解能化のトライアルを紹介する⁶⁾。トライアルに先立ち、空間分解能用に、FIBを用いてFig.1に示すステンレス製3Dテストチャート(直径 $497\mu\text{m}$)を作製した。なお、縦横方向のラインピッチは、それぞれ $1.32\sim 2.47$ および $1.36\sim 2.65\mu\text{m}$ である。これに円筒表面のステンレス/空気界面のエッジ広がり関数の評価を合わせ、円筒状テストチャートの中心軸を z 座標とする円筒座標系(r, ϕ, z)で、 r, ϕ, z 全ての方向の空間分解能を計測した。

Fig.2は、40、55、70keVでの計測結果である。縦横いずれの方向でも、最も狭い格子が解像できている。したがって、最低でも空間分解能 $1.32\sim 1.36\mu\text{m}$ が達成されている。縦方向の分解能は横方向より良い。また、特に横方向では試料-検出器が近いほどX線の前方散乱の影響を受け、空間分解能が悪化する。さらに直近の実験では、可視光の回折限界に

近い高分解能が達成されている⁷⁾。このように高分解能が実現されたのは、前方散乱やシンチレーターの影響等が理解され、最適条件で計測されたためと言える。また、近年のSR施設の改良により⁸⁾、フラックスを極限にまで高めても、鉄鋼



Fig.1 A resolution test object that has been prepared on a stainless-steel wire of $497\mu\text{m}$ in diameter using the focused ion beam technique. The three arrows indicate three directions along which spatial resolution was measured.

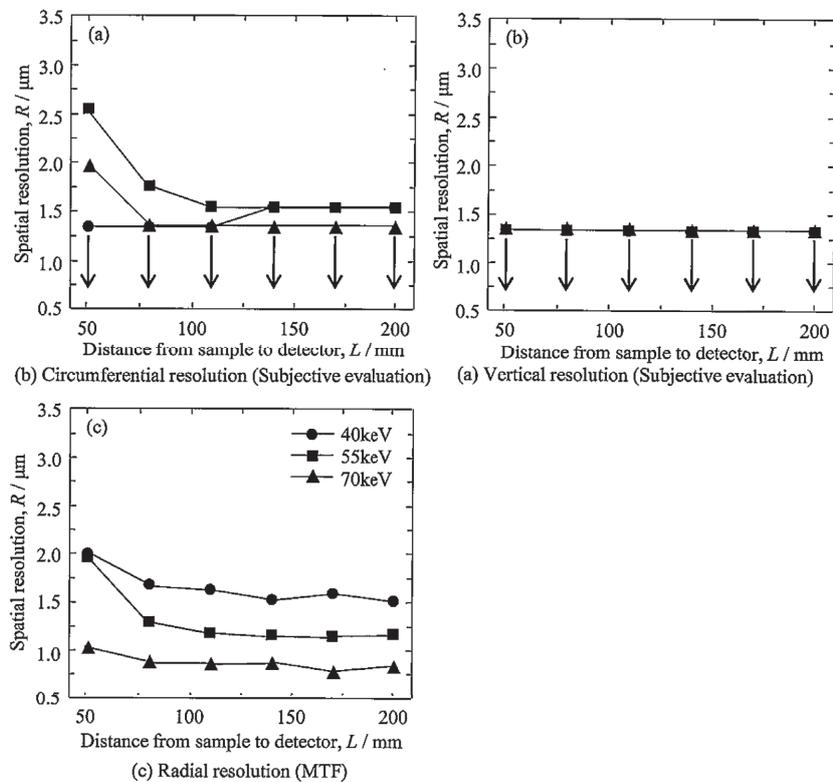


Fig.2 Variation in spatial resolution in (a) lateral (circumferential), (b) vertical and (c) lateral (radial) directions with respect to the rotation axis. (a) and (b) were obtained through subjective evaluation of the resolution test object, while (c) was determined with modulation transfer functions (MTFs) derived from ERFs at the outer contour of the wire. Spatial resolution was defined at MTF of 5%. Original line spread functions were fitted with a sigmoid function.

のイメージングに必要な高エネルギー X線が安定して利用できるようになったことも見逃せない。

これまで、アルミニウムなどの軽金属では、SRCTを活用した様々な応用研究が行われている⁹⁻¹²⁾。一方、鉄鋼材料では、空間分解能および試料サイズの制約が大きく、SRCTの応用を妨げていた。上記のトライアルは、鉄鋼材料でも軽金属と同等の試料サイズ、空間分解能で実験が可能であることを示している。Fig.3は、Fig.2と同じ条件で撮像した疲労き裂の観察例である⁶⁾。組織との干渉効果で複雑に偏向・チルトした疲労き裂がマイクロ構造と共に明瞭に可視化されている。また、後述の手法を用い、疲労き裂の開閉口挙動の4D観察画像を基に、き裂先端の歪み分布、局所き裂進展駆動力の解析もなされている。

3 SRCTを用いた応用研究

上述のように、鉄鋼でも軽金属並みの最高分解能と試料サイズで3D/4Dイメージングが可能となってきた。SRCTを単なる見る道具の1つとして利用するのではなく、各種情報に富む3D/4D画像から必要な情報を高い次元で抽出できれば、高度な研究開発へと展開できる。この章では、3D/4Dイメージングを応用した様々な定量評価法や軽金属での応用研究例を紹介する。これらは、特に断りのない限り、全て鉄鋼でも実行可能と考えて良い。

3.1 3D/4Dイメージとその定量評価

4D観察が有効な材料工学における動的現象は、例えば①変形、破壊、クリープ、疲労破壊などの材料特性評価の研究、②圧延、鍛造などの塑性加工や熱処理といった材料プロセ

スの研究、③相変化や相変態等の基礎的研究等と多岐にわたる。単に3D/4D構造を観察するだけでも、表面・断面観察に慣れた技術者・研究者にとっては、新鮮な発見が得られる場合も多い。

Fig.4は、鋳造後のアルミニウム合金を高温で暴露した場合に析出水素からなるポアがOstwald成長する様子を観察したものである¹³⁾。画像を見れば、ポアがその内圧を駆動力として成長する様子や、長時間保持の場合には角張った形に変化することが容易に理解できる。後者は、材料全体の水素濃

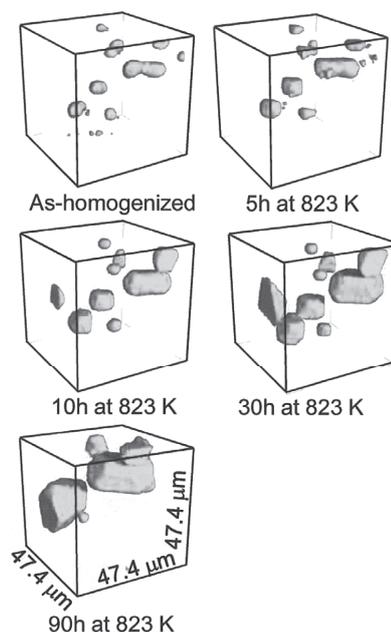


Fig.4 Enlarged 3D perspective views of hydrogen micro pores in an Al-Mg alloy in various heat-treatment conditions. Note that only micropores were extracted and shown here.

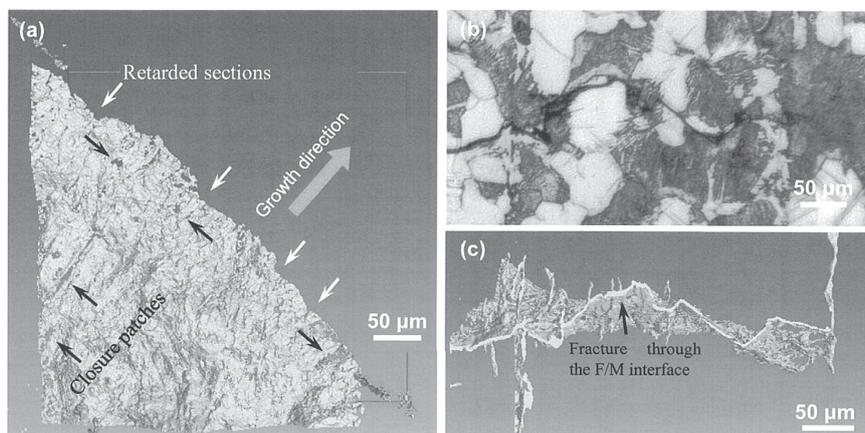


Fig.3 3D perspective views of a fatigue crack in a steel. Only crack images have been extracted from the tomographic volume and shown in (a) and (c), while the underlying metal and other microstructural features are not displayed. The crack is viewed in the mode I loading direction in (a) and the crack mouth direction in (c). (b) is an optical microscope image that corresponds to (c).

度が次第に減少して内圧が低下するため、最も低い表面エネルギーを持つ $\{111\}$ 面に囲まれた八面体がエネルギー的に安定となるためである。このようなポアは、標準的な観察視野 (およそ 0.3mm^3) あたり数千~数万個含まれる。視野に入る全てのポアのサイズや形状を3D定量解析したり、連続3D画像間で同一のポアを対応させるトラッキングによりその時間変化を調べることで、各種現象に理論的にアプローチすることができる。Fig.4の例では、全てのポアのサイズを精密に計測することで、ポアにトラップされた全水素量が求められ、さらに粒界や転位、溶質原子等のトラップサイトとアルミニウム結晶格子への水素分配が見積もられている。

水素ポアに関しては、アルミニウムの破壊にも大きな影響があり、これが外力下で成長する延性破壊機構を明らかにした^{14,15)}。現在は、晶出物の除去・低減により高強度を得るため、工業的に高温長時間の熱処理を採用している。しかし、これでは、水素ポアが成長して逆に破壊を助長することになる。つまり、このような場合には、材料技術者は、これまで真の最適解とは逆方向に位置するマクロ特性のローカル・マキシマを追い求めていたと言っても過言ではない。

現象が空間的、時間的に複雑かつ不規則な場合には、3D/4Dイメージングがさらに効果を発揮する。き裂伝播挙動を支配する重要な現象として知られる疲労き裂開閉口挙動は、その良い例である^{16,17)}。これまで、疲労き裂の開閉口挙動は、除荷弾性コンプライアンス法¹⁸⁾や電位差法¹⁹⁾などにより、マクロ特性として評価されてきた。しかし、実際のき裂開閉口はFig.5に示すように局所的に大きく変化し¹⁶⁾、マイクロ組織の影響を強く受ける。この様に、き裂閉口の発生やその程度を3D空間分布として把握することで、塑性誘起き裂閉口や破面粗さ誘起き裂閉口などの発生機構別に局所的な

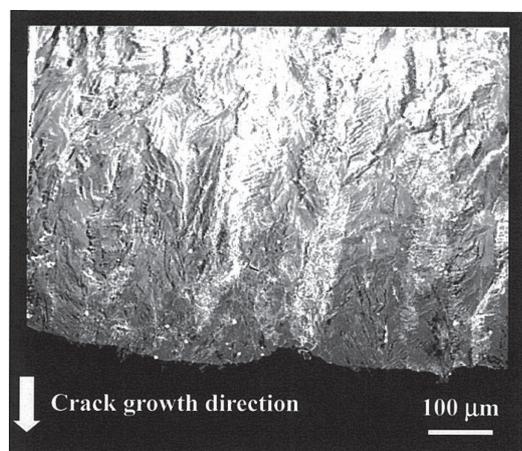


Fig.5 Ray casting representation of the whole crack which was used for the COD mapping in a 2024 aluminum alloy. The image captured at $K=0.42\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ was used for the investigation.

マイクロ組織等と対応させることができ、疲労特性の制御にまで結びつく知見が得られる。

3.2 各種3D/4Dイメージベース解析

3.2.1 3D/4Dデータの粗視化

3D/4D画像は非常に情報量が豊富な反面、膨大な情報からの得た知見を得るのが困難という問題点もある。膨大な3D/4Dデータを「粗視化」し、現象の理解へ繋げることが肝要である。

一例として、ダイカストという古典的な材料に3D/4Dイメージングを適用した研究を紹介する。ここでは、これまで知られていなかった表面直下の高密度なポアの凝集体が可視化され、これが疲労き裂を発生させることが明らかになった²⁰⁾。さらに、疲労き裂発生過程を繰り返し4D観察し、4Dデータの『粗視化』により、疲労き裂の発生をもたらすポアの配列パターンを簡単な6つの幾何学パラメーターで明示した²¹⁾。ここでは、まず多重共線性の影響を避けるため、正規化したパラメータの独立性を偏相関係数およびCART (Classification and regression trees) に基づく樹木モデルで確認し、重回帰分析に供した。Fig.6に、最も大きな回帰係数が得られた隣接ポアペアの平均直径: x_2 、疲労き裂が発生を表す従属変数: y および得られた予測値: Y の関係を示す²¹⁾。単一のパラメーターでは疲労き裂発生との関係が認められないが、2~4個の幾何学パラメーターの組み合わせにより、疲労き裂発生をうまく記述できた。用いたダイカスト材は水素濃度が低い高品位なもので、液相-固相間の大きな水素溶解度差という物理的な原因に基づいて発生するポアは、いかなる工夫をしても完全には取り除けない。しかし、ここで得

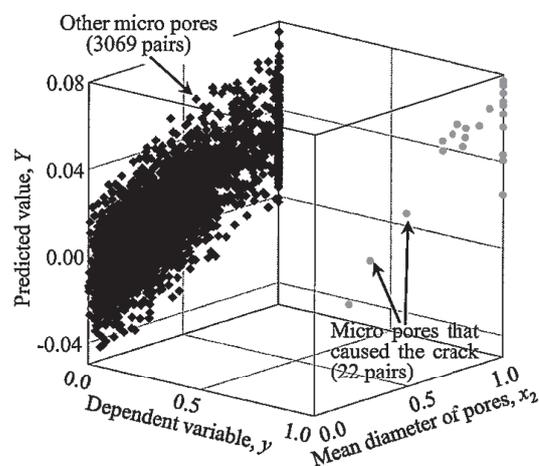


Fig.6 Relationship between predicted value, Y , dependent variable, y , and independent variable, x_2 in the multiple linear regression analysis of fatigue crack initiation behavior in a die-cast aluminum alloy.

られた知見を利用すれば、製造条件の調整により製品の疲労特性や信頼性を向上できる。

3.2.2 4D定量評価法

連続3D画像間で同一のマイクロ組織特徴点(粒子やポアなど)を対応させるトラッキング技術は、個々の粒子等の時間変化を知るだけでなく、それらマイクロ組織特徴点の物理的な変位を求めることにもなる。金属材料の場合、SRCTの1視野あたり、数千~数十万個のマイクロ組織特徴点が観察できる。これにより、変位や歪み、き裂進展駆動力などを高密度に3D/4Dマッピングできる。このためには、全部のマイクロ組織特徴点を四面体の頂点とするDelaunay分割を適用し、既知である各頂点の変位から任意の位置の力学量を計算する。これは現在、不透明な材料内部で歪みやき裂進展駆動力などの力学量を高密度に直接計測する唯一の手法と言える。ここで重要となるのは、膨大な数の特徴点を高精度に追跡する4D画像解析技術である。著者らは、特徴点の体積、表面積、重心位置を基にしたマッチングパラメータ²²⁾、凝集部のトラッキング精度を上げるばねモデル法²²⁾、前段階の特徴点変位を用いる軌道予測法²³⁾、特定の特徴点を用いて局所的な変位場を求め、残りの特徴点の軌道を予測する動径基底関数法²⁴⁾など、多くの手法を開発・適用してきた。現在では、高い精度の追跡に基づき高密度で高精度なマッピングが可能になっている。

Fig.7は、圧延中のAl-Mg合金内部の局所歪分布を4Dマッピングしたものである²⁵⁾。単純な一軸圧縮下にもかかわらず、マクロなせん断帯の発達が見られる。このため、局所的には歪みの引張り成分(黄色部分)も見られる。圧延²⁴⁾や表面冷間加工²⁶⁾によるポアの複雑な収縮・消滅挙動も、不均一な相当歪みとポア収縮量の関係として定量的に明示されている。この手法をき裂材に適用すると、実用材料の非常に不均一なき裂先端の歪み場が可視化できる²⁷⁾。Fig.8は、Al-Si合金の例である²⁵⁾。図中には、SRCTで得た3D像を用いて解析モデルを作成し、イメージベースシミュレーションを行った場合の計算結果(き裂形状のみを考慮し、マイクロ構造などは無視)も合わせて示した。単純なモードI負荷にもかかわらず、き裂先端の歪場は上下非対称で、しかも非常に不均一である。これは、粒子の不均一な分布等の影響と考えられ、実用材料の複雑な破壊挙動を説明する。

実用材料の複雑な破壊挙動は、マイクロ組織特徴点の変位から応力拡大係数(K)やJ積分値等のき裂進展駆動力を逆算することにより^{17,28-30)}、より直接的に評価できる。また、き裂先端開口変位をき裂前縁に沿って高密度に計測することも可能である³¹⁾。Fig.9は、Al-7% Si合金の局所き裂伝播抵抗とき裂の3D画像を重ねたものである³¹⁾。この材料は、破壊靱性の

高い α -Al相と脆性なAl-Si共晶相からなる二相組織を有しており、両相の破壊抵抗の大きな違いが局所的な破壊抵抗の計測値として示されている。この破壊抵抗の差に対応し、 α -Al相ではき裂が進展せず、Al-Si共晶相で早期に進展開始したとき裂が α -Al相に迂回して進展したことがわかる。

SRCTを用いた研究では、実験的な評価と平行し、実験で得た3D画像をそのまま用いたイメージベースシミュレーションが可能である^{27,30,32)}。マイクロ組織や損傷破壊などの事象を忠実に再現した3Dイメージベースモデルを用いて行う計算機実験は、Fig.8に例示したように、実験と解析の直接的な比較によりシミュレーションの検証もほぼ完全で、かつ現実の複雑で不規則な現象を直接評価するものとなる。これは、従来の単純化を目指すモデリングや数値解析とは隔絶したものである。

また、特定元素の吸収端の直上と直下で得た3D画像を画素差分して特定部位の高コントラスト撮像を行う手法は、医療診断などに活用されている。これを用いた元素濃度3D/4Dマッピングも試みられており、マイクロ組織の空間的な不均一性、およびその破壊への影響評価などに活用されている³³⁻³⁵⁾。

3.2.3 結晶学的解析への展開

サブミクロンないしそれ以下の微細構造をSRCT観察する手法として、フレネルゾーンプレートなどを用いる結像CTの他に³⁶⁾、低融点元素を粒界拡散させて粒界を3D観察する手法がある³⁷⁾。アルミニウムの場合には、ガリウムなどが用いられる。これに前節で紹介したマイクロ組織特徴点トラッキング技術を組み合わせることで、多結晶材の結晶粒変形挙動の4D追跡(Grain boundary tracking法)が可能である²⁵⁾。Fig.10に示すように、まず外力下での変形挙動の4Dイメージングを行い、次に低融点元素を粒界拡散させて粒界像を得る²⁵⁾。粒界像から作成した粒界マスクを用いて視野内に存在する全ての粒子を粒界粒子と粒内の粒子に判別する。そして、各結晶粒で粒界粒子を面で結んでクローズドな結晶粒形状を再構成する。マイクロ組織特徴点トラッキング技術により時間を遡って粒界粒子を追跡すれば結晶粒の4D変形挙動を、また粒内粒子を追跡すれば各結晶粒の局所歪分布を計測できる³⁸⁾。さらに最近では、細束X線で試料をスキャンローテーションしてX線回折パターンを撮影するFig.11に示す様なプロセスをGrain boundary trackingと組み合わせ、多結晶材料内部で結晶粒界および結晶方位分布を再構成できる3D結晶方位イメージング手法(Diffraction-amalgamated grain boundary tracking法)を開発している³⁹⁾。同様のものに、デンマークのRisø国立研究所が開発した3DX線回折顕微鏡がある^{40,41)}。しかし、こちらの手法は純粋にXRDのみに

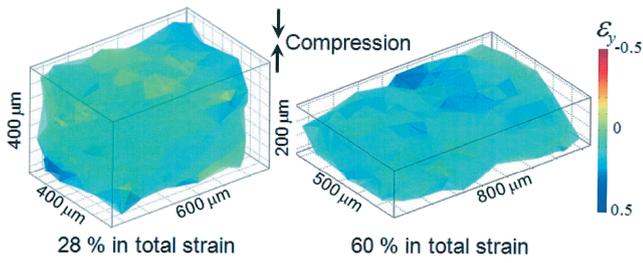


Fig.7 Measured 3D strain distributions within a cuboidal Al-Mg alloy specimen at two compression steps, which have been obtained by tracking physical displacements of all the Pb particles embedded in the material

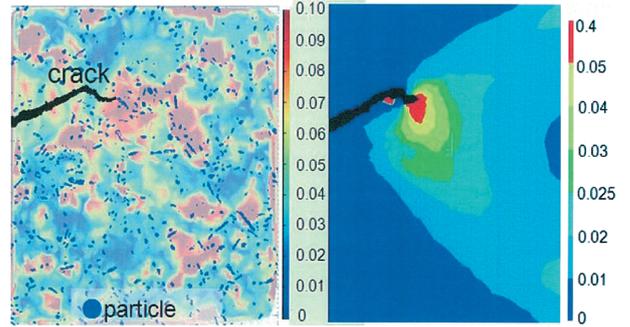


Fig.8 Measured 3D strain distribution (Left) around a crack-tip in an Al-Si alloy. A simulated equivalent stress contour (Right) on an identical cross-section, which has been obtained with a 3D image-based model, is shown for comparison.

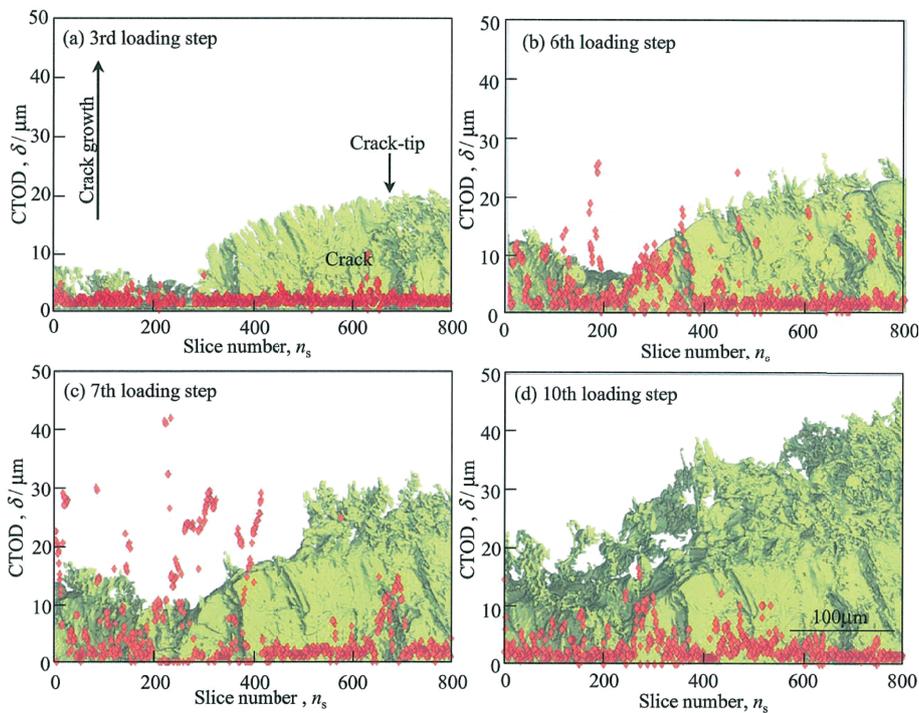


Fig.9 Comparison of the top views of the crack and the distributions of local crack-tip opening displacement, CTOD, among different loading steps in an Al-7Si alloy

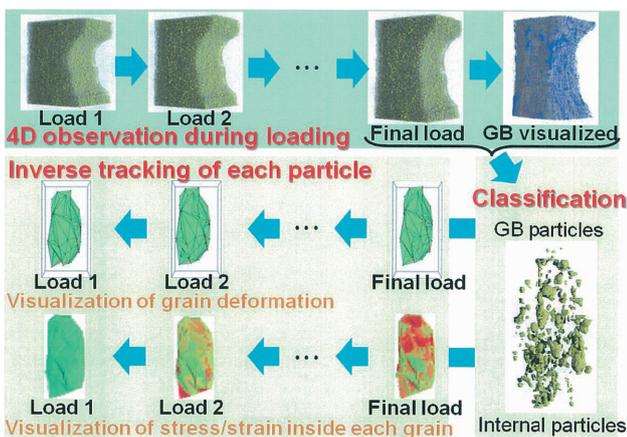


Fig.10 Schematic illustration of the grain boundary tracking technique

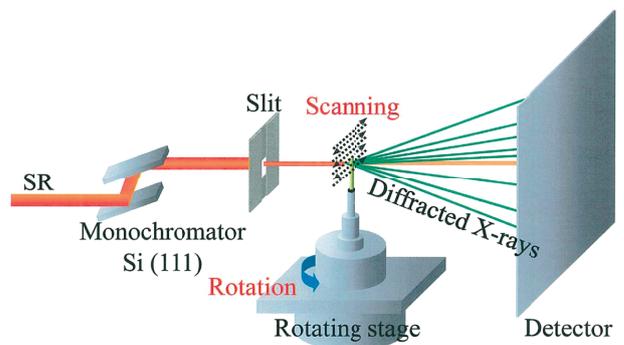


Fig.11 Schematics illustration of the set-up of the 3D synchrotron X-ray diffraction experiment for the diffraction-amalgamated grain boundary tracking technique

よるため、変形を受ける場合には回折斑点がボケて原理的に解析が困難になる。

4 今後の展望

本報で紹介したSRCTおよび応用解析は、概ね鉄鋼材料でも実施可能である。ただし、結晶粒界3D可視化は鉄鋼材料に使える低融点金属の探索が、そして元素濃度3D/4Dマッピングでは高エネルギーでの課題克服が必要になる。これらと第2章で述べたさらなる高分解能化を合わせ、当学会の「産発プロジェクト展開鉄鋼研究」での取り組みが平成23年4月に始まっている。これらの課題が解決され、鉄鋼材料に3D/4Dイメージングが活用されると、現実世界の複雑な現象にダイレクトに結び付くInformation-richな3D/4D情報の活用で、我が国の鉄鋼技術水準の向上が期待される。二相組織、カーバイドなど大量の脆性相の存在・偏在といった鉄鋼の特徴は、塑性変形・損傷破壊過程をアルミニウムよりはるかに複雑なものとする。そのため、特に鉄鋼材料の塑性加工、力学特性評価、信頼性保証での成果が期待される。

その先の展望として、マクロ特性を規定する特定の種類、特定のサイズ範囲、特定の形態、特定の領域の組織因子のみを制御したり、最適相・最適元素を最適3D分布で必要最小量配置する高度な組織制御が考えられる。これにより、特殊で高価なプロセス・素材に頼ることなく、力学特性の向上が期待できる。この様なイメージベースアプローチは、材料の確率的信頼性をも考慮できる材料設計・開発プロセスのパラダイムチェンジとなり得る。

本報では、3D/4Dイメージングそのものに関してあまりスペースを割けなかった。これについては、他報を参照されたい^{1,25,41)}。ただ、今後、3D/4Dイメージング技術が発展すべき方向として、高速化が挙げられる。現在の所、1枚の3D画像取得には数千秒必要とするが、原理的には、現在より3桁程度の高速化も可能と思われる。高空間分解能を担保しながらより高時間分解能の4Dイメージングが実現できれば、鉄鋼だけではなく、理学、医学、工学の幅広い分野で波及効果が大きい。実際、著者らが行った22.5秒/枚の高速撮像によるき裂進展4D観察のトライアル(ESRF)では、従来は見えなかった様々な破壊挙動が確認されている³⁰⁾。今後の真の4Dイメージングの活用に期待したい。

謝辞

本研究の一部は、当協会の産発プロジェクト展開鉄鋼研究による。また、3.2.3節の内容は、科学研究費補助金(基盤研究A:20246102)により進めている。これらを記して感謝する。

参考文献

- 1) 戸田裕之, 小林正和, 鈴木芳生, 竹内晃久, 上杉健太郎: 顕微鏡, 44 (2009), 199-205.
- 2) R.K.Everett, K.E.Simmonds and A.B.Geltmacher: Scripta Mater., 44 (2001), 165.
- 3) K.S.Cheong, K.J.Stevens, Y.Suzuki, K.Uesugi and A.Takeuchi: Mater. Sci. Eng.A., 513-514 (2009), 222.
- 4) T.Shobu, K.Tanaka, A.Hashimoto and J.Narita: J. Soc. Mater. Sci., Jpn., 58 (2009), 588.
- 5) 塩澤大輝, 中井善一, 栗村隆之, 森影康, 田中拓, 尾角英毅, 宮下卓也, 梶原堅太郎: 材料, 56 (2007), 951-957.
- 6) H.Toda, F.Tomizato, F.Zeismann, Y.Motoyashiki-Besel, K.Uesugi, A.Takeuchi, Y.Suzuki, M.Kobayashi and A.Brueckner-Foit: ISIJ Int., 52 (2012) 3, 516.
- 7) 戸田裕之, 小林正和, 鈴木芳生, 竹内晃久, 上杉健太郎他: 日本鉄鋼協会の「産発プロジェクト展開鉄鋼研究」による研究, (2011), 投稿予定.
- 8) 鈴木芳生: SPring-8 Annual Report, BL20XU, (2007), 77.
- 9) L.Qian, H.Toda, K.Uesugi, T.Kobayashi, T.Ohgaki, and M.Kobayashi: Applied Physics Letters, 87 (2005), 241907.
- 10) H.Toda, K.Uesugi, A.Takeuchi, K.Minami, M.Kobayashi and T.Kobayashi: Applied Physics Letters, 89 (2006), 143112.
- 11) S.Terzi, L.Salvo, M.Suery, N.Limodin, J.Adrien, E.Maire, Y.Pannier, M.Bornert, D.Bernard, M.Felberbaum, M.Rappaz and E.Boller: Scripta Materialia, 61 (2009) 5, 449-452.
- 12) J-Y.Buffiere, E.Maire, J.Adrien, J-P.Masse and E.Boller: Experimental Mechanics, 50 (2010), 289-305.
- 13) H.Toda, T.Hidaka, M.Kobayashi, K.Uesugi, A.Takeuchi and K.Horikawa: Acta Materialia, 57 (2009), 2277-2290.
- 14) 大語英之, 戸田裕之, 上杉健太郎, 鈴木芳生, 小林正和: 軽金属, 60 (2010), 409-410.
- 15) H.Toda, H.Oogo, K.Uesugi, A.Takeuchi, Y.Suzuki and M.Kobayashi: Acta Materialia, (2011), under review.
- 16) H.Toda, I.Sinclair, J.-Y.Buffière, E.Maire, T.Connolly, M.Joyce, K.H.Khor and P.Gregson: Philosophical Magazine A, 83 (2003), 2429-2448.
- 17) H.Toda, I.Sinclair, J.-Y.Buffière, E.Maire, K.H.Khor, P.Gregson and T.Kobayashi: Acta Materialia, 52 (2004), 1305-1317.
- 18) 菊川真, 城野正弘, 田中健一, 高谷勝: 材料, 25 (1976), 899-903.
- 19) T.C.Lindley and C.E.Richards: Mater. Sci. Eng., 14 (1974), 281.

- 20) 増田翔太郎, 戸田裕之, 青山俊三, 折井晋, 植田将志, 小林正和 : 鑄造工学, 81 (2009) , 475-481.
- 21) H.Toda, S.Masuda, R.Batres, M.Kobayashi, S.Aoyama, M.Onodera, R.Furusawa, K.Uesugi, A.Takeuchi and Y.Suzuki : *Acta Materialia*, 59 (2011) , 4990-4998.
- 22) M.Kobayashi, H.Toda, Y.Kawai, T.Ohgaki, K.Uesugi, D.S.Wilkinson, T.Kobayashi, Y.Aoki and M.Nakazawa : *Acta Materialia*, 56 (2008) , 2167-2181.
- 23) M.Kobayashi, H.Toda, Y.Kawai, M.Nakazawa, Y.Aoki, K.Uesugi and Y.Suzuki : *Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys*, (2010) , 1330-1335.
- 24) H.Toda, K.Minami, K.Koyama, K.Ichitani, M.Kobayashi, K.Uesugi and Y.Suzuki : *Acta Materialia*, 57 (2009) , 4391-4403.
- 25) H.Toda, Y.Ohkawa, T.Kamiko, T.Naganuma, K.Uesugi, A.Takeuchi, Y.Suzuki, M.Kobayashi and D.J.LeClere, *Acta Materialia*, 60 (2012) , under review.
- 26) H.Toda, T.Yamaguchi, M.Nakawaza, Y.Aoki, K.Uesugi, Y.Suzuki and M.Kobayashi : *Materials Transactions*, 51 (2010) , 1288-1295.
- 27) L.Qian, H.Toda, K.Uesugi, M.Kobayashi and T.Kobayashi : *Physical Review Letters*, 100 (2008) , 115505.
- 28) H.Zhang, H.Toda, P.C.Qu, Y.Sakaguchi, M.Kobayashi, K.Uesugi and Y.Suzuki : *Acta Materialia*, 57 (2009) , 3287-3300.
- 29) P.Qu, H.Toda, H.Zhang, Y.Sakaguchi, L.Qian, M.Kobayashi and K.Uesugi : *Scripta Materialia*, 60 (2009) , 489-492.
- 30) H.Toda, E.Maire, S.Yamauchi, H.Tsuruta, T.Hiramatsu and M.Kobayashi : *Acta Materialia*, 59 (2011) , 1995-2008.
- 31) H.Toda, S.Yamamoto, M.Kobayashi, K.Uesugi and H.Zhang : *Acta Materialia*, 56 (2008) , 6027-6039.
- 32) H.Toda, M.Takata, T.Ohgaki, M.Kobayashi, T.Kobayashi, K.Uesugi, K.Makii and Y.Aruga : *Advanced Engineering Materials*, 8 (2006) , 459-467.
- 33) H.Toda, T.Nishimura, K.Uesugi, Y.Suzuki and M.Kobayashi : *Acta Materialia*, 58 (2010) , 2014-2025.
- 34) Q.Zhang, H.Toda, Y.Suzuki, K.Uesugi and M.Kobayashi : *Philosophical Magazine*, 90 (2010) , 1853-1871.
- 35) H.Toda, K.Shimizu, K.Uesugi, Y.Suzuki and M.Kobayashi : *Materials Transactions*, 51 (2010) , 2045-2048.
- 36) H.Toda, K.Uesugi, A.Takeuchi, K.Minami, M.Kobayashi and T.Kobayashi : *Appl. Phys. Lett.*, 89 (2006) , 143112.
- 37) M.Kobayashi, H.Toda, K.Uesugi, T.Ohgaki, T.Kobayashi, Y.Takayama and B.-G. Ahn : *Philosophical Magazine*, 86 (2006) , 4351-4366.
- 38) M.Kobayashi, H.Toda and K.Uesugi : *Materials Science Forum*, 638-642 (2010) , 2523-2528.
- 39) D.J.LeClere, H.Toda, K.Uesugi, A.Takeuchi, Y.Suzuki and M.Kobayashi, *Acta Materialia*, 60 (2012) , to be submitted.
- 40) H.F.Poulsen : *Three-dimensional X-ray Diffraction Microscopy*, Springer, Berlin, (2004)
- 41) 戸田裕之, 佐藤真直, 奥田浩司, 小林正和 : *軽金属*, 61 (2011) , 38-48.

(2011年8月4日受付)