



## 入門講座

物理分析入門—初めて使う人のために—1

# 物理解析の基礎と解析手法の選び方

Introduction to Microanalysis  
—Principles and How to Choose the Right Method—

佐藤 馨

Kaoru Sato

JFEスチール(株)スチール研究所  
主席研究員

## 1 はじめに

近代製鉄業は分析や計測の進歩と共に発展してきた。溶鋼の正確な温度計測の必要性が物理学における量子力学、黒体放射の研究と同期していた点は興味深い<sup>1)</sup>。1960年代に入ると開発されたばかりの電子線マイクロアナライザ(EPMA、開発当時はXMA; X線マイクロアナライザと呼ばれた)や透過電子顕微鏡(TEM)を鉄鋼会社がいち早く導入したことから、鉄鋼業が新たに開発された分析・解析技術の導入に極めて積極的だったことがわかる<sup>2)</sup>。大同製鉄(現大同特殊鋼)や日本鋼管(現JFEスチール)が標準仕様で120kVであった最高加速電圧を150kVまで高めたTEMを1962年には導入している。1975年には加速電圧100万ボルトの超高圧透過電子顕微鏡を新日鐵(現新日鐵住金)が民間企業で唯一導入している。

筆者が鉄鋼会社に入社した1980年代は、超高真空を基本とした表面分析装置が実用的に使える時代を迎え、それらを物理解析の専門家が鉄鋼材料の解析に活用し始めた時代であった。また、電子顕微鏡に分析機能が付加され、本格的な分析電子顕微鏡の時代に入った。

実用材料の研究、開発、安定製造、クレーム処理など様々な場面で、材料の分析・解析の重要性が増している。手法は日々高度化しているが、利用者があれこれ悩まなくてよいように、装置メーカーは操作やデータ解析の簡易な装置を開発している。装置によっては、測定後にレポートまで出力するものもある。ある面で、高度な分析・解析装置はプリンタやスキャナと変わらないコンピュータの“周辺機器”にすぎないとの見方もある。しかし、現実には装置任せでは、材料の真の姿を見誤る可能性がある。手法の原理に関する知識とデータ解釈の基本や危険性をしっかり認識して各手法の限界を知ることが、解析結果を基に特性発現の機構や不良発生原因を考察していく上で必須である。この視点から日本金属学

会関東支部では、平成17年に「身近な分析技術 ブラックボックス化にひそむ落とし穴」<sup>3)</sup>という企画を実施し、多くの参加者を集めた。

今月から始まる「ふえらむ」の物理分析入門—初めて使う人のために—の連載の第一回として本解説では、物理解析の基礎と解析手法の選び方について解説する。今後の連載で各手法の特徴と活用する際の注意事項を更に学んで頂きたい。

## 2 物理解析概論

### 2.1 物理解析の原理は難しくない

物理解析手法の原理は簡単である。図1に示したように、測ろうとする試料にエネルギーや波長を制御した線源(一次ビーム)を照射し、材料との相互作用によって発生した信号を検出することで試料に関する種々の情報を得ている。

図2、3、4にそれぞれ電子、X線、イオンを一次ビームとする解析手法の例を示した。図中で試料から出ている信号の内、実線で示したものは、試料により一次ビームが散乱・回折されたもの、破線で示したものは試料から二次的に発生している信号である。

表1に本入門講座で紹介する主な物理解析手法について、一

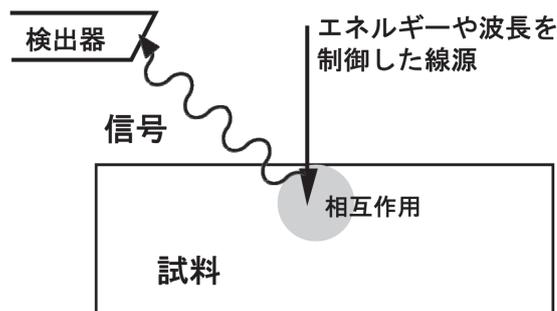


図1 物理解析の概念図

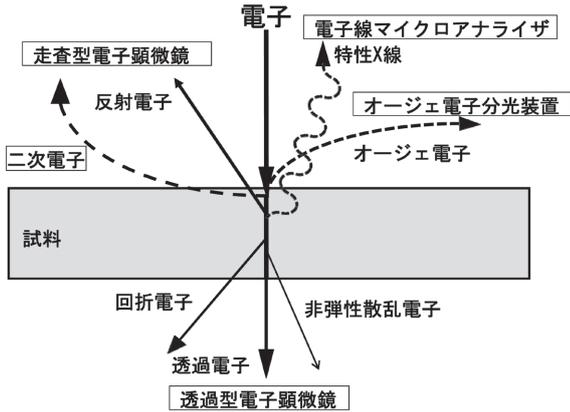


図2 電子を固体に入射させたときに発生する信号と解析装置名称

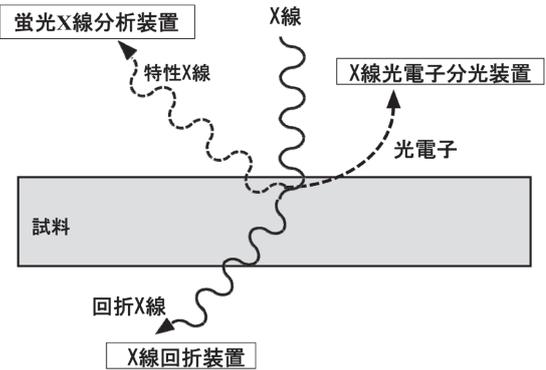


図3 X線を固体に入射させたときに発生する信号と解析装置名称

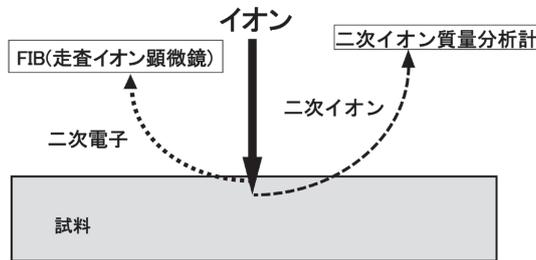


図4 イオンを固体に入射させたときに発生する信号と解析装置名称

表1 物理解析手法一覧表

装置 (略号)	入射線	測定している信号	得られる主要情報	備考
走査電子顕微鏡 (SEM)	電子	二次電子 反射電子 特性X線 回折電子	表面形状	真空機器 低真空可能*
分析走査電子顕微鏡 電子線後方散乱パターンEBSP			微小領域の構成元素 結晶方位 結晶構造 相同定	
透過電子顕微鏡 (TEM)	電子	透過電子 回折電子 特性X線 非弾性散乱電子	内部微細構造 極微小領域の結晶構造 極微小領域の構成元素 極微小領域の構成元素、化学結合	真空機器 環境制御型可能*
分析(透過)電子顕微鏡 (AEM)				
X線回折装置 (XRD)	X線	回折X線	結晶構造 相同定 集合組織 応力	真空不要 放射光施設あり*
蛍光X線分析法 (XRF) (FX)	X線	特性X線	構成元素・平均組成	真空不要
電子線マイクロアナライザ (EPMA) (X線マイクロアナライザ, XMA)	電子	特性X線	微小領域の構成元素	真空機器
オージェ電子分光装置 (AES) 走査オージェ電子顕微鏡 (SAM)	電子	オージェ電子	表面の構成元素 (深さ方向の元素分布)	超高真空機器
X線光電子分光装置 (XPS) (ESCA)	X線	光電子	表面の構成元素 元素の化学結合状態 (深さ方向の元素分布)	超高真空機器 イオン研磨使用
二次イオン質量分析計 (SIMS) (イオン マイクロアナライザ, IMA)	イオン	二次イオン	表面の構成元素(含微量元素) 分子量 深さ方向の元素分布	超高真空機器 ソフトイオン化
グロー放電発光分光分析法 (GD-OES)	Arプラズマ	光 (発光)	(平均) 組成 深さ方向の元素分析	真空機器
赤外吸収分光法 (IR)	光 (赤外線)	光 (赤外線吸収率)	分子振動から物質を決定	真空不要
ラマン分光法	光	非弾性散乱光	分子振動から化合物決定	真空不要
その他				
走査プローブ顕微鏡 (SPM)	プローブ (針)	プローブと試料間の力	形状と物性値	真空不要
アトムプローブ電界イオン顕微鏡 (AP-FIM)	針状試料に電界	針状試料に電界	原子レベルの分析	超高真空機器と真空不要機器 超高真空機器
中性子散乱・回折 (NS, ND)	中性子	散乱・回折中性子	結晶情報 クラスタサイズ	真空不要
集束イオンビーム精密加工 (FIB)	イオン	(二次電子)	微細加工, 断面観察試料作製, 形態観察 (SIM)	真空機器

略号のフル表記 (手法名で記載)

SEM(Scanning Electron Microscopy), TEM(Transmission Electron Microscopy), AEM(Analytical (Transmission) Electron Microscopy), XRD(X-ray Diffraction), XRF (X-ray fluorescence) , FX(Fluorescent X-ray spectroscopy), EPMA(Electron Probe Microanalysis), XMA (X-ray Micro Analyzer) , AES(Auger Electron Spectroscopy), SAM(Scanning Auger Microscopy), XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy), ESCA(Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) , SIMS(Secondary Ion Mass Spectroscopy), IM(M)A(Ion Microprobe (Mass) Analysis), GD-OES (Glow Discharge-Optical Emission Spectroscopy) , IR (infrared spectroscopy), Raman spectroscopy, SPM (Scanning Probe Microscopy), AP-FIM (Atom-Probe Field Ion Microscopy), NS (Neutron Scattering), ND (Neutron Diffraction), FIB (Focued Ion Beam), SIM (Scanning Ion Microscopy)

次ビーム（線源）、信号、得られる情報をまとめた。それらの手法の略記とその英語名称も示した。これらの手法により、形や大きさなどの形態状態、結晶情報、組成・元素情報や化学結合状態の情報が得られる。手法は、顕微鏡法、回折法、分光法に分類できる。今日これらの複数の機能を有する装置が多い。例えば、もともと顕微鏡法として誕生した走査電子顕微鏡（SEM）にはX線分析装置が装着され、局所分析可能な手法に強化された。さらにEBSP（EBSD）：Electron Back-Scattering Pattern（Diffraction）が広く普及したことで、SEMを用いた結晶方位解析や相同定が日常的に用いられるようになった。今日、分析SEM、分析TEM共に顕微鏡法、分光法、回折法を兼備した手法となっている。

中性子回折法、アトムプローブ電界イオン顕微鏡（AP-FIM：Atom Probe Field Ion Microscope）と走査プローブ顕微鏡（SPM：Scanning Probe Microscopy）は今回の基礎講座では独立したテーマとして扱わないが、表中には斜体で示した。

メスバウア分光法<sup>4)</sup>、核磁気共鳴（NMR：Nuclear Magnetic Resonance）は鉄鋼材料の解析に有効な方法である。前者では、鉄鋼の常磁性相と強磁性相のそれぞれに対応した $\gamma$ 線の共鳴吸収を測定することで、オーステナイト相の分率や鉄の酸化状態などを評価できる。NMRは強磁場中で試料の原子核が特定の周波数の電磁波と相互作用することを活用した構造解析手法である。生体や有機材料に広く用いられてきたが、無機系材料への有効性も報告されている<sup>5)</sup>。鉄鋼分野では、石炭<sup>6)</sup>やスラグ<sup>7)</sup>などの構造解析に活用されている。陽電子を活用した空孔などの解析<sup>8)</sup>や、宇宙線ミュオンを使った計測技術開発<sup>9)</sup>の取り組みもなされている。

個々の物理解析機器は万能ではないため、研究目的にあった装置を選ぶ、あるいは手法を複数組み合わせ、材料に関して総合的な情報を取得することが肝要である。詳しくは3章物理解析手法の使い分けで述べる。

最近学会発表や論文でも手法やデータの用語の違いが目につく。そのいくつかを表2に記載した。X線回折（XRD）図形をX線回折スペクトルと表記するケースや、X線かいせきと読む事例がみられた。正しい用語の使用をお願いしたい。

表2 誤用が見られる用語と正しい用語

誤用	正しい用語
X線回折 X線回折分析	X線回折（かいせつ と読む）
X線回折スペクトル	X線回折図形 X線回折チャート
電子回折像	電子回折図形 電子回折パターン
電界放射	電界放出

## 2.2 化学分析と物理解析の比較

化学分析は1mm<sup>3</sup>程度以上の試料を用いて、その体積中の各元素の組成を精度よく測定することに主眼をおいている。これに対して、物理解析では局所領域の情報を測定することに主眼をおいており、場所による不均一性を分析できる点が特徴である。EPMAでは、典型的な分析領域は（数 $\mu\text{m}$ ）<sup>3</sup>のオーダーであり、これは化学分析の100万分の1未満の体積に対応している（図5）。

EPMAと同じように特性X線を分析する蛍光X線分析（XRFもしくはFX）では、入射ビームとしてX線を用いているため、典型的には30mm $\phi$ ×X線の脱出深さ（ $\sim 10\mu\text{m}$ ）程度の体積の平均組成を求めている。XRFの測定体積はEPMAの場合の10万倍以上と見積もられる。表面分析法では測定している深さが1nm（1/1000 $\mu\text{m}$ ）オーダーで、極表面からの情報を測定している。

化学分析は標準化が進んでいるのに対して、物理解析手法では、現在ISOの標準化が行われている過程である。各手法の一般的な使い方はあるが、対象とする材料や取得するデータに合わせて測定条件を変えて実験することが多い。実験条件を適切に設定して目的のデータを取得することが重要である。

## 2.3 空間分解能を決めている因子 ー侵入深さと脱出深さー

2.2と関連した重要なキーワードが侵入深さと脱出深さである（図6）。物理解析は、一次ビームが試料との相互作用により発生した信号を測定しているため、一次ビームが試料中で侵入する深さ、および発生した信号が試料から脱出できる深さの両方が重要となる。この侵入深さと脱出深さの小さい方の値が、用いる手法の分析深さを決める。

図7に加速電圧30kVと10kVの場合の電子の鉄中の侵入深さ<sup>10)</sup>を示した。加速電圧30kVの場合で侵入深さは3 $\mu\text{m}$ 程度

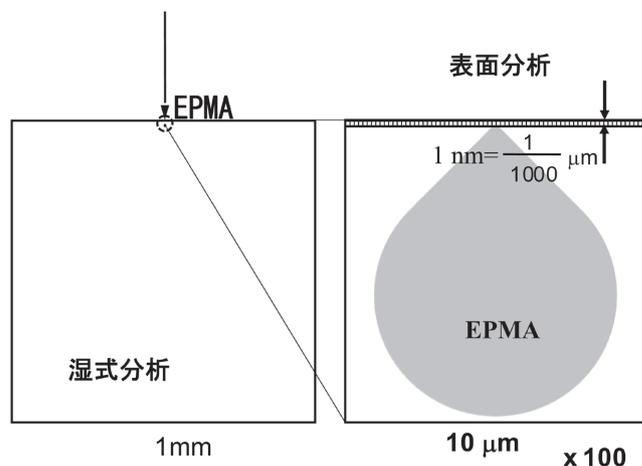


図5 分析領域の比較

である。また、10kVで加速した電子が、試料中でどの程度侵入するかを、Al、Fe、Wに対して計算した結果も示す。侵入深さは軽い元素に対して大きく、重い元素では小さい。SEMの講座で詳しく紹介するが、信号の脱出深さは、図2に示した二次電子では小さく、反射電子では大きい。

鉄に対するX線の侵入深さは、 $\text{MoK}\alpha$ 、 $\text{CuK}\alpha$ 、 $\text{CoK}\alpha$ 、 $\text{CrK}\alpha$  各線の場合で、 $33\mu\text{m}$ 、 $4\mu\text{m}$ 、 $24\mu\text{m}$ 、 $12\mu\text{m}$ である。このことは、XRDで測定する場合、使用するX線によって測定深さが異なることを意味している。

オージェ電子分光法 (AES) やX線光電子分光法 (XPS) が「表面」分析法とよばれる理由は、検出するオージェ電子もしくは光電子の脱出深さが極めて小さい (図6) ことに起因する。これらの表面分析法で検出している電子の脱出深さは高々数nmである。

電子やイオンは荷電粒子であり、電場や磁場を活用してビームを細く絞れるため微小領域の分析に適する。 $\gamma$ 線、X線、紫外線、可視光、赤外線などの電磁波を用いた手法では荷電粒子を用いた場合と比べて空間分解能が劣る。しかし手法開発により、赤外吸収分光 (IR) の顕微赤外法では $10\mu\text{m}$ 程

度まで、レーザーラマン分光では $1\mu\text{m}$ オーダーまでの測定が可能である。

表面分析法では表面をスパッタするArイオン銃が付属しており、表面のイオンエッチングを繰り返して深さ方向の元素プロファイルを測定できる。二次イオン質量分析計 (SIMS) は、一次ビームであるイオンが試料をスパッタすることで発生する二次イオンを測定するため、通常測定で深さ方向プロファイルが得られる。 $200\mu\text{m}$ 程度までの大きな深さ方向分析には、またグロー放電で、試料表面をスパッタし、飛び出した元素の発光スペクトルを測定するグロー放電発光分析法 (GD-OES) が適している。溶融亜鉛めっき鋼板などの皮膜組成の迅速分析などに活用されている。また、集束イオンビーム加工装置 (FIB) の普及により、対象とする試料組織の特定領域の微細加工が可能になった。SEMやTEMでFIBを用いた加工によって作製した試料を用いて、深さ方向の観察・分析が可能になった。

## 2.4 分析感度を決める因子

分析感度あるいは検出感度は、線源、即ち一次ビームの強さ、測定時間、また検出感度などに依存する信号量とバックグラウンドの比 (P/B比) で決まるため単純には記述できない。一般に精度の高い定量分析を実現するためには、強い一次ビームを用いる、測定時間を長くする、感度の高い検出器を用いることが重要である。しかし、その場合、試料の損傷や、測定中の試料移動 (ドリフト)、試料汚染を考慮する必要がある。また、濃度の低いところまで分析できる手法と、少ない原子数を分析できる手法では感度の定義も異なってくる。例えば二次イオン質量分析計 (SIMS) ではppmやppbレベルの微量元素まで検出できる。一方、TEM-電子エネルギー損失分光法 (EELS) やAP-FIMでは原子一個からの信号を検出できる。これらの詳細な説明は各講座に譲ることとする。

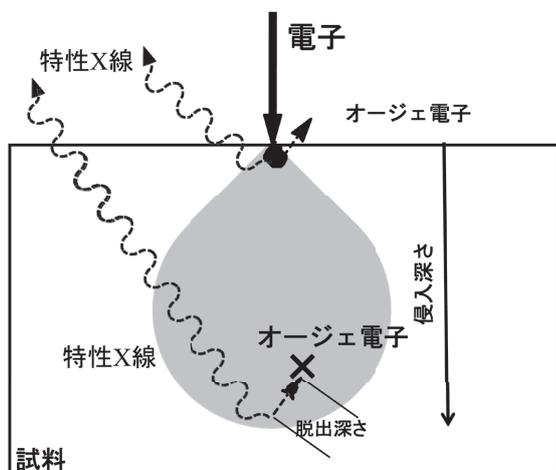


図6 侵入深さと脱出深さ

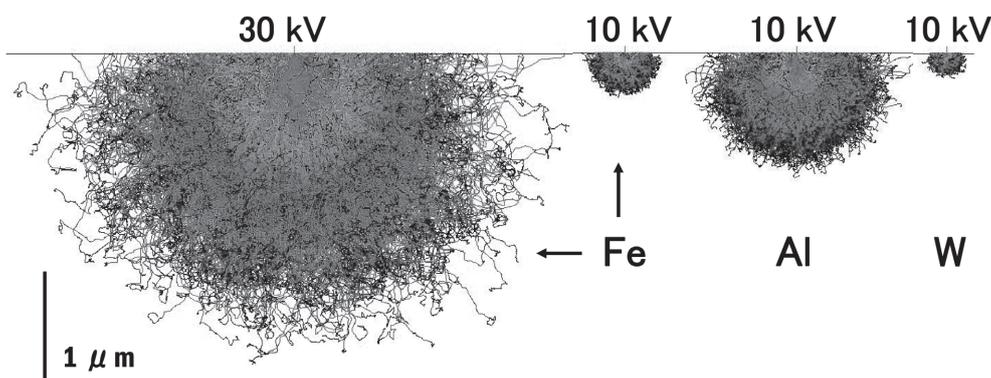


図7 電子のFe、Al、W中の侵入深さ (神田公生氏の走査電顕モンテ・カルロ (3.1/95)<sup>10)</sup> を用いて計算)

### 3 物理解析手法の使い分け

物理解析手法を用いた解析の流れを図8に、得られる情報と空間分解能、深さ分析能力を表3に示す。図8では、成分分析、形態観察・微小分析、相特定・結晶情報、化合物同定に分析目的を分け、種々の手法を関連づけた。表3では広い領域を分析する手法を左側に、より微小な領域を分析する手法を右側に記載した。空間分解能は到達可能な代表的な値を示した。また深さ方向の分析能力についてもある程度わかるようにした。分析領域に対応した鉄鋼の解析対象も示した。

図8と表3を関連づけて、未知試料の解析の流れを説明する。まずは対象材料で起こっている特性の変化や欠陥などが何であるかの情報を整理した上で、目視や実体顕微鏡で試料を観察する。次にSEMのように低い倍率から高い倍率の観察が可能な装置を用いて観察と元素分析を行う。対象とする構造が微細な場合はTEMの解析に進む、あるいは表面の極く薄い層が問題である場合には表面分析法の利用へと進むのが一般的である。深さ方向の元素プロファイルが必要な場

合、深さレンジが大きい順にGD-OES、SIMS、Arイオンスパッタを用いたXPS、AESの深さ方向分析を行う。また、FIB加工でFIB装置内、SEM-FIB複合装置内、あるいはTEMで深さ方向の構造の直接観察や組成の高空間分解能解析が可能である。近年はソフトウェアの整備で、3次元の構造を再構築して表示できる機能が強化されている。精度の高いバルク試料の成分分析にはXRFを用いる。有機系の皮膜や異物の同定にはIRやラマン分光分析を用いる。なお、一般には、試料の全体像をつかみやすい、SEMとXRDを解析の入り口とするといふ。

物質(相)の決定には回折法が有効である。XRDが一般的であり、実験室でも数10 $\mu$ mの面積までの解析が可能で、放射光を用いれば1 $\mu$ m未満の測定も可能である。微小領域の物質同定には電子回折を用いる。SEM-EBSPでも、結晶方位解析に加えて相の同定も可能である<sup>11)</sup>。一般に物質の同定は既知試料から測定済のデータとの照合で行う。回折法ではICDDデータ<sup>12)</sup>との照合、IRではSadtler<sup>13)</sup>などのデータベースとの照合を行う。Raman分光でもデータベースがそろいつ

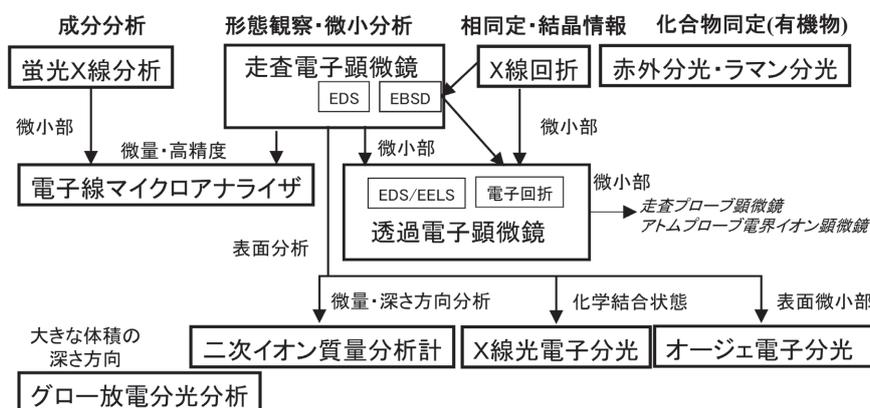


図8 未知試料を解析する場合の一般的な物理解析手法利用フロー

表3 物理解析手法：得られる情報と空間分解能、深さ方向分析能

情報	空間分解能			
	(解析対象例) mm	結晶粒 μm	介在物 μm	析出物 nm
物質の同定	相の同定・結晶情報(応力・集合組織)	中性子回折	XRD	電子回折 SEM-EBSP
	化合物の同定	IR	Raman	TOF-SIMS
形態観察		中性子 X線 (イメージング)		SEM (EPMA, AES含む) FIB
元素分析		XRF	EPMA SIMS	SEM-EDS AES(SAM)
	極表面分析 (解析対象例) 自然酸化膜 化成処理膜 電気めっき 溶融めっき スケール・大気腐食さび	XPS		AES(SAM)
	深さ方向 深さ方向 nm~μm			↑ FIB-TEM
	数μm ~100μm		SIMS	↓ FIB-SEM
化学結合		XPS	XAFS	[AES] [EPMA] TEM-EELS

TOF-SIMS (Time-of-flight SIMS) 斜体字:本講座では取り上げない

つある。化学結合状態の決定も、標準スペクトルとの比較・照合で行われる場合が多い。XPS<sup>14)</sup>、AES<sup>15)</sup>、EELS<sup>16)</sup> などでは各種化合物の測定データがアトラスとして整備されている。

## 4 物理解析手法利用の一般的な注意事項

ここでは物理解析手法を利用する際の一般的な注意事項について述べる。

### 4.1 試料の導電性

電子顕微鏡および表面分析手法では、一次ビームと試料の相互作用はすべて表面における荷電粒子（電子やイオン）の出入りを伴う。試料の導電性が悪いと表面に電荷がたまってしまう。このチャージアップ現象は、試料から放出される電子、イオンのエネルギーのずれ、像の乱れ、倍率の異常や分解能の低下をひきおこし、ひどいときには測定が不可能になる。

SEMでは、形状観察だけならAuやPt-Pdを、元素分析も行うならカーボンを蒸着するなど導電処理を施せばよい。表面分析では、目的元素の測定が困難にならないよう、蒸着無しで分析しなければならない。その場合、試料の帯電により、化学結合状態を反映するスペクトルのケミカルシフトに異常が現れ、結合状態の判定を誤る危険性がある。これを回避する手法としてイオンや電子のシャワーを浴びせる方法がある。

### 4.2 試料の制約

電磁波利用解析、中性子利用解析、走査プローブ顕微鏡の大気型装置等を除く物理解析装置では線源、検出器とも高真空の容器の中に収められている。電子やイオンはガス中を進めないためである。真空装置中ではよく乾燥した試料を用いる必要がある。近年、環境制御型電子顕微鏡の開発でこの制約が回避されてきた。この他、生物観察用に開発されたクライオ（Cryo）電子顕微鏡という、試料を冷却して液中での現象を「凍結」して観察する技術も無機系材料の解析に活用され始めた。この方法は、電子線やイオンビームによる試料損傷の低減にも有効である。

TEMでは、電子が試料を透過するように0.1 $\mu\text{m}$ 程度以下の十分に薄い試料が必要となる。試料を薄膜化する方法として、電解研磨法、イオンミリング法、超薄切片法（マイクロトーム）が開発されており、FIBも普及している。

### 4.3 定量性 一元素マッピングの落とし穴

定量値の取り扱いには細心の注意が必要である。例えば、分析電子顕微鏡による定量分析結果をFe75.4637%のように大きな桁数で表示する装置もみられるが、小数点以下2桁以降には意味がない場合が多い。また、表面分析では、分析領域間、試料間の相対比較として分析値を用いるのは問題ないが、分析値の絶対値を議論する場合は検量線を作成するなどの工夫が必要である。

EPMAでは見栄えがよいため、元素マッピングを行うことが多い。しかし、点分析、線分析、面分析を比較した場合、通常の使い方では試料の一点当たりの測定時間即ち信号量はこの順に大幅に減少する。そのため、データの信頼性即ち統計的な精度は点分析が最も高く、面分析では最も低い。場合によっては、物理的に全く意味のないマッピングデータが作られる危険性があることに注意する必要がある。

### 4.4 苦手な元素

水素は測定が難しい元素である。水素の分析はSIMS、AP-FIMや中性子で原理的には可能であるが、水素の鉄鋼中での拡散が速いことなどにより、実際の測定では工夫が必要である。

真空ポンプの油分や試料からの持ち込みによる汚染（コンタミネーション）の問題から、一般にCの定量分析も難しく、分析値の扱いには注意が必要である。

各種分光分析や質量分析では、異なる元素や分子のピークの重なる場合がある。あるいは、分析装置の検出器に起因したサムピークやエスケープピークなどが出現することもある。これらを考慮して正確に元素を決定しなければならない。

## 5 1990年代以降の手法の発展

1990年代以降、高輝度一次線の活用により測定が高度化してきた。電子顕微鏡では電界放出型電子銃（FEG：Field Emission Gun）の普及によりSEMの解像度が大幅に向上した<sup>17)</sup>。また、2000年以降、低加速電圧SEMによる最表面観察が強化された<sup>18)</sup>。TEMではFE-TEMによるナノメートルレベルの分析が実現した。エネルギーフィルタを搭載したTEMが普及し、元素分布をナノメートルレベルで直視できるようになった。高分解能TEM像は球面収差の制約で計算シミュレーションによる画像計算と組み合わせて像解釈がなされてきたが、2005年頃から、球面収差補正TEMが現実のものとなってきたことにより直接解釈可能なサブオングストローム分解能の観察とサブナノメートルの分析が可能な時代に入ってきた。また、TEM観察においては観察試料作製が大きな負荷

であったが、FIBの普及により、異相界面や目的位置のピンポイント観察が可能になった<sup>19)</sup>。

X線利用分析技術では、高輝度放射光が使えるようになったことで、分析精度が飛躍的に向上した。分析の原理は実験室用のX線源を用いた場合と同じであるが、放射光では輝度が $10^5$ 倍程度高くなる。これにより、微量元素の状態分析や空間分解能、時間分解能の高い構造変化の測定が実現した。X線吸収スペクトル微細構造法 (XAFS) を用いた耐候性鋼のさび解析<sup>20)</sup>、鋼中のTi、Mo、Cuなどの固溶・析出率の決定<sup>21)</sup>、XRDを用いた溶融亜鉛めっきの合金化反応の測定<sup>22)</sup>、さらに鋼の凝固の動的イメージング<sup>23)</sup>も実現している。

また、放射光と同じく「量子ビーム」に分類される中性子を利用した鉄鋼解析の事例も増えている。電荷を持たない中性子は物質との相互作用が弱く、材料をよく透過することからX線と比べて厚い試料の分析が可能になる。2006年以降、鉄鋼協会の産発プロジェクト展開鉄鋼研究やC型研究会で鉄鋼材料の中性子利用解析技術の検討がなされており、今後応用研究への展開が期待される<sup>24)</sup>。中性子回折・小角散乱がバルク試料の応力解析<sup>25)</sup>や、第二相粒子の平均サイズの決定<sup>26)</sup>に活用されている。また、複相組織鋼の変態過程での応力分配の測定が実現している<sup>25)</sup>。J-PARC (Japan Proton Accelerator Complex) の大強度ビームを使えば時分割で組織変化を動的に追跡することが可能になる。中性子は鋼中の水素の挙動<sup>27)</sup>の解析にも有望な手段である。最近、小型中性子源を用いた実験室向けの解析装置開発の検討も始まっている。

電磁波や中性子を線源とする手法や走査プローブ顕微鏡では、上で紹介した高温下、応力下、液中などでの「その場」観察技術が進歩を続けている。環境制御型のSEMやTEMでも同様のその場観察が高い空間分解能で実現しており、電気化学反応の観察事例も報告されている<sup>28)</sup>。その場観察は実際に対象試料が動作している、あるいは機能を発現している状態での観察・分析であるoperando解析へと進化を続けている。

## 6 おわりに —物理解析が拓く鉄鋼の夢—

物理解析手法の原理、主に得られる情報を利用者の視点に立って概括し手法の使い分けについて解説した。各手法を活用する場合の一般的な注意点も示した。物理解析装置のブラックボックス化がどんどん進んでいる。物理解析の専門ではない方々が手法の詳細を理解するのは難しいであろうが、データを鵜呑みにしない感性を失って欲しくない。また、データ解釈に関して社内、大学等の研究機関あるいは装置メーカーに相談できる環境を作っておくことも重要である。

私たちの先人たちは、鉄鋼材料の真の微細構造を知りたい情熱に溢れていた。最新の解析技術の進展を紹介すると、「自分が研究者の現役だった時代にこんな装置があったら」と羨ましがる。逆に言えば、先人たちは実証データが測定できない中で、あれこれ推測しながら高性能な鉄鋼材料を生み出してきたわけである。

いよいよ「観察科学」が実用材料の設計を先導する時代が到来した。極めて恵まれた時代に研究をしている私たちは、これらの高度手法の原理と限界を理解した上で、各手法を駆使して、更なる鉄鋼材料の発展に挑戦していくべきである。現状の限界を打破するような新しい解析手法の開発も続ける必要がある。若手研究者が、いまだに見いだされていない鉄鋼材料の持つポテンシャルを引出すことに本入門講座が役立てば何よりの幸せである。

### 参考文献

- 1) e.g. A.Baracca : LLULL, 28 (2005) , 295.
- 2) K.Sato : ISSS2012, (2013) , in press.
- 3) 日本金属学会関東支部講習会「身近な分析技術 ブラックボックス化にひそむ落とし穴」案内サイト  
[http://www.sendai.kopas.co.jp/METAL/EVENTS/branch/brch\\_227.html](http://www.sendai.kopas.co.jp/METAL/EVENTS/branch/brch_227.html), (20130131)
- 4) 藤田英一：メスバウア分光入門—その原理と応用，アグネ技術センター，(1999)
- 5) 前川英己：セラミックス，41 (2006) ，1020.
- 6) 斎藤公児，国友和也，福田耕一，加藤健次，古牧育男：鉄と鋼，88 (2002) ，651.
- 7) 金橋康二，斎藤公児，畠山盛明，松宮徹：鉄と鋼，89 (2003) ，1031.
- 8) 白井泰治：まてりあ，37 (1998) ，61.
- 9) 篠竹昭彦，松崎真六，国友和也，内藤誠章，橋本操，圃中朝夫，長根利弘，永嶺謙忠，田中宏幸：鉄と鋼，95 (2009) ，665.
- 10) 神田公生，走査電顕モンテ・カルロ (3.1/95)  
<http://www.vector.co.jp/soft/win31/edu/se059369.html>, (2013年1月31日)
- 11) 濱田悦男，名越正泰，佐藤馨，黒田光太郎：日本金属学会誌，68 (2004) ，145.
- 12) ICDD : International Centre for Diffraction Data :  
<http://www.icdd.com/>, (2013年1月31日)
- 13) Sadtler Handbook of Infrared Spectra, Sadtler Research Laboratories, (1978)
- 14) J.F.Moulder, W.F.Stickle, P.E.Sobol and K.D.Bomben : Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy, ed. by J.Chastain and R.C.King, Jr. Physical Electronics Inc.,

- Eden Prairie, MN, (1995)
- 15) K.D.Children, B.A.Carlson, L.A.LaVanier, J.F.Moulder, D.F.Paul, W.F.Stickle and D.G.Watson : Handbook of Auger Electron Spectroscopy, ed. by C.L.Hedberg, Physical Electronics., Eden Prairie, MN, (1995)
  - 16) C.C.Ahn and O.L.Krivanek : EELS Atlas published by Arizona State University and Gatan (1983)
  - 17) 永谷隆, 斎藤尚武 : 電子顕微鏡, 24, (1989) , 107.
  - 18) 佐藤馨, 名越正泰, 河野崇史 : 鉄と鋼, 93 (2007) , 99.
  - 19) J.Orloff, M.Utlaut and L.Swanson : High resolution focused ion beams : FIB and its applications, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, (2003)
  - 20) 木村正雄, 紀平寛 : 新日鉄技報, 381 (2004) , 77.
  - 21) M.Nagoshi, T.Kawano, K.Sato, M.Funakawa, T.Shiozaki and K.Kobayashi : Physica Scripta., T115 (2005) , 480.
  - 22) 木村正雄, 今福宗行, 黒崎将夫, 藤井史朗, 森本康秀 : 鉄と鋼, 85 (1999) , 169.
  - 23) 安田秀幸, 柳樂知也, 杉山明, 吉矢真人, 中塚憲章, 上杉健太郎, 梅谷啓二 : ふえらむ, 15 (2010) , 9.
  - 24) 小松原道郎 : 波紋, 19 (2009) , 246.
  - 25) 友田陽 : ふえらむ, 9 (2004) , 544.
  - 26) 安原久雄, 佐藤馨, 田路勇樹, 大沼正人, 鈴木淳市, 友田陽 : 鉄と鋼, 96 (2010) , 545.
  - 27) M.Onuma, J.Suzuki, F.Wei and K.Tsuzaki : Scr. Mater., 58 (2008) , 142.
  - 28) Frances M.Ross, Mark J.Williamson, Rudolf M.Tromp, Robert Hull and Philippe M.Vereecken : Microscopy and Microanalysis, 8 (Suppl. 02) (2002) , 420.

(2013年2月7日受付)

## 付 録

### 1. 教科書 (引用文献として挙げた以外)

- (1) 日本表面科学会編 : 「ナノテクノロジーのための走査電子顕微鏡」(表面分析技術選書), 丸善 (2004)
- (2) 副島啓義 : 電子線マイクロアナリシス, 日刊工業新聞社, (1987)
- (3) 日本表面科学会編 : 電子プローブ・マイクロアナライザー (表面分析技術選書), 丸善 (1998)
- (4) 進藤大輔, 及川哲夫 : 材料評価のための分析電子顕微鏡法, 共立出版, (1999)
- (5) カリティ : 新版 X線回折要論, アグネ, (1980)
- (6) X線回折ハンドブック, 理学電機, (2000)
- (7) 日本表面科学会編 : オージェ電子分光法 (表面分析技術選書), 丸善, (2001) ほか X線光電子分光法 (1998), 二次イオン質量分析法 (1999)
- (8) 日本鉄鋼協会編 : 第4版鉄鋼便覧 CR-ROM 版 第2編 5.3組織試験法および5.4物理分析試験法 (2002). 現在第5版準備中.

### 2. 各種講座 学会主催のセミナー

- TEM : 分析電子顕微鏡討論会 (日本顕微鏡学会)  
SEM : SCANTECH (日本顕微鏡学会)  
電子顕微鏡全般 : 電子顕微鏡大学 (日本顕微鏡学会)  
表面分析 : 表面科学基礎講座 (日本表面科学会)  
X線回折 : 「粉末X線解析の実際」(日本結晶学会)