

金属組織の3D/4D観察方法に関する 今後の展望

Perspective on 3D/4D Method for Observing Metal Microstructure

杉山昌章 大概 Masaaki Sugiyama 特征

大阪大学 大学院工学研究科 特任教授

し緒言

三次元 (3D)、並びに時間軸を加えた四次元 (4D) での組 織解析技術の進展が著しく、本テクノスコープでの特集とし て取り上げられることになった。古くから鉄鋼材料の組織制 御課題は、固溶元素制御、転位組織制御、析出物制御、変態 組織制御などに代表されるように、光学顕微鏡から電子顕微 鏡、さらにはアトムプローブ (AP: Atom Probe) など、様々 な方法でマクロから微視的に至るまで組織を観察しながらそ の特徴因子を抽出することで、機械的特性や機能的特性との 相関を解明し、新しい鋼材やプロセス技術を開発してきた。 これらの金属組織の観察方法において、従来の多くが二次元 で行われ基礎的な鉄鋼材料のメタラジーを構築してきた中 で、近年では、それぞれの技術において三次元、四次元での 観察方法の開発が進み、色々な現象に関して適用されるよう になってきた。まだ限定的ではあるがこれらの技術が汎用的 に広く使われるようになると、モデル材料ではなく実践的な 材料組織や動的な現象に対する新しい発見や解明も大きく進 む可能性がある。このような解析技術の大きな変化は、これ までも何度か鉄鋼材料の組織観察方法分野では起こっている が、その変化を考えつつ3D/4Dを新しい観察方法として捉 えた時の現状と今後の期待感について、金属組織観察の範囲 内で考えてみたい。

透過電子顕微鏡の分野では、1990年代に電界放射型 (Field Emission型)電子銃を搭載したFE-TEMが登場し、試料を観察する電子線をΦ 1nmまで絞ることができるようになり、ナノレベルの組織解析技術が飛躍的に向上し、電子顕微鏡を用いた分析技術が一変した歴史がある¹¹。また電界イオン顕微鏡の分野では、英国で開発された位置敏感型検出器²¹がきっかけとなり、AP技術として一次元から三次元へと変化し、実

空間における原子の分布をそのまま可視化できるようになっ た。2000年代には同技術の鉄鋼材料分野への応用も進み、再 結晶 a Feの粒界へのNbやMo偏析³³、TiCにトラップされ た水素分布の可視化も報告された⁴⁾。FeAl合金であるが、転 位のコットレル雰囲気への元素偏析を直接観察できたのでは ないか。ということも当時話題になった⁵⁾。その後2010年代 に入ると、今度は透過電子顕微鏡技術に不可能と考えられて いた収差補正技術が高速計算技術との融合で可能となり、ほ とんどの電子顕微鏡に搭載されるまでにその技術は汎用化し てしまった⁶⁾。二次元ではあるが、透過像として鉄鋼材料中 の析出物や界面での原子配列が直視できるようになったので ある⁷⁾。このように最先端の解析技術を常にいち早く鉄鋼材 料分野に導入した結果、半導体材料と並んで、鉄鋼材料は原 子レベルで組織が解析され制御されていく材料へと変貌して いる。

これからの2020年代の観察方法はどのように発展してい くだろうか。色々な発展軸が考えられるが、近年はマルチス ケール視点という言葉が、色々な所で聞かれるようになって きた。分解能だけを追求するのではなく、マクロからミクロ、 ナノまで幅広く一貫して現象をとらえ、材料組織解析もその ような視点で行おうとする考え方である。また異なる手法で 求められる定量値に対して、例えば、3D-APとTEMとX線回 折法で求めた炭素濃度の比較の重要性なども指摘されてい る⁸。さらに実空間に近い状態を知るために、3D/4D解析技 術に関する国際会議も活発に行われている。

こ 三次元可視化技術の課題

マルチスケール視点で金属組織を捉えようとすると、同一 の装置で全てを観察することはできないので、観察位置の 共通化、或いは逐次対応的処理が必要になる。しかし多くの 分析装置が試料に対しては破壊型分析となるので、同一試料 を異なる装置で観察することはなかなか難しい。その意味で は、放射光や中性子を利用した構造解析や組織観察は非破壊 型であるので、他の観察手法と試料を共有化することができ る。放射光を用いた三次元可視化技術の進展は著しく⁹⁾、戸 田らはAl合金の変形過程におけるクラックの進展やボイド 発生等のその場観察にも成功している^{10,11)}。特にAl合金の場 合は、粒界をGaで装飾できる点に特徴があり、加熱による粒 の成長挙動などもそのまま観測できている。これらはまさに 時間軸まで考慮した四次元観察であり、本特集でも取り上げ られている技術である。これらの非破壊での3D/4D技術が、 これから述べるシリアルセクショニング法と連動していく と、さらに新しい知見が得られていく可能性がある。

三次元可視化技術におけるシリアルセクショニング法と いうのは、機械研磨、ミクロトーム等による機械的切断、Ga イオンや最近ではXeイオンも含む集束イオンビーム (FIB: Focused Ion Beam) による加工、Arプラズマビームによる 加工など、様々な手段で断面組織 (クロスセクション) 像を 取得し、そこから得られる二次電子像や反射電子像、さらに は結晶方位像や元素マッピング像等を数十枚から数百枚重ね ることで、三次元の立体像を得る観察方法である。まさにマ クロサイズからミクロ、ナノサイズまで幅広く三次元化像を 構築することができ、観察部位の試料破壊型の手法にはなっ てしまうが大きなポテンシャルを秘めた技術である。シリア ルセクショニング法の模式図を、結晶方位マッピング像の三 次元化の例を取り、図1を用いて説明する。左側の4枚のス ライス像は、それぞれがSEM-EBSD (Electron Backscatter Diffraction)法により0.15µmステップで測定した圧延組織 の逆極点図を基にした結晶方位マップ像である。試料は70% 冷間圧延したIF鋼であり、圧延面に対して垂直方向に結晶 がどの方向を向いているのかを電子版ではカラー表示して いる。図1では上半分に比較的多い黒いコントラスト粒が <111>方位に近い結晶粒(電子版では青色)に対応している。 70% 圧延されていると相当量の転位が導入されているが、近 年のFE-SEMは、転位を多く含む結晶からでも十分にその結 晶方位情報を取得できる分解能を有している¹²⁾。幾何学的に 様々な工夫を凝らしたFIB-SEM-EBSD 複合機が存在するが、 いずれの場合も測定面は毎回FIB加工されてEBSD測定さ れ、またFIB加工が繰り返される連続工程となる。図1の例 では、EBSD法により結晶方位を計測した測定範囲は、35µm 四方である。実際は少し広めに測定するが、0.15µmステップ での測定を考えると、当時のEBSDの測定スピードは200点 /秒位であったのでこれだけでも一枚の測定に10分程度を 要していた。現在の汎用的なEBSD法の測定スピードは600 ~800点/秒程度であり、最高機種では3000点/秒を越えて いるので、図1に示した程度の領域では短時間でEBSD計測 が終了することになる。当時は、三次元化のための数百枚の スライス像の計測に数日を要していたが、今では一日の間に 終了するような計測時間になっているのではないかと推測す る。これも三次元化技術が汎用化すると予想される大きな要 因の一つである。

同技術ではFIB加工によるスライス間隔が重要であるが、 一般にこのスライス間隔は二次元像のピクセル単位と同じ 幅とすることが多い。図1右側に示したように、この場合で は一辺が0.15µmの立方体からなるボクセル単位で測定され た領域を再構成することができる。EBSD法では、各ピクセ ルに一つの結晶方位情報 (オイラー角) が含まれているので、 三次元化する際にも、この一つのボクセルに一つの結晶方位 情報を含んでいる。この後は、デジタル的に画像処理をして いけばよい。図1の右側には、230枚のスライスデータに基 づき三次元構築した像を、コンピュータ内でその途中断面の 結晶方位マップが見えるように表示した例を示した。この三 次元の結晶方位解析ソフトウェアとしては、世界的にはオー プンソフトで多くの研究者の間で使われているDREAM.3D が有名であり13、その他にも欧州他、いくつかの研究拠点 で自作されている。画像処理だけならばオープンソースの Image-J のようなもので解析していけばよいが、三次元の結 晶方位解析を様々なメタラジー視点で行なうためには専用 のソフトが必要になる。国内版でオープンソースとして公開 しながら研究開発出来るようなスキームはあまり聞かない ため、このあたりは欧米の方が一歩リードしている可能性が ある。我が国でも、特にソフトウェアの領域においてオープ ン/クローズドの議論ができるコミュニティが必要ではない かと考える。特にこれまで日本の分析装置のハード部門が強



図1 三次元シリアルセクショニング法の体積サイズを示す模式図

かっただけに、計測技術に関するソフト開発分野での議論は 重要である。

三次元可視化時におけるボクセル単位での情報収集につい て理解が進んだと思うが、その上で、技術課題について論じ てみたい。FIB-SEMによるシリアルセクショニング法の技 術レビューは、例えばZaeffererらにより行われているが¹⁴⁾、 EBSD法では、ボクセル情報として結晶方位情報以外に結晶 性 (IQ値: Image Quilty値) やミスオリエンテーションに関 連する情報 (KAM 値: Kernel Average Misorientation 値) な ども検出することが出来るため、様々な物理情報の三次元可 視化が可能となる。但しこのSEM-EBSD 測定を行う時に、ど こから情報を収集しているかを十分に検討しておかないと、 後処理や画像の解釈に誤差を含むことになり、この分野での 技術検討がこの三次元化計測技術においてはまだ色々と残っ ている。例えば、EBSD法で得られる結晶方位情報は、スラ イスされた断面の表層からわずか50nm程度の厚さ領域の結 晶方位情報であり、図1のように0.15µm (150nm) のスライ スを行った場合、そのスライス幅の中の2/3の厚み領域の部 分は実際の測定データが無いことになり、補間技術の開発が 必要となる。これは同様なことが、FIB-SEM-EBSD法を用い て、KAM値の二次元マップの三次元化や、測定部分の結晶の 完全性を反映するIQ値の二次元マップの三次元化などの時 も考慮しないといけない。現在のSEM-FIB技術では、50nm 間隔での種々のスライス像を得ることは難しいことではない が、二次元マップ像を得るのに50nmピクセルでの計測を考 えると、1~2万倍でのSEM像の撮影が必要となり、通常の 数千倍で行われる SEM-EBSD 方位計測では、一枚のスライ

ス像の撮影に時間がかかりすぎて、自動操作とはいえ三次元 の結晶方位マップを計測するだけの十分なEBSDデータ枚 数を測定することが困難となる。また加速電圧を低くして最 表層部の二次電子像などを積層する時も、二次電子の発生領 域は非常に薄いので注意しないといけない。最近では新しい FIB-SEMも開発され、10nmスライスでの高分解能観察も可 能となっていて¹⁵⁾、同手法での三次元化像も高分解能化の傾 向にある。その優れた分解能の向上に関する紹介は今回の特 集でも別途取り上げられている。

3 三次元可視化技術の棲み分け

金属組織の三次元観察という視点で考えた場合、三次元 AP技術は、その測定原理上、最初から三次元空間での元素分 布が可視化できる。また透過法や回折手法など色々な工夫が 行われているが、放射光や中性子などのビームを活用した三 次元像は、分解能制約はあるが非破壊で時間軸を含めた四次 元観測が得意であるという特徴を持つ。これらに対して、測 定原理やアーティファクトを十分に考慮しておけば非常に発 展性のある技術が、前項で説明したシリアルセクショニング 法である。

組織観察における主要な三次元可視化技術を、横軸に計測 できる領域、縦軸に分解能に相当するもので取り図2にマッ プ化した。縦軸横軸の長さは、ボクセルの一辺の長さを基準 にした。本特集でも述べられている光学顕微鏡ベースのシリ アルセクショニング法の代表はGenus_3D装置である¹⁶⁾。ス テージスキャン機能を使うことで、最近では4mm×4mmも



図2 様々な三次元可視化のための分析技術の計測領域と分解能

の広範囲の断面組織まで加工できると聞く。装置を開発した 足立らを中心に精力的に展開され、特にこのようなマクロ組織 の三次元化ができると機械的特性予測との連関も重要となり、 機械学習を活用したアプローチが精力的に行われている¹⁷⁾。ま たマクロな三次元可視化技術で期待される解決課題には、組 織の形態だけでなく変形後期に発生するボイドの空間的分布 やクラックの三次元形状の理解等がある。これらに対して、従 来は放射光を用いた非破壊での解析が行われていたが、シリ アルセクショニング法による研究も近年では始まっている¹⁸⁾。 図2に示すように放射光技術や中性子を利用した非破壊で の三次元可視化技術と、光学顕微鏡レベルでの3Dシリアル セクショニング、さらにはSEM を用いた三次元可視化技術 は、いずれもサイズ次元的にはオーバーラップするので、同 じ材料、同じ現象に対して連携して活用することで、空間的 な分布や形態を取り入れた新しい材料組織制御技術が今後進 展するのは間違いない。例えばベイナイトやマルテンサイト 組織に関しては、森戸らの先駆的な結晶方位解析技術を中心 に^{19,20)}、様々な視点からの三次元可視化技術の検討が始まっ ている。特にこの領域では連続体力学が適用できるサイズ次 元であり、種々の機械的特性と材料組織の相関が計算科学手 法で議論でき、また昨今の機械学習を活用した材料特性予測 技術との連動を含め、今後の三次元可視化技術が大きく貢献 していくことが期待される。

ところで3D-SEMに関しては、スライス像を得るための FIB技術で近年、進展があった。これまではGaイオンベース のFIBが主流であったが、10倍以上の高速加工が可能なXe-FIBが市販化されたのである。Xe-FIBを用いた時に想定され る計測領域を図には提示したが、今後の発展が期待される領 域である。さらに数µmオーダーでのSEM観察と機械研磨 などの手法を組み合わせた3Dシリアルセクショニング法も 古くから検討されてきたが、腐食と材料組織などの解析にお いて、近年また新しいロボットを用いた技術手法としての応 用も始まっているので²¹⁾、併せて図2には記載した。

SEM法と並んで、より微視的組織に対しては、TEM法 を用いた3D可視化技術も種々検討されている。こちらは試 料を回転させながら透過像を再構成していく方法が主流で あり、転位の三次元形態の可視化の成功などが報告されて いる²²⁾。ただ転位等の組織観察という視点では、加速電圧 200kVの汎用型のTEMでは観察できる試料厚みが薄く三次 元化に必ずしも適さないため、より厚い試料が観察できる超 高圧電子顕微鏡法の活用が有効である。他方、収差補正TEM の登場で、数十nm厚みの試料の中でも正確に焦点位置を合 わせられるようになったので、原子レベルのまさに三次元可 視化技術の研究が始まっている。Ti合金の例ではあるが、微 量酸素が強度特性を向上させることが知られている中で、転 位にトラップされた酸素原子の分布に関して、三次元的なア プローチが始まっている²³⁾。鉄鋼材料は強磁性材料のため に、試料中での電子線の曲がりも含め検討すべき技術課題は まだ多いが、双晶構造の原子レベルでの三次元可視化技術等 も始まっている²⁴⁾。図2ではこの領域の三次元化技術につい ては、鉄鋼材料組織への応用が今後期待されるので、点線で 記載している。原子レベルの構造は正確に判らなくても、原 子分布の三次元可視化という点では、すでに記載している通 り三次元AP技術の鉄鋼応用は急速に進んでいる。三次元で の元素の分布状態が判ると、それを説明するメカニズムの構 築、また逆に、計算科学から予測される事象を実験で計測で きるなど、双方からのアプローチが可能になる。特に第一原 理計算や分子動理学的計算、さらにはPhase Field法の発展 が著しく、それらの計算科学の世界でも二次元から三次元で の現象予測へと理解が進み、三次元AP技術や収差補正TEM との連携が今後はますます重要である。

4 粒界の評価と動的観察

三次元可視化のための装置技術について、マルチスケール 視点でどのように連携しているのか、また進展しているのか を前項で述べた。これらの技術が相互に連携しながら普及し てくると、金属組織という観点では、粒界や界面に対する解 析技術の向上や、様々なメタラジー現象の理解の進展が期待 できる。

もともとプロセス技術としての結晶粒成長挙動の制御は非 常に重要な課題であり、粒界移動の駆動力は何が決めている のか。というのは、種々の条件下において、いつも研究議論 の一つとなる。粒成長に関しては、その曲率を持つ面をどの ように三次元的に解析し、また記述するのが良いのかが重要 な技術テーマであり、この分野では計算シミュレーションが 先行し、近年、三次元解析結果と合わせて様々な議論が展開 されている²⁵⁾。

一方で、粒界や界面の特徴を解析する時に、どのような現 象と関連させて組織解析を進めていくかという点も重要であ る。例えば、熱間圧延時に組織制御に直接的に影響を及ぼす オーステナイト粒界の挙動などは興味深い研究対象である。 しかし残念ながら、従来のフェライト鋼等では高温相のオー ステナイトを常温に残すことができなかったため、その高温 でのオーステナイト粒の直接的な観察は、高温でのその場観 察に頼らざるを得なかった。しかし高温で3D-SEM-EBSDを 具現化する計測技術はまだできていない。ところが近年の高 強度低炭素鋼でよく活用されはじめたマルテンサイト鋼にお いては、その多くが高温のオーステナイト(γ)相と常温のマ ルテンサイト(フェライトα)相との間で、K-S関係という特



図3 再結晶フェライト組織からのオーステナイト粒の発生と成長挙動²⁷⁾





図4 フェライト(α)粒の三重点に分布したマルテンサイト粒を示 す三次元結晶方位マッピング像²⁸⁾

殊な方位関係を満足するので、この性質を活用すると、フェ ライト (BCC) 相からオーステナイト (FCC) 相の分布を逆解 析で求めることが出来る²⁶⁾。このK-S関係に基づく逆解析を うまく活用して、逆変態の時のオーステナイト粒がどのよう な条件で生成するかを解析した研究事例を紹介する²⁷⁾。

SEM-EBSD法で加熱結晶方位変化のその場観察をする際 に、680℃から840℃まで段階的に加熱しながら各温度10分 間保持してその間にEBSD計測を行った。図3は判りやすい ようにフェライト粒をグレースケールで表記して、オーステ ナイト粒を黒暗色(電子版では赤色)で表記した。 試料はFe-0.2wt% C合金である。加熱中730℃よりオーステナイトが粒 界三重点より発生するのが観察されたが、図3 (c)の図中矢 印で示しているように成長しやすい粒界とそうではない粒界 が顕著に認められることが判った。この動きにくい粒界性格 は、後述する三次元での粒界面方位の解析からK-S関係に近 い方位関係を満足している粒界であった。この粒界面含め、 初期のオーステナイト結晶粒界の方位を解析する方法とし て、オーステナイト相とフェライト相の方位関係がほぼK-S 関係を満足することを利用した。逆変態が少し発生した状態 で急冷後、常温にて3D-EBSD法にて結晶方位の三次元マッ プを図4のように得る。この時、右上に記した面の法線方向



図5 結晶粒界面の垂直方向を求める時のベクトル積の取り方

が、右下のステレオ三角形上でどこにいるかで濃淡をつけて いる。この急冷処理により、三重点に生成したオーステナイ ト粒は全てマルテンサイトに変態するが、そのマルテンサイ ト相の方位をK-S関係に基づいて逆解析して、オーステナイ ト粒の結晶方位に戻すことができる。この詳細は畑らの論 文²⁸⁾を参照にしていただきたいが、問題はこの粒界面方位を どのように抽出するかである。ここでは、図5に模式的に示 すように、粒界上にあるボクセルを求め、その粒界面上の各 ボクセルの法線方向n_sを求めていく。この求め方については 種々のやり方があるが、ここでは立体的に考えながらも同一 面にあると考えられる周囲の8つのボクセルを選定し、その 各々のボクセルとの間のベクトル積を求め、その平均方向を 基準とするボクセルの鉛直方向とした。

このような方法で、図5にハッチで示した中心位置のボク セルの垂直方向が決まり、各々のボクセルに対して同様な計 算を行うことで、粒界面上に乗っているボクセル群の平均的 な垂直方向を求めることができる。このような方向をベース に、粒界の特徴を記述していこうとする方法である。このよ うな結晶粒界の垂直方向を求める方法については、色々な議



図6 マクロからナノまで階層的にみた三次元観察手法と関連する組織シミュレーション法

論が行われていて、まだ統一的な方法は確立していないと思 われるが、粒界の5条件を三次元可視化技術から求める手法 や^{29,30)}、傾角粒界を形成するGN (Geometrically Necessary) 転位密度を求める方法³¹⁾等、様々な新しい技術が報告されて いる。三次元での組織の特徴を考える上での重要な課題の一 つが結晶粒界の特性の評価であるので、今後、このような解 析手法の議論が国内でも活発に行われることを期待したい。

5 今後の3D/4D解析技術の展望

三次元可視化技術の進展に伴い、材料解析技術の結果がよ り実際の材料の描像をとらえ始めてきているといえる。様々 な方向からの二次元の画像を多数観察していけば、人間の能 力はそこから三次元的な実空間の描像を理解することはでき る。しかしながら、二次元での光学顕微鏡像で計測した結晶 粒径の平均値は、実際の三次元での結晶粒径とは異なること や、表面から観察している限り、その結晶粒界がどの方向に 走っているかを想定する事は不可能である。計算科学的アプ ローチやシミュレーションの進歩が二次元から三次元へと拡 張されてきた現在、定量的な三次元での組織データが必要と されている。またAIや機械学習などを用いた新しい画像処 理技術や、データの補間技術の進展は、三次元可視化の時に 課題となっているデータの欠乏部分を補ってくれる可能性が ある。図6にマルチスケール視点での代表的な三次元計測技 術の位置づけと、関連するメタラジー的な計算科学手法の対 比を表記した。現在ではそれぞれの階層において、実験と計 算科学の連携が始まった所であるが、今後は異なるサイズ次 元でも連携を取りながら、一つの現象に対して、実空間での 組織の全体的な形態から部分を抽出した局所的な解析まで連 動し、そのために異なる分野の研究者がどのように連携して いくのかが課題となるであろう。

また既に三次元観測ができている放射光や中性子線を用い た観測技術においては、今後は引張変形や加熱実験だけでな く、様々な環境観測を取り入れた四次元での観測技術が進化 していくであろう。もちろん原子レベルでの三次元AP技術 においては、透過電子顕微鏡との相互的な活用により、定量 化技術がさらに進展すると思われる。ただ新しい金属組織の 観察手法としてのこれらの3D/4D化技術の進展を、鉄鋼材 料分野で直接的に応用しようとすると、鉄の強磁性特性に起 因する測定上の様々な課題や、シリアルセクショニング法で の最適な薄片化技術の課題など、それほど容易ではない技術 課題も見え隠れする。これらを克服していくには、ナノテク プラットフォーム事業により幅広く最先端の計測装置を誰で も使えるようになっている我が国のシステムをうまく使いな がら、同時に情報処理分野の研究者と材料系の研究者の新た な連携を可能とするネットワークの構築などが必要であると 思われる。今後の学協会活動や産学連携活動を活用した新た な研究体制の取り組みにも期待したい。

謝辞

本原稿を書くにあたり、一緒に共同研究を行い、データの 掲載でご協力いただいた日本製鉄(株)の畑顕吾博士に感謝 いたします。

参考文献

- 1) 杉山昌章:ぶんせき, (2007), 652.
- A. Cerezo, T.J. Godfrey and D.W.Smith : Rev. Sci. Instrum., 59 (1988), 862.
- 3) N. Maruyama and G. D. W. Smith : Mater. Sci. Forum, 467-470 (2004), 949.
- 4) J. Takahashi, K. Kawakami, Y. Kobayashi and T. Tarui : Scr. Mater., 63 (2010), 261.
- 5) D.Blavette, E.Cadel, A.Fraczkiewicz and A.Menand : Science, 286 (1999), 2317.
- 6) 田中信夫: 顕微鏡, 46 (2011), 75.
- 7) K. Yamada, H. Nakamichi and K. Sato : JFE Tech. Rep., 22 (2017), 14.
- 8) H.K.D.H.Bhadeshia : Mater. Sci. Eng., 580 (2019), 012002.
- 9) 佐藤眞直:ふぇらむ, 22 (2017), 291.
- H.Toda, S.Yamamoto, M.Kobayashi, K.Uesugi and H.Zhang : Acta Mater., 56 (2008), 6027.
- H. Toda, K. Minami, K. Koyama, K. Ichitani, M. Kobayashi, K. Uesugi and Y. Suzuki : Acta Mater., 57 (2009), 4391.
- 12) M.Sugiyama, K.Kimura, S.Takebayashi, K.Ushioda, T.Morikawa and K.Higashida : Proc. of 36th Riso Int. Symp. on Materials Science ; Editors. S. Faster, N.Hansen, D.J.Jensen, DTU, (2015), 461.
- M.A.Groeber, M.A.Jackson : Integr. Mater. Manuf. Innov., (2014), 3:5.
- 14) S.Zaefferer, S.I.Wright and D.Raabe : Metall. Mater. Trans. A, 39 (2008), 374.
- 15) 原徹:ふぇらむ,24 (2019),444.
- 16) 足立吉隆:ふぇらむ, 13 (2008), 676.
- 17) 足立吉隆,新川田圭介,奥野晃弘,弘川奨吾,田口茂樹, 定松直:鉄と鋼,102 (2016),47.

- 18) 菊月まゆ子,林宏太郎,常見祐介, 藪翔平, 松野崇:鉄と 鋼, 106 (2020), 244.
- 19) 森戸茂一:ふぇらむ, 14 (2009), 90.
- 20) S.Morito, Y.Adachi and T.Ohba : Mater. Trans., 50 (2009), 1919.
- 21) D.An, T.A. Griffiths, P.Konijnenberg, S.Mandal, Z.Wang and S.Zaefferer : Acta Mater., 156 (2018), 297.
- 22) 波多聰, 光原昌寿, 田中將己, 宮崎裕也, 池田賢一, 金子 賢治, 中島英治, 東田賢二, 松村晶:まてりあ, 49 (2010), 274.
- Q.Yu, L.Qi, T.Tsuru, R. Traylor, D.Rugg, J.W.Morris Jr., M.Asta, D.C.Chrzan and A.M.Minor : Science, 347 (2015), 635.
- 24) S. Wang, M. Gong, R.J. McCabe, L. Capolungo, J. Wang and C.N. Tomé : Sci. Adv., 6 (2020), eaaz2600.
- 25) S-B.Lee, G.S.Rohrer and A.D.Rollett : Modelling Simul. Mater. Sci. Eng., 22 (2014), 025017.
- 26) Z.-D.Li, G.Miyamoto, Z.G.Yang and T.Furuhara : Scr. Mater., 60 (2009), 485.
- 27) K. Hata, K. Fujiwara, K. Kawano, M. Sugiyama, T. Fukuda and T. Kakeshita : ISIJ Int., 58 (2018), 323.
- 28) K.Hata, K.Kawano, M.Sugiyama and T.Kakeshita : Metall. Mater. Trans.A, 51 (2020), 51.
- 29) A.Khorashadizadeh, D.Raabe, S.Zafferer, G.S.Rohrer, A.D.Rollett and M.Winning: Adv. Eng. Mat., 13 (2011), 237.
- 30) X.Zhong, D.J.Rowenhorst, H.Beladi and G.S.Rohrer : Acta Mater., 123 (2017), 136.
- P.J.Konijnenberg, S.Zaefferer and D.Raabe : Acta Mater., 99 (2015), 402.

(2020年9月2日受付)