研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 5 年 6月 5 日現在

機関番号: 17102 研究種目: 基盤研究(B)(一般) 研究期間: 2020~2022 課題番号: 20H02426 研究課題名(和文)その場変形転位トモグラフィーシステムの開発

研究課題名(英文)Development of an in-situ straining and electron tomography imaging system

研究代表者 波多 聡(Hata, Satoshi)

九州大学・総合理工学研究院・教授

研究者番号:60264107

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 13,600,000円

研究成果の概要(和文):透過型電子顕微鏡法による電子線トモグラフィーとその場観察を組み合わせることに より、結晶中の転位の動的挙動を三次元可視化するための手法を開発した。セメンタイトを球状化させた伸線パ ーライト鋼の薄膜試料に応力を加えながら、セメンタイト粒子をバイパスする転位の動きを繰り返しET観察する ことで三次元同画像を得た。この際、オーストラリア モナーシュ大学のT.C.Petersen博士らと協力して、転位 の可視・不可視を左右する入射電子の回折条件を敢えて一定に保たなくても、ET観察における多量撮像の利点を 活かせば転位の三次元可視化が可能であることを証明した。

研究成果の学術的意義や社会的意義 電子顕微鏡による動的三次元観察は、材料組織シミュレーションとのデータ同化が可能である点などから注目さ れつつある観察手法である。ただし、結晶欠陥である転位の動的三次元観察は、結晶性試料に対する電子線の入 射方位が変わると転位が見えたり見えなくなったりするため、技術的な課題が多く、実現が遅れている。本研究 では、転位が見える回折条件を保つという従来法に加えて、回折条件を一定に保たない代わりに多数枚の連続傾 斜像を撮影するという方法により、塑性変形で結晶が回転しても特定の転位を三次元可視化し続けることが可能 となる手法を開発し、転位の動的三次元観察が可能であることとその適用範囲拡大の可能性を実証した。

研究成果の概要(英文):This study developed a method to visualize the dynamic behavior of dislocations in crystals in three dimensions by combining electron tomography (ET) and in-situ electron microscopy observation. A 3D movie of dislocation dynamics has been obtained by repeating ET observation of the movement of dislocations bypassing spheroidized cementite particles in a drawn pearlitic steel specimen while applying stress to the thin foil specimen. In order to enhance the feasibility of our in-situ straining and dislocation tomography method, collaboration with Dr. T.C. Petersen of Monash University, Australia, who developed a new surface-topography-based 3D reconstruction algorithm, has proved that 3D visualization of dislocations is possible even if the diffraction condition for a particular diffracted beam, which determines the visibility or invisibility of dislocations, is not kept constant.

研究分野: 金属組織 電子顕微鏡

キーワード: 転位 電子顕微鏡 電子線トモグラフィー 回折 その場観察 三次元

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1.研究開始当初の背景

結晶の塑性変形は転位のすべり運動を基本として理解されているが、結晶塑性変形の素過程は 今も研究対象であり、強度と延性を追求した新しい材料ほどわからないことが多い。また、変形 後の転位を観ても結晶塑性や転位ダイナミクスの本質はわからないという考え方も依然として 根強く、転位その場観察技術の向上は、結晶塑性研究が次のステージに進むために不可欠と考え られる。しかし、実験による転位研究は、現在の結晶塑性研究の要請に十分に応えているだろう か。転位のその場観察には問題点が種々残されており、実験が成立し得る条件が狭い。そのため、 転位のダイナミクスに関する研究は計算科学に依存するところが大きいという現状がある。

2.研究の目的

本研究の目的は電子顕微鏡の「その場観察」と「電子線トモグラフィー(ET)観察」を組み合わ せて、転位のダイナミクスを三次元(3D)で可視化する「その場変形転位トモグラフィーシステ ム」を開発することである。研究代表者らが開発済みのその場変形 ET システムをベースに、従 来の転位観察法にとらわれない新案を積極的に投入し、多結晶体や結晶粒界における転位 3D 観 察にも対応できるシステムを開発する。

3.研究の方法

(1)撮像時間問題の克服

これには現在の電子顕微鏡が抱える本質的な問題が含まれている。高速 ET 観察には、試料を傾 斜するためのゴニオメータの高速回転および多数枚の連続傾斜像収録の両方が同時に必要とな る。これまでに、3~6 秒で ET 画像 1 フレーム分の連続傾斜像データを取得した報告がある (Mignov et al., Scientific Reports (2015); Epicier et al., Microsc. Microanal. (2018))。研究代表者ら も、JST 先端計測機器開発プログラム(平成 25~28 年度)において高速 ET 撮影技術の開発に取 り組んだ。その結果、汎用の電荷結合素子(CCD)カメラで ET 画像 1 フレーム分の撮像時間 2 ~3 分と、通常(30 分~数時間)の 1/10 以下の短時間撮影に成功しているが、前述の欧州勢に は及んでいない。本研究では、STEM モード 5 秒での連続傾斜像データ取得を目指す。具体的に は、電子プローブの高速スキャン時に顕著となる STEM 像中のノイズや擬像の成分を、機械学 習の技術等を活用して効果的に取り除くことを検討した。

(2)回折条件問題の克服

試料を広角度範囲かつ連続的に傾斜しながら多数の 2D 透過電子顕微鏡画像を撮影する ET 観察の特徴を最大限に活かし、特定の回折条件に合わせることなく視野中の全転位を 3D 可視化する、という従来と異なるアプローチで回折条件問題の克服を目指す。試料傾斜とともに回折条件が変わると、転位芯からひずみコントラストまでの距離が変化するので、原理的には試料中の同じ場所を傾斜観察していることにならない。しかし、後述する観察の結果、ある転位を何枚もの異なる方向から撮影した投影像から 3D 画像に再構成する場合、広い試料傾斜角度範囲で現れる低次回折波による強いひずみコントラストが生き残ることになり、転位線の幅、すなわち空間分解能は期待できないが、結晶が変形・回転しても転位周りのひずみコントラストが現れる位置に大きな変化は生じないと推測できる。

(3)手法の応用

伸線加工を施したパーライト鋼線に熱処理を施して、セメンタイト(Fe₃C)を球状化させた試料 から、直径3mmのディスク状試料を作製した。試料中央部を電解研磨で薄膜化した後、その場 変形トモグラフィーホルダーのステージに接着剤で固定し、引張応力を加えながら電子顕微鏡 内でET観察を行った。試料の強磁性の影響を避けるため、対物レンズに電流を流さないLow-Magモードを使用した。

4.研究成果

(1)撮像時間問題の克服

図1は、異なる条件で撮影したオーステナイト鋼の転位の明視野走査透過電子顕微鏡(STEM) 連続傾斜像の一部である。撮像時の加速電圧はいずれも300kVであり、像中に示した角度値は 試料傾斜角度を表している。図1(a)は薄膜試料を毎秒28°の速さで連続傾斜しながら、512×512 ピクセルのSTEM像を撮像速度70ms/frame(=1141ns/pixel。画像スキャンに30ms/frameかか り、画像保存に40ms/frameかかるため、合計70ms/frameを要する。)で連続撮影したものであ る。試料傾斜角度範囲±70°の連続傾斜像の総収録時間は約5sと、目標値を達成している。ただ し、画像の水平方向に沿った直線状の擬像コントラストが顕著である。これは、電子プローブの 横方向の走査に起因するSTEM像特有のものである。図1(b)は、図1(a)と同じ電子プローブ走 査条件で撮影した類似のSTEM転位画像8750枚を、深層学習型アルゴリズムU-Netに学習さ せ、その結果得られたノイズフィルターを図1(a)の連続傾斜像に適用したものである。横線状の 擬像コントラストが取り除かれ、転位の像コントラストが向上しているのがわかる。図1(c)は、 図1(a)と同一の視野において、2°ごとの試料傾斜とSTEM 撮像(撮像速度1.6s/frame)を交互に 繰り返す通常の収録方法で得た明視野STEM 連続傾斜像の一部であり、連続傾斜像の総収録時 間は約30minである。高速撮像(a)に深層学習ノイズ除去を組み合わせること(b)により、通常の 長時間撮像画像(c)に近い転位像コントラストが得られていることが認められる。



図 1. オーステナイト鋼の転位の明視野 STEM 連続傾斜像の一部.(a)総収録時間 5 s の高速撮像の場合、(b)深層学習ノイズフィルタリングを(a)に適用した場合、(c)通常の総収録時間 30 min での撮像の場合.

図2は、図1のSTEM連続傾斜像からの3D再構成結果を比較したものである。高速撮像にノイズフィルタリングを施した図1(b)の像から図2(a)を、通常条件で収録した図1(c)の像から図2 (b)を再構成した。図2(c)は、図2(a)と(b)を重ねたものである。転位の3D像コントラストは両者でほぼ一致していることがわかる。すなわち、最速5秒でのSTEM連続傾斜像の収録が可能となり、その場観察に対応したET観察手法としての性能を、従来(自グループの既存技術では3D画像1フレーム分の画像データ取得に3分要していた)よりも大幅に高めることができた。



図2. 図1に示した STEM 連続傾斜像からの 3D 再構成結果の比較 .(a) 図1(a)の高速スキャン STEM 像に深層学習ノイズ除去を施した連続傾斜像からの再構成結果、(b) 図1(b)の通常条件で 収録した低速スキャン STEM 連続傾斜像からの再構成結果 .

(2)回折条件問題の克服

図3は、アルミニウム薄膜中の1本の転位を TEM 明視野像で連続傾斜観察した例である。回折 条件の調整は全く行わなかったものの、約80°の試料傾斜範囲の中で22枚の連続傾斜像を撮影 することができた。ここで、従来の観察条件から変更した点として、試料傾斜角度の分解能を通 常の1~2°から0.1°に高め、ある回折波が励起される試料傾斜角度範囲内で最も転位コントラス トが高くなる試料傾斜角での像を選んだ。



図 3. アルミニウム薄膜中の転位の明視野 TEM 連続傾斜像および対応する電子回折図形. 試料 を 0.1°ずつ傾斜し、励起される回折波毎に最も転位コントラストが高くなる試料傾斜角度(各像 中に表記)を選んだ.

図4は、オーストラリア・モナシュ大学のT.C. Petersen 博士らが開発したステレオ法ベースの3D 形態再構成アルゴリズムを用いて、図3の連続傾斜像から転位の3D可視化を試みたものである。 転位は2本線あるいは帯のように再構成されており、傾斜像ごとの像コントラスト(回折条件) の違いの影響が強く現れたものとなってはいるが、転位の空間配置を概ね特定することは可能 と言える。



図4. 図3に示した転位の連続傾斜像から、ステレオ法に基づく新規アルゴリズムにより3D 可視化した転位.転位は帯状または2本線状に見えている。

(3)手法の応用

図5に、伸線加工後に熱処理を施したパーライト鋼のその場変形 ET 観察の結果を示す。図5(a) では、試料への引張応力負荷と連続傾斜明視野 TEM 像の撮影を繰り返し、10~14 番目の連続傾 斜像から試料傾斜角度11°の像のみを並べて表示している。一点鎖線で囲んだ大小重なって見え る球状化セメンタイト粒子に、点線で示した転位がバイパス状に相互作用している。僅かな変化 ではあるが、フレーム数の増加とともに転位の位置が少しずつ変化していることが捉えられて いる(図中矢印)。図5(b)は、各連続傾斜像から再構成した3D 画像である。セメンタイト粒子 に相互作用している転位領域(図中矢印)が応力負荷(フレーム数の増大)とともに広がってい ることを3D 画像からも確認することができる。



図 5. 球状化セメンタイト粒子と相互作用する転位のその場変形 ET 観察.(a)試料傾斜角度 11° からの 2D その場観察.(b)各連続傾斜像から再構成した 3D 画像.

以上のように、本研究では、その場観察とET 観察を組み合わせたその場転位トモグラフィーの 要素技術開発に取り組み、開発手法を鉄鋼材料における転位と析出物の相互作用ダイナミクス の動的 3D 観察に適用した。転位の 3D 動画像観察の第一報は米国の Kacher らであることが研究 開始後に認識されたが(Kacher and Robertson, *Acta Mater* (2012)) 本研究では、連続傾斜像の高 速撮影手法の開発、回折条件が試料変形とともに変化する状況でも 3D 可視化できるための手法 の開発など、その場転位トモグラフィーの適用範囲を拡大するために不可欠な課題を克服した。 本研究で開発した観察手法を今後、結晶塑性研究に応用展開して行きたいと考えている。

5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件(うち査読付論文 7件/うち国際共著 4件/うちオープンアクセス 5件)

1.著者名	4. 巻
Zhao Yifang, Koike Suguru, Nakama Rikuto, Ihara Shiro, Mitsuhara Masatoshi, Murayama	11
Mitsuhiro, Hata Satoshi, Saito Hikaru	
2.論文標題	5.発行年
Five-second STEM dislocation tomography for 300 nm thick specimen assisted by deep-learning-	2021年
based noise filtering	
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Scientific Reports	20720
掲載論文のD01(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1038/s41598-021-99914-5	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスとしている(また、その予定である)	該当する
	•

1.著者名	4.巻
波多 聰	26
	5
2、調文派恩 	2021年
	2021
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
ふえらむ	427-733
	 査読の有無
なし	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスとしている(また、その予定である)	-

1.著者名	4.巻
Hata S.、Honda T.、Saito H.、Mitsuhara M.、Petersen T.C.、Murayama M.	²⁴
2.論文標題	5 . 発行年
Electron tomography: An imaging method for materials deformation dynamics	2020年
3.雑誌名	6 . 最初と最後の頁
Current Opinion in Solid State and Materials Science	100850~100850
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1016/j.cossms.2020.100850	有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 該当する

1.著者名 Hata Satoshi、Furukawa Hiromitsu、Gondo Takashi、Hirakami Daisuke、Horii Noritaka、Ikeda Ken- Ichi、Kawamoto Katsumi、Kimura Kosuke、Matsumura Syo、Mitsuhara Masatoshi、Miyazaki Hiroya、 Miyazaki Shinsuke、Murayama Mitsu Mitsuhiro、Nakashima Hideharu、Saito Hikaru、Sakamoto Masashi、Yamasaki Shigeto	4.巻 69
2.論文標題	5 . 発行年
Electron tomography imaging methods with diffraction contrast for materials research	2020年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Microscopy	141 ~ 155
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1093/jmicro/dfaa002	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスとしている(また、その予定である)	該当する

1.著者名	4.巻
Baba Norio, Hata Satoshi, Saito Hikaru, Kaneko Kenii	72
2 論文種類	5 税行任
	5.£1] 4
inree-dimensional electron tomography and recent expansion of its applications in materials	2022年
Science	
3. 雑誌名	6.最初と最後の負
Microscopy	111 ~ 134
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10, 1093/imicro/dfac071	
	国際壯茎
	国际共有
オーランアクセスとしている(また、その予定である)	-
	1
1.著者名	4.巻
Petersen T.C., Zhao C., Bojesen E.D., Broge N.L.N., Hata S., Liu Y., Etheridge J.	236
2.論文標題	5 . 発行年
Volume imaging by tracking sparse topological features in electron micrograph tilt series	2022年
vorume imaging by tracking sparse topological reacties in electron incrograph thit series	2022+
2 4424-47	(目辺に目後の五
Ultramicroscopy	113475 ~ 113475
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475	査読の有無 有
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475	査読の有無 有
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス	査読の有無 有 国際共著
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	査読の有無 有 国際共著 該当する
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	査読の有無 有 国際共著 該当する
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	査読の有無 有 国際共著 該当する
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.登
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 ₃₃
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 ₃₃
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題	査読の有無 有 国際共著 該当する 4 . 巻 ₃₃ 5 . 発行年
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering	査読の有無 有 国際共著 該当する 4 . 巻 33 5 . 発行年 2023年
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates	査読の有無 有 国際共著 該当する 4 . 巻 ₃₃ 5 . 発行年 2023年
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3. 雑誌名 IFFE Transactions on Applied Superconductivity	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁 1~5
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-0 Targets on SrTi03 Substrates 3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁 1~5
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁 1~5
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁 1~5
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2. 論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTi03 Substrates 3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 40.400/TI00 cope concent	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁 1~5 査読の有無
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920	査読の有無 国際共著 該当する 4 . 巻 33 5 . 発行年 2023年 6 . 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2. 論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-0 Targets on SrTi03 Substrates 3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920	査読の有無 国際共著 該当する 4 · 巻 33 5 · 発行年 2023年 6 · 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-0 Targets on SrTi03 Substrates 3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス	査読の有無 有 国際共著 該当する 4 · 巻 33 5 · 発行年 2023年 6 · 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	査読の有無 有 国際共著 該当する 4.巻 33 5.発行年 2023年 6.最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTi03 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	査読の有無 国際共著 該当する 4 . 巻 33 5 . 発行年 2023年 6 . 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセス (学会発表) 計22件(うち招待講演 13件/うち国際学会 9件) 	査読の有無 国際共著 該当する 4 . 巻 33 5 . 発行年 2023年 6 . 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3.雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセス (学会発表) 計22件(うち招待講演 13件/うち国際学会 9件) 1< 発表者名	査読の有無 国際共著 該当する 4 · 巻 33 5 · 発行年 2023年 6 · 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1.著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 2.論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセス パープシアクセス 1.発表者名 (学会発表) 計22件(うち招待講演 13件/うち国際学会 9件) 1. 発表者名 *#を報酬	査読の有無 国際共著 該当する 4 . 巻 33 5 . 発行年 2023年 6 . 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス 1. 著者名 Hata Satoshi, Fukuda Daiki, Saito Hikaru, Shimada Yusuke, Guo Zimeng, Matsumoto Akiyoshi, Nakashima Hideharu, Kitaguchi Hitoshi 2. 論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 (学会発表) 計22件(うち招待講演 13件/うち国際学会 9件) 1.発表者名 波多聰	査読の有無 国際共著 該当する 4 · 巻 33 5 · 発行年 2023年 6 · 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 論文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and Pb-Ca-Cu-O Targets on SrTiO3 Substrates 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 (学会発表) 計22件(うち招待講演 13件/うち国際学会 9件) 予表者名 波多聰 	査読の有無 国際共著 該当する 4 · 巻 33 5 · 発行年 2023年 6 · 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2022.113475 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 著者名 Hata Satoshi、Fukuda Daiki、Saito Hikaru、Shimada Yusuke、Guo Zimeng、Matsumoto Akiyoshi、 Nakashima Hideharu、Kitaguchi Hitoshi 高文標題 Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi.Pb)2Sr2CaCu20x and Pb-Ca-Cu-0 Targets on SrTi03 Substrates 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2023.3259920 オープンアクセス オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 (学会発表) 計22件(うち招待講演 13件/うち国際学会 9件) 発表者名 波多聰 	査読の有無 有 国際共著 該当する 4 · 巻 33 5 · 発行年 2023年 6 · 最初と最後の頁 1~5 査読の有無 有 国際共著 -

2 . 発表標題

透過型電子顕微鏡によるナノスケールの三次元観察と多結晶組織解析

 3.学会等名 九州大学 電子顕微鏡民間解放セミナー 材料開発を前進させる「顕微解析拠点の活用」~九州大学の最先端電子顕微鏡設備と技術の利用~ (招待講演)
 4.発表年 2022年

1.発表者名

S. Hata

2.発表標題

Toward 3D visualization of dislocation dynamics under deformation using transmission electron microscopy

3.学会等名 Time Man Seminar (France)(招待講演)(国際学会)

4.発表年 2022年

2022-

1 . 発表者名 S. Hata

2.発表標題

Toward 3D visualization of dislocation dynamics by electron tomography

3 . 学会等名

Graduate Institute of Ferrous & Energy Materials Technology (GIFT) seminar (Korea)(招待講演)(国際学会)

4. 発表年

2021年

1.発表者名 波多聰

2.発表標題

電子顕微鏡~様々な研究分野にまたがる先端機器~

3 . 学会等名

九州大学工学部・九州沖縄9高専 連携教育プログラム関連事業 九州大学 特別講義(招待講演)(国際学会)

4 . 発表年 2021年

1.発表者名

S. Hata, H. Saito, I. Cho (Y. Zhao), S. Koike, R. Nakama, N. Konishi, M. Mitsuhara, M. Murayama

2.発表標題

Fast 3D imaging of crystal defects using scanning transmission electron microscopy

3 . 学会等名

2021 MIRAI2.0 Workshop in Materials Science(招待講演)(国際学会)

4 . 発表年 2021年 1.発表者名

井原史朗、斉藤光、趙一方、鯉池卓、仲間陸人、義永瑞雲、光原昌寿、波多聰、村山光宏

2.発表標題

機械学習ノイズフィルタリングを援用した走査透過電子顕微鏡 (STEM) 観察の応用

3.学会等名 日本機械学会34回計算力学講演会(CMD2021)

4 . 発表年 2021年

1. 発表者名 S. Hata

2.発表標題

Toward dynamic 3D visualization of dislocations by electron tomography

3 . 学会等名

The 5th International Congress on 3D Materials Science 2021 (3DMS 2021)(招待講演)(国際学会)

4.発表年 2021年

1.発表者名

波多聰、斉藤光、趙一方、鯉池卓、仲間陸人、小西夏樹、光原昌寿、村山光宏

2.発表標題

STEM連続傾斜像の高速撮影に向けた要素技術開発

3.学会等名

日本顕微鏡学会 第77回学術講演会

4.発表年 2021年

1.発表者名 波多聰

2.発表標題

透過型電子顕微鏡法による結晶材料3次元組織の再構築に関する研究

3 . 学会等名

日本顕微鏡学会第76回学術講演会(紙上開催)(招待講演)

4 . 発表年 2020年

1.発表者名

S. Hata, H. Saito, M. Murayama

2.発表標題

3D and 4D reconstruction of dislocations in electron microscopy

3 . 学会等名

The 4th Forum of Materials Genome Engineering (4th ForMGE)(招待講演)(国際学会)

4.発表年 2020年

1.発表者名

趙一方、鯉池卓、仲間陸人、光原昌寿、斉藤光、村山光宏、波多聰

2.発表標題

STEMトモグラフィーによる転位の高速三次元観察

3 . 学会等名

第62回日本顕微鏡学会九州支部集会・学術講演会

4.発表年 2020年

1.発表者名

鯉池卓、斉藤光、趙一方、光原昌寿、村山光宏、波多聰

2.発表標題

高速STEMトモグラフィーの実現に向けた深層学習を用いたノイズ除去

3 . 学会等名

第62回日本顕微鏡学会九州支部集会・学術講演会

4.発表年 2020年

1.発表者名

S. Hata, H. Saito, M. Murayama

2.発表標題

In-situ 3D imaging in transmission electron microscopy: recent developments and applications to material deformation

3 . 学会等名

Structural Materials for Nuclear and Space Applications (SNSA20)(招待講演)(国際学会)

4 . 発表年 2020年

1.発表者名 波多胸

波多聰

2.発表標題

結晶欠陥の電子顕微鏡3次元再構築

3.学会等名 日本鉄鋼協会第181回春季講演大会(招待講演)

4.発表年 2020年

1.発表者名
 馬場則男、斉藤光、波多聰、金子賢治、馬場美鈴

2.発表標題

先見情報を加えた電子線CT-QURTによる困難な傾斜条件に向けた改善

3.学会等名

日本顕微鏡学会第78回学術講演会

4.発表年 2022年

1.発表者名

義永瑞雲、斉藤光、井原史朗、宮崎裕也、馬場則男、和田皓太、波多聰、村山光宏

2.発表標題

超低ドーズ四次元解析に向けたその場加熱STEMトモグラフィーの開発

3.学会等名

日本顕微鏡学会第78回学術講演会

4.発表年 2022年

1.発表者名

Hata Satoshi, Fukuda Daiki, Saito Hikaru, Shimada Yusuke, Guo Zimeng, Matsumoto Akiyoshi, Nakashima Hideharu, Kitaguchi Hitoshi

2.発表標題

Microstructure and Its Heat Treatment Process of Thin Films Fabricated by Alternate Sputtering of (Bi,Pb)2Sr2CaCu2Ox and PbCaCuO Targets on SrTiO3 Substrates

3 . 学会等名

Applied Superconductivity Conference 2022(国際学会)(国際学会) 4.発表年 2022年

1.発表者名 油夕吻

波多聰

2.発表標題

透過電子顕微鏡法による結晶材料組織解析-3次元から4次元、単結晶から多結晶へ-

3 . 学会等名

(公財)科学技術交流財団 第5回多結晶材料情報学応用技術研究会-多結晶組織の先端計測-(招待講演)

4 . 発表年 2022年

1.発表者名

Satoshi Hata

2.発表標題

ADF-STEM observation of {1,1/2,0} type SRO in Ni4Mo

3 . 学会等名

DAE-BRNS International Conference on Advances in Materials Science (ADAMS–22)(招待講演)(国際学会)

4.発表年 2022年

1.発表者名 波多聰

2.発表標題 電子線トモグラフィーにおける最近の動向

 3.学会等名 次世代電子顕微鏡法社会連携講座(招待講演)

4 . 発表年

2022年

 1.発表者名 波多聰、田中友晶、郭子萌、斉藤光

2.発表標題

Ni4Mo短範囲規則合金のADF-STEM観察

3 . 学会等名

日本顕微鏡学会第65回シンポジウム

4 . 発表年 2022年

1.発表者名 波多聰、田中友晶、郭子萌、斉藤光

2.発表標題

Ni4Mo合金の短範囲規則状態のADF-STEM観察

3.学会等名日本金属学会2022年秋期講演大会

4 . 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

機械学習による世界最速の3次元電子顕微鏡ナノイメージング 構械学習による世界最速の3次元電子顕微鏡ナノイメージング https://www.jst.go.jp/pr/announce/20211026/index.html 機械学習による世界最速の三次元電子顕微鏡ナノイメージング https://www.kyushu-u.ac.jp/ja/researches/view/677/ 機械学習を活用して走査型透過電子顕微鏡法の撮影時間の短縮、九大が実現 https://news.mynavi.jp/techplus/article/20211028-2171995/ http://www.asem.kyushu-u.ac.jp/qq/qq01/top-j.html http://www.asem.kyushu-u.ac.jp/qq/qq01/top-e.html

6.研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
	斉藤光	九州大学・先導物質化学研究所・准教授	
研究協力者	(Saito Hikaru)		
	(50735587)	(17102)	
	村山光宏	九州大学・先導物質化学研究所・教授	バージニア工科大学とのクロスアポイントメント教
研究協力者	(Murayama Mitsuhiro)		員 一
	(90354282)	(17102)	
研究協力者	井原 史朗 (Ihara Shiro)	九州大学・先導物質化学研究所・助教	
	(60909745)	(17102)	

6	.研究組織(つづき)		
	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研学協力者	ピーターセン ティモシー (Petersen T.C.)	モナーシュ大学・Monash Centre for Electron Microscopy・ 研究員	

7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8.本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関			
米国	バージニア工科大学			
オーストラリア	モナーシュ大学			