

FIB-SEM シリアルセクションングによる材料組織の三次元観察

3D Microstructure Observation of Materials by Means of FIB-SEM Serial Sectioning

原 徹

Toru Hara

独立行政法人 物質・材料研究機構

要 旨 FIB-SEM でのシリアルセクションングによる組織の三次元的観察について、主にハードウェアの観点から、手法とクオリティを決める因子について概説する。この観察に適した FIB と SEM の配置を持つ装置の紹介と、それにより得られたデータをもとに、より高い精度でより多くの情報を持つ観察に向けた基礎的な方針を考察する。

キーワード：FIB-SEM 直交配置, コントラスト, 空間分解能, 鉄鋼材料

1. 組織の三次元観察—FIB-SEM シリアルセクションングの位置付け—

ほとんどの材料および生物の組織は、三次元の階層的な微細構造を持っている。そのため、組織を正確に把握するには幅広い倍率で三次元での組織観察が必要だということが従来より認識されていた。そこで、種々の顕微鏡や X 線光学等の分野で、それぞれ必要な倍率で、三次元観察・解析を実施する手法が多く提案・研究されてきた。これまでのさまざまな手法開発を経て、ようやく最近になって実用的な三次元観察が可能になってきた^{1,2)}。

内部組織観察(対象物の外形の形態観察でなく)に使われる顕微鏡は、材料系か生物系かを問わず、透過による投影像か反射による表面像を観察する「二次元観察」のものがほとんどで、三次元を直接観察できる顕微鏡ではない。したがって多くの場合には、三次元的な観察を行うために多数の二次元像を取得し、それを組み合わせることによって、三次元的に拡張するという手順をとる。三次元像再構築のもととなる像の取得は、観察目的や倍率に応じて光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)等を使い分けるが、三次元像再構築の鍵となる技術はどの顕微鏡においても共通で、透過像の場合はトモグラフィー法(断層撮像法)であり、表面像の場合はシリアルセクションング法である。トモグラフィー法は、透過型電子顕微鏡では「電子線トモグラフィー」と呼ばれ、本誌でも金子らによって詳細な解説がなされている^{3,4)}。

シリアルセクションング法は、表面像を用いる顕微鏡、つまり反射型の光学顕微鏡と SEM とで用いられる手法で、表面の観察と研削を繰り返す、積層した画像データから三次元像を再構築する手法のことである。図 1 にその概念図を示す。図中(i)の試料内部の球体の形状を観察するときに、上方からの

観察と研削(スライス)を繰り返して(ii)のように多数の二次元像を取得する。その後にコンピュータ内でそれを積層して(iii)の再構築像を得る。光学顕微鏡では、機械研磨と観察を繰り返すことでデータを取得するが、その工程の自動化も試みられており⁵⁾、製品としても市販されている⁶⁾。光学顕微鏡のシリアルセクションング法は、特に構造材料研究においてこれまでに多くの重要な材料学的知見が得られている^{7,8)}。

SEM を用いたシリアルセクションングは、集束イオンビーム装置(FIB)を用いて表面研削をするもの^{9,10)}と、ウルトラミクロームによって表面を切削するものがある¹¹⁾。生物系試料の観察には両方の手法が活用されているが、材料系ではミクロームが使えない場合が多いので FIB を使う方法が多用されている。

一般的に三次元観察では、どの手法を用いたかということ

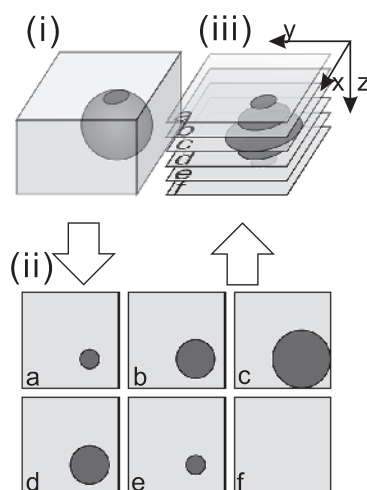


図 1 シリアルセクションングによる三次元再構築の概念。(i) 観察する対象物。(ii) シリアルセクションングで得られた二次元像のセット。(iii) 像を重ねあわせて三次元像を再構築する。

に関わらず、多数の二次元データの組み合わせとなるので、データ量は膨大になる。三次元再構築像が観察可能になったのは、再構成に用いるコンピュータの性能や記憶容量が上がって、計算と表示が現実的に可能になったこともひとつの要因であり、それと相まって材料系・生物系を問わず技法が進展し、現在は世界的にも非常に活発に組織観察へ応用されるようになっている。三次元観察に関する国際会議等も頻繁に開催されるようになっており、我が国においても多くの学会や研究会等において三次元観察に関して議論され、手法の発展に貢献している¹¹⁾。三次元組織観察の手法については、これまでに挙げた参考文献の他にも多くの優れた解説があり、成書¹²⁾としても体系的にまとめられている。

本稿では、我々が行っている、シリアルセクションングに適したFIB-SEMの手法の工夫に重点をおいて、その実例を元にこの手法の現状について解説する。

2. FIB-SEM装置の概要—FIB-SEM直交配置のシリアルセクションングへのメリット—

FIBとSEMの機能を一台に備えたFIB-SEMによるシリアルセクションングは、FIBによる表層の研削（スライス）とSEMによる観察とを繰り返し、取得したSEM像のシリーズをコンピュータで積層し三次元像を再構築する。そのためSEM像の像質が、観察と解析の結果のクオリティを大きく左右する。ここからはFIB-SEMによるシリアルセクションングにおいて、高い像質での観察を目的とした装置の工夫を紹介する。

通常、FIB-SEMは図2(a)に示すようにFIBとSEMの光軸が互いに60度前後の角度で交わる配置をとっている。これは、FIBとSEMとで同じ点を観るためにこの配置をとっており、例えばTEM観察のための試料をFIBで加工し取り出すにはこの配置が適している。さらに、大きな試料を入れることができるメリットもあり、市販装置の中には直径30 cmのウェハがそのまま入れられるものもある。しかし、シリアルセクションング観察に目的を限定すると、この配置は必ずしも最適とは言えない。その理由は以下の2つである。

(1) 図2(b)に示すように、FIBで切削を繰り返すとSEM像に視野ズレが生じる。SEM像の中心（図中一点鎖線）から切削領域がずれていくため補正が必要で、場合によっては三次元像の再構築を行った時に解析に使える領域が小さくなる。

(2) FIB切削面はSEM光軸に対して垂直にはならない。そのため、必然的に視野内に高さの差が生じる（図中のd）。例えば二次電子像観察の際には、傾斜した面からのコントラストとなるため、高低差がコントラストのダイナミックレンジの一部を消費してしまい、肝心の組織のコントラストが弱くなる。さらに、傾斜面を見ているために一枚のSEM画像の中でも縦横のスケールが異なり補正が必要となる。以上のことから、FIB-SEMによるシリアルセクションングの際は、FIBによる切削面がSEM光軸に対して垂直な機器配置が理想的と言える。

そこで、上記したそれらの欠点を解消し、より高精度な三次元再構築像の実現を目的として、図3(a)に概念図を示す

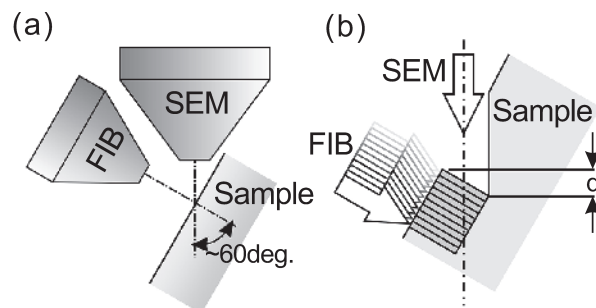


図2 一般的なFIB-SEM装置の配置模式図。(a) FIBとSEMの光軸は60度前後の角度で交差する。(b) シリアルセクションングを実施するときの模式図。

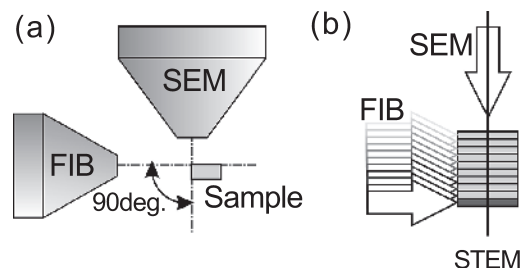


図3 直交配置型FIB-SEM装置の配置模式図。(a) FIBとSEMの光軸は直交する。(b) シリアルセクションングを実施するときの模式図。

ようにFIBとSEMとが直交した配置を持つ観察装置（SIIナノテクノロジー（現：日立ハイテクサイエンス）製SMF-1000）を導入した。この装置でのシリアルセクションングの概念を図3(b)に示す。FIBで研削した面は常にSEM光軸に垂直になり、切削面の高低差によるコントラスト変化が無い、組織観察に適した配置になっている。この装置の場合は扱える最大サンプルサイズは4 mm × 4 mm、厚さ2 mmである（実際にシリアルセクションングを行うのはその中の数十μmの範囲）。このサンプルサイズの制限は、今回目的とする観察からは必ずしもデメリットにはならず、むしろ多機能化というメリットがある。試料が小さいので試料および試料ステージも小さくでき、試料周りに空間ができるために多くの機器を理想的な配置で設置できる。本装置では、試料ステージの移動度を5軸確保したうえで、一度の観察でできるだけ多くの情報を得られるように、図4に示すようにEDSやEBSDといった検出器やプラズマクリーナー、アルゴンイオンガン、ガスデポジションガンといった試料調製装置を配置した。また、像の検出器としては、SEMが持つインレンズタイプ（SEM鏡筒内の光軸と同心円上に配置）¹³⁾の二次電子検出器、反射電子検出器、E-T検出器のほか、試料直下にSTEM検出器を装備した。FIB-SEMの装置の例として本装置の外観写真を図5に、SEMとFIBのスペックおよび他の機能を表1に示す。

3. 観察の実例と装置の特徴

FIB-SEMシリアルセクションングで考慮すべき事項を、図6に示す観察事例をもとに説明する。試料は鉄鋼材料で、

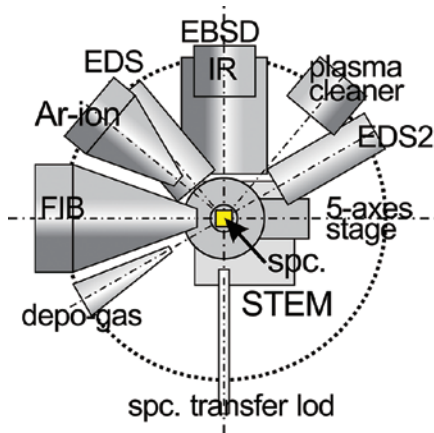


図4 SEM電子銃側から見たときの試料周りの機器配置模式図。STEM検出器は試料下方に位置する。



図5 直交配置型FIB-SEM装置の外観写真。

耐熱鋼の一種である。この鋼は焼戻しマルテンサイト (t-M) とデルタフェライト (δ -F) の二相からなり、その他に (b) 中の矢印で示す数種類の析出物が存在している。観察の目的は、焼戻しマルテンサイトとデルタフェライトの二相間の界面上 ((a) 図中の2つの矢印間の面) の析出物の分布を、三次元再構築像から界面を取り出して解析することである。

直交配置型でのFIB-SEMシリアルセクションングの方法としては、図7中の(a)の配置で試料の端部を研削する方法と、(b)のように小片をピックアップして別の支持台に接着した後にそれをスライスする方法の二通りがある。前者は試料のどこを観察しても良い場合か、あるいは端部に対象物を持って来ることができる場合に用い、後者は試料の特定部分の観察をする場合に用いる。

図6の観察例の場合は(b)の方法で、4mm×4mm、厚さ1mmのサンプルから、あらかじめSEM観察で目的とする相界面部分(10 μ m角程度)を取り出した後に、その微小試料に対してシリアルセクションングを実施した。図6(a)は、シリアルセクションングの途中の像で、SEMの加速電圧は1kV、インレンズの二次電子(SE)検出器¹³⁾で観察した。

表1 直交配置型FIB-SEM装置の主なスペックおよび機能

<ul style="list-style-type: none"> ● FIB (SII ナノテクノロジー (現:日立ハイテクサイエンス)) 加速電圧: 1-30 kV プローブ電流値: 0.5 pA-45 nA 空間分解能 (SIM 像): 4 nm@30 kV
<ul style="list-style-type: none"> ● SEM (ZEISS Gemini column) 加速電圧: 0.1-30 kV 検出器: インレンズ SE, EsB (環状, エネルギー選択 BSE), E-T 空間分解能: 1.1 nm (20 kV) @coincident point
<ul style="list-style-type: none"> ● 付属機能 検出器: EDS, EBSD, STEM (ADF, BF) 試料調製: プラズマクリーナー, アルゴンイオン銃, ガスデポジションガン
<ul style="list-style-type: none"> ● その他: 2nd EDS 用ポート装備 試料ステージ: 5軸 (x, y, z, tilt, rotate), 試料ハンドリング用マニピュレータ

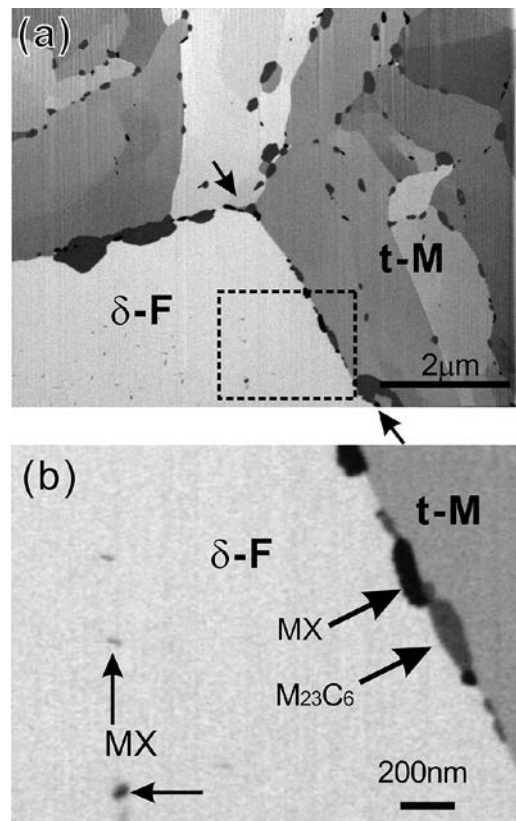


図6 耐熱鋼組織の観察事例。FIBは紙面上部にあり光軸は紙面に平行。(a) シリアルセクションングに用いるFIBによる研削面の例。(b) (a)のうち枠内を拡大したもの。

観察視野は10 μ m四方、FIBによるスライスのピッチ(z方向)は10nmで240枚の画像を取得した。図6(a)は、その画像の一部をトリミングして表示したものである。なお、観察している面はSEM光軸に対して垂直(紙面と平行)であり、FIBは紙面上、図の上方に配置してある。この観察例をもとに、FIB-SEMシリアルセクションングに用いるSEM像に要求されるコントラストと分解能について検討する。

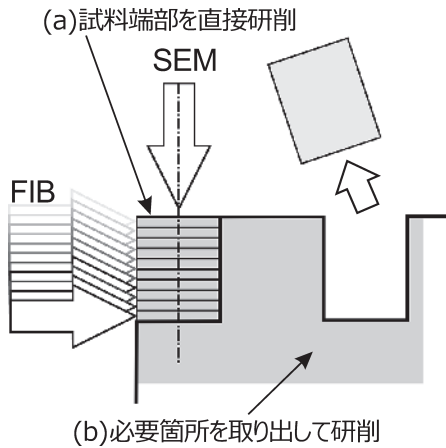


図7 直交配置型 FIB-SEM でのシリアルセクションングの方法。(a) 試料端部を研削—観察。(b) 試料内部を取り出し、別途支持台に移して研削—観察。

3.1 FIB-SEM シリアルセクションングに用いる SEM 像のコントラストの向上

FIB-SEM シリアルセクションングでは FIB で切削した面を SEM で観察するので、観察面は基本的に平滑である。このことは、表面の凹凸情報を得るといった形態観察における通常の二次電子像のコントラストとは異なり、トポグラフィックな情報を排除した内部組織（外形でないという意味）のコントラストのみでの観察が期待できる。しかし、通常の FIB-SEM 傾斜配置の装置の場合には、その構成から必然的に生じる観察面の高低差がそのままコントラストとなって現れる。つまり、ベースとなる FIB 切削面そのものが、コントラストのダイナミックレンジを消費するので、肝心の組織のコントラストが弱くなる。一方、直交配置の場合には、平滑な表面が常に SEM に対して高低差の無い状態に置かれるので、コントラストのダイナミックレンジ全域を組織のコントラストに使い、実質的なコントラストの向上が見込める。図 6 (a) に示した例では、研削面が写真の面に平行で、かつ表面に凹凸が無いので、組織のコントラストのダイナミックレンジが広い。そのため二種類の析出物 (MX と $M_{23}C_6$) がコントラストのみから区別できる。図 6 (a) の枠内を拡大したものを (b) に示す。図 (b) 中、灰色がクロムをベースとする $M_{23}C_6$ と呼ばれる炭化物、黒色がバナジウムをベースとする MX と呼ばれる炭窒化物である。平均原子番号差に起因するいわゆる Z コントラストによって両者が区別でき、原子番号に大きな差は無いものの高いコントラストが実現できていることがわかる。

3.2 低加速電圧化による空間分解能の実質的な向上

FIB-SEM シリアルセクションングによる三次元再構築像の空間分解能を考えるうえでは、もう一点、スライスの厚さ方向 (z 方向) の空間分解能を考慮する必要がある。z 方向の空間分解能は、FIB によるスライスのピッチによって決まるので、当然 FIB の性能に依存する。しかし、SEM 観察の加速電圧が高くなると電子線が試料内に深く進入するので、

像に深さ方向の情報が含まれて小さなスライスピッチは無意味となる。つまり、加速電圧をできるだけ低く抑えて、試料内部での電子線の拡がり (二次電子・反射電子の発生領域) を小さくすることが空間分解能を上げるために重要となる。材質にもよるが、加速電圧を 1 kV 以下に低くすることにより入射電子線の進入深さが 10 nm 程度になるので、スライス厚さを小さくすることができ、z 方向にも高い分解能が維持できる。付け加えると、SEM 像 (x-y 面内) の空間分解能も、試料内部での電子線の拡がり依存する。実質的な空間分解能は、プローブ径ではなく二次電子・反射電子の発生領域で決まるので、加速電圧が低いほど高い¹⁴⁾。なお、試料中での電子線の拡がりは、加速電圧と試料の種類や電子線入射角等を指定してモンテカルロ法によるシミュレーションを用いて見積もることが一般的である¹⁵⁾。

上述の図 6 の観察に戻ると、加速電圧が 1 kV で x, y 方向にそれぞれ 1000 画素で SEM 像を観察し、10 nm のスライスピッチでシリアルセクションングを実施しているので、1 voxel (三次元的な画素サイズ) が 10 nm 立方の空間分解能を持っていることになる (この場合は画素サイズが空間分解能を規定する)。z 方向の空間分解能を確認するために、10 nm ピッチでスライスする設定をした相界面付近のスライスごとの析出物の像の変化を図 8 に示す。(a) から (e) は 10 nm のスライスごとに SEM 観察したものであるが、微小析出物の見え方が連続して変化していること、かつ、深さ方向の情報も抑えられていることから 10 nm の精度の z 方向分解能が達成できていることがわかる。

FIB-SEM によるシリアルセクションングにおける SEM 観察の低加速電圧化は、ブースティング、リターディングのいずれの減速光学系でも試みられている。上述した直交配置型 FIB-SEM の場合は、ブースティングによる低加速電圧化である。一方、リターディングによる減速光学系の SEM で、生物系試料を低加速電圧で観察する工夫は太田らによりなされており、高い分解能・コントラストでの三次元再構築に成功している¹⁰⁾。

今回の図 6 の観察では、結果的に析出物のみによる三次

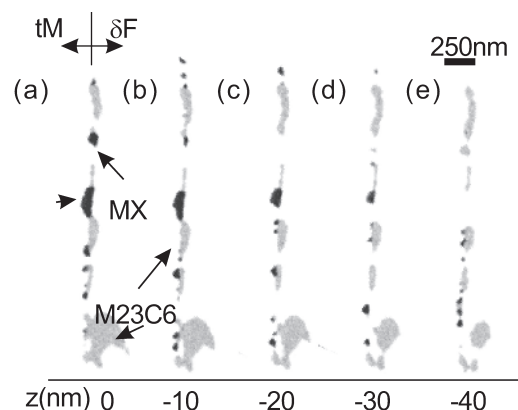


図8 界面上析出物のスライス毎の像の変化。10 nm ステップで切削するように設定したもの。

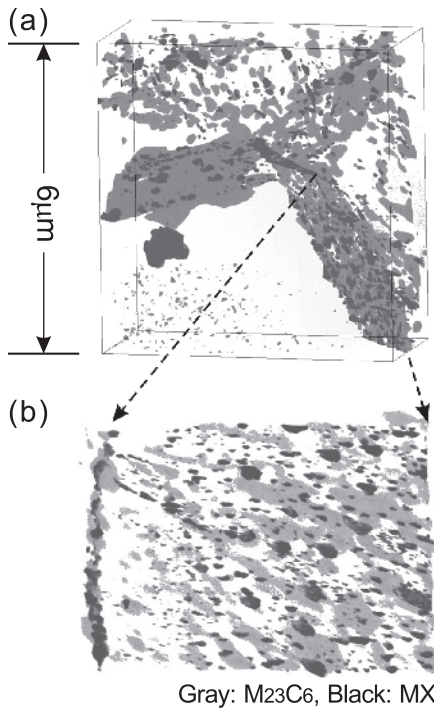


図9 図6の耐熱鋼の観察結果からの三次元再構築像。灰色は $M_{23}C_6$ 、黒はMX。(a)析出物のみを抜き出して三次元表示したもの。(b)そのうち相界面部分を抽出したもの。

元像を再構築することができ(図9(a)),さらにその中から相界面部分を取り出し(図9(b)),当初目的としていた界面上の析出物の分布を観察することができた¹⁶⁾。

さらに詳細に図6を見ると、デルタフェライト部分にもMX析出物が多数存在していることがわかる。これを拡大したものが図10(a)である。析出の状態を知るため、シリアルセクション像から三次元再構築を行なった結果が図10(b)(c)である。(b)と(c)は析出物の形態とバリエーション(向き)が区別しやすいよう表示の方向を変えてある。この図より、中心部は析出物の分布が密で、外縁部は疎になっていることがわかる。これは、粒界に優先析出しているため相界面付近でMXの無析出帯が形成されているためである。さらに、粒内にはディスク状の析出物が互いに直交するように三つのバリエーションが生成されていることが容易に観察でき

る。これらのMX析出物の大きさは、直径が50–100 nm程度で、厚さは20 nm程度以下であった。このような析出物の観察はこれまで主にTEMで行われてきたが、直交配置型FIB-SEMでの観察では三次元再構築後でも、高い空間分解能を保っていることがわかる。

これまでに紹介した観察例では、TEMによる投影像でもSEMによる表面像でも把握が困難であった相界面上の析出物分布を、高いコントラスト・高い空間分解能で三次元像を再構築することによって解析することが可能となった。

3.3 FIB-SEMと併用するその他の観察手法について

本装置を含む多くのFIB-SEM装置では、シリアルセクションによる三次元観察だけでなく、多機能・多目的化も目指しており、計測装置としてEDS、EBSD、STEM等の検出器を装備しているものが多い。EDS、EBSDについてはシリアルセクションを実施しながらの測定も可能で、三次元的な位置情報に加えて同時に組成や結晶方位などの情報が得られるようになっている。

EDSの測定を考えると、上述の直交配置型の装置の場合、観察面が常にSEM光軸に垂直なため、X線取出し角が通常のSEM観察の場合と変わらない。そのためFIB研削面のEDSによる元素分布マップが高い計数率で得られるメリットがある。

EBSDについては、FIB-SEMシリアルセクションと併用した三次元方位マップ取得に関して多くの研究があり、優れた解説がある¹⁷⁾。その解説中にも記載があるが、EBSDの取得ではSEM光軸と試料面と検出器の位置関係が決まっているため、シリアルセクションの場合はFIB研削ごとに表面をEBSD取得位置に向ける必要がある。通常の傾斜配置型装置の場合は自動で試料ステージをFIB位置とEBSD位置を行き来するよう動かすことでそれを実現するが直交配置型の場合は試料移動無しでシリアルセクション観察中のEBSD測定が可能になる。

4. 現状と今後の展開

ここまで、高いクオリティの三次元再構築像を取得することを目的としたFIBとSEMが直交する配置のFIB-SEM装置の事例をもとに、FIB-SEMによるシリアルセクションの現

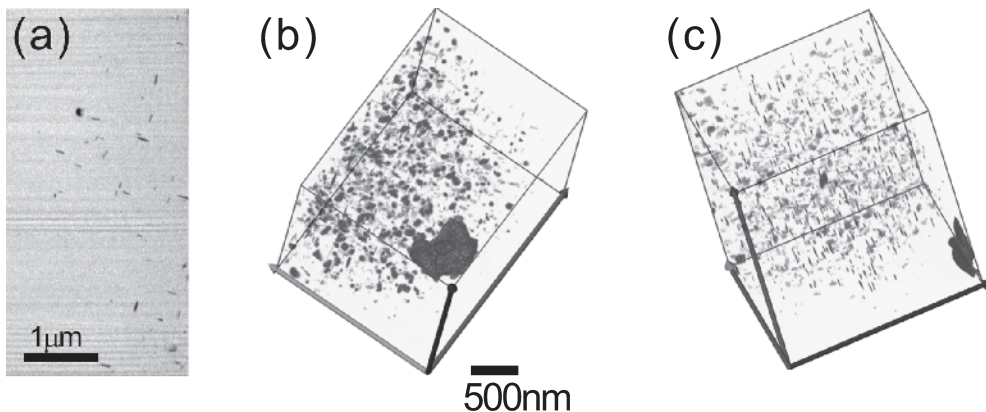


図10 デルタフェライト中の板状MX析出物の分布。(a)SEM像、(b)(c)三次元再構築像。(b)と(c)は表示の向きが異なる。

状をハードウェアの話題に限って紹介した。特に直交配置型のFIB-SEM装置では、傾斜配置型のものと較べて、実質的に高い空間分解能、高いコントラストの観察が実現できる。また、最近ではどのFIB-SEM装置でも、単にシリアルセクションニングで三次元再構築像観察をするだけでなく、EDSやEBSと組み合わせて同時に種々の情報を得ることも可能になっている。さらに試料の冷却や、試料の雰囲気遮断搬送など、多様な試料への対応も進められている。観察のためのハードウェア技術という点では、広い範囲の加工や観察時間の短縮、FIBによるダメージの低減などが求められているため、今後は研削に用いるFIBの技術革新が重要となっている。その目的で、最近ではイオン源としてガリウムを用いるものではなく、キセノンプラズマFIBを搭載したFIB-SEMも開発されている¹⁸⁾。

本稿では主にハードウェアの視点からの記述としたが、観察手法や解析手法の構築も同様に重要である。良質なシリアルセクションニングのデータが得られたとしても、それをどう解析するかというところで壁に当たることも多い。材料の特性と関連する組織因子は、その材料が目指す機能によって違うため、何を観察したいか、それを観察・解析するにはどうしたら良いか、ということも目的によって異なってくる。そのため包括的な指針の構築は困難で、その都度「試料調製等の観察に関するノウハウ」や、「得られた多数の画像をどう処理するか」というソフトウェア部分を考えていく必要がある。

例えば電池の電極材料のように空隙を多く持つ試料において、その空隙の形状や体積率を知りたい場合は、FIB-SEMシリアルセクションニングによる三次元観察は有効なツールになる。空隙を含む材料では、空隙を樹脂等で埋めて観察することが望ましいが、それができない場合も多い。そこで、樹脂埋めせずに元の形状や状態を保ったままシリアルセクションニング観察を行い、その際にスライスごとに異なる観察条件で複数枚の画像を撮影しておき、画像処理で空隙と試料を二値化するなど、観察条件と解析方法を工夫して、空隙の形状や割合を求める工夫もなされている¹⁹⁾。

5. おわりに

FIB-SEMでのシリアルセクションニングによる三次元再構築像の考え方を述べたのち、それを観察するのに適した、直交配置型FIB-SEM装置の特徴を紹介した。実際の観察例を通して、空間分解能やコントラストについて概説した。FIB-SEMによるシリアルセクションニングは装置自体もまだ発展途上であるが、目的とする情報が得られるように日々さらに改善されている。この手法がさらに広い分野の研究に応用され、それぞれの分野での新しい知見が得られることを期待している。そのことがさらに手法の高精度化に繋がっていく。なお、本稿で紹介した直交配置型FIB-SEM装置は、物質・材料研究機構において「低炭素社会構築に向けた研究基盤ネットワーク事業（文部科学省）」²⁰⁾によって整備され運用されている。本装置は同事業および「ナノテクノロジープラットフォーム事業（文部科学省）」²¹⁾において共用装置として公開している。

謝 辞

本稿で紹介した直交配置型FIB-SEM装置の導入や装置と手法の検討にあたり、株式会社日立ハイテクサイエンスの関係者の皆様からのご協力を得ました。運用および装置と手法の検討はNIMS 原由佳氏、張偉珠氏、九大院生 本村俊一氏と共同で実施しました。具体的な事例は、低炭素ネットワークおよびナノテクノロジープラットフォーム等でのユーザーの方々との共同作業です。ここに記して謝意を表します。

〔注〕

注1) 日本顕微鏡学会においても、三次元観察に関するものとしては、平成25年度は「マルチスケルトモグラフィ研究部会」、「SEM連続断面観察による生物組織三次元再構築法研究部会」が活動を行っており、さらに走査電子顕微鏡分科会においても三次元観察のセッションが行われている（SCANTECH2013）。日本顕微鏡学会ホームページ：<http://www.microscopy.or.jp>

文 献

- 1) 波多 聡, 嶋田雄介, 光原昌寿, 池田賢一, 中島英治, 松村 晶, 足立吉隆: 山陽特殊製鋼技報, 19, 15-22 (2012)
- 2) 戸田裕之, 上杉健太郎, 鈴木芳生, 小林正和, 竹内晃久: ふえらむ, 16, 212 (2012)
- 3) 金子賢治, 馬場則男, 陣内浩司: 顕微鏡, 45, 37-41 (2010)
- 4) 金子賢治, 馬場則男, 陣内浩司: 顕微鏡, 45, 109-113 (2010)
- 5) 例えば, Alkemper, J., Voorhees, P.W.: *J. Microsc.*, 201, 388-394 (2001)
- 6) 株式会社中山電機 シリアルセクションニング 3D 顕微鏡 Genus_3D, <http://nakayamadenki.co.jp>
- 7) 榎本正人: 鉄と鋼, 90, 183 (2004)
- 8) Adachi, Y., Morooka, S., Nakajima, K. and Sugimoto, Y.: *Acta Materialia*, 56, 5995 (2008)
- 9) 完山正林, 村田 薫, 鈴木直久: 顕微鏡, 46, 273-276 (2011)
- 10) 太田啓介, 中村桂一郎: 顕微鏡, 47, 176 (2012)
- 11) Gatan Inc., Serial Block Face SEM (SBF-SEM) Gatan 3View, http://www.gatan.com/products/sem_products/products/3View_landing.php
- 12) 総合画像研究支援 (編), 3Dで探る生命の形と機能, 朝倉書店, ISBN-10: 4254171579 (2013)
- 13) 立花繁明: 顕微鏡, 43, 174 (2008)
- 14) 河野崇史, 名越正泰, 佐藤 馨: JFE 技報, 13, 5-8 (2006)
- 15) 例えば, Goldstein, J., Newbury, D.E., Joy, D.C., Lyman, C.E., Echlin, P., Lifshin, E., Sawyer, L., Michael, J.R.: *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis: Third Ed.*, Springer, ISBN-10: 0306472929 (2007)
- 16) Hara, T., Tsuchiya, K., Tsuzaki, K., Man, X., Asahata, T. and Uemoto, A.: *J. Alloys and Compounds*, 577, 717-721 (2013)
- 17) Zaefferer, S. and Wright, S.I.: in Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L., Field, D.P. (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science 2nd. ed.*, Springer (2009)
- 18) TESCAN ホームページ: <http://www.tescan.com/en>
- 19) 寺尾 剛, 横山浩司, 徳永友美, 大山淳平, 久保則夫, 井上元, 河瀬元明, 原 由佳, 原 徹: 第50回日本伝熱シンポジウム (2013.5.) 予稿集 A231 (2013)
- 20) 低炭素社会構築に向けた研究基盤ネットワーク事業 ホームページ: <http://www.nims.go.jp/icnet/>
- 21) ナノテクノロジープラットフォーム ホームページ: <https://nanonet.go.jp/>