

最新の走査電子顕微鏡が与える豊かな像情報 —鉄鋼材料の解析を例として—

Modern SEM Gives Rich Information —Application of the State of the Art SEM to Steel Research—

佐 藤 馨

Kaoru Sato

JFE スチール (株) スチール研究所

要 旨 SEM が製品として発表されてから 50 年が経過した。電界放出型電子銃の搭載により SEM は高い解像度を実現し、今日の普及をみた。また、入射電子の減速機構の採用により 1 kV 以下の低加速電圧での観察が一般化してきた。多くの材料では電子の試料中での侵入深さを抑えた低加速電圧の観察が有効である。SEM で高いレベルのデータが取得できるようになった一方で、同一試料を観察しても SEM の機種によって異なるコントラストが現れることが顕在化してきた。複数の二次電子検出器や反射電子検出器を搭載した SEM では加速電圧や作動距離の違いによりコントラストが変化する。本解説では、鉄鋼材料の解析を例として最新の SEM が与える豊かな像情報について紹介すると共に、今再び SEM の開発初期の課題であった「信号検出」に関する課題について見直す。

キーワード：走査電子顕微鏡，二次電子像，反射電子像，コントラスト，信号のアクセプタンス

1. はじめに

今年 Cambridge Instruments 社が走査電子顕微鏡 (SEM: scanning electron microscope) の初の商業機である Stereo Scan を発表してから 50 年目にあたる¹⁾。1920 年代後半には既に SEM の概念があり、1930 年代後半にアルデンネなどにより SEM が試作された¹⁾。しかし、装置の実用化は透過電子顕微鏡 (TEM: transmission electron microscope) が先じた。SEM の開発に時間を要したのは二次電子の信号検出の難しさのためである。この状況を打破したのが、Cambridge 大学の Oatley のグループである¹⁾。McMullan の光電子増倍管、Everhart と Thornley による、二次電子検出器 (Everhart-Thornley 検出器: E-T 検出器)²⁾ の開発が今日の装置の礎となっている。SEM 開発の歴史的な流れについては、Web 上にわかり易い解説があるので参考にして頂きたい^{1,3)}。

顕微鏡において、解像度の追及は王道である。電界放出型電子銃 (FEG: field emission gun) の搭載により SEM の解像度は飛躍的に向上した⁴⁾。また、焦点距離の短い対物レンズの採用により、SEM の解像度は 1 nm を切っている⁵⁾。このように、今日では当たり前に使われている FE-SEM であるが、その開発において、孤田が「外国の著名な先生から FE-SEM の開発は無駄だと指摘されショックを受けた」と述懐している⁶⁾ のは興味深い。

高解像度の追求は TEM に類似したデザインのインレンズ SEM の開発^{4,5)} で一段落したように見える。鉄鋼など実用材

料を対象に表面敏感で解像度の高い観察を行う上では、低加速電圧で電子の侵入深さを抑え実効解像度を改善することと、二次電子や反射電子の検出を最適化する必要があることが近年明らかになってきた⁷⁾。本解説では主に信号検出の話題を中心に、最新の SEM で得られる情報を紹介する。さらに SEM で得られた像を解釈する取り組みと課題について述べる。

2. 極低加速走査電子顕微鏡

日本顕微鏡学会、日本金属学会、日本鉄鋼協会の学会誌に 2002 年度に掲載された SEM 像約 1700 枚を調査したところ、使用した加速電圧の記述がないものが 67% に達していた⁸⁾。これは大多数の SEM の利用者が使用する加速電圧に無頓着であることを示している。加速電圧が分かる写真の 89.7% が加速電圧 10 kV 以上で撮影され、5 kV 以上 10 kV 未満、1 kV 以上 5 kV 未満、1 kV 未満の像はそれぞれ、7.1%、3.0%、0.2% であった。多くの研究者が、低加速電圧での実験を行っていないことが読み取れる。2014 年に日本セラミックス協会発行の「セラミックス」誌で紹介した類似の調査でもほぼ同様の傾向がみられた⁹⁾。

標準試料としてよく用いられる炭素皮膜上の金粒子のように軽元素の下地上の重金属を高い分解能で観察する場合には、最も小さな電子プローブ径が実現できる高い加速電圧の利用が有利である。しかし、このような試料で測定された公称空間分解能が金属、セラミックスや半導体材料では実現していない場合が多い。入射電子の加速電圧を下げ、電子の侵入深さを抑えることで表面に敏感な観察が可能になる。また、二次電子の中で解像度を劣化させる成分の寄与を小さくでき

るため、実効解像度も改善する。ただし、高い空間分解能の像を得るためには、低加速電圧でも十分に細く絞った電子ビームを得ることが必須となる。高い電圧で加速した電子を試料直前で減速する方法などにより、低加速電圧での分解能が向上している¹⁰⁾。試料の帯電が制御できる効果など、低加速電圧 SEM の特徴に関しては Reimer の Image Formation in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy に包括的な記述がある¹¹⁾。

図 1、図 2 は低加速電圧の活用により、二次電子像、反射電子像と共に像の質が大幅に改善されることを示している。図 1 はステンレス鋼中の Cr 炭化物を観察した例である。加速電圧 15 kV の場合、電子の侵入深さが約 0.7 μm と大きいため、加速電圧 2 kV の像と比べて母相上の微細析出物は弱いコントラストで観察されている。加速電圧を 2 kV まで下げると、電子の侵入深さが 0.02 μm と浅くなることで、15 kV の場合と比べて個々の析出物が十分に高いコントラストで観察できる。このように、重い元素からなる母相上の微小炭化物等を観察する場合には、低加速電圧の利用が有効である¹²⁾。

低加速電圧を活用することによる空間分解能の改善は反射電子像では極めて明瞭に観察される。図 2 は酸化物 (Al_2O_3) と硫化物 (CaS) が複合した鉄鋼中の介在物の観察例¹²⁾である。通常よく用いられる 15 kV の加速電圧では、異なる化学組成の領域が十分に分離できていない。加速電圧を 5 kV、1 kV と下げて反射電子像を測定することで、 Al_2O_3 の領域 (暗いコントラスト) と CaS の領域 (明るいコントラスト) が明瞭に分かれて観察されている。特に 1 kV で測定した像で

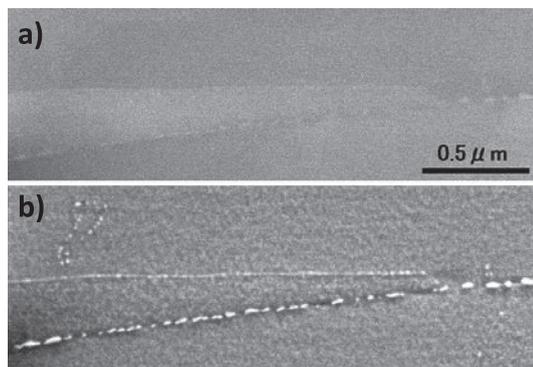


図 1 ステンレス鋼中の炭化物の二次電子像 (E-T 検出器使用。加速電圧 a) 15 kV と b) 2 kV の比較 (著作権 (2006) (公社) 日本金属学会, 文献 12))



図 2 鋼中複合介在物の反射電子像。加速電圧 15 kV, 5 kV, 1 kV で観察した結果の比較 (著作権 (2006) (公社) 日本金属学会, 文献 12))

は、異なる組成の領域が複雑に入り組んでいる介在物の構造が確認できる。このような低加速電圧での反射電子の検出¹³⁾は高解像度で組成不均一性を評価する手法として今後利用が拡大すると考えられる。

3. 複数の二次電子検出器, 反射電子検出器の搭載

3.1 二次電子像

近年開発された SEM には複数の二次電子検出器や反射電子検出器が装着されているものが多い。対物レンズのデザインや検出器の配置, 作動距離 (対物レンズと試料の間の距離: ワーキングディスタンス, WD: working distance) により, 各検出器が捉える二次電子や反射電子が異なる。従って, 同じ試料を観察しても, SEM の機種や実験条件によって異なるコントラストが得られる^{7,8,14)}。二次電子像のコントラストは多様で, 本間は「走査電子顕微鏡で何がみえているの?」で試料が平坦であっても表面電位, 電子構造, 帯電など様々なコントラストが出現することを紹介している¹⁵⁾。

二次電子は試料から様々な運動エネルギーを持って様々な角度に放出される。E-T 検出器では検出器の前にグリッド電圧を印加して効率良く二次電子を捕集している。二次電子検出器が複数ある場合にはそれぞれの検出器に二次電子が「分配」されて測定される。検出器に到達しない二次電子も存在する。

焼鈍した冷延鋼板表面の酸化物を Leo 社 (現 Carl Zeiss 社) の Model 1530 を用いて加速電圧 0.5 kV で観察した例を図 3 に示した⁷⁾。二つの二次電子検出器の配置を模式的に図 3a に示した。この装置では, 試料上方にある環状のインレンズ二次電子検出器とチャンバー検出器とも呼ばれる E-T 検出器を用いて二次電子像を観察できる。インレンズ二次電子検出器を用いて観察した像では酸化物が暗いコントラストで観察された (図 3c)。同一視野を E-T 検出器で測定した二次電子像では酸化物の凹凸が良くみえる (図 3d)。板倉らは SiGe 薄膜の金属誘起で成長した Ge の結晶化領域を二つの二次電子検出器を用いて 0.5 kV の加速電圧で観察した。インレンズ検出器を用いた二次電子像により結晶化した Ge の領域を高いコントラストで捉え, E-T 検出器によりその形状を強調した像を得た¹⁶⁾。同一視野から物質情報が強調された像と, 形状情報が強調された像が観察される理由については測定する二次電子と関連づけて 3.2 で議論する。

3.2 複数検出器への二次電子の分配

3.1 で述べた通り, 複数の二次電子検出器を有する SEM では, 夫々の検出器が異なる種類の二次電子を検出して物質情報か形状情報のいずれかを強調して取得できる。

図 4a, b, c, d は MnS を表面に析出させて結晶粒を微細化させた薄鋼板¹⁷⁾の同一視野を加速電圧 0.5 kV と 15 kV でインレンズ検出器と E-T 検出器で測定した二次電子像である (使用した装置 Model 1530)⁷⁾。同一領域のコントラストが加速電圧や使用する検出器で大きく変化していることがわかる。インレンズ検出器で観察した像は表面敏感である。表

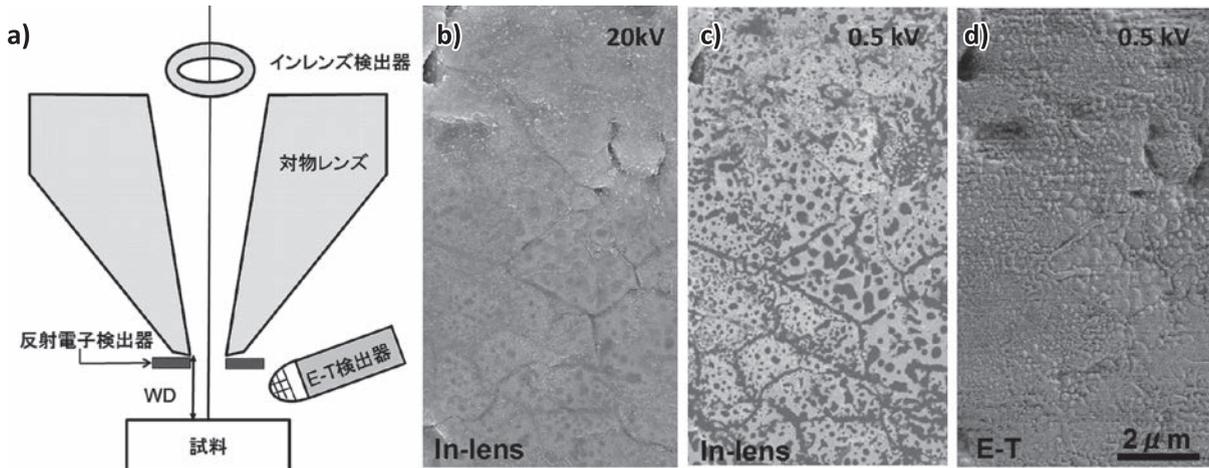


図3 二種類の二次電子検出器で観察した冷延鋼板の表面。a)は検出器の配置を示す模式図。b), c)は環状インレンズ検出器, d)はE-T検出器で測定。b)は加速電圧20 kV, c), d)は加速電圧0.5 kVで観察した。

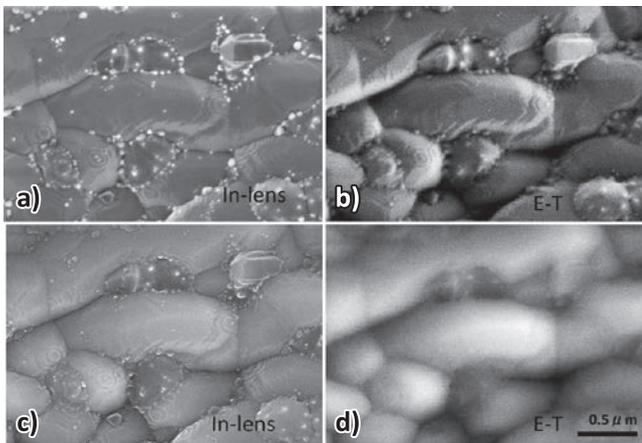


図4 表面改質した冷延鋼板の二次電子像観察結果 a), b) 加速電圧0.5 kV, c), d) 加速電圧15 kV. a), c)は環状インレンズ検出器で測定 b), d)はE-T検出器で測定(著作権(2007) (一社)日本鉄鋼協会, 文献7)

面に析出した $0.1\mu\text{m}^{\phi}$ 未満のMnSの粒子を高いコントラストで識別できている。特筆すべきは、コントラストは低下しているものの、加速電圧が15 kVと高い場合でもMnS粒子がはっきり観察されていることである。E-T検出器で観察した二次電子像は加速電圧0.5 kVでは表面のステップが明確に観察される。MnS粒子も凹凸像として捉えているが、インレンズ検出器を用いて観察したほどには強い物質コントラストは観察されない。15 kVでは電子の侵入深さが大きいことを反映してバルク情報が支配的になっており、表面のステップもMnSの粒子も識別できない。電子ビームは15 kVの場合に、0.5 kVの場合により細く絞られているが、検出している信号が試料の大きな体積の情報を反映しているために、解像度に乏しい像が得られたと考えられる。

二次電子が二つの検出器でどのように分配されるかを理解する目的で、試料と検出器の位置関係を変えて二次電子像の観察を行った⁷⁾。図5は図4と同じ薄鋼板を加速電圧15 kV

で作動距離(wd)を1 mmから25 mmまで変化させて測定した二次電子像である。鋼板の上に粒状に観察されるのはMnSの粒子である。まず、E-T検出器で観察した像に注目してみる。作動距離が1 mmでは、信号量が少なく明瞭な像が観察されないが、作動距離を大きくすると共に信号量が増す。作動距離を25 mmまで大きくすると丸で囲った領域にあるMnSの粒子が観察できるようになる。一方、インレンズ検出器で観察した像は作動距離依存性がE-T検出器の像と比べて小さい。作動距離を25 mmまで大きくすると検出される二次電子の量が減りMnSのコントラストがやや低下する。

今回実験に用いたSEMでは、電子ビームを試料の直前で減速する機構が用いられている。この機構は試料から発生する二次電子を対物レンズ上方のインレンズ検出器に向けて加速し引き込む効果を有する¹⁸⁾。作動距離が小さい場合には、ほとんど総ての二次電子が対物レンズ上方に引き込まれる。従って、E-T検出器には二次電子がほとんど到達しない。作動距離を大きくするにつれ、レンズ上方に引き込まれていた低エネルギーの二次電子の一部がE-T検出器で捕らえられるようになるため、E-T検出器の二次電子像でもMnS粒子が識別できるようになってくる。

Drescherらは、二次電子を発生機構によりSE1～SE4に分類した¹⁹⁾。入射電子が試料中で直接励起する二次電子を真の二次電子SE1とした。SE2～SE4は電子線の照射領域から離れた試料の領域や鏡体から発生する二次電子であるため、二次電子像の分解能を劣化させる因子となる²⁰⁾。インレンズ検出器とE-T検出器がSE1とSE2～SE4を分離して計測しているか否かについては議論が分かれるが、少なくともインレンズ検出器による二次電子像はE-T検出器のそれと比較して表面敏感であり、SE1の情報を強く反映しているように見える。従来から使われているE-T検出器のみを有するSEMでは、SE1～SE4が混在した信号で像形成している。

SE1を選択的に捕集すると、分解能は高いが表面敏感であるために表面の汚染(コンタミネーション)が問題となる。

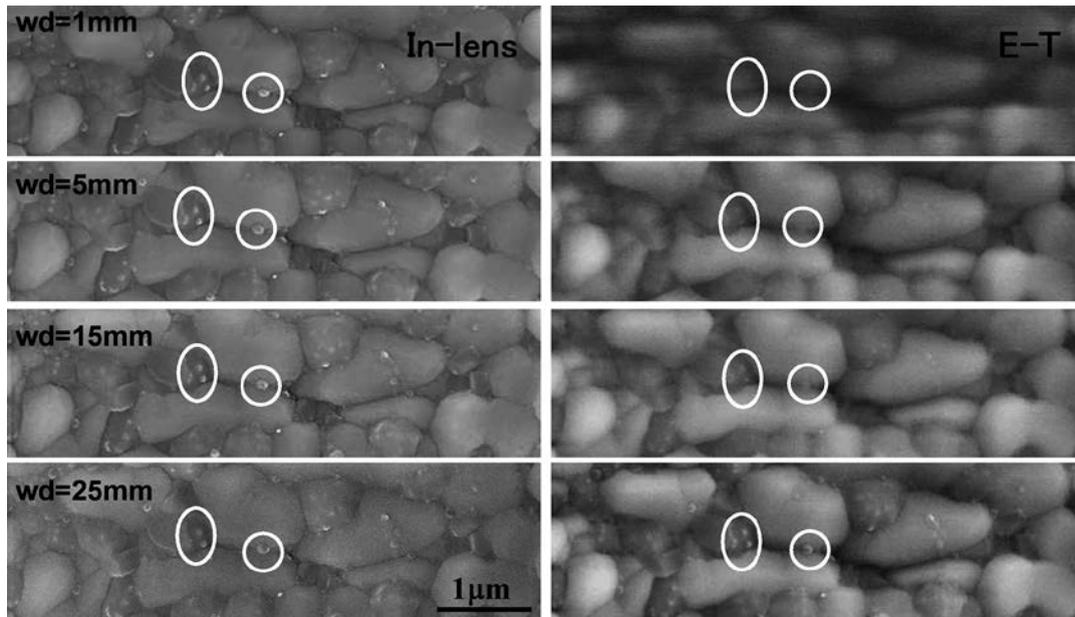


図5 表面改質した冷延鋼板の二次電子像観察結果（加速電圧 15 kV）WD 変化による環状インレンズ検出器と E-T 検出器への二次電子の分配（著作権（2007）（一社）日本鉄鋼協会，文献7）

これまで装置メーカーは表面感度を先鋭化させないように検出器を配置してきた可能性がある。本間も同様の指摘をしている¹⁵⁾。また、反射電子が SEM の鏡体から発生させる SE3 も像形成に大きく寄与している²¹⁾ という報告もある。SEM 鏡体内の多重反射電子を抑制した二次電子像計測の試みも報告されている²²⁾。今後、SE3 についても理解を深めていく必要がある。

実験的には、Kumagai ら²³⁾ がエネルギー分析器を搭載した SEM で、Nagoshi ら²⁴⁾ がエネルギーフィルタを搭載した SEM を用いた実験データから、二次電子のうち主にエネルギーの低いものをインレンズ検出器が、エネルギーの高いものを E-T 検出器が測定していることを報告している。定量的な理解には、標準試料を用いた二次電子量の計測やレンズパラメータの把握に基づく二次電子の軌道計算を行なう必要がある。このような二次電子や反射電子の検出（アクセプタンス）の計算例も一部報告されている²⁵⁾。

3.3 高度な反射電子像活用

反射電子像の活用も高度化している。従来より、反射電子像を用いて原子番号コントラスト（Z コントラスト）や結晶方位コントラスト（チャンネルリングコントラスト：ECCI: electron channeling contrast image）の観察が行われてきた。実際の反射電子像には上記 2 つのコントラストに加えて形状由来のコントラストが重畳している。

青山らは鋼板とその上の酸化層を対象として加速電圧と取込み角を系統的に変化させて反射電子像を観察した²⁶⁾。図 6 に研磨した断面試料を用いて加速電圧 2 kV, 5 kV, 15 kV で観察した結果を示した（Zeiss 社の Ultra を使用）。下地の鋼、酸化層共に多結晶組織を有する。また、酸化層中には熱処理

により還元された金属 Fe の領域も存在する。図中の右上にある高加速電圧、高取込み角（角度は表面から測定）の像では原子番号コントラストの影響が強い。地鉄と還元鉄が酸化層より明るく観察されており結晶方位の影響は小さい。一方で、低加速電圧で低角度の反射電子を測定すればチャンネルリングコントラストの寄与が大きくなることが読み取れる^{註1)}。以上より、加速電圧と取込み角の制御で Z コントラストあるいはチャンネルリングコントラストを強調した像の取り分けが可能であることがわかる。

SEM の ECCI では、バルク試料を用いて、TEM 試料より広い領域の転位など格子欠陥の観察が可能である^{27,28)}。兼子らは ECCI 法を疲労試験で多くの転位が導入された金属の解析に活用している²⁹⁾。Kuвано らは窒化ガリウムの同一試料を反射電子像と走査透過電子顕微鏡像を用いて観察して転位によるコントラストを議論した³⁰⁾。Gutierrez-Urrutia と Raabe は ECCI を活用した転位密度の決定に取り組んでいる³¹⁾。杉山らは試料を系統的に傾斜させた鉄鋼材料の観察で ECCI における電子線の試料への入射条件の制御の重要性を議論している³²⁾。また、Mikmeková らは入射電子の試料到達時のエネルギーが 1 keV 未満の極低加速走査電子顕微鏡技術を用いた複相組織鋼の相識別観察の方法を提案している³³⁾。佐藤らは低角度に出射する反射電子を測定することで、複相組織鋼の微細組織を高い解像度で観察でき、高角度に出射する反射電子を用いることでマルテンサイト領域の選択可視化が可能であることを報告している³⁴⁾。従来は TEM の観察対象であった 10 nm^φ 未満の鉄鋼中の微細析出物を観察する上では、低加速電圧で取込み角の大きい原子番号コントラスト像を取得する、あるいは加速電圧を上げ、取込み角を小さくしてチャ

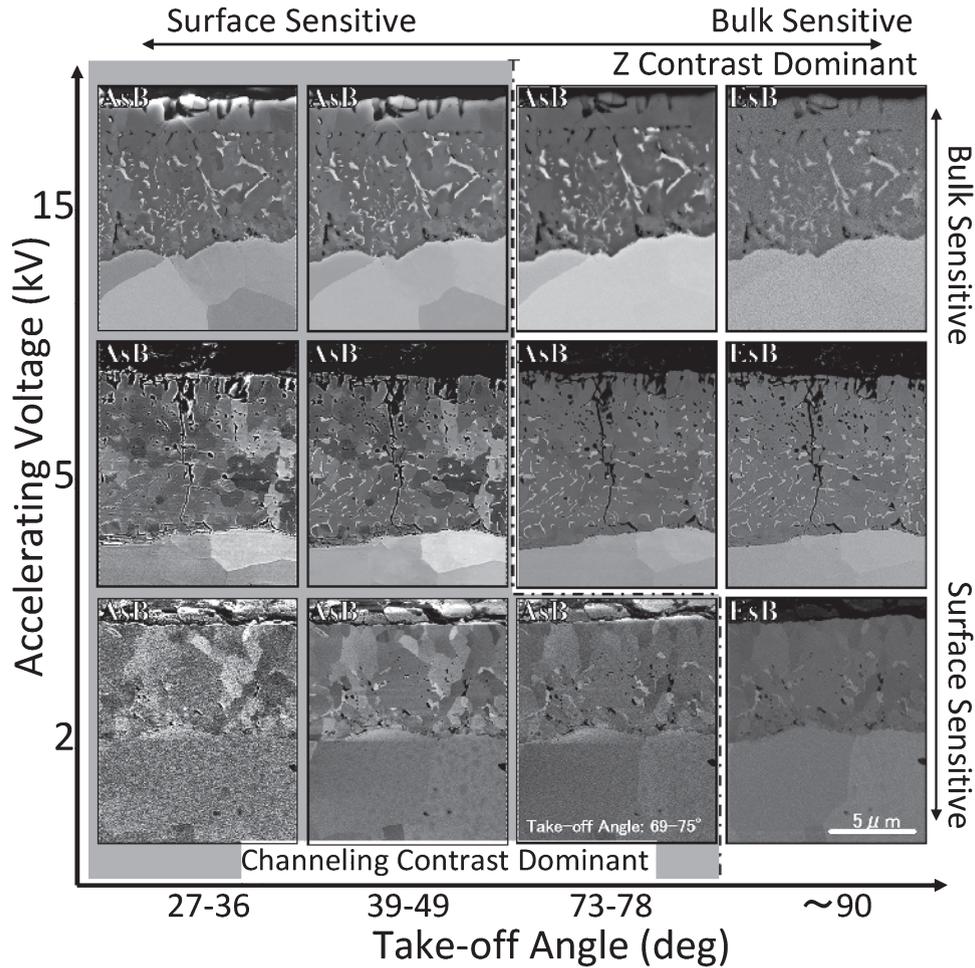


図6 鋼板上の酸化物の断面観察. 取込角により反射電子像のZコントラストとチャネルリングコントラストが系統的に変化. (著作権 (2010) (一社) 日本鉄鋼協会, 文献 26)

ンネリングコントラスト像を取得するといった2つの方法が有効であることも報告されている³⁵⁾. 以上で紹介したように、反射電子像の活用に関しても新しい展開がみられる。

4. 低加速電圧での元素分析

低加速電圧の活用により、電子線の侵入深さが抑えられるためX線分析の空間分解能、表面敏感性³⁶⁾も改善する。図7中の上の写真は熱処理を施した鋼板をE-T検出器を用いて観察した二次電子像である。加速電圧15kVでは表面の酸化物の観察は困難であるが、加速電圧3kVの場合には酸化物粒子の形状と分布を明瞭に捉えることができる。特性X線の脱出深さは二次電子の脱出深さと比べて大きいため、高い加速電圧でのX線分析は大きな体積を反映した結果になる。図7にシリコンドリフト検出器を用いて酸化物粒子を分析した結果³⁵⁾を示した。加速電圧15kVで測定した場合、母相であるFeのピークが強く測定され、酸化物からのX線はほとんど検出されなかった。これに対し、加速電圧3kVで測定すると、酸化物を構成するMn, O, Bの特性X線を感度良く捉えることができた。

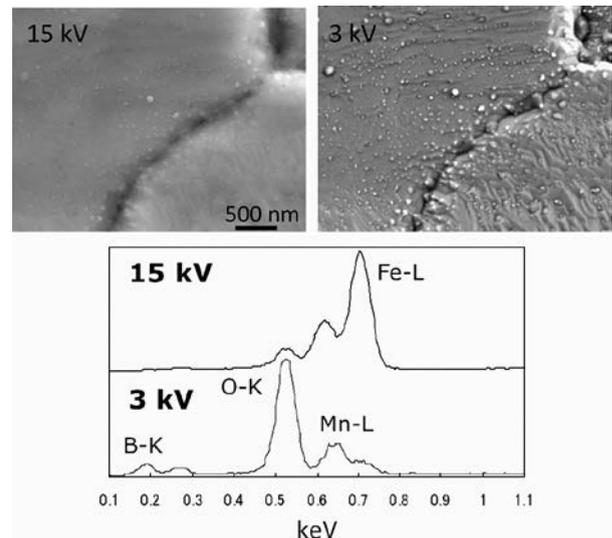


図7 鋼板表面の酸化物のE-T検出器を用いて観察した二次電子像と酸化物粒子の特性X線分析結果. 二次電子像, 特性X線分析共に加速電圧3kVを用いた場合に加速電圧15kVの場合より表面に敏感な結果が得られる。

シリコンドリフト検出器の面積化による感度向上, エネルギー分解能の高い超伝導遷移端センサー (TES: transition edge sensor)^{37,38)} や軟 X 線発光分光装置 (SXES: soft x-ray emission spectroscopy)³⁹⁾ といった検出システムの登場で SEM を用いた特性 X 線分析の低加速電圧化が進むと考えられる。これにより, 像観察と元素分析の両方の最適化が実現できると期待する。

5. 課題と将来展開

以上で示した通り, SEM により豊かな像情報が得られる。TEM と比べて未確立である像解釈への取組みも始まっている, 日本顕微鏡学会の「SEM の物理学分科会 (旧 SEM の物理研究会)」では装置メーカー, ユーザーが一体となって SEM 像の理解に向けた議論を続けている。その成果は日本顕微鏡学会講演大会での発表に加え顕微鏡¹⁶⁾, *Microscopy* 誌等^{30,34,40,41)} で報告している。実際に得られた様々な像を素材として, ①一次ビーム形成, ②電子と試料との相互作用, ③各種信号の発生, ④信号電子の検出器への到達, ⑤検出器特性と信号増幅を考慮した像形成 の視点から, 「我々は SEM で何を見ているか」を議論している。また, 日本顕微鏡学会の「走査電子顕微鏡分科会」とも合同シンポジウムの開催などで連携している。日本顕微鏡学会の講演大会では, SEM の会場に毎年 200 名以上の聴講者が参加していることは, 近年の SEM への関心の高まりを表している。今後, 論文発表では観察条件を明記した上で得られた SEM 像を議論の俎上に載せて頂くこと, 装置メーカーが信号のアクセプタンスに関する情報を開示していくことが重要である。学・産・装置メーカーの壁を越えた活発な議論が求められる。金属, 無機材料, 半導体だけでなく有機材料のコントラストについても注目したい。このような議論が SEM を更に有効な顕微法として深化させていくと信ずる。

本報告では, 紙面の関係で低真空 SEM, 環境制御 SEM⁴²⁾, 大気圧 SEM⁴³⁾ また電子線後方散乱回折法⁴⁴⁾ と SEM 内の各種 in-situ 観察と測定に関しては述べなかった。SEM と集束イオンビーム加工装置の複合化⁴⁵⁾ も一般化していることも付記しておく。また, 更なる高分解能観察やナノメートル領域の加工を実現する He イオン顕微鏡については文献 46) を参考にして頂きたい。

謝 辞

本解説で紹介した研究を共に遂行した JFE スチール スチール研究所の名越正泰博士, 野呂寿人博士 (現 JFE ミネラル), 山田克美博士, 河野崇史博士, 青山朋弘博士, 末吉仁氏に感謝します。日本顕微鏡学会の「SEM の物理学分科会」メンバーには示唆に富む助言を頂きました。この分野の研究を牽引された故 Jacques Cazaux Reims 大学名誉教授, 故 Heiner Jaksch 博士 (Carl Zeiss 社) に感謝すると共にご冥福をお祈りいたします。

注 1) 一般に反射電子検出器は低エネルギーの電子に対する感度が低いため, 図 6 中で加速電圧 2 kV では十分な信号強度が得られなかった。

文 献

- 1) The Scanning Electron Microscope—50 Years of Research and Development—. <http://www-g.eng.cam.ac.uk/125/achievements/oatley/semhist.htm> (2015.7.21)
- 2) Everhart, T.E. and Thornley, R.F.M.: *Journal of Scientific Instruments*, **37**, 246–248 (1960)
- 3) http://www.jeol.co.jp/words/semterms/a-z_13.pdf (2015.7.21)
- 4) 永谷 隆, 山田満彦, 中泉 泰, 斎藤尚武: 医生物走査電顕, **19**, 1–4 (1990)
- 5) 佐藤 貢: 日立評論, **89**(6), 502–503 (2007)
- 6) 菰田 孜: 表面科学, **13**(6), 376–381 (1992)
- 7) 佐藤 馨, 名越正泰, 河野崇史: 鉄と鋼, **93**, 169–175 (2007)
- 8) 佐藤 馨, 名越正泰, 河野崇史, 本間芳和: 応用物理, **73**, 1328–1332 (2004)
- 9) 佐藤 馨: セラミックス, **49**(3), 173–177 (2014)
- 10) Müllerová, I. and Frank, L.: *Advances in imaging electron physics*, **128**, 309–443 (2003)
- 11) Reimer, L.: *Image Formation in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy*, SPIE Optical Engineering Press, Bellingham, Washington, USA (1993)
- 12) 佐藤 馨, 名越正泰, 河野崇史: 材料開発のための顕微鏡法と応用写真集, 日本金属学会, 32–36 (2006)
- 13) Steigerwald, G.: *Microscopy Today* Nov/Dec, **26** (2003)
- 14) 名越正泰, 河野崇史, 佐藤 馨: 表面技術, **54**, 31–34 (2003)
- 15) 本間芳和: 応用物理, **79**(8), 754–757 (2010)
- 16) 板倉 賢, 桑野範之: 顕微鏡, **40**, 196–199 (2005)
- 17) Taira, S., Sakurai, M., Hamada, E., Imokawa, T., Sugimoto, Y., Sato, K. and Kato, C.: *Galvatech '04 Conference Proceedings, 6th International Conference on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet* (April 4–7, Chicago, Ill. USA), 465 (2004)
- 18) Frosien, J., Plies, E. and Anger, K.: *J. Vac. Sci. Technol.*, **B7**, 1874–1877 (1989)
- 19) Drescher, H., Reimer, L. and Siedel, H.: *Z. Angew. Phys.*, **29**, 331–336 (1970)
- 20) Cazaux, J.: *J. Microscopy*, **214**, 341–347 (2004)
- 21) 関口隆史 (私信)
- 22) 半田勇希, 熊谷健太朗, 細井創介, 小寺正敏: 日本顕微鏡学会第 70 回学術講演会発表要旨集, P_I14, 186 (2014)
- 23) Kumagai, K. and Sekiguchi, T.: *Ultramicroscopy*, **109**, 368–372 (2009)
- 24) Nagoshi, M., Aoyama, T. and Sato, K.: *Ultramicroscopy*, **124**, 20–25 (2013)
- 25) Kazemian, P., Mentink, S.A.M., Rodenburg, C. and Humphreys, C.: *Ultramicroscopy*, **107**, 140–150 (2007)
- 26) 青山朋弘, 名越正泰, 永野英樹, 佐藤 馨, 立花繁明: 鉄と鋼, **96**, 654–658 (2010)
- 27) Kamaladasa, R.J. and Picard, Y.N.: in Mendez-Vilas, A. and Dias, J. (Eds.), *Microscopy, Science, Technology Applications and Education*, 1583–1590 (2010)
- 28) Wilkinson, A.J. and Hirsch, P.B.: *Micron*, **28**, 279–308 (1997)
- 29) 兼子佳久, 橋本 敏: 日本金属学会会誌, **66**(12), 1297–1303 (2012)
- 30) Kuwano, N., Itakura, M., Nagatomo, Y. and Tachibana, S.: *J.*

- Electron. Microsc.*, 59(S1), S175–S181 (2010)
- 31) Gutierrez-Urrutia, I. and Raabe, D.: *Scripta Materialia*, 66(6), 343–346 (2012)
 - 32) 杉山昌章, 重里元一: 顕微鏡, 48, 216–220 (2013)
 - 33) Mikmeková, Š., Yamada, K. and Noro, H.: *Microscopy*, 62(6), 589–596 (2013)
 - 34) Sato, K., Sueyoshi, H. and Yamada, K.: *Microscopy*, 64(5), 297–304 (2015)
 - 35) Sato, K., Noro, H., Nagoshi, M., Yamada, K., Tanaka, K. and Tachibana, S.: Proceedings of the 17th International Microscopy Congress., I3–6 (2010)
 - 36) Nagoshi, M. and Sato, K.: *Surf. Interf. Anal.*, 46, 865–868 (2014)
 - 37) 田中啓一, 馬場由香里, 小田原成計, 永田篤士, 中山 哲, 中井 泉, 本間芳和: 顕微鏡, 42(2), 106–111 (2007)
 - 38) 野呂寿人, 佐藤 馨, 田中啓一: 表面科学, 31, 610–615 (2010)
 - 39) 寺内正己, 今園孝志, 小池雅人: 表面科学, 36, 184–188 (2015)
 - 40) Itakura, M., Kuwano, N., Sato, K. and Tachibana, S.: *J. Electron. Microscopy*, 59, Suppl. 1, pp. S165–S173 (2010)
 - 41) Aoyama, T., Nagoshi, M. and Sato, K.: *Microscopy*, 64(5), 319–325 (2015)
 - 42) Danilatos, G.D.: *Adv. Electr. Electron Physisc*, 71, 109–250 (1988)
 - 43) 須賀三雄, 西山英利, 小入羽祐治, 渡部善幸, 岩松新之輔, 佐藤主税: 顕微鏡, 46, 137–139 (2011)
 - 44) 鈴木清一: ふえらむ, 18(7), 403–408 (2013)
 - 45) 完山正林, 村田 薫, 鈴木直久: 顕微鏡, 46, 273–276 (2011)
 - 46) 大西桂子: 顕微鏡, 48, 154–158 (2013)