

# 3次元アトムプローブによる鋼材解析技術の進展 —鋼材中の特定領域の針試料作製技術の開発—

## Progress of Three-dimensional Atom Probe Techniques for Analysis of Steel Materials — Development of Atom Probe Specimen Preparation Techniques for Site-specific Regions —

高橋 淳\*  
Jun TAKAHASHI

川上 和人  
Kazuto KAWAKAMI

小林 由起子  
Yukiko KOBAYASHI

山田 淳一  
Junichi YAMADA

### 抄 録

3次元アトムプローブ(3DAP)は、鉄鋼材料中のすべての元素の存在位置を、格子間隔レベルの空間分解能で調べることができる。しかし、測定できる領域は非常に小さく針試料の先端部に限られるため、鋼材中の調べたい領域を針先端部に加工する試料作製技術が重要であった。各種鋼材の原子レベル解析のニーズに的確に応えるために、集束イオンビーム(FIB)を用いたLift-out法を基本に、鋼材中の目的とする特定領域からの針試料作製技術を独自構築した。これには、有限要素法を用いた静電界計算によって、加工が容易でかつ電界蒸発を起こすのに適した針試料形状の指針を活用した。この技術を用いた鋼材解析の適用例として、従来試料作製が難しく原子レベル観察がなされていなかった、①低密度の異相界面、②レール表面白色層内の特定深さ位置、③高強度鋼線表面の特定方向からの観察例を示した。本開発技術によって、鋼中のほとんどの領域からの針試料作製を可能とし、3DAPの鋼材適用範囲を大幅に広げた。

### Abstract

Three-dimensional atom probe (3DAP) is a very powerful tool which can investigate atomic positions of all alloying elements in steel with lattice-spacing spatial resolution. However, the very small analysis volume of 3DAP has limited its application field. To meet the needs for atomic-scale analyses of steel materials, advanced preparation techniques of a needle specimen tip including a site-specific region of interest in the steel were originally developed, based on the lift-out method with focused ion beam (FIB) fabrication. The preferable form of the needle specimen was provided by electrostatic field calculation using a finite element method. As examples of application, the atomic scale observations of low-density phase interfaces, of specific depth positions in white etching layer on rail surface, and of high-strength steel wire surface along the specific direction were shown. The developed techniques of needle tip fabrication enabled atomic-scale observations of almost all the site-specific regions of interest in steel, which widely expanded the application field of 3DAP.

## 1. 緒 言

3次元アトムプローブ法(3DAP)は、金属材料の構成元素1000万原子以上の空間位置を格子間隔レベルの空間分解能で3次元可視化する装置であり、金属材料中の添加元素の存在位置とその局所濃度を正確に調べることができる<sup>1-3)</sup>。特に鉄鋼材料においては、組織形成や特性に直接作用するあらゆる合金元素の固溶、析出、分配、偏析などの諸現象を、原子レベルの空間分解能で定量測定することが

できるため、有力な解析ツールとなる。最近では本技術をAtom Probe Tomography (APT)と総称し、電圧パルスの代わりにレーザーパルス照射する技術によって、金属材料以外の半導体、絶縁体への適用もなされている<sup>4,5)</sup>。

本解析方法では、電界蒸発イオンの飛行時間を計測することで元素種を割り出すため、水素から重元素まであらゆる元素(同位体元素含む)の分離計測が可能であり、それらを格子間隔レベルの空間分解能で決定できる。反面、原子の直接観察のため、一回の測定における観察領域が

\* 先端技術研究所 解析科学研究部 主幹研究員 工博 千葉県富津市新富20-1 〒293-8511 TEL:(0439)80-2169

20nm × 20nm × 100nm と非常に小さく、これが本手法の活用範囲を大きく制限していた。最新の広視野型3DAPを持ってしても観察視野は100nm × 100nm 以下であり、例えば鉄鋼材料への応用においては、標準的な鉄鋼材料の結晶粒サイズ (~10 μm) と比べても1/100以下の領域しか観察できない。

さらに、鉄鋼材料はシリコン半導体とは異なり、結晶及び成分において不均一な材料である。多結晶であることから結晶粒界を含み、また転位等の多くの格子欠陥を有する。また、単一相から構成される単相組織ではなく、異相(ペイナイト、マルテンサイト、セメンタイト、残留オーステナイト等)を含む複合組織である場合が多い。析出物、非金属介在物等、鉄とは異なる物質をも含有しており、鋼材の表面と内部においても、組成を始めとして組織は異なる。これらの構成原子の不均一分布や密度が、鉄鋼材料の機械的特性に影響することになる。そこで、鉄鋼材料の特性と製造条件との関係を理解するためには、特性発現の原因となる領域がどこであるかを考察し、その領域をピンポイントで測定する技術が必要とされた。

これらの要求に答えるためには、3DAPの観察領域である針先端から約100nm以内に、目的とする領域を位置させる針試料作製技術を開発する必要がある。従来は、ランダムサンプリングと呼ばれた電解研磨による針試料作製が中心に行われていたが、集束イオンビーム装置(FIB)の出現以降、FIBを用いた局所領域からの試料作製が開発されてきた。Oxford大学のグループはFIB技術を活用し、いち早く鋼中の結晶粒界や多層膜の3DAP測定に成功している<sup>6,9)</sup>。我々はさらにこの技術を高度でかつ実用的なものとするべく、Lift-out法を駆使し鋼中の目的の領域をピンポイントでサンプリングし、針試料を作製する技術を構築した<sup>10,11)</sup>。これにより従来観察例がなかった領域の3DAP解析を実践でき、いくつかの先駆的な研究へと繋げた。

本稿では、この技術の紹介として、針試料作製技術がもたらした鉄鋼メタラジ解明への活用事例を紹介する。

## 2. 実験装置

針試料作製には、マイクロサンプリング装置(Lift-out法)を有するFIB装置(日立FB2000A)を主に用い、30kVの加速電圧でガリウム(Ga)イオンを照射し、加工用及びSIM(走査イオン顕微鏡)イメージ観察を行った。材料の保護及び接着にはFIBの照射によるタンゲステン(W)蒸着を用いた。加工した針試料の観察には透過型電子顕微鏡(TEM:日立H8000)を用いた。3DAP測定及び電界イオン顕微鏡(FIM)観察には、遅延ライン型位置検出器を搭載したエネルギー保障型3DAP装置(Oxford NanoScience社製)が用いられた。測定温度は60-80K、測定電圧は10-15kV、パルス比は20%とした。

## 3. 針試料作製技術の開発

3DAP用針試料作製において、FIBは電界研磨による加工が難しい材料の加工に用いられると共に、一般粒界等の針試料作製等にも活用されていた。2004年の新日鉄技報「鉄鋼技術とナノテクノロジー」にて報告したように、走査イオン顕微鏡(SIM)観察において、方位の異なる結晶粒間にコントラスト差が生じるチャネリングコントラストによって粒界位置を認識し、リング状に走査したイオンビームを針に平行に照射することで、先端部が曲率半径50nm以下の針形状に加工した(図1a)。このようなFIB加工とTEM観察を交互に行うことで、測定領域となる針先端から100nm以内に粒界を含む針試料の作製を可能とした<sup>9,10)</sup>。

しかしこの様な方法では、求められる任意の特定領域からの針試料作製は難しかった。そこで、TEM試料作製において使用されていたLift-out法の針試料作製への活用を進めた<sup>12,13)</sup>。2004年の新日鉄技報にて報告したように<sup>10)</sup>、組織をSIM観察しながら目的の粒界を含むブロックをFIBで切り出し、Lift-out法で取り出し、針台座(ポスト)に固定する方法である(図1b)。このアイデアは他機関から類似の方法が提案される以前より独自に技術開発を進め、他機関に先駆けて特定領域からのピンポイントの針試

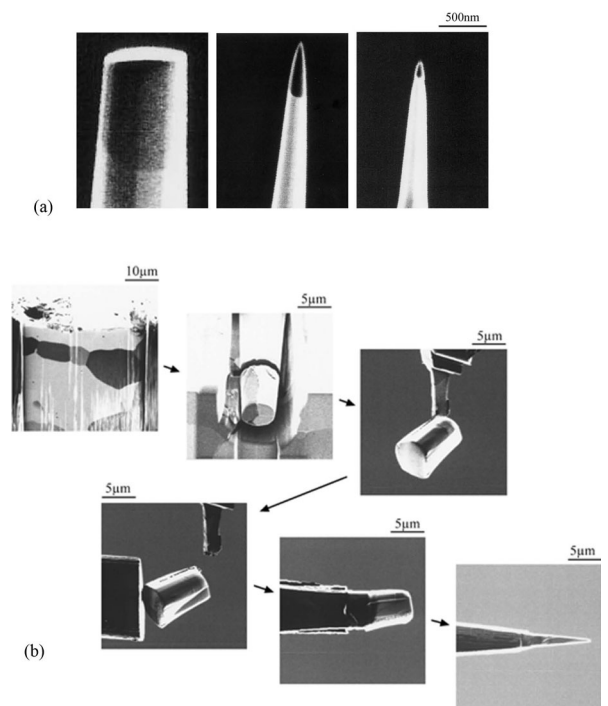


図1 鋼中特定領域の針試料作製の試み(2004年の新日鉄技報より引用)<sup>10)</sup>

(a) FIBによる粒界針試料加工, (b) Lift-out法による特定領域サンプリング

Challenge to needle specimen fabrication of a site-specific region in steel

(a) FIB fabrication of needle specimen at grain boundary position, (b) Sampling of a site-specific region using lift-out method

料作製法を構築した<sup>11,14-16)</sup>。

ピンポイント3DAP観察のための針試料の作製フローを図2に示す。ここでは特定位置として異相界面を例とした。鉄鋼材料は通常、複数の相(フェライト、マルテンサイト、セメンタイト等)から構成されており、多数の結晶欠陥(転位、結晶粒界等)や他物質(析出物、非金属介在物等)を含んでいる。この中から、目的とする異相界面が先端位置に位置するように、界面を含む微小な柱状ブロックをFIBによって切り出す。この柱状ブロックをマイクロマニピュレーターによって、針台座(ポスト)の上に運び、これをFIBによるW蒸着によって台座に固定する。ブロックの上部は矩形に走査したGaイオンビームによって、小さな角柱状に加工する。その後、角柱ブロックの上方から柱に平行にリング状ビームを照射することによって、針先端から100nm以内に粒界が位置するように加工する。

Lift-out法を用いたこの針試料作製法においては、針試料は下部ブロックとその上部に配置した2段構造を有する。これは加工の容易さ、固着の強さ、及び加工時間の短縮の点で適した構造である。しかし、このような構造においては、針先端の曲率半径から想定される電圧以上に電圧を印加しても、針先の電界蒸発が起こらなくなる現象が発生した。これは、針表面の電界強度は単に曲率半径で決まるのではなく、針試料全体の構造(下部ブロック、針台座を含む)によって大きく影響を受けるためであることが分かった。

一般に針試料の表面電界 $E$ は、曲率半径 $r$ 、印加電圧 $V$ とすれば、次の式で書き表される。

$$E = V / kr \quad (1)$$

ここで $k$ はField factorと呼ばれる針形状及び装置に影響される係数であり<sup>1)</sup>、電界研磨法によって作製した標準的な針試料においては2~8の値になることが報告されている<sup>2,16,17)</sup>。この値が大きくなると、高い電圧を印加しても、針表面には電界蒸発に十分な電界が形成されないことになる。

そこで、有限要素法の静電界計算によって、Field factorの針試料形状の影響を調べた<sup>11)</sup>。図3の挿入図は本計算で

用いた針試料先端部(ブロック部分)の形状である。 $L$ は針先端から下部ブロックの上面までの距離、 $D$ は下部ブロックの直径とした。簡単のため角柱ではなく円柱で近似し、針先端の曲率半径を50nm、針の直径を100nmに設定した。図3に $L/D$ の関数として数値計算したField factor値を示す。ここでは、目的とする特定領域やその大きさによって切り出すブロックのサイズが異なることを想定し、複数のブロックサイズにおける計算結果を示す。求められたField factor値はブロックサイズに依らず、 $L/D$ に依存し、近似的に $k = 1.9/(L/D)^{0.9} + 2.5$ の直線によって外挿された<sup>11)</sup>。

このField factor値は計算で用いられる境界条件に強く影響されるが、同じ境界条件においては、相対値は比較可能である。大きな $L/D$  ( $L/D > 5$ ) の場合はField factorは2~3の範囲にあり、従来の報告値よりも少し小さな値を示している理由は、試料ホルダー部の形状を考慮していないためと考えられる。

一方、小さな $L/D$  ( $L/D < 5$ ) の場合は、Field factorは幅広い値を示しており、針試料表面の電界は $L/D$ に強く依存している。針長さが短く下部ブロック直径が大きくなると、表面電界が著しく小さくなることを示している。これ

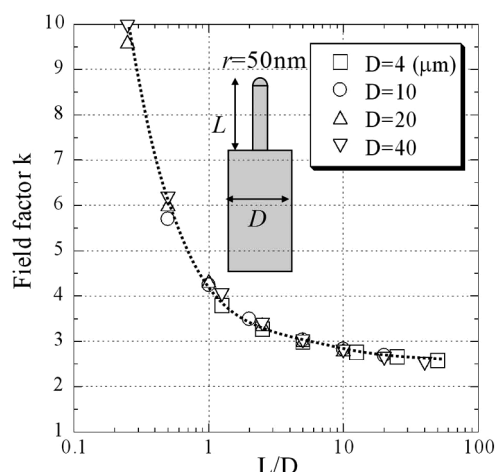


図3 有限要素法によって計算されたField factor値の針形状依存性<sup>11)</sup>

Needle shape dependence of field factor calculated by the finite element method

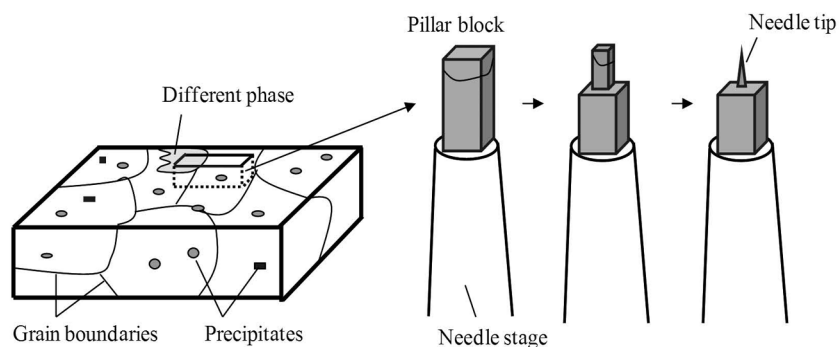


図2 鋼中の特定領域からのLift-out法による針試料作製フロー説明図<sup>11)</sup>

Schematic drawing of needle specimen preparation process for the site-specific region analysis using lift-out method

は、同じ電位ポテンシャルにあるブロックの上部表面からの針先端部への干渉が大きくなるためと理解される。この計算結果より、Lift-out法を用いた試料作製における好ましい針形状の構造決定がなされた。針試料の加工領域 $L$ は少なくとも下部ブロック直径 $D$ の2倍より長くする必要がある<sup>11)</sup>。本技術においてはこのような静電界計算に基づいた針試料加工を実践した。

#### 4. 本技術の適用例

##### 4.1 異相界面の観察<sup>11)</sup>

結晶粒界や異相界面の偏析状況や分配状態を知ることが、変態や粒成長挙動を理解する上で非常に重要な知見を与える。これらの現象は、合金元素のナノメートルレベル以下の局所濃度変化を示すため、高い空間分解能を有しかつ優れた検出下限を有する3DAPによる測定が適している。

ここでは、初析フェライト/ベイナイト界面の観察例について述べる。試料はFe-0.09C-1.6Mn-0.19Si (mass%)の成分を有する連続铸造スラブであり、800~900℃の温度域から水冷されたものである。本試料は微細なラス構造を有するベイナイト組織を有し、800~900℃の温度域にて初析フェライト粒がオーステナイト粒界から発生し、冷却中に残りのオーステナイトはベイナイト変態した。従って、フェライト変態における合金元素の分配がフェライト

／ベイナイト界面において観察されることになる。目的とするフェライト／ベイナイト界面は、ベイナイトラス界面等に比べ著しく低密度であるため、本鋼で述べた特定領域のサンプリング技術が必要とされた。

図4は、フェライト／ベイナイト界面の針試料作製フローをSIM像で示した。ナイタルエッチング表面のSIM像において、初析フェライト粒( $\alpha$ )はプレーンなコントラストを示し、複雑なコントラストを示すベイナイト粒(B)と明確に区別できる。図に示すように、FIBによって界面を横断する角柱ブロック(10 $\mu\text{m}$ ×10 $\mu\text{m}$ ×80 $\mu\text{m}$ )を表面領域から切り出し、そのブロックを針台座に固定し、ブロック上部が約2 $\mu\text{m}$ 角になるまでFIB加工した。その後、リング状ビームによってブロック上部を針加工し、目的の界面位置が針先端から100nm以内に位置するように針試料を作製した(図5 a挿入写真参照)。

図5 aは、フェライト／ベイナイト界面領域の3D元素マップを示す。ここでは、測定領域として、12 nm×12 nm×18 nmのボックスを示した。図中、鉄(Fe)マップ中の実線は界面位置を示す。炭素(C)はベイナイト領域にかなり濃化していることが示されている。また、Mnは界面位置2 nmの幅に濃化(偏析)を示しており、一方、シリコン(Si)は界面にわたって均一な分布を示していた。微量のボロン(B)も界面付近に観察された。

図5 bは、界面に対し垂直方向のC及びMnの濃度プロ

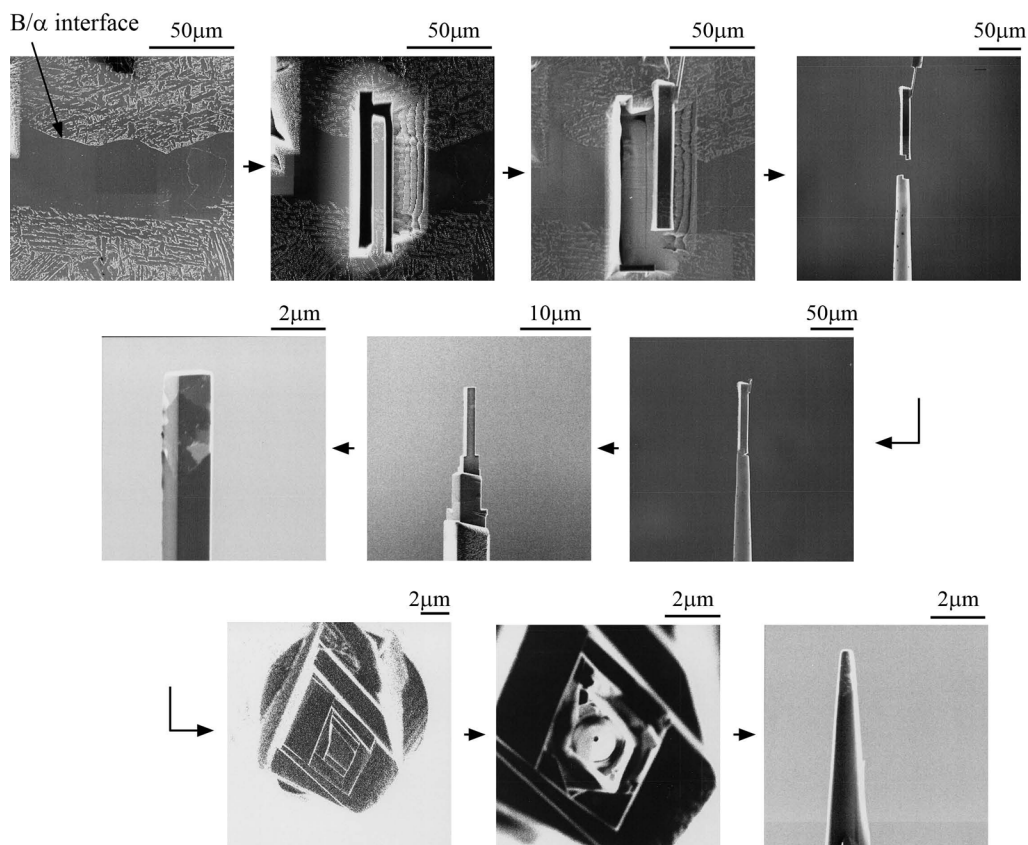


図4 ベイナイト/フェライト異相界面観察のための針試料作製フロー<sup>11)</sup>  
Needle specimen fabrication process for atom probe analysis of the bainite-ferrite interface

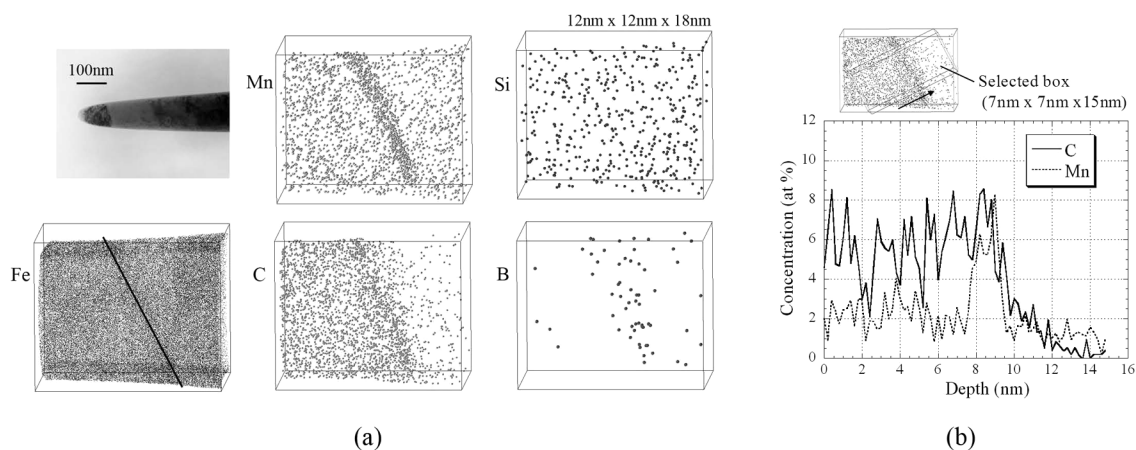


図5 ベイナイト/フェライト異相界面の3DAP測定結果<sup>11)</sup>  
 (a) 3次元原子マップ(挿入図: 針先端部TEM写真), (b) C及びMn濃度プロファイル

3DAP analysis results of the bainite-ferrite interface (a) 3D elemental maps (insert figure: TEM micrograph of the needle tip), (b) Carbon and manganese concentration profiles

ファイルを示す。Cは界面にて約6 at%まで濃化し、ベイナイト粒方向に徐々に低下している。これは、Cは初析フェライト生成中にオーステナイト領域に排出されたためと考えられる。Mn濃度も界面位置で6 at%にも濃化しているが、ベイナイト領域においては深さ方向にほとんど均一の濃度を示した。フェライト領域とベイナイト領域のMnの濃度比率はおよそ0.58であり、この値は保持温度におけるフェライトとベイナイトの分配比にほぼ対応していた<sup>11)</sup>。

本技術は、異相界面を始め、特定粒界等の元素分配や偏析の定量観察に適用可能である。

#### 4.2 スチールコード表面のラメラ垂直方向からの観察<sup>14,18,19)</sup>

高炭素のパーライト鋼を伸線加工し強化した高炭素鋼線においては、その大きな伸線加工歪によってセメントタイトが分解し、特性に影響を及ぼすことが報告されている<sup>20)</sup>。1~2 nm幅のセメントタイトラメラの分解やフェライトラ

メラ中の炭素濃度を議論するためには3DAPが有効であるが、従来の高炭素鋼線に関する報告はすべて鋼線方向(伸線方向)に測定したものであった<sup>21,22)</sup>。この理由は、電解研磨法によって細い鋼線から直接針試料を作製していたことにある。この様な測定の場合、Local magnification effectによって、測定方向に垂直方向の原子の空間分解能が低下する問題があった<sup>1,3)</sup>。さらに、電解研磨法による針試料作製では針先端が鋼線のほぼ中心部に位置することになるため、測定領域は鋼線のほぼ中心部に限られていた。特に鋼線の表面領域の炭素分布が特性に影響するという知見もあるため、表面領域の観察が求められていた。

そこで、鋼線中の特定領域のパーライトラメラ垂直方向に、より高い空間分解能のデータを得るために、Lift-out法を駆使し、鋼線の表面領域のラメラに垂直方向の針試料を作製し測定を行った<sup>14,19)</sup>。試料は、日本鉄鋼協会が共通試料として作製した線径50 μm、真歪5、成分Fe-0.8C-0.2Si-0.5Mn (mass%)の高炭素鋼線である。図6にFIB-SIM像で示した加工フローを示す。鋼線の表面5 μm位

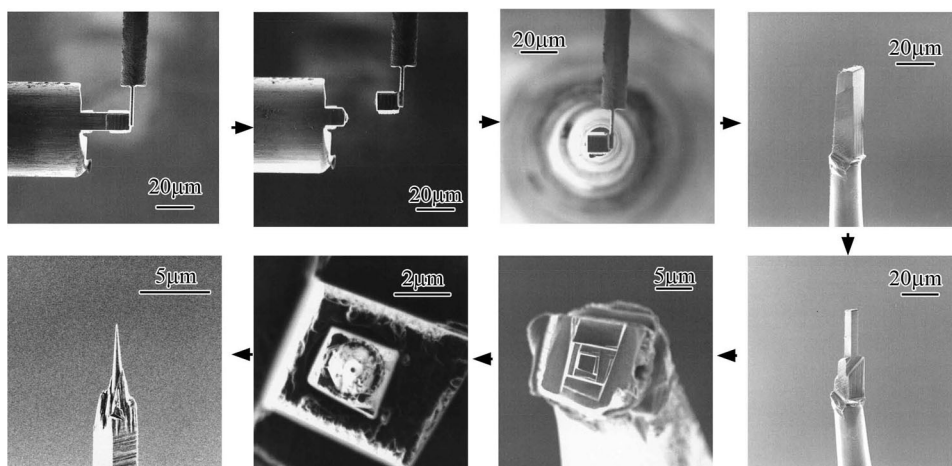
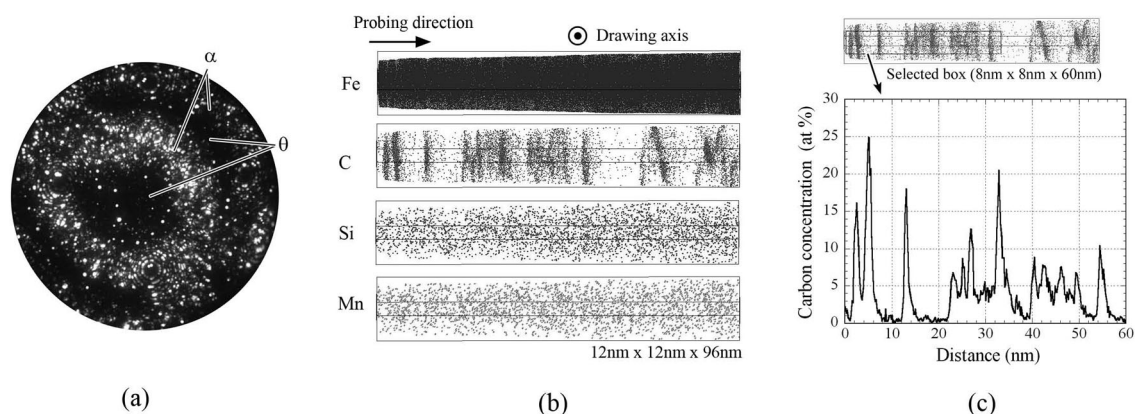


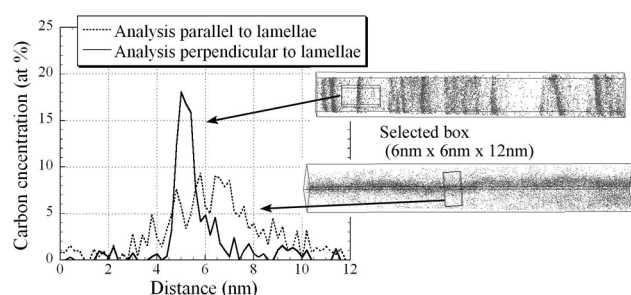
図6 高強度鋼線の表面領域のラメラ垂直方向観察のための針試料加工フロー<sup>19)</sup>

Needle specimen fabrication process for atom probe analysis of high-strength wire surface along the direction perpendicular to the lamellae

図7 高強度鋼線の表面領域の3DAP測定結果<sup>19)</sup>

(a)3DAP測定前のFIM像, (b)3D元素マップ, (c)C濃度プロファイル

3DAP analysis result of high-strength wire surface (a) FIM image before probing, (b) 3D elemental maps, (c) Carbon concentration profile

図8 ラメラ平行測定及びラメラ垂直測定におけるC濃度プロファイルの比較<sup>19)</sup>

Comparison of carbon concentration profiles obtained by probing directions parallel and perpendicular to the lamellae

置から直径方向に微小角柱ブロックを切り出し、針台座に固定し、リング状の走査ビームによって針試料を作製した<sup>14,18,19)</sup>。

図7には3DAP測定結果を示す。図7aは測定前のFIM像であり、同心円リング状にフェライト領域が観察され、ラメラ垂直方向に針試料作製されていることが分かる。図7bは3D元素マップであり、C分布よりセメンタイトラメラの向き及び間隔が明瞭に観察される。図7cはC濃度プロファイルであり、セメンタイトラメラ位置の炭素濃度は場所によって異なるものの、25at%に近いものも観察された。図8は同一試料のラメラ平行と垂直方向の測定方比較を示す。ラメラ垂直測定では炭素濃度ピークが高く幅が狭い傾向を示しており、従来のラメラ平行測定に比べより精度の高い炭素濃度分布が得られていることが示された<sup>14,18,19)</sup>。本技術によって、より精度の高い炭素濃度の情報を得ることができるようになった。

#### 4.3 レール表面白色層の任意深さの観察<sup>23,24)</sup>

レールころがり表面に発生する白色層 (White etching layer: WEL と表記) は硬質の薄層であり、レール表面損傷の発生源と考えられており、組織形態や生成機構の解明が求められている。組織形態としては、マルテンサイトと

する説<sup>25,27)</sup>やナノフェライトまたはその途中段階とする説<sup>25,26)</sup>などがあり、その生成機構として、車輪とレールとの摩擦熱によってオーステナイト化し冷却中に変態したとの説や、繰り返しの強歪印加によって組織変化したとする説などが提案されているが、統一見解には達していない。白色層が複数の組織から形成されていることも報告されており<sup>27)</sup>、白色層の表面から界面に至る組織全体の生成挙動を説明する必要がある。そこで、3DAPによって白色層の各深さ位置における合金元素分布の変化を原子レベルで捉え、白色層の成因を考察する手掛かりとした<sup>23,24)</sup>。

試料は、在来線から採取された白色層を有するレール (1984年製造JIS60k級、累積通過1億5000万トン) であり、主成分はFe-0.70C-0.23Si-0.93Mn (mass%)であった。本試料の白色層は軌道方向に伸びた最大厚み $30\ \mu\text{m}$ の薄層であるため、図9に示したLift-out法による表面からのサンプリングとFIB加工によって、白色層の最表面から界面下に至る複数の深さ位置の針試料を作製した<sup>23,24)</sup>。図に示した針の方向は表面方向に相当する。加工前のブロックのFIM像と比べることによって、針試料の深さ位置が正確に決定された。

図10に、マイクロビッカース圧痕 (数値は硬度HV) を含む白色層断面のエッチング組織写真と、白色層内上部、下部、界面直下部の3D元素マップを示す (図中太矢印は表面方向)。白色層は元材のパーライトに対し、不連続に高い硬度を示していた。白色層内でも硬度は場所によって異なり、上部 (最表面) よりも下部の方が高い硬度を示した<sup>24,27)</sup>。白色層の界面直下では明確なラメラセメンタイトが存在し、パーライトであることが示された。白色層内のC分布は元のパーライトと全く異なり、ラメラセメンタイトは存在せず、Cは固溶に加え偏析、析出を示していた<sup>24)</sup>。一方、Mn及びSiの分布は、元のパーライトのラメラセメンタイト位置に対応したMn濃化層、Si欠乏層を残存していた。これらの分布とラメラ幅から、元材のパーライトラメラ間隔に対しラメラの微細化はそれほど進んでいないこ

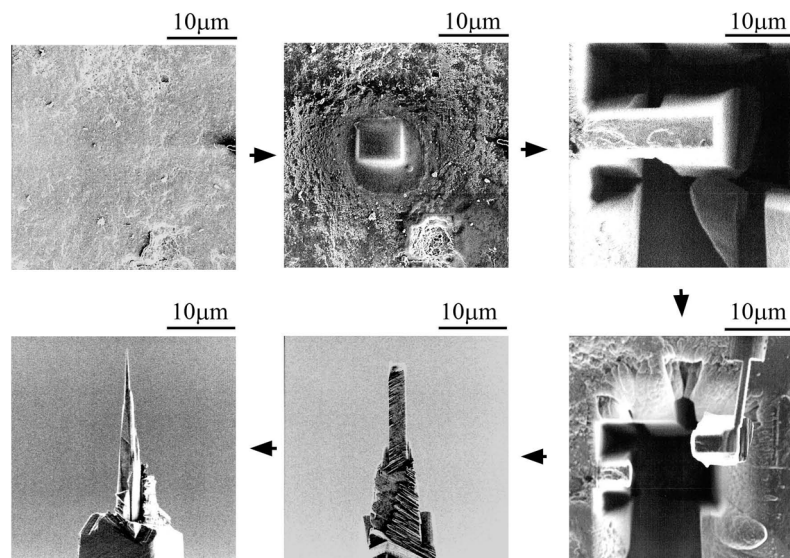


図9 レール表面白色層の表面直下の針試料作製フロー<sup>24)</sup>  
Needle specimen fabrication process for atom probe analysis of the topmost surface of WEL

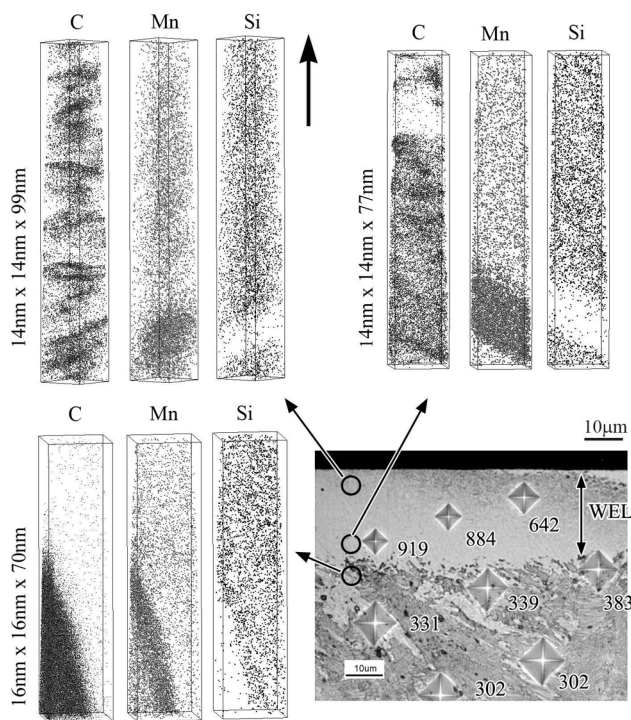


図10 レール白色層断面のビッカース硬度測定写真、及び各深さ位置の3D元素マップ<sup>24)</sup>  
Vickers hardness test results on the transverse section of WEL and 3D elemental maps of various depth positions

と、意外にも白色層付近の加工量は小さいことが示された。

Mn濃化層の矩形濃度分布が拡散により変化したとし温度上昇を見積もると、白色層内上部では1 200℃以上、下部でも1 000℃以上の高温になったことが推測され、摩擦熱の計算結果と一致した<sup>24)</sup>。ブレーキ時などに発生した車輪とレールとの摩擦熱によって、非常に短時間にオーステナイト化温度まで上昇し、冷却中にマルテンサイト変態したものと考えられる。到達温度は接触表面から離れると大

きく低下することから、白色層が表面の薄層であることと明瞭な界面を有することが説明できる。このような白色層は一定の条件が満たされた低い頻度で生じたものと考えられ、白色層内上部の硬度の低下は、白色層生成後の列車の通過によって焼き戻されたためと理解された<sup>24)</sup>。

このように、鋼材表面の特定深さ位置の観察技術によって、旧セメントイトラメラ内の合金元素の原子レベルでの局所濃度変化を捉え、これを基に機構仮説を立てモデル計算を行うことによって、白色層の成因を突き止めた。

## 5. 結 言

鉄鋼材料への3DAPの適用範囲を拡大するために、鋼中の調べたい領域からのピンポイントサンプリングによる針試料作製技術を構築した。この技術によって、従来観察が困難となっていた特定領域の原子レベルでの観察が可能となり、鉄鋼メタラジにおける未解明課題の解決に繋げた。鉄鋼材料は古くから用いられている材料ではあるが、未だ不明な部分を持ち合わせており、さらに厳しい特性を付与した鋼材の開発には3DAP技術をはじめとするナノ組織解析技術の活用が必須と考える。ナノ解析技術は、鉄鋼材料と Material Science を結び付ける技術とも言え、今後益々その重要度が増すものと確信する。

## 参考文献

- 1) Miller, M.K., Cerezo, A., Hetherington, M.G., Smith, G.D.W.: Atom Probe Field Ion Microscopy. Oxford University Press, New York, 1996
- 2) Cerezo, A., Godfrey, T.J., Sijbrandij, S.J., Smith, G.D.W., Warren, P.J.: Rev. Sci. Instrum. 69, 49(1998)
- 3) Miller, M.K.: Atom Probe Tomography: Analysis at the Atomic level, Kluwer Academic. Plenum Publishers, New York, 2000

- 4) Kelly, T.F., Miller, M.K.: Rev.Sci. Instrum. 78, 031101(2007)
- 5) Gault, B., Vurpillot, F., Vella, A., Gilbert, M., Menand, A., Blavette, D., Deconihout, B.: Rev. Sci. Instrum. 77, 043705(2006)
- 6) Larson, D.J., Foord, D.T., Petford-Long, A.K., Anthony, T.C., Rozdilsky, I.M., Cerezo, A., Smith, G.D.W.: Ultramicroscopy. 75, 147(1998)
- 7) Larson, D.J., Foord, D.T., Petford-Long, A.K., Liew, H., Blamire, M.G., Cerezo, A., Smith, G.D.W.: Ultramicroscopy. 79, 287 (1999)
- 8) Seto, K., Larson, D.J., Warren, P.J., Smith, G.D.W.: Scripta Mater. 40, 1029 (1999)
- 9) Maruyama, N.: Ph.D Thesis. Oxford University, 2001
- 10) 高橋 淳, 杉山昌章, 丸山直紀: 新日鉄技報. (381), 26(2004)
- 11) Takahashi, J., Kawakami, K., Yamaguchi, Y., Sugiyama, M.: Ultramicroscopy. 107, 744(2007)
- 12) Giannuzzi, L.A., Drown, J.L., Brown, S.R., Irwin, R.B., Stevie, F.A.: MRS Symp. Proc. 480, 10(1997)
- 13) Kamino, T., Yaguchi, T., Ohnishi, T., Umemura, K., Tomimatsu, S.: Micro. Microanal. 6 (S2), 510(2000)
- 14) 高橋 淳, 川上和人, 杉山昌章, 樽井敏三, 田代 均, 山田淳一: CAMP-ISIJ. 18, 572(2005)
- 15) Miller, M.K., Russell, K.F., Thompson, G.B.: Ultramicroscopy. 102, 287 (2005)
- 16) Gomer, R.: Field Emission and Field Ionization. Harvard University Press, Cambridge, MA, 1961
- 17) Sakurai, T., Müller, E.W.: J. Appl. Phys. 48, 2618(1977)
- 18) 高橋 淳, 樽井敏三: までりあ. 46, 813(2007)
- 19) Takahashi, J., Kawakami, K., Tarui, T.: Ultramicroscopy. 109, 193(2009)
- 20) 例えば Tarui, T., Maruyama, N.: Tetsu-to-Hagané. 90, 1031(2004)
- 21) Danoix, F., Julien, D., Sauvage, X., Copreaux, J.: Mater. Sci. Eng. A. 250, 8(1998)
- 22) Hong, M.H., Reynolds, Jr., W.T., Tarui, T., Hono, K.: Metall. Mater. Trans. A. 30A, 717(1999)
- 23) 高橋 淳, 川上和人, 上田正治: ふえらむ. 14, 29(2009)
- 24) Takahashi, J., Kawakami, K., Ueda, M.: Acta Mater. 58, 3602 (2010)
- 25) Österle, W., Roosh, H., Pyzalla, A., Wang, L.: Mater. Sci. Eng. A. 303, 150 (2001)
- 26) Lojkowski, W., Djahanbakhsh, M., Bürkle, G., Gierlotka, S., Zielinski, W., Fecht, H.-J.: Mater. Sci. Eng. A. 303, 197(2001)
- 27) Zhang, H.W., Ohsaki, S., Mitao, S., Ohnuma, M., Hono, K.: Mater. Sci. Eng. A. 421, 191(2006)



高橋 淳 Jun TAKAHASHI  
先端技術研究所 解析科学研究部 主幹研究  
員 工博  
千葉県富津市新富 20-1 〒293-8511  
TEL:(0439)80-2169



川上和人 Kazuto KAWAKAMI  
先端技術研究所 数理科学研究部 主任研究  
員 理博



小林由起子 Yukiko KOBAYASHI  
先端技術研究所 解析科学研究部 研究員



山田淳一 Junichi YAMADA  
(株)日鐵テクノリサーチ テクニカルサービ  
ス事業部 班長