



入門講座

分析試験法編-13

アトムプローブ電界イオン顕微鏡

宝野和博
Kazuhiro Hono

科学技術庁 金属材料技術研究所
物性解析研究部 第3研究室 室長

Atom Probe Field Ion Microscopy (APFIM, 3DAP)

1 はじめに

アトムプローブ電界イオン顕微鏡 (Atom Probe Field Ion Microscope, APFIM) は電界イオン顕微鏡 (FIM) に飛行時間型質量分析器を取付けたもので、FIMで金属表面の個々の原子を観察し、飛行時間質量分析によりこれらの原子を同定することのできる究極的な局所分析装置である^{1,2)}。従来のアトムプローブでは試料表面から電界蒸発によりイオン化される原子のうち、プローブホール (probe hole) とよばれる分析用のアパーチャーを通り抜けた原子だけを選択的に検出して局所領域の分析を行っていた。最近ではアトムプローブに位置敏感型検出器を導入し、個々のイオンの質量と位置を同時に決定できる三次元アトムプローブが開発され^{3,4)}、これにより試料表面に存在する合金中の全構成元素の原子レベルでの二次元マッピングが可能となってきた。原子は常に試料表面からイオン化されるので、連続的に原子を表面から収集することにより、二次元マップを深さ方向に拡張することが出来る。このデータをコンピューターに蓄積し、グラフィックワークステーションで三次元的に表示することにより、合金中の原子の分布を実空間中ではほぼ原子レベルの分解能で再現することができる。この手法は従来のアトムプローブで分析領域がプローブホールのカバーする極めて微細な領域に限られるという欠点を克服しただけでなく、個々の原子の位置をサブナノメートルの分解能で表示することの出来るユニークな分析手法である。アトムプローブは現在のところ汎用的な装置といえるほどには広く普及していないが、これまでに鉄鋼材料を含め多くの金属材料のナノスケールの微細組織解析に応用されてきている。特に軽元素をナノスケールで定量的に分析できるためにその実用的な利用価値は高く、マトリクス中に分散した微細析出物の定量的な解析に決定的な役割を果たしてきた。

本稿ではまずアトムプローブの基本となる電界イオン顕微鏡の原理を説明し、続いて従来型のアトムプローブと三次元アトムプローブの原理を解説する。紙面の制約から2、3の実例を示すにとどめるが、アトムプローブの種々の応用例については著者による他の解説記事を参照されたい⁵⁻¹²⁾。

2 電界イオン顕微鏡 (FIM)

アトムプローブ分析では試料表面に高電界を加えるために針状の試料を用いる。そのような試料からFIM像を得ることがアトムプローブ分析の第一歩である。図1に示されているように、先端の半径が50nm程度の針状試料を70K以下に冷却し、ヘリウムやネオン等の結像ガスを超高真空チャンバー内に導入する。試料に高電圧を加えると試料表面には20-40V/nmという非常に高い電界が加わる。この電界は試料表面上の突出した原子の部分で局所的に高くな

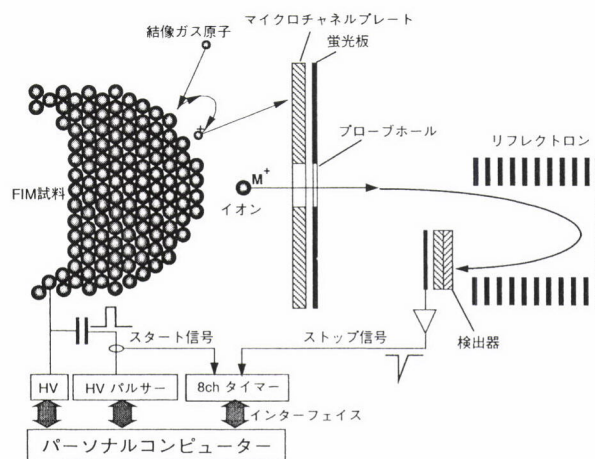


図1 FIMとアトムプローブの原理の模式図

る。このため結像ガスは突出した原子の表面で電界イオン化と呼ばれる現象によりイオン化されてスクリーン方向に放射状に加速される。結像ガスのイオンがマイクロチャネルプレート (microchannel plate) という二次元のイメージ増倍管に衝突すると蛍光板で輝点を発し、針状試料表面の原子配列を投影した像が得られる。これがFIMの原理であり、像の倍率は試料半径 r と試料とスクリーン間の距離 D の比 (D/r) で近似され、通常200万倍程度である。このようにFIMは投影型の顕微鏡であり、レンズにより像を拡大しないので、振動や試料ドリフトなどの影響を受けにくい。したがって装置の構成は非常に単純で、電子顕微鏡やSTMで不可欠な除振機構が一切不要である。

図2 (a)と(b)にFIM像の例としてタングステンのHeイオン像と773Kで2600h時効されたCr-25at. %FeのFIM像が示されている。FIM像は針状表面で突出している原子を平板スクリーンに投影した像であるので、ステップを形成する原子列はFIM像上では同心円状に見える。図2 (a)のタングステン像では低指数面では原子ステップを表す同心円状のパターンが観察されるだけであるが、高指数面においては個々の原子が分解されている。結晶の周期性から対象性の良い像がえられ、これから各面の指数づけが容易にできる。結晶粒界などの周期性を破る欠陥が存在すると、図2 (a)の矢印で示されるように原子配列に不連続性が観察される。このようにFIMにより金属表面の原子の像を明瞭に映し出すことが出来るが、合金の場合必ずしもタングステンなどの高融点純金属で見られるような結晶格子を反

映した像が原子レベルの分解能で得られるとは限らない。これは特定の原子種だけが像形成に寄与したり、ある合金元素濃度の高くなった相だけが明るく観察されたりするためである。図2 (b)に示されたCr-25at. %Fe合金のFIM像では明るく結像している粒子が暗く結像している母相中に分散している様子が明瞭に観察されるが、これはFe濃度の高い析出粒子のところで結像ガスのイオン化確率が高くなっているためである。原子面を表すステップを観察すると、析出粒子と母相の間で完全にステップが連続していることが観察される。これはこの析出物粒子の結晶格子が母相に整合であることを示している。このようにわずか数nm程度の溶質原子の集合体もFIM像では明瞭に観察することが可能である。ちなみにこれと同一の試料を電子顕微鏡で観察しても、CrとFeの原子散乱因子がきわめて近い上に、CrとFeの原子半径にほとんど差がないために、このような二つの相が存在することを明瞭に示すコントラストは現れない¹³⁾。

このようにFIMにより針状試料表面の原子を観察できるが、FIM像では表面上の一部の原子しか観察できないので結晶構造を決定することはほぼ不可能に近い。したがって高分解能電子顕微鏡による構造像や走査トンネル顕微鏡 (STM) による表面の原子像が日常的に観察できるようになった今日では、FIMの顕微鏡法としての利用価値はあまり残されていない。しかし、良質なアトムプローブデータを得るためには、FIM像を観察することにより清浄な試料表面を得ることが必要であり、さらに観察したい対象物を選択的にアトムプローブ分析するためにはFIMは不可欠な技術である。

アトムプローブ分析を行うためには試料から先端の直径が100nm程度の針状試料を作成することが絶対条件である。通常の金属試料は大部分電解研磨により容易に針状試料を作成することができるが、異相界面や結晶粒界、さらには粗大析出物などを分析するためには、これらの目的物が100nm径の針の先端から約100nm以下の場所に存在するような試料を作成しなければならない。このためには針状試料を透過型電子顕微鏡であらかじめ観察し、対象物が針の先端に位置するような試料を選び出す必要がある。また数msのパルス電圧をかけて数 μm 程度ずつ試料を研磨するバックポリッシュという手法も確立されている¹⁴⁾。また最近では、スパッター薄膜をリソグラフィーで微細加工することにより2 μm 程度の断面形状を有する微細な棒状試料を作成し、これを電解研磨することによりFIM試料を作成した例なども報告されている¹⁵⁾。さらに収束イオンビーム (FIB) を用いて薄膜からFIM試料を作成する試みも行われており¹⁶⁾、アトムプローブで分析できる試料形状の範囲はこ

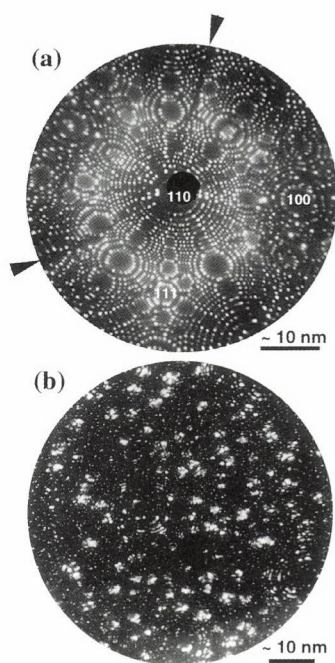


図2 (a) 結晶粒界を含むタングステンのFIM像と
(b) 500°Cで2600h時効されたCr-25at. %FeのFIM像

のような新しい微細加工法の応用により広がりつつある。

3 アトムプローブ電界イオン顕微鏡 (APFIM)

FIMでは試料表面で電界イオン化される結像ガスのイオン化を利用して、投影原子像を観察していたが、アトムプローブでは電界蒸発とよばれる高電界下における試料原子そのもののイオン化現象を利用する。一例として図2 (b)に示されたような微細な(〜4nm)析出物の組成を分析する場合を考える。FIM像を観察しながら、スクリーンの中心にあけられたプローブホールと呼ばれるアパーチャーが析出物の中心にくるように試料を移動させる。そして試料原子が電界蒸発するために必要な高電圧を試料に印加すると、試料表面から原子がイオン化されこれがプローブホールを通りぬけて検出器に到達する(図1)。このような原子の電界蒸発を定常電圧に重ね合わせた高電圧パルスで行えば、原子がイオン化される瞬間からこれが加速されて検出器に到達するまでの飛行時間を測定することができる。イオンのエネルギーは印加電圧から分かっているので飛行時間測定によりイオンの質量を決定することができる。原子は電界蒸発により試料表面から1原子層ずつイオン化されていくのでプローブホールで覆った領域の深さ方向の濃度プロファイルが測定できる。面内方向の分析の空間分解能はプローブホールの試料表面への投影径で決まり、これは試料半径と試料とスクリーンとの距離(FIM像の倍率)によって変化する。プローブホールの実際のサイズは直径2-3mm程度であり、これは試料上では通常0.5-2nm程度に相当する。これがアトムプローブの面内方向の分析の分解能である。もちろん、プローブホールを試料から遠ざけることにより面内分解能を単原子距離にまで高めることができるが、単原子から合金濃度を決定することはできないので、0.5nm程度が実用的な面内方向の分解能といえる。

一方で原子が1原子層ごとに蒸発するという性質を利用すれば分析の深さ方向に1原子層(0.2nm)の分解能を得ることができる。図3は $L1_2$ 構造をもつ Ni_3Al 合金を(001)面で分析した結果の一例である。横軸は検出された全原子の個数、縦軸は検出されたAlの個数であり、プロットの傾きは(溶質原子数)/(全原子数)であるから合金中の局所的な濃度になる。合金の全体の濃度は平均的なプロットの傾きから約24at.%Alであることが示されているが、局所的には傾きがゼロでNi原子だけが検出される領域と傾きが0.5のAlとNiが50%である面が交互に分析されている。つまりこの分析結果は Ni_3Al の(002)面の積層が100%Niの面と50%Alの面の交互の重なりになっている $L1_2$ 構造を忠実

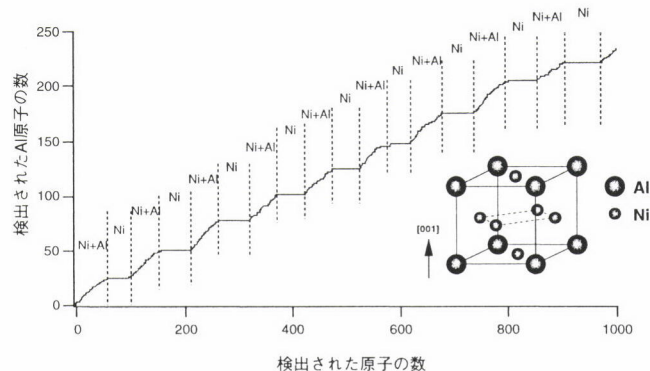


図3 $L1_2$ 構造を持つ Ni_3Al の(001)面からのアトムプローブ分析結果。検出されたAl原子の個数が検出された全ての原子の数に対してプロットしてある。

に再現している。また、アトムプローブはイオンを飛行時間測定により同定するのでイオンの検出効率が原理的には質量にかかわらず一定である。したがって水素、窒素、酸素、炭素、ボロンなどの実用材料で特に重要な軽元素の定量分析をサブナノスケールの分解能で行うことができる。

原子を電界蒸発によりイオン化させるために試料に高速パルスを印加するが、その際にパルス電圧が100%イオンに伝達しないことがある。その場合飛行時間を正確に測定しても、エネルギーに誤差があるので、質量を正確に測定することができなくなる。このようなパルス印加による原子のイオン化のエネルギーロスと補正するために、実際のアトムプローブでは図1に示されるようにイオンの飛行空間にエネルギー補償器を行うためのリフレクトロン(reflectron)とよばれる静電反射板が装備されている。リフレクトロンの最終電極ではイオンの最大エネルギーよりも数%高い電圧が掛かっており、エネルギーの高いイオンはリフレクトロンに深く侵入して反射され、エネルギーの低いイオンは浅い位置で反射されることになる。その結果、エネルギーの高いイオンの飛行距離がエネルギーの低いイオンよりも長くなり、質量が同じであれば飛行時間が等しくなるというのがリフレクトロンによるエネルギー補償の原理である。

次章で述べるように、最近では位置敏感型検出器を搭載した三次元アトムプローブがアトムプローブの主流になってきており、これと区別するために本章で述べた従来型のアトムプローブは一次元アトムプローブ(1DAP)と呼ばれることがある。

4 三次元アトムプローブ(3DAP)

三次元アトムプローブは図4に示されるように、プローブホールを用いずに個々の原子の位置と質量を同時に検出

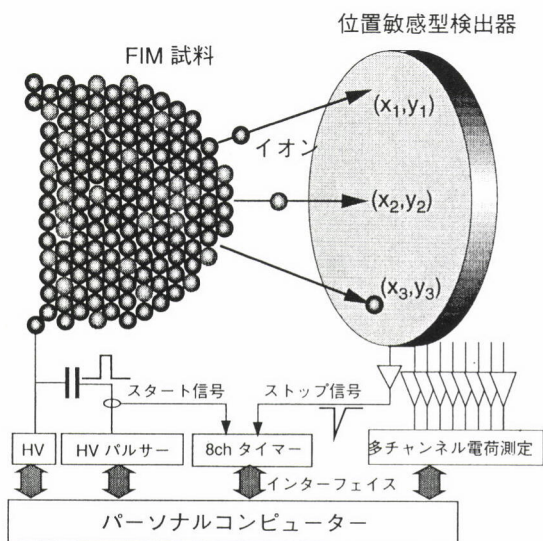
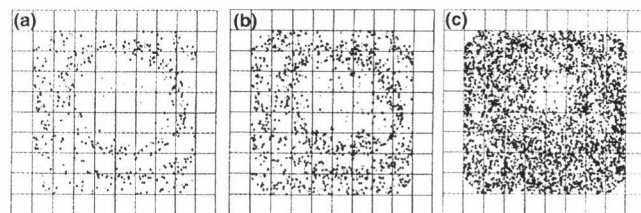


図4 三次元アトムプローブの原理の模式図

しようとするものである。試料表面から電界蒸発されたイオンは表面から検出器に飛行する。このときの飛行時間を測定して質量を決定するが、同時に検出器上での座標を位置敏感型検出器によって求める。これにより個々の原子について検出座標を決めることができるが、この時点では (x, y) の二次元座標が求まるだけで、二次元のマッピングしか表示できない。原子の電界蒸発は試料の最上表面で起こるために、連続的に原子を収集し、集積された個数に比例する z 座標を与えれば、おおよそ深さ方向の情報を与えることができる。特に低指数面での原子の蒸発は、原子面のレッジ (ledge) から比較的規則的に起こるので、原子が検出される順番に比例した z 軸の座標を与えると、原子面を分解することができる。実際に低指数面から原子が電界蒸発して位置敏感型検出器に検出されるときに時間変化を図5に示す。リングは Ni_3Al の (001) 面であるが、図5 (a) に示されるように原子はレッジからイオン化されており、テラス (terrace) 部分から原子は検出されていない。時間が経過するとレッジが最初の同心円の位置から内部に移動していくので、徐々にリングの内部からも原子が検出されるようになる。最終的には全ての二次元空間が一様に検出された原子で埋められるはずであるが、図5 (c) に示されるように (001) 面の中心部分では原子が検出されていない。これはレッジの原子が電界蒸発する際にわずかにテラス方向に移動するために検出器上での原子の位置が、厳密に試料上での原子の位置と一致しなくなる蒸発収差によっておこる現象である。特に原子面が完全に蒸発して消滅する最終段階での蒸発収差が大きく、図5 (c) に示されるように低指数面の中心で原子がほとんど検出されない領域が生じる。し


 図5 Ni_3Al の (001) 面から三次元アトムプローブで検出される原子の位置敏感型検出器での時間変化

たがって、三次元アトムプローブデータを扱う場合には、このような低指数面の中心からのデータは用いないのが原則である。また三次元アトムプローブの検出効率が100%でないためと、蒸発収差による位置情報の誤差により三次元アトムプローブでは結晶構造を決定することはできない。

分析の深さ方向に原子面が実際に分解された例として、 $\text{Al-1.7at.}\% \text{Cu-0.3at.}\% \text{Mg-0.2at.}\% \text{Ag}$ 合金を 180°C で10時間時効したときに析出した板状の析出物の三次元アトムプローブによる分析例を図6に示す。通常 Al-Cu 合金では板状析出物は {001} 面上にしか析出しないが、 Mg と Ag を $0.2\text{at.}\%$ 程度添加することにより、図6に示されるように {111} 面に Ω 相と呼ばれる板状析出物が析出するようになる。この分析はFIMの中心に (111) 面が位置するように試料を傾斜させることにより、(111) 面が検出器の面に対向するようにデータを収集している。すると、(111) 面が規則的に蒸発するために、 z 座標に原子の集積個数に比例した値を与えて三次元マップを表示すると、図6に示されるように個々の (111) 面が層状に分解できるようになる。このため [111] 方向にはほぼ原子面の分解能で濃度分析を行うことが可能になる。ただし、 (x, y) 方向に関しては蒸発収差のため若干の誤差が生じるので、分析方向に垂直に位置しない (001) 面上の析出物の場合は、原子レベルでの空間分解能は得られない。 Ω 相の板状析出物に対して垂直に測定された図6 (b) の濃度プロファイルに示されるように、(111) 面に析出している Ω 相では Ag と Mg 原子が析出物と母相の界面で単原子層の厚みで強く偏析していることが分かる。析出物内部の Cu 濃度は約 $33\text{at.}\%$ であり、(001) 面に析出している θ' 相の組成、 Al_2Cu に一致する (図6 (c))。 Ag と Mg 原子が析出物中には全く固溶せず界面に単原子層で偏析していることは、これらの原子が界面における歪みを緩和していることを示唆しており、また Ω 相自体の組成は θ 相と同じであることから、 Ω 相は界面での歪みを緩和することにより (111) 面での析出が容易になった θ 相のひとつのバリエーションと解釈されている。

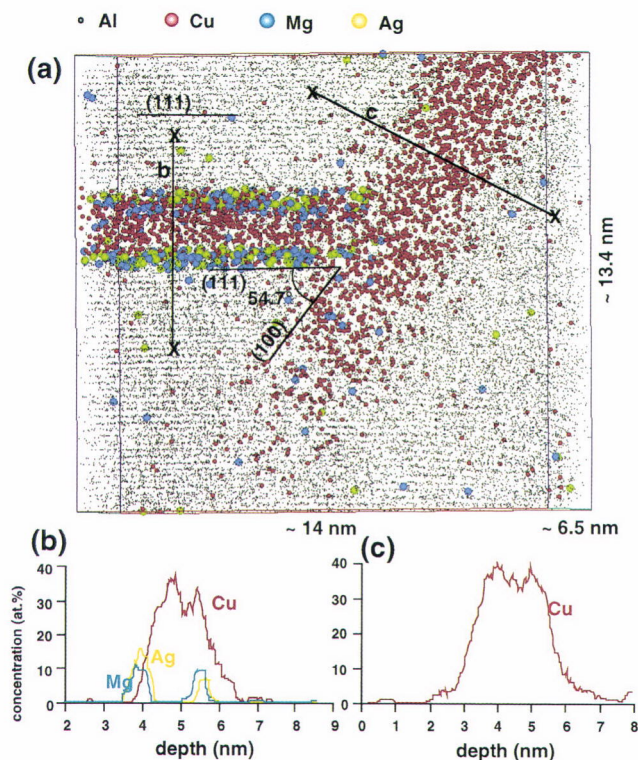


図6 180°Cで10h時効されたAl-1.9at. %Cu-0.3at. %Mg-0.2at. %Ag合金に析出した Ω 相と θ' 相の三次元アトムプローブによる分析結果。分析面は(111)。(b),(c)は(a)のb,cから計算された濃度プロファイル

5

一次元アトムプローブと三次元アトムプローブの特徴

三次元アトムプローブのデータは一次元アトムプローブのデータに個々の原子の位置情報を加えたものである。三次元アトムプローブが利用できる環境であればあえて一次元アトムプローブを利用する必要はない。ただし、通常の三次元アトムプローブではイオンのエネルギー補償を行っていないので、質量分解能が十分でない場合が多い。図7に飛行距離40cmの三次元アトムプローブと飛行距離96cmのエネルギー補償型アトムプローブでパーライト鋼を分析した場合のマススペクトラム(mass spectrum)を示す。軽元素である炭素は C^{2+} , C^+ , C_3^{2+} , C_2^+ のイオンとして問題なく検出されているが、三次元アトムプローブでは Mn^{2+} のピークが Fe^{2+} の強いピークに重なってしまっている。このため質量分解能の十分でない三次元アトムプローブでは鉄鋼材料中のMnを区別できないという問題が生ずる。このような三次元アトムプローブの制約を改善するために、最近オックスフォード大学のグループによりリフレクトロンエネルギー補償器を装備したエネルギー補償型三次元アトムプローブが開発され¹⁷⁾、三次元アトム

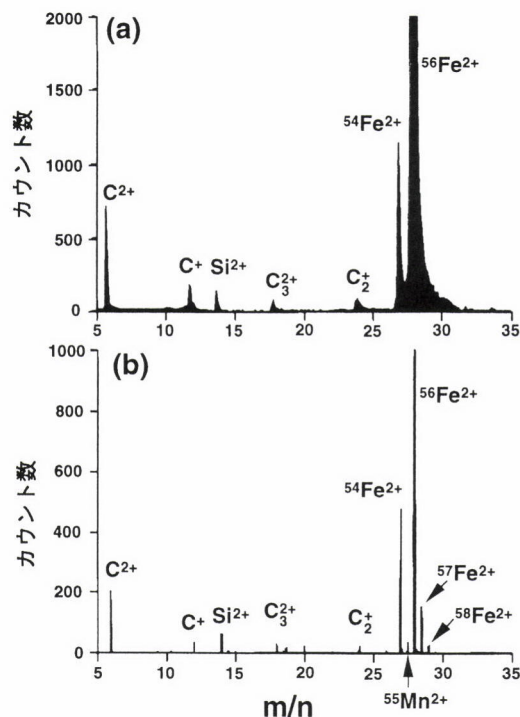


図7 (a)三次元アトムプローブと(b)エネルギー補償型アトムプローブによるパーライト鋼のマススペクトラム

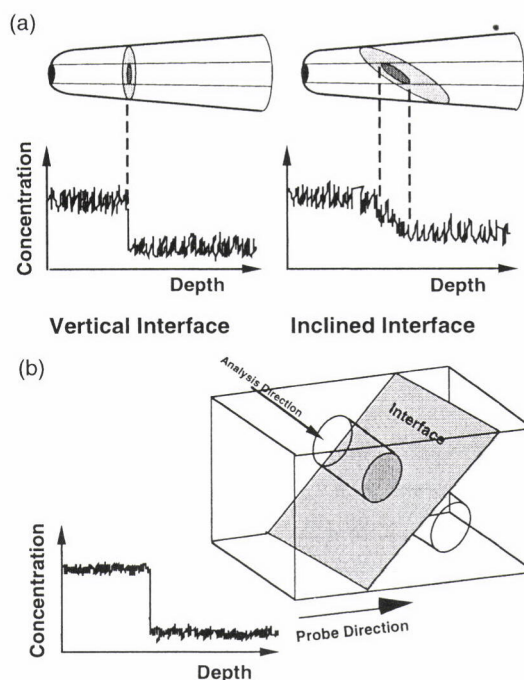


図8 (a)一次元アトムプローブと(b)三次元アトムプローブによる異相界面の分析様式の模式図

プローブにおいても高い質量分解能で元素分析を行うことが可能であることが実証された。

図8に一次元アトムプローブと三次元アトムプローブに

より界面を分析する場合の相違を模式的に示した。上述のようにアトムプローブ分析を行うためには100nm程度の先鋭な針の先端近くに分析したい界面が含まれるような試料を作成しなければならない。このような試料が偶然できる確率は、たとえば結晶粒経が1 μ mであるとする、試料100本に1本程度である。したがって、アトムプローブで界面を分析するためには大変な労力が必要になってくる。いま幸運にも界面を含む試料が作成されたとしよう。図8(a)に示されるように界面が分析方向に垂直に位置する場合は一次元アトムプローブによる分析によって界面付近の急峻な濃度変化を測定することができる。しかし図8(a)の右図に示されるように界面が分析方向に傾斜していると、元来急峻な濃度変化をもつ界面でも見かけ上連続的な濃度変化としてしかとらえられなくなる。そのうえ一次元アトムプローブではプローブホールで覆われる領域から得られる原子数がそれほど多くないので、濃度に大きな統計誤差が生じる。一方で三次元アトムプローブの場合は、アパーチャーを用いずまず原子を収集し、おのこの原子の座標を記録しておく。それを三次元的に再構成したのち、界

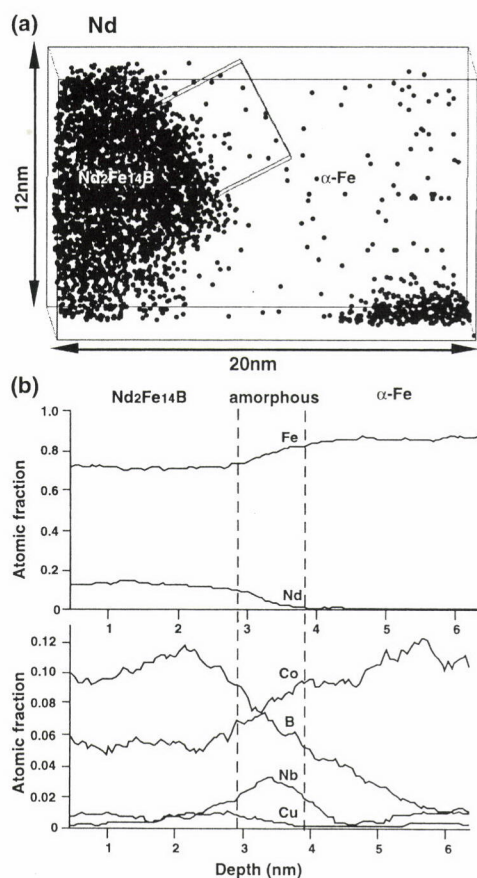


図9 (a) 740°C 3minアニールした $\text{Fe}_{76.5}\text{Nd}_8\text{Co}_8\text{B}_6\text{Nb}_1\text{Cu}_{0.5}$ 液体急冷リボンの三次元アトムプローブによる分析例。
(b) $\alpha\text{-Fe}/\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 界面に垂直方向に解析した濃度プロファイル¹⁸⁾

面が分析方向に傾いていても、データ解析用に原子のサンプリングを図8(b)に示されるように界面に垂直な円筒から取れば、高い空間分解能で界面近傍での濃度変化を測定することができる。その上、三次元アトムプローブでは多数の原子から濃度を決定するので、濃度プロファイルの統計誤差も低くなる。このような分析例を図9に示す。これは液体急冷された $\text{Fe}_{76.5}\text{Nd}_8\text{Co}_8\text{B}_6\text{Nb}_1\text{Cu}_{0.5}$ 合金を740°Cで3 minアニールした試料にあらわれた $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相と $\alpha\text{-Fe}$ の界面である¹⁸⁾。界面は分析方向に垂直ではないが、濃度プロファイルは図中に示される界面に垂直な直方体の領域から決定された。その結果図9(b)に示されるように、 $\alpha\text{-Fe}/\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 界面でNbとBの濃度が高くなっている様子が明瞭に観察されている。これは $\alpha\text{-Fe}/\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 界面に1 nm程度のアモルファス相が存在するためである。

最後に両者の分析法の特徴が良く分かるように、一次元アトムプローブと三次元アトムプローブによる鉄鋼材料の分析例を紹介しよう。図10は析出硬化型ステンレス鋼PH17-4を400°C 5000hで時効させたときのマルテンサイト中の一次元アトムプローブによる濃度プロファイルである¹⁹⁾。スピノーダル分解によるCrの大きな濃度変動が観察される。これが中温度での長時間使用によりPH17-4鋼が脆化する原因であると考えられている。またCu濃度の高い析出物も観察され、Ni, Si, MnがこれらのCu析出物に分配

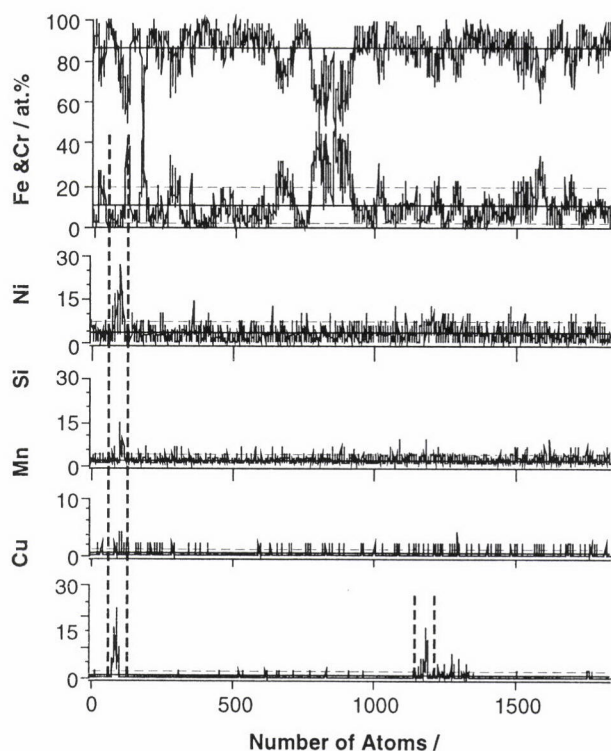


図10 400°Cで5000hアニールされたPH17-4ステンレス鋼の一次元アトムプローブによる分析結果¹⁹⁾

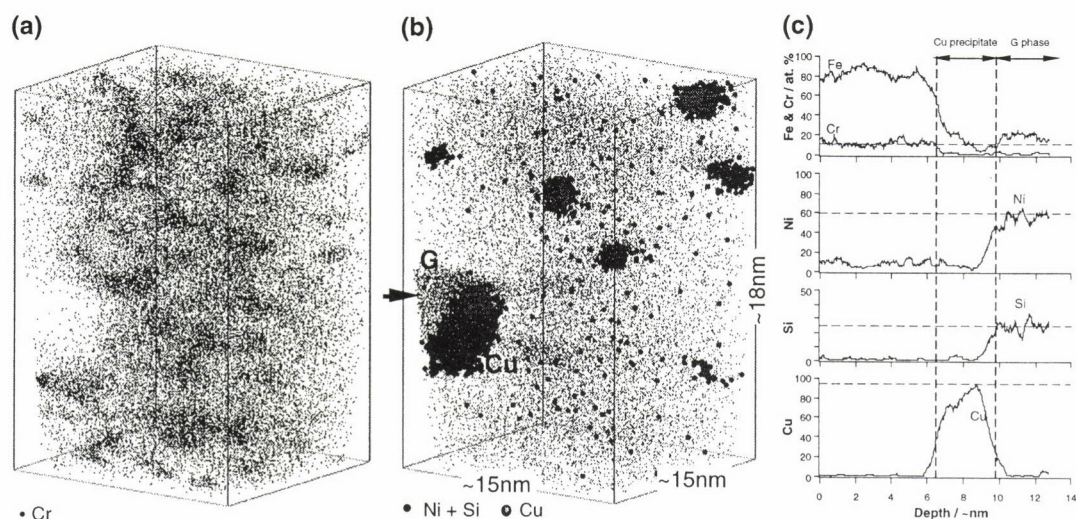


図11 400°Cで500hアニールされたPH17-4ステンレス鋼の三次元アトムプローブによる分析結果
(a)Crマップ、(b)Ni,Si,Cuマップ、(c)G/Cu界面での濃度プロファイル¹⁹⁾

しているように観察される。ところが三次元アトムプローブによる分析により、Ni,Si,Mnは実はCu析出物に分配しているのではなく、Cu析出物に隣接してG相とよばれるシリサイドが析出していることが分かった。図11(a),(b)は同一の試料を三次元アトムプローブにより分析して得られた三次元元素マップである。スピノーダル分解によるCrの濃度変調は図11(a)に示されるように三次元空間中のCr原子の密度変化から明瞭に観察される。同時に図11(b)に示されるように5 nm程度のCu析出物が高密度で存在している様子も観察される。またG相とよばれるシリサイドが図11(b)の矢印で示されるように観察される。図11(c)は三次元アトムプローブのデータで、Cu相とG相の接触している領域から選択的に測定した濃度プロファイルの一例である。Cu析出物に隣接して55at.%Ni,25at.%Si,20at.%Feの組成を持つG相が観察され、Ni,SiはいずれもCu相には固溶していないことが明瞭に観察される。またこのデータはPH17-4鋼の時効後期でG相がCu析出物の界面で不均一核生成により析出したことを初めて示した例である。このように、三次元アトムプローブでは原子の位置を観察しながら局所濃度の解析ができるので、一次元アトムプローブで生ずるような微細析出物を他相や母相とともに分析してしまうことにより生ずる分析誤差を最小限にとどめることができる。

6 おわりに

アトムプローブは局所分析装置としての究極的な分解能と定量性を有するにもかかわらず、これまで限られたグループだけで用いられてきたマイナーな実験手法である。

これには試料形状の特殊性や、FIMというかなり特殊な技術が必要であるなどの理由に加え、商用装置に十分なサポートが得られないこと、さらに専門家を育成する研究室が限られていることなどが原因であるかもしれないが、最大の原因はこれまでこの分野の研究者が十分にその有用性を材料研究者に示すことが出来なかったということであろう。確かにアトムプローブを用いて電子顕微鏡的な感覚で限られた工程の中で効率的に材料解析を行っていくことは容易ではない。しかし、三次元アトムプローブは装置が完成されてしまえばその稼働は比較的容易であり、また最近では商品化された装置を購入することも可能である。さらに三次元アトムプローブは比較的低い電界で原子を蒸発させるので、従来型のアトムプローブで非常に大きな問題となった試料破壊の頻度が少ないという特徴も有している。また完全に定量的なデータを得るためには、三次元アトムプローブといえどもかなり周到な実験が必要であるが、多くの材料開発現場においてはどの相にどの元素がどの程度入っているなどという比較的定性的なデータでも重要な意味を持つてくることが多いので、今後三次元アトムプローブは金属系企業材料解析研究室などで利用されても不思議ではない。サブナノメートルの分解能で軽元素を含めた合金中の元素の分布をほぼ定量的に20×20×50nm程度の実格子空間で表示できる三次元アトムプローブの威力は、それに注がなければならない労力と投資に見合う成果を与える。

なお、アトムプローブ法に関する原理の解説、多くの分析例、FIM像のコレクション、文献に関する最新の情報は金材研アトムプローブのホームページ<http://inaba.nrim.go.jp/apfim/>で得ることができる。

参考文献

- 1) R. Wagner : Field-Ion Microscopy (Crystals-growth, properties, and applications ; Vol. 6), Springer-Verlag, Berlin, (1982)
- 2) M. K. Miller, A. Cerezo, M. G. Hetherington and G. D. W. Smith : Atom Probe Field Ion Microscopy, Oxford University Press, Oxford, (1996)
- 3) A. Cerezo, T. J. Godfrey and G. D. W. Smith : Rev. Sci. Instrum., 59 (1988), 862.
- 4) D. Blavette, B. Deconihout, A. Bostel, J. M. Sarrau, M. Bouet and A. Menand : Rev. Sci. Instrum., 64 (1993), 2911.
- 5) 宝野和博, 桜井利夫 : 軽金属, 42 (1992), 236.
- 6) 宝野和博, 岡野 竜, 桜井利夫 : まてりあ, 34 (1995), 578.
- 7) 宝野和博, 桜井利夫 : まてりあ, 35 (1996), 843.
- 8) 宝野和博 : まてりあ, 35 (1996), 267.
- 9) 宝野和博 : 電子顕微鏡, 31 (1996), 74.
- 10) K. Hono and M. Murayama : High Temperature Materials and Processes, 17 (1998), 69.
- 11) K. Hono and D. H. Ping : Mater. Char., (1999), in press.
- 12) S. P. Ringer and K. Hono : Mater. Char., (1999), in press.
- 13) R. Okano, K. Hono, K. Takanashi, H. Fujimori and T. Sakurai, J. Appl. Phys. 77 (1995), 5843.
- 14) B. W. Krakauer, J. G. Hu, S.-M. Juo, R. L. Mallick, A. Seki, D. N. Seidman, J. P. Baker and R. J. Loyd : Rev. Sci. Instrum. 61 (1990), 3390.
- 15) N. Hasegawa, K. Hono, R. Okano, H. Fujimori and T. Sakurai : Appl. Surf. Sci., 67 (1993), 407.
- 16) D. J. Larson, D. T. Foord, A. K. Petford-Long, T. C. Anthony, I. M. Rozdilsky, A. Cerezo and G. D. W. Smith : Ultramicroscopy, 75 (1998), 147.
- 17) S. J. Sibrandij, A. Cerezo, T. J. Godfrey and G. D. W. Smith : Appl. Surf. Sci., 94/95 (1996), 428.
- 18) Y. W. Wu, D. H. Ping, K. Hono and A. Inoue : IEEE Trans. Mag., in press.
- 19) M. Murayama, Y. Katayama and K. Hono : Met. Mater. Trans. A, 30A (1999), 345.

(1999年2月24日受付)