SEM の像コントラストを活用した Cr–Mo 鋼中微細析出物の同定と相別分布の可視化

中村 貴也 佐藤 馨 名越 正泰 小形 健二
北原 保子 櫻田 委大

JFE テクノリサーチ株式会社

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 82, No. 5 (2018), pp. 169–175
© 2018 The Japan Institute of Metals and Materials

Identification and Visualization of Fine Precipitates in a Cr–Mo Steel Using SEM Contrasts

Takaya Nakamura, Kaoru Sato, Masayasu Nagoshi, Kenji Ogata, Yasuko Kitahara and
Tsuguo Sakurada

JFE Techno-Research Co. Ltd., Kawasaki 210–0855

A precise characterization of fine precipitates is crucial because these precipitates control mechanical properties of steel materials. Different types of carbide precipitates appear in heat resistant Cr–Mo steels. Their identification requires characteristic X-ray and diffraction analysis because it is usually not possible to differentiate carbides from their size and morphology alone. Latest scanning electron microscopes that are equipped with multiple image detectors can give rich information on microstructures. Thus, in this paper, we study the conditions where secondary electron (SE) and/or backscattered electron image contrast will clarify the types of precipitates in a common 2.25Cr–1Mo steel. A mechanically polished bulk specimen was observed by systematically changing the SEM the acceleration voltages and working distances. We have found that low accelerating voltages with a short working distance enables differentiation of four types of carbides and AlN precipitate in this steel. A small penetration depth of primary electrons and selective acquisition of SE/BSE is the key to extracting material contrast. This technique will allow quantification of size, distribution and area fraction of each precipitate for a large area using a bulk specimen. [doi:10.2320/jinstmet.JBW201709]

(Received December 26, 2017; Accepted February 16, 2018; Published April 6, 2018)

Keywords: scanning electron microscope, contrast, signal acceptance, precipitation, identification of precipitation, visualization, quantitative evaluation

1. 緒 言

機械強度をはじめとする鉄鋼材料の諸特性は、材料の微細組織と密接な関係がある。それゆえ、材料に目的の特性を付与するため、多種多様の精緻な組織制御が行われている。一例として、数 nm の微細な炭化物の析出を利用した力学特性の改善があり¹⁾、材料を設計する上で、微細析出物の評価は重要な位置を占めている。

従来から行われてきた鋼中の微細析出物の評価方法に、薄膜試料や抽出レプリカ試料を用いた透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)観察がある。抽出レプリカ試料は、母材のみを選択的に腐食し、母材上に残った析出物を、蒸着によって作製した支持膜上に転写することで作製する²⁾。抽出レプリカ法は、母材の影響なしに分析ができるという点で優れており、エネルギー分散型 X 線分光法(EDX: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)による元素分析と電子回折を組み合わせることで、析出物の相同定を行える。

TEM と同様、電子線をプローブとする顕微鏡に走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)がある。SEM は TEM と比較して、観察に用いる試料の調整が比較的容易である。また SEM は、バルク試料を用いて、数十倍から十万倍

を超える倍率での観察が可能である。近年では、電界放出型電子銃(FEG: Field Emission Gun)の搭載によって高解像度での観察が可能となり、1 keV 以下の極低加速電圧での観察も普及している。また、複数の二次電子(SE: Secondary Electron)および反射電子(BSE: BackScattered Electron)の検出器を搭載した SEM も市販されており、観察条件や検出器を適切に選択することで、試料の持つさまざまな情報を分離して可視化することが可能となってきた^{3–7)}。

このような装置および技術の発展に伴い、材料中の nm オーダーの微細な析出物を、SEM でも評価できるようになってきた。複数の検出器を搭載した SEM を用いて、SE や BSE を選択的に検出することで、析出物の種類を反映した像コントラストが得られる可能性がある。この手法が確立できれば、元素分析を行わずに、SEM 像の撮影のみで迅速な析出物の評価が実現できる。

これまでも、SEM 像のコントラストによる析出物の評価は、耐熱鋼分野などでいくつか報告がある^{8–10)}。耐熱鋼において、クリープ損傷と析出物の状態(種類、サイズ、分布、数密度など)には密接な関係があり、析出物の粒径や面積率、平均間隔などの定量化も行われている^{8,11–13)}。ただし、観察条件の詳細な検討については述べられていない。最適な観察条件および検出器を用いることで、多種類の析出物をコントラス

トから識別できると期待される。

本報では、SE や BSE のエネルギー範囲および放出角度範囲、いわゆるアクセプタンスを制御することで、SEM 像のコントラストから複数の析出物を同定する手法について検討を行った。また、析出物の SEM 像コントラストを画像解析することで、析出物の相別定量評価も試みた。

2. 実験方法

2.1 供試材および分析手法

本実験では、観察手法を検討する試料として、多種類の析出物が存在する 2.25Cr-1Mo 鋼を選択した。供試材は、約 540℃、27 万時間以上使用された鋼材から切り出したものである。Table 1 に、本実験で用いた 2.25Cr-1Mo 鋼の化学組成を示す。試料中の析出物の種類と組成を明らかにするため、カーボン抽出レプリカを作製し、TEM による観察と EDX による元素分析、および電子回折による析出物の同定を行った。TEM は、球面収差補正装置を搭載した日本電子製の JEM-ARM200F を用いた。EDX 分析には、Thermo Fischer Scientific 社製の NSS を使用した。

次に、TEM の分析で明らかとなった析出物の情報をもとに、SEM による観察を行い、各析出物の種類を像コントラストから識別できる条件を探索した。SEM は、ショットキー型の FE 電子銃を搭載した Carl Zeiss Microscopy 製の ULTRA55 を用いた。EDX 分析には、TEM と同じく、Thermo Fischer Scientific 社製の NSS を使用した。10 mm 角程度に切出したバルク材を導電性樹脂に埋込み、コロイダルシリカにより仕上げ研磨を行った後、直ちに SEM に導入した。

2.2 SEM で得られる像の特徴

本実験で使用した ULTRA55 は、複数の SE 検出器と BSE 検出器を搭載している。これら検出器を使い分けることで、SE および BSE がもつさまざまな情報を、分離して可視化することが可能である。Fig. 1 に、検出器の配置を模式的に示す。搭載された各検出器の特徴については、既に立花¹⁴⁾らによる報告がある。ULTRA55 は、磁場・静電界複合型対物レンズを有している。このレンズシステムでは、表面から発生した SE は静電場によって鏡体方向に加速される。鏡体内に位置するインレンズ SE 検出器では、表面から発生した SE のうち、主に低エネルギーの SE を検出している。低エネルギーの SE は仕事関数、局所的な帯電による表面ポテンシャルの変化などの影響を受けやすいとされている。このため、インレンズ SE 検出器では、物質の違いに敏感な像が得られる^{3,14,15)}。また、インレンズ BSE 検出器の直前には、Energy Filter Grid とよ

ばれる電極が配置されている。この Grid へのバイアス印加により、低エネルギーの SE を追い返し、BSE を選別して検出することができる。本研究では、上述のインレンズ SE 検出器およびインレンズ BSE 検出器の 2 種類を用いた。インレンズ SE 検出器を用いて物質の違いを強調したコントラストを、インレンズ BSE 検出器を用いて、平均原子番号 (Z) を強調したコントラストを得ることを狙った。

2.3 SEM の観察条件

加速電圧や作動距離 (対物レンズと試料間の距離、WD: Working Distance) などの観察条件によって、各検出器が捉える SE や BSE が変化する。この結果、観察条件によって、得られる像のコントラストが変化する。本実験では、信号のアクセプタンス制御のため、加速電圧と WD を段階的に変化させて観察を行った。具体的には、加速電圧は 0.3 kV、1 kV、5 kV、15 kV の 4 条件で、WD は 2 mm、5 mm、20 mm の 3 条件で観察した。インレンズ BSE 検出器の Grid 電圧は、加速電圧 1 kV 以下のときは加速電圧より 100 V 低い値に設定し、加速電圧 5 kV および 15 kV のときは最大電圧の 1500 V に設定した。一連の観察条件の中から、

- I. 微細な析出物を含め、すべての析出物の分布を確認できる。
- II. 析出物の種類を反映した明瞭なコントラストが得られる。

の両方を満足する条件を最適条件とした。

なお 3.3 節で後述するように、析出物を識別するためには、インレンズ SE 像とインレンズ BSE 像の両方のコントラストを利用することが望ましい。したがって本実験では、加速電圧と WD を変化させ、インレンズ SE 像およびインレンズ BSE 像を同時に取得し、両者から析出物の識別ができる条件を検討した。

Fig. 1 Schematic diagram of lens and detector configuration of the SEM used in this study.

Table 1 Chemical composition of the 2.25Cr-1Mo steel used in this research. (mass %)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
0.10	0.31	0.50	0.013	0.007	0.01	0.04	2.27	0.97	0.007
Sn	As	Sb	Ti	Nb	N	Al	O	Fe	
<0.001	0.003	<0.005	0.001	0.004	0.0096	0.009	0.0034	Bal.	

3. 実験結果

3.1 TEM 分析結果

Fig. 2 に、代表的な析出物の TEM 明視野像を示す。観察と分析は、加速電圧 200 kV で実施した。複数の析出物について EDX による元素分析と電子回折を行った結果、Fig. 2 に示すように M_2C (六方晶または斜方晶)、 M_6C (立方晶)、 $M_{23}C_6$ (立方晶)、 M_7C_3 (六方晶) の 4 種類の炭化物、および AlN の計 5 種類の析出物が確認された。これらの析出物は、長時間高温環境にさらされた 2.25Cr-1Mo 鋼で一般的に観察されるものである^{2,12,16-21)}。

炭化物のうち、 M_2C は Mo を多く含む針状や棒状の形態であり、主に粒内に分布していた。 M_6C は Mo に加えて Si を含んでいるのが特徴であった。また $M_{23}C_6$ と M_7C_3 は、ともに Cr と Fe を多く含む析出物で、 M_7C_3 は $M_{23}C_6$ と比較して、Mo の

割合が少なかった。

炭化物を形状の観点で比較すると、 M_2C は細長い針状や棒状形態のものが多く、それ以外の炭化物の大部分が塊状であった。なお、 $M_{23}C_6$ の一部には、Fig. 2(c) に示すように、棒状の形態を有するものもみられた。これらの結果から、TEM による形状観察のみから、各炭化物を識別することは困難であることがわかった。

3.2 SEM 観察結果

3.2.1 インレンズ SE 像

Fig. 3 に、各観察条件におけるインレンズ SE 像の一覧を示す。観察条件によって、析出物のコントラストや像の鮮明さが変化している様子がわかる。加速電圧 1 kV、WD 5 mm の像に着目すると、3 種類の異なるコントラストの析出物 i ~ iii が認められ、各析出物のコントラスト差も明瞭である。また、点線内の 150 nm 前後の微細な析出物の分布も確認でき

Fig. 2 Typical bright-field TEM images of precipitates in 2.25Cr-1Mo steel, (a) M_2C , (b) M_6C , $M_{23}C_6$, M_7C_3 and (c) $M_{23}C_6$.

Fig. 3 In-lens SE images for identical area of 2.25Cr-1Mo steel obtained with accelerating voltage of 0.3, 1, 5, 15 kV and WD of 2, 5, 20 mm.

る。一方、他の条件の一部(例えば加速電圧 1 kV, WD 2 mm や加速電圧 15 kV, WD 5 mm)では、析出物 ii が母材とほぼ同等のコントラストを呈しており、母材との識別ができない。また高加速電圧条件(例えば加速電圧 15 kV, WD 5 mm)では、点線内の微細な析出物の分布が確認できない。

以上の結果より、インレンズ SE 像の最適条件(2.3節で示した要件 I および II を満たす観察条件)は、加速電圧 0.3 kV, WD 2 mm と加速電圧 1 kV, WD 5 mm であった。

3.2.2 インレンズ BSE 像

Fig. 4 に、インレンズ SE 像と同じ観察条件におけるインレンズ BSE 像を示す。加速電圧 1 kV, WD 2 mm の像に着目すると、複数の異なるコントラストの析出物(i ~ iii)が認められ、各析出物のコントラスト差も明瞭である。点線内の 150 nm 前後の微細な析出物の分布も確認できる。一方、加速電圧 5 kV 以上では、点線内の微細な析出物を確認できない。加えて、加速電圧 15 kV においては、析出物 ii が母材とほぼ同等のコントラストであり、母材との識別ができない。また、明るいコントラストで析出物 i が確認できるものの、そのコントラストや母材との境界は不明瞭である。加速電圧 0.3 kV, WD 2 mm の像では、他の条件と異なり、析出物 iii を除いて同等の暗いコントラストを呈しており、析出物 i と ii の識別ができていない。

インレンズ BSE 像における最適条件(2.3節で示した要件 I および II を満たす観察条件)は、加速電圧 1 kV, WD 2 mm と加速電圧 1 kV, WD 5 mm であった。

以上の検討より、インレンズ SE 像およびインレンズ BSE 像の両者に共通した最適条件は、加速電圧 1 kV, WD 5 mm であった。したがって、以降の SEM の検討では、加速電圧 1 kV, WD 5 mm の条件を用いることとした。

3.3 SEM 像のコントラストと析出物相の対応

本節では、像のコントラストと析出物相の対応を解析した。3.2節で選定した観察条件、すなわち加速電圧 1 kV, WD 5 mm にて、Fig. 3, 4 と別の視野を観察し、得られた像(Fig. 5)をコントラストの解析に用いた。Fig. 5(c)および(d)は、それぞれ Fig. 5(a)および(b)の四角枠を拡大したものである。Fig. 5(c)および(d)より、40 nm 程度までの微細な析出物の分布を確認できる。

インレンズ SE 像とインレンズ BSE 像を見比べることで、Fig. 5(c)および(d)に示すような、コントラストが異なる 4 種類の析出物(A ~ D)を確認できる。ここで、析出物 A と A' は同等のコントラストである。A は 400 nm 程度の塊状形態で粒界に存在するのに対し、A' は A と比較して微細で細長い形状を有しているものが多く粒内に存在していた。これらの特徴と 3.1 節の TEM の分析結果との比較から、A' は M_2C であると推測される。

各析出物のコントラストをより詳細に解析するため、析出物 A ~ D および A' について、インレンズ SE 像とインレンズ BSE 像の輝度(0 ~ 255)の関係をプロットした。Fig. 6(a)に、その結果を示す。横軸がインレンズ BSE 像の輝度を、縦軸がインレンズ SE 像の輝度を表している。輝度の測定は、Fig. 5(a)および(b)の像について行った。輝度のばらつきを考慮し、各析出物から、析出物の中央付近で選んだ点を中心とする 16 ピクセルの輝度を抽出し、その平均値を採用した。析出物 A, B および A' は各 20 個を、析出物 C および D は、視野内で認められたもの全てを対象とした(C: 2 個, D: 13 個)。同様に、母材のコントラストの評価も行った。Fig. 5(a)に示す Grain 1 ~ Grain 3 の各結晶粒から任意に 10 箇所を選び、選ん

Fig. 4 In-lens BSE images for identical area of 2.25Cr-1Mo steel obtained with accelerating voltage of 0.3, 1, 5, 15 kV and WD of 2, 5, 20 mm.

Fig. 5 SEM images of 2.25Cr-1Mo steel obtained with accelerating voltage of 1 kV/WD of 5 mm using (a) in-lens SE detector and (b) in-lens BSE detector. (c) and (d) are magnified images of the squared areas in (a) and (b), respectively.

だ点を中心とする16ピクセルの輝度の平均値を求めた。

インレンズ SE 像およびインレンズ BSE 像ともに、結晶粒ごとに母材のコントラストが異なる。試料を傾斜して確認したところ、傾斜角によって、結晶粒ごとに母材のコントラストの変化が認められたため、これらはチャネリングコントラストであると結論づけた。

青山ら⁶⁾は、加速電圧が低くても、試料法線方向に近い後方に散乱された反射電子を用いた像は Z コントラストが優勢になることを報告している。今回のように、表面の歪の影響を極力除去した試料を観察した場合には、同様の方向に散乱された反射電子像にも結晶方位を反映したチャネリングコントラストが現れることがわかる。一方で、析出物では、試料傾斜によるコントラストの変化はみられなかった。したがって、析出物からのコントラストへの結晶方位の影響は小さいと考えられる。

Fig. 6(a)からわかるように、インレンズ BSE 像は、析出物 A の輝度が析出物 B～D に比べて高く、析出物 A の識別に有効である。析出物 B, C と母材の輝度範囲は重複し、そのため、析出物 B や C の一部は母材と同化し、識別できない。一方、インレンズ SE 像では、析出物 B, C と母材の輝度に重複がなく、これらの識別が可能である。インレンズ SE 像とインレンズ BSE 像をあわせてみていくことで、各析出物の識別ができる。

析出物 A～D の相を確認するため、EDX による元素分析を実施した。Fig. 6(b)～(e)に、EDX スペクトルを示す。分析は、加速電圧 5 kV で実施した。A'は微細なため、EDX 分析では母材の情報を強く反映し、母材のスペクトルとの差がみられなかった。3.1節の TEM の分析結果における各析出物の組成情報とあわせ、A は M_6C 、B は $M_{23}C_6$ 、C は M_7C_3 、D は AlN と決定できた。

以上のように、SEM 像コントラストのみで析出物 A～D の識別ができる。このため、EDX の元素分析を行わずとも、 M_2C 、 M_6C 以外の析出物の同定が可能となる。 M_2C と M_6C は、その形状と析出位置から区別が可能である。なお、Fig. 6(a)の A(M_6C)と A'(M_2C)は輝度範囲が重複しているものの、各分布の集中点は異なるようにみえる。観察条件の調整や画像の階調を大きくすることによって、像コントラストから両者を分離・識別できる可能性がある。今後、像コントラストでの M_2C と M_6C の識別を検討していく。

4. 多値化による析出物相ごとの分布の可視化と面積率の評価

3.3節で明らかとなった各析出物と SEM 像のコントラストの関係をもとに、画像解析を用いて、析出物相ごとに分布の可視化を試みた。3.3節で述べたように、 M_2C と M_6C は輝度が重複しているため、Fig. 7 および Table 2 における Class III では両者をあわせて解析した。画像解析にあたり、析出物と母材の輝度範囲の重複がなかったインレンズ SE 像を用いた。

Fig. 7(a)の SEM 像は、Fig. 5 とは別視野で撮影したインレンズ SE 像である。各相に対応する 5 つの輝度範囲 (Table 2 に示す) を画像から抽出することで、析出物相ごとの分布を可視化した。Fig. 7(b)に、5 値化した結果を示す。Table 2 に、析出物相ごとの総面積および面積率を示す。

このように、輝度解析によって各析出物相の分布を明瞭に可視化でき、面積率などを定量的に評価できることがわかった。本手法により、これまでは難しかった、広領域における定量的な析出物分布の評価が実現する。例えば、溶接部における母材から熱影響部にかけての析出物相ごとの分布の変化も、迅速かつ定量的に評価ができる。

Fig. 6 (a) Relationship between brightness of the in-lens BSE image and the in-lens SE image shown in Figs. 5(a) and (b) for each precipitates and matrix. (b)–(e) EDX spectra for each precipitate.

Fig. 7 (a) In-lens SE image of 2.25Cr-1Mo steel obtained with accelerating voltage of 1 kV/WD of 5 mm. (b) Multivalued image of (a).

Table 2 Total area and area fraction of each precipitate type obtained from quantitative analysis of the multivalued image shown in Fig. 7(b).

Class	Phase	Range of brightness	Total area (μm ²)	Area fraction (%)
I	M_7C_3	0~72	0.2	0.1
II	$M_{23}C_6$	73~133	1.7	0.8
III	M_6C	134~184	1.9	0.9
IV	Matrix	185~249	211.9	97.9
V	AlN	250~255	0.6	0.3

5. 考 察

5.1 インレンズ SE 像のコントラスト

2.2節で述べたように、インレンズ SE 検出器では、低エネルギーの SE を多く検出するため、一般的に物質の違いを強

調した像が得られる。しかし WD を変えると、アクセプタンスが変化し、インレンズ SE 検出器で得られる像の情報・コントラストも変化する⁷⁾。析出物の種類を反映した明瞭なコントラストを得るためには、低エネルギーの SE を選択的かつ効率的に取り込む観察条件に設定し、物質の違いを最大限に反映した情報を得る必要があると考えられる。

また低加速電圧条件では、高加速電圧条件と比較して、入射電子の試料中での拡散が抑えられ、入射電子の横方向への広がりも小さくなる。このことは、実効的な像の空間分解能の向上につながる²²⁾。

今回のインレンズ SE 像の結果で、各析出物の明瞭なコントラストと高い分解能が得られたのは、(1)WD を最適化し、アクセプタンスを制御したことで、物質の違いに敏感な低エネルギーの SE を選択的かつ効率的に取込む条件に設定できたこと、(2)低加速電圧(1 kV)での観察によって、高空間分解能での観察を実現できたこと、によると考えられる。

インレンズ SE 検出器で得られる像のコントラストは、仕事関数や局所的な帯電による表面ポテンシャルの変化など、さまざまな因子が複雑に影響しあって形成されている。今回得られた各析出物のコントラストの発現メカニズムについては、今後検討していく必要がある。

5.2 インレンズ BSE 像のコントラスト

インレンズ BSE 像のコントラストが、平均原子番号の違いで説明できるかどうか検証を行った。Fig. 8 に、各析出物および母材の平均原子番号 (Z) とインレンズ BSE 像の輝度の関係を示す。図中に、炭化物 (M_2C , M_6C , $M_{23}C_6$ および M_7C_3) のプロットについて線形近似した直線をあわせて示す。各炭化物の平均原子番号は、文献²¹⁾に記載の化学組成を参考とし、 M_2C : 27.1, M_6C : 29.2, $M_{23}C_6$: 21.8, および M_7C_3 : 19.8 と算出した。計算に用いた化学組成は、 M_2C は $(Cr_{0.2}Fe_{0.05}Mo_{0.75})_2C$, M_6C は $(Cr_{0.05}Fe_{0.5}Mo_{0.45})_6C$, $M_{23}C_6$ は $(Cr_{0.45}Fe_{0.5}Mo_{0.05})_{23}C_6$, M_7C_3 は $(Cr_{0.57}Fe_{0.38}Mo_{0.05})_7C_3$ である。また、 $(Cr_{2.42}Fe_{97.0}Mo_{0.58})$ として計算した母材の平均原子番号は、26.0 であった。

Fig. 8 より、インレンズ BSE 像の輝度と炭化物の平均原子番号には相関がみられる。このことは、インレンズ BSE 像のコントラストが炭化物の平均原子番号を反映していることを強く示唆している。母材部のデータは、炭化物の近似直線から外れている。これは、3.3 節で述べた、結晶方位コントラストの影響が一因と考えられる。AIN のデータは輝度のばらつきが大きく、近似直線からも外れているようにみえる。これは、AIN が他の析出物と比較して平均原子番号が小さく、かつ微小なものが多いため、入射電子が母材まで到達し、母材の信号と重畳しやすいことが原因と考えられる。また、1 kV 程度以下の低加速電圧では、平均原子番号と BSE 像のコントラストが逆転するとの報告もある²³⁾。このため、低加速電圧における BSE 像コントラストの活用は、慎重に行う必要がある。

6. 結 論

2.25Cr-1Mo 鋼の鏡面研磨断面の SEM 観察を行い、各種炭

Fig. 8 Relationship between average atomic number and brightness of in-lens BSE image for each precipitate and matrix.

化物 (M_2C , $M_{23}C_6$, M_7C_3 , M_6C) および AIN を識別できる加速電圧・WD の条件を見出した。

(1) 加速電圧 1 kV, WD 5 mm におけるインレンズ SE 像およびインレンズ BSE 像を用いて、像コントラストから、 $M_{23}C_6$, M_7C_3 および AIN を識別できた。

(2) M_2C と M_6C は SEM 像のコントラストのみでは分離できないが、形状と析出位置から推測が可能である。像コントラストによる M_2C と M_6C の分離は、今後の課題である。

(3) 析出物がインレンズ SE 像で識別できたのは、アクセプタンス制御により、低エネルギーの SE を選択的に検出できたこと、かつ低加速電圧条件により、空間分解能が向上したこと、によると考えられる。

(4) 加速電圧 1 kV, WD 5 mm におけるインレンズ BSE 像において、炭化物のコントラストは、平均原子番号 (Z) に対応していることがわかった。

(5) インレンズ SE 像の多値化により、各析出物の分布と面積率の評価ができた。これにより、バルク試料を用いた、溶接部などの広領域における析出物分布の定量的評価が実現する。

文 献

- Y. Funakawa, T. Fujita and K. Yamada: JFE Giho **30** (2012) 1-5.
- The Japanese Society of Microscopy Electron Microscopy Summer School Executive Committee: *Denshikimbikyō kisogijutsu to oyo 1994*, (INTERDISCIPLINARY PLANNING, Tokyo, 1994) pp. 89-101.
- T. Aoyama, M. Nagoshi and K. Sato: JFE Giho. **37** (2016) 16-21.
- K. Sato: KENBIKYO **50** (2015) 173-179.
- M. Nagoshi: J. Japan Inst. Met. Mater. **78** (2014) 401-407.
- T. Aoyama, M. Nagoshi, H. Nagano, K. Sato and S. Tachibana: Tetsu-to-Hagane **96** (2010) 654-658.
- M. Nagoshi, T. Kawano and K. Sato: Surf. Interface Anal. **48** (2016) 470-473.
- M. Kimura, M. Hayakawa, K. Yamaguchi and K. Kobayashi: JHPI **45** (2017) 22-29.
- K. Arisue, N. Komai, T. Kimura, K. Nomura, K. Kubushiro, N. Fukuzawa, T. Ueno, K. Sawada, K. Sekido, Y. Taniuchi and K. Kimura: CAMP-ISIJ **29** (2016) 854.
- T. Hara: Hitachi Hyoron **98** (2016) 36-40.
- N. Nishimura, K. Iwamoto, T. Hashimoto, M. Fujita and T. Imamoto: Mitsubishi Juko Giho **37** (2000) 46-49.
- Z. Yongtao, M. Lede, W. Xiaojun, Z. Hanqian and L. Jinfu: Mater. Trans. **50** (2009) 2507-2511.
- M. Nakahashi, S. Komatsu, S. Nakamura and M. Yamada: J. Japan Inst. Metals **47** (1983) 426-431.
- S. Tachibana: KENBIKYO **43** (2008) 174-176.
- M. Nagoshi, T. Kawano and K. Sato: J. Surf. Finish. Soc. Jpn. **54** (2003) 31-34.
- B. B. Jha, B. K. Mishra, B. Satpati and S. N. Ojha: Mater. Sci. Pol. **28** (2010) 335-346.
- W. F. Lima, G. Rigueira, H. C. Furtado, M. B. Lisboa and L. H. Almeida: J. Mater. Res. **20** (2017) 418-422.
- J. G. Nawrocki, J. N. Dupont, C. V. Robino and A. R. Marder: Metall. Mater. Trans. A **32** (2001) 2585-2594.
- B. A. Marinkovic, R. R. Avilez, S. K. Barros and F. C. R. Assuncao: Mat. Res. **5** (2002) 491-495.
- Y. Watanabe and T. Shoji: Journal of the Society of Materials Science **40** (1991) 89-95.
- K. Sato, M. Terasaka, H. Suzuki and T. Takano: 1st Meeting of Analytical Electron Microscopy Division, (The Japanese Society of Microscopy, 1985) p. 65.
- T. Kawano, M. Nagoshi and K. Sato: JFE Giho **13** (2006) 5-8.
- A. Mendez-Vilas and J. Diaz: *Modern Research and Educational Topics in Microscopy*, (FORMATX, Badajoz, 2007) pp. 795-804.