

Fig. 9. Variations of oxygen in molten steel during tapping.

中の酸素は多少とも減少すべきであるが実際には低炭素鋼の場合ほとんど増加している。これは出鋼口より取鍋底部まで最高約 2m 程度の落差があるのでその間の酸化によるもので、また高炭素鋼においては全然増加せずむしろ減少していて実験結果と全く同じ傾向を示す。したがって実際作業においては鋼種の空気による酸化の特性を把握して対処すべきである。また高炭素鋼などのごとく酸化の少ない鋼熔の場合は他の原因による酸化物(脱酸生成物、耐火物の侵蝕生成物)もまた少ないので鋼材の酸化物系介在物中空気酸化によつて生成される酸化物の占むる割合が大となるようなことがあるので、いずれにしても熔鋼の空気による酸化を可及的に軽減のごとく操業することがのぞましい。このためには形状や品質の改良によつて熔鋼流の乱れを生じないノズルの使用、高速鑄込、熔鋼の鎮静、鑄込高さの低下などによつて空気との接触を可及的に避けるとともに化学成分的には

Al, Si などの過量使用禁止、同一熔鋼でも可能な範囲で C 量を高目とすることなどの着意が必要であろう。

以上鋼中酸化物系介在物の主要原因として、造塊過程における熔鋼の空気による酸化について行なつた実験結果を述べたが引続き現場作業に対する定量的指針をえるために研究をすすめたいと考えている。

終りに本研究の発表を許可せられかつ種々御鞭達を賜つた、株式会社日本製鋼所常務取締役室蘭製作所長柳武氏同取締役副所長皆川孝光氏に深謝するとともに有益なる御助言をあたえられた北海道大学工学部吉井助教授に謝意を表す。さらに実験ならびに分析に従事された曾我政雄、竹林朝雄、須藤実および鎌田隆吉、藤森英一の諸氏に御礼申し上げる。(昭和 32 年 3 月寄稿)

文 献

- 1) 前川, 中川: 鉄と鋼, **43** (1957) 1098
- 2) 柴田: 鉄と鋼, **23** (1937), 513
- 3) 的場, 同上, **25** (1939), 194
- 4) W. Geller u. K. Dicke: Archiv Eisenh., **17** (1943), 431
- 5) J. Chipman, J. B. Gero & T. B. Winkler: J. Metals, **2** (1950), 341
- 6) F. Körber u. W. Oelsen: Mitt. K.-W. Inst, Eisen, **15** (1933), 271
- 7) J. Chipman: Trans. Am. Soc. Metals, **22** (1934), 385
- 8) J. Chipman & A. M. Samarin: Metals. Tech, **4** (1937), 444
- 9) 前川, 中川: 鉄と鋼, **41** (1955), 1237

電子顕微鏡による鋼中の非金属介在物の直接観察†

芥川 武*・内山 郁**・深見 章***

DIRECT OBSERVATION OF NON-METALLIC INCLUSIONS IN STEEL WITH AN ELECTRON MICROSCOPE

Takeshi Akutagawa, Iku Uchiyama and Akira Fukami

Synopsis:

It is significant to study on the inclusion in steel. The authors tried the direct observation of inclusions in steel with an electron microscope by extraction replica technique using evaporated

† 昭和 31 年 4 月本会講演大会にて発表 * 東京大学工学部教授 工博
** 科学技術庁金属材料技術研究所 *** 東京大学工学部総合試験所

carbon film. The evaporated carbon film has many advantageous characteristics needed to act as extraction replica such as being amorphous, chemically inert and stable for electron bombardment or having large mechanical strength, etc.

Some new techniques were used in operating extraction replica: (1) Cleaning the etched specimen surface. (2) Evaporation technique for carbon. (3) Separating the carbon film from the specimen surface.

The authors observed some inclusions, that is, TiN, FeS, SiO₂ and MnS etc, in steels by this technique. Moreover, for the purpose of obtaining the sharp electron diffraction pattern, they have observed the extractive (manganese sulfide in sulfuretted free-cutting steel) with a high-voltage electron microscope. As the result of increasing beam potential, some new effective facts were obtained.

I. 緒 言

従来鋼中の非金属介在物の判定には、試料を研磨した後、腐蝕前または腐蝕後の介在物の形状、着色状態その他を検鏡し、あるいは酸またはハロゲン塩溶液などにより地鉄を溶し去った残渣についてX線回折、化学分析を行ない、これらにより推論しているのであるが、決定的といえず、個々の介在物の判定法の確立は未だしの観がある。近年、酸化被膜法¹⁾、薄膜試料を作る方法²⁾、プラスチックを用いて介在物を機械的に剝離し、観察ならびに電子線回折によつて判定する方法³⁾などが発表されている。その後、R. M. Fisher⁴⁾がプラスチック1段レプリカ法による炭化物の“extraction replica”を報告し、さらに炭化物については、Hans-Kurt Görlich⁵⁾、H. Aborn⁶⁾、A. Schrader⁷⁾、H. Goosens⁸⁾、E. Smith⁹⁾およびJ. Nutting¹⁰⁾などが同様な研究を報告している。本実験においては、カーボン蒸着膜をレプリカ膜として使用することにより非金属介在物を膜上に移し取り、その電子顕微鏡による観察と視野制限による電子線回折を併せ行うことにより、非金属介在物を判定することを試みた。

II. Extraction Replica

extraction replica をうるためにはつぎの操作を必要とする。Fig. 1は、操作の順序を試料の断面図によつて示したものである。すなわち

- (1) 試料を研磨する。
- (2) 試料表面を腐蝕する(第1段腐蝕と呼ぶ)。
- (3) 試料表面を適当なレプリカ材料で掩う。
- (4) レプリカ膜を通して再び試料を腐蝕し(第2段腐蝕と呼ぶ)、レプリカ膜を試料から剝離する。
- (5) レプリカ膜を洗滌、乾燥する。

以上の操作を経て得たレプリカ膜は、試料表面に存在した析出物、介在物などが移し取られているので、この膜を電子顕微鏡で観察することにより実際のものを直接

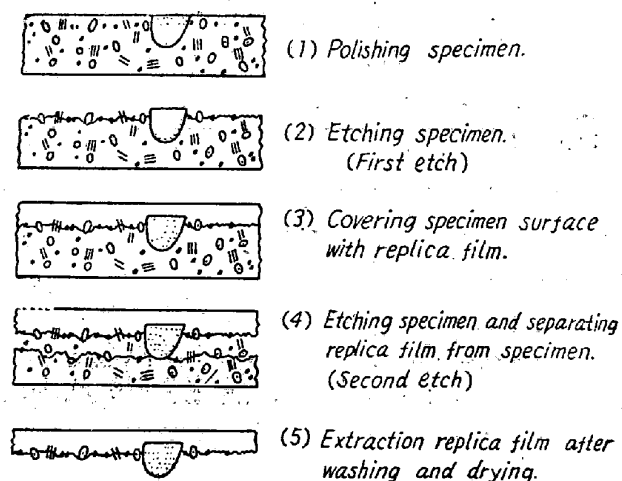


Fig. 1. Explanation of extraction replica techniques by sectional diagrams.

に観察することができ、これを電子線回折すれば、その回折像から物質を判定し得る。さらに普通のレプリカと同様に、当然、試料表面の全相学的組織を模写してくるので、組織と移し取った実物との関連性をも知ることができる。

この方法に用いるレプリカ材料としては、つぎの条件を満足することが必要である。すなわち

- (1) 非晶質もしくはそれに近いものであること。
- (2) 化学的に安定であること。
- (3) 機械的強度の大きなこと。
- (4) 強力な電子線衝撃に耐え得ること。

プラスチック(特にコロジオン、フォルムバル)は第2段腐蝕の際に腐蝕液に相当な制限をうける。そこで本実験では前記条件をほぼ満足し¹¹⁾、かつ取出したものの位置の確認を容易にするシャドウ効果(後述)をもつカーボン蒸着膜をレプリカ膜として使用した。

III. Extraction Replica の作製

本実験で用いた extraction replica の作製法を操作順にしたがつて述べる。

- (1) 試料の研磨および第1段腐蝕。

試料としては、観察結果で示すように、主として現在までに他の方法によりほゞ確認されている介在物の存在するものを選び、この方法の基礎の確立に主眼をおいた。試料は、エメリー紙で研磨後、バフ研磨(酸化クローム使用)と腐蝕を3回繰返し、最後に軽くバフ研磨した。介在物の顕微鏡検査においては、腐蝕せずに研磨したまゝで観察することが多いのであるが、本実験では、炭素鋼に対しては1~3% Nital, 1~5% Picralなどを、合金鋼の場合には、塩化第2鉄溶液、王水などで第1段腐蝕を行った。第1段腐蝕の目的は、(イ)レプリカ膜は表面組織を模写するので、取出された介在物等と組織との関連を知るため、および(ロ)介在物等がある程度突出させて、レプリカ膜がそれらを包含し易くなるようにすることが主である。したがって目的物を突出させるような腐蝕液を選ぶことが肝要である。

(2) 試料表面の清浄化

試料表面に腐蝕生成物、塵埃などの附着物が存在するときは、それも同時に移し取られて、観察の際に試料に存在していたものと誤認されるおそれがある。そこで、アセチルセルローズ膜¹²⁾(厚み:0.05 mm)を利用して繰返し3回ブランクレプリカを行い、附着物などの除去を行なった。最後にとつたブランクレプリカは、もちろん、2段レプリカ法として普通の電子顕微鏡観察に使用し得るので、予備観察ができる。

(3) 試料表面をレプリカ膜で掩うこと

レプリカ膜としてカーボン蒸着膜を用いたが、その方法は大体 D. E. Bradley¹³⁾の方法と同様である。使用したカーボン蒸着装置を Fig. 2 に示す。すなわち、5 mmφ の2本のカーボン棒をシリカチューブで保持し、1方は固定、1方は0.2 mmφ のタングステン線のスプリングで約 20 g 位の荷重をかけて、つねに先端が相接するようにセットする。カーボン棒としては、抵抗が小さく、固くて純粋なものを必要とするが、本実験ではレプリカ用として市販せるものを使用した。つぎに、真

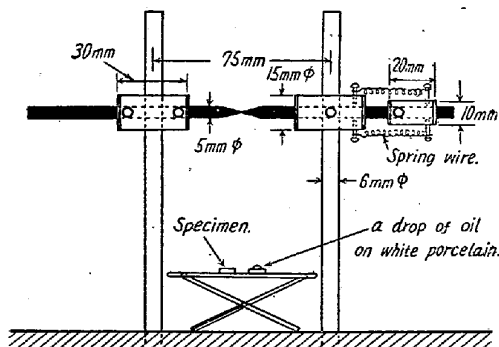


Fig. 2. Vacuum-evaporation apparatus for carbon.

空中 (10^{-5} mmHg 程度) で 20~50 Amp の交流を通じカーボン棒の先端の局部加熱により、カーボンを約70 mm離れた台上的試料に直接蒸着させる。膜の厚みは100~250 Å が適当である。膜の厚みの調節は、蒸着の際に、真空用オイルの一滴をのせた乳色ガラスあるいは白色の磁器を試料台上におき、カーボンの蒸着しないオイルの部分と蒸着された他の部分との着色の差をもつて行うのが便利である。

多くの試料について extraction replica を作製してみた結果、膜上に取出されたものが初めから試料に存在したものか、または操作の途中で入り込んだ不要物質、腐蝕生成物であるかを観察の際あるいは写真上で見極めるのが困難であつた。それゆえカーボンは斜め方向(試料に対する法線から約 30° の方向)から蒸着し、シャドウ(影)のあるものは初めから試料に存在したものであり、ないものは2次的に附着したものと判定した。したがって、蒸着方向はカーボン膜の強度を念願においておけばシャドウ効果があたえられる角度であればよいことになる。

(4) 第2段腐蝕およびレプリカ膜を試料から剝離すること。

カーボンを蒸着した試料をそのまま腐蝕液中に浸漬し膜を通して腐蝕させるのであるが、腐蝕液としては地鉄を深くかつ迅速に溶解させるような液に目標をおいた。第1段腐蝕に用いた液もちろん使用し得るが、カーボン膜は水溶液を用いると分散するおそれがあるので、出来得ればアルコール溶液を使用することがのぞましい。剝離する方法としてはつぎの4つの方法を採用した。

(イ) 第2段腐蝕液中に充分浸漬して自然に剝離させる。

(ロ) 第2段腐蝕後、機械的に剝離させる。

(ハ) 電解腐蝕により剝離させる。

(ニ) 第2段腐蝕後、電解腐蝕により剝離させる。

いずれの場合にも、まず膜の上から試料に1~2 mm 間隔の基盤の目状の傷を針などでつけ、腐蝕液の浸入を促進させるとともに、剝離後メッシュ(観察の際に膜を支持しておく銅製の網)で膜を掬うときの操作を簡便にする。試料中の介在物などが割合に小さいときには、(イ) および(ロ)の方法が好都合で、第2段腐蝕液としては、炭素鋼に対しては3~5% Nital および3~5% ブロームアルコール溶液、合金鋼に対しては5~10% ブロームアルコール溶液を使用した。自然に剝離させる場合の所要時間は、第1段腐蝕の程度、試料の表面組織、介在物などの大きさ形状などにより左右されるが、およそ

5~30mn である。目的物が腐蝕され易い場合には、(ロ)の方法すなわち 2~5mn 程度第 2 段階腐蝕を行なった後、スコッチテープなどで機械的に剝離し、あとでテープと膜を分離する(クロロフォルムでテープを溶かす)方法および(イ)の電解分離法が適する。3~5% Nital を電解液とし、試料を陽極、不溶性物質(カーボン棒を使用)を陰極として、 $100\text{mA}/\text{cm}^2 \sim 1\text{Amp}/\text{cm}^2$ の直流を通じ、電解的に腐蝕し剝離させる。なお、腐蝕および電解の際に気泡を生じて膜を損傷させるおそれのある溶液は好ましくない。さらに介在物などが大きい場合には、(ニ)の方法すなわち予め短時間第 2 段階腐蝕を行ない、つぎに電解腐蝕により剝離させるのが効果的である。

(5) カーボン膜の洗滌

1% 塩酸アルコール溶液中に短時間カーボン膜を浸して洗滌した。なお、汚れの取れぬ場合は水溶液を用いても良いが、その場合には、アルコールと水の比率を徐々に変えて、次第に水溶液に移し膜の分散を防ぐ必要がある。この性質を逆用して、第 2 段階腐蝕の際に膜が剝離しにくい場合にただちに水溶液中に浸して、膜を瞬間的に剝離させることもできるが、ある程度膜が小片に分散することはまぬかれない。洗滌はさらに純アルコールで繰返し行ない、メツシユで掬って観察に供する。

IV. 回折像解析のための標準試料

電子線回折像を解析する場合には、正確な試料と写真乾板の間の距離を知る必要がある。電子顕微鏡においては、対物レンズ電流の値の変動などにより波長などの正確な値をそのときどきに応じて知ることがむずかしいので、標準試料として金箔および同じ extraction replica 膜上に薄く蒸着した金を用いて、それをもとめた。あるいは 0.1~1% の食塩 (Kahlbaum 製品) の水溶液をネブライザー (医療用噴霧器: Vaponefrin Nebulizer; Vaponefrin Co., Upper Darby, Pa., U.S.A.) でカーボン膜に吹きつけ、附着した食塩の結晶を標準試料として用いた。

V. 観察および考察

Fig. 3~7 に観察した試料の光学顕微鏡写真 (a), 電子顕微鏡写真 (b) および制限視野電子回折像を示した。光学顕微鏡写真で見られる介在物と本実験法により取出した介在物の電子顕微鏡写真とは場所的に同一のものとはいえないが、それらの外形および周到な観察から同一状のものと判定した。(もちろん、現在までに報告されている種々の方法¹⁴⁾により、選定した同一視野については

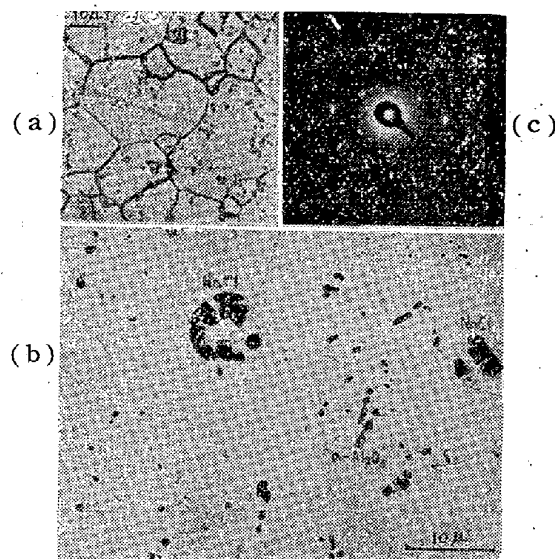


Fig. 3. Light micrograph (a) and extraction micrograph (b) of Al-killed low carbon steel, and electron diffraction pattern of alumina (c).

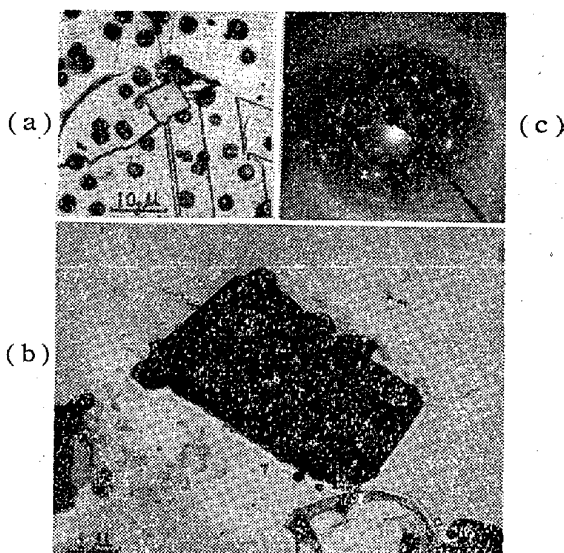


Fig. 4. Light micrograph (a) and extraction micrograph (b) of 16-25-6 alloy and electron diffraction pattern of titanium nitride (c).

比較対称することは可能である)。使用した電子顕微鏡は、JEM-5 型 (50KV) である。

Fig. 3 の試料は Al キルド鋼 (0.07% C) で圧延後 $740^{\circ}\text{C} \times 20\text{h}$ 焼鈍したものである。 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (矢印) が取出され、菱面六方格子の回折像を示している。他の黒色部は試料中に存在する球状セメンタイトが取出されたものであり、同時に写真上に見られる NaCl の結晶は、後から標準試料として吹きつけられたものである。写真でわかるように、白い影をもっているため、これらの $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ および球状セメンタイトは試料に確かに存在していたもので、レプリカ膜に移し取られたものであること

を示している。この $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ は、当然 Al による脱酸の際の生成物と考えられる。

Fig. 4 は、溶体化処理した 16-25-6 合金(0.7% Ti) から取出された四角形状の介在物を示す。とくに窒素を加えてない試料であるが、その介在物の回折像は立方格子の単結晶の斑点を示し、既知の TiN (Ti:N=1:1) のデータ*とよく一致する。この場合、第1段腐蝕には王水を用いたが、第2段腐蝕液としては王水は気泡を生じて不適当であつたので、5% ブロームアルコール溶液を用いた。

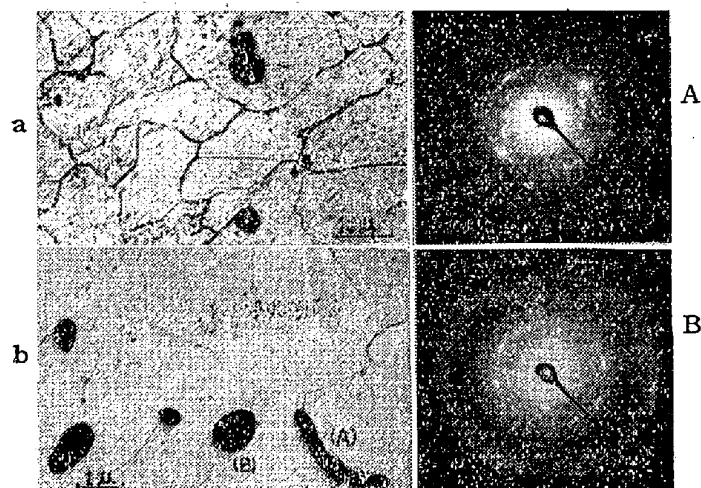


Fig. 5. Light micrograph (a) and extraction micrograph (b) of low carbon steel, and electron diffraction patterns of iron sulfide (A) and silica (B).

Fig. 5 は、タンマン炉中で熔製した低炭素鋼で、フェロシリコンで脱酸した試料で、魚の眼玉状の介在物につき行なつたものである。(B)は β -クリストバライト(立方格子)とよく一致し、シリコンによる脱酸生成物と考え得る。同時に(A)は FeS (六方格子)であることが認められた。これは単結晶の回折像に近いが、この部分の範囲内で視野の移動を行うと、その際に現われる回折像の変動から、この部分は全体としては細かい単結晶の集りからなつてゐることがわかつた。この結果、この場合には、FeS 単独からなり、他に SiO_2 などが混入もしくは化合物状態で存在することは認められなかつた。第2段腐蝕液としては、Nital よりもブロームアルコール溶液の方が短時間で剝離できるので好都合であつた。得たレプリカ膜は、同時に組織を鮮明に模写しているのがわかる。

Fig. 6 は 19% クローム鉄合金の粒界から取出された $\gamma\text{-Cr}_2\text{N}$ (六方格子)を示す。試料は鑄造したまゝで

* X-ray Diffraction data cards, A.S.T.M.

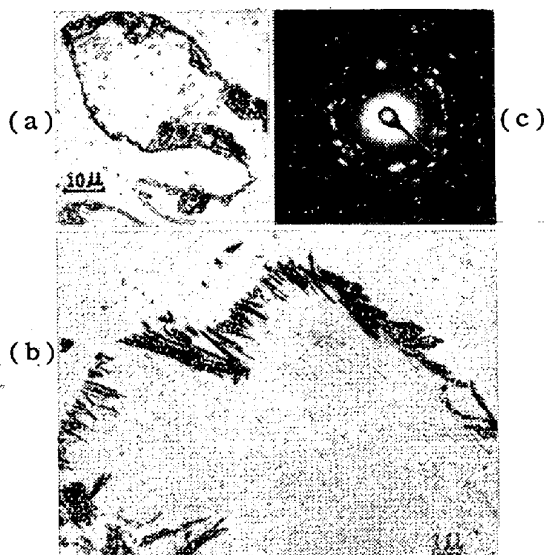


Fig. 6. Light micrograph (a) and extraction micrograph (b) of 19% chromium-iron alloy, and electron diffraction pattern (c) of chromium nitride.

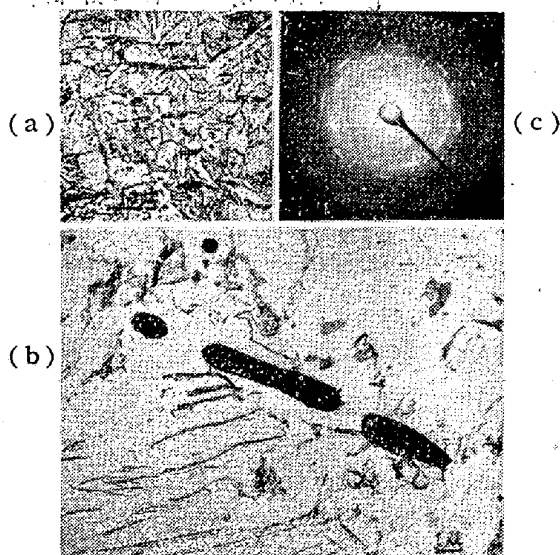


Fig. 7. Light micrograph (a) and extraction micrograph (b) of sulfuretted free-cutting steel, and electron diffraction pattern (c) of manganese sulfide.

ある。この試料の脆さはこの $\gamma\text{-Cr}_2\text{N}$ の存在に起因するものと考えられる。

Fig. 7 は、圧延後水冷した硫黄快削鋼 (0.15%C, 0.22% Si, 1.25% Mn, 0.092% S, 0.014% P) で、圧延方向に延びてゐる MnS が取出された。この面心立方格子の回折像は、この取り出された状態では得られなかつたが、カーボン膜を洗滌するために 1% 塩酸アルコール中に浸した際に腐蝕され、Fig. 8 のようにこの介在物は細かい粒子状になり、これから Fig. 7 (c) のような回折像が得られた。これは既知の MnS のデータ



Fig. 8. Extraction micrograph of sulfuretted free-cutting steel.

一と一致し、回折像の diffuse しているのは、粒子の細かいことおよび圧延の影響によるものと考える。

VI. 超高圧電子顕微鏡による観察

筆者らの実験において、若干の介在物のように、比較的大きなものの観察の際、しばしば回折像が不鮮明または全く得られないことがあつた。換言すれば、電子線の透過し得る限度以上の厚みをもつた場合には、外形の観察はできるが、それが如何なる種類のものであるか判定できない。この場合、なんらかの手段で細かいもの、あるいは薄いものになし得れば回折像を得ることも可能であるが、筆者らは、超高圧電子顕微鏡¹⁵⁾(電圧可変, 300 KV, 日立中央研究所)を用い、加速電圧を増加させて実験を行つた。その1例を Fig. 9 に示す。試料は Fig. 7 に示したと同じ硫黄快削鋼である。その介在物を視野制限して1,2および3の視野につき電子線回折を行なつたが、100KV (a) でわずかしき現われなかつた回折斑点が 200 KV (b) さらに 300 KV (c) では強くかつ鮮明に現われてくるのがみられ、この介在物の解析を非常に容易にした。また、電圧の増加にともなう透過能力の増加によつて、取出された介在物 MnS がある程度透過した電子顕微鏡像として観察された。ここで、MnS は丁度野菜の“れんこん”のように節をもつた細長い形状をしており、この節によつてわかれた各部分は視野1および2の回折像からわかるようにそれぞれ単結晶からなり、おのおの方向性を異にしていることがわかつた。すなわち、視野1と2を同一視野に入れた場合の回折像は視野3のように方向性の異つた回折像が混つて観察される。この観察結果は 50 KV の加速電圧では得られなかつたものである。なお、単結晶が1列にならんでこのように細長い1つの形状をなした原因は、この観察結果のみから、にわかに判断し得ないが、この試料について一連の観察を行うことにより、今後解明され得るものと考えられる。

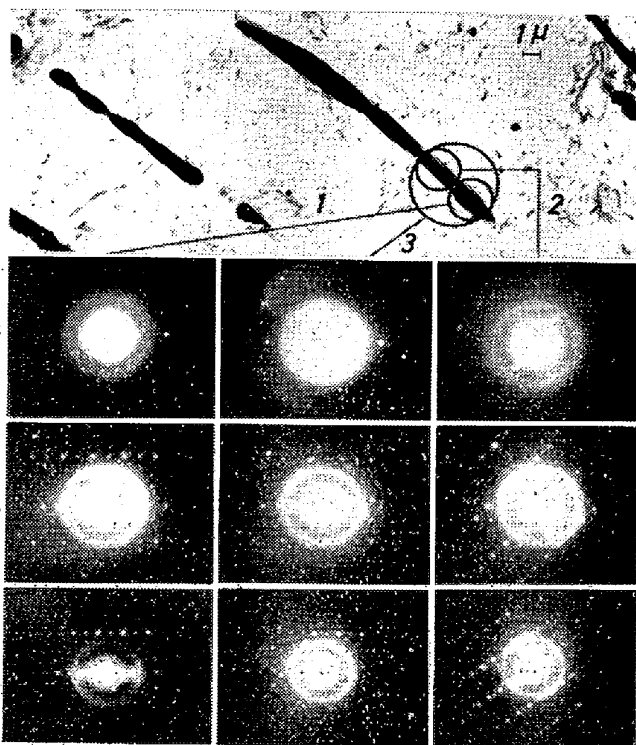


Fig. 9. Extraction micrograph (at 200KV) of sulfuretted free-cutting steel and diffraction patterns of MnS at various beam potentials. (a) 100KV, (b) 200KV, (c) 300KV.

VII. 総括

カーボン蒸着膜をレプリカ材料として extraction replica 法により鋼中の非金属介在物の直接観察を試みたのであるが、筆者らもすでに1部報告した¹⁶⁾ごとく炭化物にも応用でき、さらに腐蝕液の適当な選定により非鉄金属にも応用できると考える。以下にまとめてみる。

- (1) レプリカ材料としてカーボン蒸着膜を使用することは、化学的に安定で、シャドウ効果をもつ、強度も比較的大きいなどの特徴をもつことから、extraction replica 法には最も有効である。
 - (2) 腐蝕液の適当な選定あるいは種々の剝離法およびそれらの組合せ法により、比較的大きなものも取出し得る。
 - (3) 全体的な観察はもちろん、視野制限を行うことにより、特に個々のものについて観察判定ができる。
 - (4) 介在物など取出したものと、その試料の金相学的組織を関連させて観察することができる。
 - (5) 電子線の加速電圧を増加することにより、回折像の解析が容易となり、好成果が期待できる。
 - (6) 回折像の解析に際しては、標準試料を用いることにより、電子光学的な誤差を極力避けることができる。
- なお、本観察法において注意せねばならぬことを以下に

まとめて述べる。

(1) 回折像の解析の場合、既知のデータを参照するため、その格子常数、格子型もしくは格子面間距離の未知な場合には、予め予想した物質を合成するなどの方法によりデータを得ることが必要である。この点はX線回折法と同様である。

(2) この方法は目的物質をレプリカ膜に包含して取出すのが主眼であるので、必ず目的物が突出しているかあるいは腐蝕などの手段により突出させることを必要とする。

(3) マトリックスに近いような広い phase は対称とされない。

(4) 電子線回折に際しては、X線回折と異り、含まれる物質を見落とすおそれがあるので、まず視野制限せずに全体から得た回折像（高分解能回折を行うのが可）からその中に含まれる物質を検出し、つぎに視野制限して個々のものについて観察するのが好都合である。

(5) X線回折と異り、カーボン膜のバックグラウンドがあるため、およびその他の原因によつて、回折の斑点あるいは回折線の相対強度は必ずしもX線データと一致しない。

最後に、本実験を行うにあたり、電子顕微鏡の操作ならびに種々の御援助を得た日立製作所中央研究所只野文哉博士および片桐信二郎、市毛啓治両氏、東京大学工学部総合試験所安達公一、中川重明両氏に深く感謝する。

(昭和 32 年 4 月寄稿)

文 献

- 1) Metals Handbook, A.S.M. (1954) Supplement. p. 179 その他
- 2) E. Folkhard: Archiv für das Eisenhüttenwesen, Heft 11/12 (1953) p. 509
R. Castaing: Revue de Metallurgie, vol. 52 (1955) No. 9, p. 669
R. Castaing: Revue Universelle des Mines, de la Métallurgie, de la Mécanique, Octobre (1956) No. 9 p. 454
H. K. Görlich: Revue Universelle des Mines, de la Métallurgie, de la Mécanique, Octobre (1956) No. 9 p. 465
- 3) 橋口, 野本: 日本金属学会昭和30年春季講演大会
- 4) R. M. Fisher: J. Appl. Phys., 24 (1953) p. 113
- R. M. Fisher: "Symposium on Techniques for Electron Metallography" A.S.T.M. special Technical Publication No. 155 (1953) p. 49
- E. C. Bain: J. Iron and Steel Inst., Nov. (1955) p. 200
- 5) H. K. Görlich: Archiv für das Eisenhüttenwesen, Heft 2 (1956) p. 119
- 6) H. Aborn: Trans. of the Amer. Soc. for Metals, vol. 48 (1956) p. 51
- 7) A. Schrader: Archiv für das Eisenhüttenwesen, Heft 8 (1955) p. 475
A. Schrader: Revue Universelle des Mines, de la Métallurgie, de la Mécanique, Octobre (1956) p. 537
- 8) H. Goossens: Revue Universelle des Mines de la Métallurgie, de la Mécanique, Octobre (1956) p. 471
- 9) E. Smith: British J. Appl. Phys., vol. 7 (1956) p. 214
- 10) J. Nutting: Revue Universelle des Mines, de la Métallurgie, de la Mécanique, Octobre (1956) p. 512
- 11) 深見: 電子顕微鏡, vol. 4 (1956) p. 166
深見: J. Electronmicroscopy, vol. 4 (1956) p. 31
- 12) 深見: 電子顕微鏡, vol. 4 (1955) p. 274
- 13) D. E. Bradley: British J. Appl. Phys., vol. 5 (1954) p. 65
D. E. Bradley: J. Inst. Metals, vol. 183 (1954~55) p. 35
D. E. Bradley: J. Appl. Phys., vol. 27 (1956) No. 12, p. 1399
- 14) J. F. Nankivell: British J. Appl. Phys., vol. 4 (1953) p. 141, その他
- 15) 只野, 榎, 丸瀬, 森戸: J. Electronmicroscopy, vol. 4 (1956) p. 5
- 16) 内山, 深見: Electronmicroscopy (近刊) その他