

© 1983 ISIJ

原子プローブ電界イオン顕微鏡と鉄鋼および鉄合金の極微小領域の分析



中村勝吾*

Atom Probe Field Ion Microscope and Microchemical Analysis of Steels and Other Ferrous Alloys

Shogo NAKAMURA

1. はじめに

1967年 MÜLLER は、原子構造を直接拡大投射できる電界イオン顕微鏡 (Field Ion Microscope—FIM) に飛行時間型 (Time of Flight—ToF) 質量分析器を結合することによって $\sim 10\text{Å}\phi$ の極微小領域に含まれる原子の質量分析が可能な極限的な分析装置を発明し、それを Atom-Probe FIM (AP-FIM) と名付けた。彼らは種々の型の AP-FIM を開発し、表面科学に関する重要なデータを次々と報告している¹⁾²⁾。

US スチールの BRENNER 達は、AP-FIM の特長に着目し、金属学の研究分野に最初に応用し興味ある結果を得た。すなわち Fe-1.4 at%Cu 合金を時効する際、これまで電子顕微鏡によつて観察できなかつた微小な析出粒子の成長 (数 Å~数 10 Å) の初期過程を観察し、AP-FIM によつて析出粒子およびその周辺の組成分析を行つた³⁾⁴⁾。

その後、金属材料の極微小領域の分析機器として、すでにいくつかの研究グループで利用されユニークな成果があげられている⁵⁾。

我々のグループでも AP-FIM を試作し⁶⁾、表面分析データの信頼性を与える上で必要な金属や半導体の電界蒸発の過程を明らかにしてきた。最近、本格的な AP-FIM 装置が我々のグループを含め、二・三の大学研究機関で完成し、分析装置として本格的に稼動している⁷⁾。ここでは AP-FIM の原理および構造、組成分析の定量性等を説明し、鉄鋼材料研究への最近の応用例について述べる。

2. 原子プローブ電界イオン顕微鏡の原理と構成

針状の試料 (チップ) の先端に強い電界 ($\sim 4\text{ V/Å}$) を加えたとき、そこに入射した中性の不活性ガス (He) は電界によつて電離する。電界を適当に選ぶと (4.2~

4.5 V/Å) He の電界電離は、試料の表面原子の頂点で選択的に起こるので、電離された He イオンを図 1 のようにスクリーン (電子増倍板) 上に投射すると、チップ先端の原子配列を直接拡大したイオン像が結像される。これが FIM である。

イオン像を得るために試料に加えた直流電圧 V_0 に適当なパルス電圧 V_p を重畳するとき、チップの表面原子は強い電界によつて図 2 に示すようにステップの端から低温でも蒸発が始まる。(これを電界蒸発と呼ぶ)。試料

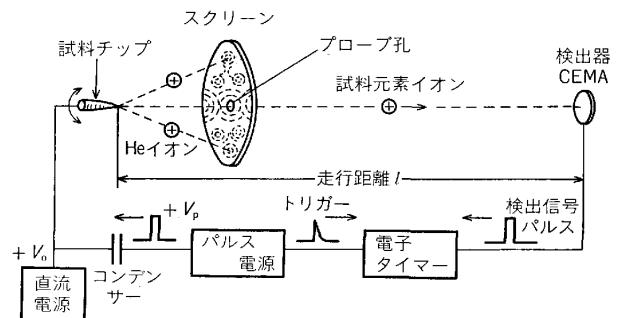


図 1 原子プローブ電界イオン顕微鏡の原理図

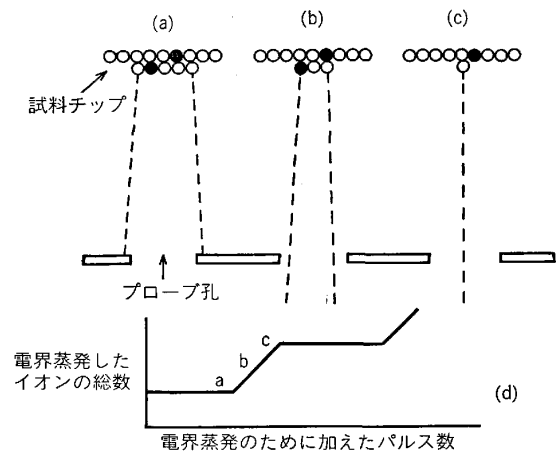


図 2 電界蒸発法による 1 原子ごとの組成分析の原理

昭和 58 年 1 月 31 日受付 (Receive Jan. 31, 1983)

* 大阪大学産業科学研究所 工博 (The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, 8-1 Mihogaoka Ibaraki 567)

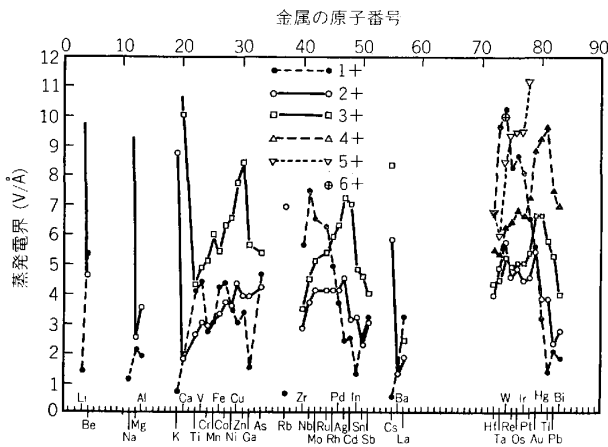


図 3 種々の元素を電界蒸発させるための電界強度の計算値⁹⁾

にパルスを加えてから電界蒸発したイオンが、検出されるまでの走行時間 t を電子タイマー等によつて測定するとき、イオンの質量 M と荷電数 n の比は

$$\frac{M}{n} = \frac{2e}{l^2} (V_0 + \alpha V_p) (t - \delta)^2 \dots \dots \dots (1)$$

で与えられる。一般の装置ではイオンの走行距離 $l = 1 \sim 2\text{m}$ で、走行時間は 10^{-6}s 程度であるから、必要な質量分解能を得るためには、パルス電圧としては $V_p \sim 2\text{kV}$ 、パルス幅 $\tau \sim 10^{-8}\text{s}$ 以下のものが用いられている。また実際に試料に加わるパルス電圧は αV_p で係数 $\alpha = 0.7 \sim 1.4$ 程度である。 δ は検出器にイオンが到着してから電子タイマーが動作するまでの時間遅れである。 α および δ は、同位元素のない標準試料、Rh や Nb を用いて決定される²⁾。

金属が電界蒸発するための電界強度を理論的に求める方法がいくつか提案されている。Image Hump Model を用いて計算された一例を図 3 に示す⁹⁾。実験値とは 15% あるいはそれ以上の差がある。

特に荷電数の高いイオンの蒸発電界については、電界蒸発の機構に諸説があり、未確定で実験値もいまだ求め

られていない。試料チップに作用する電界を正確に求めることは困難であるが、目安としては、

$$E = \frac{V}{5r} \text{ (V/Å)} \dots \dots \dots (2)$$

の実験式から求めることができる。 r は試料チップの曲率半径で、一般に $r = 200 \sim 1000 \text{Å}$ 程度のものが用いられる。

パルス発生器で発生するパルス電圧が理想的な矩形波であっても、試料に伝播するまでの反射や減衰のため歪んでしまう。このため電界蒸発したイオンが加速空間を走行する間に電界が変化し、プローブ孔を通過するときの速度は、同じ M/n のイオンでもかなりばらつく。イオンの走行空間が直線型の AP-FIM では、分析装置としての質量分解能 $M/\Delta M \sim 100$ あるいはそれ以下の低い値となりマススペクトルをとつた場合、異なる荷電数の同位元素や金属の化合物イオンの M/n が重なつてしまうことがある。これを避けるためには、質量分解能を高くする必要がある。POSHENRIEDER¹⁰⁾ は、異なる速度でイオンが走行空間に入つても同じ M/n のイオンは同時に検出器に到着できるように偏向電極の設計例を報告し、MÜLLER はこれを AP-FIM に取り入れてエネルギー収束型の AP-FIM を完成した¹¹⁾。彼らが得た質量分解能 $M/\Delta M \sim 1000$ 程度であつた。

図 4 は、MÜLLER が報告しているエネルギー収束型 AP-FIM¹¹⁾ と従来の直線型 AP-FIM を結合した複合装置で、現在筆者の研究室で稼動中のものである¹²⁾。

試料は予備排気室を経て交換可能で“クライオミニ”を用いて $\sim 20\text{K}$ まで冷却可能、到達真空度 10^{-10}Torr 、スクリーンにはプローブ孔が $3\text{mm}\phi$ のチャンネルプレート (CEMA) を用い、軸方向に平行移動できる。また試料のレーザー加熱ができる。直線部分を使用するときには、アインツェルレンズでイオン流を検出板上に収束できる。実験途中でエネルギー収束系に電圧を加えて高分解能分析も可能である。

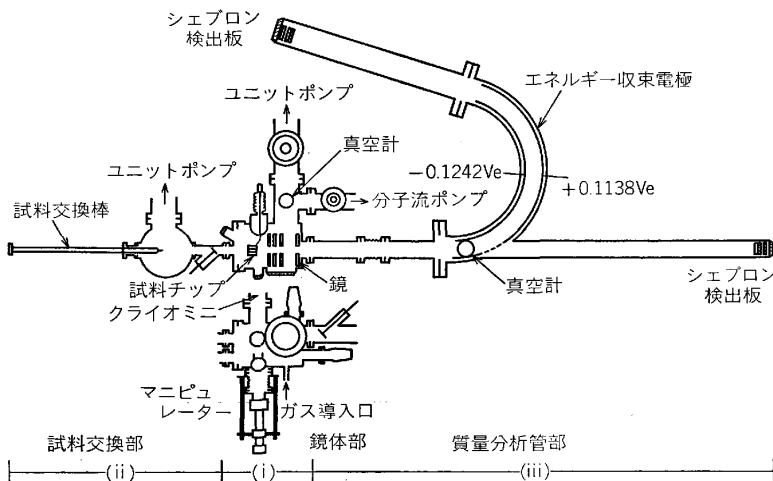


図 4 筆者の研究室で稼動している結合型原子プローブ F I M の構成¹²⁾

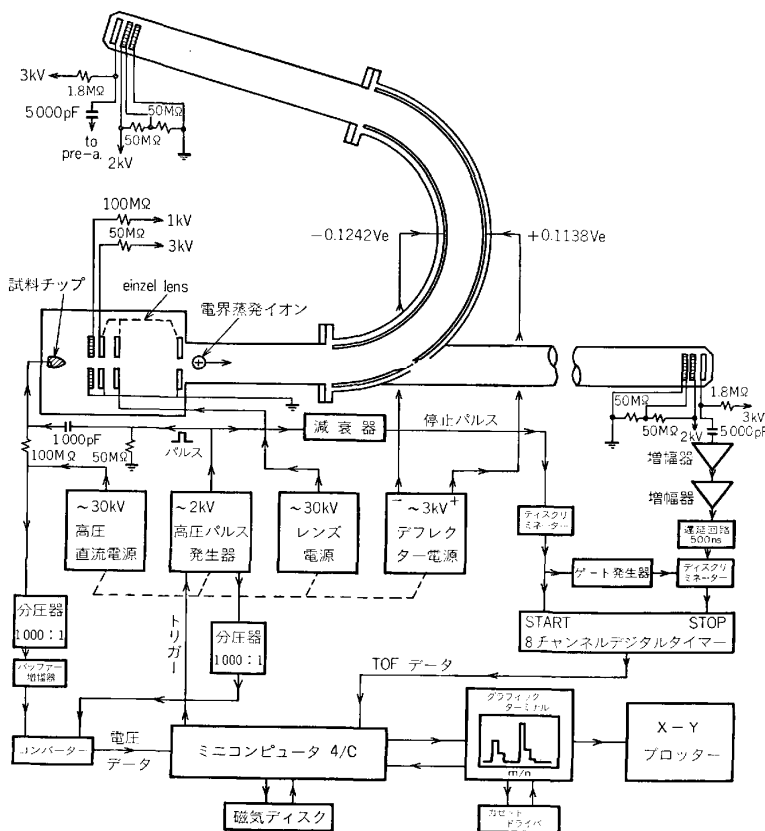


図5 結合型原子プローブFIMの制御系と測定系¹²⁾

AP-FIM の制御およびデータ処理系を図5に示す。コンピュータには NOVA 4/C を使用し、走行時間は8チャンネルの電子タイマーを用いて測定し、各イオンの走行時間 t 、直流電圧 V_0 、パルス電圧 V_p の値を磁気ディスクに収納または(1)式を用いた計算結果から質量スペクトルその他各原子層ごとの深さ方向組成分布をグラフに示すことができる。

図6は $\text{LaB}_6(100)$ 面の分析例の一部で、電界蒸発した La および B イオンを縦軸にとつてあるので、各原子層ごとの組成および B に対して La がどの位置で蒸発したかを識別することができる¹²⁾。

3. AP-FIM による組成分析の定量性

AP-FIM は、図6にも示すように、FIM 像と比較して表面から何層目の原子層で、どの位置に各元素が存在するかを知ることができることは、他の分析法と比較して特に優れた点である。しかし極微小領域の深さ方向の組成分析をする場合、試料によっては1原子層ずつ順序良く電界蒸発しない場合がある。また電界蒸発してプローブ孔を通過したすべての原子(イオン)がパルス信号としてカウントされない場合、組成分析の定量性が悪くなる。

ここでは定量性に影響を与える因子について述べる。

3.1 ガスの影響

種々の金属の真空中における電界蒸発のための電界強

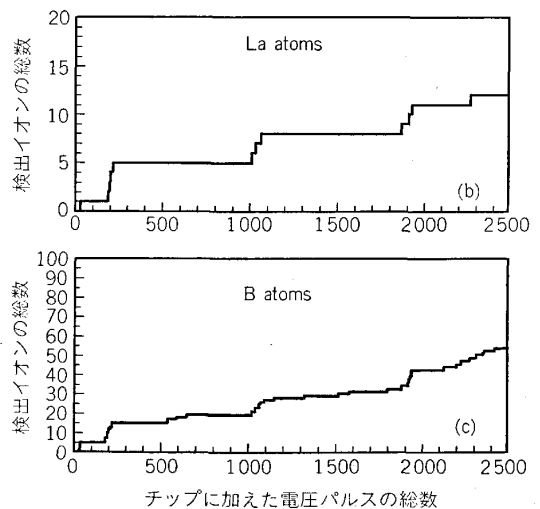


図6 $\text{LaB}_6(100)$ 結晶面から一原子層宛に順序良く電界蒸発することを示す実験例¹²⁾

度は、すでに図3に示した。もし鏡体内に残留ガスが存在するとき、強電界の下で金属とガスが反応し(Field Induced Chemical Reaction) 蒸発電界が著しく低下する場合がある。図7は Nb の蒸発電界が水素ガス分圧によつて変化する様子を示している¹³⁾。Fe, Ni や Si なども Nb と同様な振舞をする¹³⁾。このようなガスと金属との反応性は、金属やガスの種類によつて異なるため、合金を分析するとき、一方の金属元素が選択的に電界蒸発する場合、見掛けの組成が大幅に変化する例が知られ

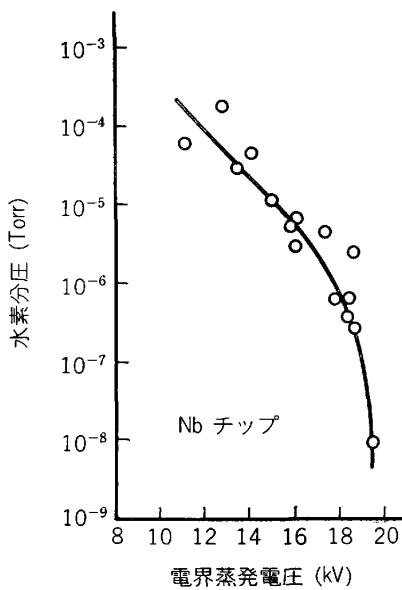
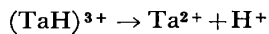


図7 水素ガス中で Nb を電界蒸発する場合の蒸発電圧と水素ガス分圧との関係¹³⁾

ている¹⁴⁾.

ガスの影響を避けるには、試料に加えるパルス電圧 V_p と直流電圧 V_0 の比 V_p/V_0 (Pulse Fraction と呼んでいる) をできる限り大きく選ぶことが必要である。

Pulse Fraction を大きくとつても、例えば水素ガス中で Ta が電界蒸発する場合、Ta は $(TaH)^{3+}$ となつて蒸発しイオンの加速空間中で、



の解離が起こることが確認されている¹⁵⁾。このような現象は見掛けの組成を著しく変化させる。これを根本的に避けるためには、鏡体内の真空度を 10^{-10} Torr 程度に維持することが必要である。

3.2 Pulse Fraction の影響

AB 両元素の固有の蒸発電界がかなり違う時、超高真空中で AB 合金に一定の電界を加えても、一方の元素が選択蒸発する。選択蒸発を避けるためには、やはり Pulse Fraction を大きくとる必要がある。一つの実験例を図 8 に示す¹⁶⁾。Pulse Fraction が 15% 以上になると、組成は一定の値に落ち付いていることがわかる。また試料の温度が低い程、Pulse Fraction の影響が少ないことは、各元素の電界蒸発速度の温度依存性の理論的予想と一致する¹⁷⁾。

図 8 (b) において (200) 結晶面では試料温度を下げると合金の化学分析値に近づく。(a), (b) 共に f が小さくなると、Co の濃度が零に近づくのは、パルス電圧が加えられなくても直流電圧 V_0 のみで表面から Co が選択的に蒸発していることを示す。

また $f > 0.15$ で見掛けの Co 濃度が増大するのは、 $(PtCo)^{+n}$ としても電界蒸発し、加速電界中で中性原子とイオンとに解離するためと考えられている¹⁶⁾。

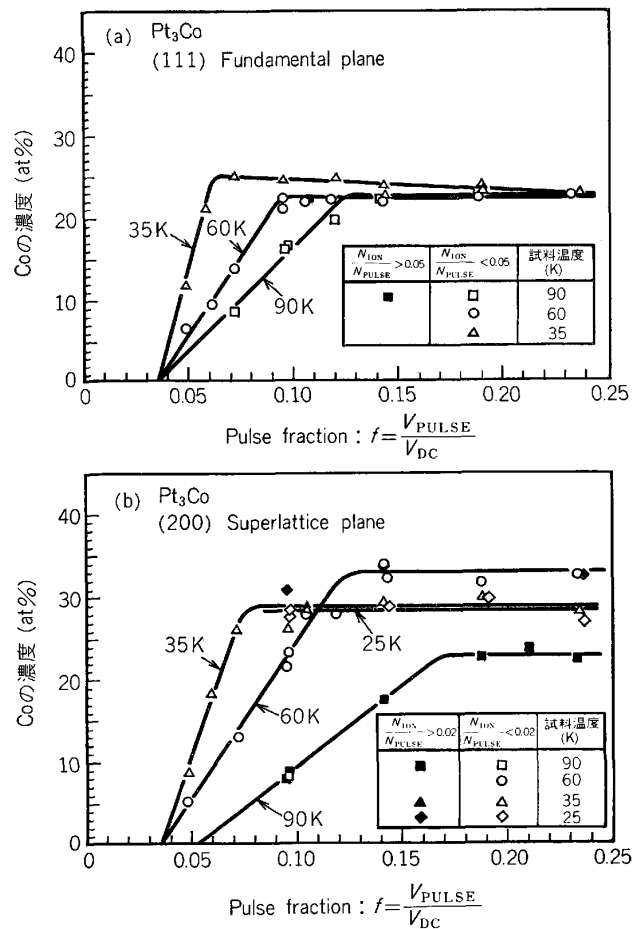


図8 規則合金 Pt_3Co を pulse fraction (V_p/V_0) を変えて分析した場合の見掛けの組成の変化¹⁶⁾

3.3 電界蒸発速度の影響

例えば、1 回のパルス電圧で電子タイマーのチャンネル数 (一般に 8 チャンネル) 以上のイオンが電界蒸発する場合、カウントされないイオンが出て来る。このようなことは半導体の表面分析の場合には経験されている。また金属の密なる結晶面 (例えば W(110) 面) を蒸発させる場合、一原子が蒸発し終わる最終段階で電界蒸発速度が急に高くなる。

現在の測定回路では、極めて短い時間以内 (~ 10 ns) に 2 個以上のイオンが検出器に到着した場合、それを分離できない。従つて希薄合金を分析する場合、電界蒸発速度が高くなる時、溶質元素の見掛けの濃度は高くなり得る。この場合、統計的な計算によつて補正する方法が提案されている¹⁸⁾。

3.4 その他の Arti-Fact および対策

例えば珪素鋼を分析した場合、Si が化学分析値よりかなり高くなる¹⁹⁾。その原因は、電界蒸発の際、Si のみガステップに残り、しかも蒸発の進行によつて図 2 (a) に示すようにステップが結晶面の中心に移動するとき Si も共に移動するためである。このように不純物が表面上を横方向に電界の高い向きに移動する場合、見掛け

の組成が変化するはずである。

一般にイオン検出器には、板状のシェブロン型チャンネルプレートが用いられているが、検出効率が100%でなくイオンが到着する場所によつて感度が異なる。従つて地球磁界によつて M/n の異なるイオンの収束場所が異なるため、それが見掛けの組成に影響を与える可能性がある。

不純物を多く含む合金では、電界蒸発が図2(b)に示すように一原子層ごとに順序良く起こらなかつたり、第2層目の原子が先に、または一緒に蒸発する場合がある²⁰⁾。この場合は、蒸発原子層を正確に求めることが困難で、やはり定量性や深さ方向分解能を悪くする。

このように組成分析の定量性については今後も基礎データの集積が必要であるが、差し当たり、(1)鏡体の真空度をあげること、(2)できるだけ低温で分析すること、(3)Pulse Fractionを大きくとること、(4)電界蒸発速度を抑制すること、(5)可能ならば結晶面を選ぶこと、(6)回路の時間分解能をあげること、等が必要である。

4. 鉄鋼の微小領域分析の例

毎年開催されている国際フィールドエミッションシンポジウムの金属学への応用関係のセッションにおいて、鉄鋼材料の分析例が数多く報告されているのでそれらを中心に紹介する。

4.1 析出物の組成分析

U.S. スチールの BRENNER が、始めて AP-FIM を全金属学研究分野に利用した。彼らは、Fe-1.4 at% Cu の時効の過程において、従来の電子顕微鏡では観察できなかった Cu 析出物のサイズや濃度を、加熱時間や温度に対して測定し、当時の理論的予想を初めて実験的に裏付けた。その後も二種以上の溶質元素を含んだ稀薄合金の真空中またはガス雰囲気中の熱処理による析出物の分析に広く利用されている。すなわち、BRENNER 達が²¹⁾、低炭素鋼を熱間加工したとき、Nb, Ti, V のような元素の炭化、窒化析出物は機械的強度に貢献する。加工最終温度 t_f を変えたとき、FIM および電子顕微鏡 (E. M) によつて析出物のサイズが求められている。 $t_f \geq 1000^\circ\text{C}$ から急冷したものは析出物は認められないが、 t_f が 770°C で徐冷したとき、特に $10\sim 40\text{\AA}$ の微粒子が γ/α 相界面に多く析出する。AP-FIM で分析したマトリックスおよび析出物の分析結果が図9に比較されている。また分析結果を表1に示す。

このような微小析出物の平均サイズや粒子間の平均間隔の加工温度依存性が明らかにされている。

同じ BRENNER 達のグループは、Fe-0.24 at% Ti-0.21 at% C 合金を焼鈍したとき、析出する TiC の核形成および粗大化に Sb の果たす役割を明らかにした。すなわち、ほぼ同じ組成の鉄鋼に Sb (0.174 at%) を含む場合

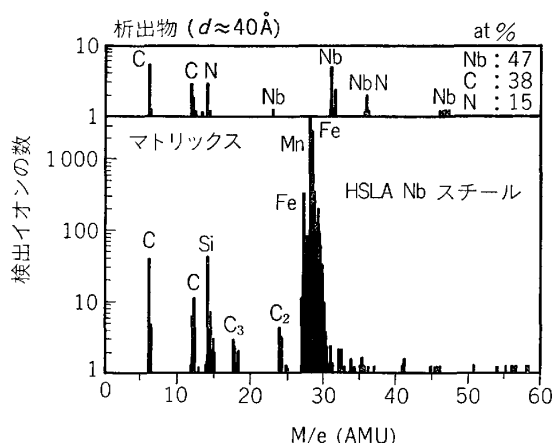


図9 Nbを0.03 at%含んだ鉄鋼を 770°C で加工した後の析出物およびMatrixの分析例²¹⁾

表1 Nbを含んだ低炭素鋼を熱間加工したとき析出した微粒子の組成 (at%)

	析出物 (40 Å)	Matrix	合金の化学組成
C	38	0.16	0.55
Si	—	0.55	0.47
Mn	—	1.63	1.52
Nb	47	0.01	0.03
N	15	—	0.015

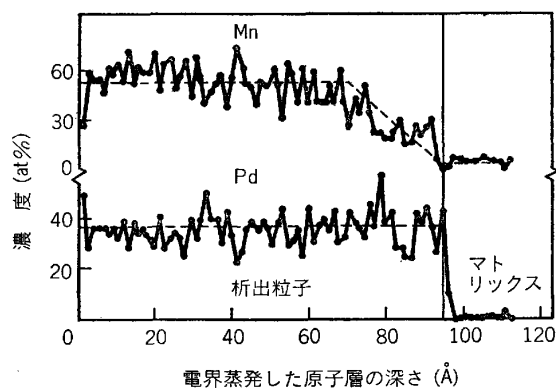


図10 Mn-Pd析出物近傍をAP-FIMで深さ方向に分析したときの組成分布²³⁾

は、同じ温度 (560°C) で焼鈍するとき、TiC粒子の核の発生を促進するが(粒子数が約5倍)、粗大化の速度を1/8に抑制していることが判明した。このとき、SbはTiC析出粒子とフェライトの界面に偏析して粗大化を抑制していることを明らかにした²²⁾。

水素脆性を改善するため、鉄鋼材料にPdを0.3~0.65 at%含んだ4130鋼を焼鈍 (650°C , 2h) したとき現れる析出物およびその周囲をAP-FIMで分析している²³⁾。図10はその一例である。析出物の表面では、Pd/Mnの相対濃度比が増加する。FIM像を見た場合、析出物がPd原子で取り囲まれている様子が見られる。このようにPd原子はフェライト母相に均一に分布するのではなく、Mn-Pd金属間化合物粒子として存在し、セメンタイト-フェライト界面や酸化物-フェライト界面に偏析することはない²³⁾。

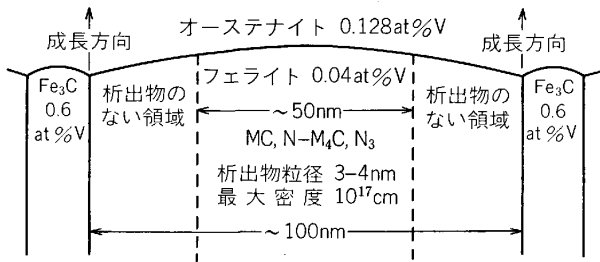


図11 V-鉄鋼がパーライトに相変化する場合の析出物³¹⁾

熱処理によつて発生した析出物の分析結果は、他の研究グループからも多くの報告がこれまでにあつた⁵⁾。

WAGNER²⁴⁾らは Fe-3 at%Mo を窒化処理するとき強度が増加し、Fe-rich, Mo-rich および中間組成の三種の析出物が認められている。

また Cambridge 大の TURNER 達は、Fe 中の Mo カーバイド²⁵⁾²⁶⁾、V カーバイド²⁷⁾、および V, Ti カーバイド²⁸⁾、Mo-V²⁹⁾ 等の析出物の分析例を報告している。

スウェーデンの ANDREN 達は³⁰⁾、高速度鋼を焼入後、焼もどし、二次硬化の最大値を示すとき、析出物が (V_{0.32}, Mo_{0.39}, W_{0.07}, Cr_{0.21})C_{0.86} および (Fe, Co, Cr, Si, V)_{3.55}(Mo, W)_{2.45}C であることを示し、析出物の組成を求めている。

Oxford 大の SMITH 達は³¹⁾、V または V-Cr で強化したレール用鉄鋼を熱間加工 (640°C) した後、10°C/s で急冷した場合、分析結果から予想される各相の V, Cr, Si の炭化、窒化析出物の分布を図 11 に示した。V, Cr 等の原子は、各相の界面を通つて拡散、再分布し、VCN-V₄CN₃ 析出物はフェライトの中央部分に集中するものと考えられる。また徐冷した場合、二次析出物が現われ、その組成は V-スチールで V₉Cr₇N₂、または (V, Cr)(CN)_{0.9}、Cr/V-スチールの場合、V₁₇Cr₅C₁₈N または (VCr)(CN)_{0.83} で、これらの析出物の役割が論ぜられる。

4.2 変調構造

二元合金を焼入れした場合、相分解する過程で、焼入温度によつて核形成、成長様式をとるか、スピノダル分解様式をとるかが決まり興味を持たれている。

AP-FIM を用いてスピノダル分解様式を示す合金の変調構造をコンピュータ解析する手法を確立したのは Göttingen 大の WAGNER 達³²⁾である。彼らは AP-FIM で求めた深さ方向の濃度分布からまず Fourier スペクトラムを求め、濃度変化が正弦的な濃度ゆらぎであることを確かめた。次いで平均濃度からの各原子層の濃度のゆらぎから自己相関関数を求め、その結果から粒子の大きさ、粒子間距離等の熱処理時間による変化を求めている。彼らはこれまで Cu-1.0~5.5 at%Ti 合金³²⁾、Ni-14 at%Al 合金³³⁾等の非鉄合金および Fe-Cr 合金³⁴⁾

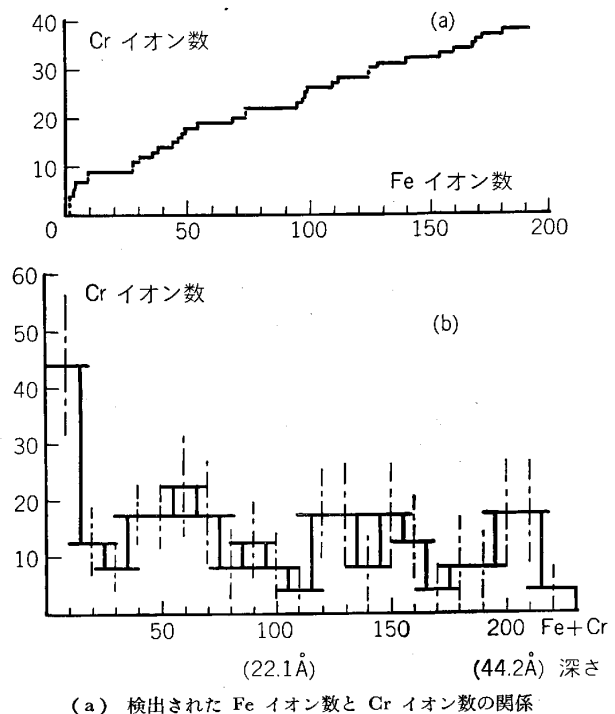
のスピノダル分解の過程を明らかにして来た。

同様な方法を用いて BRENNER 達³⁴⁾も、Fe-Cr 二元合金固溶体を低温の miscibility gap の不安定領域で時効した場合、スピノダル分解が起こることを確認した。X線回折や電子回折では、Fe, Cr の散乱係数が近いため、これまで解析困難であつた系に AP-FIM を利用した興味ある例である。彼らはまた Fe-14, 19, 24, 32, 46, 75 at%Cr 合金について 470~600°C で~10 000 時間時効した場合、Cr-rich α' 相が周期的に現われ、時効と共にその振幅および波長が増加して行く過程を定量的に明らかにしている³⁵⁾。

4.3 偏析

4.3.1 表面偏析

最近普及してきた代表的表面分析法である ESCA や AES 法の深さ方向の分解能は、電子の脱出深さ (~10 Å) 程度で、もしスパッターを併用したときは分解能は更に悪くなる。これに対して AP-FIM は 1 原子層ごとの組成が決定できる。MÜLLER 達³⁶⁾が AP-FIM を開発した直後、ステンレス鋼 410(Fe-11%Cr, 1%Mn, 1%Si, 0.15%C) の表面分析を試みた。真空中で加熱 (~900°C) した時、表面の第 1 層の Cr の濃度が急速に減少し、これまで電子分光法で得た結果と比較して消失速度が 10⁴ 大きいことを指摘したが、その後、同じグループの TSONG 達が、低温 (~500°C) で焼鈍したときの深さ方向分析を行つた³⁷⁾。その結果の一例を図 12 に示す。



(a) 検出された Fe イオン数と Cr イオン数の関係
(b) Cr 濃度の深さ方向分布
図12 410 ステンレス鋼を超高真空中で 500°C で 3 min 加熱した後、(012) 面に垂直に深さ方向分析した結果³⁷⁾

(211)面第1層のCr濃度は64at%で、第2層以下で急激にバルク濃度に近づいている。他の(001)面および(011)面でも同様な結果を得ている。また表面濃度の時間、温度変化から偏析のための活性化エネルギーとして3.43~3.92 kcal/molの低い値を求めている³⁷⁾。

このようなCrの偏析は表面だけでなく粒界にも起きている³⁷⁾。

4.3.2 相境界偏析

AP-FIMによる偏析の研究は、表面のみならず例えばFe-2.72at%C-0.9Cr-0.65Mn-0.5Si合金のフェライトとセメンタイトの相境界近傍で深さ方向分析を行うと、Cr, Mn, Siは共に相境界に明らかに偏析しており、またセメンタイトではCrの濃度はフェライト相よりも高く、Si濃度は逆に低くなっていることがわかった³⁸⁾。

NORDEN達は、延展性を良くするためにB(0.0040at%)を加えたオーステナイト・ステンレス鋼を高温度(1250°C)から急冷した後、750°Cで焼鈍すると、粒界近傍にCrの少ない層が現れると共に、粒界にB(1.5at%)^{-rich}の相が偏析することを見出している³⁹⁾。Fe-0.04%P合金を600°C以下で焼鈍するとき、Pが結晶粒界に偏析するが、焼鈍温度が低い程(440°C)粒界のPの濃度は高くなることも(15±3%)見出されている⁴⁰⁾。

4.4 その他の応用

4.4.1 アモルファス合金の再結晶

GÖTTINGON大のPILLERは⁴¹⁾、リボン状のアモルファス合金Fe₄₀Ni₄₀B₂₀を焼鈍する場合、焼鈍時間の異なる各試料についてBの濃度分布を求め、濃度のゆらぎの自己相関関係を求めた。この結果からクラスターのサイズ、平均B濃度、粒子数密度を決定し、焼鈍時間と各々の特性パラメータの関係を明らかにしている⁴¹⁾。

Fe₄₀, Ni₄₀, B₂₀と共にNi₆₀Nb₄₀, やTi₅₀Be₄₀Zr₁₀のような鉄以外のアモルファス合金についても同様な研究がそれぞれ進められている⁴²⁾⁴³⁾。

4.4.2 磁性材料の組成分析

永久磁性材料として用いられているFe-Cr-Co三元合金を一定温度または620°Cから540°Cまで段階的に下げながら時効し、Fe-rich α相とCr-rich α'相に分解されていく様子をAP-FIMで分析し、またMorphologyの変化が観察されている。時効と共にCrは主としてFe-rich α相に集まり、一定温度に時効するとき、α'相の厚さやα'相の間の距離はしだいに増加する。このように時効の条件、磁性、ミクロな組成の関係が調べられている⁴⁴⁾。

組成の異なるFe-Cr-Co三元合金に1at%のAlが加えられたとき、AlはFe-rich α相で濃度が高くなることを見出され、またCrの濃度分布と磁性との関係が論ぜられている⁴⁵⁾。

4.4.3 残留オーステナイト中の炭素

BARNARDら⁴⁶⁾は、低炭素鋼(1.20at%C)をオーステナイト領域より焼入れ、200°Cで焼もどしたとき、オーステナイト相での炭素濃度は2.24~2.64at%で、マルテンサイト相の0.06~0.17at%より多くなっており、またマルテンサイト相とオーステナイト相との界面で更に炭素濃度が高くなること(~18at%)を見出している。高炭素鋼(3.47at%C)もオーステナイト領域より焼入れ、160°Cで焼もどすとき、{211}_m双晶界面では8.7at%Cとなり、マトリックスの1.5at%Cより高くなっている⁴⁷⁾。またマルテンサイトの鍛造中に起こる炭素の再分布⁴⁸⁾や線引きしたスプリング鋼の炭素の再分布、低温における析出、二次元的な元素分布がImaging型AP-FIM⁴⁸⁾⁴⁹⁾を用いて調べられている⁵⁰⁾。

AP-FIMは鉄鋼材料ばかりでなく、むしろ非鉄合金材料の研究、例えば材料の時効析出、相変態、種々の偏析現象等あるいは表面科学の研究にも広く利用されている⁵¹⁾⁵²⁾が、ここでは鉄鋼材料に限ってその一部を紹介した。

間もなく稼動する予定のAP-FIMを入れると我が国の研究グループは8カ所に達し、それらがすべてフル回転すると世界最大のAP-FIM保有国となるわけで、金属研究者の共同利用を期待している。

文 献

- 1) E. W. MÜLLER and T. T. TSONG: Field Ion Microscopy (Elsevier New York, 1969)
- 2) E. W. MÜLLER and T. T. TSONG: Prog. Surface Sci., 4, ed. by S. G. DAVISON (1973) [Pergamon, New York]
- 3) S. S. BRENNER and S. R. GOODMAN: Appl. Phys. Letters., 5 (1971), p. 865
- 4) S. R. GOODMAN, S. S. BRENNER, and J. R. Cow: Metall. Trans., 4 (1973), p. 2363
- 5) Field Emission and Related Topics, E. W. Muller Festschrift Volume, Surface Sci., 70 ed. by P. H. CUTLER and T. T. TSONG (1978), p. 1
- 6) 中村勝吾, 石田禎宣, 黒田 司, 足立敏之: 13回真空連合講演会予稿(大阪, Oct. 1972), p. 31 および中村勝吾: 真空, 17 (1974), p. 228
- 7) 日本金属学会主催“FIMとアトムプローブの材料科学への応用”シンポジウム予稿(1982. 11月)
- 8) O. NISHIKAWA, K. KURIHARA, M. NACHI, M. KONISHI, and M. WADA: Rev. Sci. Instrum., 52 (1981), p. 810
- 9) T. T. TSONG: Surface Sci., 70 (1978), p. 211
- 10) W. P. POSHENRIEDER: Int. J. Mass Spectrum. and Ion Phys., 9 (1972), p. 357
- 11) E. W. MULLER and S. V. KRISHNASWAMY: Rev. Sci. Instrum., 45 (1974), p. 1053
- 12) K. MURAKAMI, T. ADACHI, O. KURODA, T. KOMODA, and S. NAKAMURA: Proc. of 29th International Field Emission Symposium, (Aug. 1982, Sweden), p. 257
- 13) E. W. MULLER, S. NAKAMURA, O. NISHIKAWA, and S. B. McLANE: J. Appl. Phys., 36 (1965), p. 2496

- 14) S. NAKAMURA, Y. S. NG, T. T. TSONG, and S. B. McLANE: *Surface Sci.*, 87 (1978), p. 656
- 15) E. W. MÜLLER, S. V. KRISHNASWAMY, and S. B. McLANE: *Surface Sci.*, 23 (1970), p. 112
- 16) M. YAMAMOTO and D. N. SEIDMAN: *Surface Sci.*, 118 (1982), p. 535
- 17) K. CHIBANE and R. G. FORBES: *Surface Sci.*, 122 (1982), p. 191
- 18) T. T. TSONG, Y. S. NG, and S. V. KRISHNASWAMY: *Appl. Phys. Letter*, 32 (1978), p. 778
- 19) M. K. MILLER and G. V. W. SMITH: *J. Vac. Sci. Technol.*, 19 (1981), p. 57
- 20) S. NAKAMURA and T. KURODA: *Surface Sci.*, 70 (1978), p. 452
- 21) S. S. BRENNER, M. G. BURKE, L. J. CUDDY, M. K. MILLER, and J. PILLER: *Proc. of 29th IFES (International Field Emission Symposium) (1982, Sweden)*, p. 457
- 22) J. PILLER, M. K. MILLER, and S. S. BRENNER: 同上, p. 473
- 23) M. K. MILLER, S. S. BRENNER, and B. E. WILDE: 同上, p. 481
- 24) R. WAGNER and S. S. BRENNER: *Acta. Metall.*, 26 (1978), p. 197
- 25) P. J. TURNER and J. M. PAPAJIAN: *Met. Sci.*, 7 (1973), p. 81
- 26) B. J. REGAN, P. J. TURNER, and M. J. SOUTHON: *J. Phys. E*, 9 (1976), p. 187
- 27) P. J. TURNER: *Proc. International Conf. of FIM to Metallurgy, Lake Yamanaka Conf. (Japan, 1976)*, p. 69
- 28) G. L. DUNLOP and P. J. TURNER: *Met. Sci.*, 9 (1975), p. 370
- 29) A. YOULE, P. J. TURNER, and B. RALPH: *Microscopy*, 101 (1974), p. 1
- 30) H. -O. ANDREN; *Script. Metall.*, 15 (1981), p. 749
- 31) T. D. MOTTISHAW and G. D. W. SMITH: *Proc. 29th IFES (Sweden, 1982)*, p. 465
- 32) K. E. BIEHL and R. WAGNER: *Proc. 27th IFES, (Tokyo, 1980)*, p. 267
- 33) H. WENDT: *Proc. 27th IFES, (Tokyo, 1980)*, p. 280
- 34) S. S. BRENNER, M. K. MILLER, and W. A. SOFFA: *Script. Metall.*, 16 (1982), p. 831
- 35) M. K. MILLER, S. S. BRENNER, P. P. CAMUS, J. PILLER, and W. A. SOFFA: *Proc. 29th IFES (Sweden, 1982)*, p. 489
- 36) S. V. KRISHNASWAMY, S. B. McLANE, and E. W. MÜLLER: *J. Vac. Sci. Technol.*, 11 (1974), p. 899
- 37) Y. S. NG and T. T. TSONG: *Surface Sci.*, 78 (1978), p. 419
- 38) P. R. WILLIAMS, K. M. DELARGY, S. J. BARNARD, G. D. W. SMITH, A. J. GARRATT-REED, and J. B. V. SANDE: *Proc. 28th IFES (Oregon, 1981)*, p. 198
- 39) A. HENJERED, L. KARLSSON, H. -O. ANDRÉN, and H. NORDÉN: *Proc. of 29th IFES (Sweden, 1982)*, p. 565
- 40) T. SAKURAI, Y. KUK, H. J. GRABKE, A. K. BIRCHENALL, and H. W. PIOKERING: *Proc. 27th IFES (Tokyo, 1980)*, p. 334
- 41) J. PILLER: *Proc. 27th IFES (Tokyo, 1980)*, p. 285
- 42) R. GRÜNE, J. PILLER, M. OEHRING, and R. WAGNER: *Proc. 29th IFES (Sweden, 1982)*, p. 533
- 43) A. MENAND, M. BOUET, C. MARTIN, and J. GALLOT: *Proc. 29th IFES (Sweden, 1982)*, p. 527
- 44) W. A. SOFFA, S. S. BRENNER, P. P. CAMUS, and M. K. MILLER: *Proc. 29th IFES (Sweden, 1982)*, p. 511
- 45) F. ZHA and H. WENDT; 同上, p. 519
- 46) S. J. BARNARD, G. D. W. SMITH, M. SARIKAYA, and G. THOMAS: *Script. Metall.*, 15 (1981), p. 387
- 47) M. K. MILLER, P. A. BEAVEN, and G. D. W. SMITH: *Metall. Trans.*, 12A (1981), p. 1197
- 48) J. A. PANITZ: *J. Vac. Sci. Technol.*, 12 (1974), p. 210
- 49) J. A. PANITZ: *Surface Characterization by Single Atom Mass Spectroscopy (CRC press, Ohio, 1975)*
- 50) G. R. SPEICH: *Trans. Metall. Soc. AIME*, 245 (1969), p. 2553
- 51) 中村勝吾: *表面*, 13 (1975), p. 544; *高精度*, 9 (1979), p. 7; *応用物理*, 50 (1981), p. 77, および *日本金属学会会報*, 10 (1971), p. 13
- 52) 山本雅彦, 稔野宗次: *日本金属学会会報*, 14 (1975), p. 431, 15 (1976), p. 319