

陽電子量子ドット閉じ込めを利用したFe中Cuナノ析出物の寸法評価法の開発

外山 健*・永井 康介*・唐 政*²・井上 耕治*・千葉 利信*
長谷川 雅幸*・大久保 忠勝*³・宝野 和博*³

A New Method for Size Estimation of Cu Nano-precipitates in Fe Based on Positron Quantum-dot Confinement

Takeshi TOYAMA, Yasuyoshi NAGAI, Zheng TANG, Koji INOUE, Toshinobu CHIBA, Masayuki HASEGAWA,
Tadakatsu OHKUBO and Kazuhiro HONO

Synopsis : A new method for size estimation of Cu (sub)nano-precipitates in Fe based on a positron quantum-dot-state is developed. Utilizing a unique characteristic of the positron quantum-dot confinement in positron affinitive embedded nano-precipitates, the smearing of the momentum distribution of positron-electron pair around the Fermi momentum in the Cu nano-precipitates is observed by two-dimensional angular correlation of positron annihilation radiation (2D-ACAR) measurements. Due to the uncertainly relation between position and momentum, the size of the Cu nano-precipitates is estimated from the width of the momentum smearing which is inversely proportional to the average size of the precipitates where positrons are confined. Fe-Cu alloys were aged at 475°C for 0.1 to 20 h to form the Cu nano-precipitates with various sizes. The sizes estimated from 2D-ACAR are compared with those by three-dimensional atom probe (3D-AP). Both the results agree with each other. Furthermore, the present method gives the sizes of the Cu subnano-precipitates which are too small to be detected even by the other technique, such as 3D-AP.

Key words : Cu nano precipitate; size estimation; positron annihilation.

1. 緒言

鉄鋼材料において、Cuは精製除去困難な元素（トランプレメント）の一つとして知られており、スクラップ鋼材中に蓄積・濃化される。このCuを単なる有害不純物としてではなく積極的に利用した、新たなCu析出強化型のリサイクル鋼の開発が行われている¹⁾。一方、不純物としてCuを含む初期の軽水炉型原子炉圧力容器鋼では、照射によって促進されたCu析出が照射脆化の主因であることも知られている²⁾。従って、Cuナノ析出物の形成過程の解明は、Cu析出硬化型鉄鋼材料の機械的特性の理解と制御に欠かせない。

しかしながら、ここで問題になるCuナノ析出物は、直径サブナノ～ナノメートル程度と非常に微細であり、マトリクスFeと整合するbcc構造をとるため、高分解能電子顕微鏡でもその観察は非常に困難である。溶質原子の3次元マッピングが可能な3次元アトムプローブ(3D-AP: Three Dimensional Atom Probe³⁾)は、微細なCuナノ析出物の検出が可能であるが、それでも位置分解能の限界に近い直径サブナノメートルのCu析出物の寸法評価は依然とし

て難しい。

最近我々は、「陽電子量子ドット閉じ込め」現象を発見し、これを利用することによって、従来の手法では観察困難だった直径サブナノ～ナノメートルのCu析出物を非常に敏感に検出し、観察できることを示した^{4,5)}。本研究では、これを基礎にして、Fe中Cu析出物に関する新しい寸法評価法を開発した。Cu(サブ)ナノ析出物中では、量子力学の基本原則である位置・運動量の不確定性関係から、析出物の寸法(実空間)に反比例した電子・陽電子対の運動量分布の“ぼけ”(スミアリング)が生じる。これを陽電子消滅2次元角相関(2D-ACAR: Two-Dimensional Angular Correlation of Positron Annihilation Radiation)法を用いて直接観察することによって、析出物の寸法を求めることができる。

本論文では、このACAR法による新しい寸法評価法について述べ、析出極初期段階で生じる3D-AP法でも観察が難しい直径サブナノ～ナノメートルのCu析出物に対してその寸法を定量的に評価できることを示す。

平成20年7月7日受付 平成20年10月17日受理 (Received on July 7, 2008; Accepted on Oct. 17, 2008)

* 東北大学金属材料研究所 (Institute for Materials Research, Tohoku University, Oarai 311-1313)

* 2 華東師範大学 (East China Normal University)

* 3 物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science)

2. 実験

2.1 試料

純Fe (昭和電工社製 ATOMITRON, 4N), 純Cu (5N)をアーク溶解し, Fe-1.0wt%Cu合金を作製した。均一化処理(825°C, 168h)の後, 冷間圧延して加工・整形し, 825°Cで4h保持してFe中にCuを過飽和に固溶させ, 氷水中に焼入れした。焼入れ後, 10^{-5} Pa程度の真空中で475°Cで(0.1~20)hの熱時効を行った。このようにして, Fe中に種々の寸法のCu (サブ) ナノ析出物を含む試料を作製した。

2.2 ACAR法による寸法評価の原理

2.2.1 陽電子量子ドット閉じ込め^{4,5)}

陽電子は電子の反粒子であり, 電子と同じ質量, 反対符号の電荷を持つ。金属中の陽電子は周囲の電子の1個と対消滅し, 多くの場合, 2本の消滅 γ 線(1本のエネルギーはほぼ511 keV)をほぼ正反対方向に放出する(2光子対消滅)。この消滅 γ 線を検出して消滅相手となる電子の状態を調べることにより, 消滅サイトの情報を得るのが陽電子消滅法である。金属材料中の陽電子は, 消滅までの間に100~200 nm程度の範囲を拡散し, 自己の好きなサイトを探し回り, そのようなサイトが見つかったところに局在した(捕獲された)後に周囲の電子の1個と対消滅する。陽電子が自己探索するサイトとしては従来から空孔型欠陥が知られており, この手法は金属や半導体中の欠陥の研究に盛んに用いられてきた⁶⁾。これは, 正イオンである原子核が欠けた空孔型欠陥では, 正の電荷を持つ陽電子が感じる斥力ポテンシャルが消失するために, そこに陽電子が捕獲されるためである。このような陽電子の捕獲は, 空孔型欠陥だけに限定されるものではない。たとえ空孔型欠陥を含んでいなくても, 陽電子親和力がマトリクスより高い元素から成る析出物が存在すると, 陽電子はそこに捕獲され得る⁷⁾。我々はこのような現象が起こることを熱時効したFe-Cu合金で初めて見出し, 陽電子量子ドット閉じ込めと名付けた。Fe-Cu合金中のCu (サブ) ナノ析出物は, その半径が約0.3 nm以上であれば陽電子はそれを高感度に探索してそこに捕獲され, ナノ析出物固有の情報を与えてくれる^{5,7)}。本研究ではこれを利用してナノ析出物中の陽電子・電子対の運動量分布を精密測定し, その寸法依存性からナノ析出物の寸法を評価する。

2.2.2 運動量分布のスメアリングによる寸法評価の原理

(サブ) ナノ析出物中に陽電子が閉じ込められ, その内部の電子と対消滅する場合, 位置(陽電子・電子の存在範囲である析出物の大きさ)と運動量の不定さ(拡がり)との間には不確定性関係が成立する。この場合の陽電子・電子対にとって結晶波数 k はもはや良い量子数ではなくなり, 運動量分布はフェルミ運動量($p_F = \hbar k_F$)付近に“ぼけ”(スメアリング)をもつようになる (Fig. 1(a)参照)。この

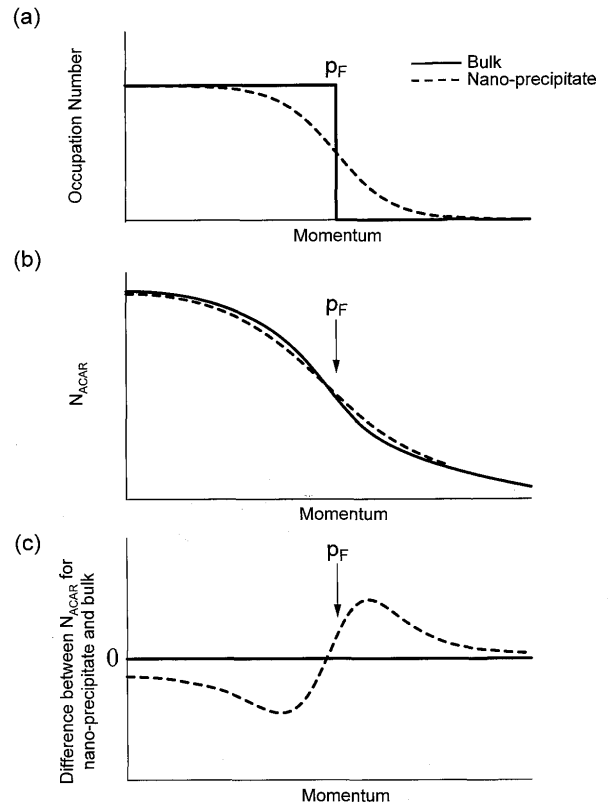


Fig. 1. (a) Schematic illustration of electron occupation number around the Fermi momentum for bulk and nano-precipitate, (b) Angular correlation of positron annihilation radiation spectrum (N_{ACAR}) for bulk (solid line) and nano-precipitate (dashed line). These two curves are normalized to the same area, (c) Difference between N_{ACAR} for Cu bulk and Cu nano-precipitate.

ときの p_F 付近の運動量分布のスメアリングの幅 Δp は, 析出物の半径 r に反比例し, スメアリングがガウス関数型であると仮定すると,

$$\Delta p = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} r^{-1} \dots \dots \dots (1)$$

の関係式を導くことができる⁸⁾ ((1)式では Δp 及び r は原子単位(a.u.)で表記され, 運動量: 1 a.u. = $7.297 \times 10^{-3} mc$ (m : (陽)電子の静止質量, c : 光速, 長さ: 1 a.u. = 0.0529 nm)。このスメアリング Δp を次節で説明する2D-ACAR法によって実験的に測定することにより, 析出物平均半径 r を求めることができる。

2.3 実験手法

2.3.1 2D-ACAR法⁹⁻¹¹⁾

陽電子・電子の2光子対消滅によってほぼ正反対方向に放出される2本の γ 線のなす角(正反対からのずれの角度を θ とする)は, 対消滅前後のエネルギーおよび運動量の保存則で決まる。消滅前の陽電子・電子対の運動量 p の γ 線に垂直方向成分を p_T とすると, p_T と θ の間には $p_T = mc\theta$ の関係がある。これより, θ に対する同時計数分布を測定することにより p_T の分布を得る。これが, ACAR

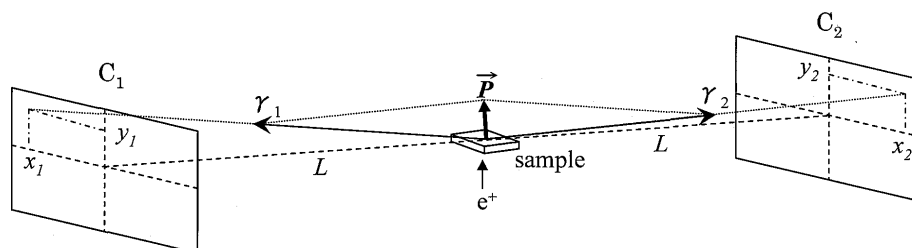


Fig. 2. Schematic illustration of 2D-ACAR apparatus. Anger cameras, C_1 and C_2 , are separated from the specimen by a distance of L (7.5 m). The annihilation γ -rays are detected in coincidence at positrons (x_1, y_1) in the camera C_1 and (x_2, y_2) in the camera C_2 . The angular deviation from anticollinearity, θ , is related to $p_x = mc\theta_x$ and $p_y = mc\theta_y$, where $\theta_x = (x_1 + x_2)/L$ and $\theta_y = (y_1 + y_2)/L$.

スペクトルである^{9,10}。

ACAR法によって、主に伝導電子(価電子)の運動量分布を高分解能で調べることができ、バルク金属のフェルミ面などの研究が多く行われてきたが⁹、析出物中への陽電子の「陽電子量子ドット閉じ込め」を利用すれば、バルク(Fe金属)でなく“そこに埋め込まれた”Cu(サブ)ナノ析出物のフェルミ面を調べることができる¹¹。

本研究では、Fig. 2に示すように、試料・線源から7.5 m離れて向かい合う一対の面状位置敏感 γ 線検出器(アンガーカメラ)を用いて、消滅 γ 線方向に垂直方向の2次元角度相関分布を測定できる2次元角相関(2D-ACAR)装置を用いた。ここでは、2次元の2D-ACARスペクトルの原点を中心とした円柱平均(2D-ACARスペクトルの等方成分の動径分布)を求め、運動量の大きさに対する運動量分布であるACARスペクトル(N_{ACAR})として解析を行った。

2.2.2で述べたCuナノ析出物に陽電子量子ドット閉じ込めされた陽電子・電子の運動量分布のスメアリングがACARスペクトルにどのように現れるかをFig. 1(b)に示す。Cuナノ析出物中の運動量分布は、Cuバルク中のそれと比較して、フェルミ運動量 p_F より低運動量側で低くなり、高運動量側では逆に高くなる。両者の差をとると(Fig. 1(c))、スメアリングをより明瞭に表示することができる。

2.3.2 同時計数ドップラー拡がり法^{5,6}

熱時効したFe-Cu合金中では、多くの陽電子は、前述のようにCuナノ析出物に閉じこめられ内部のCu電子と消滅する。しかしながら、Cuナノ析出物の外部の電子、すなわちマトリクスのFe電子と消滅する可能性もある。これは、陽電子が、(i) Cuナノ析出物に閉じ込められることなくマトリクス中で消滅する場合や、(ii) Cuナノ析出物に閉じ込められてもその析出物が小さいため(直径約1 nm以下)、陽電子の波動関数が析出物の外へしみ出て周りのマトリクスFe原子の電子と消滅する場合があることによる。Cuナノ析出物中の運動量分布のスメアリングを正確に評価するためには、これらの成分を取り除く必要がある。このために、同時計数ドップラー拡がり(CDB: Coincidence Doppler Broadening)測定を行った。

CDB法は、ACAR法と同様に、電子・陽電子対の運動量

分布を測定する方法であるが、バックグラウンドが非常に低いという特徴を持つ。このため、消滅事象が僅かであるためバックグラウンドが問題となる高運動量領域の分布の測定が可能となる。高運動量領域の分布では、内殻電子の寄与が主となることから、その運動量分布を測定することができる(なお、CDB法の分解能はACARと比べて悪いので、低運動量領域の分布で主となる伝導電子に関連する運動量分布スメアリングを詳細に調べることはできない)。内殻電子は、化学結合状態や結晶構造などにほとんど影響されないため、陽電子の消滅相手となる電子の属する元素分析が可能となる^{5,6}。本研究では、陽電子がCu電子、Fe電子と消滅する割合をCDB法によって評価し、それに基つきACARスペクトルからFe電子との消滅成分を除去し、Cuナノ析出物中電子(すなわちCu電子)との消滅成分のみを抽出した。

2.3.3 3D-AP法³

2D-ACAR法によるCuナノ析出物の寸法評価の妥当性を確認するために、3D-AP法によるCuナノ析出物の観察も行い、3D-AP法で観察可能な大きさの析出物(半径約0.5 nm以上)に対して、両者の結果を比較した。3D-AP法では、先端径が数10 nmの針状試料に高電圧パルスを印加して先端部の原子をイオン化して蒸発させることにより、原子面を一層ごとに剥ぎ取る。この蒸発イオンを位置敏感検出器で検出することにより位置情報を得る。また、イオンの飛行時間から質量分析を行う。このようにして、試料中の原子の空間分布を元素ごとに3次元的に観察することができる。試料を針状に切り出し、一般的に用いられる電解研磨法によって3D-AP試料を作製した。3D-AP観察は物質・材料研究機構の断層アトムプローブ(CAMECA製、Tomographic Atom Probe)を用い、試料温度50K、真空度 3.0×10^{-8} Paで測定を行った。

3. 結果と考察

3.1 ACAR法によるCu(サブ)ナノ析出物中の電子運動量分布スメアリングの測定

475°Cで熱時効したFe-Cu合金のACARスペクトル

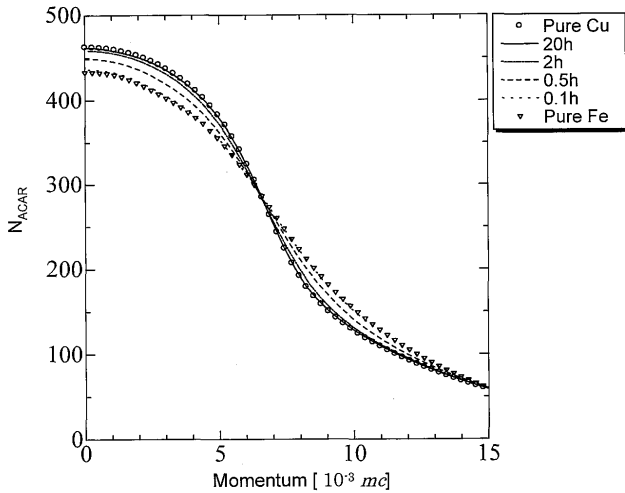


Fig. 3. ACAR spectra (N_{ACAR}) for the aged states in Fe-Cu alloy. For the reference, the spectra of pure Fe and pure Cu are also shown. All the spectra are normalized to the same area.

N_{ACAR} を Fig. 3 に示す。参照のために良く焼なましされた純Feおよび純Cuのスペクトルもそれぞれ併せて示す。これらのスペクトルは、 $(0\sim 15)\times 10^{-3}mc$ の運動量分布領域の面積が同一になるように規格化されている。Fe-Cu合金のスペクトルは、0.1h熱時効では純Feにほぼ等しく、熱時効時間が長くなるに従って純Cuのスペクトルへと近づいていく。この変化は、次の二つの理由からなる。第一は、熱時効によってFe-Cu合金中にCuナノ析出物が形成し、そこに陽電子が捕獲されるようになり、析出物中のCu電子と消滅する陽電子の割合が増加し、マトリクスFe電子と消滅する陽電子の割合が減少するためである（なお、Cuナノ析出物はほぼ純Cuから成り、マトリクスFeの混在はほとんどないことが、陽電子消滅法によるFe中Cuナノ析出物のフェルミ面観察から確かめられている¹¹⁾）。第二は、2.2.2でも述べたように、Cuナノ析出物の寸法の変化によってCu電子の運動量分布自体が変化（スメアリング）するためである。

前者（第一）の理由による変化分をACARスペクトルから除去して後者（第二）の理由による変化分のみを取り出すために、CDB測定を行った。Fe-Cu合金試料のCDBスペクトルを純FeのCDBスペクトルを基準として規格化して求めたCDB比率曲線をFig. 4に示す。 $25\times 10^{-3}mc$ 付近の幅の広いピークがCuの3d電子との消滅に由来する（Fe(3d⁶)に比べCu(3d¹⁰)は3d電子が4個/原子多い）。時効時間が長くなるに従ってこのピークが高くなり、純Cuのピークに近づく。このピーク強度から、陽電子がCuナノ析出物中の電子（すなわちCu電子）と消滅した相対割合 I_{Cu} を求めた（Table 1）。この I_{Cu} を用い、Fig. 3に示したFe-Cu合金のACARスペクトルから、マトリクス純Feのスペクトル成分を $(1-I_{Cu})$ の割合分だけ差し引くことによって、各熱時効状態のCuナノ析出物のACARスペクトル：

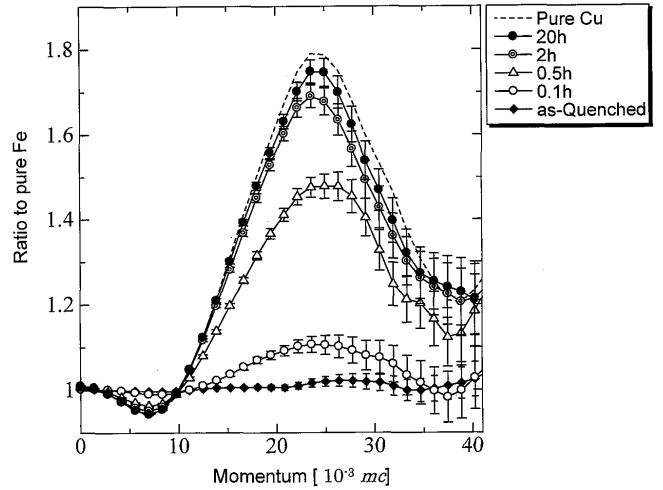


Fig. 4. Ratio curves of the coincidence Doppler broadening (CDB) spectra for the aged states in Fe-Cu alloy. For a reference, the curve for pure Cu is also shown by a dashed line.

Table 1. Thermal aging evolution of the annihilation fraction of positrons with Cu electrons in the Cu nano-precipitates (I_{Cu}).

Aging Time [h]	I_{Cu} [%]
0.1	13
0.5	61
2	87
20	95

N_{ACAR}^{CNP} を求めた (Fig. 5(a)). すなわち、

$$\begin{aligned} & (\text{Cuナノ析出物のスペクトル} : N_{ACAR}^{CNP}) \\ & = \{ (\text{Fe-Cu合金のスペクトル}) \\ & \quad - (1-I_{Cu}) \times (\text{純Feのスペクトル}) \} \dots\dots\dots (2) \end{aligned}$$

図中には、Cuのフェルミ運動量($p_F=5.25\times 10^{-3}mc$)を矢印で示す。時効時間が短いほど p_F 付近のスペクトルがなだらかである。これは、時効初期でCuナノ析出物が小さいときに運動量分布のスメアリングが顕著であることを示している (Fig. 1(b)参照)。

このスメアリングの時効変化をより詳細に調べるために、(0.1~2h)時効後の N_{ACAR}^{CNP} と20h時効後の N_{ACAR}^{CNP} との差をFig. 5(b)に示す。後に3D-APの結果で示すように、20h時効後ではCuナノ析出物の平均半径は約1.5nmと大きいことから、(1)式より期待されるスメアリングは非常に小さいので、20h時効試料の N_{ACAR}^{CNP} をバルク（スメアリングのない）運動量分布と近似して良い。従って、Fig. 5(b)に示す差分スペクトルがスメアリング効果を表している。

いずれの時効時間後も、 p_F を挟んで低運動量側で負に、高運動量側で正となっている。これは、Fig. 1(c)に示すように、運動量分布スペクトルの分布がスメアリングを起こすことによってフェルミ運動量より低い運動量領域の分布が減少して高い運動量領域にしみ出すことによるものである。時効時間が短いほど、すなわちCuナノ析出物寸法が

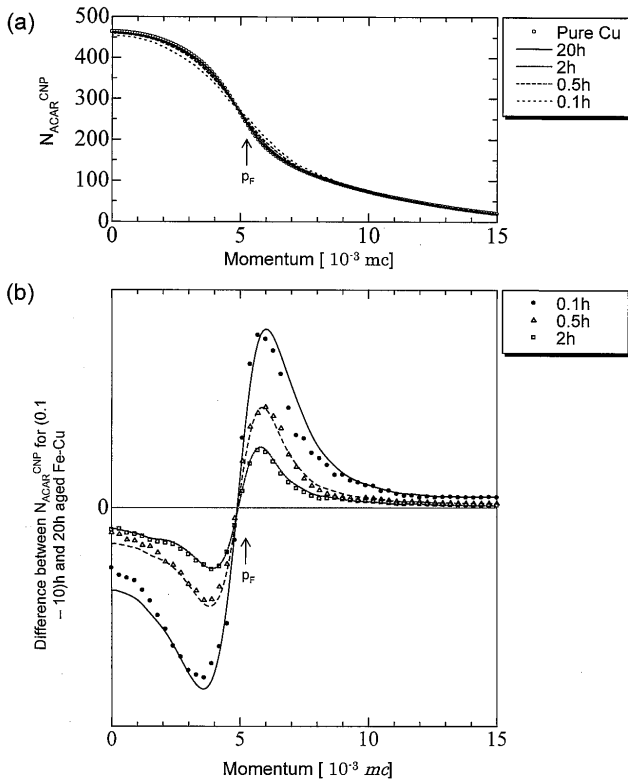


Fig. 5. (a) ACAR spectra for the Cu nano-precipitates (N_{ACAR}^{CNP}) in the aged states in Fe-Cu alloy, (b) Difference in N_{ACAR}^{CNP} between (0.1–2)h- and 20h-aged Fe-Cu alloy (solid circle for 0.1 h-, open triangle for 0.5 h- and open square for 2 h-aged Fe-Cu alloy). The best fittings with the Gaussian function convolution to the N_{ACAR}^{CNP} for 20 h-aged Fe-Cu alloy are also shown for each difference in N_{ACAR}^{CNP} for 0.1 h- (solid line), 0.5 h- (dashed line) and 2 h- (chained line) aged Fe-Cu alloy).

小さいほど、差が大きい（スミアリングが大きい）ことがわかる。このスミアリングの大きさを定量的に評価するために、20h時効後の N_{ACAR}^{CNP} に、ガウス関数（スミアリング関数）の畳み込み（コンボリューション）を行ってフィッティングを行った。その最適フィッティング結果を Fig. 5(b) に実線で示す。いずれの時効時間でも、実験結果はフィッティング結果によって良く再現されている。このようにして得られた最適フィッティングガウス関数の半値幅 (FWHM) を Cu ナノ析出物中の運動量分布スミアリング Δp とする。熱時効状態に関する Δp の結果を Table 2 に示す。このようにして得られた Δp を (1) 式に適用して求めた Cu ナノ析出物の平均半径も Table 2 に示す。

3・2 運動量分布スミアリングを用いた Cu (サブ) ナノ析出物平均半径の評価

Table 2 に示した、ACAR 法から求めた Cu ナノ析出物の平均半径 r を Fig. 6 に示す。この結果が妥当であることを実験的に検証しなければならない。さて、Fe マトリクス中の半径 0.5 nm 以上の Cu (サブ) ナノ析出物は 3D-AP 法でも観察される。そこで、(0.1~20)h 熱時効した Fe-Cu 合金について 3D-AP 観察を行った (Fig. 7)。0.1 h では Cu ナノ

Table 2. Thermal aging evolution of the smearing width (Δp) from the best fitting with the Gaussian function convolution to the ACAR spectra of the Cu nano-precipitates (N_{ACAR}^{CNP}) shown in Fig. 5(b). The average size of the Cu nano-precipitates estimated using formula (1) is also shown.

Aging Time [h]	FWHM [$\times 10^{-3}$ mc]	Radius [nm]
0.1	5.4	0.26
0.5	3.3	0.41
2	2.3	0.56

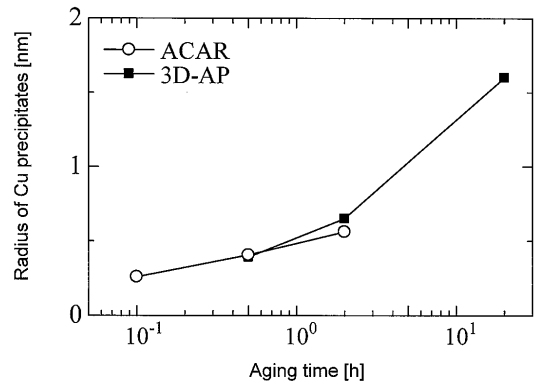


Fig. 6. Average radius of Cu nano-precipitates in the aged states in Fe-Cu alloy obtained by ACAR (open circle) and 3D-AP (solid square).

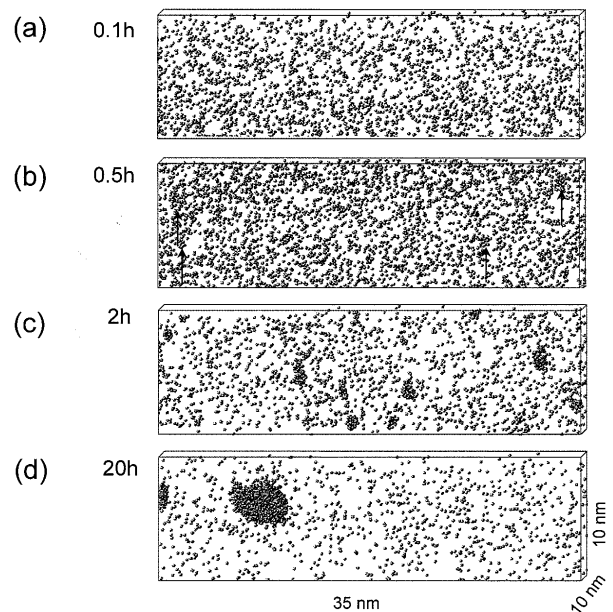


Fig. 7. 3D-AP atom maps of Cu in the aged states in Fe-Cu alloy. The Cu nano-precipitates in the 0.5 h-aged state are indicated by the arrows.

析出物は観察されなかったが (Fig. 7(a)), 0.5 h ではかすかに Cu クラスターと思われる Cu 原子集合体が認められ (Fig. 7(b) 矢印), 2 h では明瞭な Cu ナノ析出物が検出された (Fig. 7(c)). さらに 20 h ではこれら Cu ナノ析出物が粗大化した (Fig. 7(d)). これら観察結果から、Envelope 法¹²⁾を用いて Cu ナノ析出物を構成する Cu 原子数の平均値を各時効時間について求めた。ここで、前述のように Cu ナノ析

析出物はほぼCu原子のみから成りマトリックスFe原子はほとんど混在しないことから、析出物の半径 r は、Cu原子をbcc構造Feマトリックスに整合に球状に並べることによって求められる。すなわち、

$$\frac{a^3}{2} \times N = \frac{4\pi}{3} r^3 \dots\dots\dots(3)$$

となる。(3)式で、 N はCuナノ析出物中のCu原子数、 a はbcc構造Feの格子定数(0.287 nm)である。このようにして3D-AP法から求めた結果を、ACAR法によるそれらと比較する(Fig. 6)。0.5h以上の時効時間では、ACAR、3D-AP両手法による析出物平均半径は非常に良く一致した。これは、本研究のACAR法による新たな寸法評価法が正しい結果を与えることを実験的に検証している。なお、ACAR法によれば、3D-AP法でも評価が困難な0.1h時効後に形成するCuサブナノ析出物(半径は0.3 nm程度、10~20個のCu原子数に対応)の寸法も評価できることを強調しておきたい。

4. 結言

Fe-Cu合金中に熱時効極初期段階で形成するCuナノ析出物を対象として、直径サブナノ~ナノメートルのCu析出物の平均寸法を、陽電子量子ドット閉じ込め現象を利用して求める新しい手法を提案した。これは、Cuナノ析出物中で生じる運動量分布の“ぼけ”(スメアリング)を、陽電子量子ドット閉じ込めを利用してACAR法で直接測定し、運動量分布スメアリング(運動量空間)と析出物寸法(実空間)との間の運動量・位置に関する不確定性関係に基づき析出物の寸法を求める方法である。3D-AP観察を行

い、3D-AP法で観察できる半径約0.4 nm以上のCuナノ析出物については、ACAR法および3D-AP法の結果は良く一致した。これによって、本研究の新手法の妥当性を検証した。さらに、ACAR法を用いて、3D-AP法でも観察が困難な平均半径約0.3 nm程度のサブナノメートルのCu析出物の寸法を求めることができることを示した。

本研究は、第14回鉄鋼研究振興助成事業「ナノ・サブナノ銅析出物の寸法評価法の開発—陽電子量子ドット運動量スメアリング法—」として実施されたものである。また、一部は文部科学省科学技術研究費補助金170002009、15106015および18686077に依った。

文 献

- 1) 例えば、(a)岸田宏司, 秋本 治: *Tetsu-to-Hagane*, **76** (1990), 759. (b)井上忠信, 長井 寿: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **52** (2003), 1107.
- 2) 例えば、(a)金属, 特集「圧力容器材料の照射脆化機構」, **71** No. 8 (2001), (b)金属, 特集「より高い信頼性を求めた原子炉材料の最近の研究動向」, **73** No. 8 (2003), (c)永井康介, 外山健, 長谷川雅幸: 金属, **77** (2007), 1333.
- 3) 3次元アトムプローブ法の基礎に関しては、例えば、宝野和博, 金属, **73** (2003), 679.
- 4) Y.Nagai, M.Hasegawa, Z.Tang, A.Hempel, K.Yubuta, T.Shimamura, Y.Kawazoe, A.Kawai and F.Kano: *Phys. Rev. B.*, **61** (2001), 6574.
- 5) Y.Nagai and M.Hasegawa: *Bunseki*, **7** (2003) 374.
- 6) まてりあ, 特集「陽電子消滅法による材料評価の最近の進展」, **35**, No. 2 (1996).
- 7) M.J.Puska and R.M. Nieminen: *Rev. Mod. Phys.*, **66** (1994), 841.
- 8) T.Toyama, Z.Tang, Y.Nagai, T.Chiba, K.Inoue, M.Hasegawa, T.Ohkubo and K.Hono: 投稿準備中.
- 9) 藤岡邦男: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **8** (1969), 376.
- 10) M.Hasegawa, T.Chiba, A.Kawasuso, T.Akahane, M.Suezawa, S.Yamaguchi and K.Sumino: *Mater. Sci. Forum*, **196-201** (1995) 1481.
- 11) Y.Nagai, T.Chiba, Z.Tang, T.Akahane, T.Kanai, M.Hasegawa, M.Takenaka and E.Kuramoto: *Phys. Rev. Lett.*, **87** (2001), 176402.
- 12) M.K.Miller: *Atom Probe Tomography*, New York, Springer, (2000).