

走査電子顕微鏡を駆使した 鉄鋼材料表面・組織の情報分離可視化

Selective Visualization Techniques for Surface and Microstructure of Steel Products by Scanning Electron Microscopy

青山 朋弘 AOYAMA Tomohiro JFE スチール スチール研究所 分析・物性研究部 主任研究員 (副課長)・博士 (工学)
名越 正泰 NAGOSHI Masayasu JFE スチール スチール研究所 分析・物性研究部長・博士 (理学)
佐藤 馨 SATO Kaoru JFE スチール スチール研究所 主席研究員・Ph. D.

要旨

JFE スチールは、走査電子顕微鏡 (SEM) 法を用いた最先端観察技術の開発とその鉄鋼材料への応用に取り組んでいる。本報では、鉄鋼材料のさまざまな情報を分離して可視化する技術、および低加速電圧での元素分析技術について紹介する。観察条件や検出器を適正に選択することにより、物質、形状、結晶方位といった多様な情報を分離して可視化することが可能となった。また、低加速電圧での元素分析では、表面感度および空間分解能の向上に加え、化学状態を識別できることを示した。これらの技術開発により、鉄鋼材料のマイクロ構造と特性の関係を明確にする能力が向上し、新規鉄鋼材料の設計や開発にとってより有用な知見が得られるようになった。

Abstract:

JFE Steel has developed observation techniques utilizing scanning electron microscopy (SEM) and their application to steel products. An appropriate selection of SEM conditions and detectors achieves selective imaging of surface information such as the chemical state, topography, mean atomic number, and crystallography. Elemental analyses under low primary electron energy improve spatial resolution and moreover enable characterization of chemical states. A combination of these techniques improves understanding of the relationship between the microstructures and important properties of steel products and can serve as a lodestar for the design and development of novel materials.

1. はじめに

自動車や家電、船舶など、さまざまな用途に用いられている鉄鋼材料は、強度や延性などの機械的特性に加え、塗装性やめっき性、さらには外観や加工時の摺動性など、さまざまな特性が要求される。優れた特性を有する鉄鋼材料を開発するには、数ナノメートルから数百マイクロメートルまでの幅広いスケール範囲で、これらの特性に寄与する、鋼組織や表面形態を把握することが重要である。

走査電子顕微鏡 (SEM) は、基本的な材料評価手法のひとつである。SEM は、観察倍率レンジが広い、焦点深度が深い、試料調整が比較的容易という利点に加え、特性 X 線による元素分析や電子後方散乱図形 (EBSP) による結晶方位解析などの機能付加が可能といった利点から、鉄鋼分野においても広く用いられている。電子線を走査して像を得る SEM の原形は 1935 年につくられ¹⁾、今日の SEM 基本技術

の大半が 1950 年代から 60 年代初頭にかけて確立され²⁾、1965 年に市販化に至った³⁾。その後、電界放出電子銃や対物レンズの改良、PC 制御技術の導入など、さまざまな技術革新や改良がなされ、SEM の性能や利便性が格段に向上してきた。さらに、近年、極低エネルギー (≤ 1 keV) の入射電子によって実効的な空間分解能や表面感度を向上できる極低加速電圧 SEM 技術や、さまざまな試料情報を複数検出器によって分離可視化する技術が発展し、SEM 利用技術が飛躍的に向上している。その一方で、SEM 像の解釈はいっそう複雑になり、実験や計算に基づいたコントラスト解釈の重要性が増している。

JFE スチールでは、極低加速電圧 SEM の有用性に早くから注目し、2001 年に極低加速 SEM を導入して以来、鉄鋼材料の極表面観察技術の開発に取り組んできた⁴⁻¹⁴⁾。2006 年の分析・解析特集号では、極低加速電圧 SEM 技術とその利点について報告した⁶⁾。本報では、二次電子 (SE)、反射電子 (BSE) 情報の分離可視化技術を検討した結果を紹介する。さらに、低加速での元素分析技術の取組みについて

2015 年 7 月 30 日受付

も紹介する。なお、本報で紹介する例は、静電レンズと磁場レンズを組み合わせた複合型対物レンズを搭載した、LEO Elektronenmikroskopie GmbH (現 Carl Zeiss Microscopy GmbH)、または Carl Zeiss Microscopy GmbH 製のショットキー型 SEM で実験を行なったものである。

2. 二次電子情報の取り分け

SE は、試料に侵入した入射電子がエネルギーを失いながら拡散する際に生じる。そのエネルギーは数十電子ボルト以下と小さく、試料表面からの放出量は、表面の形状や物質の違い、帯電などの試料表面状態の影響を受けやすい。低い入射電子エネルギー (E_p) 条件下で、検出器の種類や配置を選択することで、優先的に検出する SE のエネルギー範囲を選別して、表面情報を分離可視化する技術を確立した。

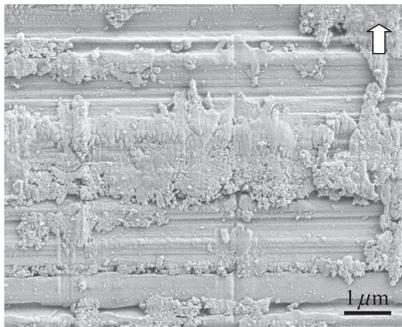
写真 1¹¹⁾ は、合金化溶融亜鉛めっき (GA) 鋼板の摺動機構解明を目的に、摺動試験後の工具表面の同一視野を、試料室内に設置された Everhart-Thornley 検出器 (以下、E-T 検出器) と鏡筒内に設置されたインレンズ SE 検出器で、 E_p

=1 keV で観察した SEM 像である。E-T 検出器で撮影した写真 1 (a) では、形状情報が強調され、工具表面の付着物の形状を確認することができる。一方、インレンズ SE 検出器で撮影した写真 1 (b) では、物質情報が強調され、コントラストの違いから、付着物は 1 と 2 で示した二種類で構成されていることが明らかになった。透過電子顕微鏡観察の結果、付着物 1 は工具表面の凸部に強固に凝着した Al 酸化物と Fe-Zn 合金からなる緻密な複合層であり、切削工具表面に形成される、いわゆる構成刃先に類似したものである¹¹⁾と考えられた。一方、付着物 2 は Fe-Zn 合金であり工具表面とは完全には結合しておらず、付着物 1 で削り取られためっき層¹¹⁾と考えられた。これらの結果から GA と工具表面の新しい凝着機構が提案されている。このような試みを通じて、より高い潤滑性を有する鋼板の表面設計が可能になると期待される。

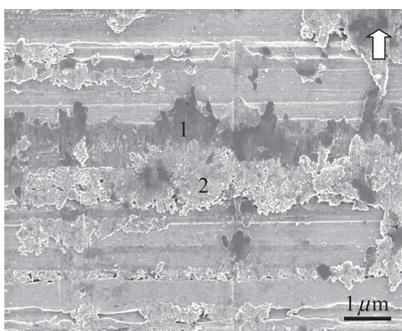
写真 1 (a) に示した実例で用いた SEM 装置のインレンズ SE 検出器は、試料から放出される SE のうち、主に低エネルギー領域の SE を高い収率で検出するように設計されている。インレンズ SE 検出器による SE 像が物質の違いに敏感であるのは、検出される低エネルギー SE の放出特性が、仕事関数や局所的な帯電による表面ポテンシャルの変化の影響を受けやすいためと考えられる。これに対し、E-T 検出器では、物質状態に敏感な低エネルギー SE の検出割合が低いことに加え、試料斜め上方に位置した検出器配置に起因した投影効果によって、表面形状が強調されると考えられる。このような検出器特性の違いを、電子軌道計算などによっても確認している¹⁵⁾。

SE 情報分離のメカニズムを実験的に理解するため、エネルギーフィルター機能を有したインレンズ検出器を用い、これらのコントラスト形成に寄与する電子のエネルギー領域を調査した¹⁰⁾。熱処理により表面に酸化層を形成させた炭素鋼断面の同一視野を、フィルター電圧を変化させて SEM 像を撮影した。これらの SEM 像に画像演算処理を行ない、差分像を取得した。この差分像は実質的に、あるエネルギー範囲の SE を選択的に取り込んだ像となる。写真 2¹⁶⁾ に、上記要領で取得した SEM 差分像を示す。写真 2 (a) は 0 から 30 eV、写真 2 (b) は 100 から 300 eV のエネルギー範囲の差分像である。写真 2 (a) 中に白矢印で示した暗いコントラストは、断面試料作製時に吸着した研磨剤の帯電に起因したものである。より高いエネルギー領域の電子を取り込んだ写真 2 (b) では、この帯電起因のコントラストがほぼ消失し、クラック形状が明瞭になった。以上の結果から、低いエネルギー領域の SE では物質情報が、より高いエネルギー領域では形状情報が強調された像が得られると考えられる¹⁰⁾。

このように、SE コントラストの形成メカニズムを明らかにすることで、観察した SE 像を正しく解釈することができ、構造や形態を明らかにすることができる。さらには、着目し



(a) By Everhart-Thornley (E-T) detector

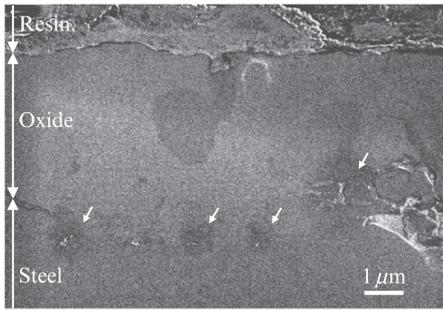


(b) By in-lens secondary electron (SE) detector

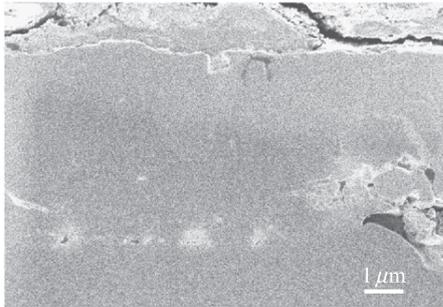
Arrows indicate the sliding direction of the steel sheet.

写真 1 合金化溶融亜鉛めっき (GA) 鋼板を摺動試験した後の工具表面の二次電子 (SE) 像¹¹⁾ (入射電子エネルギー (E_p) =1 keV)

Photo 1 Plan view secondary electron (SE) images of the tool surface after a sliding test of a galvanized (GA) steel sheet¹¹⁾ (The primary energy of incident electron (E_p) was 1 keV from the same area.)



(a) Filtering energy: 0-30 eV



(b) Filtering energy: 100-300 eV

写真2 熱処理により表面に酸化層を形成させた炭素鋼断面のエネルギーフィルターした走査電子顕微鏡 (SEM) 像から得た差分像¹⁶⁾ (入射電子エネルギー (E_p) = 1.5 keV)

Photo 2 Subtracted images of energy filtered scanning electron microscopy (SEM) images of the cross-section of thermally-oxidized carbon steel¹⁶⁾ (The images were obtained by subtracting the image intensities of different filtering voltages from the same area. The primary energy of incident electron (E_p) was 1.5 keV)

た特性に関連した表面情報の選択取得が可能となり、新規鉄鋼材料の設計や開発に有益な知見を得ることができる。

3. 反射電子情報の取り分け

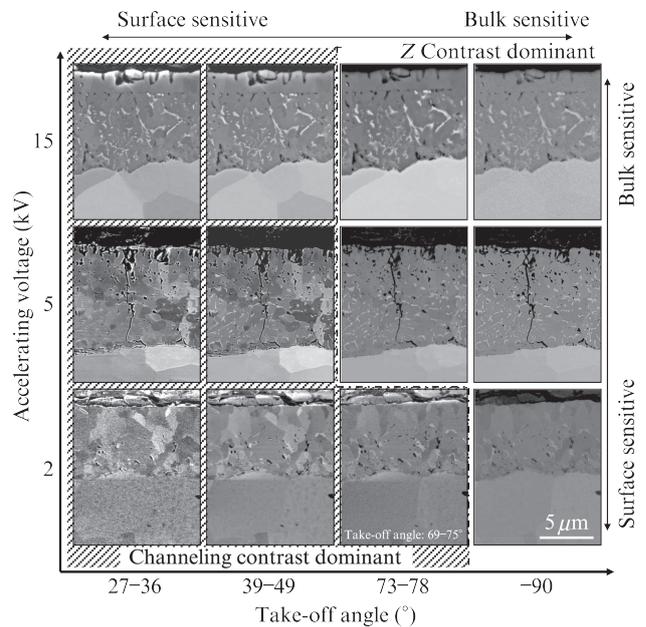
3.1. 平均原子番号情報と結晶方位情報の取り分け

BSE は、試料に侵入した入射電子が試料表面から再放出されたもので、そのエネルギー範囲は数十電子ボルトから E_p までである。BSE 像は、物質の結晶方位や、平均原子番号 (Z)、形状に起因したコントラストを呈するため、鉄鋼材料をはじめ、さまざまな材料の組織観察に広く使用されてきた。一般的に、BSE 像ではこれらのコントラストが重畳して観察される。JFE スチールは、SE と同様に、観察条件や検出器を適正に選択することによって、これらの情報を分離可視化することを見出した^{8,9,12,14)}。

熱処理により表面に酸化層を形成させた低炭素鋼断面において、 E_p と試料表面から見た BSE の取込角 (θ) を独立に変化させて、BSE 像コントラストの変化を系統的に調査した^{8,9)}。その結果、高 E_p ではバルク情報と Z コントラストが、低 E_p では表面情報と結晶方位の違いに起因したチャ

ネリングコントラストが増加することが明らかになった。また、高 θ ではバルク情報と Z コントラストが、低 θ では表面情報とチャネリングコントラストが、それぞれ増加することも示された。これらの結果は、SEM 観察条件とコントラストの関係を表したダイアグラム (図 1^{8,9)}) にまとめられ、BSE 像の観察条件を決定するための指標となっている。たとえば、写真 3^{8,9)} に示すように、 $E_p=5$ keV で、 θ の異なる BSE 検出器を用いることにより、チャネリングコントラストを強調した像 (a) と、 Z コントラストを強調した像 (b) を同時に取得することが可能となる。写真 3 (a) からは、酸化層および地鉄の結晶粒の形状や分布を、写真 3 (b) からは、酸化層と地鉄の境界あるいは酸化層中に分散した微細な鉄粒子のサイズや分布を明確にすることが可能となる。

BSE の情報分離においても、目的の情報に寄与する電子を優先的に検出することが、重要なポイントである。BSE は、入射時のエネルギーをほとんど失っていない低損失電子 (LLE) 成分と、エネルギーを失った非弾性散乱成分に分類される。チャネリングコントラストは、主に LLE 成分が結晶方位に対応した異方性を生じることに起因すると考えられている¹⁷⁾。一方、 Z コントラストは、電子が後方散乱される度合いが物質の平均原子番号によって異なることに起因し、LLE 成分と非弾性散乱成分の両方が寄与する¹⁷⁾。低 θ ・低



The areas where the mean atomic number (Z) contrast and channeling contrast are enhanced are indicated by shaded and unshaded areas, respectively.

図 1 熱処理した低炭素鋼板断面の反射電子 (BSE) 像の、コントラストと加速電圧、取込角の関係をまとめたダイアグラム^{8,9)}

Fig. 1 Schematic diagram showing the take-off angle and accelerating voltage dependencies of the backscattered electron (BSE) contrast of the cross-section of the heat-treated low carbon steel^{8,9)}

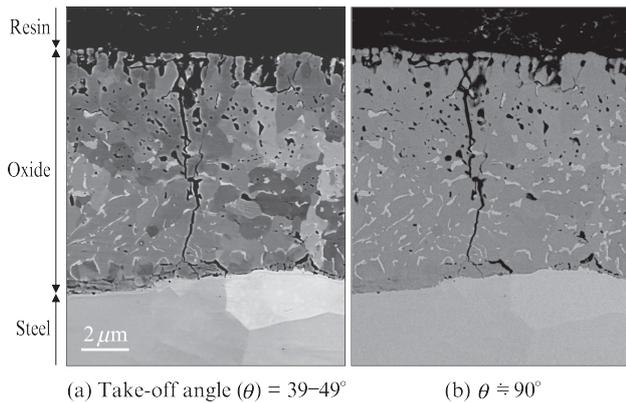


写真3 熱処理した低炭素鋼断面の同一視野を、異なる取込角 (θ) で撮影した反射電子 (BSE) 像^{8,9)} (入射電子エネルギー (E_p) = 5 keV)

Photo 3 Backscattered electron (BSE) images of the cross section of heat-treated low carbon steel obtained with different take-off angles (θ_s)^{8,9)} (The primary energy of incident electron (E_p) was 5 keV from the same area.)

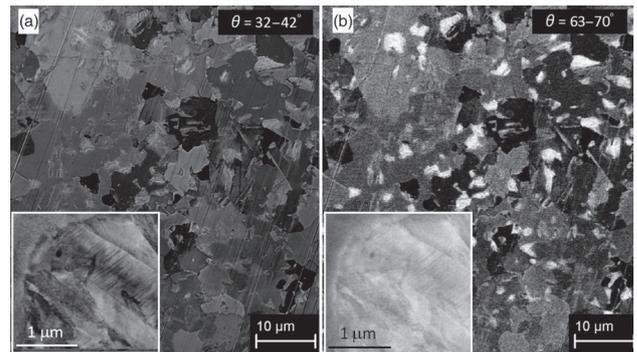
E_p にして表面敏感な観察条件とすることで、数ナノメートル~数十ナノメートル程度の表面で発生する LLE 成分の検出割合を増加させ、チャネリングコントラストを強調することが可能となる。逆に、高 θ ・高 E_p にすることで、LLE 成分の検出割合が減少し、Z コントラストを強調することができる。

このように、BSE 像においても、コントラストの形成メカニズムに基づき、適正な観察条件や検出器を選択することによって、目的に応じた表面情報を強調することができる。

3.2 鋼組織の可視化

複相組織鋼のマイクロ組織を制御する上で、フェライト (F) 相やマルテンサイト (M) 相をはじめとした相分率や結晶サイズ・形状などを評価することが重要である。従来、鉄鋼材料のマイクロ組織観察には、研磨後の試料表面を酸などの薬品やイオン照射でエッチングして得られた凹凸を、SEM で観察する方法がよく用いられてきた。しかしながら、近年、鋼組織の微細化や多相化が進み、従来の手法では、相同定や微細構造の観察が困難になってきた。BSE を選択的に検出・可視化する技術を応用することにより、このような微細で複雑な組織の解析も可能となる¹³⁾。

写真4¹³⁾ は、F 相と M 相からなる二相鋼の研磨面を、 $E_p = 15$ keV 一定で、作動距離を制御して BSE 検出器の θ を変化させて撮影した BSE 像である。低 θ の写真4(a)では、チャネリングコントラストが優勢となり、コントラストによる各相の判別はしづらいものの、左下の M 相部分の拡大図に示すように、M 相内部のラスや双晶といった微細構造を観察できる。高 θ では、写真4 (b) に示すように、M 相のみを明るいコントラストとして観察可能である。その結果、M 相を選択的に観察することができるようになった。画像解析



(a) Take-off angle (θ) = 32-42° (b) θ = 63-70°

The insets are enlarged images of a martensite.

写真4 複相組織鋼の研磨面の同一視野を、入射電子エネルギー (E_p) = 15 keV 一定で、取込角 (θ) を変化させて撮影した反射電子 (BSE) 像¹³⁾

Photo 4 Backscattered electron (BSE) images of a complex phase steel taken at different take-off angles (θ_s) from the same area¹³⁾ (The primary energy of incident electron (E_p) was 15 keV. Kaoru Sato, Hitoshi Sueyoshi and Katsumi Yamada, Characterization of complex phase steel using backscattered electron images with controlled collection angles, Microscopy, 2015, Vol. 64, No. 5, 300, by permission of The Japanese Society of Microscopy.)

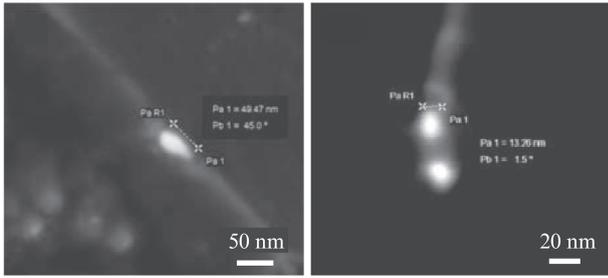
を行なうことにより、M 相のサイズやその分布、分率を求めることができる。

高 E_p ・高 θ で M 相が明るいコントラストで観察されるのは、チャネリングコントラストが低下し (図1参照)、F 相に比べてはるかに高い M 相内部の面欠陥密度や転位密度に起因した BSE の多重散乱効果が強調されるためと考えられる¹³⁾。ただし、この条件下では図1に示すようにバルク敏感となるため、左下の M 相の拡大図に示すように、M 相内部のラスや双晶の境界は不明瞭となる。

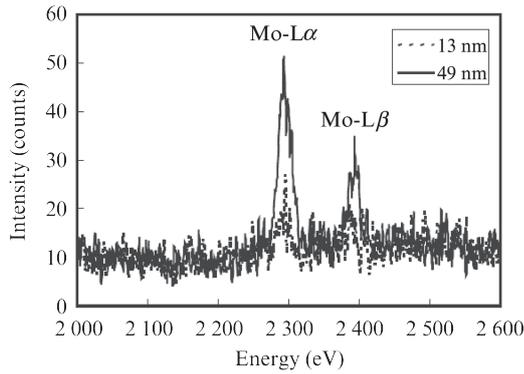
このように、コントラスト形成メカニズムの理解に基づいて、適正な観察条件や検出器を選択することで、鉄鋼材料のマイクロ組織を、幅広いスケールレンジで、詳細に捉えることが可能となる。さらには、鋼組織の定量解析も可能となり、機械的特性の向上に係る有益な知見を得ることができる。

4. 低加速電圧での元素分析技術

SEM における特性 X 線を利用した局所領域の元素分析は、通常、エネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) で行なわれている。低加速電圧 SEM (≤ 5 kV) により、従来条件では得ることが困難であった表層の形状や物質情報を高空間分解能で観察することが可能となった。一方で、鉄鋼材料の SEM-EDS 分析では、軽元素から 3d 遷移元素の K 線を用いるため、通常は $E_p \geq 10$ keV で測定されてきた。しかしながら、このような条件では、入射電子は試料の深い領域まで侵入し、特性 X 線の検出領域がサブミクロンオーダーとなる。



(a) Secondary electron (SE) image of a 49 nm size carbide (b) SE image of a 13 nm sized carbide



(c) Mo-L transition edge sensor (TES) spectra

図2 高強度鋼中の微細炭化物の、二次電子 (SE) 像、および Mo-L 超伝導遷移端センサー (TES) スペクトル¹⁹⁾ (入射電子エネルギー (E_p) = 5 keV)

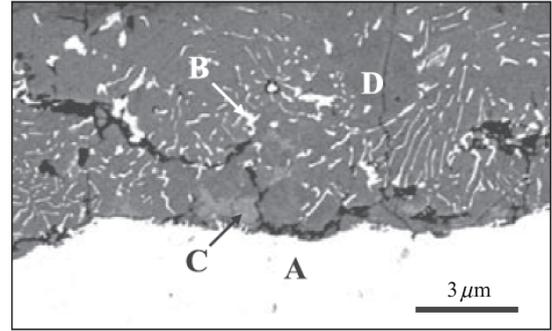
Fig. 2 Secondary electron (SE) images and Mo-L transition edge sensor (TES) spectra of fine carbides in a high strength steel¹⁹⁾ (The primary energy of incident electron (E_p) was 5 keV.)

その結果、低 E_p で観察した SEM 像と高 E_p で分析した結果の情報領域に違いが生じ、得られた分析結果を極低加速電圧 SEM の像に関連付けて議論することが困難な場合が生じる。この問題を解消するため、EDS をはじめとした X 線分光器を用いた低加速電圧での元素分析技術の検討に取り組んできた¹⁸⁻²¹⁾。

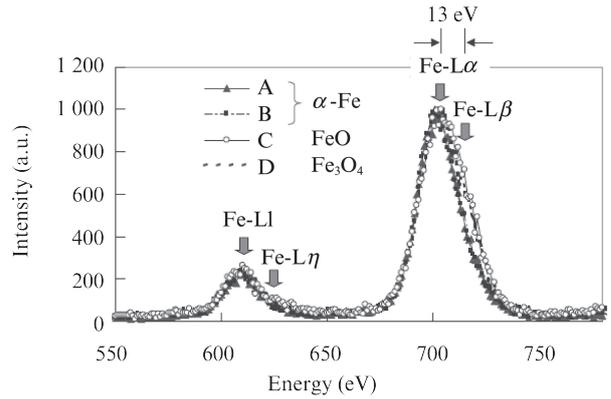
ここでは、これらの検討のうち、比較的広いエネルギー範囲の特性 X 線を高エネルギー分解能で測定可能な、超伝導遷移端センサー (TES) を利用した取組みについて紹介する。

図 2¹⁹⁾ は、 $E_p=5$ keV で測定した高強度鋼中の微細炭化物の SE 像と TES スペクトルである。電解研磨によって鋼板上に露出した直径 47 nm と 13 nm の炭化物に含有されている Mo が検出でき、低加速電圧 SEM 像に対応した高空間分解能分析の達成が可能であることを実証した¹⁹⁾。また、

図 3¹⁹⁾ は、熱間圧延鋼板の表面に形成された酸化層の研磨断面を、 $E_p=5$ keV で測定した BSE 像と TES スペクトルである。図 3 (a) 中の A で示した部位は下地鋼板、酸化層中の B で示した部位は Fe 粒子、C で示した薄灰色の部位は FeO、D で示した濃灰色の部位は Fe_3O_4 である。図 3 (b) に示した各部位の Fe-L 線スペクトルの $L\alpha$ に対する $L\beta$ の相



(a) Backscattered electron (BSE) image



(b) Fe-L transition edge sensor (TES) spectra

図3 熱間圧延鋼板断面の、BSE 像、および Fe-L 超伝導遷移端センサー (TES) スペクトル¹⁹⁾ (入射電子エネルギー (E_p) = 5 keV)

Fig. 3 Backscattered electron (BSE) image and Fe-L transition edge sensor (TES) spectra of cross-section of hot-rolled steel¹⁹⁾ (The primary energy of incident electron (E_p) was 5 keV.)

対強度に着目すると、酸化層の方が金属相に比べて高い傾向にあることから、各部位の Fe の金属状態と酸化状態を区別することが可能となった¹⁹⁾。

低加速電圧での元素分析技術は、表面の構成元素やその結合状態を、高空間分解能で取得可能であるため、SEM による表面情報の分離可視化技術との組み合わせにより、鉄鋼材料の開発促進に有用なツールになると考えられる。

5. おわりに

これまで JFE スチールでは、観察条件や検出条件が各種コントラストに及ぼす影響を、実験^{10,13,14)} や計算¹⁵⁾ により検証し、鉄鋼材料のマイクロ組織情報の分離可視化技術に応用してきた。

本報では、SEM による鉄鋼材料の表面情報の分離可視化と、低加速電圧での元素分析への取組みを実例とし、以下の利点を示した。

- (1) SEM 観察条件と検出器を適正に選択することにより、表面の物質、形状、Z、結晶方位といった多様な情報の分離可視化が可能となる。

- (2) 上記 SEM 観察技術を応用することで、複相組織鋼をはじめとした、鉄鋼材料のマイクロ組織の実態を幅広いスケールレンジで捉えることができる。
- (3) 低加速での元素分析により、最表層の元素分析と空間分解能の向上が可能となる。さらに、高エネルギー分解能の X 線検出器を用いることで、化学状態分析も可能となる。

以上の特長により、目的に応じて鉄鋼材料の表面および微細構造の情報を分離可視化することが可能となり、鉄鋼材料のマイクロ組織の実態をより詳細に解析できるようになった。

現在は、試料に負電位を印加して入射電子を減速させる極低加速 SEM 技術を応用して、複相鋼のマイクロ組織を分離可視化する技術^{22, 23)}など、新しい SEM 観察技術の探求にも取り組んでいる。今後も、各種コントラスト形成メカニズムに基づいた、SEM 観察技術の向上とその応用に引き続き取り組むとともに、SEM 観察技術と分析技術の連携を強化することで、鉄鋼材料のマイクロ構造と特性の関係のいっそうの理解を深め、新規鉄鋼材料開発の加速につなげていく所存である。

参考文献

- 1) Knoll, M. Z. *Tech. Physik*. 1935, vol. 16, p. 467-475.
- 2) Oatley, C. W. *The Scanning Electron Microscope. Part I. The Instrument*. Cambridge, UK, Cambridge University Press, 1972.
- 3) McMullan, D. *Scanning*. 1995, vol. 17, p. 175-185.
- 4) 名越正泰, 河野崇史, 佐藤馨. *表面技術*. 2003, vol. 54, p. 31-34.
- 5) 佐藤馨, 名越正泰, 河野崇史, 本間芳和. *応用物理*. 2004, vol. 73, p. 1328-1332.
- 6) 河野崇史, 名越正泰, 佐藤馨. *JFE 技報*. 2006, no. 13, p. 5-8.
- 7) 佐藤馨, 名越正泰, 河野崇史. *鉄と鋼*. 2007, vol. 93, p. 169-175.
- 8) 青山朋弘, 名越正泰, 永野英樹, 佐藤馨, 立花繁明. *鉄と鋼*. 2010, vol. 96, p. 654-658.
- 9) Aoyama, T.; Nagoshi, M.; Nagano, H.; Sato, K.; Tachibana, S. *ISIJ Int*. 2011, vol. 51, p. 1487-1491.
- 10) Nagoshi, M.; Aoyama, T.; Sato, K. *Ultramicroscopy*. 2013, vol. 124, p. 20-25.
- 11) Nagoshi, M.; Tanimoto, W.; Higai, K.; Hoshino, K.; Yamasaki, Y.; Kijima, H. *ISIJ Int*. 2014, vol. 54, p. 2854-2859.
- 12) Aoyama, T.; Nagoshi, M.; Sato, K. *Surf. Interface Anal.* 2014, vol. 46, p. 1291-1295.
- 13) Sato, K.; Sueyoshi, H.; Yamada, K.; *Microscopy*. 2015, vol. 64, p. 297-304.
- 14) Aoyama, T.; Nagoshi, M.; Sato, K. *Microscopy*. 2015, vol. 64, p. 319-325.
- 15) 丹所昂平, 佐藤馨, 名越正泰, 津野勝重. 日本顕微鏡学会第 71 回学術講演会発表要旨集. 2015, 14 amA_I2-07, p. 57.
- 16) Reprinted from *Ultramicroscopy*, Vol. 124, M. Nagoshi, T. Aoyama, K. Sato, Extraction of topographic and material contrasts on surfaces from SEM images obtained by energy filtering detection with low-energy primary electrons, 23, Copyright (2012), with permission from Elsevier.
- 17) たとえば, Reimer, L. *Scanning Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis*. 2nd Edition. Berlin, Heidelberg, Springer-Verlag, 1998.
- 18) Sato, K.; Noro, H.; Nagoshi, M.; Yamada, K.; Tanaka, K.; Tachibana, S. *Proceedings of the 17th International Microscopy Congress (IMC17)*. Rio de Janeiro, Brazil, 2010-09-19/24. International Federation of Societies for Microscopy, 2010, I3-6.
- 19) 野呂寿人, 佐藤馨, 田中啓一. *表面科学*. 2010, vol. 31, p. 610-615.
- 20) 名越正泰, 佐藤馨. *材料とプロセス*. 2014, vol. 27, p. 518.
- 21) Nagoshi, M.; Sato, K. *Surf. Interface Anal.* 2014, vol. 46, p. 865-868.
- 22) Mikmeková, Š.; Yamada, K.; Noro, H. *Microscopy*. 2013, vol. 62, p. 589-596.
- 23) Mikmeková, Š.; Yamada, K.; Noro, H. *Microscopy*. 2015, vol. 64, p. 437-443.



青山 朋弘



名越 正泰



佐藤 馨