

## 超高压電顕弱ビーム法による転位バーガースベクトルの決定 (II)

## — Fe-Mn 合金の解析 —

Determination of the Burgers Vector of a Dislocation from the Weak-Beam Images in HVEM (II)

— Analysis with an Fe-Mn Alloy —

石田 洋一\*・石田 秀信\*\*・高 良 和 武\*\*・市野瀬 英 喜\*

Yoichi ISHIDA, Hidenobu ISHIDA, Kazutake KOHRA and Hideki ICHINOSE

## 1. 緒 言

超高压電子顕微鏡の出現により簡単かつ厳密に転位のバーガースベクトルを決定できるようになった<sup>1),2)</sup>。弱ビーム条件で暗視野像を観察し、試料薄膜端部に生ずる等厚干渉縞の転位終端部での終端数をかぞえることによりバーガースベクトルの大きさまで含めて厳密にこれを決定することができる。前報<sup>1)</sup>では電子線の透過性を配慮して Al-Mg 合金について解析したが、本報では実用上問題となる鉄合金の例として Fe-Mn 合金について解析した。体心立方晶では {211} 回折を用いると容易にバーガースベクトルを決定できることが前報<sup>1)</sup>で予想されている。本報はこの予想を試してみた結果である。

## 2. 試料と実験方法

使用したのは Fe-0.75% Mn 合金である。冷間圧延して 0.2 mm の薄板としてから 800°C で焼鈍再結晶させ、空冷後電解研磨して薄膜とした。Fe-Mn 合金は研磨表面が比較的良好で厚みフリンジを微細にすることが可能である。使用した超高压電子顕微鏡は前報<sup>1)</sup>と同じ東大工学部総合試験所の JEM 1250 電子顕微鏡である。直接倍率を 10,000 倍に固定し、{110}{200} および {211} 回折につき弱ビーム条件で暗視野像を撮影し厚み干渉縞の変化を比較した。いずれの場合も対物絞りを移動させるだけで暗視野像を撮影している。超高压の利点の一つがこの迅速な操作性にもあることは言うまでもない。

## 3. 等厚干渉縞の形状

弱ビーム条件も含めて二波回折条件では、非弾性散乱項を無視できるとき透過波  $T$  と回折波  $S$  は次の 2 式で記述できる。<sup>3)</sup>

$$dT/dZ = \pi i / \xi_g S$$

$$dS/dZ = \pi i / \xi_g T + 2\pi i \{s + d/dZ(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})\} S \quad (1)$$

両式を 2 階微分項を無視した W.K.B 近似で解き、境界条件として  $T_{z=0} = 1$ ,  $S_{z=0} = 0$  を入れると回折波  $S$  に関し次の近似式が得られる。

$$S = \xi_g / \pi \{A_1 (d\alpha/dZ)_1 \exp i \int_0^z (d\alpha/dZ)_1 dZ + A_2 (d\alpha/dZ)_2 \exp i \int_0^z (d\alpha/dZ)_2 dZ\} \quad (2)$$

ただし、ここで  $\alpha = T = \exp i\alpha(Z)$  と仮定して (1) 式を解いたとき  $d\alpha/dZ$  がもつ 2 根であり次式で示される。

$$(d\alpha/dZ)_{1,2} = \pi \{ \{s + d/dZ(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})\} \pm \sqrt{s + d/dZ(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})^2 + 1/\xi_g^2} \} \quad (3)$$

$\alpha_1, \alpha_2$  に対しそれぞれ  $T_1, T_2$  をきめると透過波  $T = A_1 T_1 + A_2 T_2$  と線型和が解になるのは (1) 式の性質からよく知られていることである。この定数  $A_1, A_2$  は上記境界条件からきまる値である。(2) 式の右辺の  $\exp$  の前の係数はすべて実数なので等厚干渉縞の曲線ははっきりよく、 $\exp$  の肩の位相の差で示される。これを  $\delta$  とおくと、

$$\delta = \int_0^z [(d\alpha/dZ)_1 - (d\alpha/dZ)_2] dZ$$

(3) より

$$= 2\pi \int_0^z dZ \sqrt{\{s + d/dZ(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})\}^2 + 1/\xi_g^2}$$

弱ビーム条件では  $\omega \gg 1$ , ( $s \gg 1/\xi_g$ ) なので右辺の平方根中の最終項は無視できて、<sup>4)</sup>

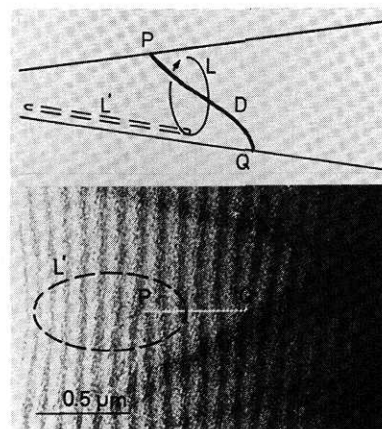


図1 転位終端部Pにおける等厚干渉縞の終端、閉回路Lと同様の電子線強度がL'に生じている。(本文参照)

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

\*\* 工学部応用物理学科



## 研究速報

と交叉する点で調べると試料をほとんど傾斜する必要がないので便利である。ただし、パーガースペクトルのタイプがまったく未知であるとして解析しなければならない場合は同一面上にない3種類の回折で決めなければならないことは言うまでもない。<sup>1)</sup>

## 5. 結 果

## (1) {211} 回折厚み干渉縞の測定可能領域

本解析法の可否は{211}干渉縞が使えるかどうかにかかっている。{110}、と{200}しか十分な干渉縞を生じないときには解析に大規模な試料傾斜がかけられず  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  を手がかりとする従来の方式とくらべ実験の時間に関するかぎり同程度にむずかしいものになる。図2は{211}干渉縞の1例であるが、十分に解析に耐えるだけひろい範囲に干渉縞がひろがっていることがわかる。ただし高次の回折の通へいとして試料薄膜のわん曲に非常に敏感で、曲った薄膜の場合は解析しようとする転位がちょうど判定に便利な領域にくるよう薄膜を傾けてやることが重要である。この写真の場合2本の干渉縞がここで終端しており実はただちに  $a/2$  [111] パーガースペクトルのうちどれかが決定できている。

## (2) パーガースペクトルの決定

パーガースペクトルを  $a/2$  [111] と仮定せずに厳密に決定するには3種類以上の回折条件で調べなければならない。図4はこれをきめた一例である。4枚の写真のうち3枚は(113)面を電子線方向に平行にして撮ったもので、幾何学的理由でこれだけではパーガースペクトルを決定できない。そこで試料を傾けて(101)ゾーンまで電子線の入射方向をかえて(101)弱ビーム像をとり前者の2枚もあわせて方程式をたてると、

$$\begin{array}{rcll} \mathbf{g} & n & \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} & = n \\ (\bar{1}\bar{2}1) & 2 & -b_x - 2b_y + b_z & = 2 \\ (1\bar{1}0) & 0 & b & - b_y = 0 \\ (\bar{1}01) & 1 & -b_x & + b_z = 1 \\ b(b_x, b_y, b_z) & = a(-1/2, -1/2, 1/2) \end{array}$$

すなわち  $b = a/2$  [ $\bar{1}\bar{1}1$ ] であることがわかる。 $b$  の大きさに厳密に決る方式である。図4(c)の場合、 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  で像はほとんどみえないが刃状成分の大きい転位の場合みえていることが多い。像が鮮明であればあるほど、この問題が通常の像消失法による解析に障害となるが、干渉縞による判定には問題でない。図4(d)のように  $n \neq 0$  で転位像が弱い場合にも同様である。転位のパーガースペクトルが  $a/2$  [111] だけの場合は表2に示したように図4(a)だけでも判定できることは言うまでもない。

## 6. む す び

以上、体心立方晶金属においては{211}回折が弱ビーム条件で十分な干渉縞を生ずるかぎり容易に転位のパー

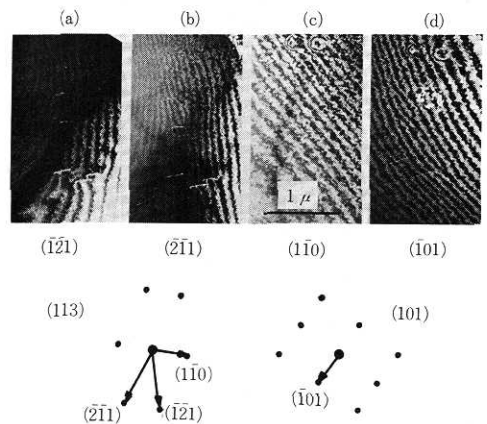


図4 パーガースペクトル決定の1例

beam	(113)	(101)
$\mathbf{g}$	$(\bar{1}\bar{2}1)$	$(1\bar{1}0)$
$a/2$ [111]	-1	-1
$-a/2$ [111]	1	1
$a/2$ [11 $\bar{1}$ ]	-2	-2
$-a/2$ [11 $\bar{1}$ ]	2	2
$a/2$ [1 $\bar{1}$ 1]	1	0
$-a/2$ [1 $\bar{1}$ 1]	-1	0
$a/2$ [ $\bar{1}$ 11]	0	1
$-a/2$ [ $\bar{1}$ 11]	0	-1
observation	2	2

表2 図4の回折条件で  $a/2$  <111> 転位の終端に期待される厚み干渉縞の途切れ数と実測途切れ数

パーガースペクトル決定ができることが示された。鉄合金の場合、加速電圧1 MVの電顕で十分この解析は逐行できる、従来の像消失法<sup>3)</sup>や計算像との比較による方法<sup>6)</sup>をしのいでおり、今後パーガースペクトル決定の標準的手法として採用できることが結論された。

(1978年6月15日受理)

## 参 考 文 献

- 1) 石田洋一, 石田秀信, 高良和武: 生産研究 **29** 670 (1977)
- 2) Y. Ishida, H. Ishida and K. Kohra: Proc. 5th High Voltage Electron Microscopy Conference, Kyoto (1977)
- 3) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London (1965)
- 4) F. W. Schapink: Phys. Stat. Sol. (a) **29** 623 (1975)
- 5) H. Ishida, N. Miyamoto and K. Kohra: J. Appl. Cryst. **9** 240 (1976)
- 6) A. K. Head, P. Humble, L. M. Clarebrough, A. J. Morton and C. T. Forwood: "Computed Electron Micrographs and Defect Identification" North-Holland, (1973)