

UDC 620.187

548.4

669.15'75-192

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バーガースベクトルを決定できるようになった^{1), 2)}。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¹⁾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¹⁾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0.2mmの薄板としてから800°Cで焼純再結晶させ、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¹⁾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。³⁾

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

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

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に関して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 α は $T = \exp i\alpha(Z)$ 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。

$$(d\alpha/dZ)_{1,2} = \pi \{ \{ s + d/dZ(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) \}$$

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

α_1, α_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けっこうく、 \exp の肩の位相の差で示される。これを δ 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、⁴⁾

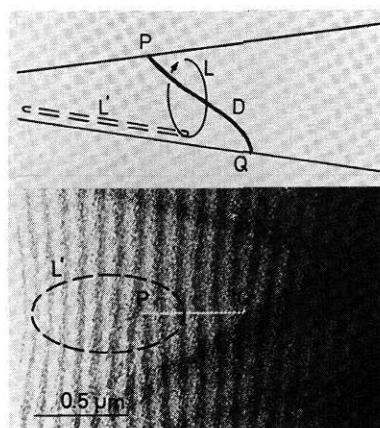


図1 転位終端部Pにおける等厚干渉縞の終端、閉回路Lと同様の電子線強度がL'に生じている。(本文参照)

* 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

$$\delta \approx 2\pi \int_0^s |s+d/dZ(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})| dZ \quad (4)$$

$$= \pm 2\pi \{sZ + \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}(Z) - \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}(0)\}$$

図1のような閉回路 L を転位 D のまわりに考えるとき $\mathbf{R}(Z)|_L = -\mathbf{b}$ が保存されることから、試料薄膜中の L に沿って δ も $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ だけがれる。閉回路 L の像は試料薄膜内で形成され観察できないが、これと同じ像が閉回路 L' によって生じているから、けっこう転位の終端部 P をかこんで閉回路 L' を作成して干渉縞のずれを数えてやればよいことがわかる。転位は薄膜の上端で表面に顔を出していても下端で終っていても閉回路 L' の形状に変化はないので解析にはさしつかえない。図1で示したように薄膜側の終端より回折ベクトル \mathbf{g} の向いた側に終端部が n ケ多の場合、 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n > 0$ である。^{2), 5)}

試料がわん曲している場合、(4)式の s も場所により変化するので干渉縞の方向は試料端に平行にならず図2のように曲り、いわゆるタケノコ模様となる。厚み干渉縞の間隔が最大な場所はプラグ回折条件になっているのでここをはずして弱ビーム条件の場所で調べればよい。ただし薄膜のわん曲のしかたによって $s > 0$ の側が変化するから微小領域回折によりたしかめておく必要がある。 $s < 0$ のときは $-\mathbf{g}$ によるつよい回折が重畠して干渉縞に影響しているので望ましくない。他の強い回折が重畠



図2 (211) 弱ビーム回折等厚干渉縞、A領域が $s > 0$ 、転位端で干渉縞が2本途切れている。

\mathbf{g}	(1̄21)	(1̄21)	(2̄11)	(200)	(1̄10)	(01̄1)
$a/2[111]$	0	-1	-1	1	0	0
$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	0	1	1	-1	0	0
$a/2[111]$	-1	-2	-2	1	0	1
$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1	2	2	-1	0	-1
$a/2[111]$	2	1	0	1	1	-1
$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	-2	-1	0	-1	-1	1
$a/2[111]$	-1	0	1	-1	-1	0
$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1	0	-1	1	1	0

表1 体心立方晶で弱ビーム解析に都合のよい回折条件

すると図2のAの右側に示されるように複雑な干渉縞が生ずるので試料を少し傾けて解析しようとする転位端をここからはずしてやらねばならない。本解析法の欠点の一つは図2のB領域のように転位の線分と干渉縞の方向とが平行になると解析できないことであるが、この干渉縞のわん曲を利用して転位線と交叉する方向になるよう試料を傾けてやることができる。(ただし $s > 0$ になる側の \mathbf{g} を選ぶ必要がある) 試料の薄い側に相当するのはプラグ回折の側であるのは言うまでもない。

4. 体心立方晶におけるバーガースペクトル解析

前報¹⁾にも例示したことではあるが体心立方晶では {211} 回折が使えるときはバーガースペクトルの決定が面心立方晶のそれとくらべ¹⁾非常に容易である。図3は表1に示した回折条件をステレオ三角形上に示したものであるが表1を点検してみればわかるように {211} 回折の写真を一つ撮ればそのバーガースペクトルは大半判別されてしまっている。とくに $n = 2$ または 0 の場合はこれだけでよい。 $n = 1$ のときはさらに試料を傾けてステレオ三角形の外ワクである {110} か {200} に交叉させて写真を撮ればバーガースペクトルが $a/2[111]$ タイプに限られるかぎりこの2枚の写真からすべて判定ができる。転位密度がたかい場合弱ビーム条件で像は鋭いといえ試料を回転すると像が変化して対応がつけにくいものであるが {211} が自身であるいはステレオ三角形の外わく

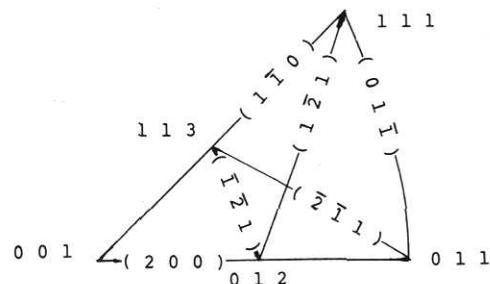


図3 表1に示された回折条件のステレオ三角形表示。上記回折条件のうち1~3種類を選べばバーガースペクトルが決定できる。

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、バーガースベ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。¹⁾

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さけられず $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ を手がかりとする従来の方式とくらべ実験の手間に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。ただし高次な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] バーガースベクトルのうちどれかが決定できている。

(2) バーガースベクトルの決定

バーガースベクトルを $a/2$ [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ぬ。図4はこれをきめた一例である。4枚の写真的うち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バーガースベ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、

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

すなわち $b = a/2$ [111] であることがわかる。 b の大きさまで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。転位のバーガースベクトルが $a/2$ [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バ-

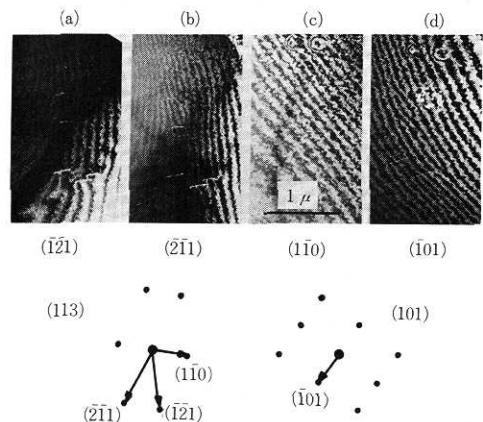


図4 バーガースベクトル決定の一例

beam	(113)	(101)		
\mathbf{g}	($\bar{1}\bar{2}1$)	($\bar{2}\bar{1}1$)	($1\bar{1}0$)	($\bar{1}01$)
$a/2[111]$	-1	-1	0	0
$-a/2[111]$	1	1	0	0
$a/2[11\bar{1}]$	-2	-2	0	-1
$-a/2[11\bar{1}]$	2	2	0	1
$a/2[1\bar{1}\bar{1}]$	1	0	1	0
$-a/2[1\bar{1}\bar{1}]$	-1	0	-1	0
$a/2[\bar{1}11]$	0	1	-1	1
$-a/2[\bar{1}11]$	0	-1	1	-1
observation	2	2	0	1

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

ガースベ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1MVの電頭で十分この解析は逐行できる、従来の像消失法³⁾ や計算像との比較による方法⁶⁾をしのいでおり、今後バーガースベ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

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