

電子顕微鏡弱ビーム干渉縞法による $\Sigma=3$ 非整合双晶境界の解析 (II)Structure analysis of $\Sigma=3$ incoherent twin boundary by weak-beam method (II)

田中孝治*・森実*・石田洋一*
Koji TANAKA, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

1. はじめに

立方晶金属においては双晶方位を $[0\bar{1}1]$ 軸回り 70.5° で定義すると、傾角粒界としては (111) 整合双晶面とこれに垂直な $(\bar{2}11)$ 非整合双晶面とが通常は注目されている。しかし、非整合双晶面としては $(\bar{2}11)$ 面だけでなく、さまざまな方位の面となることが Pondらにより指摘されており¹⁾²⁾、本実験においても $(\bar{3}11)$, $(\bar{3}22)$, $(\bar{5}22)$, $(0\bar{1}1)$ 等の高次の双晶面が観察された。前報³⁾ではそのうち $(\bar{3}22)$ 面の例を紹介したが、そのほかにも非整合双晶境界上に粒界転位が重畳して複雑な形をした粒界面が生じ、粒界転位の両側で並進成分が異なるものや、 $(0\bar{1}1)$ 面に平行な面において (111) 原子面を半原子面だけでなく $a/6[111]$ の並進を起こしているもの、さらに、回転軸方向の並進成分を持つものも解析されたのでそれを紹介する。前報³⁾とあわせて非整合双晶境界面と

各双晶面を代表する並進成分を報告することになる。

2. 実験方法

観察に用いた試料は SUS316 オーステナイトステンレス鋼で、0.2mm 程度に冷間圧延し、1223k で 7.2ks 焼鈍の後炉冷したものを酢酸過塩素酸 9 : 1 混合溶液を用いて電解研磨を行い、電顕用観察試料とした。観察は、東大工学部総合試験所の超高压電子顕微鏡により電子顕微鏡弱ビーム干渉縞法を用いて行った。

3. 観察

3-1 粒界転位が重畳している場合

写真 1 は粒界転位が重畳している場合の観察例である。この時粒界は粒界転位の両側で異なる面方位を取り、全体として粒界面は曲面であるように見える。写真 1 では

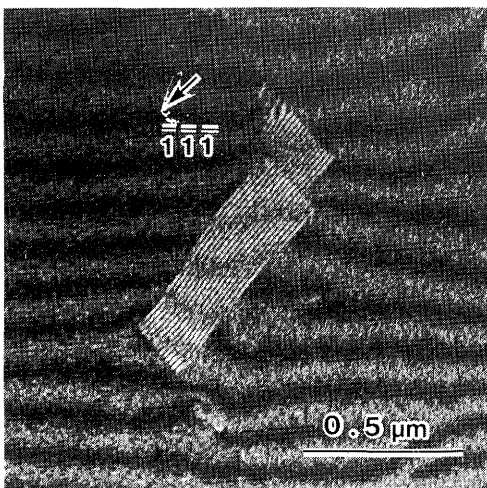


写真 1 $\Sigma=3$ 非整合双晶境界の弱ビーム暗視野像。粒界転位が重畳しているために粒界が曲面に見える

*東京大学生産技術研究所 第 4 部

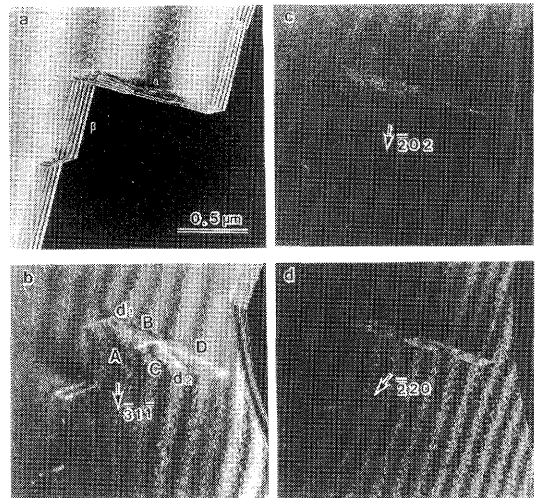


写真 2 $\Sigma=3$ 双晶境界の (a) 暗視野像と (b), (c), (d) 共通回折に基づく弱ビーム暗視野像。粒界転位が重畳しているために粒界面は複雑な形状を持つ

研 究 速 報

表 1 写真 2 の非整合双晶境界での等厚干渉縞のズレ

Photo.	g	sgn(s)	Δn_A	Δn_B	Δn_C	Δn_D
b	$\bar{3}1\bar{1}$	-1	+1	+1/2	+1/2	+1
c	$\bar{2}02$	+1	-1/2	-1/2	-1/2	-1/2
d	$\bar{2}20$	+1	-1/2	-1/2	-1/2	-1/2

左下の一番大きいファセットがなめらかな曲面であるように見えている。写真 2 (a)~(d) は実際に解析した例であり、(a) は上の粒(マトリックス)を励起したブラッグ反射に基づく暗視野像、(b), (c), (d) は共通反射に基づく弱ビーム干渉縞暗視野像である。(a) に示すように α は非整合双晶境界 β は整合双晶境界で記号をつけたほうが試料上側である。また、(b) に示すように非整合双晶境界は粒界転位 d_1 により A と B、 d_2 により C と D に分けられており 4 つの領域を持つ。A の面方位は $(\bar{4}12)_M$ であり、D は $(\bar{3}12)_M$ である。粒界転位が重畳している場合は、(b) のように粒界における干渉縞が複雑になるため干渉縞のズレ Δn を求めるときに若干の注意を要するが、基本的には前報³⁾で述べたのと同様にして求まる。 Δn の値をまとめると表 1 のようになり、これらを $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = \Delta n * \text{sgn}(s)$ の式に代入すると面 A, B, C, D におけるそれぞれの並進成分は、

$$\begin{aligned} \mathbf{R}_A &= a/12[411] \\ \mathbf{R}_B &= a/12[2\bar{1}\bar{1}] \\ \mathbf{R}_C &= a/12[2\bar{1}\bar{1}] \\ \mathbf{R}_D &= a/12[411] \end{aligned}$$

となる。また、A と B の並進成分の差が粒界転位 d_1 のバーガースベクトルに、C と D の差が d_2 のバーガースベクトルになっている²⁾と考えられ、これより、

$$\begin{aligned} d_1 &= \mathbf{R}_A - \mathbf{R}_B = a/6[111] \\ d_2 &= \mathbf{R}_D - \mathbf{R}_C = a/6[111] \end{aligned}$$

と求められる。これらは DSC 格子で定義される粒界転位のバーガースベクトルの 1/2 の大きさしか持たず、不完全粒界転位の例と解釈される。

3-2 {011}非整合双晶境界の場合

写真 3 は $(111)_M \parallel (111)_T$ 整合双晶境界 A と $(\bar{1}10)_M \parallel (1\bar{1}0)_T$ 非整合双晶境界 B の外側の粒(マトリックス)を励起させたブラッグ反射に基づく暗視野像(a)と共通反射に基づく弱ビーム干渉縞暗視野像(b), (c), (d)の観察例である。記号が入っているほうが試料上側である。(b)では弱い α フリンジのコントラストがそれに対応する母相中のコントラストとちょうど逆転しており、粒界において干渉縞は試料の厚いほうに 1/2 ずれているように見える。したがって干渉縞のズレ Δn は -1/2 であると解釈できる。これは $(111)_M$ 面がおのおのの間隔の 1/2

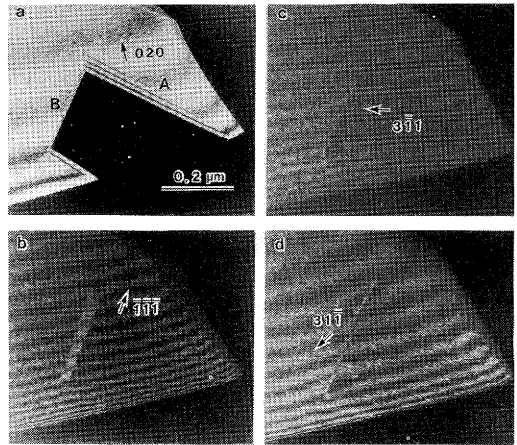


写真 3 $(111)_M \parallel (111)_T$ 双晶境界 A と $(\bar{1}10)_M \parallel (1\bar{1}0)_T$ 非整合双晶境界 B の (a) 暗視野像と (b), (c), (d) 共通回折に基づく弱ビーム暗視野像

表 2 写真 3 の非整合双晶境界での等厚干渉縞のズレ

Photo.	g	sgn(s)	Δn
b	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	-1	-1/2
c	$\bar{3}\bar{1}\bar{1}$	+1	-1/2
d	$3\bar{1}\bar{1}$	+1	-1/2

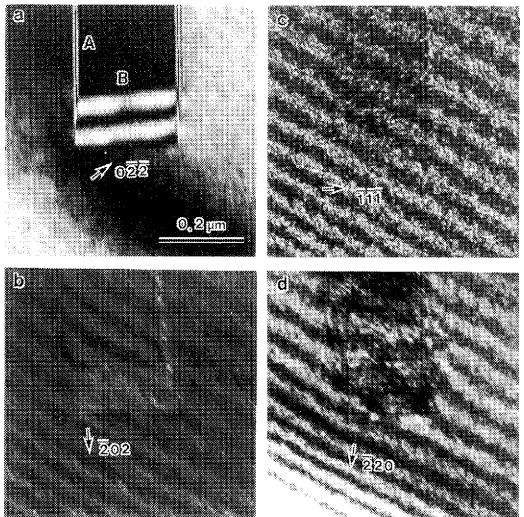


写真 4 $\Sigma = 3$ 整合双晶境界 A と非整合双晶境界 B の (a) 暗視野像と (b), (c), (d) 共通回折に基づく弱ビーム暗視野像

だけ非整合双晶境界部でずれていることを示している。(c), (d) においては粒界面がほとんど立っているために粒界における干渉縞のズレが見にくくなっているが、

研 究 速 報
表 3 写真 4 の非整合双晶境界での干渉縞のズレ

Photo.	g	sgn(s)	Δn
b	$\bar{2}02$	-1	+1/2
c	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	+1	0
d	$\bar{2}20$	-1	+1

それぞれ $-1/2$ ずつずれているのがわかる。これにより $(3\bar{1}1)_M$ 面, $(3\bar{1}\bar{1})_M$ 面が非整合双晶境界部で $1/2$ 原子面ずれていることがわかる。 Δn の値は表 2 にまとめてある。これを先の式に代入して並進成分 \mathbf{R} を求めると, $\mathbf{R} = a/6[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ となる。 $\{110\}$ 非整合双晶境界ではこの $a/6\langle 111 \rangle$ タイプの並進が多かった。

3-3 回転軸方向の並進成分を持つ場合

写真 4 は, $(111)_M$ 整合双晶境界 A と $(\bar{1}\bar{1}\bar{3})_M$ 非整合双晶境界 B のマトリックス側を励起させたブラッグ反射に基づく暗視野像 (a) と共通反射に基づく弱ビーム暗視野像 (b), (c) (d) の観察例である。(a) で記号をつけてあるほうが試料上側である。(b) では非整合双晶境界部で干渉縞が $+1/2$ ずれているのがわかる。また, (c) では干渉縞のズレは見られず, 粒界のコントラストが現れていない。(d) では干渉縞が一本分ずれている。これをまとめると表 3 のようになり, 並進成分 \mathbf{R} は $a/4[\bar{1}\bar{1}0]$ と求められる。非整合双晶面が $(\bar{3}11)$ になるように指数づけしなおすと $\mathbf{R} = a/4[0\bar{1}1]$ となる。これまでに紹介した並進成分は回転軸に垂直な方向であったが, これは整合双晶面と非整合双晶面に垂直な方向で, 回転軸に平行な並進成分である。

回転軸方向の並進成分は入射ビーム方向と一致するために高分解能電子顕微鏡では観察不可能であり, ここに弱ビーム干渉縞法の真骨頂がある。

4. 考 察

次報で詳しく述べるが, 非整合面は大きく分けて $\{211\}$

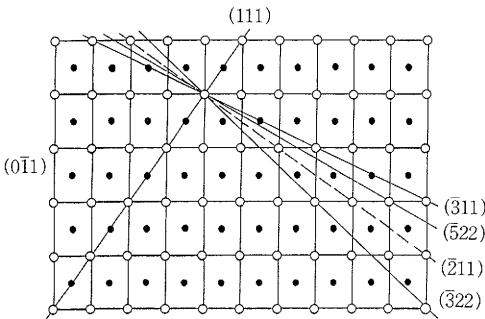


図 1 $(\bar{2}11)$ 面と $(\bar{3}11)$, $(\bar{5}22)$, $(\bar{2}11)$, $(\bar{3}22)$ 面の関係

面またはそれに近い面を持つグループ (Aグループ) と $\{011\}$ 面を持つグループ (Bグループ) に大別されるのでそれに基づいて考察する。

4-1 $\{211\}$ 面またはそれに近い面の場合

図 1 は (111) 面と $(\bar{2}11)$, $(\bar{3}11)$, $(\bar{3}22)$, $(\bar{5}22)$ 面との関係を示したものである。 $(\bar{3}11)$, $(\bar{3}22)$, $(\bar{5}22)$ 面は $(\bar{2}11)$ 面に近い面であることがわかる。並進に関しては $(\bar{2}11)$ 面での考察が同様に成り立つと思われる。

Aグループは $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進を持つものが多かった。このようになる理由は以下のように考えられる。図 2 は $[0\bar{1}1]$ 方向から投影した対応格子モデルに基づいた $(\bar{2}11)$ 非整合双晶境界のモデル図である。a, b, c はそれぞれ $a/6[111]$, $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$, $a/12[411]$ である。図 2 から $(\bar{2}11)$ 面において最も近接している原子は点 A と点 B のような位置にある原子であることがわかる。この二点間の距離は $a/\sqrt{6} = 0.408a$ であり, 面心立方格子の最近接原子間距離の $0.707a$ に比べて 58% の大きさである。このためにこの二点の組の間に反発力を生じ, 並進移動するものと考えられる。このとき, $a/6[111]$ の並進を起こして (111) 面が食い違うよりは, 幾何学的に単純に粒界面に垂直な方向に膨張する $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進を起こしたほうが物理的にラクであるためであると考えれば Aグループにおいて $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進が多かったことが理解

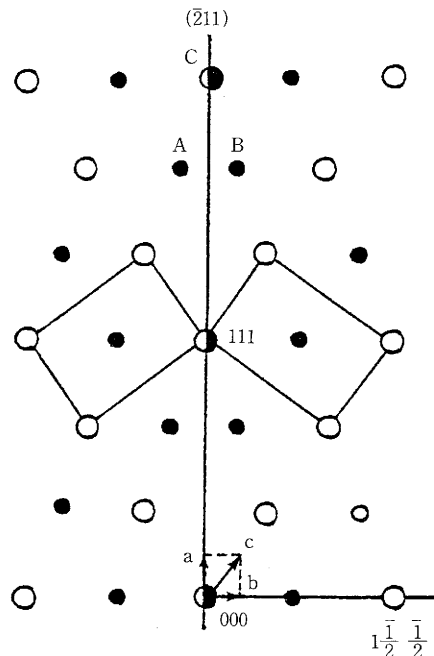


図 2 $(\bar{2}11)$ 非整合双晶境界の $[0\bar{1}1]$ 方向からの投影図. a : $a/6[111]$ b : $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ c : $a/12[411]$

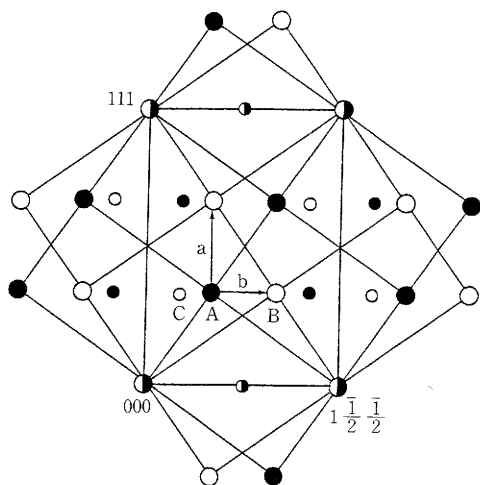


図3 $[0\bar{1}1]$ 方向から投影した $(0\bar{1}1)$ 非整合双晶境界の対応格子プロット。○は上の粒，●は下の粒，◐は対応格子点を示す。指数づけは上の粒に基づいている。a : $a/3[111]$ b : $a/6[2\bar{1}\bar{1}]$

される。

次に、点Cのような位置にある原子列が紙面に垂直な方向に高さの違いを持っている場合、その差は $a/4[0\bar{1}1] = 0.354a$ になる。これは面心立方格子の最近接原子間距離の $1/2$ と小さいために、この原子列においてお互いに強く反発しあい不安定である。そのため $a/4[0\bar{1}1]$ の並進を起こして安定な原子配列になると考えられる。

粒界転位を持つものは、非整合双晶境界が不安定な面をとりそれぞれが異なる方向に並進し、その差が粒界転位のバーガスベクトルになる。

4-2 $\{011\}$ 面の場合

$[0\bar{1}1]$ 軸回り 70.5° の回転で $\Sigma 3$ 双晶を定義した場合、 $(0\bar{1}1)$ 面はねじり粒界と考えられる。図3は $[0\bar{1}1]$ 方向

から投影した双晶の対応格子プロットである。図から、 $(0\bar{1}1)$ 面付近において最も近接している原子は点Aと点Bおよび点Aと点Cである。これらの二点間の距離はともに $a/\sqrt{6} = 0.408a$ であり、面心立方格子の最近接格子点距離 $0.707a$ の 58% と小さい。このためこれら二点の組に反発力を生じ、界面エネルギーを下げるために並進移動を起こす。このとき、図からわかるように $[\bar{2}11]$ 方向より $[111]$ 方向のほうがすき間が多く、 $a/6[111]$ の並進を起こしたほうが安定な構造が得られる。以上の理由から $(0\bar{1}1)$ 非整合双晶境界では $a/6[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ の並進が多いと考えられる。

4-3 並進成分についてのまとめ

$a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ や $a/6[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ のような回転軸に垂直な方向の並進成分は数多く観察されたが、回転軸方向に平行な $a/4[0\bar{1}1]$ の並進は少なかった。これは、並進成分の大きさが $a/12[2\bar{1}\bar{1}] < a/6[111] < a/4[0\bar{1}1] = a/12[411]$ となっており、高さ方向の並進は距離が大きいために距離の小さい並進を起こしてエネルギー的に安定な位置に緩和するほうがトクであるためと考えられる。

5. ま と め

SUS316 オーステナイトステンレス鋼の非整合双晶境界を電子顕微鏡弱ビーム干渉縞法によって解析した結果、非整合双晶面に粒界転位が重畳した場合や $\{011\}$ 面が非整合面になる場合、さらに回転軸方向の並進成分をもつ場合が解析された。(1989年3月6日受理)

参 考 文 献

- 1) R.C. Pond and V. Vittek: Proc. R. Soc B 357 (1977), 453
- 2) R.C. Pond: Proc. R. Soc. A 357 (1977), 471
- 3) 田中孝治, 森 実, 石田洋一: 生産研究, 41巻4号 (1989. 4)