

電子顕微鏡弱ビーム干渉縞法による非整合双晶境界の解析 (I)

Structure analysis of $\Sigma=3$ incoherent twin boundary by weak beam method

田 中 孝 治*・森

実*・石 田 洋 一*

Koji TANAKA, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

1. は じ め に

結晶粒界の構造については、これを原子レベルで知るための具体的手段を持たない時代にさまざまな幾何学的モデルが提唱された。中でも対応格子理論は有力な手段であった。しかし、 $\Sigma=3$ 双晶に限って考えてみてもこの理論は問題が多い。たとえば Pondらは電子顕微鏡を用い、共通回折条件下においてアルミの非整合双晶境界に粒界縞 (α フリンジ) がみられることを示し、 $\Sigma=3$ 双晶においてすら非整合双晶境界部で並進移動による格子緩和が存在すること、すなわち対応格子に示された構造からずれていることを指摘し、さらには像比較法^{2),3)}やシミュレーション⁴⁾によりこれらの粒界での並進成分を求めた。一方、市野瀬らは高分解能電子顕微鏡⁵⁾により、金の非整合双晶境界における構造と並進成分を推論した。ところで、像比較法は定めるべきパラメーターが多く煩雑⁶⁾であり、シミュレーションは経験的なポテンシャルを使って計算しているために信頼性に問題がある。そして高分解能電子顕微鏡法は、局所的な原子配列を知る上では有力⁷⁾であるが、観察方向に制限があり、粒界において並進移動がある場合には、二次元の情報しか持たず三次元的な並進成分を測定することは難しい。そこで本研究では、転位のバーガースベクトルや積層欠陥の解析において成功を収めた電子顕微鏡干渉縞法^{8),9)}を粒界に応用し、 $\Sigma 3$ 非整合双晶境界の並進成分を簡便かつ精度良く求めることを目的とした。

2. 実 験 方 法

SUS316 オーステナイトステンレス鋼を冷間圧延して 0.2mm 程度の厚さにし、1223K で 7.2ks 焼鈍の後、炉冷して多数の焼鈍双晶を得た。これを酢酸過塩素酸 9 : 1 混合溶液を用いて電解研磨を行い電顕用薄膜試料とした。試料は東大工学部総合試験所の超高压電子顕微鏡により加速電圧 1000kV で、LaB₆ フィラメントを使用して観察

*東京大学生産技術研究所 第 4 部

した。

3. 観 察 方 法

電子顕微鏡内で試料を傾けると、明視野像においてブラッグ条件を満たした結晶粒が黒く見える。写真 1 (a) は A 粒を励起させたもの、(b) は B 粒を励起させたものである。試料を適当に傾斜させ、二つの粒の同じタイプの回折波が同時に励起される共通回折条件にし、共通の回折波を用いて暗視野像を得ると、(c) のように干渉縞が粒界をわたって連続し、あたかも粒界がないかのように二つの粒が一つに見える。このとき試料はブラッグ反射位置にある。試料をこれよりブラッグ角の 2 ~ 3 倍程度傾けると弱ビーム状態に至り、(d) のように幅の狭い干渉縞を得ることができる。このとき干渉縞は歪場を良く反映しており、粒界において使われた回折波の方向に並進成分がないなら、写真 2 (a) のように粒界のコントラストは現れず、干渉縞も連続する。しかし、回折波の方向に並進成分があるときには (b) のように干渉縞は粒界においてズレを生じる。回折波のベクトル \mathbf{g} 、並進成分 \mathbf{R} 、干渉縞のズレ Δn 、ブラッグ角からのズレを表す偏差パラメーター s の間には、

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = \Delta n * \text{sgn}(s) \quad (1)$$

の関係があることがわかっているので同一平面上にない異なる三つの回折波を用いれば粒界での並進成分を決定することができる。たとえば、写真 2 (b) では Δn は 1/2 であるので (111) 面が 1/2 原子面ずれていることがわかる。干渉縞法についての詳しい議論は宮沢ら^{8),9),10)}によってなされているのでそれを参照されたい。

4. 観 察 結 果

写真 3 は、(111)_M 整合双晶境界 A と (322)_M 非整合双晶境界 B の観察例である。写真 (a) は左の粒を励起させた暗視野像で、(b)、(c)、(d) は共通反射に基づいて撮

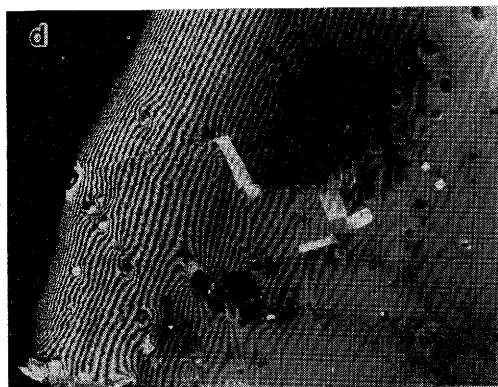
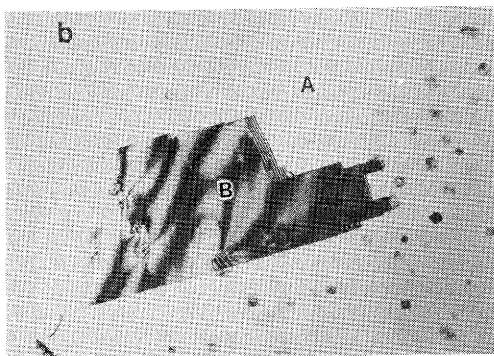
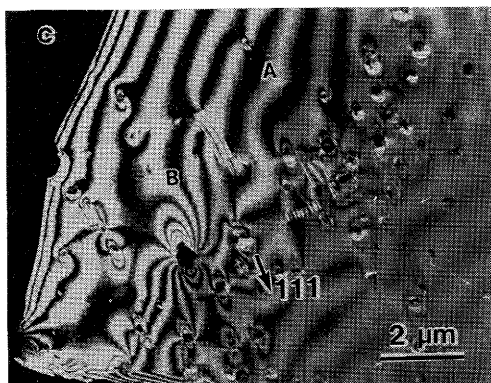
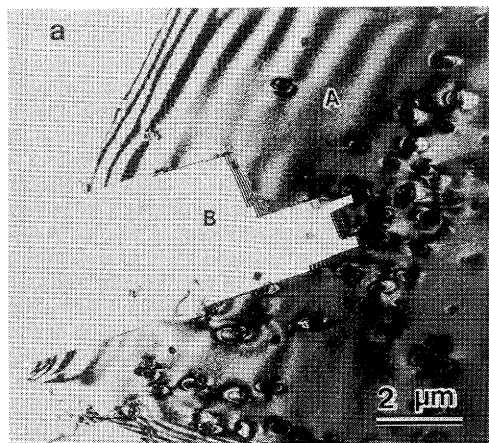


写真1 SUS316オーステナイトステンレス鋼双晶境界の(a), (b)明視野像, (c)111共通回折に基づく暗視野像と, (d)弱ビーム暗視野像

影した弱ビーム暗視野像である。(b)では双晶転位による干涉縞の途絶が重畳するために粒界の左側では等厚干涉縞と粒界での α フリンジのコントラストが一致しており等厚干涉縞が連続して見えるが、粒界の右側ではコントラストが逆転しており等厚干涉縞が $1/2$ ずれているように見える。これは $1/2$ のズレであると判断する。(c), (d)では粒界において弱い α フリンジのコントラストと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、等厚干涉縞が $1/2$ ずれて見えている。これらのことより $(\bar{3}11)_M$, $(1\bar{1}0)_M$, $(\bar{1}31)_M$ 面がそれぞれの面間隔の $1/2$ だけ非整合双晶境界部でずれていることがわかる。なお、(b)においては整合双晶境界において若干の α フ

リンジがみられるが干涉縞のズレはなく、(c), (d)では粒界のコントラストが見えないことから、すでになされたさまざまな研究で指摘されているように整合双晶境界ではこの手法で検出できるレベルの大きさの並進成分はないものと思われる。以上のように解釈して Δn をまとめたのが表1である。式(1)にこれらの値を代入して R を求めると、 $R=a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ と定まる。これはDSC格子で定義されたバーガースベクトルの $1/2$ であり、 $a/6[2\bar{1}\bar{1}]$ タイプの双晶転位に由縁する並進成分であると思われる。また、整合双晶境界と非整合双晶境界の面方位を数枚の写真を使ってトレース解析した結果、整合双晶面は $(111)_M$ 非整合双晶面は $(\bar{3}22)_M$ であった。

5. 考 察

双晶方位を $[0\bar{1}1]$ 軸回り 70.5° で定義し、整合双晶面を $(111)_M$ とすると $\{211\}$ 非整合双晶面は $(\bar{2}11)_M$ となることがよく知られているが $(\bar{2}11)_M$ 面以外にも非整合面を持つことが指摘されており、今回の例も $(\bar{3}22)_M$ 面であった。この面が実際に $(\bar{3}22)_M$ 面なのか、 $(\bar{2}11)_M$ 面と $(111)_M$

表1 写真3の非整合双晶境界での等厚干涉縞のズレ

Photo.	g	sgn(s)	Δn
b	$3\bar{1}1$	+1	+1/2
c	$2\bar{2}0$	-1	-1/2
d	$\bar{1}31$	+1	-1/2

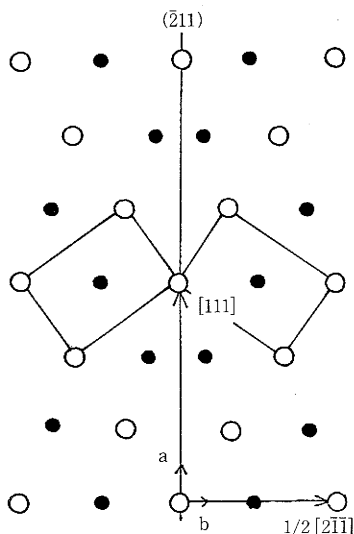


図1 $[0\bar{1}1]$ 方向から見た $(\bar{2}11)$ 非整合双晶境界と並進成分
a : $a/6[111]$ b : $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$

面がミクロに組み合わさって全体として $(322)_M$ 面の面方位を持つ面を構成しているかはわからないが、これ以外の結果として、 $(\bar{2}11)_M$ 面における $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進も観察されており、 $(\bar{2}11)_M$ 面を考えるほうがわかりやすいので $(\bar{2}11)_M$ 面における並進を考えてみると図1のようになり、 $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進は、粒界面に対して垂直である単純な膨張であることがわかる。これは、市野瀬らによる金の薄膜格子像の観察での結論、すなわちほとんどの場合 $(\bar{2}11)$ 面において (111) 原子面が $[111]$ 方向に $1/2$ 原子面ずれている $a/6[111]$ の並進であったという報告と異なっている。図1からわかるように、 $a/6[111]$ の並進を起こして (111) 面を半原子面ずらした場合は粒界の構造が大きく変わる。また、大きさを比べても $a/12[2\bar{1}\bar{1}] < a/6[111]$ であることから、 $a/6[111]$ の並進を起こして粒界構造を変えるより、距離の短い $a/12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進により単純に膨張したほうが物理的にもラクであることからこのような並進を起こすと考えられるが、面の取り方や並進の向きが金の場合と異なる理由は合金元素の影響であるとも考えられるが速断はできない。しかし、面心立方格子にとって重要な (111) 面が保存されているという事実は電子論的見地から興味深い。

6. ま と め

電子顕微鏡干渉縞法を用いて、SUS316オーステナイトステンレス鋼の非整合双晶境界の並進成分を解析した結果、 $(\bar{2}11)$ 面またはそれに近い面において $\Sigma = 3$ DSC格子で定義される $a/6[211]$ タイプの $1/2$ 大きさである $a/$

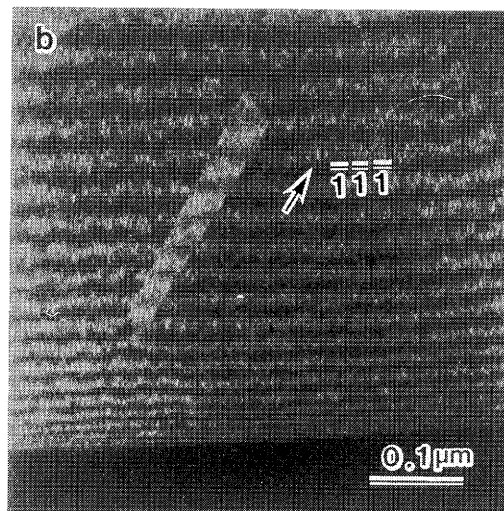
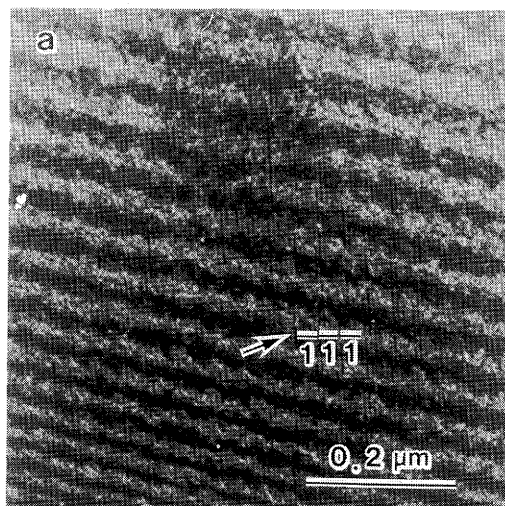


写真2 弱ビーム暗視野像において(a)粒界で等厚干渉縞のずれが見られない場合と(b) $1/2$ ずれている場合

$12[2\bar{1}\bar{1}]$ の並進成分が求められた。

(1988年12月26日受理)

参 考 文 献

- 1) R.C. Pond and D. A. Smith : Can. Metall. Q. 13(1974), 39
- 2) R. C. Pond and V. Vitek : Proc. R. Soc. B, 357(1977), 453
- 3) R.C. Pond : Proc. R. Soc. A, 357(1977), 471
- 4) R.C. Pond and D.A. Smith : Acta Met. 27(1975), 235
- 5) H. Ichinose, Y. Ishida N. Baba and K. Kanaya : Phil. Mag. A, 52(1985), 51

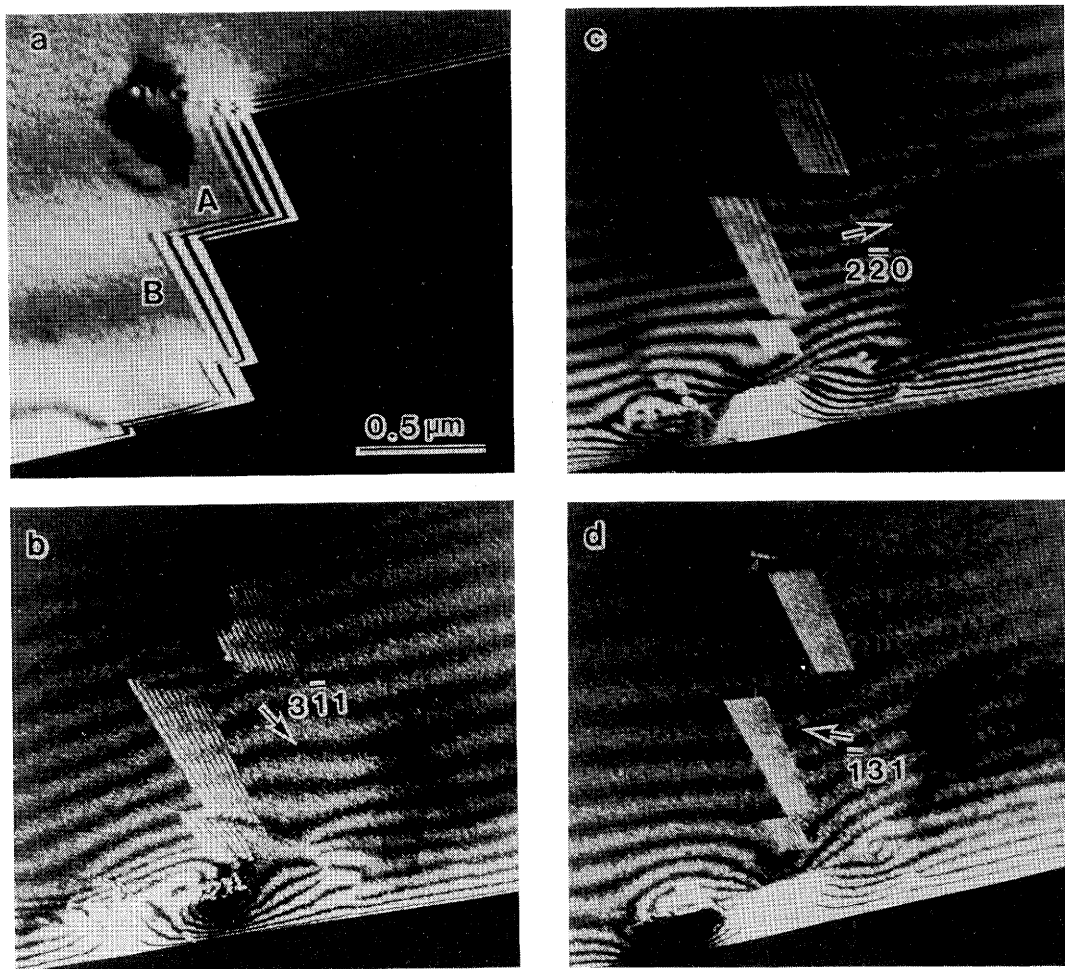


写真3 双晶境界の(a)暗視野像と(b), (c), (d)共通回折に基づく弱ビーム暗視野像

- 6) M. Mori and Y. Ishida : Scripta Met. 11(1978), 12
- 7) H. Ichinose and Y. Ishida : Phil. Mag. A, 42(1981), 1253
- 8) K. Miyazawa and Y. Ishida : Journal of Microscopy, 142(1986), 163
- 9) K. Miyazawa and Y. Ishida : Ultramicroscopy, 22(1987), 163
- 10) 宮沢薫一, 程 徳斌, 斉藤秀雄, 森 実, 石田洋一 : 日本金属学会誌, 第48巻, 第5号 (1984), 455