

弱ビーム法による  $\Sigma 7$  対応粒界転位のバーガースベクトルの解析Burgers Vector of  $\Sigma 7$  Coincidence Boundary Dislocation Determined by Weak Beam Method

梅田良人\*・宮沢薫一\*・森 実\*・石田洋一\*

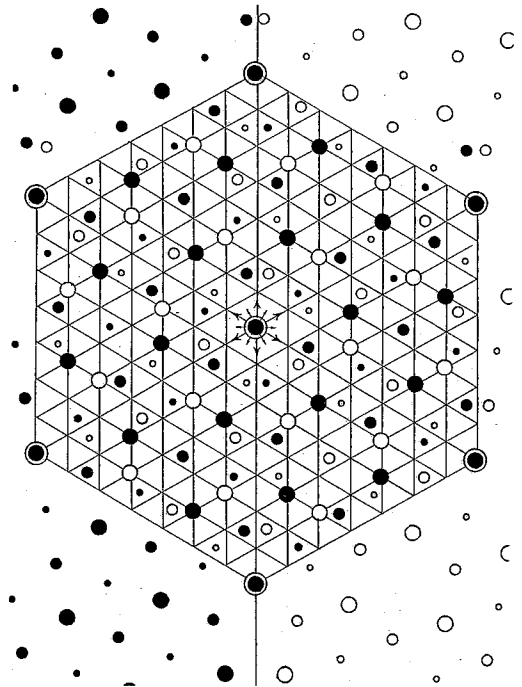
Yoshito UMEDA, Kun'ichi MIYAZAWA, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

## 1. はじめに

周期規則構造をもつ対応粒界には規則構造の乱れを反映する粒界転位が存在し、この粒界転位の挙動が粒界折出、粒界すべりといった粒界の諸現象を支配している。したがって粒界転位のバーガースベクトルを決定することは非常に重要である。透過電子顕微鏡観察は、金属結晶の3次元的情報を得るのに適しており、粒界転位の観察にも大きな役割を果たしてきた。透過電子顕微鏡を用いた粒界転位のバーガースベクトルの決定は適当な回折条件のとき転位の像が消失することを利用する像消失法<sup>1)</sup>や写真の転位の像と種々の回折条件を仮定して行った計算による転位の像を比較する像比較法<sup>2)</sup>が代表的である。しかしながら像消失法ではバーガースベクトルを厳密に決定することができないうえ、バーガースベクトルの絶対値が小さいために回折ベクトルとバーガースベクトルが直交に近いだけで像が消失するという問題点もある。像比較法は計算に必要とするパラメータが煩雑で一般的でない。一方、弱ビーム回折条件下で転位の終端部において  $n$  本の等厚干渉縞が途絶えることを利用する弱ビーム干渉縞法<sup>3)</sup>は、これらの欠点を補うものである。Cu-Ni 合金中の双晶境界に存在する粒界転位のバーガースベクトルは弱ビーム法により厳密に決定された。<sup>4)</sup>しかしながら、双晶は特殊な粒界であり、一般の対応粒界では幾何学的に可能とされる粒界転位のうちどのバーガースベクトルの転位が実在できるか明確にされていない。そこで本実験ではアルミニウムを用いて、エネルギーカスプが比較的大きく、粒界移動速度が速く、粒界すべりを起こしにくいといった興味深い報告のされている  $\Sigma 7$  対応方位関係にある粒界を1個含有する双結晶を作成して粒界転位のバーガースベクトルを厳密に決定することを試みた。

2.  $\Sigma 7$  対応粒界に存在が予想される粒界転位

図1に  $\Sigma 7$  対応関係にある格子点を示す。左右の結晶の格子点を白丸と黒丸で区別してある。二重丸が左右の結晶に共通して含まれる対応格子点である。もしもこの

図1 <111> 方向から投影された  $\Sigma 7$  対応格子プロット

方位関係からのずれが存在する場合、ミスフィット転位として粒界転位が導入される。図1により予想されるバーガースベクトルを図2に示す。

## 3. 弱ビーム干渉縞法の原理

写真1は、弱ビーム条件下でアルミニウムの格子転位観察を行ったもので、転位の両端において等厚干渉縞が途切れているのが観察される。弱ビーム条件で、ブラッグ回折条件からのずれが大きき場合、各回折面に対する有効消衰距離は  $\xi_g^w = \xi_g(1+s^2\xi_g^2)^{-1/2}$  (1) で与えられる。<sup>1)</sup>  $s$  は、転位が存在する場合転位の近傍において電子線の入射方向を  $z$ 、転位による変位を  $R$ 、回折ベクトルを  $g$  すると、変位を膜厚方向に平均して、

$$s' = s + \langle g \cdot dR/dz \rangle \quad (2)$$

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

と表せる。試料表面での転位の変位を  $R(0)$ 、膜厚  $t$  のところでの変位を  $R(t)$  として

$$s' = s + g \cdot [R(t) - R(0)] / t \quad (3)$$

一方、転位端部で途切れる等厚縞の本数  $n$  は、転位の両側の点 A, B (写真 1) での等厚縞の本数の差であり、膜厚  $t$  を有効消衰距離  $\xi_g^0$  で除したものが、試料端からその場所までの間に観察される等厚縞の本数であるので

$$n = (t/\xi_g^0)_B - (t/\xi_g^0)_A \quad (4)$$

$s'$  が大きいとき弱ビーム条件にあるという。(1)式より  $s'$  が大きいとき、 $\xi_g^0 \approx 1/s'$

(3), (4), (5)から

$$n = g \cdot [(R(t) - R(0))_B - (R(t) - R(0))_A] \quad (6)$$

試料表面で  $R(0) = 0$  として

$$n = g \cdot (R(t)_B - R(t)_A) \quad (7)$$

転位の両側における変位の差がバーガースベクトルに相当するため

$$n = g \cdot b \quad (8)$$

となる。

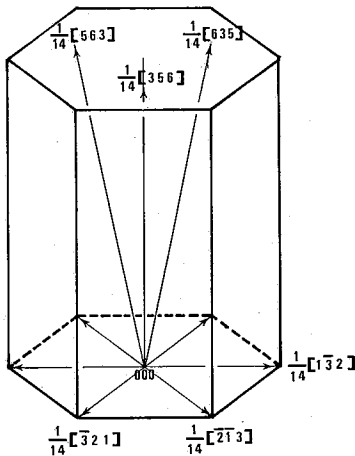


図 2  $\Sigma 7$  対応粒界において予想される粒界転位バーガースベクトル

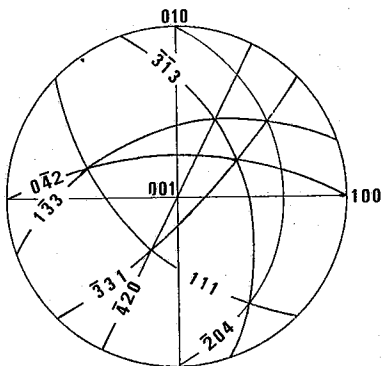


図 3  $\Sigma 7$  粒界を構成する 2 結晶粒に共通な回折面指数

#### 4. $\Sigma 7$ 対応粒界への弱ビーム法の適用

3 種類の同一面内にはない回折ベクトルと転位の終端部で途絶する等厚縞の数がわかっていれば、(8)式を 3 つ連立させて転位のバーガースベクトルを厳密に決定することができる。対応粒界に存在する粒界転位に対して弱ビーム法を応用する場合、粒界転位の終端部で等厚縞の途絶を生ぜしめるためには、 $g$  は、粒界をはさむ両側の結晶粒に共通に含まれる回折面に対応したものでなければならない。共通な回折面は、それぞれの対応方位関係について決まっており、 $\Sigma 7$  対応方位関係に対しては(111)面が一番格子面間隔の大きな共通な回折面である。左右の結晶粒に対して(420)面までの共通な回折面を図 3 に示す。

#### 5. 実験方法

供試材は、5 N アルミニウムである。実験に先立ち、図 4 に示すような単結晶炉を製作した。透明石英管内にアルミニウムインゴットを入れたグラフアイトルツボを設置し  $10^{-3}$  torr まで排気した後アルゴンガスを置換して酸化を軽減した。炉内溶解した後、加熱炉を時速 5 cm 程度の速度で移動させ、一方向凝固により単結晶を作製した。棒状の単結晶を 2 本用いて X 線背面ラウエ回折により方位測定し、 $\langle 111 \rangle$  軸回りに  $38.2^\circ$  回転することにより、粒界面方位が  $\{1\ 2\ 3\}$  であるように方位制御を行った

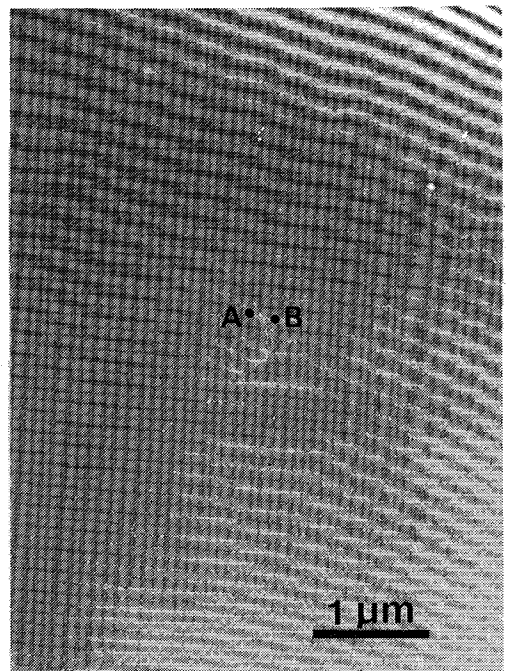


写真 1 格子転位の弱ビーム電顕像。転位の両端で等厚干渉縞が途切れている

研究速報

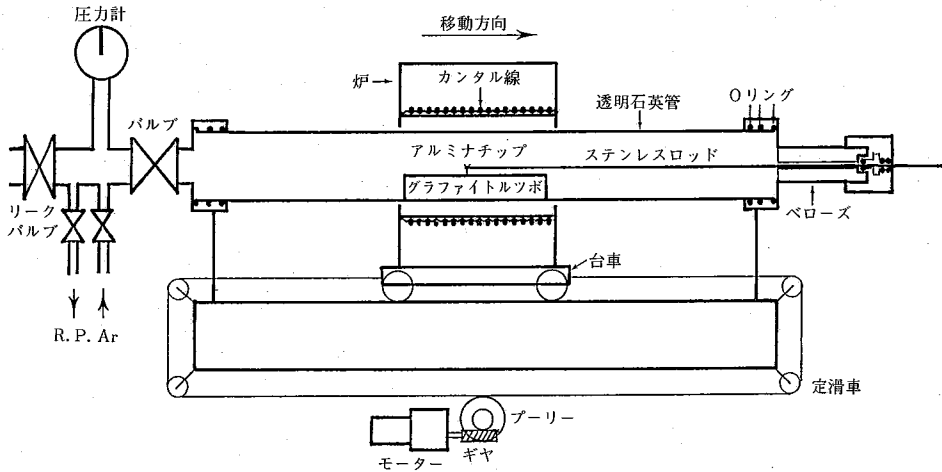


図4 単結晶作成炉

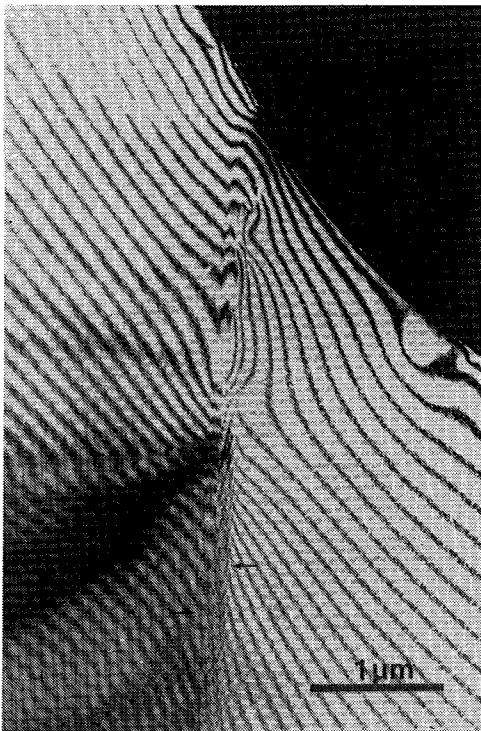


写真2 111 共通反射により撮影された Σ7 対応粒界の明視野像

後、炉内で一方向凝固することにより、Σ7 対応粒界をもつ双結晶を作製した。作製した双結晶から粒界を含んで 400 μm の厚みの薄片を切り出し、5% 過塩素酸エチルアルコール液を用いて 20 V で電解研磨することにより、薄膜とした。この薄膜から切り出しを行い、透過電子顕微鏡観察用試料とした。

透過電顕は、東京大学工学部総合試験所に設置されている JEM 1250 を用いた。

6. 結果と考察

写真2は、電子線を<123>方向から入射して、 $g=(111)$ の共通回折条件で撮影した Σ7 対応粒界の明視野像である。粒界には等間隔に並んだ粒界転位が観察される。試料端において、粒界転位密度が極端に低下しているのは、薄膜作成後転位が脱出して対応度が非常に悪くなったためである。写真3は、 $g=(111)$ の共通回折条件でブラッグ反射位置から約 0.2° 試料を傾斜させて弱ビーム条件下で撮影した暗視野像である。矢印近傍を拡大したのが写真4である。左右の結晶粒において矢印の場所同士が連続した等厚干渉縞で結ばれている。写真3で、試料端から矢印の場所までの等厚干渉縞の本数を数えると右の結晶粒では 19 本、左の結晶粒では 26 本観察される。写真4より、2つの矢印を結ぶ等厚縞が 7 本の粒界転位と交わっていることがわかる。この様子を模式的に表したのが図5である。共通な回折ベクトルと粒界転位のバーガスベクトルとの間には、粒界転位が等しいバーガスベクトルを有する場合、試料端から、注目する等厚縞までの等厚縞の本数の差を  $n$ 、等厚縞と交わる粒界転位の本数を  $m$  とすると

$$g \cdot b = n/m \tag{9}$$

である。この例では、 $n=26-19=7, m=7$  であるので、

$$g \cdot b = 1$$

となる。111 反射を用いてこの式を満足する Σ7 粒界のバーガスベクトルは、 $b = a\langle 356 \rangle / 14$  タイプの値を有する。 $a\langle 356 \rangle / 14$  タイプのバーガスベクトルをもつ転位は、幾何学的モデルから予想される粒界転位のうちで 2 番目に小さなバーガスベクトルをもつ転位であり、



写真3 111 共通反射により撮影された  $\Sigma 7$  対応粒界の弱ビーム暗視野像

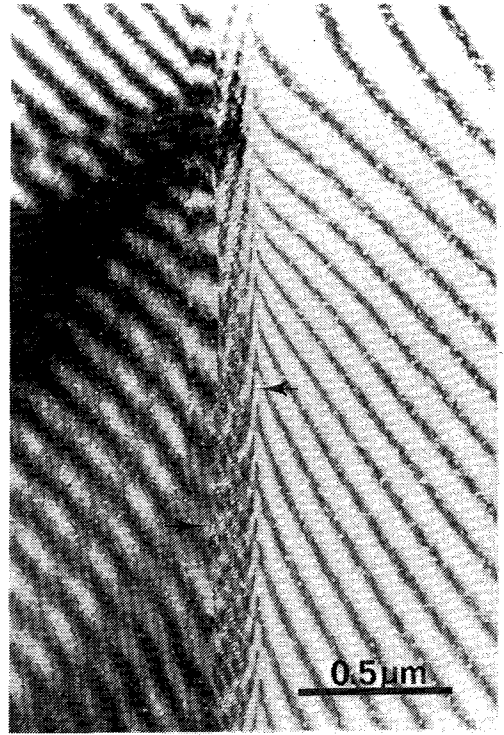


写真4 写真3の矢印近傍の拡大

エネルギー的に安定であると考えられる。粒界面方位は  $[132]$  であるため、この転位のバーガスベクトルは粒界面に対して垂直な成分をもつ。

7. ま と め

アルミニウム双結晶粒界に生成する転位のバーガスベクトル解析に必要な対応方位関係に合わせたアルミニウム双結晶の調整法と透過電子顕微鏡観察用薄膜試料の作製法を確立した。1例として、 $\Sigma 7$  対応粒界に存在する粒界転位の解析を行った結果、 $\langle a\{356\}/14$  タイプのバーガスベクトルをもつことが判明した。十分転位間隔の広い粒界で個々の転位のバーガスベクトルを解析することが次の課題である。

8. 謝 辞

本研究を遂行するにあたり、貴重な助言を賜った東京大学境界領域研究所掘内研究室の高橋徹氏に深く感謝いたします。実験装置の使用を快諾して下さった東京大学物性研究所竹内研究室ならびに東京大学生産技術研究所本間研究室の方々に深く感謝いたします。

(1985年5月14日受理)

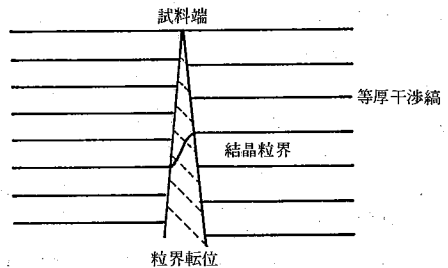


図5 粒界転位が多数並列して存在する場合の等厚縞の模式図

参 考 文 献

- 1) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London, (1965)
- 2) P. Humble et al.: Computed Electron Micrographs and Defect Identification, North Holland, Amsterdam, (1973)
- 3) Y. Ishida, H. Ishida, K. Kohra and H. Ichinose: Phil. Mag. A, 42 (1980), 453
- 4) 宮沢, 程, 斉藤, 森, 石田: 日本金属学会誌第 48 巻第 5 号 (1984) 455