

## 弱ビーム干渉縞電顕法による粒界並進成分の測定

Measurement of Grain Boundary Translation Component by Weak Beam Extinction Contour Electron Microscopy

宮 沢 薫 一\*・河 口 齊\*・森 実\*・石 田 洋 一\*

Kun'ichi MIYAZAWA, Hitoshi KAWAGUCHI, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

### 1. はじめに

対応粒界においては、粒界を構成する2つの結晶粒の格子点の一致が、厳密には成立していない場合がある。

たとえば、(112) 双晶境界において、共通回折面である(111)面が、半原子面程度ずれることが、金の格子像観察により報告されている。<sup>1)</sup> このような結晶粒相互の並進位置関係の解析が、アルミニウムの双晶境界で、ブラッグ反射近傍における消衰縞のずれを測定することによりなされている。<sup>2)</sup> しかし、この方法では、並進成分が大きいつき、十分な解析精度が得られない。

弱ビーム観察は、ブラッグ反射位置から試料を大きく傾けて行うので、並進成分だけをぬき出して、定量的に測定できる方法として注目される。

### 2. 弱ビーム結像条件における粒界干渉縞

結晶粒界を構成する2結晶粒に共通な回折波が1つだけ励起された条件で観察する場合、結晶粒界は積層欠陥と同様な像を与える。積層欠陥をもつ厚さ  $t$  の試料下面における透過波  $\phi_0(t)$  と回折波  $\phi_g(t)$  を試料上表面で、 $\phi_0(0)=1, \phi_g(0)=0$  の境界条件で解く場合、 $\phi_g(t)$  は次のように与えられる。<sup>3)</sup> 以後は(1)式を粒界で成り立つものとして議論する。

$$\begin{aligned} \phi_g(t) = & i \sin \beta \sin(\pi \Delta k t) \\ & + \frac{1}{2} \sin \beta (1 - \exp(-i\alpha)) \\ & \{ \cos \beta \cos(\pi \Delta k t) - i \sin(\pi \Delta k t) \} \\ & - \frac{1}{2} \sin \beta (1 - \exp(-i\alpha)) \\ & \{ \cos \beta \cos(2\pi \Delta k t') - i \sin(2\pi \Delta k t') \} \quad (1) \end{aligned}$$

ここで、 $\alpha$  は  $R$  を粒界での並進ベクトルとする場合の位相角  $2\pi g \cdot R$  を表す。

$\Delta k$  と  $\beta$  および  $t'$  は、 $s$  を偏差パラメータ、 $\xi_g$  を回折波の消衰距離としたとき、

$$\Delta k = \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2}, \beta = \cot^{-1}(s\xi_g), t' = t_1 - t/2$$

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

である。ここで、 $t_1$  は、試料表面から粒界までの深さである。 $\phi_g(t)$  の第一項は、粒界がないときの試料下面での回折波を表している。

弱ビーム条件では、 $|s\xi_g|^2 \gg 1$  であるので、(1)式は、

$$\begin{aligned} \phi_g(t) = & \frac{1}{2} \sin \beta (\cos \gamma - \cos \delta - \cos(\alpha + \gamma) + \cos(\alpha + \delta)) \\ & + i [\sin \gamma + \sin \delta + \sin(\alpha + \gamma) - \sin(\alpha + \delta)] \quad (2) \end{aligned}$$

$$\gamma = \pi \Delta k t$$

$$\delta = 2\pi \Delta k t'$$

と書ける。粒界の中央部では、 $\delta=0$  なので、 $|\phi_g(t)|^2$  は、 $\gamma_0 = (m+1/2)\pi - \alpha/2, m=0, \pm 1, \pm 2, \dots$  で  $\pi$  の周期で極大値をとることが示される。

ところで、 $\phi_g(t)$  の第一項  $i \sin \beta \sin \gamma$  は粒界以外での等厚干渉縞の強度の周期が、 $\gamma$  について  $\pi$  で与えられることを示している。そのため、粒界の部分では、干渉縞のピークが

$$(a/2)/\pi = g \cdot R$$

の割合だけ、左右の等厚縞の位置からずれる。

図1は、この様子をブラッグ反射からのはずれ角を  $\Delta\theta_B$  とするとき、適当なくさび型試料中に粒界を導入して計算した例である。 $s > 0$  のとき、(a)は、 $g \cdot R = 1/6$ 、(b)は、 $g \cdot R = 1/2$ 、(c)は  $g \cdot R = 2/3$  の場合を示して

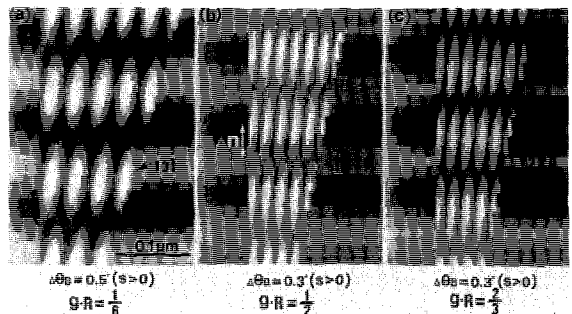


図1 粒界並進成分が存在するときの弱ビーム干渉縞計算像。  $\Delta\theta_B$  はブラッグ反射からのはずれ角

おり、それぞれ、 $g \cdot R$  の値に応じて粒界干渉縞が、膜が薄くなる方向に、対応する等厚縞に対してずれている。

$\alpha$  の符号を考察すると粒界干渉縞は、 $s > 0$  のとき、 $g \cdot R > 0$  に対して膜が薄くなる方向に  $g \cdot R$  本分ずれ、 $g \cdot R < 0$  に対して、膜の厚い方向に向かって  $g \cdot R$  本分ずれる。

$s < 0$  のときは、 $s > 0$  のときとは逆の方向に向かって粒界干渉縞がずれる。干渉縞のずれの割合を  $\Delta n$  とおくと、以上により、

$$g \cdot R = \Delta n \operatorname{sgn}(s) \quad (3)$$

となる。 $\operatorname{sgn}(s)$  は、 $s$  の符号を表す。(3)式は転位のバーガスベクトルを  $b$ 、転位端部で途切れる等厚縞の数を  $n$  としたときの式

$$g \cdot b = n \operatorname{sgn}(s) \quad (4)$$

と形式的に等しい。(3)と(4)より

$$g \cdot (b + R) = (n + \Delta n) \operatorname{sgn}(s) \quad (5)$$

となる。(5)は、粒界に並進成分が存在するとき、粒界での干渉縞のずれの量を測定すると、転位のバーガスベクトルと並進成分の合成成分が測定されることを意味する。

### 3. 実験方法

オーステナイトステンレス鋼(SUS 316)を圧延した後1223 Kで13.3 ks 焼鈍して、焼鈍双晶を作製した。これをクロム酸リン酸で電解研磨して薄膜とした。透過観察は東大工学部総合試験所に設置されている超高压電子顕微鏡により、加速電圧1000 kVで行った。

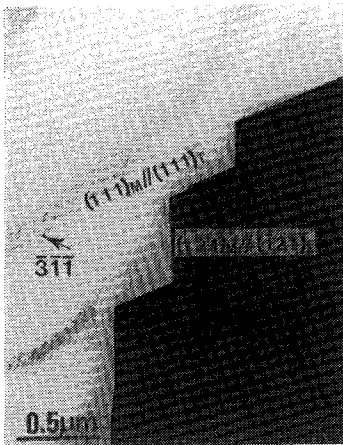


写真1 オーステナイトステンレス鋼の(111)整合双晶境界と(1 $\bar{1}\bar{1}$ )非整合双晶境界の暗視野像

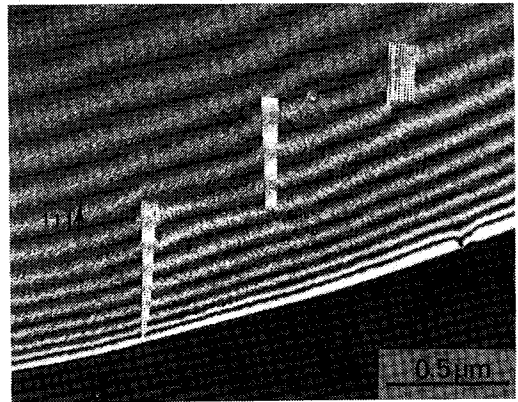


写真2 オーステナイトステンレス鋼(1 $\bar{2}\bar{1}$ )非整合双晶境界の111共通反射による弱ビーム暗視野像

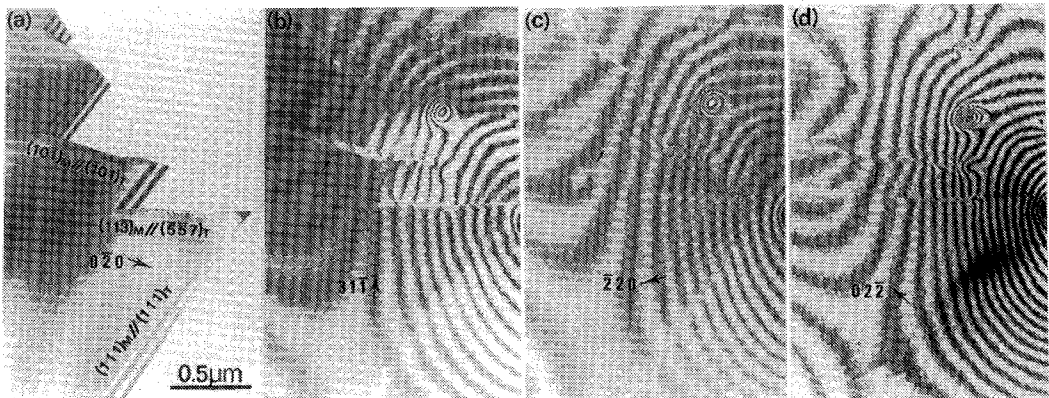


写真3 オーステナイトステンレス鋼(10 $\bar{1}$ ),(11 $\bar{3}$ )非整合双晶境界および(111)整合双晶境界の明視野像(a)と弱ビーム暗視野像(b),(c),(d)

研究速報

4. 観察例

4.1  $(\bar{1}21)_M // (\bar{1}2\bar{1})_T$  双晶境界上の粒界干涉縞

写真1は、オーステナイトステンレス鋼の  $(\bar{1}21)_M // (\bar{1}2\bar{1})_T$  面 (M: 母相, T: 双晶) と  $(111)_M // (111)_T$  面 で構成された階段状の双晶境界を示す暗視野像である。写真2は、これを111反射による共通回折条件で撮影した弱ビーム干涉縞像である。 $(111)_M$  面は、ビームの入射方向に平行であるので像が消えている。ビームに平行でない

表1 写真3の回折ベクトル  $g$  と粒界干涉縞のずれ  $\Delta n$  との関係

Photo.	$g$	$sgn(s)$	$\Delta n$
(b)	$3\bar{1}\bar{1}$	-	$\pm 1/2$
(c)	$\bar{2}20$	+	0
(d)	$02\bar{2}$	+	0

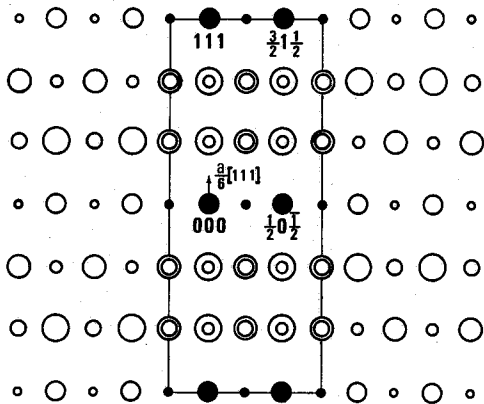


図2  $[1\bar{2}1]$  方向から投影された  $\Sigma 3$  対応格子モデル (枠内)。対応格子点を黒丸で示す

い  $(121)_M$  面のみが白く光っており、双晶境界上の干涉縞が左右の等厚縞に対して  $1/2$  だけずれている。このこと

は、 $g \cdot R = \pm \frac{1}{2}$  に相当しており、 $(121)_M$  面において、 $(111)$  面が面間隔の半分だけずれていることを示している。 $R$  の有力な候補として  $a\langle 110 \rangle / 4$  タイプ、 $a\langle 111 \rangle / 6$  タイプが考えられる。

4.2  $(10\bar{1})_M // (\bar{1}01)_T$  双晶境界上のずれ解析

写真3は、 $(10\bar{1})_M // (\bar{1}01)_T, (11\bar{3})_M // (557)_T$  および、 $(111)_M // (111)_T$  からなる双晶境界を示している。解析が容易な  $(10\bar{1})_M$  面の矢印で示した付近で考察する。写真3の(b)において、界面の部分のコントラストは、それと接続する等厚縞のコントラストとちょうど逆転している

ので、 $\Delta n$  は  $\pm \frac{1}{2}$  であり、 $(31\bar{1})_M$  面のずれが面間隔の半分であることを示している。(c)と(d)については、等厚縞は、連続であるので、 $\Delta n = 0$  とみなせる。結果を表1にまとめて示す。 $R$  の値は、(3)式より、 $\pm a[111]/6$  に限られる (図2参照)。

(c)の写真では、等厚縞が粒界干涉縞とわずかにずれを生じているので、正しい  $R$  の値は、 $\pm a[111]/6$  の値に小さな項が付加された値になる。

4.3  $(\bar{1}\bar{1}2)_M // (\bar{1}\bar{1}2)_T$  双晶境界におけるずれ解析

写真4は、 $(\bar{1}\bar{1}2)_M // (\bar{1}\bar{1}2)_T$  での観察例である。写真4の(a)では、干涉縞のずれが観察されない。(c)と(d)において、粒界における干涉縞が等厚縞に対して  $1/2$  ずれていることが観察される。結果を表2にまとめて示す。(3)式から、双晶境界で、 $\pm a[110]/4$  または、 $\pm a[114]/12$  の並進を生じていると考えると結果が説明できる (図3参照)。 $\pm a[114]/12$  のずれは、相手側の粒で読むと  $\pm a[110]/4$  で表される。

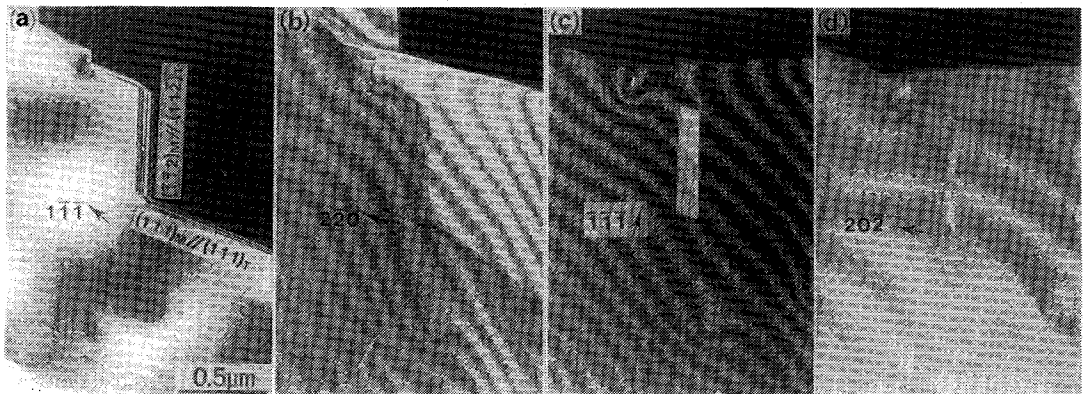


写真4 オーステナイトステンレス鋼  $(\bar{1}\bar{1}2)$  非整合双晶境界の暗視野像(a)と弱ビーム暗視野像(b), (c), (d)

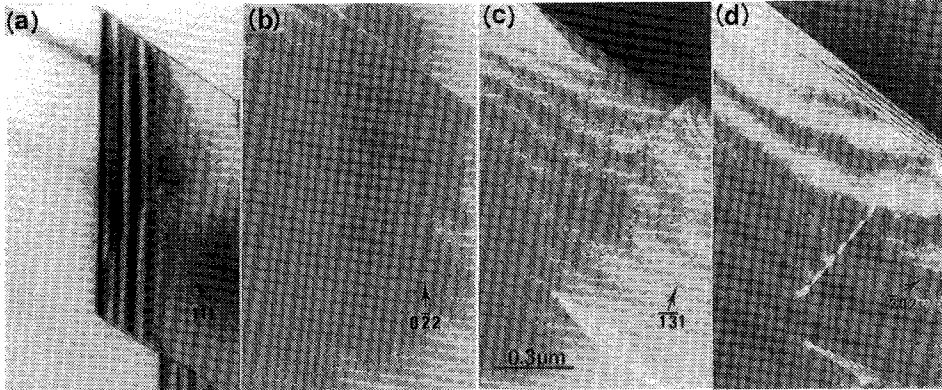


写真5 オーステナイトステンレス鋼 (111) 整合双晶境界の明視野像(a)と弱ビーム暗視野像(b), (c), (d)

表2 写真4の回折ベクトル  $g$  と粒界干渉縞のずれ  $\Delta n$  との関係

Photo.	$g$	$sgn(s)$	$\Delta n$
(b)	220	-	0
(c)	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	-	$\pm 1/2$
(d)	202	+	$\pm 1/2$

この例では、(111)面が、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{2})_M$ 面において、面間隔の1/2のずれを生じていることを示しており、前述の格子像観察の例と同様の結果を示している。

4.4 (111)<sub>M</sub>//(111)<sub>T</sub> 整合双晶境界の観察

写真5は、(111)<sub>M</sub>//(111)<sub>T</sub> 整合双晶境界における観察例である。写真の(b)において、並進成分が存在する場合に特有な粒界干渉縞が生じているのに対し、(c)ではそれが全く観察されない。(d)では、粒界干渉縞の非常に弱いコントラストがみられる。(b)での干渉縞のずれは数パーセントであり、予想外に大きい。

5. ま と め

面心立方晶双晶境界を弱ビーム条件で観察した。その結果、粒界で回折面にずれがあるときは、粒界干渉縞が生じ、一定の割合で等厚干渉縞に対してずれること。および、わずかのずれに対しても強いコントラストの粒界干渉縞が生じることがわかった。特に、(111) 整合双晶境界において観察されたずれは、(022)面の面間隔の数

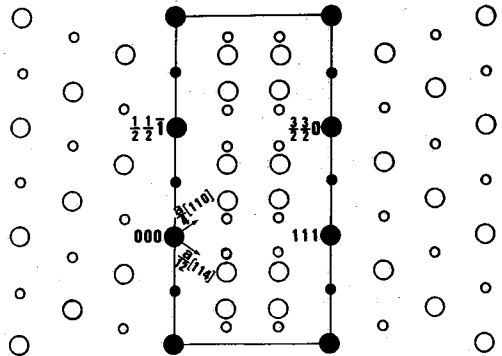


図3 [110]方向から投影されたΣ3対応格子モデル(枠内)。対応格子点を黒丸で示す

%程度と予想外に大きな結果が見い出された。解析例を重ねて今後の検討課題としたい。

(1985年6月14日受理)

参 考 文 献

- 1) 市野瀬英喜, 石田洋一: 日本金属学会会報, 第22巻, 第2号 (1983), 165
- 2) R. C. Pond and V. Vitek: Proc. R. Soc. Lond. B., 357 (1977) 453
- 3) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London (1965)