

目次	頁次	本文頁
第1章 緒論		1
1.1 本研究の目的		1
2.1 本論文の構成		2
第2章 界面構造のモデル		3
2.1 対応数モデル		3
2-1 対応数モデルの意義		4
2-2 対応方位における境界構造の非異性		5
2-3 対応数モデルの解釈と対応数モデルの関係		7
2-3-1 対応数モデルの非異性		7
2-3-2 数非対応		8
2-4 境界構造の現象としての対応方位境界		11
3. 境界構造をより一般的に記述する試み		13
3-1 構造単位モデル		13
3-1-1 Gabor-Gibsonのモデル		13
3-1-2 Gaborモデルを使ったモデル		15
3-2 O格子構造		17
第3章 2.1.2とめ		19
第4章 電子線による界面構造の観察		20
4.1 本章の目的		20
2.1 観察内の電子線		20
2-1 電子光学的	宮沢 薫一	20
2-2 放射光学的方法		22
3. 観察がある種の界面構造にコントラスト		26
3-1 観察結果の解釈		26
3-2 観察結果の解釈		26
第5章 弱ビーム等厚干渉法によるパーダーセルの決定		28
5.1 本章の目的		28
2.1 これまでのパーダーセル決定法		28
3.1 弱ビーム等厚(干渉)法		30
4.1 方位性における弱ビーム等厚干渉法の利点について		32
5.1 本法における解析上の決定法		37

	目次	本文頁
第I章 弱ビーム散乱法の動力学計算	40	
1-1 問題を提起する位置の文脈	40	
第I章 緒論	42	1
1-1 本研究の目的	44	1
1-2 本論文の構成	49	2
第II章 粒界構造のモデル	50	3
1-1 初期の粒界モデル	50	3
2-1 対応粒界モデル	53	
2-1-1 対応粒界モデルの提出	54	4
2-2 対応方位における粒界諸性質の特異性	54	5
2-3 対応粒界モデルの検証と対応粒界モデルの限界	59	7
2-3-1 対応格子点の存在性	59	7
2-3-2 粒界転位	59	9
2-4 粒界設計の対象としての対応方位粒界	62	11
3-1 粒界構造をより一般的に記述する試み	62	13
3-1-1 構造単位モデル	62	13
3-1-1-1 Bishop-Chalmersのモデル	63	13
3-1-1-2 Bernal多面体を使ったモデル	67	15
3-2 O格子理論	67	17
4-1 まとめ	71	19
第III章 電子線における動力学的回折理論	71	20
1-1 本章の目的	71	20
2-1 結晶内の電子線の波動方程式	75	20
2-1-1 量子力学的な方法	79	20
2-2 波動光学的な方法	81	22
3-1 吸収がある場合の弱ビームコントラスト	83	26
第IV章 弱ビーム等厚干渉法によるバーガースベクトルの決定法	86	
1-1 本章の目的	86	28
2-1 これまでのバーガースベクトル解析法	87	28
3-1 弱ビーム等厚(干渉)法	87	30
4-1 転位近傍における弱ビーム等厚干渉縞の形状について	90	32
5-1 本法における解析上の諸定義	93	37

頁次	目次	頁次
1	第1章 緒言	1
1	1-1 背景	1
2	1-2 目的	2
6	第2章 実験装置	6
6	2-1 試料の準備	6
6	2-2 測定装置	6
8	2-3 測定方法	8
8	2-4 測定結果	8
8	2-5 測定結果の考察	8
9	2-6 測定結果の考察	9
11	2-7 測定結果の考察	11
11	2-8 測定結果の考察	11
11	2-9 測定結果の考察	11
11	2-10 測定結果の考察	11
11	2-11 測定結果の考察	11
11	2-12 測定結果の考察	11
11	2-13 測定結果の考察	11
11	2-14 測定結果の考察	11
11	2-15 測定結果の考察	11
11	2-16 測定結果の考察	11
11	2-17 測定結果の考察	11
11	2-18 測定結果の考察	11
11	2-19 測定結果の考察	11
11	2-20 測定結果の考察	11
11	2-21 測定結果の考察	11
11	2-22 測定結果の考察	11
11	2-23 測定結果の考察	11
11	2-24 測定結果の考察	11
11	2-25 測定結果の考察	11
11	2-26 測定結果の考察	11
11	2-27 測定結果の考察	11
11	2-28 測定結果の考察	11
11	2-29 測定結果の考察	11
11	2-30 測定結果の考察	11
11	2-31 測定結果の考察	11
11	2-32 測定結果の考察	11
11	2-33 測定結果の考察	11
11	2-34 測定結果の考察	11
11	2-35 測定結果の考察	11
11	2-36 測定結果の考察	11
11	2-37 測定結果の考察	11
11	2-38 測定結果の考察	11
11	2-39 測定結果の考察	11
11	2-40 測定結果の考察	11
11	2-41 測定結果の考察	11
11	2-42 測定結果の考察	11
11	2-43 測定結果の考察	11
11	2-44 測定結果の考察	11
11	2-45 測定結果の考察	11
11	2-46 測定結果の考察	11
11	2-47 測定結果の考察	11
11	2-48 測定結果の考察	11
11	2-49 測定結果の考察	11
11	2-50 測定結果の考察	11
11	2-51 測定結果の考察	11
11	2-52 測定結果の考察	11
11	2-53 測定結果の考察	11
11	2-54 測定結果の考察	11
11	2-55 測定結果の考察	11
11	2-56 測定結果の考察	11
11	2-57 測定結果の考察	11
11	2-58 測定結果の考察	11
11	2-59 測定結果の考察	11
11	2-60 測定結果の考察	11
11	2-61 測定結果の考察	11
11	2-62 測定結果の考察	11
11	2-63 測定結果の考察	11
11	2-64 測定結果の考察	11
11	2-65 測定結果の考察	11
11	2-66 測定結果の考察	11
11	2-67 測定結果の考察	11
11	2-68 測定結果の考察	11
11	2-69 測定結果の考察	11
11	2-70 測定結果の考察	11
11	2-71 測定結果の考察	11
11	2-72 測定結果の考察	11
11	2-73 測定結果の考察	11
11	2-74 測定結果の考察	11
11	2-75 測定結果の考察	11
11	2-76 測定結果の考察	11
11	2-77 測定結果の考察	11
11	2-78 測定結果の考察	11
11	2-79 測定結果の考察	11
11	2-80 測定結果の考察	11
11	2-81 測定結果の考察	11
11	2-82 測定結果の考察	11
11	2-83 測定結果の考察	11
11	2-84 測定結果の考察	11
11	2-85 測定結果の考察	11
11	2-86 測定結果の考察	11
11	2-87 測定結果の考察	11
11	2-88 測定結果の考察	11
11	2-89 測定結果の考察	11
11	2-90 測定結果の考察	11
11	2-91 測定結果の考察	11
11	2-92 測定結果の考察	11
11	2-93 測定結果の考察	11
11	2-94 測定結果の考察	11
11	2-95 測定結果の考察	11
11	2-96 測定結果の考察	11
11	2-97 測定結果の考察	11
11	2-98 測定結果の考察	11
11	2-99 測定結果の考察	11
11	2-100 測定結果の考察	11

6. 弱ビーム転位像の数値計算	40
6-1 両端を持つ転位の変位場	40
6-2 転位像の計算法	42
6-3 計算結果	44
6-4 計算結果のまとめ	49
第V章 弱ビーム干渉縞法による双晶転位の観察および解析	50
1. 本章の目的	50
2. 共通の回折面	50
3. 整合双晶境界および非整合双晶境界上の転位の解析	54
3-1 試料	54
3-2 観察法	54
3-3 (111)整合双晶境界上の転位の解析	56
3-4 (112)非整合双晶境界上の転位の解析	59
4. 双晶ファセット転位の解析	62
4-1 ファセット転位	62
4-2 試料と観察法	62
4-3 転位網を伴う双晶ファセット転位の解析	63
4-4 独立したファセット転位の解析	67
第VI章 弱ビーム α フリンジ法による粒界剛体並進成分の測定	71
1. 本章の目的	71
2. 積層欠陥コントラストの理論	71
3. 弱ビーム条件下での積層欠陥 α フリンジ像	75
3-1 積層欠陥部における干渉縞のずれの表現	75
3-2 試料の傾斜角と測定限界についての検討	79
3-3 α フリンジの等強度線の存在位置に及ぼす系統反射の影響	81
4. 回折面の方位変化を伴う場合の弱ビーム α フリンジ像	83
5. 弱ビーム α フリンジ法による積層欠陥の解析	86
5-1 電解水素チャージ法による試料作製	86
5-1-1 電解水素チャージ法と水素脆性	86
5-1-2 試料作製法	87
5-2 電解水素チャージしたSUS316鋼の組織	87
5-3 ステアロッド転位を伴う積層欠陥の弱ビーム観察	90
5-4 弱ビーム α フリンジ法による小さな変位の測定	95

I 緒論

1. 本研究の目的

新しい多結晶材料の研究開発においては、その構成員である結晶境界の問題を避けて通ることは不可能であるが、近年の境界構造の研究は、ほとんどがKronberg-Wilsonらが提唱した対応境界を中心とする研究で占められて来たと言える。これは、対応境界が境界のモデルとして単純であり、研究者の間で明確な幾何学的な概念を共有できること、そのために実験や理論で得られた結果の解釈をするのに便利であるということだけではない。対応境界は、次章で述べるような結晶方位に依存したいくつかの特別な性質を持つ規則境界であり、将来特別な性格を持つ界面を設計をする上で工学的に興味深い境界であると考えられて来たからである。

対応境界は、2つの結晶粒が周期的な格子点の一致を生じるような方位関係（対応方位）にある境界として定義されるが、実際には、厳密な対応方位関係が維持されている場合はまれであり、境界転位の網目が導入されている。境界の性質は、境界の原子的構造と密接に関係しており、境界の性質を規定する境界転位の性格を明らかにすることが対応境界を始めとする規則境界研究の第一歩である。そのためには、境界転位のバーガスベクトルを厳密に決定する手段を確立することが必要である。

透過電子顕微鏡においてバーガスベクトルを決める手段として広く用いられているのは、特別な回折条件で転位像が消えることを利用する像消滅法、および、計算像と転位像とを比較してバーガスベクトル b を判定する像比較法である。像消滅法は、簡便な方法であるが、 b の方向がわかるのみであり、似通っているもの同士を区別しにくい。

像比較法は、転位のコントラストが正確に計算できさえすれば正しい b が求められるという点で普遍性があるが、転位の変位場の表現や計算に必要なパラメータの選択においては問題が多い。新しいバーガスベクトルの決定法が必要である。

本研究では、これを、近年石田らによって提出された弱ビーム領域下での干渉縞を利用した透過電子顕微鏡法に求めて、境界研究の領域に拡張することを第一の目的とする。この方法によれば、バーガスベクトルは転位近傍における等厚干渉縞の弱ビーム像の解析によって完全に決定される。これを本論文では弱ビーム等厚（干渉）縞法と呼ぶことにする。

また、不完全転位は、格子転位であろうが不完全転位であろうが、積層不整を伴っているので、本法を一貫して採用できるためには、積層不整部における弱ビームコントラストの性格を明らかにしなければならない。特に境界の場合は、結晶粒間でどのように剛体並進移動 R を生じて格子緩和をしているのかという問題は現在検討されている重要課題であり、回避することはできない。したがって、もうひとつの目的として、不完全転位バーガスベクトルの決定および R 値の決定ができるように本法を拡張した。そのための重要な知見は、Whelanらの積層欠陥に関する動力学的回折理論を弱ビーム領域で考察することにより得られる。これを、弱

この面では結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。

この面では結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。

この面では結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。

この面では結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。

この面では結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。

この面では結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。また、結晶の厚さの異なる試料を用いて、その厚さによる結晶の構造の異なることを示す。

ビームαプリング法と呼び、新しいR値の法定法として提出する。

2. 本論文の構成

以上に記したように、本論文は、弱ビーム領域における干渉縞を利用した諸方法、すなわち、弱ビーム干渉縞法による結界構造研究のための基礎を築くことを目的とするものである。

第II章以下の構成は次の通りである。

第II章では、今日までに提出された結界構造のモデルについて、本法の対象である対応結界に重点をおいた形で論じる。

第III章では、弱ビーム干渉縞法を適用するに当たり必要となる電子線回折理論についてまとめる。

第IV章では、弱ビーム等厚縞法についての理論的な整理と像計算による撮影条件の把握を行う。

第V章では、弱ビーム等厚縞法による規則結界転位解析のための第一歩として、典型的な対応結界である双晶結界に本法を適用した例について述べる。

第VI章では、弱ビームαプリング法の理論と積層欠陥および非整合双晶結界への適用例を論じ、規則結界構造解析のための基礎を築く。

第VII章では、全章のまとめを行う。

図 1 (a) (b) (c)



図 1 (a) (b) (c) 規則結界の転位に関する規則結界モデルの表示 (Chen et al., 1992)

II 粒界構造のモデル

1. 初期の粒界モデル

結晶粒界の構造として考えられた最も古いモデルは、20世紀初めにBrillouin (1898) と Quincke (1905) が提出した低温における粒界破壊と高温における粒界破壊の現象を説明することができるとした非晶質粒界モデルであるとされる (Gleiter, 1971)。原子配列に周期性が認められないような粒界の例が格子像観察によって報告されているように (市野瀬、石田、1983)、非晶質粒界の存在が全く否定されてしまったわけではないが、粒界エネルギー、粒界拡散、粒界腐食などの諸性質についての研究が進んで、粒界の性質は等方的なものではなく、粒界を構成する2つの結晶粒の方位関係に依存することが明らかになるとその原子的構造も結晶方位に依存した一定の構造をもっていると考えられるようになった。Hargreavesら (1929)の遷移層粒界モデルは、粒界の原子配列に規則性を仮定した初期のモデルとして登場している。1900年代はじめに、Voltera と Timpe が転位の概念を導き、1934年に、Taylor、Orowan、Polany らが低い応力レベルで動くことができる線状の格子欠陥として転位モデルを提出して以来、転位の研究は、格子欠陥に関する研究分野において中心的な位置を占めてきたが、転位論を拡張して粒界構造を説明する試みも早くから登場した。その初期のものは、粒界は転位が網目状に並んで出来ているとするもので、Bragg (1940) と Burgers (1940) によって提出された。粒界が転位の網目から成るものであれば、粒界のエネルギーは個々の転位のエネルギーの和として計算できる。Read と Shockley (1950) は、対称傾角粒界の回転軸に平行に格子転位を並べたモデルを作り (粒界の転位列モデル)、転位論を導入して単位面積あたりの粒界のエネルギーが次式で与えられるとした。

$$E = E_0 \theta (A - \ln \theta) \quad (2.1.1)$$

θ は傾角、 E_0 と A は粒界面方位と弾性定数に依存したパラメータである。Readらは、それまでに知られていた小角粒界における、粒界エネルギーの傾角依存性についてのDunnらの実験的な結果を説明することに成功し、小角粒界が格子転位の配列で説明できることの間接的な証拠を得た。大角粒界においても粒界エネルギーの傾角依存性は、小角粒界モデルの拡張として得られ、粒界エネルギー曲線に、ある傾角のところでカスプが生じることが予想された。

(Fig.2.1.1参照。)

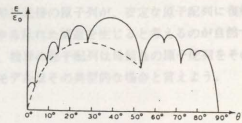


Fig.2.1.1 [100]軸回りの傾角 θ に関する粒界エネルギーの変化 (Read et al., 1959)

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

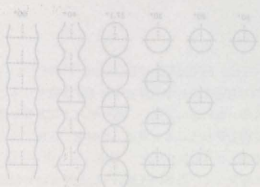


Fig. 2.2.1 [111] 軸回り 22° の回転関係における対応格子モデル

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

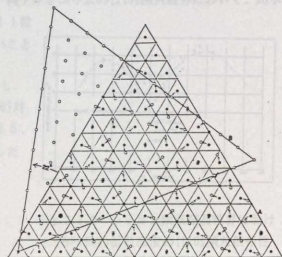


Fig. 2.2.1 [111] 軸回り 22° の回転関係における対応格子モデル

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

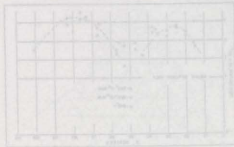
この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

$$\Sigma = x^2 + (h^2 + k^2 + l^2)y^2 \quad (2.2.1)$$

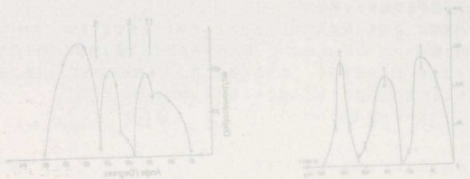
2-2 対応方位における境界諸性質の特異性

この場合、互いに一致した格子点（対応格子点）の数は、母結晶の格子点の数の1/7になっていることが見いだされる

アルミニウム合金の結晶構造と傾角粒界の形成に関する研究の進捗を示すグラフである。縦軸は傾角（Degree of Misorientation）を示し、横軸は結晶粒の大きさ（Grain Size）を示している。データポイントは傾角が約10度から20度の範囲で分布していることが確認できる。



傾角と結晶粒の大きさの関係を示すグラフ。縦軸は傾角（Degree of Misorientation）を示し、横軸は結晶粒の大きさ（Grain Size）を示している。



傾角の分布を示す二つのグラフ。左側のグラフは傾角の分布が広範囲にわたることを示し、右側のグラフは傾角の分布がより狭範囲であることを示している。

傾角と結晶粒の大きさの関係を示すグラフ。縦軸は傾角（Degree of Misorientation）を示し、横軸は結晶粒の大きさ（Grain Size）を示している。データポイントは傾角が約10度から20度の範囲で分布していることが確認できる。

ニウムの錫亜鉛合金による液体金属脆性の研究で、傾角粒界の引っ張り破壊応力が対応方位で高くなることを示した (Otsuki et al., 1985)。

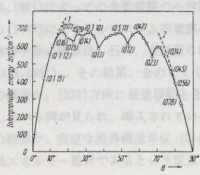


Fig.2.2.5 アルミニウムにおける[100]軸回り対称傾角粒界の粒界エネルギーの計算値(Hasson et al., 1975)

2-3 対応粒界モデルの検証と対応粒界モデルの限界

2-3-1 対応格子点の存在性

以上に示されたいくつかの報告から明らかな様に、結晶粒界の性質は、対応方位において著しい異方性を持つ。しかし、粒界が対応方位において示す特別な性質は、必ずしも粒界の原子的構造に対する対応格子モデルの正しさを実証するものではないので、格子点の一致に関しては実験的な証明が必要である。この意味で、本論文では、対応格子点の網目からなる粒界を対応粒界と呼び、2結晶が対応方位関係にある粒界（対応方位粒界）と区別することにする。対応粒界は、対応方位粒界に含まれる。

対応粒界の研究が発見したころは、対応格子点の実在を証明するための努力が払われた。Brandon(1964)は、当時の強力な実験手段であったFIM（フィールドイオン顕微鏡）を用いてタングステンチップのΣ111観察を行い、粒界の厚みは2原子層以下であることを確認するとともに、粒界で原子の良い一致が生じていることを論じた。また、タングステン及びタングステンニウム合金のFIMによる観察から、Nottの島モデルと類似した発想に立って、いかなる粒界も対応粒界とそれに重畳した転位から成立しているとして、粒界は、対応格子の最稠密面をとる原子的な適合性の良い粒界とステップや転位からなる適合性の悪い粒界より成立しているとした。対応粒界は、低エネルギー粒界になっていると考えられたので、粒界の多くは対応粒界に近い粒界であると推定され、対応格子の最稠密面をとる粒界の例が鉄マンガ

合金において検討された(石田ら, 1969)。しかし、粒界構造の解析手段が進歩して、透過電子顕微鏡により粒界の原子配列が直接的に解像されるようになると、粒界モデルについてより詳細な議論ができるようになった。金属の結晶粒界の高分解能電子顕微鏡観察は、初期の二波格子像の場合、Cosandry (1978, 1981) による金蒸着膜の小角粒界の転位配列の観察が、多波格子像の場合は、Krivaneckら(1977)によるゲルマニウム蒸着膜のΣ3、Σ9粒界の観察がなされたが、金属結晶粒界の多波格子像の観察は、石田、市野瀬らによって初めて行われた(Ishidaら, 1977/市野瀬ら, 1979, 1981)。その結果、金のΣ11[110]傾角粒界では、対称傾角粒界として観察されるはずの構造が、[332]方向に並進移動を生じることにより格子点一致関係は破れて非対称な配列をしている例が見られ、導入されている転位がDSC格子で説明できないことが指摘された。この粒界が、安定な粒界構造単位(Close-packed capped trigonal prism) かなる対称な低エネルギー粒界であるという従来の計算結果(Pondら, 1979/Hashimotoら, 1980)とは異なっている(Sutton, 1984)。双晶境界は対応粒界の典型的な例であると考えられるにもかかわらず、金の(112)双晶境界の高分解能観察では、対応粒界モデルによると(112)双晶境界で連続であるべき(111)面が、双晶境界が短いときは連続であっても、粒界が長くなると対応格子点の存在が破れて、(111)面が不連続になって非対称な粒界原子配列になっている場合が観察された(Ichinose and Ishida, Phil. Mag. A, 1985)。

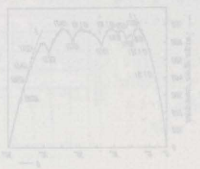


図1 (112) 双晶境界の高分解能観察結果。左側は(111)面、右側は(112)面を示している。強度の最大値は約10.0である。

この例では、(112)双晶境界を構成する2つの結晶粒がa/6(111)だけ剛体並進移動を生じていると考えられた。

3.2 粒界の構造と移動

粒界の構造は、結晶の成長過程で形成される。結晶の成長は、原子の拡散によって行われ、粒界は原子の配列が異なる領域の境界である。粒界の構造は、結晶の成長速度、結晶の大きさ、結晶の形状などに依存する。粒界の構造は、結晶の成長速度が遅いほど、結晶の大きさが大きいほど、結晶の形状が複雑なほど、より複雑になる。粒界の構造は、結晶の成長速度が速いほど、結晶の大きさが小さいほど、結晶の形状が単純なほど、より単純になる。

粒界の移動は、結晶の成長過程で起こる。粒界の移動は、結晶の成長速度、結晶の大きさ、結晶の形状などに依存する。粒界の移動は、結晶の成長速度が遅いほど、結晶の大きさが大きいほど、結晶の形状が複雑なほど、より遅くなる。粒界の移動は、結晶の成長速度が速いほど、結晶の大きさが小さいほど、結晶の形状が単純なほど、より速くなる。

粒界の移動は、結晶の成長過程で起こる。粒界の移動は、結晶の成長速度、結晶の大きさ、結晶の形状などに依存する。粒界の移動は、結晶の成長速度が遅いほど、結晶の大きさが大きいほど、結晶の形状が複雑なほど、より遅くなる。粒界の移動は、結晶の成長速度が速いほど、結晶の大きさが小さいほど、結晶の形状が単純なほど、より速くなる。

合金において検討された(石田ら, 1969)。しかし、粒界構造の解析手段が進歩して、透過電子顕微鏡により粒界の原子配列が直接的に解像されるようになると、粒界モデルについてより詳細な議論ができるようになった。金属の結晶粒界の高分解能電子顕微鏡観察は、初期の二波格子像の場合、Cosandry (1978, 1981) による金蒸着膜の小角粒界の転位配列の観察が、多波格子像の場合は、Krivaneckら(1977)によるゲルマニウム蒸着膜のΣ3、Σ9粒界の観察がなされたが、金属結晶粒界の多波格子像の観察は、石田、市野瀬らによって初めて行われた(Ishidaら, 1977/市野瀬ら, 1979, 1981)。その結果、金のΣ11[110]傾角粒界では、対称傾角粒界として観察されるはずの構造が、[332]方向に並進移動を生じることにより格子点一致関係は破れて非対称な配列をしている例が見られ、導入されている転位がDSC格子で説明できないことが指摘された。この粒界が、安定な粒界構造単位(Close-packed capped trigonal prism) かなる対称な低エネルギー粒界であるという従来の計算結果(Pondら, 1979/Hashimotoら, 1980)とは異なっている(Sutton, 1984)。双晶境界は対応粒界の典型的な例であると考えられるにもかかわらず、金の(112)双晶境界の高分解能観察では、対応粒界モデルによると(112)双晶境界で連続であるべき(111)面が、双晶境界が短いときは連続であっても、粒界が長くなると対応格子点の存在が破れて、(111)面が不連続になって非対称な粒界原子配列になっている場合が観察された(Ichinose and Ishida, Phil. Mag. A, 1985)。

この例では、(112)双晶境界を構成する2つの結晶粒がa/6(111)だけ剛体並進移動を生じていると考えられた。

双晶境界での剛体並進移動についての定量的な測定と検証は、αフリンジ法を用いてPondら(Proc. Roy. Soc. Lond. A/B, 1977)および丸川(1977)によって行われた。αフリンジ法は、2つの結晶粒に共通な回折面が粒界で食い違っているときに観察される粒界フリンジのコントラストを解析して並進移動量を測定する方法である。この手法は、小さい量の量に敏感であることで優れている。Pondらの解析結果は、整合双晶境界を除いて(112) //(112)などのアルミニウムの高次の双晶境界では、対応格子点の存在は破れて結晶粒間の並進移動が生じていることを示している。

以上のような実験的研究から、並進移動による格子緩和の結果、対応格子点の存在は必ずしも成立していないことがわかって来ているが、このことは計算機シミュレーションによって求められた最低エネルギーの粒界配列においても主張されている(Pond et al., Acta Metall., 1979)。

対応格子から算出されるDSC格子の基本ベクトル(基本DSCベクトル)で定義される値以外の並進移動が生じている場合には、粒界転位は一般に基本DSCベクトルをバーガースベクトルに持たない不完全粒界転位となる。このような粒界転位の性格を明らかにすることに より並進移動が関与する問題を論じることができる。

粒界の構造と移動に関する研究は、結晶の成長過程で起こる。粒界の構造は、結晶の成長速度、結晶の大きさ、結晶の形状などに依存する。粒界の移動は、結晶の成長速度、結晶の大きさ、結晶の形状などに依存する。

2-3-2 粒界転位

Pumphreyが面一致理論を提出したとき(Pumphrey, 1972)、電顕写真で見られる粒界の周期的な線状構造は、わずかな方位差を持つ格子面同士の重なりでできた高密度原子列の近傍における周期的な重畳であり、必ずしも粒界転位の像であるとは限らないと述べたが、これは、転位論に傾斜しがちな粒子組織研究者の思い込みを矯正する意味があったと思われる。しかし、現在では、対応方位から結晶粒方位がはずれたときは、粒界転位が導入されて対応格子が維持されると一般に考えられている。粒界転位の可能な密度は粒界上の対応格子点密度に依存して決まり、対応格子点の密度は Σ 値の上昇とともに減少するので粒界転位の密度は減少し、したがって、 Σ 値の小さい粒界のみが存続できると考えられた(Brandon, 1966)。粒界転位が導入されたとして許容される対応方位からの傾角 θ は、 $15^\circ / \Sigma$ 程度と見積られた(Brandonの仮定)。これは、小角粒界から大角粒界に移行するときの傾角の限界値がおおよそ 15° であること、粒界転位密度が対応格子点密度に比例しそれが Σ 値の平方根に逆比例した値で記述できること、一定のバーガースベクトルを仮定したとき $\Delta \theta$ は転位の間隔に逆比例することを仮定すれば導くことができる。粒界転位のバーガースベクトルは、対応格子を参照格子とする部分転位と考えられ、格子転位のバーガースベクトルでは説明できないような値を持つであろうことが予想された(Brandon, 1966)。Fig. 2.2.6(a), (b)は、 $\Sigma 7$ 対応粒界における粒界転位の泡モデルおよび対応格子モデルにより解析された粒界転位バーガースベクトル b_{Σ} を示したものである(石田, 1973)。

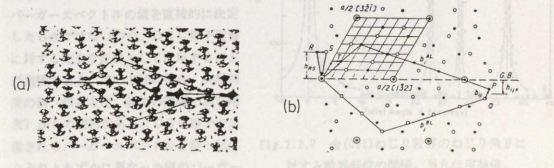


Fig. 2.2.6(a) $\Sigma 7$ 対応粒界泡モデルにおける粒界転位の例 (石田, 1973) (b)同粒界転位のバーガースベクトル b_{Σ} および粒界階段 h_{Σ} の対応格子モデルによる表現

対応粒界の粒界転位のバーガースベクトルは、一般的には、BollmannのDSC格子によって明確に定義されている。DSC格子の基本ベクトルのさまざまな回転関係についての具体的な値は、文献に整理されている(Ishidaら, 1973; 森, 1976)。DSC格子の実験的検証を試みた実験としては、SchoberとBalluffiらによる金蒸着膜によるねじり粒界の研究が重要であらう

この図は、2つの異なる結晶領域の原子配列を示している。左側の領域は、原子が規則的に配列している。右側の領域は、原子の配列が左側の領域とは異なる。この図は、結晶の構造を説明するために用いられる。

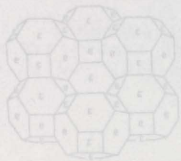


図2.3.1 [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

この図は、傾角粒界の構造を示している。左側の領域は、原子が規則的に配列している。右側の領域は、原子の配列が左側の領域とは異なる。この図は、結晶の構造を説明するために用いられる。

この図は、傾角粒界の構造を示している。左側の領域は、原子が規則的に配列している。右側の領域は、原子の配列が左側の領域とは異なる。この図は、結晶の構造を説明するために用いられる。

3-1-2 Bernal多面体を結ぶモデル

実在する粒界は、対応粒界のような整った粒界だけでは説明することができない。しかし、あらゆるものは必ずなんらかの単位から構成されているという考え方を徹底させると粒界構造もそのようにして説明できるであろう。粒界に構造単位が存在するならば全ての粒界をそれらで統一的に記述できることになる。2つの結晶粒の共有格子点からなる対応粒界の場合は、結晶粒の階段上の切り出し面を2つ突き合わせて作ることができる。例えば、[100]28.1°粒界

(Σ17)は、Fig.2.3.1(a)に示したようになる (Bishop and Chalmers, 1968)。Bishopらは、[100]傾角対応方位粒界をそのようにして構成し粒界構造単位の立場から一般の粒界構造を論じることを試みた。実在する粒界の場合は、接近しすぎた原子の存在は好ましくないので粒界からそのような原子を取り除くことによってFig.2.3.1(b)のような構造が得られ、傾角が増して[100]軸回り36.9° (Σ5)粒界では、Fig.2.3.1(c)のような構造が得られる。ここで重要なことは、Σ17粒界では、[0 1-1]向に4原子間隔の、Σ5粒界では[0 1-1]方向に3原子間隔のファセットの繰返しができることである。つぎに、[100]軸回り29.4°粒界を作ってみると、Fig.2.3.2(a)の配列が得られ、さらに、接近しすぎた原子を取り除くことによって同図(b)に示したような[0 1-1]方向に4原子間隔からなるファセットが2つ、3原子間隔からなるファセットがひとつで合成された階段状の粒界構造が見ることがわかる。このことは、[100]軸回り29.4°粒界が、[100]軸回り28.1°粒界と[100]軸回り36.9°粒界の粒界階段構造を組み合わせて作れることを意味している。

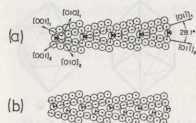


Fig. 2.3.1 (a) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (b) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (c) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (d) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (e) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (f) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (g) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (h) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (i) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (j) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (k) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (l) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (m) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (n) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (o) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (p) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.1 (q) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

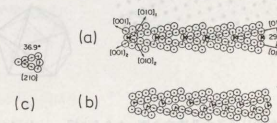


Fig. 2.3.2 (a) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (b) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (c) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (d) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (e) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (f) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (g) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (h) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (i) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (j) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (k) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (l) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (m) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (n) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (o) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (p) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

Fig. 2.3.2 (q) [100]軸に垂直な断面の傾角粒界の構造

3-1-2 Bernal多面体を使ったモデル

任意の境界が対応境界の部分的な構造の組み合わせで構成されているというBishopらの主張を言い替えると、境界は、2つの結晶粒にいく種類の原子団を共有されて構成されたものであるということになる。Bernal多面体は非晶質な金属の原子配列を記述するのに都合の良いモデルとして知られており、これらを構造単位として境界構造を記述する試みがなされている。金属結合が一般的に稠密構造を好むことがその動機であるが(Ashby et al., 1978)、境界原子配列が何かの稠密構造として存在しているならばBernal多面体による境界原子配列の解析には意味がある。Ashbyらは小角粒界と低 Σ 値の重要な境界を図案モデル、泡モデル、ホールベアリングモデルを用いることにより境界構造がBernal多面体(Bernal holes)のいずれかの組み合わせで記述できる例を論じた。用いた多面体は、Fig.2.3.3に示されている。

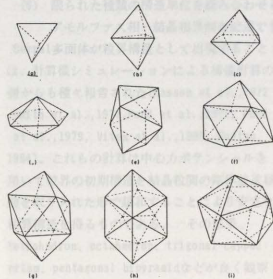


Fig.2.3.3 Bernal多面体(Ashby et al., 1978)

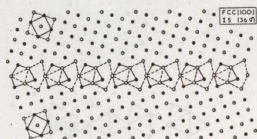


Fig.2.3.4 面心立方晶の $\Sigma 5$ [100]傾角粒界のBernal多面体による解析(Ashby et al., 1978)

各多面体の名前を次に示す。

- (a) tetrahedron (b) trigonal bipyramid (c) regular octahedron
- (d) pentagonal bipyramid (e) tetragonal dodecahedron
- (f) capped trigonal prism (g) capped Archimedean antiprism
- (h) octahedron (i) icosahedron

これらの多面体のうちで(b)のtrigonal bipyramidは2つのtetrahedronの組み合わせとなるので省くことができる。Fig.2.3.4は、capped trigonal prismとpentagonal bipyramidで作られた $\Sigma 5$ (fcc)粒界のモデルである。いろいろの図解的な例を調べた結果、立方晶の境界原子配列

BollmannのO格子理論が提出されたのは1960年代であり、対応格子モデルによる境界構造の検討が盛んに行われていたころのことである(Bollmann, 1967/Bollmann et al. 1969)。対応格子モデルは、2つの結晶格子を特別な方位関係で重ね合わせたときに格子点が一致して形成される超格子で記述される規則境界モデルとして登場したのに対し、O格子モデルは任意の変換関係Aを持つ2つの結晶格子L₁とL₂が重なり合っているパターンを一般的に記述することを目的として構成された。対応格子はO格子の特別な場合として含まれる。O格子理論では2つの結晶格子の型が異なっても良いので、異相界面の構造をも記述できるという点で注目を浴びた。O格子理論は、重なり合う2つ結晶格子における最近接格子点の組を求める手続きを論じるもので、そのような格子点の組み合わせを選ぶことのできる原点を探し出すものであり、これらの原点は一般にO格子という超格子を作る(Fig. 2.3.6参照)。Bollmannの定義を直訳すれば、O格子とは、「与えられた線形変換Aによって、与えられた格子1から与えられた格子2を生成することができると可能にするような、あらゆる可能な原点群からなる格子」のことをいう(Bollmann, Phil. Mag. 16(1967)380)。

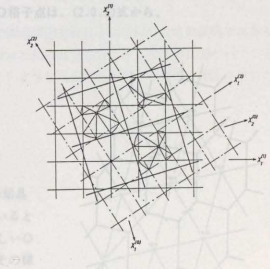


Fig. 2.3.6 回転によるO格子の作図例。
格子(1)の各点は、各O格子点を中心とする等しい大きさの回転によって格子(2)に重なる。(Bollmann, Phil. Mag. 16, 1967)

O格子点x⁽⁰⁾はL₁のあらゆる可能な並進ベクトルb⁽¹⁾(difference vector)を用いて次の式から計算できる。

$$[I-A^{-1}]x^{(0)} = b^{(1)} \quad (2.3.1)$$

Aは、体積不変の一般変換(unimodular transformation)である。上式は結晶格子L₁とL₂の単位胞の内部座標が等しい点同士に対応格子点としてO格子点が求められることを意味している(Smith et al., 1976)。小角境界の構造はAに回転行列を選んで解析することができる。結晶格子1と2の間の最近接格子点は、O格子のひとつの単位胞の中で探せばよいことになるが、結晶格子L₁とL₂の間の変換Aには一般に複数個の等価な変換が存在するので、O

格子は一義的に決まらない。○格子点の近傍では格子点同士の一緻度が良く、それらの中間では一緻度が悪くなってここに転位が導入されると考えられるので、最も大きな○格子の単位胞ができるような変換Aが、実現される界面を表現すると考えられる。

大角粒界の境界転位を説明するモデルは、2つの○格子によって定義される新たな○格子(2次の○格子、second-order O lattice or O2 lattice)を用いて提出された。今、変換Aによる界面の格子パターンが形成されているものとし、2つの結晶粒の方位関係が、その方位関係からわずかに変化して変換A'で記述されるような関係になったとしたとき、Aで表現されるパターンが安定であれば、わずかな方位差が生じてもそのパターンは界面転位が導入された形で保存されると考えられる。

ベクトルb_iについてのAとA'が作る○格子点は、(2.3.1)式から、

$$(1-A^{-1})\mathbf{x}_i^{(1)} = \mathbf{b}^{(1)} \quad (2.3.2)$$

$$(1-A'^{-1})\mathbf{x}_i^{(2)} = \mathbf{b}^{(2)} \quad (2.3.3)$$

$$\therefore \mathbf{x}_i^{(2)} = (1-A'^{-1})^{-1}(1-A^{-1})\mathbf{x}_i^{(1)} \quad (2.3.4)$$

となる。ここで、

$$\mathbf{B} = (1-A'^{-1})^{-1}(1-A^{-1}) \quad (2.3.5)$$

を定義することにより、

$$\mathbf{x}_i^{(2)} = \mathbf{B}\mathbf{x}_i^{(1)} \quad (2.3.6)$$

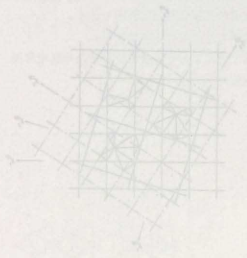
となる。界面の最初の○格子点の回りでの結晶格子点の配列は転位の導入後も保存されていると考えており、このような点は内部座標の等しい○格子点の組を探し出すことで求められる。その様な○格子点の組は、○格子点の回りの結晶格子パターンを保存するようなベクトル $\mathbf{d}^{(10-50)}$ によって結び付けられ、

$$\mathbf{x}_i^{(2)} = \mathbf{x}_i^{(1)} + \mathbf{d}^{(10-50)} \quad (2.3.7)$$

と書ける。式(2.3.6)と(2.3.7)は変換Bで定義される新たな○格子を生じ、それは

$$(1-B^{-1})\mathbf{x}^{(2)} = \mathbf{d}^{(10-50)} \quad (2.3.8)$$

で表される。 $\mathbf{d}^{(10-50)}$ ベクトルの集まりで作られるDSC格子は、対応粒界を形成している2つの結晶格子の全ての格子点を含むような最も粗い結晶格子として定義される。こうして境界転位は、Fig.2.3.7に例示したように、2次の○格子の単位胞壁と粒界との交線部に導入されると考えられる。



格子は一義的に決まらない。○格子点の近傍では格子点同士の一緻度が良く、それらの中間では一緻度が悪くなってここに転位が導入されると考えられるので、最も大きな○格子の単位胞ができるような変換Aが、実現される界面を表現すると考えられる。

大角粒界の境界転位を説明するモデルは、2つの○格子によって定義される新たな○格子(2次の○格子、second-order O lattice or O2 lattice)を用いて提出された。今、変換Aによる界面の格子パターンが形成されているものとし、2つの結晶粒の方位関係が、その方位関係からわずかに変化して変換A'で記述されるような関係になったとしたとき、Aで表現されるパターンが安定であれば、わずかな方位差が生じてもそのパターンは界面転位が導入された形で保存されると考えられる。

ベクトルb_iについてのAとA'が作る○格子点は、(2.3.1)式から、

$$(1-A^{-1})\mathbf{x}_i^{(1)} = \mathbf{b}^{(1)} \quad (2.3.2)$$

$$(1-A'^{-1})\mathbf{x}_i^{(2)} = \mathbf{b}^{(2)} \quad (2.3.3)$$

$$\therefore \mathbf{x}_i^{(2)} = (1-A'^{-1})^{-1}(1-A^{-1})\mathbf{x}_i^{(1)} \quad (2.3.4)$$

となる。ここで、

$$\mathbf{B} = (1-A'^{-1})^{-1}(1-A^{-1}) \quad (2.3.5)$$

を定義することにより、

$$\mathbf{x}_i^{(2)} = \mathbf{B}\mathbf{x}_i^{(1)} \quad (2.3.6)$$

となる。界面の最初の○格子点の回りでの結晶格子点の配列は転位の導入後も保存されていると考えており、このような点は内部座標の等しい○格子点の組を探し出すことで求められる。その様な○格子点の組は、○格子点の回りの結晶格子パターンを保存するようなベクトル $\mathbf{d}^{(10-50)}$ によって結び付けられ、

$$\mathbf{x}_i^{(2)} = \mathbf{x}_i^{(1)} + \mathbf{d}^{(10-50)} \quad (2.3.7)$$

と書ける。式(2.3.6)と(2.3.7)は変換Bで定義される新たな○格子を生じ、それは

$$(1-B^{-1})\mathbf{x}^{(2)} = \mathbf{d}^{(10-50)} \quad (2.3.8)$$

で表される。 $\mathbf{d}^{(10-50)}$ ベクトルの集まりで作られるDSC格子は、対応粒界を形成している2つの結晶格子の全ての格子点を含むような最も粗い結晶格子として定義される。こうして境界転位は、Fig.2.3.7に例示したように、2次の○格子の単位胞壁と粒界との交線部に導入されると考えられる。

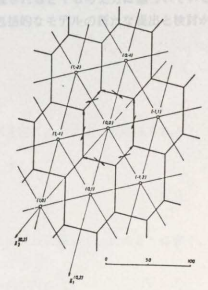


Fig.2.3.7 [110]面における大角粒界の転位網の例。(Bollmann and Perry, 1969)

III 電子線における動力的回折理論

1. 本章の目的

結晶が十分小さくて、入射電子線の散乱が1回だけおこると考えられる場合は結晶下面での回折波は各一次散乱波の合成によって与えられるとしてよく、この立場に基づいた回折理論を運動学的回折理論という。運動学的回折理論によれば、回折強度の極大値は結晶構造因子の自乗に比例し、結晶の外形に依存しない(平林ほか、1981など参照)。現実の結晶内部では入射電子線の散乱がくりかえし行われ、様々の種類の回折波が励起されているので、入射波もよくめたすべてが干渉してできる波の振幅を知る必要がある。これを記述するのが動力的回折理論と言われる。動力的回折理論は今世紀初めから論ぜられている確立された古典的回折理論である。本章では、弱ビーム法に関して必要な電子線回折理論についてまとめる。

2. 結晶内の電子線の波動方程式

2-1 量子力学的な方法

電子線の結晶内部での波動は、Schrödingerの方程式を解くことによって与えられる(Hirsch et al., 1965、加藤、1978等)。

$$\nabla^2 \psi(\mathbf{r}) + (8\pi^2 m e^2 / h^2) (E + V(\mathbf{r})) \psi(\mathbf{r}) = 0 \quad (3.2.1)$$

結晶中で電子線が感じる周期的ポテンシャル $V(\mathbf{r})$ をフーリエ展開して、次のように書く。

$$V(\mathbf{r}) = h^2 / 2m e^2 \sum_{\mathbf{g}} U_{\mathbf{g}} \exp(2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{g}} V_{\mathbf{g}} \exp(2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}) \quad (3.2.2)$$

また、周期的ポテンシャル中での波動はプロッホ波で書けるものとする、

$$\psi(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{k}} C_{\mathbf{k}}(\mathbf{k}) \exp(2\pi i(\mathbf{k} + \mathbf{g}) \cdot \mathbf{r}) \quad (3.2.3)$$

(2.2.2)と(2.2.3)式を(2.2.1)式に代入して、指数関数の係数を比較すると、

$$\{K^2 - (\mathbf{k} + \mathbf{g})^2\} C_{\mathbf{k}}(\mathbf{k}) + \sum_{\mathbf{h}} U_{\mathbf{h}} C_{\mathbf{k}-\mathbf{h}}(\mathbf{k}) = 0 \quad (3.2.4)$$

$$K^2 = 2m e E / h^2 + U_0 = K_0^2 + U_0$$

K は真空中での電子の波数を表す。(3.2.4)式の係数行列式=0の条件を適用すると、電子線

(3.1.1) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.2) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.3) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.4) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.5) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.6) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.7) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.8) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.9) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.10) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.11) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.12) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.13) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.14) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.15) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.16) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.17) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.18) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.19) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.20) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.21) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.22) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.23) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

(3.1.24) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(-2\pi isz)$

(3.1.25) $\phi_0(z) = \phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) \exp(2\pi isz)$

ここで、 \mathbf{x}_0 は、エネルギーEに対応する真空中における波数ベクトル（透過波）であり、 $\mathbf{x} = \mathbf{x}_0 + \mathbf{g} + \mathbf{s}$ は、回折波の波数ベクトルである。 \mathbf{x}_0 方向への散乱波は、 dz の厚みの媒質によって、 \mathbf{x}_0 の波の前方散乱と \mathbf{x} の波の \mathbf{x}_0 方向への散乱によって生じるので、次式のようになる。

$$d\phi_0(z) = \{(i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z)\exp(2\pi isz)\}dz \quad (3.2.18)$$

\mathbf{x} 方向への散乱波は、上記と逆の考察から、

$$d\phi_0(z) = \{(i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z)\exp(-2\pi isz)\}dz \quad (3.2.19)$$

のようになり、結局、次のHowie-Whelanの式が得られる。

$$d\phi_0(z)/dz = (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z)\exp(2\pi isz) \quad (3.2.20)$$

$$d\phi_0(z)/dz = (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z) + (i\pi/\epsilon_0)\phi_0(z)\exp(-2\pi isz) \quad (3.2.21)$$

(3.2.20)と(3.2.21)は、2波近似のプロット波の表現と等価であることがわかっていて、ここで、変換

$$\phi_0^+(z) = \phi_0(z)\exp(-\pi iz/\epsilon_0), \quad \phi_0^-(z) = \phi_0(z)\exp(2\pi isz - \pi iz/\epsilon_0) \quad (3.2.22)$$

を施して(3.2.20)と(3.2.21)を書き直すと、

$$d\phi_0^+(z)/dz = (\pi i/\epsilon_0)\phi_0^+(z) \quad (3.2.23)$$

$$d\phi_0^-(z)/dz = (\pi i/\epsilon_0)\phi_0^-(z) + 2\pi is\phi_0^-(z) \quad (3.2.24)$$

となる。(3.2.17)式に対応して上2式の変形の結果、 $\psi(r)$ は、以下のようになる。

$$\psi(r) = \phi_0^+(z)\exp(2\pi i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r}) + \phi_0^-(z)\exp(2\pi i(\mathbf{K} + \mathbf{g}) \cdot \mathbf{r}) \quad (3.2.25)$$

ただし、 \mathbf{x}_0 、 \mathbf{x} 、 \mathbf{K} の間には、

$$\mathbf{x}_0 = (\mathbf{K}_x, \mathbf{K}_y, \mathbf{K}_z - 1/2\epsilon_0) \quad (3.2.26)$$

$$\mathbf{x} = (\mathbf{K}_x + \mathbf{g}_x, \mathbf{K}_y + \mathbf{g}_y, \mathbf{K}_z + \mathbf{g}_z + \mathbf{s} - 1/2\epsilon_0) \quad (3.2.27)$$

の関係がある。

上式は、真空中の波数ベクトル \mathbf{x}_0 のz成分が物質中で変化しており、屈折の効果に対応する。

$$\phi_0(z) = C_0^{(1)} \cos(\beta/2) \exp(2\pi i k^{(1)} \cdot r) + C_0^{(2)} \sin(\beta/2) \exp(2\pi i (k^{(2)} + g) \cdot r) \quad (3.2.26)$$

(3.2.23)と(3.2.24)を解くと $\phi_0(z)$ と $\phi_0(z)$ について次の二つずつの独立な解が存在する。

$$\phi_0^{(1)}(z) = C_0^{(1)} \exp(\pi i z [s - (s^2 + 1/\epsilon_0 \epsilon^2)^{1/2}]) \quad (3.2.28)$$

$$\phi_0^{(2)}(z) = C_0^{(2)} \exp(\pi i z [s + (s^2 + 1/\epsilon_0 \epsilon^2)^{1/2}]) \quad (3.2.29)$$

$$\phi_0^{(1)}(z) = C_0^{(1)} \exp(\pi i z [s - (s^2 + 1/\epsilon_0 \epsilon^2)^{1/2}]) \quad (3.2.30)$$

$$\phi_0^{(2)}(z) = C_0^{(2)} \exp(\pi i z [s + (s^2 + 1/\epsilon_0 \epsilon^2)^{1/2}]) \quad (3.2.31)$$

これらの4式を(3.2.25)に代入すると、

$$\psi_1(r) = C_0^{(1)} \exp(2\pi i k^{(1)} \cdot r) + C_0^{(1)} \exp(2\pi i (k^{(1)} + g) \cdot r) \quad (3.2.32)$$

$$\psi_2(r) = C_0^{(2)} \exp(2\pi i k^{(2)} \cdot r) + C_0^{(2)} \exp(2\pi i (k^{(2)} + g) \cdot r) \quad (3.2.33)$$

この解を得る。ただし、波数ベクトルは、 K の z 成分だけが修正されて、

$$k^{(1)} = (K_x, K_y, K_z + [s - (s^2 + 1/\epsilon_0 \epsilon^2)^{1/2}]/2) \quad (3.2.34)$$

$$k^{(2)} = (K_x, K_y, K_z + [s + (s^2 + 1/\epsilon_0 \epsilon^2)^{1/2}]/2) \quad (3.2.35)$$

の関係がある。(3.2.32)と(3.2.33)は(3.2.9)式から明らかなように分散面(1)と(2)に属するプロホ波を表している。 K は、Fig. 3.2.1の分散面の分枝(1)と(2)の漸近線に相当する半径 K の球面を表す波数ベクトルである。

$C_0^{(1)}$ 、 $C_0^{(2)}$ 、 $C_0^{(1)}$ 、 $C_0^{(2)}$ は任意定数であるから、次のような規格直変換を施すと、

$$C_0^{(1)} = C_0^{(2)} = \cos(\beta/2), \quad C_0^{(2)} = -C_0^{(1)} = \sin(\beta/2) \quad (3.2.36)$$

$$\beta = \cot^{-1}(s\epsilon_0) \quad (3.2.37)$$

となる。全波動関数は $\psi_1(r)$ と $\psi_2(r)$ の線形結合で表され、各々の振幅を $\psi^{(1)}$ 、 $\psi^{(2)}$ として、

$$\psi(r) = \psi^{(1)} \{ \cos(\beta/2) \exp(2\pi i k^{(1)} \cdot r) - \sin(\beta/2) \exp(2\pi i (k^{(1)} + g) \cdot r) \}$$

$$+ \psi^{(2)} \{ \sin(\beta/2) \exp(2\pi i k^{(2)} \cdot r) + \cos(\beta/2) \exp(2\pi i (k^{(2)} + g) \cdot r) \}$$

$$(3.2.37)$$

これを透過波 $\phi_0(z)$ と回折波 $\phi_0(z)$ に分解すると、これは、ポアンカレのフーリエ係数に類似項を導入すればよいことがわかっていく(Fuchs, 1957)。その結果、1/2、1/2、1/2、1/2

$$\phi_0(z) = \psi^{(1)} \{ \cos(\beta/2) \exp(2\pi i k^{(1)} \cdot r) + \psi^{(2)} \{ \sin(\beta/2) \exp(2\pi i k^{(2)} \cdot r) \} \quad (3.2.38)$$

$$\phi_0(z) = -\psi^{(1)} \{ \sin(\beta/2) \exp(2\pi i (k^{(1)} + g) \cdot r) + \psi^{(2)} \{ \cos(\beta/2) \exp(2\pi i (k^{(2)} + g) \cdot r) \} \quad (3.2.39)$$

上式で、試料上表面 ($z=0$) で、 $\phi_0(0)=1$, $\phi_0'(0)=0$ の境界条件を与えると、

$$\phi_0(z) = \cos(\pi \Delta k z) - i \cos \beta \sin(\pi \Delta k z) \quad (3.2.40)$$

$$\phi_0'(z) = i \sin \beta \sin(\pi \Delta k z) \quad (3.2.41)$$

$$\psi^{(1)} = \cos(\beta/2), \quad \psi^{(2)} = \sin(\beta/2) \quad (3.2.42)$$

$$\Delta k = [1 + (\varepsilon_0 - \varepsilon_a)^2]^{1/2} / \varepsilon_0 \quad (3.2.43)$$

(3.2.39)式から、回折波の強度は、

$$|\phi_0(z)|^2 = \sin^2 \beta \sin^2(\pi \Delta k z) \quad (3.2.44)$$

となり、 $\pi \Delta k z = m\pi$, $m=0, \pm 1, \pm 2, \dots$

のところで、すなわち、深さ $z=m/\Delta k$ のところで回折強度が極小になることがわかる。

有効消衰距離 $\varepsilon y = 1/\Delta k = \varepsilon_0 / [1 + (\varepsilon_0 - \varepsilon_a)^2]^{1/2}$ (3.2.45)

は、膜厚方向における消衰線の周期を与える。等厚干渉縞は、くさび型試料の下面においてこの消衰縞が投影されたものとして観察される。

3. 吸収がある場合の弱ビームコントラスト

結晶ポテンシャルを次のようにフーリエ展開すると、

$$V(r) = (h^2/2m_0) \sum_{\mathbf{k}} U_{\mathbf{k}} \exp(2\pi i \mathbf{k} \cdot r) \quad (3.2.46)$$

ε_a , ε_0 とフーリエ係数 $U_{\mathbf{k}}$, U_0 の間には次式の関係がある (Hirsch et al., 1965)。

$$\varepsilon_a = K \cos \theta_a / U_0 \quad (3.2.47)$$

$$\varepsilon_0 = K \cos \theta_0 / U_0 \quad (3.2.48)$$

電子線が結晶によって吸収される現象を記述するためには、ポテンシャルのフーリエ係数に虚数項を導入すればよいことがわかっている (Yoshioka, 1957)。その結果、 $1/\varepsilon_a$, $1/\varepsilon_0$ はそ

$$(30.5.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

$$(30.1.0) \quad \begin{aligned} & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = (1) \cdot \beta \\ & (1 - \beta^2)^{-1/2} \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) \exp(i\beta z) = \end{aligned}$$

それぞれ $1/\epsilon_0 + i/\epsilon_0'$ 、 $1/\epsilon_0 - i/\epsilon_0'$ で置き換えることになり、(3.2.20)と(3.2.21)は次のように書くことができる。

$$d\phi_0(z)/dz = i\pi(1/\epsilon_0 + i/\epsilon_0')\phi_0(z) + i\pi(1/\epsilon_0 - i/\epsilon_0')\phi_0(z)\exp(+2\pi izz) \quad (3.2.49)$$

$$d\phi_0(z)/dz = i\pi(1/\epsilon_0 + i/\epsilon_0')\phi_0(z) + i\pi(1/\epsilon_0 - i/\epsilon_0')\phi_0(z)\exp(-2\pi izz) \quad (3.2.50)$$

(3.2.49)と(3.2.50)式には、次式の完全解が存在する(Hirsch et al., 1965)。

$$\phi_0(z) = [\cos(\beta/2)\exp(-ixz) + \sin(\beta/2)\exp(ixz)]\exp(-\pi z/\epsilon_0') \quad (3.2.51)$$

$$\phi_0(z) = -\cos(\beta/2)\sin(\beta/2)[\exp(-ixz) - \exp(ixz)]\exp(-\pi z/\epsilon_0') \quad (3.2.52)$$

$$\text{ただし、} x = \pi(1 + \epsilon_0')^{1/2}/\epsilon_0 + \pi i/(\epsilon_0'(1 + \epsilon_0')^{1/2}) \quad (3.2.53)$$

したがって、 $w \gg 1$ の弱ビーム条件では、回折波の強度の ϵ_0' 依存性が消失し、試料が薄い場所では、電子線の吸収がそれほど重要でなくなることがわかる。これは像計算の簡略化を助ける意味がある。その反面、吸収に基づくコントラストを利用する観察の場合は、ブラッグ反射からのはずれを考慮して注意深く行なわなければならない。

試料の厚さや傾斜の異なる試料のフーリエ変換として行っていることに留意し、傾斜の厚さ傾斜を厚さの変化として観察するフーリエ変換と傾斜の厚さ傾斜を厚さの変化として観察する方法は試料の厚さの方向を無視する必要があるので解はそれと容易ではないが、厚さ傾斜を厚さの厚さ傾斜として扱うことは重要である。

電子線観察は傾斜の厚さ傾斜が行なわれるのを取り上げればあらゆる方法のうちで最も便利だが、傾斜が傾斜試料に傾斜すること、試料電子線の厚さ傾斜の方向で傾斜しなければならないことのために、次のような傾斜条件が満足されないこと、試料電子線を傾斜しても傾斜に傾斜する重要な傾斜の傾斜が傾斜を傾斜すると傾斜は傾斜不良になることなどの不都合な点が多い。特に、傾斜の傾斜の傾斜は傾斜ではない上に傾斜の傾斜を傾斜する目的から傾斜的に傾斜できない。傾斜試料では傾斜の傾斜が生じないので傾斜している傾斜が傾斜の傾斜である傾斜がないこともそのひとつである。

傾斜法と傾斜法は今日最も多く利用されている方法である。その最大の理由は、傾斜法の傾斜の傾斜の傾斜で傾斜することができ、電子線が傾斜を傾斜すれば傾斜の傾斜の傾斜に傾斜に行なうという傾斜性があるためである。傾斜法は傾斜の傾斜条件に傾斜を傾斜したとき、傾斜の傾斜の傾斜が見えなくなることを用いる(Hirsch et al., 1965)。傾斜法の傾斜は傾斜傾斜については、傾斜ベクトル法と傾斜法とを比較すると

IV 弱ビーム等厚干渉縞法によるパーガースペクトルの決定法

1. 本章の目的

弱ビーム等厚干渉縞法を規則境界転位のパーガースペクトル決定に適用するにあたり、方法の整理と、計算による最適な撮像条件の把握について述べる。

2. これまでのパーガースペクトル解析法

透過電子顕微鏡によるパーガースペクトル b の解析法として知られているものは、像消失法と像比較法、高分解能電子顕微鏡での転位芯の直接観察法、モアレ縞法および Bollmann の方法がある。モアレ縞法は、薄膜を2枚重ねたものを透過観察するときに見えるモアレ縞が転位の近傍で湾曲したり途切れたりする現象を利用して転位のパーガースペクトルや転位の芯構造を解析する方法であり、電子顕微鏡の分解能がそれほど高くなかったころに盛んに用いられた (Hirsch et al., 1965)。

Bollmann の方法は、薄膜中で観察される歪フリンジが転位線近傍で湾曲することを利用して、歪フリンジの副極大の位置が回折ベクトル g と b との内積の大きさに応じた本数分だけずれることを利用する。これは Howie-Whelan の式から明らかなように、転位の両側で回折面が湾曲して位相角 $\alpha = 2\pi g \cdot b$ の電子線の位相のずれが発生して歪フリンジのずれが生じるためである。これは、消衰縞の等位相面の観察を偏差パラメータ s の変化として行っていることに相当し、消衰縞の等位相面を膜厚の変化として観察する弱ビーム等厚縞法と相補的な関係にある。

Bollmann の方法は試料の湾曲の方向を確認する必要があるので解析はそれほど容易ではないが、符号まで含めて b の厳密な決定が行える点で重要である。

格子像観察は転位芯構造の直接解析が行える点のみを取り上げればあらゆる方法のうちでも優れているが、観察が薄膜試料に限られること、多波格子像の場合は低次の晶帯軸の方向で撮影しなければならないことのために3次元な撮影条件が満足されないこと、2波格子像を用いたとしても芯構造に関与する重要な回折面の面間隔が分解能を上回る場合は情報不足になることなどの不都合な点が多い。特に、膜厚が100Åの薄膜の作製は容易ではない上に試料の全体像を観察する目的からは積極的に利用できない。薄膜試料では応力の解放が生じ安いのて観察している転位が本来の姿である保証がないこともそのひとつである。

像消失法と像比較法は今日最も多く利用されている方法である。その最大の理由は、10,000倍程度のいわゆる通常倍率での観察で使うことができ、電子線が通過できさえすれば試料厚やその形態にとらわれずに行えるという汎用性があるためである。像消失法は特別の回折条件に試料をもたらしたとき、転位の像が暗視野像で見えなくなることを用いる (Hirsch et al., 1965)。像消失の条件はらせん転位については、 b と回折ベクトル g とが直交するとき

図4. 1. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図5. 2. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図6. 3. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図7. 4. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図8. 5. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図9. 6. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図10. 7. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図11. 8. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図12. 9. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図13. 10. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

図14. 11. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

すなわち $g \cdot b=0$ のとき、刃状転位の場合は $g \cdot b=0$ かつ $g \cdot b \times u=0$ のときである。すなわちこの方法は、転位の存在によって湾曲を受けない面を捜し出すことに相当する。一般的には転位像の消えた写真を2枚撮影して解析することにより、bの方向を決めることができる。この方法は便利な方法として広く用いられて来たが、bの大きさと符号を決定できない。異方性媒質中においては弾性的に対称な面に垂直に転位線が配向しているような純粋な刃状転位とせよ転位の場合を除いて、一般には転位線の回りでは電子線の進行方向に対して変位が0になる面が存在しないので、像消失の条件が成立しない(Head et al., 1967)。むしろ、弾性異方性媒質中においては、 $g \cdot b=0$ の場合には転位像が2重像として観察される(Gandais et al., 1982)。境界転位のような小さなbを持つ転位については $g \cdot b \neq 0$ であっても転位のコントラストが弱くなるので像消失の判定が難しいことなどの都合な点が多く、bの決定には推察に頼らざるを得ない。

像比較法はHeadらによって始められた方法である(Head et al., 1973)。仮定したbの値から転位の変位場を導いて顕微鏡写真の計算像を作製し、計算像と写真とを比較することによりbを判定する。通常倍率における電顕写真のコントラストは動力学的回折理論によってかなり正確に計算できるので転位の变位場がわかっている場合は境界転位のbの判定など(Ishida, Mori and Iida., 1977)あらゆる種類の転位に関する判定をすることができる。結晶粒間の剛体並進移動を取り入れた転位像の計算も行われ、Cu-Si合金の2つのΣ9境界フェレットの交線部に存在している転位(dihedral dislocation)のbが、並進成分も取り入れた計算像との比較によって判別されている(Foorwood et al., 1985)。像比較法は汎用性において優れた方法であるが、厳密な意味での転位の变位場の計算は現在のところ不可能と言ってもよいほど困難であり、膜厚、消散距離、電子線の吸収距離、多波効果の転位像への寄与、ブラッグ反射からのはずれの重畳など多くのパラメータを抱えこんだ計算が必要であり、解析結果については慎重な判断を要する。像比較法はbを仮定して検証する方法であることに注意することが必要である。

利用している物理的な現象は全く別ものであるが、弱ビーム厚膜法に類似した方法でモアレ線を用いて転位の性格を決定する研究は電子線回折やX線回折の分野で古くから行われていた。モアレ線は三石らが最初黒鉛で電顕観察し(Miituiishi et al., 1951)、橋本らは転位を含む薄膜が完全結晶と重なっているときの最初の例を得ている(Hashimoto et al., 1957)。Pashleyら(Pashley et al., 1957)は、Au-Ni, Au-Co, Au-Cu, Au-Pt, Au-Pdなどの蒸着膜による2重膜を作製してAu-Pd2重膜の場合に刃状転位近傍の結晶格子の変位がモアレの効果で拡大されて見える像を得た。転位が2重膜膜の一方のみを貫いているときに、bがモアレを生じている面に垂直な成分を持っているときは、転位近傍で余分なモアレが出現し、その本数はbの成分がモアレを生じている面の指数gとの内積で決まることが明らかになった(Bassett et al., 1958)。この方法は、LangによるX線トポグラフィに応用され、シリコンと水素の単結晶を重ね合わせることによって出現したモアレが転位端部ところで電子顕微鏡の場合と同様にg・bの値に依りていく本数分に観察されることが確認された(Lang, 1968)。Langの方法は1mm程度の

図15. 12. 結晶中のモアレ現象の電子顕微鏡観察に関する研究 VI

厚みの結晶性試料を2枚重ねてプロジェクショントポグラフィ(Lang, 1958, 1959)を適用することによってモアレを発生させるもので1cm²オーダーの広い領域を操作することができる。X線トポグラフィ法で方位合わせの誤差が10⁻⁷ラジアン程度の厳密な方位合わせを行えば1mm程度の幅のモアレを観察することができ、また伸縮モアレの場合は10⁻⁶程度の格子面間隔の違いを検出できることになる(Lang, 1968)。間隔の広いモアレ縞を作り出すには正確な方位合わせを行うことが必要であり、Bonseらはシリコン単結晶をE字型に切り出してA(アナライザー)、M(ミラー)、S(スプリッター)の互いに完全に平行配置した3つの結晶部からなるX線干渉計を作製した(Bonse et al., 1965)。これは入射波を2つの経路において3回ブラッグ反射させることができるので、SとM、MとAの間の距離が等しくして結晶同士の間には十分な平行関係が維持されていれば、2つの経路による位相差は等しくして透過波と回折波の最終的なコントラストは一樣になるが、位相差に変化がある場合は透過波と回折波の強度分布に変化を生じる。X線干渉計によれば、X線に対する屈折率、微小な格子変形、分散面などの正確な測定が行える。BonseらはAを加熱したりねじり変形させたりすることによって10⁻²秒程度の回転と0.1Å程度の格子膨張が測定できることを実験的に示した。転位が存在するときは転位端部で余分なモアレ縞の発生が観察され、Bonseらは干渉計のMまたはSに転位が存在するとその近傍でg・bの値に対応する本数のモアレが余分に生じてみえる現象を利用して、種々の回折波による干渉像を得てbの決定を行った(Hart, 1972)。

3. 弱ビーム等厚(干渉)縞法

モアレによって転位のパーガースペクトルを決定する方法は、電子線およびX線の両分野において重要な手法となっていたが、石田秀信らは、X線回折で発生する等厚干渉縞を用いた新しいbの決定法を提出した(Ishida, H., Miyamoto, N. and Kohra, K., 1976)。X線の等厚干渉縞は、加藤らによって最初に観察されている(Kato et al., 1959)。ブラッグ反射を起こすような条件のもとでは、電子線回折の場合に類似して結晶内部で入射波の方向と回折波の方向に2つずつの波長の異なる波が生じて干渉縞が発生する。これは、膜厚方向に対して10⁻¹~10⁻²mmの程度の周期を持ち、膜厚方向への間隔が(1+ ϵ^2)^{-1/2}に比例することがわかっている。電子線の場合と同様に、 $\epsilon^2 \gg 1$ とすることによって等厚干渉縞の幅を狭くすることができ、転位の歪場を反映させることができる。石田らは、頂角8°のくさび形の断面を持つシリコンの単結晶の(2 0 2)回折線によるX線トポグラフィの写真を撮影してこの現象を確認し、転位端部で途切れて見える等厚縞の本数がg・bの値に等しくなることを用いてbの厳密な決定を行った。X線における弱ビーム等厚縞法の理論的考察は石田による文献(Ishida, H., 1980)を参照することができる。

透過電子顕微鏡における等厚縞法の研究は石田洋一らによって始められた(Ishida, Y. et al., 1980)。石田らは超高压電子顕微鏡下での観察に適用し、Al-Mg合金と鉄試料に本法を適用



Fig. 4.4.1 異なる厚さの薄膜の回折パターン

図4.4.1は異なる厚さの薄膜の回折パターンを示している。左から右へ、薄膜の厚さが増えるにつれて、回折パターンの変化が観察される。

(4.4.1)

この図は、異なる厚さの薄膜の回折パターンを示している。左から右へ、薄膜の厚さが増えるにつれて、回折パターンの変化が観察される。

この図は、異なる厚さの薄膜の回折パターンを示している。左から右へ、薄膜の厚さが増えるにつれて、回折パターンの変化が観察される。

(4.4.2)

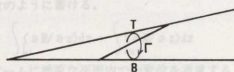
この図は、異なる厚さの薄膜の回折パターンを示している。左から右へ、薄膜の厚さが増えるにつれて、回折パターンの変化が観察される。

$$\varepsilon_0 \approx 1/|s| = (1/s) \operatorname{sgn}(s) \quad (4.4.3)$$

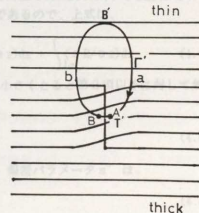
となる。偏差パラメータ s は、逆格子点と反射球との間の距離を示すために導入された因子であるので正の符号をもっているが、本論文では s の符号を逆格子点 g に示すベクトル s が反射球の内側から外側に向いているとき $s > 0$ 、外側から内側に向いているとき $s < 0$ と定義する。(4.4.3)式によれば、弱ビーム条件では膜厚方向への等厚干渉縞の周期は単に s に依存する、すなわち回折面の幾何学的な形状のみに依存するので、粒界上の転位を観察する場合必ずしも2つの結晶粒に共通の回折面による反射を用いなくとも、等厚縞の曲率から粒界転位のバーガースベクトルを導くことが可能である。この場合、試料の膜厚、弾性率、3次元的な形状、フィルムに対する方位、試料表面での応力緩和の効果を取り入れた解析が必要になる。特に粒界近傍での弾性率の異方性と表面の影響は等厚縞の曲率を論じるときに重要な因子となる。ただし、転位の歪場は膜厚程度で緩和してしまふので、粒界を電子線に対してできるだけ平行にもたらし、撮影し転位芯に近接したところで何枚かの写真を解析する必要がある。

図4.4.2において、転位の端部で等厚縞が一本ずつ途切れているようすが観察される。転位端部で途切れている弱ビーム等厚干渉縞(弱ビーム等厚縞)の数は次式で与えられる。

$$g \cdot b = n \operatorname{sgn}(s) \quad (4.4.4)$$



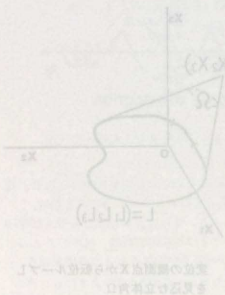
(a)



(b)

Fig. 4.4.3 転位を囲む閉回路 Γ と写真上で転位端部を囲む閉回路 Γ'

解るまでこのままの状態で試料を金型の試料台に挿入し、(200°C, 10⁵ dyn/cm²)の引張応力
をかけた状態で、1.0分、1.5分、2.0分、3.0分、4.0分、5.0分、6.0分、7.0分、8.0分、9.0分、10.0分、
15.0分、20.0分、30.0分、45.0分、60.0分、90.0分、120.0分、180.0分、240.0分、360.0分、
480.0分、720.0分、1080.0分、1440.0分、1800.0分、2160.0分、2520.0分、2880.0分、3240.0分、
3600.0分、4080.0分、4560.0分、5040.0分、5520.0分、6000.0分、6480.0分、6960.0分、7440.0分、
7920.0分、8400.0分、8880.0分、9360.0分、9840.0分、10320.0分、10800.0分、11280.0分、
11760.0分、12240.0分、12720.0分、13200.0分、13680.0分、14160.0分、14640.0分、15120.0分、
15600.0分、16080.0分、16560.0分、17040.0分、17520.0分、18000.0分、18480.0分、18960.0分、
19440.0分、19920.0分、20400.0分、20880.0分、21360.0分、21840.0分、22320.0分、22800.0分、
23280.0分、23760.0分、24240.0分、24720.0分、25200.0分、25680.0分、26160.0分、26640.0分、
27120.0分、27600.0分、28080.0分、28560.0分、29040.0分、29520.0分、30000.0分、30480.0分、
30960.0分、31440.0分、31920.0分、32400.0分、32880.0分、33360.0分、33840.0分、34320.0分、
34800.0分、35280.0分、35760.0分、36240.0分、36720.0分、37200.0分、37680.0分、38160.0分、
38640.0分、39120.0分、39600.0分、40080.0分、40560.0分、41040.0分、41520.0分、42000.0分、
42480.0分、42960.0分、43440.0分、43920.0分、44400.0分、44880.0分、45360.0分、45840.0分、
46320.0分、46800.0分、47280.0分、47760.0分、48240.0分、48720.0分、49200.0分、49680.0分、
50160.0分、50640.0分、51120.0分、51600.0分、52080.0分、52560.0分、53040.0分、53520.0分、
54000.0分、54480.0分、54960.0分、55440.0分、55920.0分、56400.0分、56880.0分、57360.0分、
57840.0分、58320.0分、58800.0分、59280.0分、59760.0分、60240.0分、60720.0分、61200.0分、
61680.0分、62160.0分、62640.0分、63120.0分、63600.0分、64080.0分、64560.0分、65040.0分、
65520.0分、66000.0分、66480.0分、66960.0分、67440.0分、67920.0分、68400.0分、68880.0分、
69360.0分、69840.0分、70320.0分、70800.0分、71280.0分、71760.0分、72240.0分、72720.0分、
73200.0分、73680.0分、74160.0分、74640.0分、75120.0分、75600.0分、76080.0分、76560.0分、
77040.0分、77520.0分、78000.0分、78480.0分、78960.0分、79440.0分、79920.0分、80400.0分、
80880.0分、81360.0分、81840.0分、82320.0分、82800.0分、83280.0分、83760.0分、84240.0分、
84720.0分、85200.0分、85680.0分、86160.0分、86640.0分、87120.0分、87600.0分、88080.0分、
88560.0分、89040.0分、89520.0分、90000.0分、90480.0分、90960.0分、91440.0分、91920.0分、
92400.0分、92880.0分、93360.0分、93840.0分、94320.0分、94800.0分、95280.0分、95760.0分、
96240.0分、96720.0分、97200.0分、97680.0分、98160.0分、98640.0分、99120.0分、99600.0分、
100080.0分、100560.0分、101040.0分、101520.0分、102000.0分、102480.0分、102960.0分、103440.0分、
103920.0分、104400.0分、104880.0分、105360.0分、105840.0分、106320.0分、106800.0分、107280.0分、
107760.0分、108240.0分、108720.0分、109200.0分、109680.0分、110160.0分、110640.0分、111120.0分、
111600.0分、112080.0分、112560.0分、113040.0分、113520.0分、114000.0分、114480.0分、114960.0分、
115440.0分、115920.0分、116400.0分、116880.0分、117360.0分、117840.0分、118320.0分、118800.0分、
119280.0分、119760.0分、120240.0分、120720.0分、121200.0分、121680.0分、122160.0分、122640.0分、
123120.0分、123600.0分、124080.0分、124560.0分、125040.0分、125520.0分、126000.0分、126480.0分、
126960.0分、127440.0分、127920.0分、128400.0分、128880.0分、129360.0分、129840.0分、130320.0分、
130800.0分、131280.0分、131760.0分、132240.0分、132720.0分、133200.0分、133680.0分、134160.0分、
134640.0分、135120.0分、135600.0分、136080.0分、136560.0分、137040.0分、137520.0分、138000.0分、
138480.0分、138960.0分、139440.0分、139920.0分、140400.0分、140880.0分、141360.0分、141840.0分、
142320.0分、142800.0分、143280.0分、143760.0分、144240.0分、144720.0分、145200.0分、145680.0分、
146160.0分、146640.0分、147120.0分、147600.0分、148080.0分、148560.0分、149040.0分、149520.0分、
150000.0分、150480.0分、150960.0分、151440.0分、151920.0分、152400.0分、152880.0分、153360.0分、
153840.0分、154320.0分、154800.0分、155280.0分、155760.0分、156240.0分、156720.0分、157200.0分、
157680.0分、158160.0分、158640.0分、159120.0分、159600.0分、160080.0分、160560.0分、161040.0分、
161520.0分、162000.0分、162480.0分、162960.0分、163440.0分、163920.0分、164400.0分、164880.0分、
165360.0分、165840.0分、166320.0分、166800.0分、167280.0分、167760.0分、168240.0分、168720.0分、
169200.0分、169680.0分、170160.0分、170640.0分、171120.0分、171600.0分、172080.0分、172560.0分、
173040.0分、173520.0分、174000.0分、174480.0分、174960.0分、175440.0分、175920.0分、176400.0分、
176880.0分、177360.0分、177840.0分、178320.0分、178800.0分、179280.0分、179760.0分、180240.0分、
180720.0分、181200.0分、181680.0分、182160.0分、182640.0分、183120.0分、183600.0分、184080.0分、
184560.0分、185040.0分、185520.0分、186000.0分、186480.0分、186960.0分、187440.0分、187920.0分、
188400.0分、188880.0分、189360.0分、189840.0分、190320.0分、190800.0分、191280.0分、191760.0分、
192240.0分、192720.0分、193200.0分、193680.0分、194160.0分、194640.0分、195120.0分、195600.0分、
196080.0分、196560.0分、197040.0分、197520.0分、198000.0分、198480.0分、198960.0分、199440.0分、
199920.0分、200400.0分、200880.0分、201360.0分、201840.0分、202320.0分、202800.0分、203280.0分、
203760.0分、204240.0分、204720.0分、205200.0分、205680.0分、206160.0分、206640.0分、207120.0分、
207600.0分、208080.0分、208560.0分、209040.0分、209520.0分、210000.0分、210480.0分、210960.0分、
211440.0分、211920.0分、212400.0分、212880.0分、213360.0分、213840.0分、214320.0分、214800.0分、
215280.0分、215760.0分、216240.0分、216720.0分、217200.0分、217680.0分、218160.0分、218640.0分、
219120.0分、219600.0分、220080.0分、220560.0分、221040.0分、221520.0分、222000.0分、222480.0分、
222960.0分、223440.0分、223920.0分、224400.0分、224880.0分、225360.0分、225840.0分、226320.0分、
226800.0分、227280.0分、227760.0分、228240.0分、228720.0分、229200.0分、229680.0分、230160.0分、
230640.0分、231120.0分、231600.0分、232080.0分、232560.0分、233040.0分、233520.0分、234000.0分、
234480.0分、234960.0分、235440.0分、235920.0分、236400.0分、236880.0分、237360.0分、237840.0分、
238320.0分、238800.0分、239280.0分、239760.0分、240240.0分、240720.0分、241200.0分、241680.0分、
242160.0分、242640.0分、243120.0分、243600.0分、244080.0分、244560.0分、245040.0分、245520.0分、
246000.0分、246480.0分、246960.0分、247440.0分、247920.0分、248400.0分、248880.0分、249360.0分、
249840.0分、250320.0分、250800.0分、251280.0分、251760.0分、252240.0分、252720.0分、253200.0分、
253680.0分、254160.0分、254640.0分、255120.0分、255600.0分、256080.0分、256560.0分、257040.0分、
257520.0分、258000.0分、258480.0分、258960.0分、259440.0分、259920.0分、260400.0分、260880.0分、
261360.0分、261840.0分、262320.0分、262800.0分、263280.0分、263760.0分、264240.0分、264720.0分、
265200.0分、265680.0分、266160.0分、266640.0分、267120.0分、267600.0分、268080.0分、268560.0分、
269040.0分、269520.0分、270000.0分、270480.0分、270960.0分、271440.0分、271920.0分、272400.0分、
272880.0分、273360.0分、273840.0分、274320.0分、274800.0分、275280.0分、275760.0分、276240.0分、
276720.0分、277200.0分、277680.0分、278160.0分、278640.0分、279120.0分、279600.0分、280080.0分、
280560.0分、281040.0分、281520.0分、282000.0分、282480.0分、282960.0分、283440.0分、283920.0分、
284400.0分、284880.0分、285360.0分、285840.0分、286320.0分、286800.0分、287280.0分、287760.0分、
288240.0分、288720.0分、289200.0分、289680.0分、290160.0分、290640.0分、291120.0分、291600.0分、
292080.0分、292560.0分、293040.0分、293520.0分、294000.0分、294480.0分、294960.0分、295440.0分、
295920.0分、296400.0分、296880.0分、297360.0分、297840.0分、298320.0分、298800.0分、299280.0分、
299760.0分、300240.0分、300720.0分、301200.0分、301680.0分、302160.0分、302640.0分、303120.0分、
303600.0分、304080.0分、304560.0分、305040.0分、305520.0分、306000.0分、306480.0分、306960.0分、
307440.0分、307920.0分、308400.0分、308880.0分、309360.0分、309840.0分、310320.0分、310800.0分、
311280.0分、311760.0分、312240.0分、312720.0分、313200.0分、313680.0分、314160.0分、314640.0分、
315120.0分、315600.0分、316080.0分、316560.0分、317040.0分、317520.0分、318000.0分、318480.0分、
318960.0分、319440.0分、319920.0分、320400.0分、320880.0分、321360.0分、321840.0分、322320.0分、
322800.0分、323280.0分、323760.0分、324240.0分、324720.0分、325200.0分、325680.0分、326160.0分、
326640.0分、327120.0分、327600.0分、328080.0分、328560.0分、329040.0分、329520.0分、330000.0分、
330480.0分、330960.0分、331440.0分、331920.0分、332400.0分、332880.0分、333360.0分、333840.0分、
334320.0分、334800.0分、335280.0分、335760.0分、336240.0分、336720.0分、337200.0分、337680.0分、
338160.0分、338640.0分、339120.0分、339600.0分、340080.0分、340560.0分、341040.0分、341520.0分、
342000.0分、342480.0分、342960.0分、343440.0分、343920.0分、344400.0分、344880.0分、345360.0分、
345840.0分、346320.0分、346800.0分、347280.0分、347760.0分、348240.0分、348720.0分、349200.0分、
349680.0分、350160.0分、350640.0分、351120.0分、351600.0分、352080.0分、352560.0分、353040.0分、
353520.0分、354000.0分、354480.0分、354960.0分、355440.0分、355920.0分、356400.0分、356880.0分、
357360.0分、357840.0分、358320.0分、358800.0分、359280.0分、359760.0分、360240.0分、360720.0分、
361200.0分、361680.0分、362160.0分、362640.0分、363120.0分、363600.0分、364080.0分、364560.0分、
365040.0分、365520.0分、366000.0分、366480.0分、366960.0分、367440.0分、367920.0分、368400.0分、
368880.0分、369360.0分、369840.0分、370320.0分、370800.0分、371280.0分、371760.0分、372240.0分、
372720.0分、373200.0分、373680.0分、374160.0分、374640.0分、375120.0分、375600.0分、376080.0分、
376560.0分、377040.0分、377520.0分、378000.0分、378480.0分、378960.0分、379440.0分、379920.0分、
380400.0分、380880.0分、381360.0分、381840.0分、382320.0分、382800.0分、383280.0分、383760.0分、
384240.0分、384720.0分、385200.0分、385680.0分、386160.0分、386640.0分、387120.0分、387600.0分、
388080.0分、388560.0分、389040.0分、389520.0分、390000.0分、390480.0分、390960.0分、391440.0分、
391920.0分、392400.0分、392880.0分、393360.0分、393840.0分、394320.0分、394800.0分、395280.0分、
395760.0分、396240.0分、396720.0分、397200.0分、397680.0分、398160.0分、398640.0分、399120.0分、
399600.0分、400080.0分、400560.0分、401040.0分、401520.0分、402000.0分、402480.0分、402960.0分、
403440.0分、403920.0分、404400.0分、404880.0分、405360.0分、405840.0分、406320.0分、406800.0分、
407280.0分、407760.0分、408240.0分、408720.0分、409200.0分、409680.0分、410160.0分、410640.0分、
411120.0分、411600.0分、412080.0分、412560.0分、413040.0分、413520.0分、414000.0分、414480.0分、
414960.0分、415440.0分、415920.0分、416400.0分、416880.0分、417360.0分、417840.0分、418320.0分、
418800.0分、419280.0分、419760.0分、420240.0分、420720.0分、421200.0分、421680.0分、422160.0分、
422640.0分、423120.0分、423600.0分、424080.0分、424560.0分、425040.0分、425520.0分、426000.0分、
426480.0分、426960.0分、427440.0分、427920.0分、428400.0分、428880.0分、429360.0分、429840.0分、
430320.0分、430800.0分、431280.0分、431760.0分、432240.0分、432720.0分、433200.0分、433680.0分、
434160.0分、434640.0分、435120.0分、435600.0分、436080.0分、436560.0分、437040.0分、437520.0分、
438000.0分、438480.0分、438960.0分、439440.0分、439920.0分、440400.0分、440880.0分、441360.0分、
441840.0分、442320.0分、442800.0分、443280.0分、443760.0分、444240.0分、444720.0分、445200.0分、
445680.0分、446160.0分、446640.0分、447120.0分、447600.0分、448080.0分、448560.0分、449040.0分、
449520.0分、450000.0分、450480.0分、450960.0分、451440.0分、451920.0分、452400.0分、452880.0分、
453360.0分、453840.0分、454320.0分、454800.0分、455280.0分、455760.0分、456240.0分、456720.0分、
457200.0分、457680.0分、458160.0分、458640.0分、459120.0分、459600.0分、460080.0分、460560.0分、
461040.0分、461520.0分、462000.0分、462480.0分、462960.0分、463440.0分、463920.0分、464400.0分、
464880.0分、465360.0分、465840.0分、466320.0分、466800.0分、467280.0分、467760.0分、468240.0分、
468720.0分、469200.0分、469680.0分、470160.0分、470640.0分、471120.0分、471600.0分、472080.0分、
472560.0分、473040.0分、473520.0分、474000.0分、474480.0分、474960.0分、475440.0分、475920.0分、
476400.0分、476880.0分、477360.0分、477840.0分、478320.0分、478800.0分、479280.0分、479760.0分、
480240.0分、480720.0分、481200.0分、481680.0分、482160.0分、482640.0分、483120.0分、483600.0分、
484080.0分、484560.0分、485040.0分、485520.0分、486000.0分、486480.0分、486960.0分、487440.0分、
487920.0分、488400.0分、488880.0分、489360.0分、489840.0分、490320.0分、490800.0分、491280.0分、
491760.0分、492240.0分、492720.0分、493200.0分、493680.0分、494160.0分、494640.0分、495120.0分、
495600.0分、496080.0分、496560.0分、497040.0分、497520.0分、498000.0分、498480.0分、498960.0分、
499440.0分、499920.0分、500400.0分、500880.0分、501360.0分、501840.0分、502320.0分、502800.0分、
503280.0分、503760.0分、504240.0分、504720.0分、505200.0分、505680.0分、506160.0分、506640.0分、
507120.0分、507600.0分、508080.0分、508560.0分、509040.0分、509520.0分、510000.0分、510480.0分、
510960.0分、511440.0分、511920.0分、512400.0分、512880.0分、513360.0分、513840.0分、514320.0分、
514800.0分、515280.0分、515760.0分、516240.0分、516720.0分、517200.0分、517680.0分、518160.0分、
518640.0分、519120.0分、519600.0分、520080.0分、520560.0分、521040.0分、521520.0分、522000.0分、
522480.0分、522960.0分、523440.0分、523920.0分、524400.0分、524880.0分、525360.0分、525840.0分、
526320.0分、526800.0分、527280.0分、527760.0分、528240.0分、528720.0分、529200.0分、529680.0分、
530160.0分、530640.0分、531120.0分、531600.0分、532080.0分、532560.0分、533040.0分、533520.0分、
534000.0分、534480.0分、534960.0分、535440.0分、535920.0分、536400.0分、536880.0分、537360.0分、
537840.0分、538320.0分、538800.0分、539280.0分、539760.0分、540240.0分、540720.0分、541200.0分、
541680.0分、542160.0分、542640.0分、543120.0分、543600.0分、544080.0分、544560.0分、545040.0分、
545520.0分、546000.0分、546480.0分、546960.0分、547440.0分、547920.0分、548400.0分、548880.0分、
549360.0分、549840.0分、550320.0分、550800.0分、551280.0分、551760.0分、552240.0分、552720.0分、
553200.0分、553680.0分、554160.0分、554640.0分、555120.0分、555600.0分、556080.0分、556560.0分、
557040.0分、557520.0分、558000.0分、558480.0分、558960.0分、559440.0分、559920.0分、560400.0分、
560880.0分、561360.0分、561840.0分、562320.0分、562800.0分、563280.0分、563760.0分、564240.0分、
564720.0分、565200.0分、565680.0分、566160.0分、566640.0分、567120.0分、567600.0分、568080.0分、
568560.0分、569040.0分、569520.0分、570000.0分、570480.0分、570960.0分、571440.0分、571920.0分、
572400.0分、572880.



ープLの変位R_iを点xで測るものとし、点xがループLを見張るときの立体角をΩとする。そのとき、点xでの変位は次のバーガースの式で与えられる (Friedel, 1964, 鈴木, 1967)。

$$R = \frac{b}{4\pi} \Omega + \frac{b}{4\pi} \times \int_L \frac{dl}{|x-1|} + \frac{1}{8\pi(1-\nu)} \nabla \int_L \frac{b \times (x-1) \cdot dl}{|x-1|} \quad (4.6.1)$$

dlはループLの線素、νはポアソン比である。

l=(l₁, l₂, l₃)、x=(x₁, x₂, x₃)、|x|=xと置く。ループLが張る任意の曲面をS、dsを面積素片とすると、Ωは、

$$\Omega = \int_S \frac{x \cdot ds}{x^3} \quad (4.6.2)$$

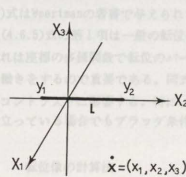
で与えられる。∇·(x/x)²=0であるから、∇×A=x/x²となるようなあるベクトルポテンシャルAが存在して、

$$\Omega = \int_S \nabla \times A \cdot ds = \int_L A \cdot dl \quad (4.6.3)$$

と書ける。ΩをLに関する線積分に直すことにより、Lの有限長区間にわたって(4.6.1)式を積分すると、両端を有し任意の形状を持つ転位のもたらす変位場を求めることができる。直線状の転位の場合は以下のようにして積分を実行できる。

図4.6.2のようにx₂軸上に存在する転位を考え、それが点A(0, y₁, 0)と点B(0, y₂, 0)に両端を持つものとするとき点x=(x₁, x₂, x₃)における変位R_iは、以下のようになる。

$$R_i = \pm \int_A^B \frac{b}{A} \cdot dl + \frac{b}{4\pi} \times \int_A^B \frac{b \cdot dl}{|x-1|} + \frac{1}{8\pi(1-\nu)} \nabla \int_A^B \frac{b \times (x-1) \cdot dl}{|x-1|} \quad (4.6.4)$$



dislocation L//[010]=u

Fig.4.6.2 x₂軸上の転位L

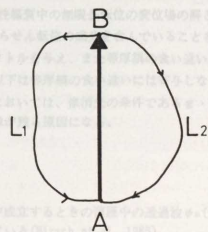


Fig.4.6.3 転位ループについての2つの可能な積分路

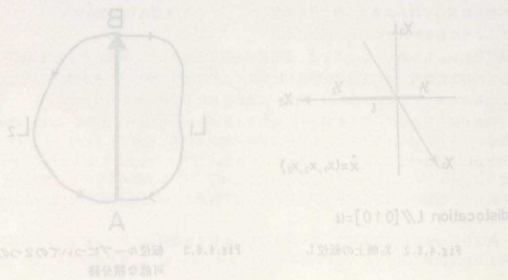
... (mirrored text from the reverse side)

$$(3.2) \quad \frac{b \cdot (1-\nu) \cdot d}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \frac{b}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \frac{d}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \dots$$

$$(3.3) \quad \frac{b \cdot x}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \dots$$

$$(3.4) \quad \frac{b \cdot x}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \dots$$

$$(3.5) \quad \frac{b \cdot (1-\nu) \cdot d}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \frac{b}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \frac{d}{(1-x) \sqrt{(y-0)^2}} + \dots$$



... (mirrored text from the reverse side)

第1項の±は、図4.6.3に示すように、AからBまでの積分がL₁とL₂の2つのループのいずれに沿っての積分かを区別することができるためである。上式の積分を実行し式を整理すると、 $x = (x_1, x_2, x_3)$ 、 $u = (0, 1, 0)$ として次式のようになる。

$$R_1 = \frac{b}{4\pi} R_1 + b \times u \frac{(1-2\nu)}{8\pi(1-\nu)} R_2 + \frac{(b \times x) \cdot u}{8\pi(1-\nu)} (u R_3 - x R_4) \quad (4.6.5)$$

$$R_1 = \tan^{-1} \frac{X_3 (y_2 - X_2)}{X_1 \{X_1^2 + (y_2 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}} - \tan^{-1} \frac{X_3 (y_1 - X_2)}{X_1 \{X_1^2 + (y_1 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}}$$

$$R_2 = \ln \left| \frac{y_2 - X_2 + \{X_1^2 + (y_2 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}}{y_1 - X_2 + \{X_1^2 + (y_1 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}} \right|$$

$$R_3 = \frac{1}{X_1^2 + X_3^2} \left(\frac{X_2 y_2 - X_1^2 - X_2^2 - X_3^2}{\{X_1^2 + (y_2 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}} - \frac{X_2 y_1 - X_1^2 - X_2^2 - X_3^2}{\{X_1^2 + (y_1 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}} \right)$$

$$R_4 = \frac{1}{X_1^2 + X_3^2} \left(\frac{y_2 - X_2}{\{X_1^2 + (y_2 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}} - \frac{y_1 - X_2}{\{X_1^2 + (y_1 - X_2)^2 + X_3^2\}^{1/2}} \right)$$

転位の長さを無限大にしたときの変位R_∞は、(3.2.4)式でy₂→∞、y₁→∞の極限をとれば良い。その結果、垂場に関係のない定数項を除いてR₁は次のR_∞に漸近することがわかる。

$$R_\infty = \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{x_2}{x_1} - b \times u \frac{(1-2\nu)}{8\pi(1-\nu)} \ln(x_1^2 + x_3^2) - \frac{(b \times x) \cdot u}{4\pi(1-\nu)} x \quad (4.6.6)$$

(4.6.6)式はWeertmanの著書で与えられている等方性媒質中の無限長転位の変位場の解と一致する。(4.6.5)式の第1項は一般の転位の変位が、らせん転位の成分を含んでいることを示すが、それは座標の多価関数で転位のバーガスベクトルを与え、また等厚線の食い違いを生じさせる働きをするので重要である。同式の第2項以下は等厚線の食い違いには寄与しないが、転位のコントラストに影響する。特に、刃状転位においては、像消失の条件であるg · b = 0が成り立っている場合でもブラッグ条件下で転位像が残る原因になる。

6-2 転位像の計算法

2波の動力学的回折理論によれば、コラム近似が成立するときの薄膜中の透過波φ_o(z)と回折波φ_o(z)の値は次式で計算できることがわかっている(Hirsch et al., 1965)。

$$d\phi_o/dz = (\pi i/\xi_o) \phi_o + (\pi i/\xi_o) \phi_o \exp(2\pi i s z + 2\pi i g \cdot R)$$

$$d\phi_o/dz = (\pi i/\xi_o) \phi_o + (\pi i/\xi_o) \phi_o \exp(-2\pi i s z - 2\pi i g \cdot R) \quad (4.6.7)$$

の方向に電子線が進行する方向に設けた座標で入射点からの深さを表す。ε₀とε₁はそれぞれ透過波および回折波の消衰距離である。III章で述べたように、弱ビーム条件においては試料の電子線の吸収による補正はφ₀(z)とφ₁(z)の計算においてそれほど重要でないことがわかっている。また、高加速電圧下で観察するので、電子線の吸収を考慮しなくても弱ビーム仮定像に関して十分に信頼できる計算結果が得られると考えられる。

$$(8.5.1) \quad \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

$$\frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

$$\frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

$$\frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

$$\frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

$$\frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

$$(8.5.2) \quad \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z} + \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}{(\epsilon_0 - \epsilon_1)z}$$

金属の弾性異方性の小さいものとして代表的なアルミニウム（ポアソン比0.35）を選び、10°程度の頂角を持つくさび型試料を仮定した。加速電圧は1000kVである。転位は薄膜端に垂直な方向にあり、膜厚が1000Å～2000Åの場所に存在させた。このような形態をもつ試料は通常の観察でしばしば用いられるものである。電顕フィルム上の像は試料下面の像のフィルム上への正射影として求められる。試料中には、Fig.4.6.4に示すように任意の配向を持つ転位の変位場を記述するための座標系X₁-X₂-X₃と、電子線に対して自由な3次元の回転をさせるための座標系を設けた。X₂軸とX₃軸は、h（ビームに平行で進行方向とは逆向きの単位ベクトル）と転位（点線）を含む平面内にある。数値計算はまず、スクリーン上の一点に相当する試料下表面上の点とそこにおける膜厚を求めたのち、試料下表面での透過波および回折波を、試料上表面の境界条件φ₀(0)=1, φ₁(0)=0のもとで、転位の変位場(4.6.5)式を用いてルンゲークック法で積分し、試料下面での透過波および回折波の強度|φ₀|²、|φ₁|²を得た。像面上での刻み巾100Å×100Åを単位面積として、50×70=3,500ポイントを計算したのち2点間の強度を補間して強度を平滑化した。回折波の強度をグラフィックディスプレイ上で白黒モード10階調で表示した。画素は富士通のグラフィックサブルーチンパッケージGSPによりドットパターンを構成して得た。画素の大きさは3×3として各点を左下隅から密に詰めることによって作製した。アルミニウムの各回折波にたいする消衰距離ε_hは、Hirschらの教科書の巻末付録から求められる。加速電圧1000kVにおける消衰距離は、ε_{111}=955Å、ε_{220}=1156Å、ε_{220}=1815Å、ε_{311}=2232Åである。前方散乱の消衰距離ε₀は、以下のようにして求められる(Hirsch et al., 1985)。ブラッグ角をθ₀とすると、結晶構造因子F_{hkl}は原子散乱振幅f_j(θ₀)を用いて、}}}}

zは薄膜中で電子線が進行する方向に設けた座標で入射点からの深さを表す。ε₀とε₁はそれぞれ透過波および回折波の消衰距離である。III章で述べたように、弱ビーム条件においては試料の電子線の吸収による補正はφ₀(z)とφ₁(z)の計算においてそれほど重要でないことがわかっている。また、高加速電圧下で観察するので、電子線の吸収を考慮しなくても弱ビーム仮定像に関して十分に信頼できる計算結果が得られると考えられる。

金属の弾性異方性の小さいものとして代表的なアルミニウム（ポアソン比0.35）を選び、10°程度の頂角を持つくさび型試料を仮定した。加速電圧は1000kVである。転位は薄膜端に垂直な方向にあり、膜厚が1000Å～2000Åの場所に存在させた。このような形態をもつ試料は通常の観察でしばしば用いられるものである。電顕フィルム上の像は試料下面の像のフィルム上への正射影として求められる。

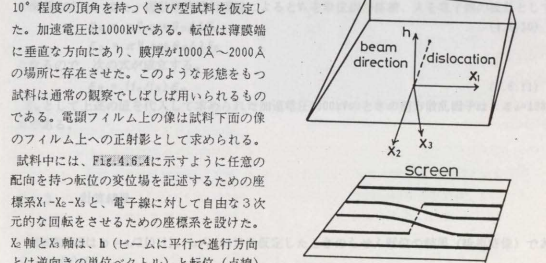


Fig. 4.6.4 薄膜試料中に設けた直交座標系 X₁-X₂-X₃ とビーム進行方向に対して逆向きの単位ベクトル h。転位は X₂ 軸上にある

スクリーン上の一点に相当する試料下表面上の点とそこにおける膜厚を求めたのち、試料下表面での透過波および回折波を、試料上表面の境界条件φ₀(0)=1, φ₁(0)=0のもとで、転位の変位場(4.6.5)式を用いてルンゲークック法で積分し、試料下面での透過波および回折波の強度|φ₀|²、|φ₁|²を得た。像面上での刻み巾100Å×100Åを単位面積として、50×70=3,500ポイントを計算したのち2点間の強度を補間して強度を平滑化した。回折波の強度をグラフィックディスプレイ上で白黒モード10階調で表示した。画素は富士通のグラフィックサブルーチンパッケージGSPによりドットパターンを構成して得た。画素の大きさは3×3として各点を左下隅から密に詰めることによって作製した。アルミニウムの各回折波にたいする消衰距離ε_hは、Hirschらの教科書の巻末付録から求められる。加速電圧1000kVにおける消衰距離は、ε_{111}=955Å、ε_{220}=1156Å、ε_{220}=1815Å、ε_{311}=2232Åである。前方散乱の消衰距離ε₀は、以下のようにして求められる(Hirsch et al., 1985)。ブラッグ角をθ₀とくと、結晶構造因子F_{hkl}は原子散乱振幅f_j(θ₀)を用いて、}}}}

(8.9.3) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.4) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.5) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.6) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.7) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.8) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.9) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.10) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.11) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.12) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.13) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.14) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.15) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.16) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.17) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.18) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.19) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.20) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.21) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.22) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.23) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.24) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.25) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.26) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.27) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.28) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.29) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.30) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.31) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.32) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.33) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.34) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.35) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.36) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.37) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.38) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.39) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.40) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.41) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.42) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.43) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.44) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.45) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.46) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.47) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.48) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.49) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.50) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.51) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.52) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.53) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.54) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.55) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.56) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.57) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.58) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.59) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.60) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.61) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.62) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.63) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.64) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.65) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.66) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.67) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.68) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.69) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.70) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.71) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.72) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.73) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.74) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.75) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.76) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.77) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.78) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.79) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.80) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.81) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.82) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.83) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.84) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.85) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.86) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.87) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.88) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.89) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.90) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.91) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.92) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.93) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.94) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.95) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

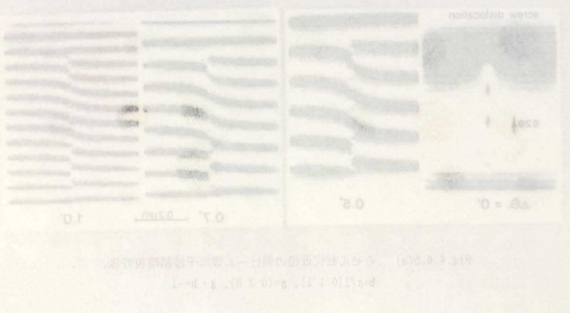
(8.9.96) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.97) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.98) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.99) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$

(8.9.100) $(h, k, l) = (0, 0, 0)$



(a) $g \cdot b = -1$ ($g = 020$, ビームの入射方向 $h // [0-1 \ 3]$), (b) $g \cdot b = -2$ ($g = 131$, $h // [0-1 \ 3]$) の場合である。試料下表面の法線 P_1 と上表面の法線 P_2 は、 $P_1 // [0, -7, 17]$, $P_2 // [0, -11, 18]$ であり、2面のなす角度 $\angle P_1, P_2$ は 9.0° である。弱ビーム像の性質として良く知られているように、ブラッグ反射位置から遠ざかると回折波の強度は小さくなるので、強く散乱する転位線のごく近傍を除いて転位像が認められなくなり、転位の像は細くなる。図の $\Delta\theta_0$ は、ブラッグ反射位置 ($\Delta\theta_0 = 0^\circ$) からの回折面の傾きを示す。像の変化はブラッグ反射近くで最も激しく、弱ビームになるにしたがって単調になって湾曲した等厚線の巾は狭くなる。しかし、転位の両端で観察される等厚線の途切れの本数は(a)では1本、(b)では2本であり一定の値に集束することがわかる。

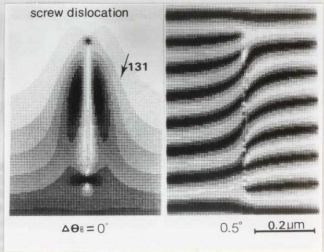


Fig. 4.6.5(b) らせん転位近傍の弱ビーム等厚干渉線暗視野計算像。 $g \cdot b = -2$, $b = a/2[0 \ 1 \ 1]$, $g = (1 \ 3 \ 1)$ 。

図4.6.5(a)は刃状転位の場合である(暗視野像, $\text{sgn}(s) < 0$)。 $b = a/2[110]$, $u // [052]$, $P_1 // [1001]$, $P_2 // [0-2 \ 11]$, $\angle P_1, P_2 = 10.3^\circ$ であり、 $g = 020$ の(a)では $g \cdot b = -1$, $g = 220$ の(b)では $g \cdot b = -2$ である。刃状転位を定義する余分の原子半面は $[2-2 \ 5]$ の方向にある。ブラッグ反射位置 ($\Delta\theta_0 = 0^\circ$) では、転位の幾何学的な形状を反映して(a)では非対称、(b)では対称な転位像となっている。

図4.6.5(b)は混合転位の場合である(暗視野像, $\text{sgn}(s) < 0$)。各パラメータは、 $P_1 // [0.15, -0.15, 0.98]$, $P_2 // [0.26, -0.26, 0.94]$, $\angle P_1, P_2 = 8.0^\circ$, $u // [-1 \ 1 \ 1]$, $b = a/2[110]$, かつ $h // [001]$ (a)および $h // [0-1 \ 3]$ (b)である。(a)では、 $\Delta\theta_0 = 0.2^\circ$, (b)では $\Delta\theta_0 = 0.3^\circ$ 程度だけ試料を傾斜させると目的とした像が得られることを示している。加速電圧1000kVにおけるアルミニウムのブラッグ角は、 0.12° (200反射)・ 0.17° (220反射)であるので回折強度が弱くて撮影が難しい試料に対しても、 $\Delta\theta_0$ をブラッグ角の2倍程度以上にすれば実用上問題のない像を得ることができると考えられる。表4.6.1に $w (= \delta z_0)$ の値をまとめる。

$g \cdot b$ の値が非整数となるような不完全転位の場合においては、転位線における等厚線のずれの大きさを精度良く測定しなければならぬので w 値を大きくとる必要がある。

図4.6.5(b)は、(4.6.5)式の第2項以下が問題となる刃状転位において、 $g \cdot b = 0$ の像消失

(1) $(h \cdot g) \cdot b = d \cdot \lambda \sin \theta$ (2) $(h \cdot g) \cdot b \sin \theta = d \cdot \lambda \sin \theta$ (3) $(h \cdot g) \cdot b = d \cdot \lambda \sin \theta$

図4.6.6の計算像を示したものである(暗視野像)。各パラメータは、 $h//[001]$ 、 $P_1//[0.15, -0.15, 0.98]$ 、 $P_2//[0.26, -0.26, 0.94]$ 、 $\angle P_1, P_2 = 8.0^\circ$ 、 $u//[1-111]$ 。

edge dislocation

020

$\Delta\theta_0 = 0^\circ$

0.5°

10°

15°

0.2 μ m

220

$\Delta\theta_0 = 0^\circ$

0.5°

10°

15°

0.2 μ m

(a)

(b)

Fig.4.6.6 刃状転位の暗視野計算像。(a) $g \cdot b = -1$ 、(b) $g \cdot b = -2$ 、 $b = a/2 [110]$

表4.6.1 各回折波 g に対する w の値 (アルミニウム、加速電圧1000kV)

g	0.1°	0.2°	0.3°	0.4°	0.5° ($\Delta\theta_0$)
200	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
220	2.2	4.4	6.6	8.9	11.1
311	3.2	6.4	9.6	12.8	16.0

$b = a/2 [110]$ である。 $\Delta\theta_0 = 0^\circ$ では転位像のコントラストは弱くなっているのに、 $\Delta\theta_0 = 0.1^\circ$ では明らかな転位像が認められることが重要で、刃状成分の強い転位に対して像消滅法を適用するときはブラッグ反射近傍での転位像の変化に十分注意しなければならない。しかし、転位像は $\Delta\theta_0$ とともに激しく変化するのに対して、その近くの等厚線は連続かつ単調に縞巾を減少させるのみであり、弱ビーム干渉縞法の判定条件 $n = 0$ が正しく適用できることがわかる。

Fig.4.6.7 傾斜転位の暗視野計算像。 $b = a/2 [110]$ 、 $g \cdot b = -1$ 、 $0.5^\circ \leq \theta \leq 2^\circ$

(a) $g \cdot b = -1$ 、(b) $g \cdot b = -2$

-46-

Fig. 4.6.7 (a) Weak beam electron microscopy images of mixed dislocations. The top row shows the diffraction pattern and the corresponding image for $\Delta\theta = 0^\circ$. The bottom row shows the diffraction pattern and the corresponding image for $\Delta\theta = 0.1^\circ$. The images show the characteristic fringes of mixed dislocations, with the 020 reflection indicated in the diffraction pattern.

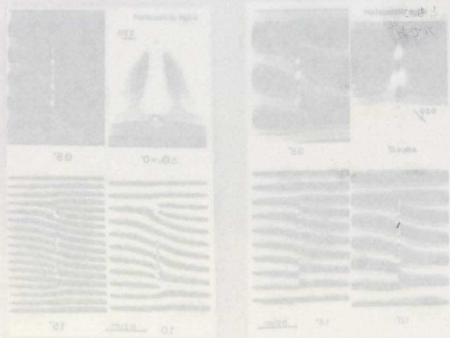
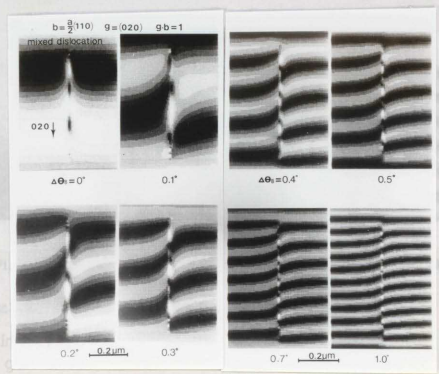


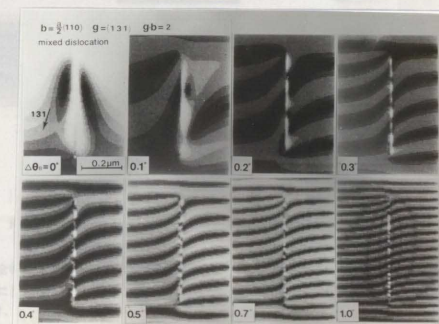
Fig. 4.6.7 (b) Weak beam electron microscopy images of mixed dislocations. The top row shows the diffraction pattern and the corresponding image for $\Delta\theta = 0^\circ$. The bottom row shows the diffraction pattern and the corresponding image for $\Delta\theta = 0.1^\circ$. The images show the characteristic fringes of mixed dislocations, with the 131 reflection indicated in the diffraction pattern.

$\Delta\theta$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
Intensity	1.0	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	0.0
Phase	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0

Fig. 4.6.7 (c) Weak beam electron microscopy images of mixed dislocations. The top row shows the diffraction pattern and the corresponding image for $\Delta\theta = 0^\circ$. The bottom row shows the diffraction pattern and the corresponding image for $\Delta\theta = 0.1^\circ$. The images show the characteristic fringes of mixed dislocations, with the 131 reflection indicated in the diffraction pattern.



(a)



(b)

Fig.4.6.7 混合転位の場合の弱ビーム等厚縞像。b=a/2[1 1 0]。

(a)g · b=1、(b)g · b=2

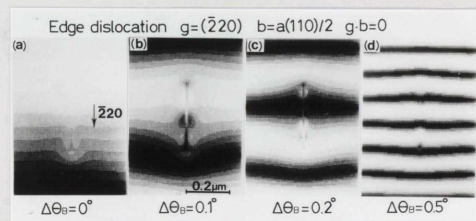
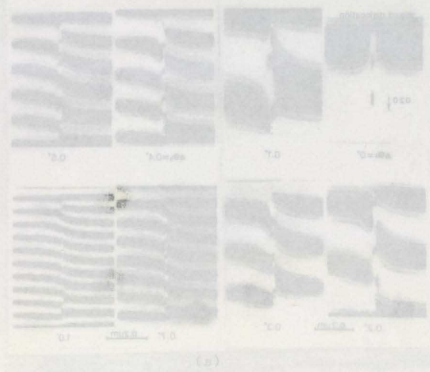


Fig. 4.6.8 $g \cdot b = 0$ の場合の刃状転位近傍の等厚干渉縞の変化 (暗視野計算像)

最後に不完全転位の場合について検討したのが図4.6.9である。

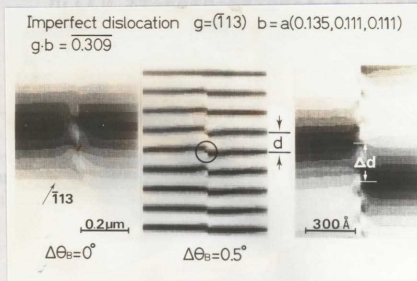
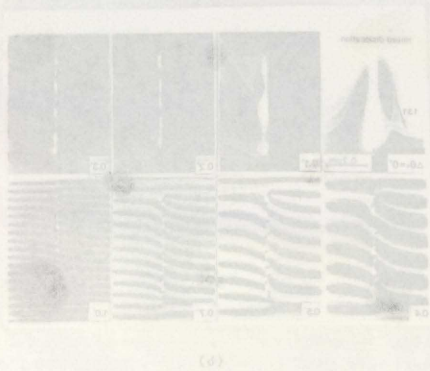


Fig. 4.6.9 不完全転位の弱ビーム等厚縞の暗視野計算像

不完全転位は一般に積層欠陥コントラストを伴うが等厚縞の形状にのみ興味があるので欠陥面は紙面に垂直であって観察に寄与しない場合を考える。各パラメータは、 $b = a(0.135, 0.111, 0.111)$ 、 $g = -1\ 1\ 3$ 、 $h // [1-1\ 0]$ 、 $P_1 // [1-1\ 0]$ 、 $P_2 // [13, -11, 2]$ 、 $\angle P_1, P_2 = 8.2^\circ$ 、 $u // [0-1\ 1]$ である。バーガースベクトルは、Pondら (Pond and Vitek, 1977) がアルミニウム双晶の (1 1 5) 双晶境界面と (-2 1 1) 双晶境界面の交線上に存在するファセット転位に対してアフリッジ法を適用して求めた値を採用した。計算像 (c) は (b) で丸印をつけた転位像の中央付近の拡大である。このような不完全転位については転位端部での等厚縞の途切れ値 n は転位線近傍における等厚縞の食い違いの大きさ Δd を等厚縞の間隔 d で除して得た値 $n = \Delta d / d$ と

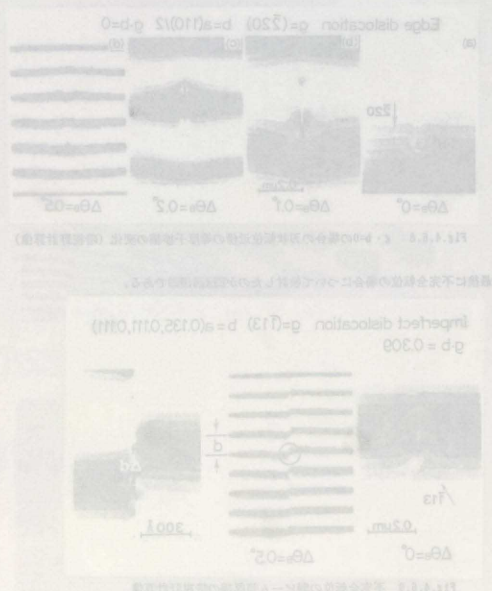


図4.6.10の図は、刃状不全位と部分不全位を示している。刃状不全位は、格子面が連続して存在しない領域を形成し、その Burgers ベクトルは b である。部分不全位は、刃状不全位の半分程度の Burgers ベクトル g を持つ。図には、刃状不全位の Burgers ベクトル b と部分不全位の Burgers ベクトル g が示されている。また、刃状不全位の Burgers ベクトル b と部分不全位の Burgers ベクトル g の関係が $b = 2g$ であることが示されている。

して計算される(図4.6.10参照)。計算像(c)で実際に Δd と d を測定して n 値を求めると $g \cdot b = -0.909$ に相当するずれが生じているのがわかる。

1. 本章の目的

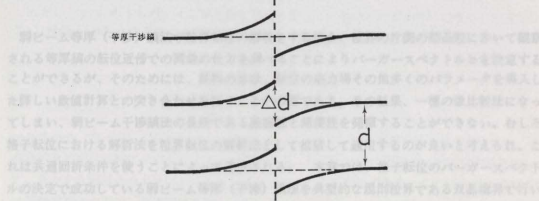


Fig.4.6.10 不完全転位近傍の等厚干渉縞の食い違い Δd の等厚縞の間隔 d に対する割合が $g \cdot b$ の値に等しいこと。

$$g \cdot b = (\Delta d/d) \operatorname{sgn}(s)$$

2. 共通の原則

6-4 計算結果のまとめ

パーガースの式から導いた転位の変位場による弱ビーム像計算の結果から明らかになったことは以下の通りである。

- (1) 弱ビーム法の精度は、 w 値を大きくすることによりいくらかでも向上するが、等厚縞のコントラストは低下するので w 値を無限に大きくすることはできない。しかし、ブラッグ方位、反射位置からブラッグ角の2倍程度に試料を傾斜させることにより解析上問題のない電顕像を得ることができる。
- (2) 像消失法が適用できない刃状成分の強い転位についてのパーガースベクトルの完全決定ができる。
- (3) 不完全転位の場合、転位端部での等厚縞の途切れ数 n は非整数になる。このときの n 値の測定値は、転位より遠方における等厚縞の間隔に対する転位中央部付近における等厚縞の食い違いの大きさの割合で与えられる。

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

(1.1.5.0)

(0) $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

$$\left(\frac{1}{5}, \frac{1}{13}, \frac{1}{17} \right) \frac{1}{2}$$

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

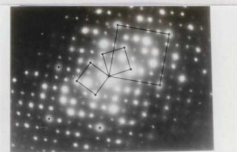
対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

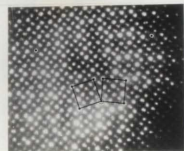
対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形

対称、 $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ の電子線回折図形



$\Sigma 5$



$\Sigma 13$



$\Sigma 17$

Fig. 5.2.2 銀の $\Sigma 5$ 、 $\Sigma 13$ 、 $\Sigma 17$ ねじり境界の電子線回折図形

図5.2.2は面心立方晶の共通回折面を $\Sigma 5$ から $\Sigma 11$ までの方位について、ステレオ大円
で表現したものである。それぞれの方位関係は、 $\Sigma 5$ を除いて、 $[321]$ 、 $[221]$ 、 $[311]$ 軸回りの
180°回転で記述され、 $\Sigma 5$ の方位は、 $[100]$ 軸回りの36.9°で表現されている。422の反射
まで利用できれば $\Sigma 11$ までの対応境界の共通反射を用いての解析ができる。

図5.2.3は、SUS316オーステナイトステンレス鋼の422共晶境界の422共通反射までを用いた弱
ビーム干渉縞の暗視野像であり、40秒程度の露光で撮影したものである。最初の写真で黒く抜
けて見える部分は共通回折が生じていないためによる。422という高次の回折波を用いても十
分な強度の干渉縞が得られており、試料側の条件さえ整えば高次対応境界の解析が本法で可能
であることが明らかである。

Fig. 5.2.3 銀の422共晶境界の電子線暗視野像、422共通反射までを用いた弱ビーム干渉縞の暗視野像



Σ5



Σ7



Σ11

図5.2.3 面心立方晶のΣ5からΣ11境界までの共通回折面

図5.2.3は、面心立方晶のΣ5からΣ11境界までの共通回折面を示している。Σ5境界では、両方の結晶の格子面が互いに平行な方向に傾いており、その結果として、両方の格子面から生じる回折点が互いに一致する。Σ7境界では、両方の格子面が互いに平行な方向に傾いており、その結果として、両方の格子面から生じる回折点が互いに一致する。Σ11境界では、両方の格子面が互いに平行な方向に傾いており、その結果として、両方の格子面から生じる回折点が互いに一致する。

図5.2.3 面心立方晶のΣ5からΣ11境界までの共通回折面

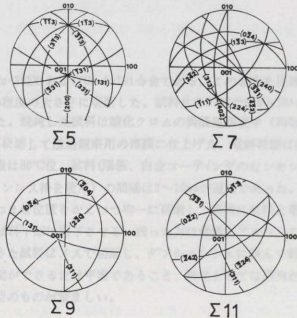


Fig.5.2.3 面心立方晶のΣ5からΣ11境界までの共通回折面

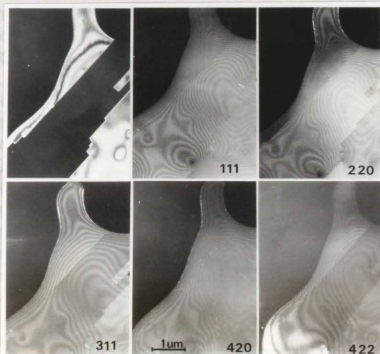


Fig.5.2.4 SUS316兩晶境界の弱ビーム等厚暗視野像。加速電圧1000kV

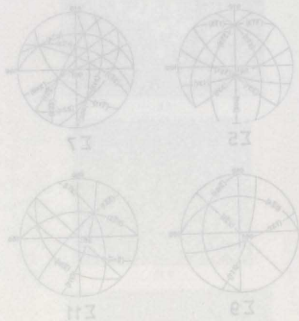


図10 銅晶界の電子顕微鏡による観察結果



図11 銅晶界の電子顕微鏡による観察結果

3. 整合双晶境界および非整合双晶境界上の転位の解析

3-1 試料

用いた試料は、Cu-30%NiおよびCu-40%Ni合金である。この合金を圧延して0.1mm厚の薄板となしたのち10×7mm程度の大きさに切断した。試料片を973Kで8.6×10⁴sec焼鈍後、炉冷して多数の焼鈍双晶を得た。焼鈍した試料は酸化クロムの硝酸飽和液中（300mlピーカーを使用）で電圧15～20Vで電解研磨して透過観察用の薄膜に仕上げた。電解研磨は液温と電極の間隔に大きく影響され、液温は80°C位、試料（陽極、白金コーティングのピンセット使用）とその両側の陰極（3mm径のステンレス棒を使用）の間隔は3～10mmが適当であった。Bollmann法によってピンセットで試料をつまむ位置をかえつつ均一に研磨し、最後に試料と電極を接近させて試料中央部をくびれさせ試料下部は落下させる。残った方は硝酸とアルコールで十分洗浄し熱風で乾燥させた。研磨できた試料はメスで切断し、ダブルメッシュに挟んで観察する。弱ビーム干渉縞法では、試料表面ができるだけ平滑であること、形状としては頂角が10°程度で、1000～2000Å厚のくさび型のものが望ましい。

3-2 観察法

東大工学部総合試験所に設置されている超高压透過電子顕微鏡（JEM1250）を用いて、加速電圧1000kVで観察した。

超高压電子顕微鏡を用いたのは以下の事柄が考えられるからである（安達ら、1975、Reimer, 1984、Hirsch et al., 1965参照）。

- 1) 電子線の透過能が増すので、原子核近傍に集中して存在する分散面2に属するプロット波の異常吸収による干渉縞のコントラストの低下を防ぐことができる。
- 2) 球面収差、回折収差が小さくなって分解能が向上するとともに、電子線のエネルギー損失による波長の変化の割合を小さくできるため色収差が小さくなり暗視野像のコントラストが増す。
- 3) 波長が短いので、第一分散面と第二分散面に属するそれぞれのプロット波の波数ベクトルの差が小さくなって可干渉性が向上する。
- 4) 撮影に際して対物鏡で回折波を選択するだけで良く、光軸をその都度調整する必要がないので観察が容易である。
- 5) 厚い試料を用いて長い転位像や広い面積の粒界を観察できるので、空間分解能で不利な本法の弱点を軽減できる。
- 6) ±60°の大傾角のサイドエントリー型ゴニオメーターヘッドが使用できるので、試料方位を大きく変化させて必要な反射条件を的確に捉えることができる。大きな角度範囲で撮

この図は、薄膜の結晶性を観察するための電子顕微鏡の撮影結果を示している。図には、異なる条件で撮影された電子顕微鏡像が複数枚表示されている。これらの像は、薄膜の結晶構造、欠陥、および界面の特性を詳細に観察するための重要な手がかりを提供している。

この図版は、薄膜の結晶性を観察するための電子顕微鏡の撮影結果を示している。図には、異なる条件で撮影された電子顕微鏡像が複数枚表示されている。これらの像は、薄膜の結晶構造、欠陥、および界面の特性を詳細に観察するための重要な手がかりを提供している。

影することにより、トレース解析上の誤差を小さくできる。撮影に当たって特に配慮すべき点は、電子線の干渉性を向上させるため照射ビームをできるだけ平行束に近くすることである。そのためには、

- 1) 第1集束レンズを強く励起させて焦点距離を短くし、照射ビーム径を小さくするとともに第2集束レンズの作るクロスオーバーの像を試料から遠ざける。
- 2) 小さい集束レンズ絞りを選ぶ。
- 3) ポイントフィラメントのようなできるだけ点光源に近いフィラメントを用いる。

試料に対する照射ビームの可能な最小の開き角は 10^{-5} ラジアンである(Reimer, 1965)。また、対物絞りは、できるだけ小さいものを選んで試料から見込む対物絞りの開き角を小さくし、像のコントラストを向上させる。ビームを絞りの中央にくるように正しく挿入する。対物絞りが小さいときは、非点収差や回折収差の原因になるが(安達ら, 1975)、本法の倍率(〜10,000倍)では問題とならない。以上の操作によって像は暗くなるので30〜60secの長時間露光が必要である。このとき、低倍率の範囲ではあっても鏡体の揺れに十分注意しなければならない。低指数の晶帯軸の方向からビームを入射させるときは、強い非系統反射が励起されて干渉縞に乱れが生じることがある。図5.3.1は、SUS316鋼の(111)整合双晶境界の多波効果が存在する場合の、(a)プラグ反射位置における像、(b)その弱ビーム干渉縞像、および、(c)2波の共通回折条件下での弱ビーム干渉縞像を示している。写真(a)では非系統反射に基づく強い粒界フリッジが観察されるのに対し、2波の共通回折条件では粒界フリッジは消失している。高加速電圧下では多波効果の影響を受け安いで、2波の回折条件を確認しながら撮像することが必要である。

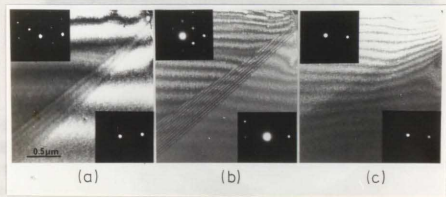
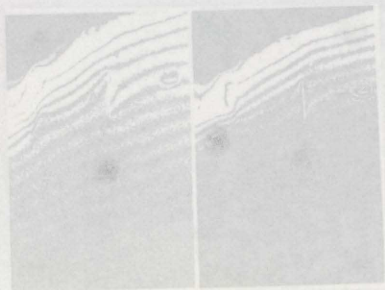
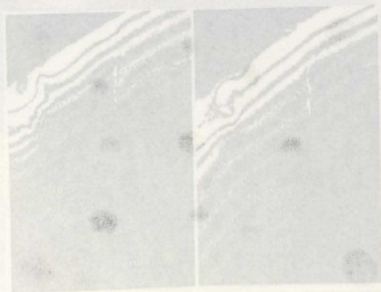


Fig. 5.3.1 SUS316鋼整合双晶境界の等厚干渉縞像。加速電圧1000kV



(d)

(a)



(b)

(c)

電界電子顕微鏡による観察結果 (1974年)

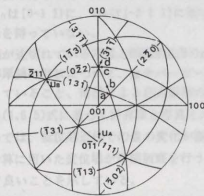


Fig. 5.3.4 雙晶構造におけるビームの入射方位。大円は双晶における共通な回折面の指数を示す

表5.3.1

Photo.	g	sgn(s)	n(A)	n(B)
(a)	1 3-1	+1	+1	0
(b)	3 1-1	+1	+2	0
(c)	0-2 2	-1	0	-1
(d)	-3 1-1	-1	+2	+1

$b = (x, y, z)$ とおくと、 $g \cdot b = n \cdot \text{sgn}(s)$ より、転位 A の場合、

$$\text{写真(a)} \quad x + 3y - z = 1$$

$$\text{写真(b)} \quad 3x + y - z = 2$$

$$\text{写真(c)} \quad -2y + 2z = 0$$

となり、転位 A のパーガースベクトルは、 $b(A) = a/6 [411]$ となる。a は格子定数である。この値は写真 (d) の結果を説明する。共通な回折面の指数は、双晶の方位関係を $[111]$ 軸回り 180° の回転で定義したので、左側の結晶粒での $b(A)$ の表現は、

$$b(A)_L = 1/3 \begin{pmatrix} -1 & 2 & 2 \\ 2 & -1 & 2 \\ 2 & 2 & -1 \end{pmatrix} \cdot a/6 \begin{pmatrix} 4 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix} = a/2 [011]$$

となり、格子転位が双晶境界上に重なっていることがわかる。転位 B も同様の計算により、

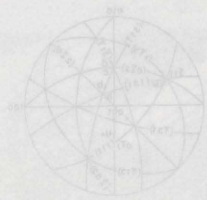


図5.3.1 立方晶系の双晶軸、方位角の表示。左の軸は双晶軸の方位角、右の軸は方位角の表示。

(h)u	(k)v	(l)w	g	h ² +k ² +l ²
0	1*	1*	1-1-1	(6)
0	2*	1*	1-2-1	(6)
1*	0	1*	1-1-2	(6)
1*	2*	1*	1-1-2	(6)

$$\cos \theta = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = \frac{1}{\sqrt{6}}$$

- 1-1-1 (a) 真平
- 1-2-1 (b) 真平
- 1-1-2 (c) 真平

図5.3.2 立方晶系の双晶軸、方位角の表示。左の軸は双晶軸の方位角、右の軸は方位角の表示。

$$\frac{1}{\sqrt{6}} = \frac{1}{\sqrt{6}} \Rightarrow \frac{1}{\sqrt{6}} = \frac{1}{\sqrt{6}}$$

図5.3.3 立方晶系での双晶軸、方位角の表示。左の軸は双晶軸の方位角、右の軸は方位角の表示。

b(B)=a/6[114]と定まって4枚の弱ビーム写真を満たして矛盾がなく、左の結晶粒での表現はa/2[110]となるので格子転位であることが知られる。トレース解析をして得た転位線の方向u_a、u_bをFig.5.3.4に示す。u_aは[0-1 1]に、u_bは[-2 1 1]に近い方向にあり、いずれも混合転位となって特別な方位関係を持っていない。

転位端部で2本の等厚線が途切れている写真とFig.5.3.5のg・bf=-2の弱ビーム計算像とを比較すると、転位端部での等厚線の形状について、gやバーガースベクトルの種類その他の幾何学的なパラメータが異なっていること、薄膜による応力緩和の影響や弾性異方向性を考慮していないことにもかかわらず、(4.6.5)式に基づく計算像と写真との一致度が良いことが知られる。ブラッグ反射に近いところでは、転位芯近傍での像の変化が激しいので粗い変位の表現を使うことは許されないが、像計算に用いた変位場が薄膜観察を行う弱ビーム条件下では現実に近い表現になっていると考えて良いことを示している。

表5.3.2はCu-30Ni合金とCu-40Ni合金について、本法によって決定されたバーガースベクトルの観察例を示したものである。バーガースベクトルの小さいa/6<112>タイプの、主としてらせん成分となる転位が最も多数観察されている。そして、a/3<111>タイプの傾角成分となるバーガースベクトルを持つ双晶転位の観察例は非常に少なく、(111)整合双晶境界においては、結晶粒間の面外方向への方位のずれは面内における方位のずれに比べて極めて起こりにくくことが示されている。Fig.5.3.5に双晶の対応格子モデルを参考として示す。

表5.3.2

Burgers vector	Number
a/6<112>	16
a/3<111>	2
a/2<110>	8

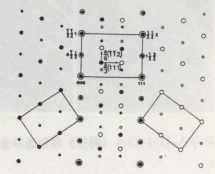


Fig.5.3.5 [1-1 0]の方向から見た面心立方双晶の対応格子モデル (中央部)

3-4 [112]非整合双晶境界上の転位の解析

(111)_n//(111)_t整合双晶境界以外の高次双晶境界は、粒界構造モデルの章で述べたように対応格子点の一致が破れている非整合双晶境界であることがわかっている。Pondは、アルミニウムの[112]双晶境界のモデルを論じて、a/3<111>タイプの不完全双晶転位が結晶粒間の剛体並進移動の結果導入される場合を考察しており(Pond, 1977)、このような理論的予想に対して弱

以同様の二重晶粒の成長、すなわち異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面(004)の成長の方向性が異なることを示している。また、異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。

異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。また、異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。

異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。また、異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。



図5.3.6 Cu-40Ni合金の(111)_n//(111)_t整合双晶境界(左側)と(1-1-2)_n//(-1-1-2)_t双晶境界(右側)の弱ビーム観察例

異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。また、異なる二重晶粒の成長の方向性を示す(111)面の成長の方向性が異なることを示している。

ビーム干渉縞法を適用して比較検討することは興味深い。

図5.3.6はCu-40Ni合金の(111)_n//(111)_t整合双晶境界(左側)と(1-1-2)_n//(-1-1-2)_t双晶境界(右側)の観察例である。写真(b)、(c)、(d)、(e)は共通回折条件にある。指数づけは、写真上の矢印を施した粒について行っている。写真(b)、(c)、(d)において(1-1-2)双晶境界上にはフリンジが観察される。しかし、剛体並進移動を起こさない左側の(111)整合双晶境界上にはフリンジが認められないので、(1-1-2)双晶境界上のフリンジは多波効果の影響によるものではなく、剛体並進移動によって発生した弱ビームαフリンジ像であることがわかる。n値を表5.3.3に示した。等厚縞の形状から3本の転位は等しいバーガースベクトルを持っていることが明らかであるので、n値の判定を転位Aについてのみ行った。

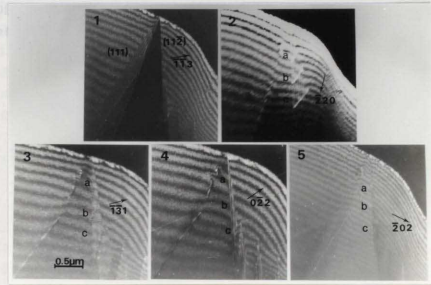


Fig. 5.3.6 Cu-40Ni合金の(111)_n//(111)_t整合双晶境界(左側)と(1-1-2)_n//(-1-1-2)_t双晶境界(右側)の弱ビーム観察例

表5.3.3

Photo.	g	sgn(s)	n	Δn
(b)	-2 2 0	+1	1	0, ±1
(c)	-1-3 1	+1	0	±1/2
(d)	0-2 2	+1	0	±1/2
(e)	-2 0 2	+1	1	—

4. 双晶ファセット転位の解析

4-1 ファセット転位

(111)面における2次元核の発生と成長によって[111]方向への結晶粒の成長が起こっているとき、またまた(111)面上で原子の積層不整が発生し、その場所から新たな双晶方位を持った結晶粒の成長が始まることによって焼鈍双晶が形成される機構が提案されている(Gleiter, 1971)。その際双晶境界がどのように移動するかが問題であるが、2次元核の成長にこだわらなければ、(111)面以外の高次の双晶面からなる小面(ファセット)が移動することによって双晶境界の移動が起こることが確認されている。高温ステージを用いたアルミニウムと銅の双晶境界の透過電子顕微鏡による研究では(Rae and Smith, 1980)、小さなファセットが移動することによって双晶境界が移動すること、より小さなものの方が移動しやすいことが報告された。一般にファセットの角には転位が存在しており(ファセット転位)、その歪エネルギーが粒界移動の駆動力の一因となっている可能性は否定できない。このことに注目すると転位を伴う原子レベルの大きさのステップは高温で活発に動き回ることが予想される。粒界転位と結びついた粒界階段の移動によって粒界が移動する現象が泡モデルの実験で確認されているが(石田, 1984)、アルミニウムや亜鉛などの双結晶による一連の研究で、DSC転位の活動を仮定して予測された粒界移動、粒界滑りの量的関係が実験結果と良く一致することが確認され、粒界転位と結びついた粒界ステップの運動が粒界移動と密接に関係していると考えられるようになってきている(福富ら, 1985、高橋ら, 1985)。粒界ステップあるいは粒界ファセットの形成は、粒界移動において重要であるばかりではなく、ファセットの折れ曲がり部には転位(ファセット転位)が発生して歪みが集中する場所であるので、再結晶核の生成や粒界偏析が起こりやすい場所でもある。電解チャージによりトリチウムを吸収させたオーステナイトステンレス鋼の電顕オートラジオグラフによる観察結果では、双晶境界の折れ曲がり部分に黒化銀粒子が観察され、ここがトリチウムの捕捉場所になっていることが確認された(Saito and Ishida, 1985)。トリチウムの捕捉機構は明らかではないが、トリチウムが粒界転位の近傍に捕捉されやすいという実験事実から見て(Saito and Ishida, 1985)ここでもファセット転位が大切な働きをしていることが言える。また、ファセット転位近傍は粒界拡散がしやすい場所であることが考えられる。本節では、弱ビーム干渉法による拡大の一貫として、粒界移動、粒界偏析、粒界拡散の諸現象を考える上で重要なファセット転位の性格決定に本法を適用することを試みる。

4-2 試料と観察法

SUS316オーステナイトステンレス鋼薄板を1223Kで7.5ks焼鈍した後、クロム酸硝酸混液で電圧15~20Vで電解研削して薄膜化した。観察は、東大工学部総合試験所のJEM1250により、加速電

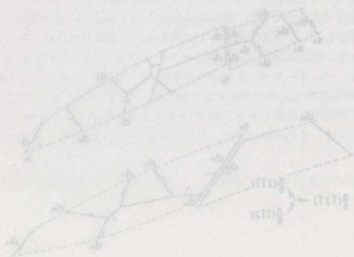


図5.4.1の弱ビーム等厚干渉縞視野像

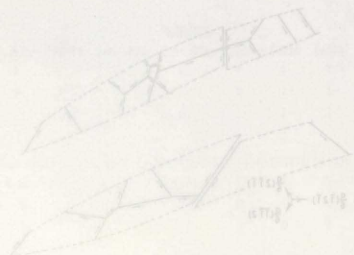


図5.4.2の弱ビーム等厚干渉縞視野像

Fig. 5.4.1の弱ビーム等厚干渉縞視野像

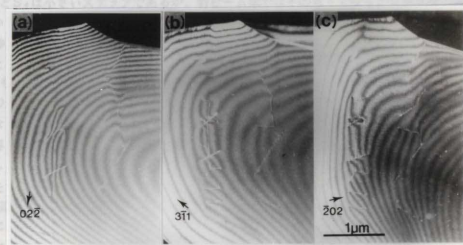


Fig. 5.4.4 Fig. 5.4.1の弱ビーム等厚干渉縞視野像

各ファセットが(111)整合双晶境界と交差する場所に対一のファセット転位が発生している。対になったファセット転位の間隔は等厚縞の間隔に比べて小さきるので個々の干渉縞で解像することが不可能である。しかし、2本のファセット転位の合成バーガースベクトルを求め、転位節におけるバーガースベクトルの取支を考慮することにより、各々のファセット転位のバーガースベクトルを決めることができる。

ファセット S_2 においては、転位 d_5 と d_7 の変位が合成されて $n(d_5+d_7)$ 本の等厚縞の途切れ数が、また、転位 d_6 と d_8 の変位が合成されて $n(d_6+d_8)$ 本の等厚縞の途切れ数が観察される。 $g \cdot b = n \sin(\theta)$ 式を使って表5.4.2から計算された合成バーガースベクトルの値は、 $b(d_5+d_7) = a/2[1\ 0\ -1]$ であるので、格子転位のバーガースベクトルの値に等しい。この値は、 $a/2[1\ 0\ -1] = a/6[1\ 1\ -2] + a/6[2\ -1\ -1]$

の分解が許される。バーガースベクトルの保存性に注意すると予めわかっている $b(d_{10})$ と $b(d_{11})$ の値(それぞれ $a/6[1\ 1\ -2]$ と $a/6[2\ -1\ -1]$)から $b(d_9) = a/6[1\ -2\ 1]$ が求められる。このようにして、また、 $d_9 \sim d_8$ の転位のいずれが分解された $a/6[1\ 1\ -2]$ と $a/6[2\ -1\ -1]$ の値を持つかどうかの判定に像消滅法を適用して、Fig. 5.4.2のように S_2 のバーガースベクトルを決定できることがわかる。

ファセット S_3 は、 d_{19} 、 d_{20} 、 d_{21} の3つのファセット転位を持つ。転位 d_{19} と d_{21} の近くでは等厚縞のずれや湾曲が観察されないで、互いに反対符号のバーガースベクトルを持っていることがわかる。 d_{20} と d_{21} についての合成されたバーガースベクトルは、表5.4.2から $a/6[1\ 1\ -2]$ である。次の分解 $a/6[1\ 1\ -2] = a/6[2\ -1\ -1] + a/6[-1\ 2\ -1]$ を考慮し、また、転位

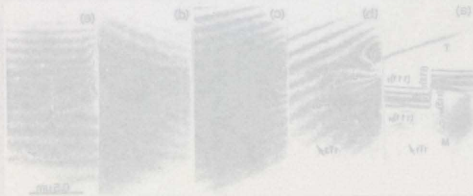


図5.4.6 刃状ファセットの形成過程 (a) 刃状ファセットの形成 (b) 刃状ファセットの形成 (c) 刃状ファセットの形成

(a) n	(b) n	(c) n	n	ステップ
1-	1+	1-	1-1-	(a)
1-	1+	1-	1-1-	(a)
1-	1+	1-	1-1-	(b)
1+	1-	1-	1-1-	(a)

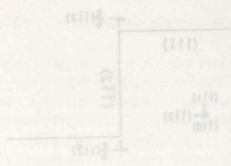


図5.4.7 刃状ファセット転位発生における2つのモード

短いために、転位端部での等厚縞の途切れ数が非整数であっても、整数として数えられた可能性も否定できない。そのような場合には、求められたバーガスベクトルの値 $a/6\langle 1\ 1\ 2\rangle$ 、 $a/6\langle 1\ 1\ 2\rangle$ には小さな修正が施された刃状成分に近い値になるであろう。

ファセット転位の発生原因として考えられる重要なものは、有限の大きさを持つ原子間の反発力を緩和するために誘起された結晶粒間の並進移動による転位の発生と、ファセットコーナーへの、双晶関係からの結晶方位のはずれによって生じる応力集中を緩和するための転位の発生である。現実には、これら2つの現象が同時に関与していると考えられる。2枚の(111)整合双晶境界に接続するひとつのファセットにおいて、ファセット面内で結晶粒間の一様な並進移動Rが起こったとき (Fig. 5.4.7(a))、または、同図(b)に示すようなねじれが生じたときは、2本のファセット転位は、反対符号を持つ一對の刃状転位として現われるはずである。

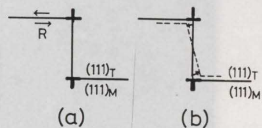


Fig. 5.4.7 刃状ファセット転位発生における2つのモード

焼鈍双晶の場合は、原子が再配列する過程で、高次の双晶面における原子面の脱着や挿入によって、刃状成分を持ったファセット転位が導入される場合考えられる。

Raeらが観察したような双晶ファセットの高温における移動は(Rae and Smith, 1980)、このような刃状ファセット転位の運動が関与していると考えられる。

図5.4.8は、(1 1-2) n //(1-1 2) n 双晶境界ファセット転位のもうひとつの例である。同図の明視野像(a)で鋭く折れ曲がって見える双晶境界が(1 1-2) n 双晶境界であり、これが長い(1 11) n //(111)整合双晶境界に接続している。一對のファセット転位は、写真(b)と(c)の弱ビーム像で区別できる。写真(b)で(1 1-2) n ファセットが試料表面と交差しているところで見える転位状のコントラストは、試料表面でのステップの像であると思われる。写真(b)と(c)で、2つのファセット転位のコントラストは一樣でなく、転位の性格が異なることがわかる。このことは、ふたつのファセット転位の近傍では、異種の変位が生じていることを示している。しかも、写真(d)では、(1 1-2) n ファセット上に後ほど議論するような明瞭な弱ビーム α フリンジの像が観察されるので、双晶のDSG格子ベクトル ($a/6\langle 112\rangle$ または $a/3\langle 111\rangle$ タイプ) では説明できない変位が発生していることがわかる。それを裏づけるように、ファセット転位端部近傍での等厚縞が不連続になっている。

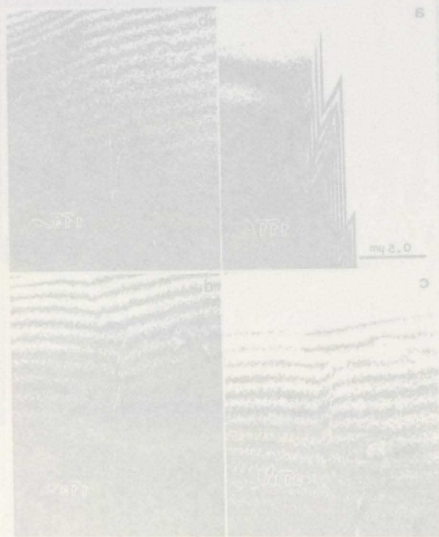


図3-2-10 異なる結晶相の界面に於ける格子欠陥の観察 (Pond and Vitek, 1977)

VI 弱ビームαフリンジ法による粒界剛体並進成分の測定

1. 本章の目的

積層欠陥コントラストの一般的な理論は、WhelanとHirschによって既に30年前ほどの昔に完成された(Whelan and Hirsch, 1957)。積層欠陥のコントラストの理論は、共通回折条件を用いれば規則界面の解析に適用することができ、Pondらはアルミニウムの非整合双晶境界におけるフリンジの濃淡を計算像と比較することによって結晶粒間の剛体並進成分を解析した(Pond and Vitek, 1977)。また、丸川も独立にシリコン鉄の{112}双晶境界の観察を行い(Marukawa, 1977)、{112}双晶境界の整合性について検討した。Pondらが始めたこの方法はαフリンジ法と呼ばれている(Papon et al., 1984)。共通回折条件を利用すると規則境界における2結晶粒間の剛体並進移動Rを測定することができ、実際、Paponらは、ゲルマニウムのΣ5粒界についてαフリンジ法を適用して2結晶粒間の並進成分を測定している。

原子列の直接観察が行えるものの、分解能の制約から特定の方向に入射ビームの方向が制限される格子像法と違って、αフリンジ法はR値の3次元的な測定ができるという点で優れた方法であり、小さな位相角 $\alpha (=2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$ に対して高精度であることがわかっている(Pond et al., 1977)。

Pondらのαフリンジ法は、ブラッグ反射に近いところで観察するものであるが、αフリンジ法の弱ビーム条件下での試みは今日まで積極的になされてはいない。本章では、積層欠陥および非整合双晶境界の弱ビームコントラストを検討して、規則境界における結晶粒間の剛体並進変位についての新しい測定法の基礎を築くことを目的とする。この方法によれば、R値の決定に際して、膜厚、ビームの方位、消衰距離など誤差を生じ安いパラメータを含むαフリンジ法に必要な像計算の過程を省略することができ、しかも、位相角の大きさに無関係に、かなりの精度でR値を電顕写真から直接決定することができる。

2. 積層欠陥コントラストの理論

2波回折条件下での積層欠陥の薄膜試料下面でのコントラストは、電子線の吸収がない場合以下のようにして求められる(Hirsch et al., 1965)。

(3.2.37)式を(3.2.36)式を使って書き直すと、

$$\psi(\mathbf{r}) = \psi^{(1)} \{ C_0^{(1)} \exp(2\pi i \mathbf{k}^{(1)} \cdot \mathbf{r}) + C_0^{(1)} \exp(2\pi i (\mathbf{k}^{(1)} + \mathbf{g}) \cdot \mathbf{r}) \} \\ + \psi^{(2)} \{ C_0^{(2)} \exp(2\pi i \mathbf{k}^{(2)} \cdot \mathbf{r}) + C_0^{(2)} \exp(2\pi i (\mathbf{k}^{(2)} + \mathbf{g}) \cdot \mathbf{r}) \} \quad (6.2.1)$$

となる。上式は、完全結晶中の波動関数は、一定の振幅と一定の波数ベクトルをもって結晶中

かなように透過波 $\phi_0(z)$ と回折波 $\phi_0(z)$ の間の相互作用は弱くなって独立して振舞うようになる (多波の回折条件においても弱ビーム条件下での各回折波の独立性は同様にして言えるはずである)。その結果、

$$\phi_0(z) = \exp(2\pi i \gamma^{(1)2} z) \phi_0(0) \quad (6.2.11)$$

$$\phi_0(z) = \exp(2\pi i \gamma^{(2)2} z) \phi_0(0) \quad (6.2.12)$$

となって、試料上面での境界条件で定められた振幅は単に位相変化を受けるだけであり、試料下面での各波の強度は境界条件で決められた値が保存されて観察される。このことは完全な弱ビーム条件では等厚縞が現れないことを意味する。実際の観察では w 値は有限の十分な大きさにして行うので $w \rightarrow \infty$ における解析値に対する誤差は小さい (IV-6 参照)。(6.2.11) と (6.2.12) は、次の意味で重要であろう。入射ビームが完全に平面波であれば、試料表面での回折波の振幅を 0 とおくことができる。平行でないビームが入射するときは、0 でない $\phi_0(0)$ の波が透過し、それが試料下面で観察されることになるのでバックグラウンドとなる。非常に弱い回折波を観察する弱ビーム法ではこの効果をできるだけ避けることが必要であり、良い像を得るためには入射ビームの平行度をできるだけ向上させるのが望ましい。

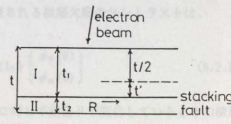


Fig. 6.2.1 膜厚 t の薄膜中に存在する積層欠陥の位置を示す模式図

今、図 6.2.1 のように、厚み t の結晶中に試料表面からの深さ t_1 のところに積層欠陥が導入されている場合を考える。結晶 I と II の方位が等しいときに、結晶 I を固定し結晶 II を相対的に R だけ並進移動させて観察される積層欠陥のフリッジは α フリッジと呼ばれる (Amelinckx et al., 1970)。各領域における行列 C を具体的に書くと、

$$C(I) = \begin{pmatrix} \cos \beta/2 & \sin \beta/2 \\ -\sin \beta/2 & \cos \beta/2 \end{pmatrix} \quad (6.2.13)$$

$$C(II) = \begin{pmatrix} \cos \beta/2 & \sin \beta/2 \\ -\sin(\beta/2) \exp(-i\alpha) & \cos(\beta/2) \exp(-i\alpha) \end{pmatrix} \quad (6.2.14)$$

となる。ここで、 $\alpha = 2\pi g \cdot R$ (6.2.15)

の面を α で表すとき、試料の厚さを t とし、入射ビームの方向を z 軸とすると、試料の厚さを t とする。このとき、試料の厚さを t とし、入射ビームの方向を z 軸とすると、試料の厚さを t とする。

$$(6.2.1) \quad \psi(x, z) = \psi_0(x) \exp(i\pi z / \lambda) + \psi_1(x) \exp(-i\pi z / \lambda)$$

$$(6.2.2) \quad \psi(x, 0) = \psi_0(x) + \psi_1(x) = \psi_0(x) \exp(i\pi z / \lambda) + \psi_1(x) \exp(-i\pi z / \lambda)$$

$$(6.2.3) \quad \psi(x, t) = \psi_0(x) \exp(i\pi t / \lambda) + \psi_1(x) \exp(-i\pi t / \lambda)$$

$$(6.2.4) \quad \psi(x, t) = \psi_0(x) \exp(i\pi t / \lambda) + \psi_1(x) \exp(-i\pi t / \lambda)$$

$$(6.2.5) \quad \begin{pmatrix} \psi_0(x) \\ \psi_1(x) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos(\pi t / \lambda) & i \sin(\pi t / \lambda) \\ i \sin(\pi t / \lambda) & \cos(\pi t / \lambda) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \psi_0(x) \\ \psi_1(x) \end{pmatrix}$$

この式から、試料の厚さを t とし、入射ビームの方向を z 軸とすると、試料の厚さを t とする。このとき、試料の厚さを t とし、入射ビームの方向を z 軸とすると、試料の厚さを t とする。

$$(6.2.6) \quad \psi_0(x) = \cos(\pi t / \lambda) \psi_0(x) + i \sin(\pi t / \lambda) \psi_1(x)$$

$$(6.2.7) \quad \psi_1(x) = i \sin(\pi t / \lambda) \psi_0(x) + \cos(\pi t / \lambda) \psi_1(x)$$

$$(6.2.8) \quad \psi_0(x) = \cos(\pi t / \lambda) \psi_0(x) + i \sin(\pi t / \lambda) \psi_1(x)$$

3. 弱ビーム条件下での積層欠陥 α フリンジ像

3-1 積層欠陥部における干渉縞のずれの表現

弱ビーム条件において観察される α フリンジがどのようなか (6.2.21) 式を用いて数値計算した結果がアルミニウムの場合について Fig. 6.3.1 に示されている。計算は加速電圧 1000 kV についてである。試料の仮定した幾何学的な形状は表 6.3.1 に示す通りである。P1 と P2 はそれぞれ試料下表面および試料上表面の面法線、 n は積層欠陥の面法線、 h は入射ビームの方向である。

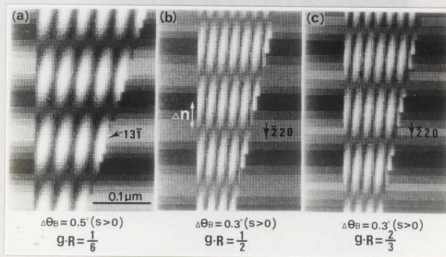


Fig. 6.3.1 弱ビーム α フリンジ計算像 (暗視野像)

表 6.3.1

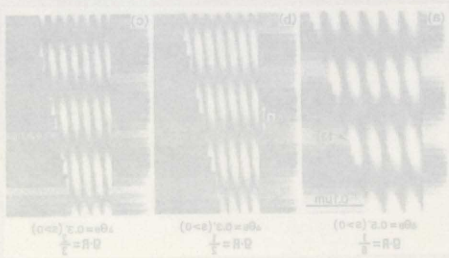
	h	$\Delta \theta$	s	R
(a)	[1 1 4]	0.5°	+	$a/6[-1 1 1]$
(b)	[0 0 1]	0.3°	+	$a/4[0 1 0]$
(c)	[0 0 1]	0.3°	+	$a/6[-1 1 1]$

$P1 = [0 0 1], P2 = [1 -1 5], n = [1 1 1]$

図の欠陥部で等厚縞と等しい周期で白く光って見えるレンズ状の像が弱ビーム条件下での α

... 角で与えられる散乱波のつり合点...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...

距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...



(a) (b) (c) 距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...

1.1.3項

θ	α	$\alpha \sin \Delta$	δ
$(1.1.1) \theta_0$	π	$\pi \sin \Delta$	(a)
$(1.1.1) \theta_0$	π	$\pi \sin \Delta$	(b)
$(1.1.1) \theta_0$	π	$\pi \sin \Delta$	(c)

$(1.1.1) \theta_0, (1.1.1) \theta_0, (1.1.1) \theta_0$

... 距離の中心を原点とする座標系...
 ... 距離の中心を原点とする座標系...

フリンジである。計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

$\phi_s(t) = \dots$

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

$|\phi_s(t)|^2 = \dots$

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

$|\phi_s(t)|^2 = \dots$

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

$|\phi_s(t)|^2 = \dots$

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

$|\phi_s(t)|^2 = \dots$

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

$|\phi_s(t)|^2 = \dots$

... 計算の具体的なプロセスは、蛍光板の各点に相当する部分での積厚を求め、(6.2.21)式の完全解を用いて $|\phi_s(t)|^2$ を計算し、濃度レベルを10段階において示してある。 $\Delta\theta_0$ は正確なブラッグ反射位置からのはずれを示す角度である。

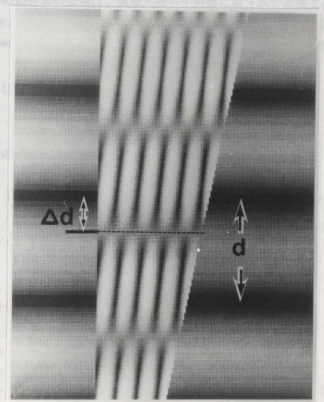


Fig.6.3.2 弱ビーム条件下における積層欠陥のαフリンジ像

αフリンジのレンズ模様は、Fig.6.3.2に示したように、等厚線の強度の極小の位置から Δd だけ離れた場所で見える。Whelanらは、この点をαフリンジのri-versalが生じるところとして記述した(Whelan et al.,1957)。本論文では、後述する理由により、ここをαフリンジの等強度線とすることにする。等強度線での回折波の強度は、母相中の等厚線と等しい強度のところと接続していることがわかる。

等厚線の周期を d で表すと比 $\Delta n = \Delta d / d$ は、計算像から直感的にわかるように次の関係で表される。

$g \cdot R = \Delta n \operatorname{sgn}(s) \quad (6.3.1)$

面の傾斜角を \$\theta\$ とする。 \$\theta\$ は \$\alpha\$ の関数として、 \$\theta = \theta(\alpha)\$ と表わす。 \$\theta\$ は \$\alpha\$ の関数として、 \$\theta = \theta(\alpha)\$ と表わす。 \$\theta\$ は \$\alpha\$ の関数として、 \$\theta = \theta(\alpha)\$ と表わす。

$$(6.3.1) \quad \sin^2 \beta \{1 - \cos \gamma \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \gamma\}$$

式 (6.3.1) は、 \$\beta\$ が \$\alpha\$ の関数として、 \$\beta = \beta(\alpha)\$ と表わす。

$$(6.3.2) \quad \sin^2 \beta \{1 - \cos \gamma \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \gamma\}$$

$$(6.3.3) \quad \sin^2 \beta \{1 - \cos \gamma \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \gamma\}$$

...

$$\dots$$

$$\dots$$

...

$$(6.3.4) \quad \sin^2 \beta \{1 - \cos \gamma \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \gamma\}$$

...

\$\Delta n > 0\$、膜の薄い側から膜の厚い側に向かってのフリンジのずれを測定するとき \$\Delta n < 0\$ と定義すると (6.3.1) 式が成立することがわかる。(6.3.1) 式によれば、3枚の弱ビーム写真から \$R\$ を帰納的に決めることができ像計算の過程を省略できる。この方法を弱ビーム \$\alpha\$ フリンジ法と呼ぶことにする。弱ビーム \$\alpha\$ フリンジ法は並進成分の絶対測定が行えるという意味で重要な新しい方法である。共通回折条件を用いれば規則境界の剛体並進移動の測定が行える。

(6.3.1) 式の導出は、 \$\delta\$ を含んだ形で行うと、よりはっきりする。(6.2.21) 式から回折波の強度は、 \$\cos \beta = +1\$ (\$\omega > +1\$) または \$\cos \beta = -1\$ (\$\omega < -1\$) の条件のもとで次のように書くことができる。

$$(6.3.1) \text{ 式は、 } \dots$$

$$|\phi_0(t)|^2 = \sin^2 \beta / 2 \{2 - \cos(\pm \alpha + 2\gamma) - \cos(\gamma + \delta) + \cos(\pm \alpha + \gamma + \delta) + \cos(\pm \alpha + \gamma - \delta) - \cos(\gamma - \delta) - \cos(\pm \alpha)\}$$

$$= \sin^2 \beta \{1 - \cos \gamma \cos \delta + \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \delta - \cos(\gamma \pm \alpha) \cos \gamma\}$$

$$= \sin^2 \beta \{1 \mp 2 \cos \delta \sin(\alpha/2) \sin(\gamma \pm \alpha/2) - \cos \gamma \cos(\gamma \pm \alpha)\} \quad (6.3.5)$$

ただし、複号は、 \$\cos \beta = \pm 1\$ と同順である。 \$|\phi_0(t)|^2\$ が積層欠陥の深さに依存しない場所は、 \$\delta\$ を含む第2項が0であるところである。そこでの膜厚 \$t_0\$ は、

$$\gamma \pm \alpha/2 = n\pi, \quad n=0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad \text{の式より、}$$

\$\Delta k = (\epsilon_0^*)^{-1}\$ の関係に注意すると、

$$t_0 = (n \mp \alpha/2\pi) \epsilon_0^*, \quad n=0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (\text{複号は、 } \cos \beta = \pm 1 \text{ と同順}) \quad (6.3.6)$$

で与えられる。

膜厚 \$t_0\$ における回折波の強度 \$|\phi_0(t_0)|^2\$ は、(6.3.6) を (6.3.5) 式へ代入することにより、

$$|\phi_0(t_0)|^2 = \sin^2 \beta \{1 - \cos \gamma \cos(\gamma \pm \alpha)\}$$

$$= (\sin^2 \beta / 2) (1 - \cos \alpha) \quad (6.3.7)$$

となる。

積層欠陥部以外の場所における回折波の強度 \$|\phi_0(t)|^2_{n \neq 0}\$ は、(6.3.5) 式で \$\alpha=0\$ において得られる。

$$\text{その結果、 } |\phi_0(t)|^2_{n \neq 0} = (\sin^2 \beta / 2) (1 - \cos 2\gamma) \quad (6.3.8)$$

したがって、膜厚 $t\alpha$ においては、 $2\gamma = 2n\pi \mp \alpha$ だから、

$$|\phi_0(t\alpha)|^2_n = (\sin^2 \beta/2)(1 - \cos \alpha) \quad (6.3.9)$$

(6.3.7)と(6.3.9)が等しい値であることから、膜厚 $t\alpha$ のところでは、積層欠陥のあるなしに関係なく、回折波の強度が一定であることがわかる。(6.3.6)式から、 $\alpha > 0$ のときは、回折波の強度が一定の線(これを α フリンジの等強度線と呼ぶ)が、等厚線の周期に対して

($\alpha/2\pi$)の割合だけ、膜厚の小さくなる方向に向かって($w < 0$ のとき)、または、膜厚の増大する方向に向かって($w < 0$ のとき)ずれることがわかる。したがって、(6.3.1)式が同出される。

(6.3.1)式は、パーガースベクトルを決定するための式、

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n \operatorname{sgn}(s) \quad (4.4.4)$$

と形式的に等しいことがわかる。2つの式を加えて、

$$\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} + \mathbf{R}) = (n + \Delta n) \operatorname{sgn}(s) \quad (6.3.10)$$

この式は、積層欠陥部における干渉縞の形状が転位の歪場による湾曲と結晶粒間の剛体並進移動にともなう一様なずれによって決められることを示している。

3-2 撮影に際しての試料の傾斜角と測定限界についての検討

図6.3.3は、 α フリンジの像がブラッグ反射位置から変化する様子より、 0.1° ずつ試料の傾斜角を変えながら(6.2.21)式に従って計算した結果を示したもので、 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 2/3$ の場合である。試料はアルミニウム、加速電圧は1000kV、回折波は220を仮定した。転位の弱ビーム計算像と同様にブラッグ反射近傍では欠陥のコントラストは激しく変化するのに対して、ブラッグ反射位置から傾くと像の変化は単調になる。ブラッグ反射近傍で像の変化が激しいことは小さい位相角の検出に有利であることを意味する。良い解析精度を出すためには、 w 値を1よりも十分大きくとれば良いが干渉縞のコントラストは低下する。加速電圧1000kVにおけるアルミニウムの220反射のブラッグ角は 0.117° であるので、計算像から判断すると転位の弱ビーム計算結果と同様にブラッグ角の1~2倍以上に試料を傾斜させればよいことがわかる。

弱ビーム条件においては、像のコントラストが弱くなるので小さい R についての α フリンジの検出限界を検討しておく必要がある。図6.3.4は $g=220$ 、加速電圧1000kVのときのアルミニウムについての弱ビーム計算像(暗視野像)を示したものである。各暗視野像のブラッグ反射位置からのはずれの角度 $\Delta\theta_0$ は 0.3° としてある。 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ の値は以下に示す通りである。

(a) $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0.00$ 、(b) $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0.001$ 、(c) $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0.005$ 、(d) $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0.01$ 、(e) $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0.03$ 。

図6.3.3 α フリンジの像がブラッグ反射位置から変化する様子

...の傾きに伴うαラブリッジの変化
 (a) $\theta = 0^\circ$ (b) $\theta = 0.1^\circ$ (c) $\theta = 0.2^\circ$
 ...
 (d) $\theta = 0.3^\circ$ (e) $\theta = 0.4^\circ$ (f) $\theta = 0.5^\circ$

(a) $\theta = 0^\circ$ (b) $\theta = 0.1^\circ$
 (c) $\theta = 0.2^\circ$ (d) $\theta = 0.3^\circ$
 (e) $\theta = 0.4^\circ$ (f) $\theta = 0.5^\circ$

...の傾きに伴うαラブリッジの変化
 (a) $\theta = 0^\circ$ (b) $\theta = 0.1^\circ$ (c) $\theta = 0.2^\circ$
 (d) $\theta = 0.3^\circ$ (e) $\theta = 0.4^\circ$ (f) $\theta = 0.5^\circ$

...の傾きに伴うαラブリッジの変化
 (a) $\theta = 0^\circ$ (b) $\theta = 0.1^\circ$ (c) $\theta = 0.2^\circ$
 (d) $\theta = 0.3^\circ$ (e) $\theta = 0.4^\circ$ (f) $\theta = 0.5^\circ$

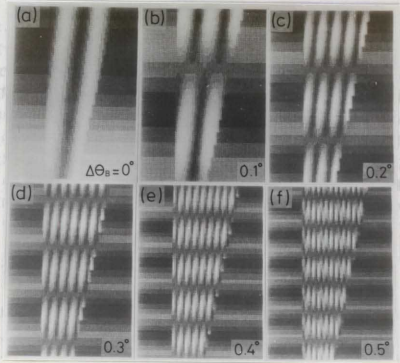


Fig.6.3.3 ブラッグ反射位置からの傾きに伴うαラブリッジの変化

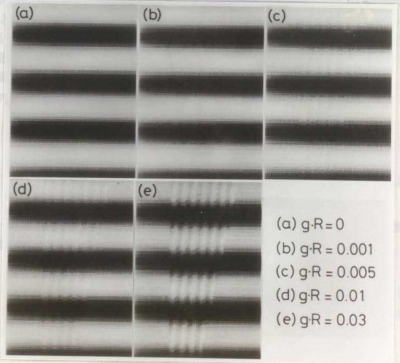


Fig.6.3.4 小さな位相角に対するαラブリッジの変化

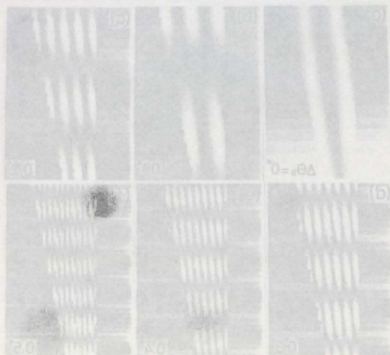


図6.3.10 異なる方位角でのα値の測定結果を示す。Dは0.04 nmである。

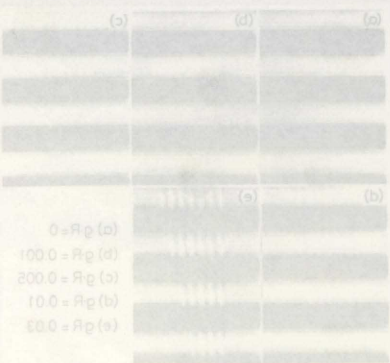


図6.3.11 異なる方位角でのα値の測定結果を示す。Dは0.04 nmである。

階調表示は、最低の強度を1、最大の強度を10とした粗い表示であるにもかかわらず、 Δn 値が0.5%程度でも α フリンジ像の出現を認めることができる。

α 値が0でない限り階調を細かくとって計算すれば Δn 値の識別限界はいくらでも向上する。しかし、実際の写真では試料表面の粗さが精度の高い階調測定を制限し、また、試料の膜厚および部分的な方位変化によって干渉縞の湾曲がおこるので、干渉縞の形状的な面からの測定精度についての制約がある。しかし、後ほど検討するようにステンス模層欠陥の微小変位の測定では、数%の Δn 値の測定が可能であったことを考慮すると実際の測定限界は1%以下の高精度にもたすことができると考えられる。特に原子番号が大きい試料ほど散乱能が増大し、小さな α 値に対しても弱ビーム α フリンジ像のコントラストの向上が期待されるので解析精度が上昇するものと思われる。

3-3 α フリンジの等強度線の存在位置に及ぼす系統反射の影響

系統反射以外の強い反射は、入射ビームに対する試料の方位を変化させることにより避けることができ、図6.3.10(c)に示すように、干渉縞の乱れを消すことが可能である。整合双晶境界の場合は、R成分が0であるので界面における系統反射の影響は問題ではないが、R値が0でない場合には、等強度線の位置に系統反射の効果が現れることが期待される。

系統反射の効果は、 n の回折波 ϕ_{n0} が、 g の回折波 ϕ_g を選択している対角綫の中へ散乱されることによってもたらされる。 ϕ_{n0} から ϕ_g への散乱は、 ϕ_{n0} を入射波とみなしたときの ϕ_g への $(1-n)g$ の回折ベクトルを持つ波 $\phi_{(1-n)0}$ の生成として考えると、この場合の等厚縞の周期は、膜厚方向に $g_{(1-n)0}$ に等しい。 g の偏差パラメータの符号を $\text{sgn}(s)$ とすると、 $\phi_{(1-n)0}$ の偏差パラメータの符号は、 $-\text{sgn}(s)$ である。

$\phi_{(1-n)0}$ の波がもたらす等厚縞のずれの割合 $\Delta n'$ は、

$$\begin{aligned} \Delta n' &= (1-n)g \cdot R / (-\text{sgn}(s)) \\ &= (n-1)\Delta n \end{aligned} \quad (6.3.11)$$

ここで、 $g \cdot R = \Delta n \text{sgn}(s)$ を用いた。観察される等厚縞の周期 d は、比例定数を p として、それぞれの波について、十分な弱ビーム条件下で、

$$d_0 = p \xi_0^{-1} = ps^{-1} \quad (6.3.12)$$

$$d_{(1-n)0} = p \xi_{(1-n)0}^{-1} = p((n-1)s)^{-1} \quad (6.3.13)$$

したがって、見かけの等強度線のずれは、それぞれ、

4. 回折面の方位変化を伴う場合の弱ビームαフリンジ像

積層欠陥においては、積層欠陥で結ばれる結晶粒間の方位変化はほとんどないが、粒界では共通回折面が存在してもブラッグ角程度の方位のずれは避けられない。ここでは、そのような場合についての弱ビームαフリンジ像について検討する。計算に際しては、(6.2.18)の散乱行列 $P(t)$ のパラメータ β と $\gamma^{(1)}$ を修正した偏差パラメータ $(s+\Delta s)$ で表せばよい。それを $P(t)'$ で表すと、方位変化のある場合のαフリンジ像は以下の式で与えられる。

$$\begin{pmatrix} \phi_a(t) \\ \phi_o(t) \end{pmatrix} = P(t_2)' P(t_1) \begin{pmatrix} \phi_a(0) \\ \phi_o(0) \end{pmatrix} \quad (6.4.1)$$

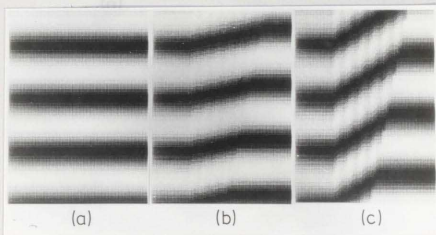


Fig.6.4.1 $\alpha=0$ の場合の粒方位の相対的な変化に対するsフリンジの像の変化

Fig.6.4.1は、前節で行ったのと同じ試料(アルミニウム)を仮定して $\alpha=0$ の場合について積層欠陥像を積層欠陥の下方の粒方位を上方の粒方位に対して変化させながら計算したものである。 $g=220$ を仮定した。このとき、ブラッグ角は 0.17° であるので、ブラッグ角の2~3倍程度の方位差が生じれば明確に認識できるs値に由来したフリンジが生じることがわかる。ここではこのフリンジをαフリンジにならってsフリンジと呼ぶことにする。ここで注目すべきことはsフリンジが母相の等厚線と連続であることである。

この連続性は、Fig.6.4.2に示すように $\alpha \neq 0$ とすることで破られる。これは $g \cdot R=2/3$ の場合である。

トラストは結晶粒間の方位差が $\alpha \neq 0$ であるような状態にあるいは粒界の連続の格子間トラストとして現れることが期待された。

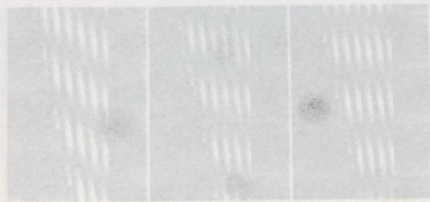


図4 高クロム鋼の角粒界の観察例(暗視野像)



図5 高クロム鋼の角粒界の観察例(暗視野像)

高クロム鋼の角粒界の観察例(暗視野像)であり、Fig.6,4(c)の計算結果と良く似たコントラストを生じている。母相中で観察される等厚縞は境界の両側で異なり、かつ20Å間隔の非常に細かく並んだ弱いコントラストの転位の列が重畳して観察される。この例では、結晶粒間の剛体並進移動は発生していないことがわかる。

Fig.6,4(c)は高クロム鋼の角粒界の観察例(暗視野像)であり、Fig.6,4(c)の計算結果と良く似たコントラストを生じている。母相中で観察される等厚縞は境界の両側で異なり、かつ20Å間隔の非常に細かく並んだ弱いコントラストの転位の列が重畳して観察される。この例では、結晶粒間の剛体並進移動は発生していないことがわかる。

図5 高クロム鋼の角粒界の観察例(暗視野像)

5-1-1 電解水素チャージ法と水素脆性

異種欠陥が材料中に導入される機構としては、転位の拡散による機構、加工で発生した点欠陥の集合による機構、もれ転位の非弾性運動による空孔形成や原子間空位の移動による空孔形成機構(鈴木ら、1978)、急冷帯粒空孔の形成による空孔機構(鈴木、1987)が知られている。加工による鉄素欠陥の導入は、一般には、母相中での転位密度を上げさせるので、母相に欠陥には注目されていないと考えられる。また、高圧からの急冷処理による空孔形成の導入も母相中に空孔が導入されることが予想された。しかし、これらの問題は、母相への鉄素欠陥の導入による鉄素欠陥の導入によって回避できる。この方法は電解分解による鉄素の溶解面に高い水素イオン濃度を生じさせて水素を導入する方法であり、鉄素の溶解速度(10⁻³g/cm²・h)における溶解速度の低率の溶解の速度において用いられた。溶解速度はメッキ等の電解化学的処理によって鉄素中に高濃度の水素が導入されることに類似し、溶解速度が大きいほど水素脆性が高いことが知られている(鈴木ら、1987)。水素脆性を高める材料は、フェライト系鋼材料ばかりでなく、316オーステナイト系ステンレス鋼の母相材料の電解水素チャージによる脆化(Williams et al., 1985)、2相ステンレス鋼母相の電解水素チャージによるオーステナイト相およびフェライト相の脆化(藤山ら、1982)、電解水素チャージした304鋼の母相材料における母相水素脆化(鈴木ら、1987)、304鋼の母相材料の電解水素チャージによる脆化(Williams, 1987)などが報告されている。母相材料ばかりでなく、フェライト系鋼(鈴木ら、1981)、316系鋼(鈴木ら、1982)の電解水素チャージによる脆化も報告された。

電解水素チャージ法はこのような水素脆性の研究に対して広く利用されたが、電解水素チャージ法は何万気圧の水素圧での水素電流に相当するイオン電流密度における実効的な水素チャージの条件をめぐって研究領域での意見の一致を見だしにくい問題があった。例えば、水素電流をすると鉄素材料が脆化するかどうかは脆化現象を数行挙げて考慮すべき重要な問題であり、鉄鋼、304系ステンレス鋼、純鉄、Fe-C合金などの材料の電解水素チャージによる引張り変形挙動の増大は水素脆化による脆化を示していると考えられる(鈴木、1979; 佐野、小宮、1980)。電解鉄、Fe-C合金の電解水素チャージによる変形挙動の増大を認め(鈴木ら、1977,1980)。そして、一般に母相中では水素脆化による脆化があること

5. 弱ビームαフリンジ法による積層欠陥の解析

2波の弱ビーム回折条件を仮定すると(6.3.1)が成立することが導かれた。この節では同式の有用性を面心立方晶の積層欠陥の解析例で示すことにする。

5-1 電解水素チャージ法による試料作製

5-1-1 電解水素チャージ法と水素脆性

積層欠陥が試料中に導入される機構としては、転位の拡張による機構、加工で発生した点欠陥の集合による機構、らせん転位の非保存運動による空孔型および格子間原子型の積層欠陥形成機構(鈴木ら、1978)、急冷凍結空孔の凝集による形成機構(鈴木、1967)が知られている。加工による積層欠陥の導入は、母相中での転位密度を上昇させるので、弱ビーム観察には適当でないと考えられる。また、高温からの急冷処理による過剰空孔の導入も母相中に熱歪が導入されることが予想された。しかし、これらの難点は、薄膜中への陰極電解水素チャージ法による積層欠陥の導入によって回避できる。この方法は電気分解により陰極の試料表面に高い水素イオン濃度を生じさせて水素を導入する方法であり、航空機の高張力鋼(引張り強さ $\sim 140\text{kg/mm}^2$)における遅れ破壊の機構の解明の研究において用いられてきた。遅れ破壊はメッキ等の電気化学的処理によって鉄鋼中に水素が吸蔵されることに起因し、鉄鋼の強度が大きいほど水素感受性が高いことが知られている(岩田ら、1966)。水素脆化を起こす材料は、フェライト系鉄鋼材料ばかりでなく、310オーステナイトステンレス鋼の薄板試料の電解水素チャージによる脆化(Whiteman et al., 1965)、2相ステンレス鋼薄板の長時間電解水素チャージによるオーステナイト相およびフェライト相の脆化(福山ら、1982)、電解水素チャージしたSUS304鋼の液体窒素温度における低温水素脆化(栗林ら、1983)、SUS304L鋼の薄板試料の電解水素チャージによる脆化(Holzworth, 1969)などが報告されている。鉄鋼材料ばかりでなく、モリブデン(諸住ら、1981)、Al-Mg合金(大西ら、1981)の電解水素チャージによる脆化も報告された。

電解水素チャージ法はこのように水素脆性の研究において盛んに利用されたが、電解水素チャージ法は何万気圧もの高圧下での水素吸蔵に相当するような極限状況における実験であるため水素チャージの条件をめぐって研究者間での意見の一致を見いだす難い側面があった。例えば、水素吸蔵をすると鉄鋼材料が硬化するかどうかは脆化現象を取り扱う上で考慮すべき重要な課題であり、軟鋼、SUS430ステンレス鋼、純鉄、Fe-Cr鋼などの試験片の電解水素チャージによる引張り変形応力の増大は水素添加による硬化を示していると考えられ(浅野、西野、大場、1979、浅野、小泉、1980)、電解鉄、Fe-Cr合金の電解水素チャージによる変形応力の増大を認め(羽木ら、1979、1980)、そして、一般に商用鋼では水素添加による硬化がおきると

図6.5.1 (a) (b) (c) (d) (e) 積層欠陥の形成機構と積層欠陥の拡大像。 (a) 欠陥の形成機構。 (b) 欠陥の形成機構。 (c) 欠陥の形成機構。 (d) 欠陥の形成機構。 (e) 欠陥の形成機構。

積層欠陥の形成機構と積層欠陥の拡大像。 (a) 欠陥の形成機構。 (b) 欠陥の形成機構。 (c) 欠陥の形成機構。 (d) 欠陥の形成機構。 (e) 欠陥の形成機構。



(d) 欠陥の形成機構 (e) 欠陥の形成機構

積層欠陥の形成機構と積層欠陥の拡大像。 (a) 欠陥の形成機構。 (b) 欠陥の形成機構。 (c) 欠陥の形成機構。 (d) 欠陥の形成機構。 (e) 欠陥の形成機構。

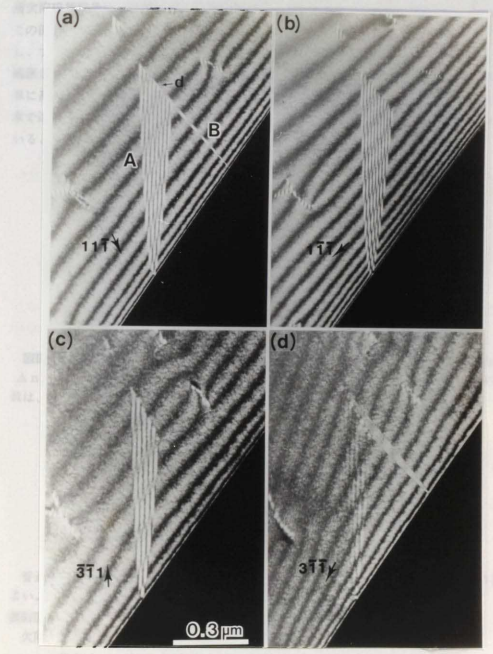
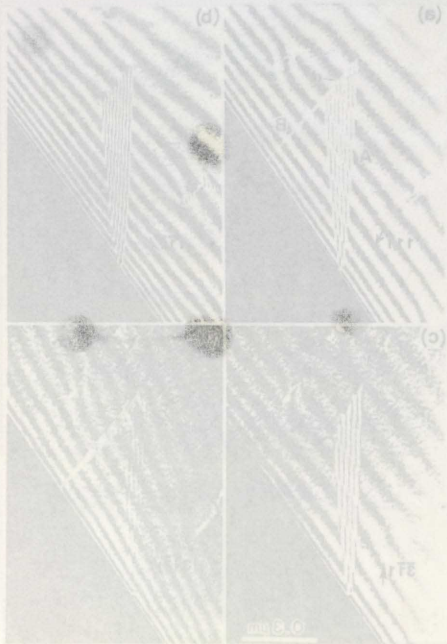


Fig. 6.5.2 水素チャージによって導入されたSUS316鋼の積層欠陥AおよびB。 A//(-1 1)、B//(-1 1)。積層欠陥AとBの交線部dにはa/6<110>タイプのスデアロッド転位が存在している



のコントラストを与えることがわかる。電子線の吸収があるときは、ブラッグ反射近傍での積層欠陥暗視野像は、膜厚に対して非対称になることが分かっている (Hirsch et al., 1965) が、この例では欠陥部のコントラストは膜厚に対して対称であり、吸収の影響が見られない。しかし、ブラッグ反射における(111)積層欠陥の暗視野像は非対称なコントラストとしてしばしば観察されるので、弱ビーム条件における積層欠陥コントラストが膜厚に関して示す対称性は、単に高エネルギー電子線による吸収断面積の減少によるものではないことは明らかである。III章で述べたように弱ビーム条件では積層欠陥コントラストに対する吸収の影響が小さくなっていると考えられる。

表6.5.2 FIG.6.5.2における $\Delta n(A)$ と $\Delta n(B)$ の値

Photo.	g	sgn(s)	$\Delta n(A)$	$\Delta n(B)$
(a)	1 1-1	+1	-1/3, 2/3	-1/3, 2/3
(b)	1-1-1	-1	-1/3, 2/3	—
(c)	-3-1 1	-1	1/3, -2/3	0, ± 1
(d)	3-1-1	+1	0, ± 1	1/3, -2/3

表6.5.2にFIG.6.5.2の各積層欠陥部における干渉縞のずれの割合 Δn の値をまとめて示す。 Δn の定め方には整数分の食い違いが許される。 g_1, g_2, g_3 を回折ベクトルとすると変位Rは、次式から求められる。

$$\begin{aligned}
 g_1 \cdot R &= \Delta n_1 + p_1 \\
 g_2 \cdot R &= \Delta n_2 + p_2 \\
 g_3 \cdot R &= \Delta n_3 + p_3
 \end{aligned} \tag{6.5.1}$$

ただし、 $p_i = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots$ なる整数である。

普通、Rの値としては、最も小さいものを選んでDSC格子の単位胞内にあるようにすればよい。

表6.5.2からRを求めると、

欠陥Aの場合、

$$\begin{aligned}
 R(A)_1 &= a/3[1, -1, 1], R(A)_2 = a/6[-1, -2, -1], R(A)_3 = a/6[2, 1, 5] \\
 R(B)_1 &= a/6[1, -1, 2], R(B)_2 = a/6[-2, -1, -1], R(B)_3 = a/6[1, 2, 5]
 \end{aligned}$$

となる。

R(A)同士R(B)同士は、格子ベクトル分の差でつながっており、

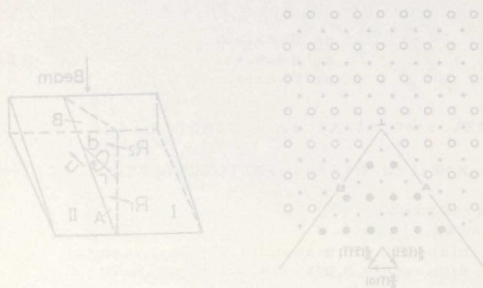
$$\begin{aligned} \mathbf{R}_1 \cdot \mathbf{R}_1 \mathbf{a} &= \mathbf{a}(\mathbf{A})\mathbf{R}_1 - (\mathbf{A})\mathbf{R}_1 \\ \mathbf{R}_1 \cdot \mathbf{R}_1 \mathbf{b} &= \mathbf{b}(\mathbf{A})\mathbf{R}_1 - (\mathbf{A})\mathbf{R}_1 \\ \mathbf{R}_1 \cdot \mathbf{R}_1 \mathbf{c} &= \mathbf{c}(\mathbf{A})\mathbf{R}_1 - (\mathbf{A})\mathbf{R}_1 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{R}_2 \cdot \mathbf{R}_2 \mathbf{a} &= \mathbf{a}(\mathbf{B})\mathbf{R}_2 - (\mathbf{B})\mathbf{R}_2 \\ \mathbf{R}_2 \cdot \mathbf{R}_2 \mathbf{b} &= \mathbf{b}(\mathbf{B})\mathbf{R}_2 - (\mathbf{B})\mathbf{R}_2 \\ \mathbf{R}_2 \cdot \mathbf{R}_2 \mathbf{c} &= \mathbf{c}(\mathbf{B})\mathbf{R}_2 - (\mathbf{B})\mathbf{R}_2 \end{aligned}$$

したがって(B)系と(A)系を比較すると

$$\begin{aligned} \mathbf{R}_1 \cdot \mathbf{R}_1 \mathbf{a} &= \mathbf{a}(\mathbf{B})\mathbf{R}_1 - (\mathbf{A})\mathbf{R}_1 \\ \mathbf{R}_1 \cdot \mathbf{R}_1 \mathbf{b} &= \mathbf{b}(\mathbf{A})\mathbf{R}_1 - (\mathbf{A})\mathbf{R}_1 \\ \mathbf{R}_1 \cdot \mathbf{R}_1 \mathbf{c} &= \mathbf{c}(\mathbf{B})\mathbf{R}_1 - (\mathbf{A})\mathbf{R}_1 \end{aligned}$$

ある面を以て境界面と見るとA系とB系は、互いに逆方向に傾き、その傾きの差が境界面に沿って生じる。この傾きの差が境界面に沿って生じる。この傾きの差が境界面に沿って生じる。この傾きの差が境界面に沿って生じる。



(a) 弱ビーμフリンジの等強度線が転位のところで連続になることを示す模式図

図6.5.6(a)のようにくさび型の試料中に導入された積層欠陥上に転位dが存在しているものとする。バーガス回路の定義の所で述べたように、転位線の正の方向は膜の薄い側から厚い側に向かってとる。転位dのまわりに図のような閉回路Γを作り、Γの正の方向を転位線を見おろして時計回りの向きにとる。電子線は、結晶粒Iに最初に入射するので、バーガス回路および変位ベクトルの定義により、転位dのバーガスベクトルb(d)は、次のようになる。

$$\mathbf{b}(d) = \oint_{\Gamma} d\mathbf{R} = \mathbf{R}_1 - \mathbf{R}_2 \quad (6.5.2)$$

となる。したがって、

$$\begin{aligned} \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} &= \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_1 - \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_2 \\ &= \Delta n_1 - \Delta n_2 \\ &= \Delta n \end{aligned} \quad (6.5.3)$$

転位端部で途切れる等厚線の数Δnは、2つの積層欠陥部での弱ビーμフリンジのずれの割合の差に等しい。式(6.5.2)は、転位が2つの異なる並進状態にある領域A、Bを連結するために導入されるものであることを意味している。

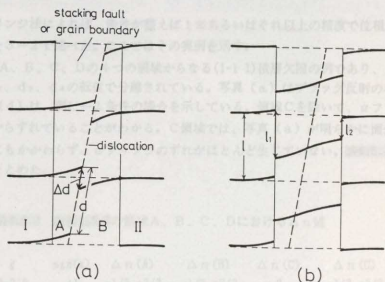


Fig. 6.5.6 弱ビーμフリンジの等強度線が転位のところで連続になることを示す模式図 (b) . $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}(0) \neq \text{sgn}(s)$ の場合で、積層欠陥(粒界)部において、結晶粒Iが結晶粒IIの上部にあるものとする。従って、転位dのバーガスベクトルは、 $\mathbf{R}(\mathbf{A}) - \mathbf{R}(\mathbf{B})$ に等しい。

入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞が記録される。この干渉縞は、二重入射角の異なる準平面波が干渉する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。

この干渉縞は、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。

この干渉縞は、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。

図 6.5.5 異なる入射角の準平面波による干渉縞の形成

異なる入射角の準平面波による干渉縞の形成。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。

異なる入射角の準平面波による干渉縞の形成

(1) 入射角	(2) 入射角	(3) 入射角	(4) 入射角	(5) 入射角	g	h
0°, 0°	0°	0°, 0°	0°, 0°	0°	0.5-0	(d)
0°, 0°	0°	0°, 0°	0°, 0°	0°	0.5	(c)
0°	0°	0°	0°	0°	1-1	(b)

異なる入射角の準平面波による干渉縞の形成。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。

っている。これらの干渉縞は、二重入射角の異なる準平面波による干渉縞と異なる。これは、二重入射角の異なる準平面波が伝播する際の干渉縞と異なる。

異なる入射角の準平面波による干渉縞の形成

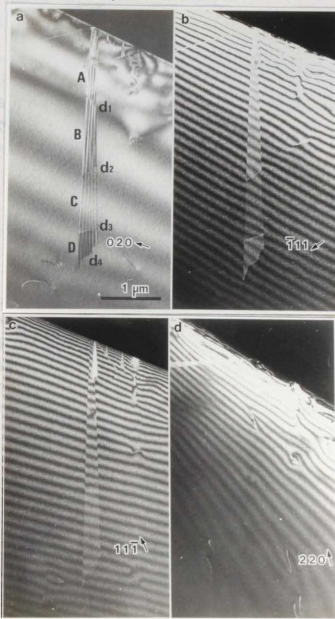
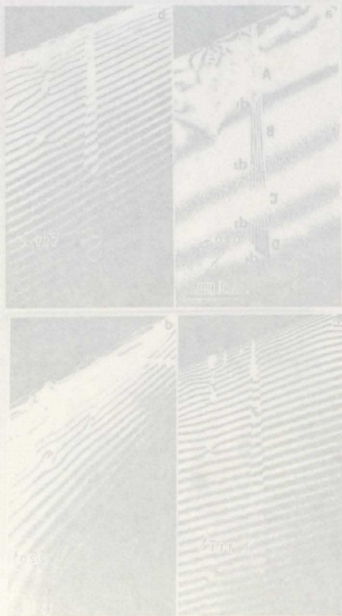


Fig. 6.5.7 いくつかの方位で隔てられた積層欠陥の暗視野像。写真(a):ブラッグ反射; 写真(b), (c), (d): 弱ビーム反射。積層欠陥はSUS316鋼への水素チャージで導入した



写真：(a) 試片で撮影した電子線回折図、(b) 試片の欠陥部を拡大撮影した電子線回折図、(c) 試片の欠陥部を拡大撮影した電子線回折図、(d) 試片の欠陥部を拡大撮影した電子線回折図

っているで、これらの転位は不完全転位でなければならない。以上のことを考慮して各変位を求めると、

$$R(A) = a/3[-2, -1, 1]$$

$$R(B) = a/6[-1, 1, 2]$$

$$R(C) \approx [0, 0, 0]$$

$$R(D) = a/6[-1, 1, 2]$$

となる。これらの値は、上の表を満足する。積層欠陥の右側に存在する結晶粒が最初に電子線が入射する粒であることがトレース解析の結果わかっているので先に述べたバーガース回路の定義によって、各転位のバーガースベクトルは次のように与えられる。

$$b(d_1) = R(A) - R(B) = a/2[-1, -1, 0]$$

$$b(d_2) = R(B) - R(C) = a/6[-1, 1, 2]$$

$$b(d_3) = R(C) - R(D) = a/6[1, -1, -2]$$

$$b(d_4) = R(D) = a/6[-1, 1, 2]$$

これらのバーガースベクトルはいずれも(1-1)面上に存在しているので、積層欠陥上の可動転位となっている。そのため、この積層欠陥は、格子転位が水素チャージによって拡張した結果生じた部分転位が、(1-1)面上を滑ることによって発生したものと考えられる。問題なのはC領域である。干渉縞のわずかなずれを検出するために、様々な写真についてデジタライズによる画像の取り込みを行い、さらに大型計算機で画像処理を行ってαフリンジの変曲点の位置を明瞭にすることにより、Δnの値を算出した。その結果を表5.5.3に示す。

表5.5.3

g	sgn(s)	Δn(C)
1-1 1	+1	0.033
-1 1 1	+1	0.041
0 2 0	+1	0.039
2 0 0	-1	0.056
2 2 0	-1	0.00

表5.5.3から最小自乗法によってRの値を求めると、

$$R(C) = a[-0.027, 0.026, -0.023]$$

面間の距離は約100Åであり、そのときの有効消衰距離は約100Åである。写真(d)では、欠陥部での等厚線の移動量は0であり、ステップの形成は観察されないほど小さい。C領域でステップの形成によって等厚線の移動が発生しているという心配はない。

$$\begin{aligned} (1,1,1) \text{面} &= (A) \text{相} \\ (1,1,1) \text{面} &= (B) \text{相} \\ (1,1,1) \text{面} &= (C) \text{相} \\ (1,1,1) \text{面} &= (D) \text{相} \end{aligned}$$

面間の距離は約100Åであり、そのときの有効消衰距離は約100Åである。写真(d)では、欠陥部での等厚線の移動量は0であり、ステップの形成は観察されないほど小さい。C領域でステップの形成によって等厚線の移動が発生しているという心配はない。

$$\begin{aligned} (1,1,1) \text{面} &= (B) \text{相} - (A) \text{相} = (b) \text{d} \\ (1,1,1) \text{面} &= (C) \text{相} - (B) \text{相} = (b) \text{d} \\ (1,1,1) \text{面} &= (D) \text{相} - (C) \text{相} = (cb) \text{d} \\ (1,1,1) \text{面} &= (D) \text{相} = (cb) \text{d} \end{aligned}$$

面間の距離は約100Åであり、そのときの有効消衰距離は約100Åである。写真(d)では、欠陥部での等厚線の移動量は0であり、ステップの形成は観察されないほど小さい。C領域でステップの形成によって等厚線の移動が発生しているという心配はない。

(D) 面	(a) 面	Δ
100.0	1.0	1.1
140.0	1.0	1.1
180.0	1.0	1.1
220.0	1.0	1.1
260.0	1.0	1.1

面間の距離は約100Åであり、そのときの有効消衰距離は約100Åである。写真(d)では、欠陥部での等厚線の移動量は0であり、ステップの形成は観察されないほど小さい。C領域でステップの形成によって等厚線の移動が発生しているという心配はない。

$$(1,1,1) \text{面} = (D) \text{相} = (cb) \text{d}$$

となる。トレース解析を行った結果、ステンレス鋼の(1-1 1)面が、その面間隔の7パーセント程度の収縮をしていることが示された。すなわち、0.03Å程度の微小変位の測定が弱ビームαプリンジ法で可能である。

C領域ではαプリンジのずれは非常に小さいので、第8節で論じるように、このずれが既厚の変化に基づいて等厚線の移動Δn'によって生じているかどうかは重要な検討課題である。

a/6(112)タイプのRによって作られるステップ高さは、格子定数3.6Åのステンレス鋼の場合せいぜい1.5Åであり、そのときの有効消衰距離は約100Åである。写真(d)の値は高々1.5%となるためΔnの実測値に比べて小さい。しかも、写真(d)では、欠陥部での等厚線の移動量は0であり、ステップの形成は観察されないほど小さい。C領域でステップの形成によって等厚線の移動が発生しているという心配はない。

オーステナイトステンレス鋼に水素チャージを行うとεマルテンサイトが生成することが知られている。304、310s、310HP鋼についてのNaritaらの結果では(Narita et al., 1982)、ε相の他に、面心立方晶の格子膨張を起こした相(γ')が生成する(格子定数は、表6.5.4)。

Fe-16Cr-12Niのオーステナイト鋼から、熱処理によって生じた各相の結果は、表6.5.5のようにまとめられている。

表6.5.4 水素チャージしたオーステナイトステンレス鋼の各格子定数 (Narita et al., 1982)

γ相(f.c.c.)	a=3.77Å
ε相(h.c.p)	c=4.35Å, a=2.66Å

表6.5.5 Fe-16Cr-12Ni鋼組織の格子定数(Breedis et al., 1962)

オーステナイト	a=3.5844±0.0003Å
マルテンサイト(b.c.c)	a=2.868±0.003Å
ε相	c=4.114, a=2.532Å

上記の2表から明らかのように、ε相は、水素チャージによって5%程度の格子の膨張が生じることがわかる。また、オーステナイト相においても、1.0~1.7%の格子の膨張が生じることがわかっている(Narita et al., 1982)。Fig. 6.5.7のC領域での(1-1 1)面における面間隔の変化は、第二相の生成というよりもむしろ、オーステナイト相における格子の膨張に由来した、相対的な(1-1 1)面間隔の収縮として観察されたものと考えられる。

格子定数の差を考慮して面心立方晶のγ'相と面心立方晶のγ相との間隔について、面心立方晶の格子定数の差は、αプリンジ法での等厚線の差をΔn'によって測定する以下のようにして算出できる。

6. 弱ビームαフリンジ法による非整合双晶境界における並進成分の測定

6-1 試料と撮影法

SUS316 オーステナイトステンレス鋼を圧延後、1223Kで7.2ks焼鈍炉決して多数の焼鈍双晶を
作製した。これを、クロム酸リン酸混液中で電圧20Vで電解研磨して薄膜試料とした。観察は
東大工学部総合のJEM1250透過電子顕微鏡により加速電圧1000KVで行い、十分ビームをひろげ
て30~60sec露光した。

6-2 観察結果

6-2-1 (1 0-1)_n//(-1 0 1)₁;非整合双晶境界の解析例

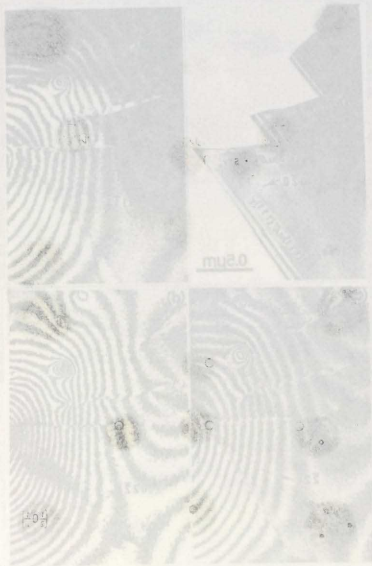
非整合双晶境界は整合双晶境界に比べて長さが短くファセット状になっており、不安定であ
る。実際、双晶ファセットは加熱によって動き安くなることがアルミニウム場合に確かめら
れている(Rae et al., 1980)。双晶ファセットと(111)整合双晶境界との交線部においては、ファ
セット近傍での剛体変位を緩和するために転位(ファセット転位)が発生しているのが普通で
あるが、ファセット転位の種類やファセット部での剛体変位の様子は不明な点が多い。この意
味で弱ビーム干渉法で双晶ファセットの構造を明らかにすることは、双晶の成長の問題を考
える際の資料や双晶構造計算に対する指針となることにおいて重要であるが、本法による、今
後の規則性構造解析のための最初の準備でもあるという点で重要である。

{110}非整合双晶境界面での、結晶粒間の剛体並進移動を論じた文献は少ないようである。
藤田(1981)は、(1 0-1)_n//(-1 0 1)₁非整合双晶境界の明視野像(a)と弱ビーム干渉暗視野像
(b)、(c)、(d)の観察例を示す。(111)_n//(111)₁整合双晶境界と(1 0-1)非整合双晶境界との交
差部には、剛体並進移動を緩和するために導入されたと考えられるファセット転位dが存在す
る。写真(b)では、弱いαフリンジのコントラストがそれと対応する母相中のコントラストと
ちょうど逆転していることがわかる。これは、(3 1-1)_n面が各々の面間隔の1/2だけ双晶境界
部で食い違っていることを示している。写真(c)では、αフリンジは等厚線に対して連続である
のである。(2 2 0)面は双晶境界部で連続である。写真(d)では、αフリンジの等厚線からの
わずかのシフトが認められる。紙面の上部の等厚線は、紙面の下部の等厚線に対して(1 0-1)双
晶境界部で半分ほど食い違っているように見えるので、第4節で述べたような回折面の方位変
化を伴うαフリンジが観察されているものと考えられる。この場合、αフリンジの移動量は膜
厚が大きくなる方向に向かっておよそ1/3である。

整数分の差を考慮して選んだΔnのおよその値を表6にまとめた。Δn値についての整
数分の曖昧さは、転位端部での等厚線の途切れ数nについて考察すると以下のようには解消
できる。

表6 (1 0-1)_n//(-1 0 1)₁非整合双晶境界のΔn値

Table with 2 columns: Δn, and another column (likely related to the diffraction order or thickness). The text is partially obscured but the structure is clear.



ファセット転位 d の端部における等厚線の途切れは、写真(b)と(d)で認めることができるが、写真(c)では認めることができない。このことを考慮すると、転位端部での等厚線の途切れ数 n は、下表に示した符号を持つことになる。

表6.6.2

Photo.	g	sgn(s)	Δn	sgn(n)
(b)	3 1-1	-	$\pm 1/2$	-
(c)	-2 2 0	+	0, ± 1	0
(d)	0 2-2	+	-1/3, +2/3	+

トレース解析の結果、写真(a)の明視野像の黒いコントラストの結晶粒（指数づけをした結晶粒）が(1 0-1)双晶境界の上方にあることがわかっているので、変位Rはこの結晶粒を基準として測られる。そのため、ファセット転位 d のバーガースベクトル b (d) は、R に等しくなる。すなわち、 $g \cdot b = g \cdot R = \Delta n \cdot \text{sgn}(s)$ である。上式と n の符号を考慮すると、

$$\Delta n (b) = -1/2$$

$$\Delta n (c) = 0$$

$$\Delta n (d) = +2/3$$

でなければならない。従って、 $b(d) = R \approx a/18 [1 \ 1-5]$

であることがわかる。b (d) の値は、双晶の DSC ベクトルで表現することができないので d は不完全転位である。また、ファセット転位 d の方向は [1-2 1] であるので混合転位である。

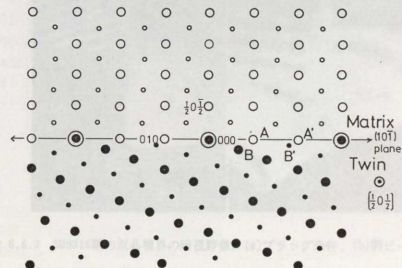


Fig.6.6.2 [101]方向から投影した(1 0-1)双晶境界のモデル。指数付けは、Fig.6.6.1(a)の左側の結晶粒を参照している

の境界でできておる非整合双晶合境界である。図(a)は、この境界の暗視野像である。図(b)は、この境界の明視野像である。図(c)は、この境界の電子顕微鏡像である。図(d)は、この境界の原子力顕微鏡像である。



(a) (b) (c) (d)

、非整合双晶境界の暗視野像 (a)、明視野像 (b)、電子顕微鏡像 (c)、原子力顕微鏡像 (d) の観察結果を示す。



この図は、非整合双晶境界の原子配列を示している。図(a)は、この境界の暗視野像である。図(b)は、この境界の明視野像である。図(c)は、この境界の電子顕微鏡像である。図(d)は、この境界の原子力顕微鏡像である。

この図は、非整合双晶境界の原子配列を示している。図(a)は、この境界の暗視野像である。図(b)は、この境界の明視野像である。図(c)は、この境界の電子顕微鏡像である。図(d)は、この境界の原子力顕微鏡像である。

等しい。この境界の暗視野像である。図(a)は、この境界の暗視野像である。図(b)は、この境界の暗視野像である。図(c)は、この境界の暗視野像である。図(d)は、この境界の暗視野像である。

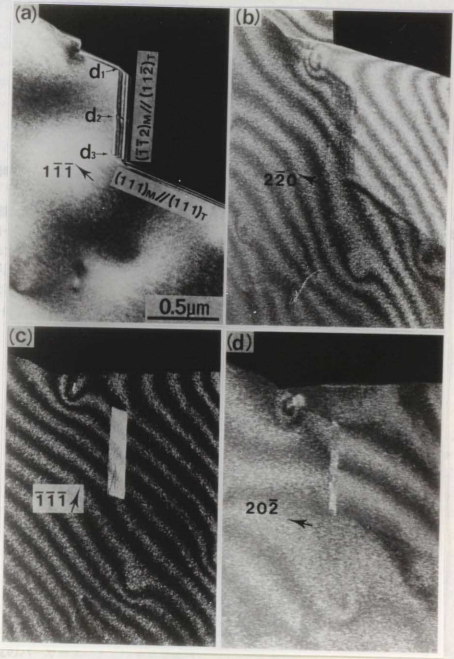


Fig. 6.6.6 SUS316鋼の[112]非整合双晶境界の暗視野像。(a)ブラッグ反射、(b)以下弱ビーム反射



図6.6.6 (a) α相の回折パターン (111) の面 (2-2 0) の方向から撮影された (b) α相の回折パターン (111) の面 (1-1-1) の方向から撮影された (c) α相の回折パターン (111) の面 (2 0-2) の方向から撮影された (d) α相の回折パターン (111) の面 (2 0-2) の方向から撮影された

写真(a)では、αフリンジのシフトが見られないので(2-2 0)_n面が連続であることがわかる。
Δnの値を表6.6.2にまとめて示す。

表6.6.2

Photo.	g	sgn(s)	Δn
(b)	2-2 0	-	0, ±1
(c)	-1-1-1	-	±1/2
(d)	2 0-2	+	±1/2

表6.6.2から求められる変位は、以下のようになる。

$$\pm a/4 [1 \ 1 \ 0], \pm a/12 [1 \ 1 \ 4], \pm a/12 [5 \ -1 \ 2], \pm a/4 [1 \ -1 \ 2]$$

Fig. 6.6.7に本例についての双晶の対応格子プロットを示す。写真(b)を注意深く見ると(1 1-2)_n面と(1 1 1)_n面との2箇所の交線部にはやはり、剛体並進移動を緩和するために導入されたと考えられるファセット転位 d₁、d₂が存在する。

写真(b)では、転位 d₁と d₂の端部で余分な等厚線が発生しているのが見られるため、Rの値は2-2 0の回折ベクトルと直交してはならず、a/4<110>、a/12<114>の成分は除外される。余分な等厚線についてのnの符号は、表6.6.3のようにまとめられる。

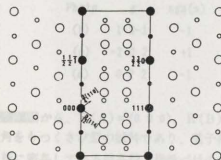


表6.6.3

Photo.	g	sgn(s)	n(d ₁ , d ₂)
(b)	2-2 0	-	+
(c)	-1-1-1	-	-
(d)	2 0-2	+	?

Fig. 6.6.7 [-1 1 0]方向から投影された

Σ3対応格子モデル。対応格子点を黒丸で表す。

転位のバーガスベクトル b と並進成分 R との関係は、Fig. 6.6.6における結晶粒の位置関係を解析して b = R であることがわかっているので、Rの値はDSC成分を持たない次の2つに絞られる。

$$R_1 = a/12 [-5 \ 1 \ -2], \quad R_2 = a/4 [-1 \ 1 \ -2]$$

図 6.6.3 (a) は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の非整合双晶境界を示している。この境界は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の両方に垂直なバーガースベクトル \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 の差によって生じる。この境界は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の両方に垂直なバーガースベクトル \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 の差によって生じる。

表 6.6.3

(h, k, l)	(h', k', l')	\mathbf{d}	$\text{sgn}(\mathbf{d})$
1 1 1	2 -1 -1	$0.5\sqrt{3}$	(a)
1 1 1	2 -1 -1	$1\sqrt{3}$	(b)
1 1 1	2 -1 -1	$2\sqrt{3}$	(c)

図 6.6.3 (b) は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の非整合双晶境界を示している。この境界は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の両方に垂直なバーガースベクトル \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 の差によって生じる。この境界は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の両方に垂直なバーガースベクトル \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 の差によって生じる。

表 6.6.4

(h, k, l)	(h', k', l')	\mathbf{d}	$\text{sgn}(\mathbf{d})$
1 1 1	2 -1 -1	$0.5\sqrt{3}$	(a)
1 1 1	2 -1 -1	$1\sqrt{3}$	(b)
1 1 1	2 -1 -1	$2\sqrt{3}$	(c)

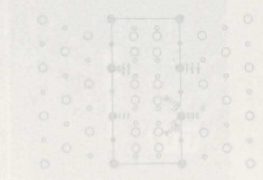


図 6.6.4 (a) は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の非整合双晶境界を示している。この境界は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の両方に垂直なバーガースベクトル \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 の差によって生じる。この境界は、 $(111)_n$ 面と $(2-1-1)_n$ 面の両方に垂直なバーガースベクトル \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 の差によって生じる。

写真 (d) では、ファセット転位の長さに比べて等厚線の巾が広くっており、 n の符号の判定に用いることができないので、求めた \mathbf{R}_1 と \mathbf{R}_2 が転位 \mathbf{d}_1 と \mathbf{d}_2 のバーガースベクトルのいずれの値になるのかの判定は困難である。

\mathbf{R}_1 と \mathbf{R}_2 との差は、 $a/12[-5\ 1\ 2] - a/4[-1\ 1\ 2] = a/6[-1\ 1\ 2]$ の双晶転位の成分をもっており、この値が転位 \mathbf{d}_2 のバーガースベクトルになると考えられる。すなわち、転位 \mathbf{d}_2 は、2つの異なる並進構造を結合している双晶転位である。 \mathbf{d}_2 の転位線の方向は $[1\ 1\ 0]$ に近いので、 $(-1\ 1\ 2)$ 非整合双晶境界面に垂直なバーガースベクトルの成分をもった刃状転位であることがわかる。

ファセット転位が干渉縞の幅に比べて長いときは、解析は簡単になる。図 6.6.5 (a) は、そのような例であり、 $(1\ 1\ 1)_n // (1\ 1\ 1)$ 、整合双晶境界 A と $(2-1-1)_n // (-2\ 1\ 1)$ 、非整合双晶境界 B との交線部に生じたファセット転位 \mathbf{d} の弱ビーム写真 (暗視野像) を示している。転位線の見かけの長さは $0.5\ \mu\text{m}$ 位で、干渉縞の幅に比べて十分長い。 $(1\ 1\ 1)_n$ 双晶界面においては、干渉縞のずれが観察されないにもかかわらず、写真 (c) で弱いフリンジが観察されるが、これらは、 $-2\ 0\ 2$ 以外の非系統反射による効果のためであろう。SUS316 鋼の場合、 $(1\ 1\ 1)$ 整合双晶境界でのフリンジ像が、十分に 2 波の共通回折条件に近いときに完全に消え去ることを、既に示した。 n の値は、この例では $|n| < 1$ であることがわかるので、 $|\Delta n| < 1$ として次表の結果が得られる。

表 6.6.4

Photo.	g	$\text{sgn}(s)$	Δn (A)	Δn (B)	$\text{sgn}(n)$
(b)	1-3-1	-1	0	$\pm 1/2$	-1
(c)	-2 0 2	+1	0	$\pm 1/2$	-1
(d)	0-2-2	-1	0	0	0

図 6.6.5 (a) から、 $\mathbf{R}(A) = (0\ 0\ 0)$ 、 $\mathbf{R}(B) = \pm a/12[2\ -1\ 1]$ となる。この試料は、 2° 程度の頂角をもつき型の試料であり、電子線が最初に入射する結晶粒は、写真 (a) の明視野像で回折に参与している結晶粒 (指数づけの基準となった結晶粒) である。紙面の上方に膜厚が小さくなっていることと、バーガース回路の定義に注意すると、ファセット転位 \mathbf{d} のバーガースベクトル $\mathbf{b}(\mathbf{d})$ は、 $\mathbf{b}(\mathbf{d}) = -\mathbf{R}(B)$ で与えられる。 n の符号を考慮すると、 $\mathbf{R}(B) = a/12[-2\ 1\ 1]$ 、 $\mathbf{b}(\mathbf{d}) = a/12[2\ -1\ 1]$ であり、転位 \mathbf{d} は刃状転位である。解析結果を図 6.6.5 (b) に示す。 $(2-1-1)_n$ 双晶境界に不完全双晶転位の原子半面が 1 枚挿入された形になっている。

図 6.6.5 (c) で示された $(1\ 1\ 1)_n$ 双晶ファセット転位は、 $a/6[-1\ 1\ 2]$ タイプのバーガースベクトルを持つ、 $(111)_n$ 面内にすべり面がある刃状転位であり、本例と性格が似ている。図 6.6.5 (d) の例では、転位の長さが干渉縞の幅に比べて十分な長さがいないために、 n 値の非整数部分を検出できていなかったことも考えられ、正しくは、 $a/12[-1\ 1\ 2]$ タイプのバーガースベクトル

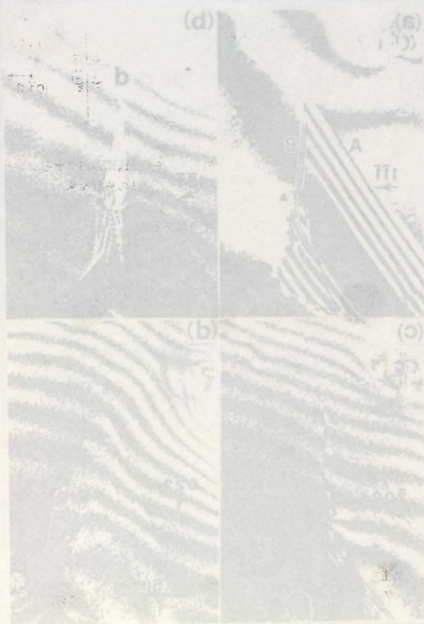


図6.6.9 (a) (-1 2-1)非整合双晶境界の模型、(b) a/4[1 0-1]並進移動後の(-1 2-1)非整合双晶境界の模型、(c) (111)整合双晶境界と(-1 2-1)非整合双晶境界の交線部、(d) (111)整合双晶境界面上に滑り面を持つ刃状転位

を持つ不完全双晶転位となっていることが考えられる。解析数は少ないが、(112)非整合双晶境界と(111)整合双晶境界の交線部に存在する転位の多くは図6.6.9に示したような、(111)整合双晶境界面上に滑り面を持つ刃状転位であることが予想される。

以上に示したものの他に、らせん転位であるようなファセット転位も観察されている。これは、(-1 2-1) n //(1-2 1)双晶境界において $a/4[1 0-1]$ の並進移動を生じている場合であり、(111)整合双晶境界面と(-1 2-1)非整合双晶境界面との交線部に存在するファセット転位はバーガースベクトルが $a/4[1 0-1]$ のらせん転位となっている。

図6.6.10(a)に並進移動前の(-1 2-1)双晶境界のモデルを、(b)に $a/4[1 0-1]$ 並進移動後のモデルを示す。

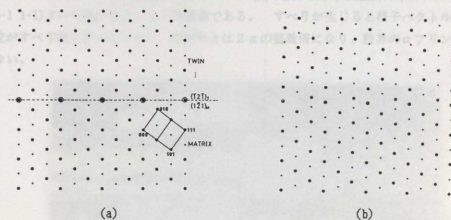


図6.6.10 (a) 並進移動前の(-1 2-1)双晶境界のモデル。(b) $a/4[1 0-1]$ 並進移動後の(-1 2-1)双晶境界のモデル

図6.6.10に2重丸で示した原子列は、紙面に垂直な方向に $\parallel a/4[1 0-1] \parallel = 0.354a$ であるので、面心立方晶の最隣接原子間距離 $0.707a$ の $1/2$ と小さい。そのため、この原子列においては互いに強く反発しあうために不安定であり、安定な配列が存在するためには、双晶境界部で原子列が湾曲するか、接近しすぎている原子が取り除かれて新たな再配列が起きるかなければならないと考えられる。

図5.7.1 面心立方晶の(111)面

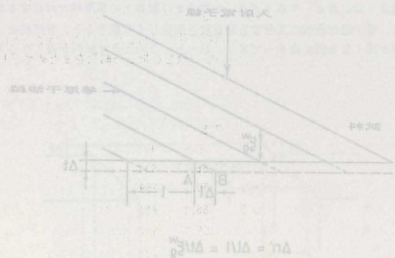


図 6.7.1 複屈折の干渉縞の形成

図 6.7.1 は、冒頭で記したように、2つのすべり系が活動した結果を示しており、幾重ものすべり線が見られるように、写真の 1 の領域では B による多重すべり、2 の領域では A の多重すべりと B の交差すべりが観察される。

領域 1 の干渉縞の移動の方向はいずれの写真においても膜の厚い側から薄い側に向かっており、すべりによって膜厚が増大したことがわかる。

表 6.7.1 は、Fig. 6.7.1 のすべり線を種々の回折条件で撮影した写真について、矢印で示された点における膜厚 t と $\Delta n'$ および有効消衰距離の値を解析した結果をまとめて示したものである。

表 6.7.1

	h	$\Delta n'$	ϵ_{θ}	t
(1)	[5 2 5]	-0.444	66.7	680
(2)	[5 1 6]	-0.353	50.7	659
(3)	[5 1 8]	-0.593	66.1	661
(4)	[1 0 1]	-0.377	65.7	657
(5)	[1 1 2]	-0.351	76.8	729

この表から、すべりが(111)面内で生じていることを考慮すると、最小自乗法によって、 R は [22.1, 17.6, -54.6] Å に近い値になり、全すべり量は、ほぼ [1 1-2] 方向に 60 Å 程度となっていることがわかる。

菊池線を利用できる場合には、十分な弱ビーム条件下で、 ϵ_{θ} が $|s|^{-1}$ に集束することをいうことができる。このとき、(6.7.2)は、

$$h \cdot R = \Delta n' / |s| \quad (6.7.3)$$

と書ける。(6.7.3)によれば、労力を必要とするトレース解析上のプロセスを省略することができる。 $|s|$ を求めるときの誤差は、 $\Delta n'$ の測定誤差程度に抑えることができると考えられる。

本論文では、今日まで提出された境界構造のモデルを、工学的に興味深い対応粒界モデルを中心に整理するとともに、本論文の主題である弱ビーム干渉法に関する一連の研究を行い、以下の事項を明らかにした。

- (1) 2つの結晶粒に共通な回折面を利用することにより、双晶転位のバーガースベクトルが弱ビーム等厚法で厳密に決定できることを、Cu-Ni合金およびオーステナイトステンレス鋼の様々な例で示した。このことにより、最初、格子転位で使われた本法を対応粒界を始めとする規則粒界転位の解析法として拡張するための第一段階が克服された。
- (2) かなり高次の共通回折波を用いても、超高压電子顕微鏡を使用し、ビームの開き角を小さくして長時間露光をすることにより、bの決定に必要な十分なコントラストを持った弱ビーム等厚像が得られることを、オーステナイトステンレス鋼の観察で示した。その結果、双晶以外の対応粒界転位の解析に本法が適用可能であることが示された。
- (3) 転位近傍の弱ビーム像を数値計算によって求めることにより、弱ビーム等厚法の撮影条件の把握を行った。その結果、ブラッグ反射位置からブラッグ角の2倍程度試料を傾斜させることにより、必要とされる干渉縞が得られることがわかった。この結果は、弱ビームαフリンジ法においても同様であった。
- (4) 不完全転位近傍の弱ビーム等厚像を明らかにした。このことにより、弱ビーム等厚法の一般転位への適用範囲が拡大された。
- (5) 対応粒界における2結晶粒間の剛体並進移動量Rを測定するための方法である弱ビームαフリンジ法を新しく提出した。そして、積層欠陥および非整合双晶境界の解析を通じて、その有用性を確認した。
- (6) 上記の弱ビーム干渉法によってオーステナイトステンレス鋼の非整合双晶境界部における並進移動量Rの測定を行った。その結果、R値の型は複数存在して、いくつかの異なる種類の構造緩和を生じていることがわかった。
- (7) すべり線部での膜厚変化が、αフリンジの等強度線の移動について及ぼす影響について考察した。その結果、弱ビーム条件下での等厚干渉縞のずれを解析することにより、全すべり量が精度良く測定できることが示された。

以上のように、弱ビーム干渉法は、界面構造解析のための新しい方法として採用できることが明らかになった。

Bergs, J. E. Acta Metall. 1977, 25, 1001
 Derivation, J. E. Acta Metall. 1977, 25, 1001

Chalmers, B. and Rutter, J.W. : *Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs.* 215 (1959) 119
Castro, T. : *Scripta Metall.* 11 (1978) 1077
Aadrade, C. and Abov, D.A. : *Proc. Roy. Soc.* 291 (1966) 18
安達他 : 電子顕微鏡利用の基礎 (共立出版, 1975)
Amelincx, S. et al. : *Modern Diffraction and Imaging Techniques In Material Science*,
1970, North Holland Publishing Company, Amsterdam-London
浅野 滋 : 寄書 日本金属学会誌 43 (1979) 1209
浅野、西野、大場 : 日本金属学会誌 43 (1979) 241
浅野、小泉 : 日本金属学会誌 44 (1980) 1104
Ashby, M.F., Spaepen, S. and Williams, S. : *Acta Metall.* 26 (1978) 1647
Aust, K.T. : *Surfaces and Interfaces I*. Ed. J.E. Burke, N.L. Reed and V. Weiss,
Syracuse University Press (P.435)
Aust, K.T. and Rutter, J.W. : *Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs.* 215 (1959) 119
Aust, K.T. and Chalmers, B. : *Metallurgical Transactions* 1 (1970) 1095
Bacmann, J.J., Papon, A.M., Petit, M. and Silvestre, G. : *Phil. Mag.* A 51 (1985) 697
Balluffi, R.W. Komen, Y. and Schober, T. : *Surface Science* 31 (1972) 68
Balluffi, R.W. and Tan, T.Y. : *Scripta Metall.* 6 (1972) 1033
Baro, G., Gleiter, H. and Hornbogen, E. : *Mater. Sci. Eng.* 3 (1968/1969) 92
Bassett, G.A., Menter, J.W. and Pashley, D.W. : *Proc. Roy. Soc. A* 246 (1958) 345
Biscondi, M. and Goux, C. : *Mon. Sci. Rev. Met.* 65 (1968) 167
Bishop, G.H. and Chalmers, B. : *Scripta Metall.* 2 (1968) 133
Bollmann, W. : *Phil. Mag.* 20 (1967) 363
Bollmann, W. : *Phil. Mag.* 16 (1967) 363
Bollmann, W. : *Phil. Mag.* 16 (1967) 383
Bollmann, W. and Perry, A.J. : *Phil. Mag.* 20 (1969) 33
Bonse, U. and Hart, M. : *Appl. Physics Letters* 15 (1965) 155
Bonse, U. and Hart, M. : *Z. Physik* 190 (1965) 31
Boos, J.Y. and Goux, C. : *C.R. Acad. Sci. (c)* 271 (1971) 978
Bragg, W.L. : *Proc. Roy. Soc.* 52 (1940) 54
Brandon, D.G., Ralf, B., Ranganathan, S. and Wald, M.S. : *Acta Metall.* 12 (1964) 813
Brandon, D.G. : *Acta Metall.* 14 (1966) 1479
Bredis, J.F. and Robertson, W.D. : *Acta Metall.* 10 (1962) 1077
Brillouin, M. : *Ann. Chem. Phys.* 13 (1898) 77
Burgers, J.M. : *Proc. Roy. Soc.* 52 (1940) 52
Carrington, W.E. and Mclean, D. : *Acta Metall.* 13 (1965) 493

参考文献

Chalmers, B. and Rutter, J.W. : *Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs.* 215 (1959) 119
Castro, T. : *Scripta Metall.* 11 (1978) 1077
Aadrade, C. and Abov, D.A. : *Proc. Roy. Soc.* 291 (1966) 18
安達他 : 電子顕微鏡利用の基礎 (共立出版, 1975)
Amelincx, S. et al. : *Modern Diffraction and Imaging Techniques In Material Science*,
1970, North Holland Publishing Company, Amsterdam-London
浅野 滋 : 寄書 日本金属学会誌 43 (1979) 1209
浅野、西野、大場 : 日本金属学会誌 43 (1979) 241
浅野、小泉 : 日本金属学会誌 44 (1980) 1104
Ashby, M.F., Spaepen, S. and Williams, S. : *Acta Metall.* 26 (1978) 1647
Aust, K.T. : *Surfaces and Interfaces I*. Ed. J.E. Burke, N.L. Reed and V. Weiss,
Syracuse University Press (P.435)
Aust, K.T. and Rutter, J.W. : *Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs.* 215 (1959) 119
Aust, K.T. and Chalmers, B. : *Metallurgical Transactions* 1 (1970) 1095
Bacmann, J.J., Papon, A.M., Petit, M. and Silvestre, G. : *Phil. Mag.* A 51 (1985) 697
Balluffi, R.W. Komen, Y. and Schober, T. : *Surface Science* 31 (1972) 68
Balluffi, R.W. and Tan, T.Y. : *Scripta Metall.* 6 (1972) 1033
Baro, G., Gleiter, H. and Hornbogen, E. : *Mater. Sci. Eng.* 3 (1968/1969) 92
Bassett, G.A., Menter, J.W. and Pashley, D.W. : *Proc. Roy. Soc. A* 246 (1958) 345
Biscondi, M. and Goux, C. : *Mon. Sci. Rev. Met.* 65 (1968) 167
Bishop, G.H. and Chalmers, B. : *Scripta Metall.* 2 (1968) 133
Bollmann, W. : *Phil. Mag.* 20 (1967) 363
Bollmann, W. : *Phil. Mag.* 16 (1967) 363
Bollmann, W. : *Phil. Mag.* 16 (1967) 383
Bollmann, W. and Perry, A.J. : *Phil. Mag.* 20 (1969) 33
Bonse, U. and Hart, M. : *Appl. Physics Letters* 15 (1965) 155
Bonse, U. and Hart, M. : *Z. Physik* 190 (1965) 31
Boos, J.Y. and Goux, C. : *C.R. Acad. Sci. (c)* 271 (1971) 978
Bragg, W.L. : *Proc. Roy. Soc.* 52 (1940) 54
Brandon, D.G., Ralf, B., Ranganathan, S. and Wald, M.S. : *Acta Metall.* 12 (1964) 813
Brandon, D.G. : *Acta Metall.* 14 (1966) 1479
Bredis, J.F. and Robertson, W.D. : *Acta Metall.* 10 (1962) 1077
Brillouin, M. : *Ann. Chem. Phys.* 13 (1898) 77
Burgers, J.M. : *Proc. Roy. Soc.* 52 (1940) 52
Carrington, W.E. and Mclean, D. : *Acta Metall.* 13 (1965) 493

- Chalmers, B. and Gleiter, H. : *Phil. Mag.* 29(1971)1541
- Cosandey, F., Komen, Y. and Bauer, C.L. : *Scripta Metall.* 6(1978)577
- Cosandey, F. and Bauer, C.L. : *Phil. Mag.* A 44(1981)391
- Crocker, A.G. and Faridi, B. : *Acta Metall.* 28(1980)549
- Dash, S. and Brown, N. : *Acta Metall.* 11(1963)1067
- Eshelby, J.D. and Stroh, A.N. : *Phil. Mag.* 42(1951)1401
- Eving, J.A. and Rosenheim, W. : *Phil. Trans. Roy. Soc. A* 195(1901)279
- Fourwood, C.T. and Clarebrough, L.M. : *Phil. Mag.* A 51(1985)589
- Friedel, J. : *Dislocations*, 1964, Pergamon Press
- 深井 : 日本金属学会会報 24(1985)671
- 深井 : 日本金属学会会報 24(1985)707
- 福富、田中 : 日本金属学会誌49(1985)
- 福山、横川、工藤、大谷 : 日本金属学会誌46(1982)1193
- Gandais, M., Hibi, A., Millaine, C. and Epelboin, Y. : *Phil. Mag. A* 45(1982)387
- Gifkins, R.C. : *Acta Metall.* 4(1956)98
- Gifkins, R.C. : *Mater. Sci. Eng.* 2(1967)181
- Gleiter, H. : *Acta Metall.* 18(1970)23
- Gleiter, H. : *Phys. Stat.Sol.* (b) 45(1971)9
- Grimmer, H. : *Scripta Metall.* 8(1974)1221
- Grocker, A.G. and Faridi, B.A. : *Acta Metall.* 28(1980)549
- Hargreaves, F. and Hill, R.J. : *J. Inst. Metals* 41(1929)257
- Hart, H. : *Phil. Mag.* 26(1972)821
- Hart, W.H., Bishop, G.H. and Bruggman, G.A. : *Acta Metall.* 22(1974)971
- 羽木、林、大谷 : 日本金属学会誌49(1979)320
- 羽木、林、大谷 : 日本金属学会誌44(1980)1440
- Hashimoto, H. and Ueda, T. : *Acta. Cryst.* 10(1957)143
- Hashimoto, M., Ichinose, H. and Ishida, Y. Yamanoto, R. and Doyama, M. : *Jap. J. Appl. Phys.* 19(1980)1045
- Hasson, G.C., Guillot, J.B., Baroux, B. and Goux, C. : *Phys. Stat. Sol.* (a) 2(1970)551
- Hasson, G., Boss, J.Y., Herbueral, I., Biscondi, M. and Goux, C. : *Surf. Sci.* 31(1972)115
- Haynes, C.W. and Smoluchowski, R. : *Acta Metall.* 2(1955)130
- Head, A.K. : *Proc. Roy. Soc. Lond. B* 66(1953)793
- Head, A.K., Loretto, M.H. and Humble, P. : *Phys. Stat. Sol.* 20(1967)505
- Head, A.K., Humble, P., Clarebrough, L.M., Morton, A.J. and Forwood, C.T. : *Computed Electron Micrographs and Defect Identification*(1973, Amsterdam, North-Holland)

Electron Microscopy and Metal Identification (1975) Amsterdam: North-Holland

Hecht, E. and Zajac, A. : Optics (Addison-Wesley, 1974)

Herbeur, I and Goux, C. : C. R. Acad. Sci. c279(1971)1416

平林、井野、岩崎、渡辺 : 回折結晶学 (丸善、1981)

Hirsh, P.B., Howie, A., Nicholson, R.B., Pashley, D.W. and Whelan, M.J. : Electron microscopy of thin crystals, Butterworths, London, 1965

Hirsch, P.B. and Mitchell, T.E., Can. J. Phys. 45(1967)663

Hook, R.E. and Hirth, J.P. : Acta Metall. 15(1967)535

Hook, R.E. and Hirth, J.P. : Acta Metall. 15(1967)1099

Holtzworth, M.L. : Corrosion 25(1969)107

Horiuchi, S., Matsui, Y. and Bando, Y. : Jap. J. Appl. Phys. 15(1976)2483

市野瀬、石田、森 : 日本金属学会誌43(1979)

Ichinose, H. and Ishida, Y. : Phil. Mag. A 43(1981)1253

市野瀬、石田 : 日本金属学会会報22(1983)165

Ichinose, H. and Ishida, Y. : Journal de Physique(1985)C4-39

Ichinose, H., Tajima, Y. and Ishida, Y. : Proceedings of Fourth Japan Institute of Metals International Symposium (JIMIS-4), 1985

Ichinose, H. and Ishida, Y., Baba, N. and Kanaya, K. : Phil. Mag. A 52(1985)51

市野瀬 : 日本金属学会会報25(1986)24

Ichinose, H. and Ishida, Y. : Phil. Mag. A (1986)(to be published)

Iijima, S. and Allpress, J.G. : Acta Crystallogr. A 30(1974)22

Ishida, Y. and Brown, M.H. : Acta Metall. 15(1967)857

Ishida, Y., Hasegawa, T. and Nagata, F. : J. Appl. Phys. 40(1969)2182

Ishida, Y. : Trans. JIM. 11(1970)107

Ishida, Y. : Journal of Metals Science 7(1972)72

石田 : 日本金属学会会報(1973)

Ishida, Y. and Mclean, M. : Phil. Mag. 27(1973)1125

Ishida, Y. and Mclean, M. : Phil. Mag. 30(1974)453

石田 : 軽金属(1975)108

石田、井上、佐々、加藤 : 日本金属学会誌40(1976)1238

Ishida, H., Miyamoto, N. and Kohra, K. : J. Appl. Cryst. 9(1976)240

Ishida, Y., Mori, M. and Iida, F. : Acta Metall. 25(1977)815

石田、市野瀬、森 : 日本金属学会講演概要 (1977, 秋)261

Ishida, Y. and Ichinose, H. : Proc. of 5th Int. conf. on HVEM(1977)Kyoto

Ishida, H. : J. Appl. Cryst. 13(1980)58

Index

Ishida, Y., Ishida, H., Kohra, K. and Ichinose, H. : Phil. Mag. A 42(1980)453
 石田 森、市野潮 : 表面科学2(1981)184
 石田 : 鉄と鋼(1984)1819
 Ishida, Y., Miyazawa, K. and Mori, M. : Phil. Mag. A 53(1986)131
 若田、浅山、坂本 : 日本金属学会誌 30(1986)169
 加藤範夫 : 回折と散乱(朝倉書店, 1978)
 Kato, N. and Lang, A.R. : Acta Cryst. 12(1959)787
 Kato, N. and Lang, A.R. : Acta Metall. 10(1962)103
 Keh, T.S. : J. Appl. Phys. 20(1949)274
 Keh, T.S. : Direct observations of imperfections in crystals, November, 1925
 A.I.M.E. Symposium (edited by J.B.Newkirk et al. p.213
 Interscience, New York, 1962)
 Kimura, H. and Matsui, H. : Scripta Metall. 11(1977)473
 Kimura, H. and Matsui, H. : Scripta Metall. 13(1979)221
 木村、松井、森谷、木村 : 寄書 日本金属学会誌 (1979)686
 Koeler, J.S. : Phys. Rev. 86(1952)52
 栗林、岡林 : 日本金属学会誌 47(1983)365
 栗林、村井、岡林 : 日本金属学会講演概要 秋(1985)445
 Krivanek, O.L., Isoda, S. and Kobayashi, K. : Phil. Mag. A 36(1977)931
 Kronberg, M.L. and Wilson, F.H. : Metal Transactions of ASM 185(1949)501
 Lang, A.R. : J. Appl. Phys. 29(1958)597
 Lang, A.R. : J. Appl. Phys. 30(1959)1748
 Lang, A.R. : Nature 220(1968)652
 Leibried, G. and Dietze, H.D. : Z. Phys. 126(1949)790
 Li, J.C.M. : J. Appl. Phys. 32(1961)525
 Li, J.C.M. : J. Aust. Inst. Metals 8(1963)206
 Li, J.C.M. : Trans. A.I.M.E. 227(1963)239
 Li, J.C.M. and Chalmers, B. : Acta Metall. 11(1963)243
 Loberg, B. and Norden, H. Acta Metall. 21(1973)213
 Marukawa, K. : Phil. Mag. 36(1977)1375
 Matsui, H., Kimura, H. and Moriya, S. : Mater. Sci. Eng. 40(1979)207
 Mclean, D. : J. Aust. Inst. Met. 8(1963)45
 Mitsuishi, Nagasaki, Ueda : Proc. Jap. Acad. 27(1951)86, Tokyo
 富沢 : 修士論文(1983)
 富沢、森、石田 : 生産研究35(1983)236
 富沢、石田、森 : 生産研究35(1983)470

Ishida, Y., Ishida, H., Kohra, K. and Ichinose, H. : Phil. Mag. A 42(1980)453
 石田 森、市野潮 : 表面科学2(1981)184
 石田 : 鉄と鋼(1984)1819
 Ishida, Y., Miyazawa, K. and Mori, M. : Phil. Mag. A 53(1986)131
 若田、浅山、坂本 : 日本金属学会誌 30(1986)169
 加藤範夫 : 回折と散乱(朝倉書店, 1978)
 Kato, N. and Lang, A.R. : Acta Cryst. 12(1959)787
 Kato, N. and Lang, A.R. : Acta Metall. 10(1962)103
 Keh, T.S. : J. Appl. Phys. 20(1949)274
 Keh, T.S. : Direct observations of imperfections in crystals, November, 1925
 A.I.M.E. Symposium (edited by J.B.Newkirk et al. p.213
 Interscience, New York, 1962)
 Kimura, H. and Matsui, H. : Scripta Metall. 11(1977)473
 Kimura, H. and Matsui, H. : Scripta Metall. 13(1979)221
 木村、松井、森谷、木村 : 寄書 日本金属学会誌 (1979)686
 Koeler, J.S. : Phys. Rev. 86(1952)52
 栗林、岡林 : 日本金属学会誌 47(1983)365
 栗林、村井、岡林 : 日本金属学会講演概要 秋(1985)445
 Krivanek, O.L., Isoda, S. and Kobayashi, K. : Phil. Mag. A 36(1977)931
 Kronberg, M.L. and Wilson, F.H. : Metal Transactions of ASM 185(1949)501
 Lang, A.R. : J. Appl. Phys. 29(1958)597
 Lang, A.R. : J. Appl. Phys. 30(1959)1748
 Lang, A.R. : Nature 220(1968)652
 Leibried, G. and Dietze, H.D. : Z. Phys. 126(1949)790
 Li, J.C.M. : J. Appl. Phys. 32(1961)525
 Li, J.C.M. : J. Aust. Inst. Metals 8(1963)206
 Li, J.C.M. : Trans. A.I.M.E. 227(1963)239
 Li, J.C.M. and Chalmers, B. : Acta Metall. 11(1963)243
 Loberg, B. and Norden, H. Acta Metall. 21(1973)213
 Marukawa, K. : Phil. Mag. 36(1977)1375
 Matsui, H., Kimura, H. and Moriya, S. : Mater. Sci. Eng. 40(1979)207
 Mclean, D. : J. Aust. Inst. Met. 8(1963)45
 Mitsuishi, Nagasaki, Ueda : Proc. Jap. Acad. 27(1951)86, Tokyo
 富沢 : 修士論文(1983)
 富沢、森、石田 : 生産研究35(1983)236
 富沢、石田、森 : 生産研究35(1983)470

- 宮沢、森、石田 : 生産研究36(1984)370
- 宮沢、程、斉藤、森、石田 : 日本金属学会誌48(1984)455
- 宮沢、河口、森、石田 : 生産研究37(1985)364
- 宮沢、森、石田 : 生産研究37(1985)174
- Miyazawa, K. and Ishida, Y. : Journal of Microscopy 142(1986)163
- Miyazawa, K. and Ishida, Y. : Ultramicroscopy (1986, 印刷中)
- Miyazawa, K., Umeda, Y., Saito, H., Mori, M. and Ishida, Y. : Grain Boundary Dislocation Analysis by Weak Beam Electron Microscopy, Proceedings of Fourth Japan Institute of Metals International Symposium(JIMIS-4), November, 1985
- 森 実 : 博士論文(1976)
- 森永、湯川、足立、村、佐藤 : 日本金属学会講演概要 春 (1986)272
- 諸住、小田木 : 日本金属学会誌45(1981)1071
- Mott, N.F. : Proc. Phys. Soc. Lond. 60(1948)391
- 南雲、宮本 : 日本金属学会誌45(1981)1309
- 南雲 : 日本金属学会会報21(1982)672
- Narita, M., Alstetter, C.J. and Birnbaum, H.K. : Metall. Trans. 13A(1982)1355
- 西山善次 : マルテンサイト変態 (1971, 丸善)
- 野村、長谷川 : 鉄と鋼64(1978)288
- Ogilvie, G.J. : J. Inst. Metals 81(1953)491
- 大西、東、井上、中谷 : 日本金属学会誌45(1981)972
- Otsuki, A. and Mizuno, M. : Proceedings of Fourth Japan Institute of Metals International Symposium(JIMIS-4), November, 1985
- Papon, A.M., Petit, M. and Bacmann, J.J. : Phil. Mag. A 49(1984)573
- Pamphley, P.H. : Scripta Metall. 6(1972)107
- Pashley, D.W., Menter, J.W. and Basset, G.A. : Nature 179(1957)752
- Persons, J.R. and Hoelke, C.W. : J. Appl. Phys. 40(1969)866
- Pond, R.C. and Smith, D.A. : Can. Metall. Q. 13(1974)39
- Pond, R.C. and Vitek, V. : Proc. Roy. Soc. Lond. B 357(1977)453
- Pond, R.C. : Proc. R. Soc. Lond. A 357(1977)471
- Pond, R.C. : Journal of Microscopy 116(1979)105
- Pond, R.C., Smith, D.A. and Vitek, V. : Acta Metall. 27(1979)225
- Price, C.W. and Hirth, J.P. : Mater. Sci. Eng. 9(1972)15
- Quinke, G. : Proc. Roy. Soc. A 76(1905)431
- Ranganathan, S. : Acta Cryst. 21(1966)197
- Rae, C.M.F. and Smith, D.A. : Phil. Mag. A 41(1980)477

Read, W.T. and Schockley, W. : Phys. Rev. **78**(1950)275
 Reimer, L. : Transmission Electron Microscopy, Springer-Verlag, 1984
 Rutter, J. and Aust, K.T. : Acta Metall. **13**(1966)181
 Ryan, H.F. and Suiter, J. : Acta Metall. **14**(1966)847
 Saito, H. and Ishida, Y. : Proceedings of Fourth Japan Institute of Metals
 International Symposium (JIMIS-4), November, 1985
 齊藤、石田 : 日本金属学会誌 **44**(1980)215
 齊藤、田嶋、石田 : 日本金属学会講演概要 春(1984)246
 Schapink, F.W. : Phys. Sta. Sol., (a) **29**(1975)623
 Sharp, M. and Dunn, C.G. : Trans. Metall. Soc. A.I.M.E. **194**(1952)1344
 Shober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **20**(1969)511
 Schober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **21**(1969)109
 Schober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **24**(1971)165
 Schober, T. : Phys. Sta. Sol. (a) **5**(1971)167
 Schober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **24**(1971)469
 Shober, T. and Balluffi, R.W. : Phys. Stat. Sol. (b) **44**(1971)103
 Shober, T. and Balluffi, R.W. : Phys. Stat. Sol. (b) **44**(1971)115
 Schober, T. and Warrington, D.H. : Phys. Stat. Sol. (b) **44**(1971)103
 Sinclair, R. and Dutkiewicz, J. : Acta Met. **25**(1977)235
 Smith, D.A. and Pond, R.C. : International Metals Review June(1976)61
 Smith, D.A., Vitek, V. and Pond, R.C. : Acta Metall. **25**(1977)475
 Sutton, A.P. : International Metals Reviews **29**(1984)377
 鈴木 : 転位論入門, 1967, アグネ
 高橋、竹山、原 : 日本金属学会誌 **43**(1979)492
 高橋、堀内 : 日本金属学会誌 **49**(1985)299
 Takahashi, Y., Miyazawa, K., Mori, M. and Ishida, Y. : Proceedings of Fourth Japan
 Institute of Metals International Symposium (JIMIS-4), 1985, November
 田端 : 日本金属学会会報 **24**(1985)485
 程、服部、宮沢、森、石田 : 日本金属学会講演概要 春(1983)
 梅田、宮沢、森、石田 : 生産研究 **37**(1985)344
 白井、山本、浅野 : 日本金属学会講演概要 春(1985)288
 Vaughan, D. : Phil. Mag. (1970)1003
 Vitek, V. : Phil. Mag. **A 41**(1980)649
 Vitek, V., Smith, D.A. and Pond, R.C. : Phil. Mag. **A 41**(1980)649
 Weins, M., Gleiter, H. and Chalmers, B. : J. Appl. Phys. **42**(1971)2139

Read, W.T. and Schockley, W. : Phys. Rev. **78**(1950)275
 Reimer, L. : Transmission Electron Microscopy, Springer-Verlag, 1984
 Rutter, J. and Aust, K.T. : Acta Metall. **13**(1966)181
 Ryan, H.F. and Suiter, J. : Acta Metall. **14**(1966)847
 Saito, H. and Ishida, Y. : Proceedings of Fourth Japan Institute of Metals
 International Symposium (JIMIS-4), November, 1985
 齊藤、石田 : 日本金属学会誌 **44**(1980)215
 齊藤、田嶋、石田 : 日本金属学会講演概要 春(1984)246
 Schapink, F.W. : Phys. Sta. Sol., (a) **29**(1975)623
 Sharp, M. and Dunn, C.G. : Trans. Metall. Soc. A.I.M.E. **194**(1952)1344
 Shober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **20**(1969)511
 Schober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **21**(1969)109
 Schober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **24**(1971)165
 Schober, T. : Phys. Sta. Sol. (a) **5**(1971)167
 Schober, T. and Balluffi, R.W. : Phil. Mag. **24**(1971)469
 Shober, T. and Balluffi, R.W. : Phys. Stat. Sol. (b) **44**(1971)103
 Shober, T. and Balluffi, R.W. : Phys. Stat. Sol. (b) **44**(1971)115
 Schober, T. and Warrington, D.H. : Phys. Stat. Sol. (b) **44**(1971)103
 Sinclair, R. and Dutkiewicz, J. : Acta Met. **25**(1977)235
 Smith, D.A. and Pond, R.C. : International Metals Review June(1976)61
 Smith, D.A., Vitek, V. and Pond, R.C. : Acta Metall. **25**(1977)475
 Sutton, A.P. : International Metals Reviews **29**(1984)377
 鈴木 : 転位論入門, 1967, アグネ
 高橋、竹山、原 : 日本金属学会誌 **43**(1979)492
 高橋、堀内 : 日本金属学会誌 **49**(1985)299
 Takahashi, Y., Miyazawa, K., Mori, M. and Ishida, Y. : Proceedings of Fourth Japan
 Institute of Metals International Symposium (JIMIS-4), 1985, November
 田端 : 日本金属学会会報 **24**(1985)485
 程、服部、宮沢、森、石田 : 日本金属学会講演概要 春(1983)
 梅田、宮沢、森、石田 : 生産研究 **37**(1985)344
 白井、山本、浅野 : 日本金属学会講演概要 春(1985)288
 Vaughan, D. : Phil. Mag. (1970)1003
 Vitek, V. : Phil. Mag. **A 41**(1980)649
 Vitek, V., Smith, D.A. and Pond, R.C. : Phil. Mag. **A 41**(1980)649
 Weins, M., Gleiter, H. and Chalmers, B. : J. Appl. Phys. **42**(1971)2139

謝辞

本研究は、東京大学生産技術研究所石田研究室で行われたものである。本研究を遂行するにあたり、終始親切な御指導をいただいた、主査の石田 洋一教授に心より感謝致します。

また、同研究所の森 実助教授には、本論文に関係した、透過電子顕微鏡の使用法および回折理論について、多大の御教示を研究の初期からいただきました。深く感謝致します。

また、石田教授、森助教授を始め、査読をしていただきました

宇宙科学研究所 堀内 良 教授

東工学部金属材料学科 井野 博満 教授

東工学部金属材料学科 佐久間 健人 教授

東工学部精密機械工学科 須賀 唯知 助教授

に、厚くお礼申し上げます。

本研究は超高压電子顕微鏡を用いて遂行できたものであり、協力していただいた東工学部総合試験所の綱川 英男氏、西沢 久雄氏に深く感謝致します。

斉藤 秀雄氏、市野瀬 英喜氏ほか石田・森研究室の皆様、また、同研究所映像技術室の安田 良平氏、岡宮 誠一氏、福田 武士氏、倉科 満寿夫氏には、論文作成に際して多くの協力をいただきました。厚くお礼申し上げます。

本論文の執筆の多くは、須賀研究室の在職中に行われたものであり、須賀 唯知助教授ほか、須賀研究室の皆様には様々の点でご迷惑をおかけしました。ここに厚く感謝の意を表します。

弱ビームαフリンジ像に及ぼす系統反射の影響について

1. 2波近似における弱ビーム積層欠陥コントラストの解

厚みtの薄膜の試料表面から深さt₁のところに積層欠陥があるものとする。欠陥下部の厚みt₂の結晶がその上部の結晶に対してRだけ変位しているものとすると、積層欠陥部における波の振幅は次式によって計算できる (Hirsch et al., 1965/Reimer, 1984)。

ψ(t) = F⁻¹S(t₂)FS(t₁)ψ(0) (1.10)

ψは、各回折波の振幅φ_{j0}を成分に持つ列ベクトルである。S(t₁)は散乱行列といい、j番目の対角成分がexp(2πiγ⁽¹⁾t₁)であるような行列{exp(2πiγ⁽¹⁾t₁)}およびプロホ波の係数行列Cを用いて定義される。

S(t₁) = C{exp(2πiγ⁽¹⁾t₁)}C⁻¹ (1.11)

-p ≤ j ≤ p, k=1, 2

また、行列Fは、積層欠陥部を通過するときに生じるプロホ波の位相変化を表すための対角行列であり、それぞれの対角成分は、exp(iαx) [α=2πg·R, -p ≤ m ≤ p] で与えられる。

透過波φ_j(t)と回折波φ₀(t)の2波のみが存在している場合は、各行列要素を具体的に書くことができる (Hirsch et al., 1965)。

S(t₁) = { cos(β/2) sin(β/2) / -sin(β/2) cos(β/2) } { exp(2πiγ⁽¹⁾t₁) 0 / 0 exp(2πiγ⁽²⁾t₁) } × { cos(β/2) -sin(β/2) / sin(β/2) cos(β/2) } (1.12)

F⁻¹S(t₂)F = { cos(β/2) sin(β/2) / -sin(β/2)exp(-iα) cos(β/2)exp(-iα) } { exp(2πiγ⁽¹⁾t₂) 0 / 0 exp(2πiγ⁽²⁾t₂) } × { cos(β/2) -sin(β/2)exp(iα) / sin(β/2) cos(β/2)exp(iα) } (1.13)

ここに、γ⁽¹⁾ = [s² + ε₀²] ^{1/2} / 2 (1.14)

γ⁽²⁾ = [s² + ε₀²] ^{1/2} / 2 (1.15)

w = sε₀ = cot β (1.16)

$$\sin \beta = (1+w^2)^{-1/2} \quad (1.8)$$

$$\cos \beta = w(1+w^2)^{-1/2} \quad (1.9)$$

である。

$$w \gg 1 \text{ では、 } \cos(\beta/2) \simeq 1, \sin(\beta/2) \simeq 1/2w \quad (1.10)$$

$$w \ll -1 \text{ では、 } \cos(\beta/2) \simeq -1/2w, \sin(\beta/2) \simeq 1 \quad (1.11)$$

となるので、境界条件 $\phi_0(0)=1, \phi_0(\infty)=0$ のもとに行列の計算を実行すると、 $|w| \gg 1$ であるとき、 w^2 のオーダーの項 ($o(w^2)$) 以下の微小量を無視して、

$$\phi_0(t) = (2w)^{-1} [\exp(i\mu_2 - \alpha)] - \exp(i\mu_2) + \exp(i\mu) - \exp(-i\alpha) \quad (1.12)$$

$$\text{ここに、 } \mu_k = 2\pi s t_k \text{ (} k=1, 2\text{), } \mu = 2\pi s t, \text{ (} t=t_1+t_2\text{)} \quad (1.13)$$

である。

回折波の強度は、 $\Delta \mu = \mu_1 - \mu_2$ として、

$$|\phi_0(t)|^2 = w^{-2} [1 - 2\cos(\Delta \mu/2) \sin((\alpha + \mu)/2) \sin(\alpha/2) - \cos(\alpha + \mu/2) \cos(\mu/2)] \quad (1.14)$$

と書ける。Whelanらも弱ビーム領域における考察を行い、この式と同様の式を導いた。

(M. J. Whelan and P. B. Hirsch, Phil. Mag. 2(1957)1121)。しかし、この式が実用的な意味を持つようになったのは、超高压電子顕微鏡が出現してからである。

$$\mu = \mu_0 = 2n\pi - \alpha, \quad n=0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (1.15)$$

の場所では、回折波の強度が積層欠陥の深さに依存しない。この部分を積層欠陥の等強度線と呼ぶことにする。

$$|w| \gg 1 \text{ のもとで、 } \xi_0^* = \xi_0 (1+w^2)^{-1/2} \simeq (1/s) \operatorname{sgn}(s) \quad (1.16)$$

$$\text{ここで、 } \operatorname{sgn}(s) = 1 (s > 0), \operatorname{sgn}(s) = -1 (s < 0) \quad (1.17)$$

である。

また、 $\mu = 2\pi s t$ であることを考慮すると、 μ_0 に対応する膜厚 $t_0 (> 0)$ は、

$$t_0 = \xi_0^* (n - \alpha/2\pi) \operatorname{sgn}(s) \quad (1.18)$$

となる。

膜厚 t_0 における回折波の強度は、

$$|\phi_0(t_0)|^2 = (2w^2)^{-1} (1 - \cos \alpha) \quad (1.19)$$

また、膜厚 t_0 における母相の回折波の強度 $|\phi_0(t_0)|^2$ は、(1.14) で $\alpha=0$ において、 μ_0 の値

$$\text{を代入することにより、 } |\phi_0(t_0)|^2 = (2w^2)^{-1} (1 - \cos \alpha) \quad (1.20)$$

となる。したがって、膜厚 t_0 においては、積層欠陥部での回折波の強度と母相部での回折波の

(8.1)

(9.1)

(10.1)

(11.1)

(12.1)

(13.1)

(14.1)

(15.1)

(16.1)

(17.1)

(18.1)

(19.1)

(20.1)

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \sin$$

$$\psi^{(j)}(x, y, z) = R \cos$$

強度が等しくなることがわかる。

等強度線が、対応する等厚干渉縞からずれる大きさを、等厚干渉縞の周期に対する割合 Δn で表すことにすると、(1.18)より、

$$\Delta n = (\alpha/2\pi) \operatorname{sgn}(s) = g \cdot R \operatorname{sgn}(s) \quad (2.8)$$

$$\text{よって、} \quad g \cdot R = \Delta n \operatorname{sgn}(s) \quad (1.21)$$

が導かれる。

2. 系統反射を考慮したときの弱ビーム条件下におけるブロッホ波の表現

非吸収性完全結晶における電子線の振幅 ψ_j は、ブロッホ波の重なりで表すことができる (Hirsch et al., 1965/Reimer, 1984)。

$$\psi_j = \sum \psi^{(j)} C_0^{(j)} \exp(2\pi i (k^{(j)} + g) \cdot r) \quad (2.1)$$

添字 j は、分散面の分枝の番号、 $C_0^{(j)}$ はブロッホ波の係数、 $k_0^{(j)}$ は透過波の波動ベクトル、 g は回折ベクトルである。 $\psi^{(j)}$ はブロッホ波の振幅である。 Σ は j についての和を意味する。(2.1)は、定数の位相因子を省略して次式の様に書ける (Hirsch et al., 1965/Reimer, 1984)。

$$\psi_j = \sum \psi^{(j)} C_0^{(j)} \exp(2\pi i \gamma^{(j)} z) \quad (2.2)$$

$C_0^{(j)}$ と $\gamma^{(j)}$ は、以下の式によって計算できる。

$$[K^2 - (k_0^{(j)} + g)^2] C_0^{(j)} + \sum' U_n C_{0-n}^{(j)} = 0 \quad (2.3)$$

Σ' は、 $h=0$ の項を除く事を意味する。 U_n は、結晶内部ポテンシャル $V(r)$ のフーリエ成分、 K は屈折率効果を補正した電子 (エネルギー $= eE$) の波動ベクトルである。

$$V(r) = (h^2/2me) \sum U_n \exp(2\pi i g \cdot r) \quad (2.4)$$

$$K = U_0 + (2me/h^2) eE \quad (2.5)$$

(2.3)式は、ブロッホ波の波動関数(2.7)式を、Schrödinger方程式(2.6)に代入して係数を整理することにより得られる。

$$\psi(r) = \sum C_0(k) \exp(2\pi i (k+g) \cdot r) \quad (2.6)$$

$$\nabla^2 \psi(r) + (8\pi^2 me/h^2) [E + V(r)] \psi(r) = 0 \quad (2.7)$$

高加速電子線については、 $\gamma^{(j)}$ と s_0 (逆格子点 g についての偏差パラメータ) が、 K に比べて十分に小さいので、対称中心を持つ結晶について、次の様に書ける (Hirsch et al., 1965)。

$$\Delta C^{(j)} - \gamma^{(j)} C^{(j)} = 0 \quad (2.8)$$

この場合、 $\delta_{nn} = 0$ 、 $A_{20} = S_0$ 、 $A_{2n} = U_{2-n} / 2K \cos \theta_0 = 1 / (2 \varepsilon_{0-n})$ 。ここに、 $C^{(i)}$ は、 i 番目の分散面分枝に対応するプロック波の振幅からなる列ベクトルである。行列 A の成分 A_{mn} を A_{nn} と表し、

$$A_{nn} = ms \delta_{nn} + (1 - \delta_{nn}) / (2 \varepsilon_{(n-n)_0}) \quad (2.9)$$

$$\delta_{nn} = 1 \text{ for } m=n$$

$$\delta_{nn} = 0 \text{ for } m \neq n$$

のように略記する。ここで、 A_{nn} の第 1 項は、反射球の半径が大きいことから導かれる。 $A_{nn} = A_{nn}$ であるので、 A は、エルミート行列である。 n 番目の分散面分枝に対するプロック波の振幅ベクトル $C^{(n)}$ を (2.10) 式のおくと、これが w^2 オーダーの微小量を除いて、行列 A の固有ベクトルとなっていることを示す。以下においては、考察する試料の対称性から $w > 0$ を仮定して議論する。

$$C_{nn} = \delta_{nn} + (1 - \delta_{nn}) / [2w |n-m| (n-m)] \quad (2.10)$$

C_{nn} は、 $C^{(n)}$ の ng 番目の成分である。 m と n の範囲は、 $-p \leq m \leq p$ 、 $-p \leq n \leq p$ で定義する。また、第 2 項の $(1 - \delta_{nn})$ は、 $m=n$ の場合を除くという意味である。

ベクトル $AC^{(n)}$ の ng 番目の成分を $[AC^{(n)}]_n$ と書く。

$$[AC^{(n)}]_n = \sum_{k=-p}^p A_{nk} C_{kn}$$

加算を実行すると、

$$[AC^{(n)}]_n = ns \delta_{nn} + ms(1 - \delta_{nn}) / [2w |n-m| (n-m)] + (1 - \delta_{nn}) / \{2 \varepsilon_{(n-n)_0} + s \circ(w^2)\} \quad (2.12)$$

(2.12) 式で、 $o(w^2)$ は、 w^2 のオーダーの項を意味する。 $w \gg 1$ の条件下で、(2.12) の第 4 項は、他の項に対して無視できる。また、第 1 項が主要な項であり、第 2 項と第 3 項は、第 1 項に比べて益々小さくなるので、第 3 項を次式により近似する。

$$\varepsilon_{(k-n)_0} \approx |k-n| \varepsilon_0 \quad (2.13)$$

その結果、(2.12) 式は、 $o(w^2)$ の項を無視することにより、次のような最終的な形になる。

$$[AC^{(n)}]_n = ns \delta_{nn} + ms(1 - \delta_{nn}) / [2w |n-m| (n-m)] + (1 - \delta_{nn}) / \{2 \varepsilon_{(n-n)_0} + s \circ(w^2)\}$$

この場合、 $\delta_{nn} = 0$ 、 $A_{20} = S_0$ 、 $A_{2n} = U_{2-n} / 2K \cos \theta_0 = 1 / (2 \varepsilon_{0-n})$ 。ここに、 $C^{(i)}$ は、 i 番目の分散面分枝に対応するプロック波の振幅からなる列ベクトルである。行列 A の成分 A_{mn} を A_{nn} と表し、

$$A_{nn} = ms \delta_{nn} + (1 - \delta_{nn}) / (2 \varepsilon_{(n-n)_0}) \quad (2.9)$$

$$\delta_{nn} = 1 \text{ for } m=n$$

$$\delta_{nn} = 0 \text{ for } m \neq n$$

のように略記する。ここで、 A_{nn} の第 1 項は、反射球の半径が大きいことから導かれる。 $A_{nn} = A_{nn}$ であるので、 A は、エルミート行列である。 n 番目の分散面分枝に対するプロック波の振幅ベクトル $C^{(n)}$ を (2.10) 式のおくと、これが w^2 オーダーの微小量を除いて、行列 A の固有ベクトルとなっていることを示す。以下においては、考察する試料の対称性から $w > 0$ を仮定して議論する。

$$C_{nn} = \delta_{nn} + (1 - \delta_{nn}) / [2w |n-m| (n-m)] \quad (2.10)$$

C_{nn} は、 $C^{(n)}$ の ng 番目の成分である。 m と n の範囲は、 $-p \leq m \leq p$ 、 $-p \leq n \leq p$ で定義する。また、第 2 項の $(1 - \delta_{nn})$ は、 $m=n$ の場合を除くという意味である。

ベクトル $AC^{(n)}$ の ng 番目の成分を $[AC^{(n)}]_n$ と書く。

$$[AC^{(n)}]_n = \sum_{k=-p}^p A_{nk} C_{kn}$$

加算を実行すると、

$$[AC^{(n)}]_n = ns \delta_{nn} + ms(1 - \delta_{nn}) / [2w |n-m| (n-m)] + (1 - \delta_{nn}) / \{2 \varepsilon_{(n-n)_0} + s \circ(w^2)\} \quad (2.12)$$

(2.12) 式で、 $o(w^2)$ は、 w^2 のオーダーの項を意味する。 $w \gg 1$ の条件下で、(2.12) の第 4 項は、他の項に対して無視できる。また、第 1 項が主要な項であり、第 2 項と第 3 項は、第 1 項に比べて益々小さくなるので、第 3 項を次式により近似する。

$$\varepsilon_{(k-n)_0} \approx |k-n| \varepsilon_0 \quad (2.13)$$

その結果、(2.12) 式は、 $o(w^2)$ の項を無視することにより、次のような最終的な形になる。

$$[AC^{(n)}]_n = ns \delta_{nn} + ms(1 - \delta_{nn}) / [2w |n-m| (n-m)] + (1 - \delta_{nn}) / \{2 \varepsilon_{(n-n)_0} + s \circ(w^2)\}$$

$(\delta_{nn} - \delta_{nn}) = \delta_{nn} - \delta_{nn}$
 $(\delta_{nn} - \delta_{nn}) = \delta_{nn} - \delta_{nn}$
 ...

$$(9.5) \quad (\delta_{nn} - \delta_{nn}) \left(\frac{1}{2w} \delta_{nn} + \frac{1}{2w} \delta_{nn} \right) = \delta_{nn}$$

...

$$(9.12) \quad [(\delta_{nn} - \delta_{nn}) \delta_{nn} + \delta_{nn}] = \delta_{nn}$$

...

$$(11.1) \quad [(\delta_{nn} - \delta_{nn}) \delta_{nn} + \delta_{nn}] = \delta_{nn}$$

...

$$(11.2) \quad [(\delta_{nn} - \delta_{nn}) \delta_{nn} + \delta_{nn}] = \delta_{nn}$$

...

$$(11.3) \quad [(\delta_{nn} - \delta_{nn}) \delta_{nn} + \delta_{nn}] = \delta_{nn}$$

...

$$[AC^{(n)}]_n = ns[\delta_{nn} + (1 - \delta_{nn}) / (2w |n-m| (n-m))] = nsC_{nn} \quad (2.14)$$

...

$$C = (C^{(1)}, C^{(2)}, \dots, C^{(n)}) \quad (2.15)$$

...

$$= \sum_k [\delta_{kn} + (1 - \delta_{kn}) / (2w |n-k| (n-k))] [\delta_{kn} + (1 - \delta_{kn}) / (2w |n-k| (n-k))] \quad (2.16)$$

...

...

...

...

$$\psi(t) = (\psi_{-m}(t), \psi_{-(m-1)}(t), \dots, \psi_{00}(t)) \quad (3.1)$$

$$\text{and } \psi_{00}(0) = 1, \psi_{00}(0) = 0 (m \neq 0) \quad (3.2)$$

...

$$\phi_{00}(t) = (2\pi^2 w)^{-1} \{ \exp[i\mu(\mu_2 - \alpha)] - \exp[i\mu\mu_2] + \exp[i\mu\mu] - \exp[-i\mu\alpha] \} \quad (3.3)$$

$$\mu_k = 2\pi st_k (k=1,2), \mu = 2\pi st(t=t_1+t_2) \quad (3.4)$$

...

...

$$(21.5) \quad \dots \dots \dots$$

この式(21.5)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の電場成分と反射波の電場成分との和が、媒質2中の透過波の電場成分と等しいことを示している。ここで、 E_1 は媒質1中の電場成分、 E_2 は媒質2中の電場成分、 E_r は媒質1中の反射波の電場成分、 E_t は媒質2中の透過波の電場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(21.5)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(21.6) \quad \dots \dots \dots$$

この式(21.6)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の磁場成分と反射波の磁場成分との和が、媒質2中の透過波の磁場成分と等しいことを示している。ここで、 H_1 は媒質1中の磁場成分、 H_2 は媒質2中の磁場成分、 H_r は媒質1中の反射波の磁場成分、 H_t は媒質2中の透過波の磁場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(21.6)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(21.7) \quad \dots \dots \dots$$

この式(21.7)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の電場成分と透過波の電場成分との差が、反射波の電場成分と等しいことを示している。ここで、 E_1 は媒質1中の電場成分、 E_2 は媒質2中の電場成分、 E_r は媒質1中の反射波の電場成分、 E_t は媒質2中の透過波の電場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(21.7)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(21.8) \quad \dots \dots \dots$$

この式(21.8)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の磁場成分と透過波の磁場成分との差が、反射波の磁場成分と等しいことを示している。ここで、 H_1 は媒質1中の磁場成分、 H_2 は媒質2中の磁場成分、 H_r は媒質1中の反射波の磁場成分、 H_t は媒質2中の透過波の磁場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(21.8)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(1.6) \quad \dots \dots \dots$$

この式(1.6)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の電場成分と透過波の電場成分との差が、反射波の電場成分と等しいことを示している。ここで、 E_1 は媒質1中の電場成分、 E_2 は媒質2中の電場成分、 E_r は媒質1中の反射波の電場成分、 E_t は媒質2中の透過波の電場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(1.6)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(1.7) \quad \dots \dots \dots$$

この式(1.7)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の磁場成分と透過波の磁場成分との差が、反射波の磁場成分と等しいことを示している。ここで、 H_1 は媒質1中の磁場成分、 H_2 は媒質2中の磁場成分、 H_r は媒質1中の反射波の磁場成分、 H_t は媒質2中の透過波の磁場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(1.7)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(1.8) \quad \dots \dots \dots$$

この式(1.8)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の電場成分と透過波の電場成分との差が、反射波の電場成分と等しいことを示している。ここで、 E_1 は媒質1中の電場成分、 E_2 は媒質2中の電場成分、 E_r は媒質1中の反射波の電場成分、 E_t は媒質2中の透過波の電場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(1.8)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$(1.9) \quad \dots \dots \dots$$

この式(1.9)は、媒質1と媒質2の境界面上で、入射波の磁場成分と透過波の磁場成分との差が、反射波の磁場成分と等しいことを示している。ここで、 H_1 は媒質1中の磁場成分、 H_2 は媒質2中の磁場成分、 H_r は媒質1中の反射波の磁場成分、 H_t は媒質2中の透過波の磁場成分、 n_1 と n_2 は媒質1と媒質2の屈折率、 θ_1 と θ_2 は入射角と透過角、 θ_r は反射角、 θ_t は透過角、 $\theta_1 = \theta_r$ 、 $n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$ (スネルの法則)が成り立つ。したがって、式(1.9)は、スネルの法則とフネマンの境界条件とを結合させたものである。

$$|\phi_{n0}(t)|^2 = (n^2 m^2)^{-1} \{1 - 2\cos(m\Delta\mu/2)\sin[m(\alpha+\mu)/2]\sin(m\alpha/2) - \cos[m(\alpha+\mu/2)]\cos(m\mu/2)\} \quad (3.5)$$

となる。
 (3.5)式を見ると、mgの波の強度は $(1/m^2)$ に比例しており、回折波の次数が高くなると急激に減少することがわかる。

強度が積層欠陥の深さに依存しない膜厚 t_0 は、 $\Delta\mu$ を含む項が0になるところである。

$$\text{したがって、} \quad \mu = \mu_0 = 2n\pi/m - \alpha, \quad n=0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (3.6)$$

$$t_0 = (\epsilon_0/n)(n - m\alpha/2\pi)\text{sgn}(s), \quad (t_0 > 0) \quad (3.7)$$

となる。(3.7)式の第2項を、

$$\Delta n_0 = (m\alpha/2\pi)\text{sgn}(s) \quad (3.8)$$

とおくと、 Δn_0 は、隣接する等厚線から、等厚線の間隔に対して等強度線が移動する割合を表している。 $\alpha = 2\pi g \cdot R$ であることを考慮すると、

$$mg \cdot R = \Delta n_0 \text{sgn}(s) \quad (3.9)$$

となる。(3.9)は、 $|m| \geq 2$ の回折波についても、2波の場合と同様の解析ができることを示している。

膜厚 t_0 における回折波の強度は、

$$|\phi_{n0}(t_0)|^2 = (2n^2 m^2)^{-1} (1 - \cos m\alpha) \quad (3.10)$$

である。また、膜厚 t_0 における母相中の回折波の強度は、(3.5)式で $\alpha=0$ において、(3.6)式を代入することによって、

$$|\phi_{n0}(t_0)_n|^2 = (2n^2 m^2)^{-1} (1 - \cos m\alpha) \quad (3.11)$$

となるので、 α フリンジの等強度線は、母相の回折波と等しい強度の膜厚の場所に生じることがわかる。

4. まとめ

透過波および $ng \sim ns$ の系統反射が関与している場合の弱ビーム α フリンジの解を求めたところ、十分な弱ビーム条件のもとでは、異なる回折波の間の干渉作用は小さくなって、2波の弱ビーム回折条件に集束してしまうことが明らかになった。したがって、系統反射が存在しているも、弱ビーム像の解釈は2波近似の場合と同様に行うことができることが示された。

