

弱ビーム電顕法による双晶ファセット転位の解析(I)

The Analysis of Twin Boundary Facet Dislocation by Weak-Beam Method

宮 沢 薫 一*・森

実*・石 田 洋 一*

Kun'ichi MIYAZAWA, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

1. はじめに

金属の双晶境界上の転位は、しばしば転位網を形成する。また、整合双晶境界と非整合双晶境界の会合部にはファセット転位が形成される。このファセット転位は、双晶境界をはさむ結晶粒の並進位置関係のちがいが発生の原因と考えられる。双晶境界上に存在する転位の弱ビーム電顕法の応用のひとつとして、並進成分の測定に本法を適用することを試みた。試料は、オーステナイトテンレス鋼中の焼鈍双晶である。

2. 実験方法

オーステナイトステンレス鋼(SUS 316)を、1223 Kで7.5 ks 焼鈍して焼鈍双晶を作成した。この試料をクロム酸リン酸混液中で電解研磨したのち、東大工学部総合試験所の超高圧電子顕微鏡を用いて、加速電圧 1000 kV で透過観察した。弱ビーム状態で十分にビームを広げてコントラストをつけ、60 sec 程度露光して撮像した。

3. 観察結果

3.1 転位網をとまなう双晶ファセット転位の解析

写真1は、解析の1例である。(a)は明視野像、(b)は

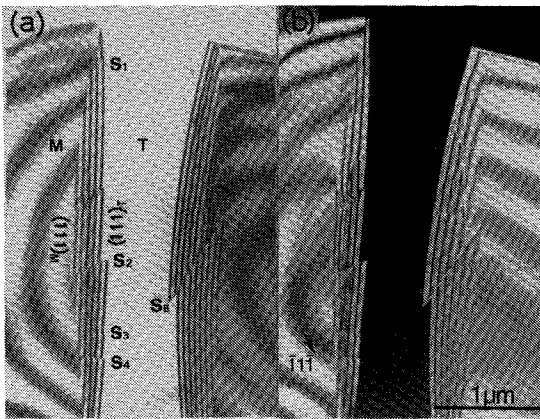


写真1 オーステナイトステンレス鋼 (SUS 316) 双晶境界の (a)明視野像と(b)暗視野像

は暗視野像であり、双晶境界上に形成された転位網とステップ構造 $S_1 \sim S_5$ が示されている。 S_2 は $(\bar{1}5\bar{1})_M // (3\bar{3}3)_T$, S_5 は、 $(\bar{1}10)_M // (\bar{1}\bar{1}0)_T$ なる小面が (111) 整合双晶境界に接続している。M は母相の、T は双晶の記号を表す。図1は、転位の方法をトレース解析で求めた結果を (111) 面に投影した図である。図2は、転位線の正の方向を矢印で示してある。各々の転位に、 $d_1 \sim d_{22}$ の記号をつけた。写真2は弱ビーム像である。表1と表2に、転位

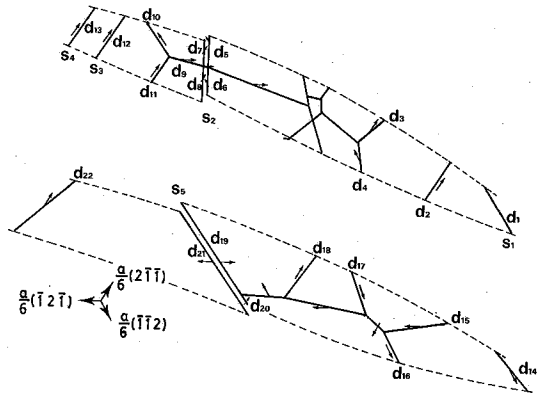


図1 写真1の転位網の模式図。矢印は転位のパーガースベクトルを表す

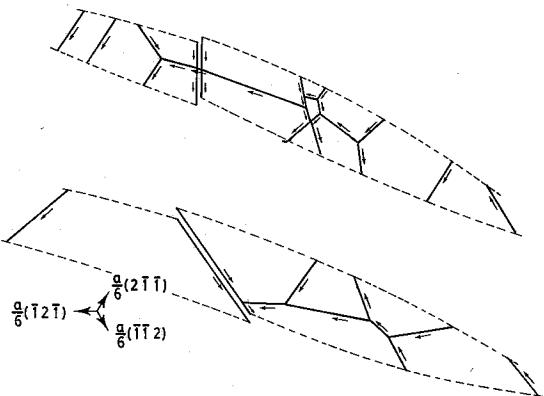


図2 図1の転位線の正の向きを矢印で示す

* 東京大学生産技術研究所 第4部

研究速報
 が試料表面に顔を出している部分での等厚縞の途切れ数 n が、回折波の指数 g と偏差パラメータ s の符号とともに示されている。ファセット転位以外の双晶転位のバーガスベクトル b は次式により、簡単に決定される。図 1 に結果を矢印で示した。

$$g \cdot b = n \cdot \text{sgn}(s) \quad (1)$$

ただし、 $\text{sgn}(s) = +1 (s > 0)$

$$\text{sgn}(s) = -1 (s < 0)$$

S_2 のファセット転位の場合は、 d_5 と d_7 の歪場が合成されて $n(d_5 + d_7)$ 本の等厚縞の途切れ数を、また、 d_6 と d_8 の歪場が合成されて、 $n(d_6 + d_8)$ 本の途切れ数を示している。これらの転位の合成バーガスベクトル $b(d_5 + d_7)$, $b(d_6 + d_8)$ の値は $\frac{a}{2}[10\bar{1}]$ であるので、格子転位の値に等しい。これは、

$$\frac{a}{2}[10\bar{1}] = \frac{a}{6}[11\bar{2}] + \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] \quad (2)$$

の分解が許される。転位節でのバーガスベクトルの取支を表す Frank の法則より求められた d_9 の b は

$\frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}]$ であるので、図 1 のように S_2 の b の割り当てをすると矛盾がない。 $\frac{a}{6}[11\bar{2}]$, $\frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$ のいずれが $d_5 \sim d_8$ のファセット転位に対応するかの判定は像消失法を適用した。

S_5 のステップにも、 d_{19} , d_{20} , d_{21} の 3 つのファセット転位が存在している。 d_{19} と d_{21} の近傍では等厚縞のずれは観察されない。これは、2 つの異符号の転位の歪場が合成された結果である。 d_{20} と d_{21} の 2 本の転位の場合は、 $\frac{a}{6}[11\bar{2}]$ の合成バーガスベクトルを与える。これは次のように分解できる。

$$\frac{a}{6}[11\bar{2}] = \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}] \quad (3)$$

d_{20} は、 $\bar{1}\bar{1}\bar{3}$ の暗視野像で見えなくなることを確認したので、 $b(d_{20})$ は、 $\bar{1}\bar{1}\bar{3}$ の像消失条件、 $g \cdot b = 0$ を満たす $\frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$ となる。 S_3 と S_4 には小さなステップが作られているが、転位の本数はそれぞれ 1 本である。いずれも、

表 1 写真 2 の転位 $d_1 \sim d_{13}$ の端部での等厚縞の途切れ数

Photo.	g	s	$n(d_1)$	$n(d_2)$	$n(d_3)$	$n(d_4)$	$n(d_5 + d_7)$	$n(d_6 + d_8)$	$n(d_{10})$	$n(d_{11})$	$n(d_{12})$	$n(d_{13})$
(a)	022	+	0	0	0	1	1	1	1	0	0	0
(b)	$3\bar{1}\bar{1}$	-	0	-1	-1	0	-1	-1	0	-1	-1	-1
(c)	202	+	0	-1	-1	-1	-2	-2	-1	-1	-1	-1

表 2 写真 2 の転位 $d_{14} \sim d_{22}$ の端部での等厚縞の途切れ数

Photo.	g	s	$n(d_{14})$	$n(d_{15})$	$n(d_{16})$	$n(d_{17})$	$n(d_{18})$	$n(d_{19} + d_{21})$	$n(d_{20} + d_{21})$	$n(d_{22})$
(a)	022	+	-1	1	-1	-1	0	0	1	0
(b)	$3\bar{1}\bar{1}$	-	0	1	0	0	-1	0	0	-1
(c)	202	+	1	0	1	1	-1	0	-1	-1

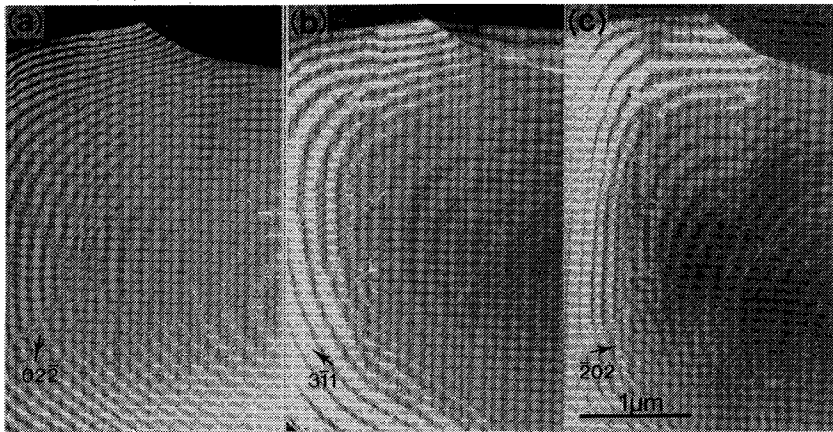


写真 2 写真 1 の双晶の共通反射による暗視野弱ビーム等厚干涉縞像

研 究 速 報

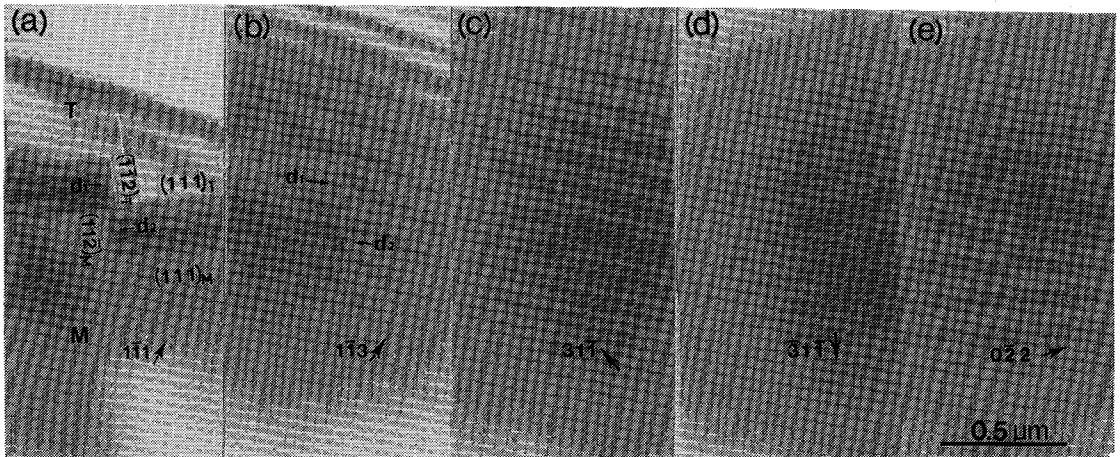


写真3 $(11\bar{2})_M // (\bar{1}\bar{1}2)_T$ のファセット転位の等厚干渉縞暗視野像

表3 写真3のファセット転位 $d_1 \sim d_4$ 端部での等厚縞の途切れ数

Photo.	g	s	n(d ₁)	n(d ₂)
(b)	113	+	+1	-1
(c)	31 $\bar{1}$	-	+1	-1
(d)	3 $\bar{1}\bar{1}$	+	0	0
(e)	022	-	-1	+1

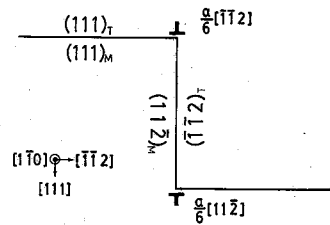


図3 写真3のファセット転位の解析結果

$\frac{a}{6}\langle 112 \rangle$ タイプの完全双晶転位である。

S_1 のステップ部分には、コントラストが弱い転位像が存在する。しかし、転位端部での等厚縞の途切れや、転位線上でのずれは観察されない。これは、 S_5 の場合と同じく 2 本の異符号の転位の歪場が結合した結果と考えられる。

3.2 $(11\bar{2})_M // (\bar{1}\bar{1}2)_T$ 双晶境界ファセット転位の解析

写真3は、 $(11\bar{2})$ 面と (111) 面との交線上に発生したファセット転位 d_1 と d_2 の弱ビーム像である。 g と b と s の符号との関係を表3にまとめた。①式により、 d_1 は、 $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2]d_2$ は、 $\frac{a}{6}[11\bar{2}]$ のバーガースベクトルを有する完全双晶転位であり、解析結果は4枚の写真を通じて矛盾がない。図3に、解析結果を模式的に示してある。この例のファセット転位は (111) 面上にすべり面をもつ刃状転位である。 $(11\bar{2})_M // (\bar{1}\bar{1}2)_T$ 双晶境界は、金薄膜格子像の観察で (111) 原子面が $[111]$ 方向に $\frac{1}{2}$ 原子面ずれていることが報告されている。²⁾しかし、ここで得られた結果は、 $(11\bar{2})$ 面上にすべり面をもつ $\langle 111 \rangle$ 方向の成分を有する刃状転位が観察されるという予想に反している。この例では、 $(11\bar{2})$ 面が1枚抜け落ちた構造になっている。

4. 考 察 (弱ビーム法理論の再検討)

(1)式は、実験的に成立することが確認されており、また、理論的な支持も得ている。³⁾ここでは、透過電子顕微鏡像の説明で正当性が証明されているコラム近似¹⁾を用いることにより、理論的な導出の過程で用いられた Schapink の仮定を使わずに①式が導びけることを示そう。石田らの方法にならって図4(a)のような転位を囲む閉回路 Γ を考える。 Γ にそって等厚縞の数を数えることは、図4(b)の Γ' にそって膜端から等厚縞の数を数えることに等しい。そのため n は、 $\widehat{B'bT'}$ と $\widehat{B'aT'}$ における等厚縞の数の差に等しい。くさび形試料を考え、図5に示した転位線 \odot をとり囲む閉回路 $\Gamma, \Gamma=L_1 + \Delta L_1 + L_2 + \Delta L_2$ を設ける。 ΔL_1 と ΔL_2 は、試料表面上に z 軸に垂直にとる。垂直という条件をつけても一般性を失わない。電子線が入射する方向を z 軸とし、それに直交する 2 軸 x, y をとって、 $x-y-z$ 直交座標系を設ける。転位の変位場 R は、 x, y, z の関数であり、 $R = R(x, y, z)$ 。転位のバーガースベクトル b は、

$$b = \oint_{\Gamma} dR$$

$$= \oint_{\Gamma} \left(\frac{\partial R}{\partial x} dx + \frac{\partial R}{\partial y} dy + \frac{\partial R}{\partial z} dz \right) \quad (4)$$

L_1 と L_2 は z 軸に平行であるので、この上での x と y の積分は 0 である。また、 ΔL_1 と ΔL_2 上における z に関する

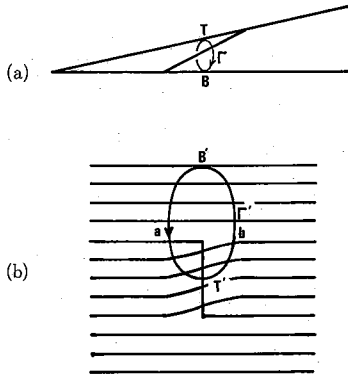


図4 (a)転位を囲む閉回路Γと(b)写真上で転位端部を囲む閉回路Γ'の定義を示す模式図

る積分も0であるので

$$b = \int_{\Delta L_1 + \Delta L_2} \left(\frac{\partial R}{\partial x} dx + \frac{\partial R}{\partial y} dy \right) + \int_{L_1} \frac{\partial R}{\partial z} dz + \int_{L_2} \frac{\partial R}{\partial z} dz \quad (5)$$

(5)の第1項は格子膨張の効果を表すが、薄膜表面では小さい。しかも、 $\Delta L_1, \Delta L_2$ は、 L_1, L_2 に比べて小さいので無視できて

$$b = \int_{L_1} \frac{\partial R}{\partial z} dz + \int_{L_2} \frac{\partial R}{\partial z} dz \quad (6)$$

偏差パラメータ s' を次式で定義する。¹⁾

$$s' = s + \mathbf{g} \cdot \frac{\partial \mathbf{R}}{\partial z} + \theta_B \mathbf{g} \cdot \frac{\partial \mathbf{R}}{\partial x_g} \quad (7)$$

s は、転位から十分遠方での s' の値、 θ_B はブラック角、 x_g は \mathbf{g} 方向への座標である。 θ_B は小さいので(7)の第3項は無視できて、(6)と(7)より、

$$\begin{aligned} \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} &= \int_{L_1} \mathbf{g} \cdot \frac{\partial \mathbf{R}}{\partial z} dz + \int_{L_2} \mathbf{g} \cdot \frac{\partial \mathbf{R}}{\partial z} dz \\ &= \int_{L_1} (s' - s) dz + \int_{L_2} (s' - s) dz \end{aligned} \quad (8)$$

L_2 を L_2 と逆向きにとると、

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \int_{L_1} s' dz - \int_{L_2} s' dz \quad (9)$$

L_1, L_2 にそって \mathbf{R} が急激に変化しなければ、不完全結晶部は、完全結晶の薄い層が層状に集合してできていると考えることができる。これはコラム近似の考え方である。したがって各結晶層において有効消衰距離¹⁾

$$\xi_g^w(z) \equiv \xi_g / \sqrt{1 + (s' \xi_g)^2} \quad (10)$$

を定義できる。

$$(s' \xi_g)^2 \gg 1 \text{ (弱ビーム条件) では, } \quad (10) \text{ は}$$

$$\xi_g^w(z) \approx (1/s') \text{sgn}(s) \quad (11)$$

となる。(9)と(11)から

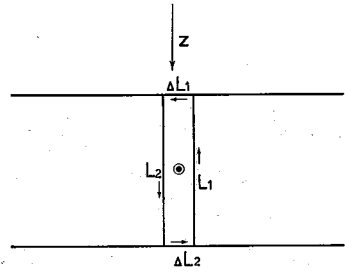


図5 転位線⊙を囲むΓ'の定義を示す模式図

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \left(\int_{L_1} \frac{dz}{\xi_g^w(z)} - \int_{L_2} \frac{dz}{\xi_g^w(z)} \right) \text{sgn}(s) \quad (12)$$

(12)の右辺は、 L_1 と L_2 における等厚縞の数の差を表す。したがって(1)が導かれる。

以上の過程で明らかのように、コラム近似の考え方を利用すれば、(1)式の導出に Schapink の仮定を使う必要がない。実際、 s' は、 L_1, L_2 で z の連続関数であるから積分の平均値の定理により、 t を膜厚として

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = t s'_1 - t s'_2 \quad (13)$$

$$\left. \begin{aligned} \text{ただし, } s'_1 &= \frac{1}{t} \int_{L_1} s' dz = s + \frac{1}{t} \int_{L_1} \mathbf{g} \cdot \frac{\partial \mathbf{R}}{\partial z} dz \\ s'_2 &= \frac{1}{t} \int_{L_2} s' dz = s + \frac{1}{t} \int_{L_2} \mathbf{g} \cdot \frac{\partial \mathbf{R}}{\partial z} dz \end{aligned} \right\} \quad (14)$$

と書くことができる。(14)は、 $s'_{1,2}$ を s_{eff} と書き直し、 $\mathbf{R} = \mathbf{R}(z)$ とすれば

$$s_{\text{eff}} = s + \frac{1}{t} \int_L \mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz} dz \quad (15)$$

となるので Schapink の仮定そのものであり、導出の過程での必要条件として出てくることがわかる。

5. ま と め

双晶のファセット転位を中心にして、弱ビーム法によるバーガースペクトルの決定を行った。その結果、ファセット転位のバーガースペクトルは、 $\Sigma 3\text{DSC}$ 格子で定義される $\frac{a}{b} \langle 112 \rangle$ タイプのものであることがわかった。

(1985年2月8日受理)

参 考 文 献

- 1) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London, (1965).
- 2) 市野瀬英喜, 石田 洋一: 日本金属学会会報, 第22巻第2号(1983), 165.
- 3) Y. Ishida, H. Ishida, K. Kohra and H. Ichinose: Phil. Mag. A, 42 (1980), 453.