

# 転位弱ビーム電顕像の計算機シミュレーション

Computer Simulation of Dislocation Weak-beam Images

宮 沢 薫 一\*・森

実\*・石 田 洋 一\*

Kun-ichi MIYAZAWA, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

## 1. はじめに

弱ビーム透過電顕法は、薄膜の等厚干渉縞を利用して転位のパーガースペクトルを厳密に決定する方法である。格子転位など完全転位のときは、転位終端部での等厚縞の本数の過不足を知るだけでパーガースペクトルが決定できる。<sup>1)2)</sup>しかし、ファセット転位など幾何学的にパーガースペクトルを定義できない転位については、次章2で述べるように、像計算による干渉縞の定量化が必要になる。本報は、像計算による解析を適用するにあたり、等方性媒質中の格子転位のモデル計算像が、転位端部で余分に生じる等厚縞の本数を正しく説明することを示したうえで、双晶境界上の不完全転位を例にとり、共通反射条件のもとでは、転位中央部の等厚縞のずれを測定することにより、パーガースペクトルの決定が行えることを示す。

## 2. 弱ビーム等厚干渉縞

ブラック反射位置から微小角度  $\Delta\theta_B$  だけ薄膜を傾けた状態で透過電顕観察を行うと、何本( $n$ 本)かの等厚縞が余分に生じる様子が見られる。励起されている回折波の回折ベクトルを  $g$ 、転位のパーガースペクトルを  $b$  とすると、 $S_{eff}\xi_g \gg 1$  のとき、

$$g \cdot b = n \dots\dots\dots (1)$$

の関係が成立する。<sup>1)</sup>  $S_{eff}$  は、回折電子線と反射球の交点から逆格子点  $g$  までの距離を表す偏差パラメータであり、膜厚方向に平均化された値である。<sup>3)</sup>  $\xi_g$  は回折波の消費距離である。<sup>4)</sup> 図1は、アルミニウム中の格子転位について、傾斜角  $\Delta\theta_B$  に関する等厚縞の変化を示した暗視野像である。 $\Delta\theta_B$  が大きいところで、等厚縞が転位端部で一本ずつ余分に生じている様子が示されている。この場合、 $g \cdot b = 1$  である。完全転位のとき  $n$  は整数であるが、不完全転位の場合は、 $n$  は一般に非整数であるので、転位の歪場による等厚縞の変形をシミュレートしておくことが必要である。

## 3. 像 計 算 法

### 3.1 波動方程式

ブラック反射付近で観察するため、カラム近似による2波の動力学的回折理論が使える。透過波を  $\phi_0$ 、回折波を  $\phi_g$  とし、それぞれの消費距離を  $\xi_0, \xi_g$  とすると

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{\pi i}{\xi_0} \phi_0 + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_g \exp(2\pi i s z + 2\pi i g \cdot R)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \frac{\pi i}{\xi_0} \phi_g + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_0 \exp(-2\pi i s z - 2\pi i g \cdot R) \dots\dots (2)$$

が成立する。<sup>4)</sup>  $R$  は、転位による変位場である。 $s$  は、転位より十分遠方の  $S_{eff}$  の値である。高い加速電圧(1000

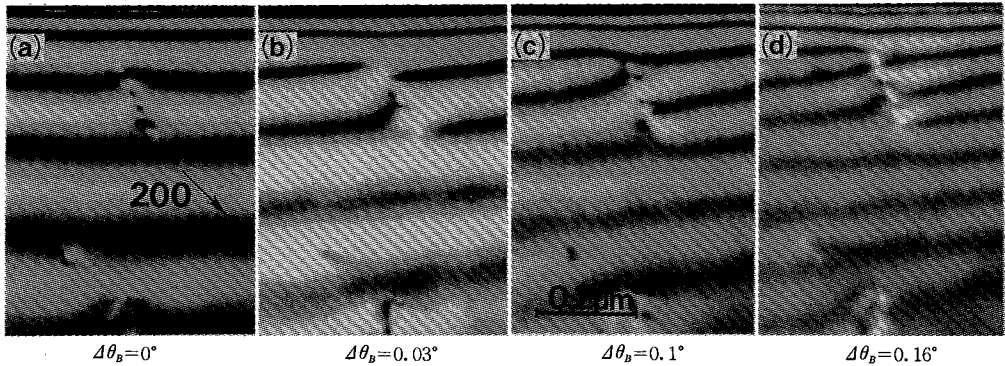


図1 アルミニウム格子転位の弱ビーム暗視野像

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

kV)と薄膜試料を仮定するので、電子線の吸収は無視する。 $z$  は、入射電子線の方向に設けた座標で、試料表面からの深さを表す。試料下面での回折波の強度は、 $\phi_0(0)=1, \phi_g(0)=0$  の境界条件のもとで、(2) を数値積分して得られる。回折波強度は、最高と最底の間を 10 段階に分けて写真乾板上に投影する形で画像表示する。消衰距離は、アルミニウムの場合、電子線の加速電圧を 1000 kV とし、文献 4) により、 $\xi_0=331.7\text{\AA}$ 、 $\xi_{200}=1155.5\text{\AA}$ 、 $\xi_{220}=1814.9\text{\AA}$ 、 $\xi_{311}=2232.1\text{\AA}$  を仮定する。

3.2 仮定する変位場

薄膜下表面と上表面とに両端を有する直線状の転位が作る変位場は、転位ループに関するパーガースの式<sup>5)</sup> (3) をループの有限区間を積分することにより得ている。

$$R = \frac{b}{4\pi} Q + \frac{b}{4\pi} \times \int_L \frac{dl}{|x-l|} + \frac{1}{8\pi(1-\nu)} \nabla \int_L \frac{b \times (x-l) \cdot dl}{|x-l|} \dots\dots\dots (3)$$

$Q$  は、観測点  $x$  から転位ループ  $L$  を見わたすときの立体角、 $l$  はループ上の一点、 $dl$  は  $L$  の線素である。 $\nu$  はポアソン比である。 $l \equiv (l_1, l_2, l_3), x \equiv (x_1, x_2, x_3)$  とすると

$$A = \frac{(l_3 - x_3)}{\{(l_1 - x_1)^2 + (l_2 - x_2)^2\}} \times \frac{(l_2 - x_2, -l_1 + x_1, 0)}{\sqrt{(l_1 - x_1)^2 + (l_2 - x_2)^2 + (l_3 - x_3)^2}} \dots\dots\dots (4)$$

は、 $Q$  に関するベクトルポテンシャルであり、

$$Q = \int_L A \cdot dl \dots\dots\dots (5)$$

である。 $x_1-x_2-x_3$  直交座標系を考え、点  $A(0, y_1, 0)$ 、点  $B(0, y_2, 0)$  の両端をもつ直線状の転位が  $x_2$  軸上に存在するものとする。この転位による点  $x$  での変位は、(3) と (5) から、

$$R = \pm \frac{b}{4\pi} \int_A^B A \cdot dl + \frac{b}{4\pi} \times \int_A^B \frac{dl}{|x-l|} + \frac{1}{8\pi(1-\nu)} \nabla \int_A^B \frac{b \times (x-l) \cdot dl}{|x-l|} \dots\dots\dots (6)$$

となる。

第一項の  $\pm$  は積分径路のとり方に依存するためである。無限長の直線状の転位が作る変位場  $R_\infty$  は、文献 6) などを参考にして、転位が  $x_2$  軸にあり、しかもパーガースベクトルの符号が右ねじの法則によって定められるとき、

$$R_\infty = \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{x_3}{x_1} - b \times u \frac{1-2\nu}{8\pi(1-\nu)} \ln(x_1^2 + x_3^2) - \frac{(b \times x) \cdot u}{4\pi(1-\nu)(x_1^2 + x_3^2)} x \dots\dots\dots (7)$$

となる。ここで、 $x \equiv (x_1, 0, x_3), u \equiv (010)$  である。

(7) を考慮して (6) の積分を実行すると次式が得られる。

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

ただし、 $x \equiv (x_1, x_2, x_3), u \equiv (010)$

$$R_1 = \tan^{-1} \frac{x_3(y_2 - x_2)}{x_1 \sqrt{x_1^2 + (y_2 - x_2)^2 + x_3^2}} - \tan^{-1} \frac{x_3(y_1 - x_2)}{x_1 \sqrt{x_1^2 + (y_1 - x_2)^2 + x_3^2}}$$

$$R_2 = \ln \left| \frac{y_2 - x_2 + \sqrt{x_1^2 + (y_2 - x_2)^2 + x_3^2}}{y_1 - x_2 + \sqrt{x_1^2 + (y_1 - x_2)^2 + x_3^2}} \right|$$

$$R_3 = \frac{1}{x_1^2 + x_3^2} \left( \frac{x_2 y_2 - x_1^2 - x_2^2 - x_3^2}{\sqrt{x_1^2 + (y_2 - x_2)^2 + x_3^2}} - \frac{x_2 y_1 - x_1^2 - x_2^2 - x_3^2}{\sqrt{x_1^2 + (y_1 - x_2)^2 + x_3^2}} \right)$$

$$R_4 = \frac{1}{x_1^2 + x_3^2} \left( \frac{y_2 - x_2}{\sqrt{x_1^2 + (y_2 - x_2)^2 + x_3^2}} - \frac{y_1 - x_2}{\sqrt{x_1^2 + (y_1 - x_2)^2 + x_3^2}} \right)$$

である。 $y_2 \rightarrow \infty, y_1 \rightarrow -\infty$  の極限で、歪場に関係のない定数項を省略して、 $R$  は  $R_\infty$  に漸近する。(8) の第一項は、座標の多価関数であり、転位の両側で相対する等厚縞を互いにずらす働きをする。(8) 式の 2 項以下は、刃状転位の場合重要であり、たとえば、 $g \cdot b = 0$  の条件でも転位像が螢光板上で認められることがある。

3.3 仮定する試料とその形状

試料は弾性異方性の小さいアルミニウムを選び、そのポアソン比は 0.35 とする。試料の形状は、直線状の端部をもつ頂角が 10° 程度のくさび形であり、膜厚が 0.1 ~ 0.2  $\mu\text{m}$  のところに転位を有する (図 2 参照)。画像は、試料端部が紙面の上方になるようにして表示する。

4. 格子転位の計算像

4.1  $g \cdot b = 1$  のとき

図 3 は、 $g = (020), b = a/2[110]$ 、転位線の方向  $u // [052]$  の場合について、ビームを  $[001]$  の方向から入射して、試料の傾斜軸を  $[100]$  としたときの計算像 (暗視野像) である。

ブラッグ反射位置近傍では、像の変化が激しいが、 $\Delta\theta_B$  が 0.3° 以上になると干渉縞の数が単調に増加する。その結果、転位の両側の等厚縞が一本分ずれて連結するように見える。このため、転位の両端で一本ずつ余分に等厚縞が観察される。すなわち、 $g \cdot b = 1$  が成立している。

4.2  $g \cdot b = 2$  のとき

図 4 は、図 3 と同じ転位について、入射ビームの方向  $[001]$ 、試料の傾斜軸  $[100]$  を仮定したときの、220 反射に

研究速報

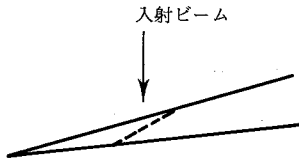


図2 薄膜試料の断面図  
転位を点線で示す。

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

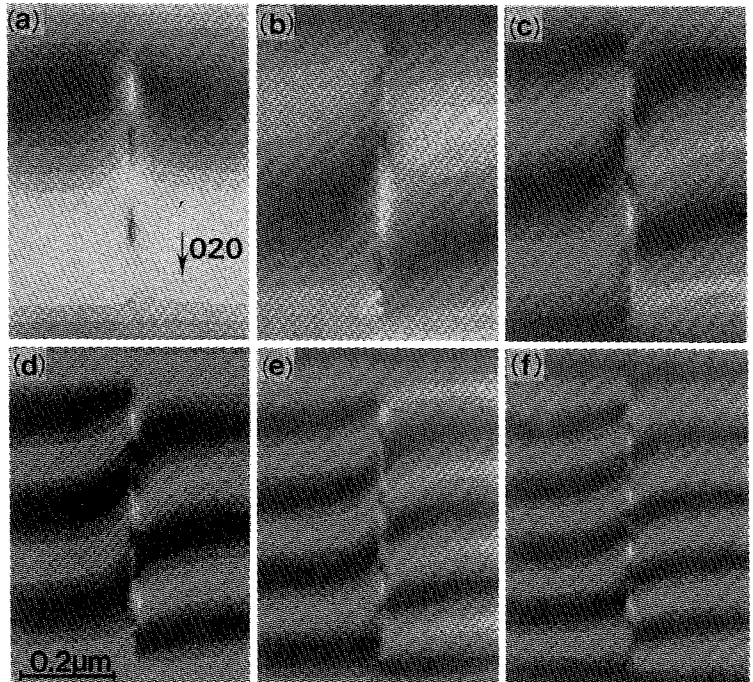


図3  $g \cdot b = 1$  の場合の転位暗視野計算像

もとづく暗視野像である。 $g \cdot b = 2$ であるので、2本の余分な等厚縞が転位の両端で生じるはずである。 $\Delta\theta_B$ が $0.2^\circ$ 以上のとき、このことが明瞭になる。これは、転位の一方の側の干渉縞が転位の反対側の干渉縞に見かけ上2本分ずれて接続した結果である。

アルミニウムのブラッグ角は、加速電圧が1000 kVのとき、 $0.12^\circ$  (200反射),  $0.17^\circ$  (220反射)であるので、 $\Delta\theta_B$ を、ブラッグ角の1~2倍以上にとれば目的の電顕像が得られよう。(8)式は、薄膜表面での応力緩和効果を見無視しているが、転位端部の等厚縞の過不足について満足な結果を与えている。

5. 不完全転位の解析

母相中の不完全転位は、フランクの転位、ショックレイの転位などが知られているが、これらのパーガースベクトルの成分は単純な整数比で表される。しかし、粒界転位のパーガースベクトルは、一般に複雑な値を有する。双晶転位においても、非整合双晶境界や双晶境界の折れ曲がり部分に発生した転位などは、完全双晶転位とはならず、双晶境界の両側の結晶粒の相対的な変位成分が転位のパーガースベクトルの一部となるので複雑な値をとる。Pondらは、アルミニウムの2つの双晶面、(155)面と $(\bar{2}11)$ 面との境界上に発生した転位(junction dislocation)のパーガースベクトル $b_j$ を粒界上の等厚フリンジを解析して求めており、<sup>7)</sup>  $b_j = a(0.135, 0.111, 0.111)$ の値を得た。この値をもち、転位線の方向が $[0\bar{1}1]$ である

転位を仮定して、双晶の共通反射 $\bar{1}13$ を用いて得た計算像が図5である。試料の傾斜軸は $[111]$ で、 $[1\bar{2}1]$ の方向からビームを入射した場合を想定している。 $\bar{1}13$ 反射のブラッグ角は、 $0.2^\circ$ なので、(b)は十分な弱ビーム状態である。この例では、 $g \cdot b = 0.309$ であるので、転位の両わきで等厚縞がわずかにくい違っているのが認められる。(c)は、(b)の中央付近を拡大して示した図であり、転位近傍での干渉縞のずれを $\Delta d$ で示した。転位より十分遠方における等厚縞の幅 $d$ と $\Delta d$ との比は $\Delta d/d = 232(\text{\AA})/779(\text{\AA}) \approx 0.309$ であるので、

$$g \cdot b = \Delta d/d \dots\dots\dots (9)$$

が成立していると考えてよい。

双晶境界以外の粒界、たとえば、 $\Sigma 5$ や $\Sigma 7$ などの粒界などは共通反射を用いて、弱ビーム法によりパーガースベクトルの決定が期待できる粒界である。このような粒界の複雑なパーガースベクトルの値をもつ転位に対しても、等厚縞のピーク位置を画像解析によって求めれば、(9)式により、 $b$ の決定ができる。

6. ま と め

(1)式は2つの重要な近似から成立している。ひとつは、転位近傍の歪場を試料厚で平均化することにより、格子変形の電子線の位相に及ぼす影響を回折面の巨視的な回転で置き換える操作(完全結晶近似)と、 $\Delta\theta_B$ が大きくなると、有効消衰距離 $\xi_s^0$ と $S_{eff}$ とが反比例の関係になること(弱ビーム近似)である。そのため、粒界転

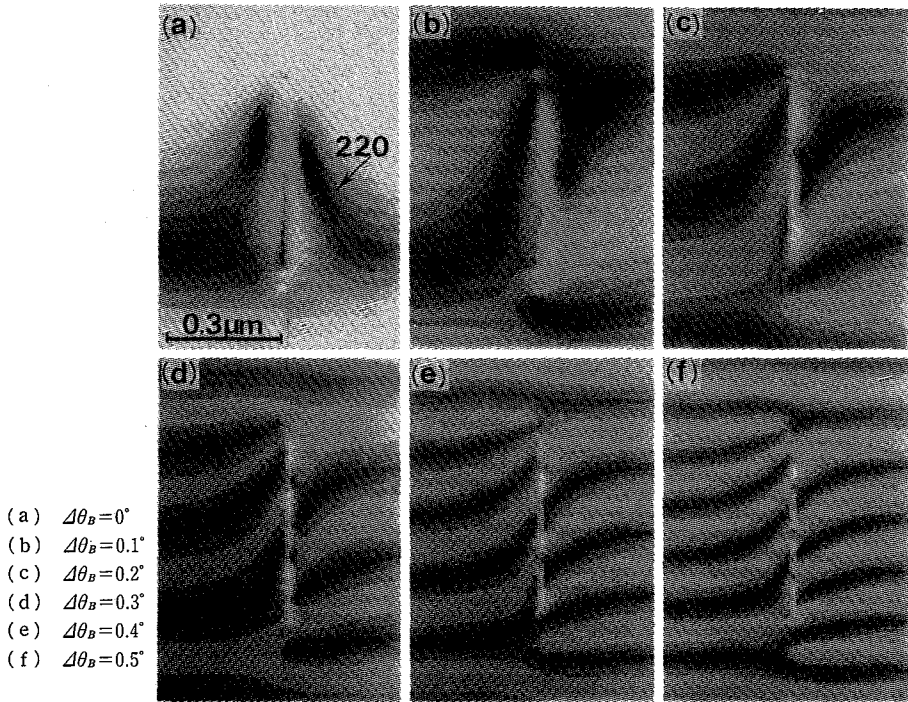


図 4  $g \cdot b=2$  の場合の転位暗視野計算像

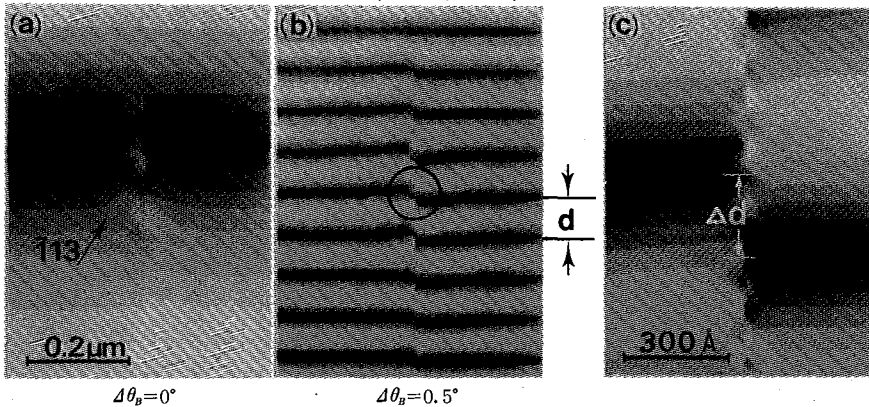


図 5 不完全転位の暗視野計算像

位など、似たような値のバーガスベクトルをもつ転位を扱う際は、電算機による画像解析をもとり入れた処理が必要である。本報は、単純な変位場を仮定したモデル計算により弱ビーム電顕像の構成が可能な事を示したものであり、不完全転位の解析においても、転位中央付近での等厚縞のずれを測定することにより、弱ビーム法が使えることを示した。現実試料との比較においては、応力の表面緩和効果、弾性異方性および消衰距離に対する多波干渉効果の補正を考慮する必要がある。

(1984年5月7日受理)

参 考 文 献

- 1) Y. Ishida, H. Ishida, K. Kohra and H. Ichinose: Phil. Mag. A 42(1980), 453
- 2) 宮沢, 森, 石田: 生産研究, 35(1983), 236
- 3) F. W. Shapink: Phys. Sta. Sol. (A) 29 (1975), 623
- 4) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London, (1965)
- 5) J. Friedel: Dislocations, Pergamon Press, (1964)
- 6) Weertman (中村正久訳): 基礎転位論, 丸善, (1968)
- 7) R. C. Pond and V. Vitek: Proc. R. Soc. Lond. B, 357 (1977), 453