

弱ビーム法による双晶境界転位バーガースベクトルの解析

Burgers Vector of Twin Boundary Dislocations Determined 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

粒界転位は、規則粒界の基本的欠陥構造であるが、粒界転位の性質を規定するバーガースベクトルは依然として簡単には決定し難く、粒界研究のネックとなっている。これまでに、透過電子顕微鏡を用いたバーガースベクトル決定法として良く知られている手法に、像消失法¹⁾や、像比較法^{2,3)}がある。像消失法は、適当な回折条件のもとで、ケイ光板上の転位像が見えなくなる現象を利用する。像比較法は、写真の転位像と計算像を比較してバーガースベクトルを判定する方法である。前者は、簡便だが、バーガースベクトルの大きさと符号を決めることはできない。後者は、改良的手法であるが、計算に多大の労力を要する。電顕格子像にしても、厳しい撮像条件が伴って一般的でない。これらに対して、転位終端部で等厚干渉縞が途絶する現象を利用した弱ビーム法は、バーガースベクトルの符号と大きさを同時に決定できる簡便な手法であり、格子転位の解析に成功している。⁴⁾ 弱ビーム法は、バーガースベクトルが小さい粒界転位の研究に力を発揮することが期待される。今回は、双晶境界上の転位の解析にこの手段を初めて試みた。粒界転位解析のための第一歩を印す実験である。

2. バーガースベクトルの決定法

薄膜試料をブラッグ条件に近いところで、透過電顕を用いて観察すると、等厚干渉縞が見られる。完全なブラッグ条件から少し試料を傾けてやると、強い2波の回折条件から弱く回折波が励起された状態へと移行して、弱ビーム条件に至る。このとき、暗視野像で、せまい間隔で並んだ等厚縞が見られる。もし、観察部位に転位像が存在すれば、その終端部で何本かの等厚縞が途絶する様子が見られる。例えば、写真1の丸印中には、転位終端部で1本途切れている等厚縞が存在している。

ところで、完全結晶における2波の動力学的回折理論によれば、等厚縞の間隔は膜厚方向に $1/S_{\text{eff}}$ で与えられる。¹⁾ ここに、 S_{eff} は、完全なブラッグ条件からのブラッ

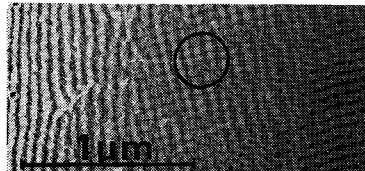
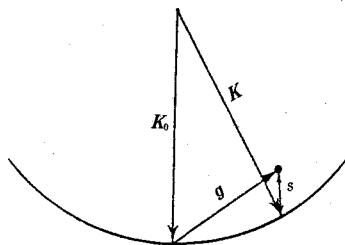


写真1 転位線終端部で等厚干渉縞が途絶する例

図1 偏差パラメータ s の定義。 K_0 は入射電子線、 K は回折線、 g は逆格子ベクトル

グ反射面の方位のはずれを表す偏差パラメータ s (図1) と消費距離 ξ_0 を用いて定義されるパラメータであり、

$$S_{\text{eff}} = \sqrt{s^2 + 1/\xi_0^2} \quad (1)$$

で与えられる。したがってブラッグ条件から遠ざかるほど s が大きくなるので、 S_{eff} も大きくなり、等厚縞の間隔はますますせまくなるのがわかる。

もし、転位が存在していても、転位芯から遠いところでは、歪場はゆるやかに変化すると考えられるから、完全結晶における理論を参考にすることができる。たとえば、直線状の試料端部をもつ理想的なくさび型結晶では、転位から十分遠方においては完全結晶が実現するので、試料のふちに沿って平行な等厚縞が生じる。転位線近傍では、歪場がゆるやかに変化するとき、回折面が巨視的に回転するので⁵⁾ S_{eff} が変化し、等厚縞は曲がる。さらに、この等厚縞は、歪場の連続性によって、転位の反対側へと連続的に移行し、完全結晶部の等厚縞へと漸近的に接続することになる。以上の様子を図2に示した。ただし、転位線終端部では、等厚縞が途切れることを考慮した。

* 東京大学生産技術研究所 第4部

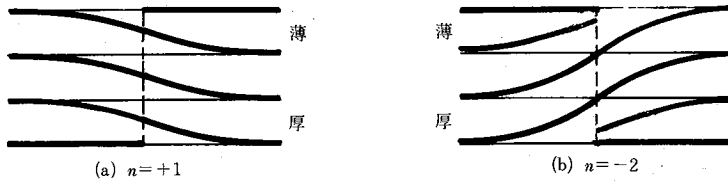


図2 途絶本数 n の定義。太線は等厚縞。破線は転位の位置を示す

ここで、途絶する干渉縞の本数を n として、薄膜上端部に向かって転位線終端部の右側に余分に n 本の等厚縞が観察されるとき、 n が正、左側に余分に観察されるとき n が負と定義する。このように定義すると、回折ベクトル g 、バーガースベクトル b および、 n の間において、弱ビーム条件下で成り立つ簡単な式⁴⁾、

$$g \cdot b = n \quad (2)$$

によって、 b の符号と成分を決定することが可能になる。(2) 式がバーガースベクトル決定のための条件式であり、転位による歪場を回折面の巨視的な回転で近似して求められた式である。

3. 弱ビーム法の双晶境界転位への応用

弱ビーム法においては、ケイ光板上で等厚縞と転位線とが重畳した形で観察されなければならない。本研究では、双晶境界を横切って、両側の結晶粒に共通に抜ける等厚縞が生じる場合を利用した。そのためには、双晶境界をはさむ2つの結晶粒が等しい回折ベクトルをもつ波を生じる条件が実現すればよい。その結果利用できる g の種類は限られてくる。

同時反射を生じる例として、図3のような、面心立方晶整合双晶境界を有するような2つの結晶粒に、ビームが矢印で示した方向から入射するときを考えてみる。この場合、双晶境界を含む (111) 面が2つの結晶粒で共有されているために、両側で、同時に (111) 反射をするので、双晶境界を横切って、共通な (111) 等厚縞が生じることがわかる。このとき、電子線のブラッグ角は、もともと小さいので、ケイ光板上で双晶境界は、ほとんど見えない。

双晶境界の両側の結晶粒が同時反射するときは、ひとつの逆格子点を共有しているときであるから、求めるべき g は、逆格子空間における対応格子点である。立方晶においては、双晶関係を生じる表現のひとつは、[111] 軸についての 180° 回転で表すことができる。したがって、面心立方晶の消滅則を考慮した場合は、共通の g は、

$$(111), (2\bar{2}0), (0\bar{2}2), (\bar{2}02), (\bar{3}\bar{1}1), (\bar{3}\bar{1}\bar{1}), (\bar{1}\bar{3}1), (\bar{1}\bar{3}\bar{1}), (1\bar{1}3), (\bar{1}13) \quad (3)$$

で与えられる。図4にこれらの指数を有する晶帯大円を示した。入射電子線が、これらのいずれかの大円と交わ

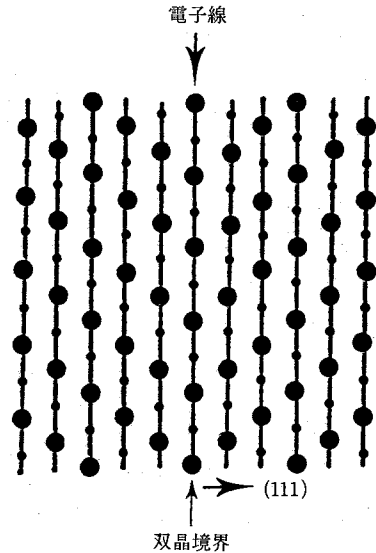


図3 同時ブラッグ反射が生じる例。(111) 面による反射

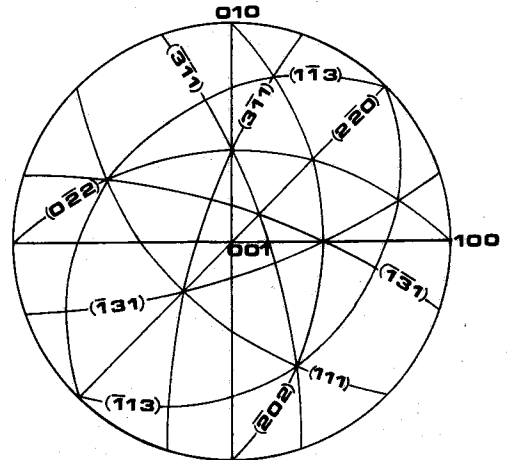


図4 同時ブラッグ反射を生じる晶帯大円

れば、両側の結晶粒で同時反射が生じる。

4. 実験方法

(i) 試料

試料は、Cu 60%-Ni 合金である。これを圧延した後、

研 究 速 報

700°Cで一晩焼鈍した。クロム酸リン酸混液を用いて、電圧 25~30 V で電解研磨し、透過電顕観察用の薄膜に仕上げた。

(ii) 観 察 法

東大工学部総合試験所の超高压電子顕微鏡を使用して、加速電圧 1 000 KV で観察した。超高压電顕を用いたのは弱ビーム条件下では、像形成に寄与する電子線が弱くなるので、できるだけ透過能が大きい状態で撮像した方が良いからである。{311}の反射まで、比較的良好な暗視野像が得られることがわかった。また、大傾角のゴニオメータを使うことができるので、一つの回転軸のまわりに、試料を傾斜させることによって、いくつかの共通の g に到達することができる。このようにして、回折ベクトルの指数づけを容易に行うことができた。試料がブラッグ反射位置から傾けば傾くほど、等厚縞の幅がせまくなって、転位の歪場を良く反映した像が得られるが、傾けすぎると、コントラストが弱くなって、良好な

写真が得にくくなるので、そのあたりの兼ね合いが大切である。

(iii) 観 察 結 果

写真 2~5 に観察例を示した。写真 2 は明視野像、写真 3, 4, 5 は全て暗視野像である。双晶境界上に 3 つの転位 a, b, c が存在している。写真 2 では、等厚縞が生じている粒は、 (200) 反射になるので、等厚縞は、双晶境界で途切れている。写真 3, 4, 5 の暗視野像はそれぞれ、 (111) , $(2\bar{2}0)$, $(31\bar{1})$ の反射によっており、したがって、両側の結晶粒に共通の等厚縞が生じている。この場合、双晶境界はほとんど見えない。写真 3 では、転位像が消えてしまっているが、これは、像消失の条件である $g \cdot b = 0$ が実現しているからである。

写真の左上端部に向かって、試料がしだいに薄くなっている。図 2 における等厚縞の途絶本数の定義に従うと写真 3 では、 a, b, c おのおの、 $n=0$ である。写真 4 では、転位線上端部で右側に余分の等厚縞が 1 本生じてい

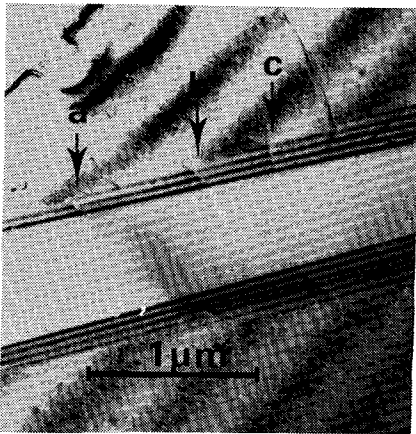


写真 2

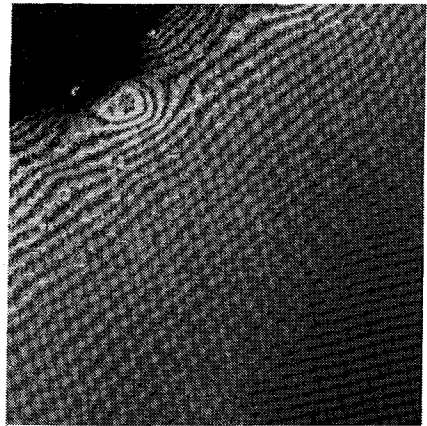


写真 3

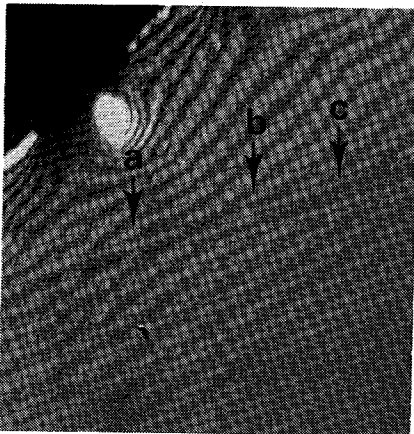


写真 4

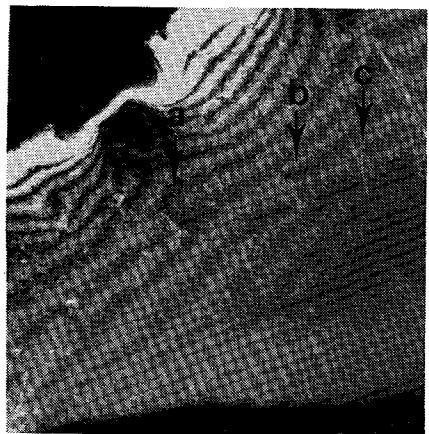


写真 5

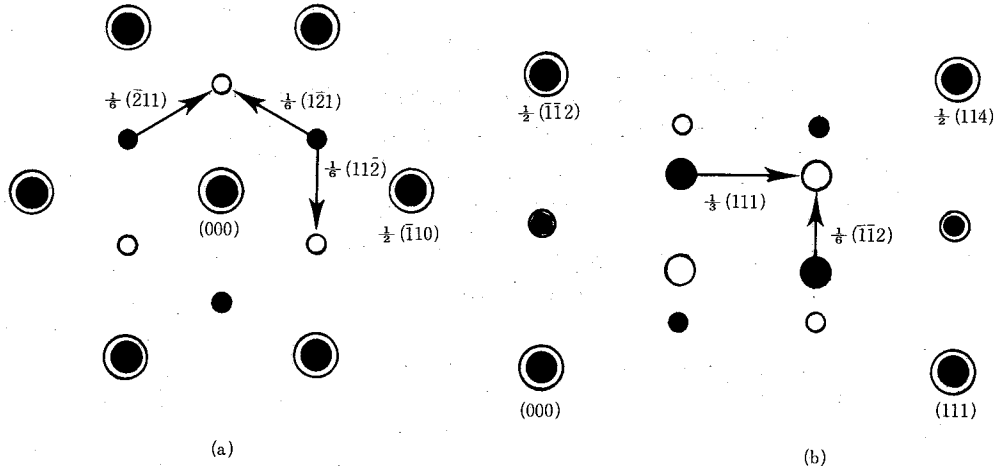


図5 Σ3 (双晶) 対応格子プロット. FCC 結晶の例

るから、おのおの $n=+1$ である。写真5も同様であるからおのおの $n=+1$ である。したがって、 $\mathbf{b}=(x,y,z)$ とおくと、各写真以下の連立方程式が成立する。

$$\mathbf{g}=(111), n=0, x+y+z=0 \quad (\text{写真3})$$

$$\mathbf{g}=(2\bar{2}0), n=+1, 2x-2y=+1 \quad (\text{写真4})$$

$$\mathbf{g}=(31\bar{1}), n=+1, 3x+y-z=+1 \quad (\text{写真5})$$

したがって $(x,y,z)=1/6(2\bar{1}\bar{1})$ 、よって、3つの転位、a, b, cのバーガスベクトルは、 $\mathbf{g}=1/6(2\bar{1}\bar{1})$ と定められる。ただし、試料の格子定数を1と定めた。このようにして、バーガスベクトルの符号と大きさが定められる。

本報では22例解析した結果である。そのうち、 $1/6(112)$ タイプの双晶境界転位が17例、 $1/3(111)$ タイプが1例、 $1/2(110)$ タイプが4例であった。

5. 考 察

図5に、Σ3 (双晶) の対応格子プロットを示す。(a) は $[111]$ 軸についての回転で黒丸と白ぬき丸の2つの結晶が重なりあった様子を示しており、(b)は、 $[110]$ 軸についての回転関係を示している。2重丸が対応格子点である。小さな丸は、紙面より上または下面の格子点を示す。

幾何学的に定義される双晶境界転位のバーガスベクトルは、矢印で示されている。(111) 面上では $1/6(112)$ タイプの、(110) 面上では $1/3(111)$ タイプのバーガスベクトルが存在する。 $1/2(110)$ タイプの転位は、面心立方晶の格子転位である。これら3つのタイプのバーガスベクトルを小さい順に並べると

$$1/6(112)\text{タイプ} < 1/3(111)\text{タイプ} < 1/2(110)\text{タ}$$

イブ

となる。小さなバーガスベクトルを有する転位はエネルギー的に安定であると考えられるから、 $1/6(112)$ タイプの転位が、数多く観察されたことは、合理的な結果を示している。双晶は、主として(111)面におけるせん断変形に由来していると解釈される。

6. ま と め

弱ビーム法を用いて、双晶境界転位バーガスベクトルを解析した。超高压電顕により、高次の \mathbf{g} でも観察可能であり、得られた結果は、合理的で信頼性が高い。今後は、双晶境界に限らず、一般の規則境界にも適用していくつもりである。また、手法としての確立をめざして弱ビーム法の適用限界を実験的に検証していくことを考えている。

(1983年3月23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) p.178
- 2) A. K. Head, P. Humble, L. M. Clarebrough, A. J. Morton and C. T. Forwood: Computed Electron Micrographs and Defect Identification, North Holland, Amsterdam, (1973)
- 3) Y. Ishida, M. Mori and F. Iida: Acta Met., 25 (1977), 815
- 4) Yoichi Ishida, Hidenobu Ishida, Kazutake Kohra and Hideki Ichinose: Philosophical Magazine A, 1980, Vol. 42, No. 4, 453
- 5) F. W. Schapink, Phys. Stat. Sol. (a) 29, 623 (1975)