

# 超高压電顕 Weak Beam 法による 転位バーガスベクトルの決定

Determination of the Burgers Vector of a Dislocation from  
the Weak-Beam Image in HVEM

石田 洋一\*・石田 秀信\*\*・高良 和武\*\*

Yoichi ISHIDA; Hidenobu ISHIDA and Kazutake KOHRA

## 1. 緒 言

くさび状の試料薄膜中に転位があるとその歪み場によって厚み干渉縞が曲がってみえる。この現象が転位バーガスベクトルの決定に使えることは Bollmann がはじめて透過電顕で転位を観察した時期<sup>1)</sup>にも論ぜられたが、それは試料薄膜の端部での曲がりをもとにした解析であり純粋に試料厚さの端部における変化より定式化されたのは石田ら<sup>2)</sup>によるX線トポグラフ解析がはじめてである。透過電顕においてこの手法は加速電圧がひくく試料薄膜端部だけが透過観察の対象だった時代にはともかく、加速電圧がたかくなり試料内部が観察できるようになると薄膜端部しか測定に使えないというのは不便なので、回折ベクトルとバーガスベクトルが直交したときの像消失 ( $g \cdot b = 0$ ) を用いる解析が標準となった<sup>3)</sup>。しかしこの手法は多くの難点を含んでいる。これを主題としたシンポジウムが開催されたこともある<sup>4)</sup>。難点の第1は転位の刃状成分が大きいと  $g \cdot b = 0$  でも像が残ること<sup>3)</sup>。第2に  $g$  が高次のときや  $b$  が小さいとき、(粒界転位のような場合)、 $g \cdot b \neq 0$  でも像が見えない場合があることである<sup>5)</sup>。また、バーガスベクトルの大きさが直接求まらないことも問題である。厚み干渉縞法はこのような欠点をもたない点で見直されなければならない。観察が材料端部に限られるという問題は超高压電顕の出現で解消された。像解析が明確な weak-beam 条件にしても試料端から充分はなれた厚い領域まで厚み干渉縞を生じさせることができるようになったからである。厚み干渉縞法は、今後の標準的転位バーガスベクトル決定法として期待される。そこで電子線透過性のよい Al-Mg 合金を選びこれを調べてみた。

## 2. 試料と実験方法

使用したのは Al-4.4% Mg および Al-1.3% Mg 合金である。冷間圧延し厚さ 0.2 mm の薄板としてから 450 °C で焼鈍し空冷し、電解研磨し薄膜とした。これを東大

工学部総合試験所の JEM 1250 超高压電顕で透過観察した。± $\pi/6$  rad. 傾斜できる回転傾斜装置により試料を傾け、{111}, {200} および {220} の weak-beam 条件 ( $w \geq 1.8$ ) で暗視野像を撮影し厚み干渉縞の変化を比較した。

## 3. 転位終端部における厚み干渉縞数のくいちがい ( $\Delta n$ ) と転位バーガスベクトルとの関係

Figure 1 はコラム近似によりくさび状薄膜 (くさび角度  $\pi/20$  rad) 中の転位 ( $b = \frac{a}{2} [\bar{1}\bar{1}0]$ ) の ( $\bar{1}\bar{1}1$ ) および ( $0\bar{2}0$ ) 回折 (weak-beam,  $w = 5.2$ ) 暗視野像を二波近似で計算したものである<sup>6)</sup>。転位終端で右側の干渉縞数が左側より一つ多くなっている。このとき次式が成立する<sup>1,2)</sup>。

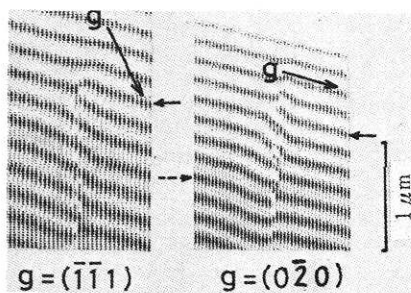


Fig. 1 くさび状薄膜中の転位  $b = \frac{a}{2} [\bar{1}\bar{1}0]$  の ( $\bar{1}\bar{1}1$ ) および ( $0\bar{2}0$ ) 暗視野計算像

$$\Delta n = g \cdot b \quad (1)$$

Fig.1 の条件では  $\Delta n = [\bar{1}\bar{1}1] \cdot \frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}0] = 1$ , 回折ベクトル  $g$  に対し鋭角をなす側の厚み干渉縞が1個多くなっている。ただし、 $w$  は正の方だけを用いる。 $w < 0$  の側は他の回折波もつよくなっているため像が複雑で使えない。超高压電顕の出現により  $w$  が十分大きいところで解析できるようになったことがこの手法のカギとなっている。Bollmann<sup>1)</sup>の時期にはこれができなかった。転位は試料薄膜の上端で終わっていても下端で終わっていても(1)式には関係しない。上側か下側かは明視野像と比較すれば判定できる<sup>3)</sup>。

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

\*\* 東京大学 工学部 応用物理学科

4. 結 果

(1) ブラッグ条件からのずれと厚み干渉縞の変化

Photo. 1 は試料端部近くで試料表面に顔を出した転位の {111} 暗視野像の 1 例である。ブラッグ条件からのずれ (w) が大きくなるにしたがい厚み干渉縞は間隔がせまくなり、転位周辺での干渉縞の曲がりも単純になり、左側の干渉縞に対し右側のそれが 1 個多いことが明らかになってくる。ブラッグ条件からのずれが w = 1.8 程度ではまだ判定はあまり容易でない。転位芯近くでの像変化が著しいだけでなく干渉縞自体が幅広いため試料厚みの局所的变化が重畳して判定をむづかしくするからである。像の明るさは w を大きくすると減るので、これとの兼ねあいで w 値がきまる。{111} では w = 5 程度が適当であった。

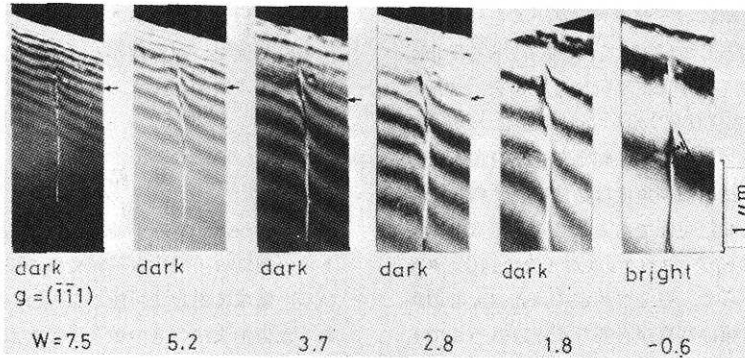


Photo. 1 試料端近くで表面に顔を出した転位の {111} 回折像。ブラッグ条件からのずれ w が大きい範囲では干渉縞が 1 個右側で多くみえる。

(2) バーガースペクトルの決定

種々の回折条件で同一の転位の終端部の写真をとって比較するとバーガースペクトルを決定できる。Photo. 2 はこの 1 例である。試料はほぼ垂直な軸のまわりに

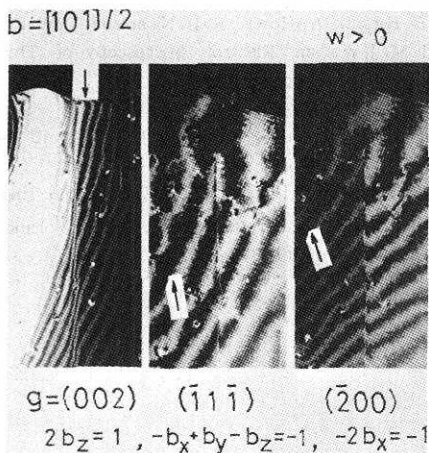


Photo. 2 厚み干渉縞による転位バーガースペクトル  $b = b_x + b_y + b_z$  の決定

$\pm \pi/8 \text{ rad}$  程度回転しており (002),  $(\bar{1}1\bar{1})$ ,  $(\bar{2}00)$  の 3 種類の回折条件で写真が撮られている。厚み干渉縞は (002) では回折ベクトルに鋭角の側,  $(\bar{1}1\bar{1})$  と  $(\bar{2}00)$  では鈍角の側で余分になっているから、バーガースペクトル  $b = b_x + b_y + b_z$  とすると (1) 式より

$$2b_z = 1$$

$$-b_x + b_y + b_z = -1$$

$$-2b_x = -1$$

これらより  $b = \frac{a}{2} [101]$  がきまる。一般に同一面上にない 3 種類の回折条件で  $\Delta n$  を測定すればバーガースペクトルは決定できる。  $g \cdot b = 0$  の場合、像はみえないこともあるが殆どの場合ならかの像があり干渉縞のずれだけがない、像消失は電頭像が良好になればなるほど問題になるので、干渉縞のずれの方がはるかに明確な判定基準といえよう。バーガースペクトルの大きさまで決まっ

てしまうことも有利である。

(3) 厚み干渉縞の測定可能領域

Photo. 3 は試料の比較的ひろい領域にわたって厚み干渉縞を観察した例である。  $w = 4.4$  で (200) 干渉縞が約 60 本観察されている。従って回折ベクトルとして {111} と {200} をとる限り、ちょうど 100 KV 電頭で像消失法によりバーガースペクトルを判定したと同様の条件の試料で解析ができることがわかる。Photo. 3 に示すように個々の転位の  $\Delta n$  を調べ統計的に転位分布を測定することも容易である。問題は高次の回折で、{200} は試料のごく薄い領域でしか干渉縞を測定できない。この点 1 MV 電頭はまだ十分でなく、より加速電圧のたかい超高压電頭の使用が望ましい。

5. 考 察

バーガースペクトルの判定には高次の回折を用いることが望ましい。本報のように {111}, {200} 回折条件を

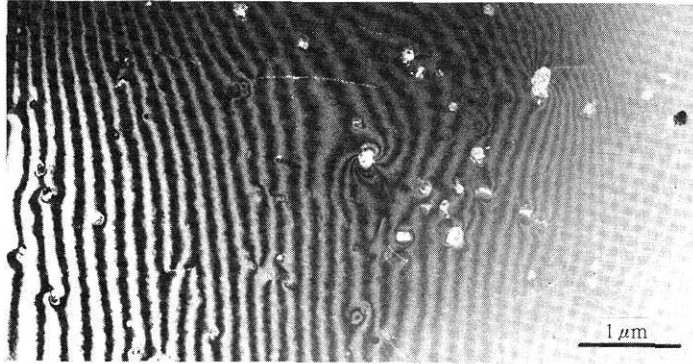


Photo.3 (200) 厚み干渉縞, このような写真の組み合わせにより同一区域の転位のバーガースペクトルを決定できる. 左端は試料端

求めて試料を大角度に傾けることは転位密度が大きい場合に解析をむずかしくするし, 高次の回折は対称性がわるいだけに, より簡単にバーガースペクトルを判定できるからである. 1例として{200}を用いる解析例をTable. I に示す. 電子線が〔111〕に平行に近い場合, 3種類の{220}, {22̄0}, {202̄}, {022̄}のうちのどれか二つの暗視野像を撮ればバーガースペクトルを判定できる. 上記{220}は交差しているから試料傾斜角度は数度でよく転位密度が比較的たかくても測定可能である. 2枚の写真で十分なのは格子転位のバーガースペクトルがa/2<110>タイプと仮定しているからで, 完全な測定にはPhoto. 2の例で示したように3種類の写真が必要なのは言うまでもない.

Table. I 面心立方結晶の〔111〕方向より電子線をあてた場合の転位バーガースペクトルの決定法.

b \ g	(22̄0)	(202̄)	(022̄)
a/2 {110}	0	+1	+1
a/2 {11̄0}	+2	+1	-1
a/2 {101}	+1	0	-1
a/2 {101̄}	+1	+2	+1
a/2 {011}	-1	-1	0
a/2 {011̄}	-1	+1	+2

Table. II 体心立方結晶の〔135〕方向より電子線をあてた場合の転位バーガースペクトル決定法.

b \ g	(2̄1̄1)	(12̄1)
a/2 {111}	-1	0
a/2 {111̄}	-2	-1
a/2 {11̄1}	0	+2
a/2 {1̄11}	+1	-1

体心立方晶ではこの種の解析はもっと容易と思われるバーガースペクトルが4個しかない場合にはTable. IIのような解析が可能である. {211}は体心立方晶で3番目に稠密な面で, 対称性がわるいためにこれ一つでバーガースペクトルが殆ど決まってしまう. 次報で扱う実験である.

6. 結 論

weak-beam 厚み干渉縞法による転位バーガースペクトルの測定は超高圧電子顕微鏡の出現により薄膜試料のひろい領域に対して可能となった. 従来の標準的手法であった像消失法のもつ数多くの欠点を克服しているので今後はこれにかわってバーガースペクトル測定の標準的手法となると考えられる. (1977年9月20日受理)

文 献

- 1) W. Bollmann: Phil. Mag. 13 935 (1966)
- 2) H. Ishida, N. Miyamoto and K. Kohra: J. Appl. Cryst. 9 240 (1976)
- 3) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London (1965)
- 4) 橋口隆吉: 鉄鋼協会格子欠陥討論会 (1970)
- 5) M. H. Lorretto and L. K. France: Phil. Mag. 19 141 (1969)
- 6) P. Humble: Modern Diffraction Theory and Imaging Techniques in Materials Science, North Holland, Amsterdam. (1970)