

# 粒界転位透過電顕像の電子計算機シミュレーションによる バーガース・ベクトルの決定(Ⅲ)

— 両側の結晶が二波回折条件にあるときの解析 —

Determination of the Burgers' Vector of Grain Boundary  
Dislocations by the Simulation of T. E. M Images (Ⅲ)

— Image Analysis when Both the Neighboring Grains  
are in Strong Two-Beam Diffraction Conditions —

森 実\*・小川 進\*・石田 洋一\*

Minoru MORI, Susumu OGAWA and Yoichi ISHIDA

## 序

粒界転位のバーガース・ベクトルを二波回折計算像と実際の電顕像とを比較して判定する試みについてはすでに昨年二報にわたって報告した<sup>1), 2)</sup>。このとき問題になったのは、この粒界に存在可能な粒界転位のバーガース・ベクトルどうしが非常に近い場合にどれであるかが同定できないということであった。対応方位関係からのずれを測定し、これを説明できる粒界転位網と電顕で観察された転位列とを比較してバーガース・ベクトルを推定していた。完全に決定するためには転位像を複雑にし、一方、構造の単純な粒界を観察する必要があると結論された。そこで、極めて対応方位関係に近い粒界を選び、撮影条件としては粒界をはさむ双方の粒がともに二波回折の条件にあるように試料を傾けて観察した。

## 方 法

試料は前報<sup>1), 2)</sup>と同じAI-4.4 W% Mg (0.02 W% Si, 0.01 W% Fe)である。0.1 mm厚に圧延した試料を793 Kで14,000秒焼鈍し、再結晶させ粒径を約50 $\mu$ とした。観察に用いた電子顕微鏡は東大総合試験所のJEOL 1.2 MVである。試料は粒界をはさむ双方の粒が二波回折条件になるようゴニオメーターによって回転した。像計算には $g = \{111\}, \{200\}, \{220\}$ の回折条件を選んだ。結晶方位は菊池線の計算像と回折像を比較することによって決定された。粒界方向、試料面方向および転位線方向は結晶方位および回折方向とこれらの方向との見かけの角によって決定された。双方の粒間の方位関係は結晶方位によって決定される。そして、これは粒界の性格を

決定し、予想される粒界転位のバーガース・ベクトルが明らかになる。これらすべてのバーガース・ベクトルと双方の粒における $\frac{a}{2} \{110\}$ タイプの格子転位のバーガース・ベクトルが転位像の計算に用いられた。計算方法<sup>3)</sup>は二波回折の理論<sup>4)</sup>によるものである。

$$\frac{dT}{dZ} = -NT + iS - AS$$

$$\frac{dS}{dZ} = -NS + iT - AT$$

$$+ i \left( 2W + \frac{d}{dz} (g \cdot R) \right) S$$

ここで $T$ は透過波、 $S$ は散乱波であり境界条件として試料面では $T=1$ 、 $S=0$ とし、粒界では $T=T$ 、 $S=0$ とする。転位による歪 $R$ はHirschら<sup>5)</sup>によった。粒界による応力緩和の影響は無視した。

## 結 果

図1は異なる二波回折条件による粒界転位像の例である。これらの像は前報告における片側の粒のみが回折条件にある場合よりも複雑である。二波回折条件にもってくために時間がかかり、試料汚染がすすんで観察できなくなるために撮影できる数が少ないのが難点である。24の方位関係のうちの一つは(0.00 1.00 -0.05)を軸とした0.394 rad (22.6°)の回転であり、これは $\Sigma 13a$ の対応方位関係(0 1 0)軸に0.394 rad (22.6°)回転に一致する。粒界面の方線方向は(0.22 0.97 0.13)<sub>A</sub>であり、これは $\Sigma 13a$ 対応粒界において対応格子点の比較的密な(3 13 2)<sub>A</sub>にはほぼ平行である。対応格子点との関係は図2に示す。転位線方向は(0.83 -0.26 0.50)<sub>A</sub>であり、これは矢印で示した対応格子点の稠密

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

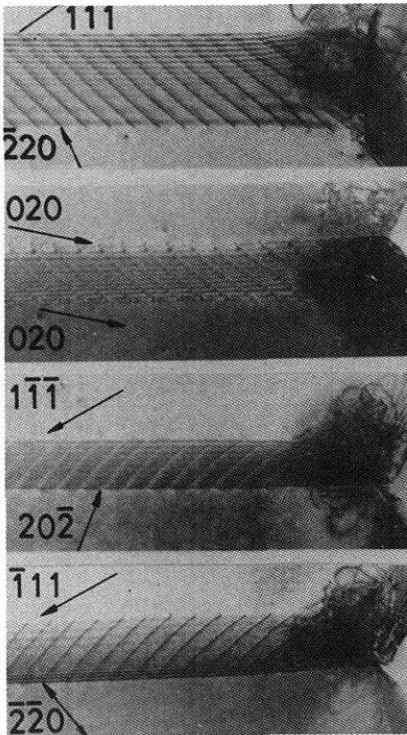


図1 粒界転位像，両側の結晶粒が二波回折条件になるようにして撮影した

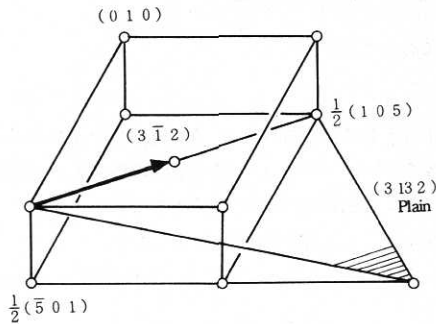


図2 図1に示した粒界面の方向(斜線面)と粒界転位線の大略の方向(矢印)

な方向  $(3 \ 1 \ 2)_A$  にはほぼ平行である。 $\Sigma 13a$ の対応粒界において予想される粒界転位のバーガース・ベクトルは次のようなものである。

$$b_1 = \frac{a}{26} (\bar{5} \ 0 \ 1)_A$$

$$b_2 = \frac{a}{26} (1 \ 0 \ 5)_A$$

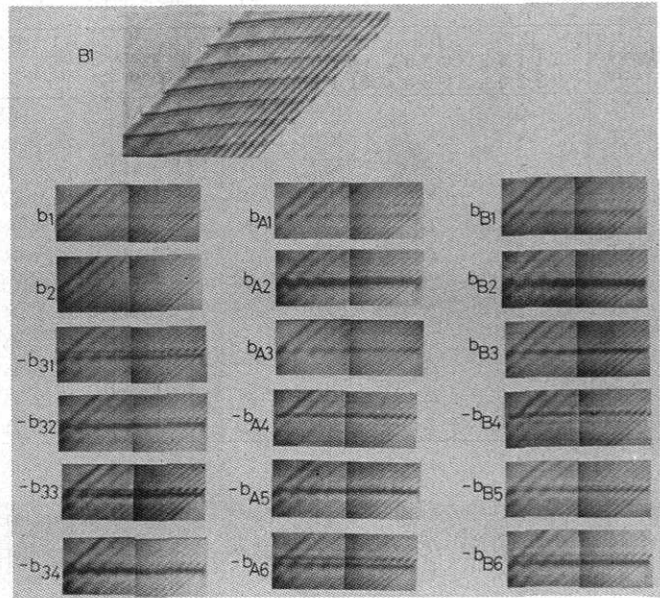


図3 電顕像と計算像の比較例，各バーガースベクトルは表1に示してある

$$b_{31} = \frac{a}{26} (2 \ 13 \ \bar{3})_A, \quad b_{32} = \frac{a}{26} (\bar{2} \ 13 \ 3)_A, \quad b_{33} = \frac{a}{26}$$

$$(3 \ 13 \ 2)_A, \quad b_{34} = \frac{a}{26} (\bar{3} \ 13 \ \bar{2})_A$$

$b_1$ と $b_2$ タイプのバーガース・ベクトルの大きさは $\frac{a}{26}$ であるが、この転位は金のねじり粒界において電顕観察されている<sup>7)</sup>。四つの $b_3$ タイプのバーガース・ベクトルはすべて $0.271\text{rad}$ だけ $\frac{a}{2}(0 \ 1 \ 0)_A$ から離れているにすぎない。これらの正負のバーガース・ベクトルによる像はおおのの電顕写真の撮影条件において計算された。一例を図3に示した。結果を表1に示す。 $\bar{b}_3$ タイプのみが電顕像にはほぼ一致する。このすべての $\bar{b}_3$ タイプのバーガース・ベクトルによる計算像を図4に示す。 $\bar{b}_{31}$ と $\bar{b}_{33}$ の二つのバーガース・ベクトルが転位の明視野像とより良く一致している。

考 察

二つの粒の方位関係は極めて $\Sigma 13a$  対応方位関係に近いから、他の転位列が存在していないと思われる。このような場合には転位列はバーガース・ベクトルが粒界面方線方向と平行の時のみ安定である。そこで $\bar{b}_3$ タイプのバーガース・ベクトルのうちでも $\bar{b}_{33} = \frac{a}{26} (\bar{3} \ 13 \ \bar{2})_A$ が最も適当である。図5は $\bar{b}_{33}$ 粒界転位を考えた粒界と粒界転位の模式図である。転位線方向に沿って14の面が繰り返され、その単位は $0.758 \text{ nm}$ である。対応格子点のある面は転位の下側では白丸で示した点に格子面があ

研究速報

表1 電顕像と計算像との適合度の比較

Burgers vector	B1		B2		B3		B4		Burgers vector	B1		B2		B3		B4		
	$(\bar{1}\bar{1}1)_A$	$(020)_B$	$(020)_A$	$(2\bar{2}0)_B$	$(2\bar{2}0)_A$	$(\bar{1}\bar{1}1)_B$	$(20\bar{2})_A$	$(1\bar{1}\bar{1})_B$		Burgers vector	B1	B2	B3	B4	Burgers vector	B1	B2	B3
<sup>b</sup> 1	△	×	×	×	×	×	×	×	<sup>b</sup> A1	○	○	△	×	<sup>b</sup> B1	○	△	×	×
<sup>-b</sup> 1	×	×	×	×	×	×	×	×	<sup>-b</sup> A1	△	△	×	×	<sup>-b</sup> B1	×	△	×	×
<sup>b</sup> 2	×	×	×	×	×	×	×	×	<sup>b</sup> A2	×	×	×	×	<sup>b</sup> B2	×	△	△	×
<sup>-b</sup> 2	×	×	×	×	×	×	×	×	<sup>-b</sup> A2	×	○	×	○	<sup>-b</sup> B2	×	○	×	△
<sup>b</sup> 31	×	△	×	×	×	×	×	×	<sup>b</sup> A3	×	×	×	×	<sup>b</sup> B3	×	×	○	×
<sup>-b</sup> 31	○	△	○	○	○	○	○	○	<sup>-b</sup> A3	×	×	×	○	<sup>-b</sup> B3	×	×	×	×
<sup>b</sup> 32	×	△	×	×	×	×	×	×	<sup>b</sup> A4	×	○	×	×	<sup>b</sup> B4	×	×	△	×
<sup>-b</sup> 32	△	△	○	○	○	○	○	○	<sup>-b</sup> A4	△	×	△	△	<sup>-b</sup> B4	○	×	△	×
<sup>b</sup> 33	×	△	×	×	×	×	×	×	<sup>b</sup> A5	×	△	×	×	<sup>b</sup> B5	×	○	×	×
<sup>-b</sup> 33	○	△	○	○	○	○	○	○	<sup>-b</sup> A5	×	△	△	△	<sup>-b</sup> B5	×	△	○	△
<sup>b</sup> 34	×	△	×	×	×	×	×	×	<sup>b</sup> A6	×	△	×	×	<sup>b</sup> B6	×	○	×	×
<sup>-b</sup> 34	△	△	○	○	○	○	○	○	<sup>-b</sup> A6	○	△	×	×	<sup>-b</sup> B6	○	△	×	○

○ 適合  
 × 不適合  
 △ 判定困難

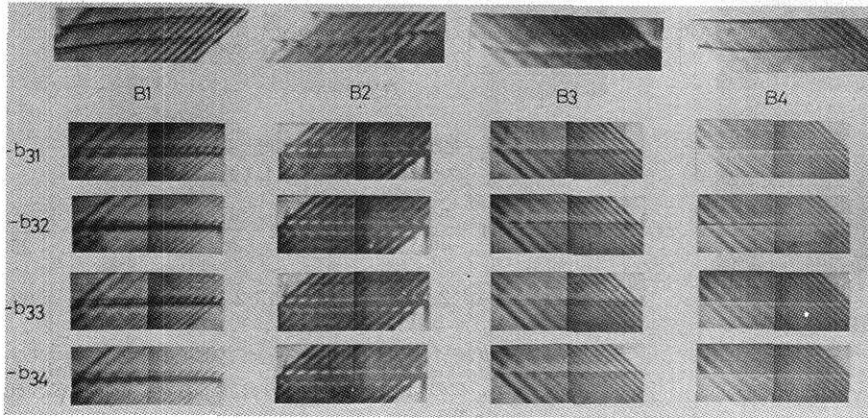


図4 電顕像とb<sub>3</sub>型粒界転位の計算像との比較

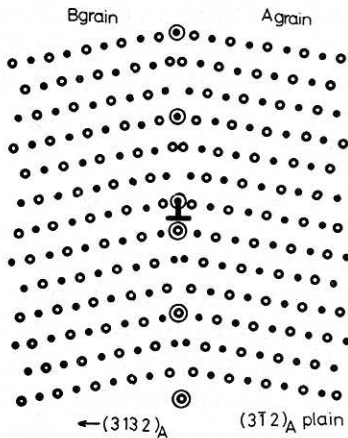


図5 粒界転位b<sub>33</sub>の構造、粒界にステップが存在しない

り転位の上側では七面ずれた(3 13 2)上にある(黒丸が格子点)。けっきょく同じ粒界構造が転位の両側にあり、単に規則構造の位置がずれるのみである。この場合粒界転位による粒界階段は存在しない。

(1977年6月1日受理)

参考文献

- 1) 森 実, 石田洋一; 生産研究 28 (1976) 39
- 2) 石田洋一, 森 実, 飯田文雄; 生産研究 28 (1976) 66
- 3) A. K. Head, P. Humble, L. M. Clearbrough, A. J. Morton and C. T. Forwood; Computed Electron Micrographs and defect identification, North Holland (1973)
- 4) A. Howie and M. J. Whelan; Proc. Roy. Soc. A 263 (1961) 217
- 5) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan; Electron Microscopy of Thin Crystal, Butterworths (1965)
- 6) T. Schober and R. W. Balluffi; Phil. Mag. 20(1970)511