超高压電子顕微鏡の一利用法

——合金の規則度の決定法とその照射損傷研究への応用——

木下 智見* 向井 俊夫**

1. はじめに

超高压電子顕微鏡(超高压電顕)は、用いる電子のエネルギーが高いという特徴を持ち、その特徴から生じる利点の多様性により、金属学の研究にも広く利用されてきた。超高压電顕は、例えば、高エネルギー電子による観察と同時に試料の内部構造を変化させる機能を持っている。規則格子合金の場合には、内部構造変化として点欠陥と原子の配列状態の変化が考えられる。現時点では、電顕によって個々の原子を直接観察して、その配列状態の変化を追うことは不可能に近い。したがって、電顕内で構造変化を起し、その変化を「その場観察」とすれば、規則度および2次欠陥が観察の対象になるであろう。

電顕による合金の規則度の決定は、超転位の間隔⁽¹⁾や規則格子反射の強度⁽²⁾⁽³⁾を利用して行なわれている。しかし、これらの測定対象と規則度との一義的な関係はまだ確認されていない。特に、規則格子反射の強度は、電子のエネルギーが高い程、動力学的効果の影響を強く受ける。その結果、積分反射強度から規則度を求めるのは困難である[†]。一方、臨界電圧効果、等厚干渉縞など、動力学的効果を利用して規則度を決定することも、原理的には可能である。臨界電圧効果を利用する方法は、結晶構造因子の精密測定の手段として確立され⁽⁴⁾、すでに多くの応用研究が報告されている⁽⁵⁾。また、最近、臨界電圧をより精密に測定する試みも報告されている⁽⁶⁾。しかしながら、多くの合金の臨界電圧が規則度にあまり依存しないことが示され⁽⁷⁾、また、臨界電圧の測定に時間がかかるために、この方法で規則度を決めたり、規則度の变化を調べることは得策でない。

さて、等厚干渉縞は結晶試料で容易に観察でき、動力学的効果、吸収効果など電子回折の諸現象の研究や、試料厚さの決定、種々のコントラストの解析などにも広く利用されている。くさび形結晶試料の電顕像に現われる等厚干渉縞の間隔は、透過波と1つの回折波を考慮した2波近似によれば、励起されている反射の結晶構造因子に反比例する。この事実に基づき、等厚干渉縞の間隔から結晶構造因子を求める方法は古くから提案されている⁽⁸⁾。しかし、結晶構造因子を求めるためには、試料のくさび角、回折条件、さらに像の拡大倍率等を知る必要があり、この方法は精度の高い測定法ではなかった。一宮ら⁽⁹⁾はこの欠点を補うために、同一箇所での等厚干渉縞を異なる回折条件または異なる加速電圧で撮影し、これらの等厚干渉縞の間隔の比を測定することを提案した。その結果、等厚干渉縞による結晶構造因子の決定法(以下等厚干渉縞法と呼ぶ)の精度は向上した。この方法を結晶構造因子と関連する規則度の測定に応用するためには、等厚干渉縞の間隔が規則度と共に十分に大きく変化する条件を見出さなければならない。著者らの研究によれば、この条件はある特定の加速電圧で満足され⁽¹⁰⁾、この加速電圧での等厚干渉縞法は、精度の高い規則度の決定法として有効であることがわかった⁽¹¹⁾。

本稿では、等厚干渉縞法による規則度の測定原理と方法を説明し、B2型規則格子を持つFeAl合金についての測定および解析例を示し、さらに、この方法を照射損傷の研究に応用した結果⁽¹²⁾を紹介する。最後に、この方法の一般的有効性と限界についても触れる。

2. 規則度の測定原理および方法

くさび形結晶の電顕像に観察される等厚干渉縞は、結晶内における回折波の強度の周期的振動を反映している。この強度振動の周期は消衰距離と呼ばれ、等厚干渉縞の間隔にはば比例する。結晶内での電子波の挙動は、

† 動力学的効果が非常に弱い場合には、この方法は有効であろう(文献(13)参照)。

* 九州大学助教授; 工学部応用原子核工学科

** ケースウェスタンリザーブ大学材料工学科研究員
A Method of Determining Order Parameter by means of HVEM and Its Application to Studies of Radiation Damage; Chiken Kinoshita*, Toshio Mukai** (*Faculty of Engineering, Kyushu Univ. Fukuoka, **Case Western Reserve Univ., Cleveland, Ohio)
1981年3月10日受理

相対論効果を取り入れた動力学的多波理論で記述される。この理論について多くの論文および解説⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾があるので、ここでは説明を省略する。本節では、まず3波近似の範囲内で、規則格子反射の消衰距離が規則度と共にどのように変化するかを調べることから始める。

いま、結晶の入射表面が g 反射の逆格子ベクトルにはほぼ平行で、かつ $2g$ 反射が Bragg 条件を満足している場合を考える。入射波および g と $2g$ の2つの反射波を考慮した3波近似によれば、 g 反射の消衰距離 ξ_g は次式で与えられる⁽¹⁰⁾。

$$\xi_g = \frac{2K}{\sqrt{(U_{2g} - 1/d^2)^2 + 8U_g^2}} \quad (1)$$

ここで、 K は結晶内における電子波の平均的波数で、 d は g 反射を生じる格子面の面間隔である。また、 U_h ($h=g, 2g$) は、結晶の周期ポテンシャルの換算フーリエ展開係数で、 h 反射の電子に対する結晶構造因子を $F_h^{(e)}$ とすれば、

$$U_h = \left(1 + \frac{eE}{m_0 c^2}\right) \frac{1}{\pi V_c} \exp\left[-B\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)^2\right] F_h^{(e)} \quad (2)$$

で与えられる。ここで、 E は電子の加速電圧、 $\exp[-B(\sin \theta/\lambda)^2]$ (B : B 因子、 2θ : h 反射の散乱角、 λ : 電子の波長) は Debye-Waller 因子である。また、 e, m_0, c および V_c はそれぞれ素電荷、電子の静止質量、光速および結晶の単位胞の体積である。式(1)および式(2)から、 ξ_g は $F_h^{(e)}$ ならびに E に依存することがわかる。もし g が規則格子反射であれば、例えば、B2型規則格子を持つ化学量論組成の FeAl 合金 (以下 FeAl 合金と略す) の $F_g^{(e)}$ と $F_{2g}^{(e)}$ は

$$F_g^{(e)} = S(f_{Fe}^{(e)} - f_{Al}^{(e)}) \quad (3)$$

$$F_{2g}^{(e)} = f_{Fe}^{(e)} + f_{Al}^{(e)} \quad (4)$$

で表わされる⁽¹⁶⁾。ここで、 S は合金の長範囲規則度 (以下規則度という)、 $f_j^{(e)}$ ($j=Fe, Al$) は j 原子の電子に対する原子散乱因子である。よって、 ξ_g は S の関数として与えられる。

図1は、FeAl 合金に式(1)を適用した結果の一例で、種々の加速電圧 E での ξ_g と規則度 S の関係を表わしている。計算に必要な U_h は、Doyle と Turner⁽¹⁷⁾ が孤立原子に対して提出した原子散乱因子の理論値 (以下 Doyle と Turner の原子散乱因子という)、および B 因子の測定値を用いて求められた。図からわかるように、全ての加速電圧で ξ_g は規則度の増加と共に小さくなり、また、 ξ_g の規則度依存性は加速電圧が高い程大きくなる。式(1)から、 ξ_g の S 依存性は、 $U_{2g}=1/d^2$ の条件が満たされる時に最大になることがわかる。FeAl 合金の場合、この条件を満足する加速電圧は約 1 MV である。したがって、等厚干渉縞法による規則度測定に際し、加速電圧の選択が重要になる。

さて、この節の冒頭でも述べたように、等厚干渉縞は

図1 3波近似による、FeAl 合金の ξ_g の規則度依存性。加速電圧が 0.2, 0.5 および 1.0 MV の値が示してある。

消衰距離と密接に関係したコントラストの1つである。くさび形結晶試料に現われる等厚干渉縞の間隔と消衰距離との関係を述べるにあたり、今までに記述した事から基にして、くさび形結晶内、ならびに結晶下面での電子波の強度を考えてみよう。入射波がくさび形結晶の入射表面に垂直に入った場合、結晶内での回折波の強度変動を g 反射と $2g$ 反射のそれぞれについて模式的に表わすと、図2のようになる。各回折波の強度はほぼ周期的に振動しており、振動の周期がそれぞれの回折波の消衰距離と定義されている。しかし、一般に波の強度振動の周期は、多波効果により一定にならない。ゆえに、ここでは h 反射波の強度が最小になる面を節面とよび、入射表面から n 番目の節面までの距離を ξ_h^n と定義する。結晶下面における電子波の連続条件から結晶直下の波動場が決り、図2の結晶の下に示すような強度分布が得られる。くさび形結晶試料の h 反射の暗視野像に現われる等厚干渉縞は、これらの強度分布を拡大したものである。結晶直下の強度分布において、 h 反射の n 番目の節面に対応する強度最小の位置と試料端の間隔を l_h^n とすれば、完全なくさび形試料の場合には、 l_h^n は ξ_h^n と

$$l_h^n = \frac{\cos(\alpha_h - \sigma)}{\sin \sigma} \xi_h^n \quad (5)$$

の関係にある⁽¹⁸⁾。ここで、 α_h は試料の入射表面の法線方向と h 反射の波数ベクトル k_h のなす角、 σ は試料のくさび角である。 ξ_h^n の値は、原理的に式(5)と l_h^n, σ および α_h の測定値から求まるが、 σ および α_h の値を正確に求めることは不可能であり、また l_h^n の精度も電圧の倍率の測定精度に制限される。そこで、 σ, α_h および倍率を含まず、実験的に精度良く求められ、かつ規則度に大きく依存する変数を導入する。いま、 g 反射の m 番目の節面が、 $2g$ 反射の n 番目の節面と $(n+1)$ 番目の

図2 くさび形結晶の結晶内と結晶直下における電子波の強度振動，ならびに ξ_h^n と l_h^n の説明図．波数ベクトル k_0 の入射波が結晶に入った時の， g 反射(k_g)と $2g$ 反射(k_{2g})の強度振動が示してある．

節面の間にある場合を想定する．これらの節面の相対位置を表わすパラメーター η_m を

$$\eta_m = n + \frac{l_g^m - l_{2g}^n}{l_{2g}^{n+1} - l_{2g}^n} \quad (6)$$

で定義する．高エネルギー電子回折の場合には， $\alpha_g \simeq \alpha_{2g}$ であるので，式(6)は式(5)を用いて次のように表わされる．

$$\eta_m = n + \frac{\xi_g^m - \xi_{2g}^n}{\xi_{2g}^{n+1} - \xi_{2g}^n} \quad (7)$$

ξ_g^m , ξ_{2g}^n および ξ_{2g}^{n+1} は規則度の関数として理論式から求まる．一方， $(l_g^m - l_{2g}^n)$ と $(l_{2g}^{n+1} - l_{2g}^n)$ は g 反射と $2g$ 反射の暗視野像に現われる等厚干渉縞から実験的に求まる．したがって，式(7)を用いて理論的に η_m と S の関係の求め方を求めれば，試料の規則度は，その関係と η_m の実験値から求められる．ここで，式(6)において，測定する量は l_g^m と l_{2g}^n の差および l_{2g}^{n+1} と l_{2g}^n の差であるので，試料端が完全なくさび形をしていなくても η_m は比較的正確に求まる．

結晶内での電子波の強度変動を正確に記述するためには3波近似では不十分であり，式(1)の代りにより多くの波の干渉を考慮した，いわゆる多波理論による計算を行なわなければならない．ここでは再び FeAl 合金を対象として，結晶内での h 反射の ξ_h^n の値を多波理論により計算した．計算は行列法⁽¹⁴⁾により行ない， $-6g$ から $8g$ までの15の系統反射を考慮した．ここで， g は100規則格子反射である．したがって，奇数次の反射($-5g$, $-3g, \dots, 7g$)は規則格子反射で，偶数次の反射($-6g$, $-4g, \dots, 8g$)は基本反射である．計算に際して，換算フーリエ展開係数 U_h ($h = -6g, -5g, \dots, 8g$) の値を求めな

ければならない．ここでは再び Doyle と Turner の原子散乱因子⁽¹⁷⁾を用い，式(2)から各加速電圧 E および各規則度 S に対して U_h の値を求めた．また，B 因子としてX線回折の実験で得た値， $5.1 \times 10^{-3} \text{ nm}^2$ ⁽¹¹⁾を用いた．電子波の吸収効果も考慮されているが，その方法の説明は原論文にゆずる⁽¹¹⁾⁽¹⁹⁾．

図3は， ξ_h^n ($h=g, 2g; n=2, 3$) の値を規則度の関数として示したもので，加速電圧が0.2 MV と1.0 MV の場合を比較している．図からわかるように，1.0 MV における ξ_g^2 の規則度依存性は0.2 MV におけるそれより大きい．このことは，前述の3波近似の範囲での予想と矛盾しない．また， η_m の値は， ξ_h^n の計算値を用いて

図3 多波理論による，FeAl 合金の ξ_h^n の規則度依存性．加速電圧が0.2および1.0 MV の値が示してある．

式(7)から規則度の関数として容易に求まる．このようにして求めた η_m と S の関係を，合金の規則度の決定に利用することができる．しかし，この計算の基礎になっている多波理論の妥当性は種々の応用例で確認されているとしても，用いた孤立原子に対する原子散乱因子は，固体中の原子に対するそれと異なる．また，一般に加速電圧が高くなると，規則格子合金を観察している過程で照射不規則化が起る．次節では，固体中での原子散乱因子を求める方法について述べ，さらに，等厚干渉縞法を照射不規則化の研究に応用した例を紹介する．

3. 応 用 例

(1) FeAl 合金の規則度と原子散乱因子の決定

原子核のまわりの電子分布は，原子が孤立している場

合と固体内で互いに結合している場合とで異なり、その差異は比較的外側にある価電子において生じる。こうした電子分布の変動の原子散乱因子に及ぼす効果(いわゆる固体効果)は、フーリエ変換の一般的性質に従って、 $\sin \theta/\lambda$ の小さいところに相対的に強く現われる⁽¹³⁾。また、電子分布の変動は、X線に対する原子散乱因子よりも、電子線に対する原子散乱因子に強く影響を及ぼす(後述の式(11)参照)。したがって、前節で用いた孤立原子の原子散乱因子を再検討する必要がある。この小節では、等厚干渉縞法とX線回折法により、FeAl 合金の電子に対する 1 次の構造因子 $F_g^{(e)}$ と X 線に対するそれ $F_g^{(x)}$ をそれぞれ独立に測定し、この試料の原子散乱因子と規則度を同時に決定する。

電解研磨法により FeAl 合金のくさび形試料を作成し、 $g(100)$ および $2g(200)$ 反射の暗視野像を撮影した。撮影に際して、100 系統反射以外の非系統反射の励起を小さくし、菊地線を利用して 200 反射に Bragg 条件を合せた。写真 1 は、徐冷した FeAl 合金の等厚干渉縞を示す暗視野像と、その時の回折条件を示す回折パターンの例である。 g 反射の 2 番目の等厚干渉縞について、 η_2 は式(6)から

$$\eta_2 = 2 + \frac{l_g^2 - l_{2g}^2}{l_{2g}^3 - l_{2g}^2} \quad (8)$$

のように定義される。 $(l_g^2 - l_{2g}^2)$ と $(l_{2g}^3 - l_{2g}^2)$ の値はマイクロフォトメーターで干渉縞の濃淡のプロファイルを測定して求められ、写真 1 に示されている。

以上のような手続きに従って、徐冷した FeAl 合金の η_2 の値を 0.25 から 1.25 MV までの加速電圧で測定した。結果は多波理論による二通りの計算結果と共に図 4 に示してある。図中破線は、Doyle と Turner の原子散乱因子と規則度の実験値($S=0.99$)から求めた $F_h^{(e)}$ ($h=-6g, -5g, \dots, 8g$) を用いて計算した結果である。この時の 100 反射の電子に対する構造因子 $F_{100}^{(e)}$ は 0.1299

nm である。この η_2 の計算値は実験値よりかなり小さい。次に、固体効果の影響を最も大きく受ける $F_{100}^{(e)}$ を変数とし、それ以外の $F_h^{(e)}$ を Doyle と Turner の値から求め、多波理論により η_2 の計算を行なった。0.25 MV と 0.5 MV での η_2 の計算値が実験値と一致する時の $F_{100}^{(e)}$ の値として 0.1152 ± 0.0013 nm を得た。この時の η_2 の加速電圧依存性は図 4 に実線で示してある。0.75 MV 以上の加速電圧では、計算値が実験値より幾分小さい。この差は η_2 の測定中に起った照射不規則化に起因している(この照射不規則化については(2)で詳しく述べる)。

一方、電頭試料と同じ熱処理をした FeAl 合金の粉末試料の X 線回折実験を、異常分散⁽¹⁵⁾の少ない MoK α 線を用いて行なった。回折波の積分強度から 100 規則格子反射の X 線に対する構造因子 $F_{100}^{(x)}$ を求めた。得られた

図 4 徐冷した FeAl 合金の η_2 の測定値と計算値の比較。点線と実線は多波理論による計算値で、それぞれ図中の $F_{100}^{(e)}$ の値を用いた。

写真 1 徐冷した FeAl 合金に観察された等厚干渉縞と対応する回折パターン。(a)は $2g$ が Bragg 条件を満足している時の g 反射の暗視野像で、(b)は同じく $2g$ 反射の暗視野像である。加速電圧 0.5 MV にて撮影。

$F_{100}^{(*)}$ の値は 11.77 ± 0.19 である。式(3)で示したように, FeAl 合金の $F_{100}^{(*)}$ および $F_{100}^{(*)}$ は

$$F_{100}^{(*)} = S(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)}) \quad (9)$$

$$F_{100}^{(*)} = S(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)} + \Delta f) \quad (10)$$

で表わされる。ここで, $f_j^{(*)}$ ($j = \text{Fe, Al}$)は X線に対する j 原子の 100 反射の原子散乱因子である。また, Δf は異常分散の補正項である。 $f_j^{(*)}$ は Born 近似のもとで $f_j^{(*)}$ と次の関係にある。

$$f_j^{(*)} = \frac{m_0 e^2}{2h^2} \left(\frac{\lambda}{\sin \theta} \right)^2 (Z_j - f_j^{(*)}) \quad (11)$$

ここで, h はプランクの定数, Z_j は j 原子の原子番号である。この関係を用いて $f_{\text{Fe}}^{(*)}$ と $f_{\text{Al}}^{(*)}$ をそれぞれ $f_{\text{Fe}}^{(*)}$ と $f_{\text{Al}}^{(*)}$ で表わし, $F_{100}^{(*)}$ と $F_{100}^{(*)}$ にそれぞれの測定値を代入すると

$$\left. \begin{aligned} \frac{1}{S} &= -0.7039(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)}) + 9.1504 \\ \frac{1}{S} &= 0.0849(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)}) + 0.0255 \end{aligned} \right\} \quad (12)$$

の連立方程式を得る。ただし, Δf として MoK α 線についての Cromer⁽²⁰⁾の理論値 0.3 を用いた。式(12)の解は S および $(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)})$ の値を与える。かくして, $S = 0.99 \pm 0.02$, $(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)}) = 11.57 \pm 0.04$ を得る。このような手法で得た $(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)})$ の値は Doyle と Turner の原子散乱因子から求めた値, 11.39 より 1.6% 大きい。この差は前述した固体効果に起因するが, 合金の場合には, さらに成分原子間での電子のやりとりの効果を考えなければならない。Chaddah と Sahni⁽²¹⁾は, FeAl 合金内で Al 原子の外殻電子が Fe の d バンドに移る, という電子授与説を支持する結果を提出している。この説が正しければ, 合金内の $(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)})$ の値は孤立原子に対するその値より大きくなるはずであり, 上述の 1.6% の差も電子授与説を支持する結果であるといえる。

図5 FeAl 合金に対する η_2 と規則度の関係。加速電圧が 0.5 と 1.0 MV の場合について示してある。

以上の実験結果とその解析から 100 反射の $(f_{\text{Fe}}^{(*)} - f_{\text{Al}}^{(*)})$ が求まったので, その値を用いてあらためて η_2 と S の校正曲線を作ることができる。図5は 0.5 MV と 1.0 MV での η_2 対 S の関係を示す。組成の異なる B2 型の Fe-Al 合金, および, 規則度の異なる FeAl 合金の規則度を同様な方法で求めることにより, 図5で示した校正曲線の妥当性が確認されている⁽¹¹⁾。

(2) FeAl 合金の照射不規則化の研究

規則格子合金に高エネルギー粒子線を照射すると不規則化が起こることがある。この現象は, 照射不規則化として知られている。FeAl 合金の不規則化は, B2 型規則格子において, 正規の Fe 格子点 (α 格子点) と Al 格子点 (β 格子点) の間で起る原子の交換を通して進行する。電子線照射中のこの種の原子の交換は, 空孔の移動が困難な温度では次の 2 つの機構によって起る可能性がある。1 つは, α 格子点と β 格子点が交互に並ぶ $\langle 111 \rangle$ 方向の原子列に沿っての置換連鎖衝突である。もし照射不規則化がこの機構で起るとすれば, 不規則化は $\langle 111 \rangle$ 方向の置換連鎖衝突によってのみ起るため, 照射不規則化の速度は照射方位に大きく依存するはずである。照射不規則化機構の他の 1 つは, 原子のはじき出しの結果形成される空孔と格子間原子の再結合である。 α 格子点の空孔と Al の格子間原子の再結合, および, β 格子点の空孔と Fe 格子間原子の再結合によって, 間接的に α 格子点と β 格子点の間で原子の交換が行なわれる。厳密に言えば, 原子のはじき出し数も照射方位に依存するはずである。しかし, 前者の機構の場合に比べ照射方位依存性は著しく小さい。本小節では, 超高压電顕内で FeAl 合金のくさび形試料に電子線照射を行ない, 照射中の規則度変化を測定した例を示す。さらに, 不規則化速度の照射方位依存性の結果から, FeAl 合金の照射不規則化の機構を論じる。

室温に保持された試料の $\langle 100 \rangle$ または $\langle 110 \rangle$ 近く方向から, 0.25 ないし 1.25 MV の電子線を照射し, その時の規則度の時間変化を等厚干渉縞法によって測定した。図6はその結果で, 規則度の変化を照射量 ϕt (ϕ : 電子線束, t : 照射時間) に対して示してある。図6の結果は次式で整理できる。

$$S = S_0 \exp(-K\phi t) \quad (13)$$

ここで, S_0 は初期規則度, K は不規則化の速度定数に相当し, バーンの単位を有する。式(13)の K の値は, 実験データに最小自乗法を適用して求められる。図7は, はほぼ $\langle 100 \rangle$ またはほぼ $\langle 110 \rangle$ 方向から, 種々のエネルギーの電子線を照射した場合に得られた K の値を示す。 K の値は, 電子のエネルギーと共に大きくなるが, どのエネルギーにおいても照射方位にほとんど依存していない。故に, FeAl 合金の電子線照射不規則化は,

図6 FeAl 合金の照射不規則化とその加速電圧依存性. 加速電圧が0.25ないし1.25 MV での, 規則度の照射量 ϕt (ϕ : 電子線束, t : 照射時間) に対する変化を示す. 白丸および黒丸は, それぞれ $\langle 100 \rangle$ 照射および $\langle 110 \rangle$ 照射の場合の結果である.

図7 不規則化速度定数 K の加速電圧依存性. 白丸は $\langle 100 \rangle$ 照射, 黒丸は $\langle 110 \rangle$ 照射の測定値を表わす. 実線は, 再結合による不規則化機構に基づいて計算した K の値を示す ($1 \times 10^{-28} \text{ m}^{-2} = 1 \text{ barn}$).

主に, 空孔と格子間原子が再結合することによって起ると結論できる.

原子のはじき出しによって出来た空孔と格子間原子は結晶内に蓄積されていくが, それらの大部分は再結合によって対消滅する. その過程で不規則化が起るとすれば, 照射中の時間変化は同じく式(13)で与えられ, この時の K は FeAl 合金の場合には

$$K = \frac{2\sigma_d^{\text{Fe}}\sigma_d^{\text{Al}}}{\sigma_d^{\text{Fe}} + \sigma_d^{\text{Al}}} \quad (14)$$

で与えられる. ここで, σ_d^j ($j = \text{Fe, Al}$) は j 原子のはじき出しの断面積である. σ_d^j は Kinchin-Pease モデルにより照射する電子のエネルギーの関数として求める. はじき出しが起るしきいエネルギーが 14.5 eV† の場合の σ_d^j の計算値と式(14)から, 各加速電圧での K の値を求めると, 図7の実線のようになる. 計算値は実験値をほぼ再現している. 照射不規則化の機構を正しく論じるためには, K の温度依存性や電子線束依存性など, 種々の条件下での K の理論値を定量的に求めて, 実験値と比較する必要がある. これらの詳細な説明は原論文⁽¹²⁾にゆずる.

照射によってできた極く一部の空孔および格子間原子は, 転位ループの形成・成長に参与する. これら転位ループの速度論からも数多くの情報が得られる⁽²²⁾. 転位ループの挙動は, 原子のはじき出し断面積の相対値に関して精度の高い情報を与えるが, 断面積の絶対値を与えない⁽²³⁾. これとは逆に, 照射不規則化の挙動は, 断面積の変化に対する感度は悪いがその絶対値を与える. 転位ループと照射不規則化の挙動から得られる情報が相補的に使えれば, 損傷機構に関しさらに有益な情報が得られるであろう.

4. 等厚干渉縞法の有効性と限界

等厚干渉縞による規則度の決定法の利点は, 超高压電顕内で試料の温度を変えたり, 照射しながら規則度をその場で測定できることである. この方法を FeAl 合金以外の合金の規則度の測定に適用する場合, その有効性は次の条件に左右される. 1つの条件として, ξ_g の規則度依存性は大きくなければならない. 即ち, 利用できる加速電圧で, 式(1)において $U_{2g} \approx 1/d^2$ の条件が満たされなければならない. この条件は, 最高加速電圧が 1 MV 程度の超高压電顕を用いれば, 多くの合金の場合に満たされる. 有効性を判断するもう一つの条件は, g と $2g$ の構造因子の比 $F_g^{(e)}/F_{2g}^{(e)}$ の値の大小である. 例えば, g が 100 反射で規則度が 1 の場合の $F_g^{(e)}/F_{2g}^{(e)}$ の値は, Ni_3Al (L1_2 型規則格子) で 0.12, Cu_3Au (L1_2) で 0.32, FeAl (B2 型規則格子) で 0.39, AuZn (B2) で 0.54 である. 電子回折において $F_g^{(e)}/F_{2g}^{(e)}$ が小さい場合には, 反射電子の多くが $2g$ 反射の方に移り, g 反射の強度は弱くなる. 実際に, Ni_3Al の $F_g^{(e)}$ は FeAl のそれとほぼ等しいけれども, Ni_3Al の g 反射の等厚干渉縞は FeAl のそれほど強いコントラストを生じない. また, $F_g^{(e)}/F_{2g}^{(e)}$ が 1 に近くなると, g 反射と $2g$ 反射の相互作用がより強くなり, η_2 は S に対して不連続的な変化をする. 結果的に, $F_g^{(e)}/F_{2g}^{(e)}$ の値が 0.5 前後の合金が, 等厚干渉縞による規則度の測定法を適用するのに最適であると思われる.

† 1 eV $\approx 1.60219 \times 10^{-19}$ J

ここで述べた等厚干渉縞法はくさび形試料を対象にしている。十分な測定精度を得るためには、より完全なくさび形試料が必要で、観察中に試料が湾曲しないことも必要である。これらの必要条件を考えれば、等厚干渉縞による規則度の測定法は、必ずしも簡単な実験ではない。本稿で紹介した FeAl 合金の場合には、くさび角が約 60 度の、より完全なくさび形試料の作製法の確立によって前述の試料に対する必要条件を満たした。一方、等厚干渉縞法の問題点の解決策も報告されており⁽²⁴⁾、この方法の精度も徐々に改善されていくであろう。

文 献

- (1) A. Cordier, A. Degeilh, F. Garat and F. Reynaud : Rad. Effects, **17** (1973), 127.
- (2) G. J. C. Carpenter and E. M. Schulson : J. Nucl. Mater., **23** (1978), 180.
- (3) E. P. Butler and P. R. Swann : *Proc. Fifth Int. Conf. High Voltage Electronmicroscopy*, Kyoto, Japan, (1977), J. Electron Microsc., **26** (1977), Suppl. p. 555.
- (4) 渡辺伝次郎 : 日本金属学会会報, **14** (1975), 481.
- (5) C. G. Shirley and R. M. Fisher : *Proc. Sixth Int. Conf. High Voltage Electronmicroscopy*, Antwerp, Belgium, (1980), 88.
- (6) J. R. Sellar, D. Imeson and C. J. Humphreys : Acta Cryst., **A36** (1980), 686.
- (7) R. Sinclair, M. J. Goringe and G. Thomas : Phil. Mag., **32** (1975), 501.
- (8) R. Uyeda and M. Nonoyama : Japan J. Appl. Phys., **6** (1967), 557.
- (9) A. Ichimiya, T. Ariei, R. Uyeda and A. Fukuhara : Acta Cryst., **A29** (1973), 724.
- (10) C. Kinoshita, T. Mukai and S. Kitajima : Acta Cryst., **A33** (1977), 605.
- (11) T. Mukai, C. Kinoshita and S. Kitajima : J. Phys. Soc. Japan, **45** (1978), 1676.
- (12) T. Mukai, C. Kinoshita and S. Kitajima : *Proc. Sixth Int. Conf. High Voltage Electronmicroscopy*, Antwerp, Belgium, (1980), 274.
- (13) 長倉繁磨 : 日本金属学会会報, **8** (1969), 465.
- (14) 例えば A. Fukuhara : J. Phys. Soc. Japan, **21** (1966), 2645.
- (15) 例えば A. Howie : *Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science*, Ed. by S. Amelinckx et al., Amsterdam-London, (1970), 295.
- (16) 例えば B. D. Cullity : *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley, (1956).
- (17) P. A. Doyle and P. S. Turner : Acta Cryst., **A24** (1968), 390.
- (18) 三宅静雄 : 固体物理, **9** (1974), 136.
- (19) A. J. F. Metherell and R. M. Fisher : Phys. Status Solidi, **32** (1969), 551.
- (20) D. T. Cromer : Acta Cryst., **18** (1965), 17.
- (21) P. Chaddah and V. C. Sahni : Phil. Mag., **B37** (1978), 305.
- (22) 例えば M. Kiritani and H. Takata : J. Nucl. Mater., **69&70** (1978), 277.
- (23) N. Yoshida and K. Urban : Phys. Letters, **75A** (1980), 231.
- (24) S. Kuwabara, T. Uefuji and M. Inokuchi : *Proc. Fifth Int. Conf. High Voltage Electronmicroscopy*, Kyoto, Japan, (1977), 239.

<新刊案内>

ハーゼン「金属強度の物理学」

本書は P. Haasen 著“Physikalische Metallkunde”の邦訳である。原著はドイツの大学における専門課程向けの教科書を意図して書かれたもので、基礎課程で一般物理学を学んだ学生を対象としている。したがって、たとえば Kittel の固体物理学に述べられている程度の知識は既知であるとの前提のもとに執筆されている。ともあれ、訳者序にもあるように金属物理学と金属材料学、とくにその主要部分を占める金属組織学・結晶強度学との間の橋渡しの役割をする入門書といえることができる。これがまた、訳者らが訳書の題名を上記のように選んだゆえんでもあろう。

本書ではまず金属物理研究のための新しい実験的手法を簡単に説明したあと、状態図に関連した事項として熱力学的原理のみならず粒界、相の安定性、凝固・析出過程などについて詳述している。そして最後に種々の格子欠陥について説明を与えたのち、本書の主題でもある金属強度に関連して加工硬化と破壊、マルテン

岸 輝雄 伊藤邦夫 大塚正久 栗林一彦 共訳
サイト変態、合金硬化、再結晶などの各章を設けて、転位論的な記述をしている。再び訳者序の表現を借用すれば、基礎事項が平易に説かれているばかりでなく、全体としては個々の内容が統一的・体系的に述べられているところが本書の特色であろう。また総括的な参考文献が多数引用されていることは、内容をさらにつっこんで勉強したいと思う読者にとって有難いことである。

ただ製版の過程から組織写真の地にいわゆる“モアレ模様”が出現していて、細部が不鮮明になっているのが惜しまれる。またこれはほん訳書の宿命でもあるといえるが、文章が少しかたくて読みづらいきらいがなきにしもあらずである。しかし、原著の表現に忠実であろうとする立場からは、このことはやむを得ないことかも知れない。いずれにしろ、学生・研究者の座右の書として推せんする次第である。(S.K.)

〔A5判 342頁 1981年 4,000円 (株)アグネ〕