

アルミナ小傾角粒界に形成された特異部分転位構造の TEM 解析

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構 梶木 栄太 柴田 直哉 山本 剛久 幾原 雄一
 大阪市立大学工学研究科機械物理系専攻 中村 篤 智

結晶性材料の機械的特性や電気的特性は格子欠陥と密接に関連している。そのため、材料特性の本質を理解するにあたり、格子欠陥の微細構造解析が非常に重要な研究課題となっている。本研究では、代表的な構造用セラミックスであるアルミナ(α - Al_2O_3)をモデル材とし、双結晶法を用いて $\{11\bar{2}0\}/\langle 1\bar{1}00 \rangle 2^\circ$ 小傾角粒界を作製し、その粒界構造を透過型電子顕微鏡法(TEM)を用いて解析した⁽¹⁾⁽²⁾。Fig. 1は粒界を傾角の回転軸方位から観察して得られたTEM明視野像である。粒界には2本一組の部分転位対とともに、(a)5本一組、(b)9本一組といった奇数本の部分転位構造が周期的に配列していることが分かる。結晶構造を勘案すると、これらの転位は $\mathbf{b}_1 = 1/3[10\bar{1}0]$ または $\mathbf{b}_2 = 1/3[01\bar{1}0]$ 部分転位であることが示唆される。しかし、両者はらせん成分の符号のみが異なるため、Fig. 1のように転位線と平行な $(1\bar{1}00)$ 投影像では \mathbf{b}_1 および \mathbf{b}_2 を区別できない。そこで、粒界を $[0001]$ 軸回りに 30° 傾斜させ $(1\bar{2}10)$ 投影とし、ウィークビーム暗視野法によって転位列を観察した(Fig. 2)。結像に用いた $\mathbf{g} = \bar{3}030$ の反射に対して $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_1| = 1$ 、 $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_2| = 0.5$ となるため、基本的には \mathbf{b}_1 が \mathbf{b}_2 よりも強いコントラストを呈する⁽³⁾。これより2本一組の部分転位対の配列は $\mathbf{b}_2\mathbf{b}_1$ であることがわかる。この構造は $1/3[11\bar{2}0]$ 完全転位の分解によって形成したものと考えられる。なお、Fig. 2において \mathbf{b}_1 と \mathbf{b}_2 のコントラストの差は一定ではない。これは、励起誤差が局所的に異なるためと考えられる。また、コントラストの強弱から5本一組の部分転位構造の配列は $\mathbf{b}_2\mathbf{b}_2\mathbf{b}_1\mathbf{b}_2\mathbf{b}_2$ であることが分かる。同様に、9本一組の部分転位構造の配列は $\mathbf{b}_2\mathbf{b}_2\mathbf{b}_1\mathbf{b}_2\mathbf{b}_1\mathbf{b}_2\mathbf{b}_1\mathbf{b}_2\mathbf{b}_2$ であることが確認された。つまり、奇数本からなる部分転位構造は必ず正味 $1/2[1\bar{1}00]$ のらせん成分を持つことが明らかとなった。このらせん成分は粒界のねじり成分を補償するために導入されたものと考えられ、部分転位構造の周期性から粒界ねじり角は約 0.1° と見積もられた。本結果は、小傾角粒界に含まれる微小なねじり成分が転位配列に大きな影響を及ぼすことを示している。

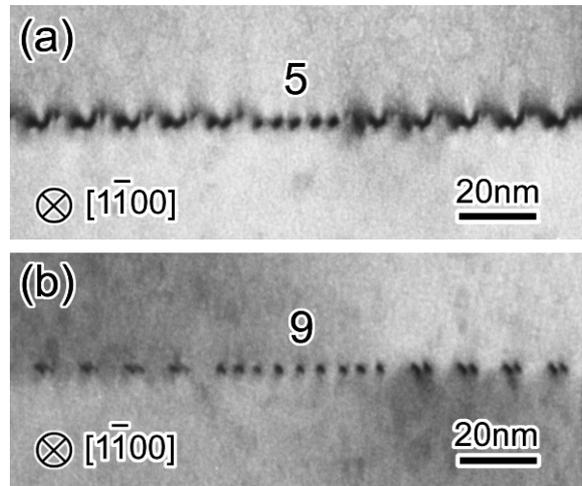


Fig. 1 アルミナ $(11\bar{2}0)/[1\bar{1}00]2^\circ$ 小傾角粒界の明視野像。粒界には2本一組の部分転位対に加え、奇数本からなる部分転位構造が観察された。(a)5本一組の部分転位構造、(b)9本一組の部分転位構造。

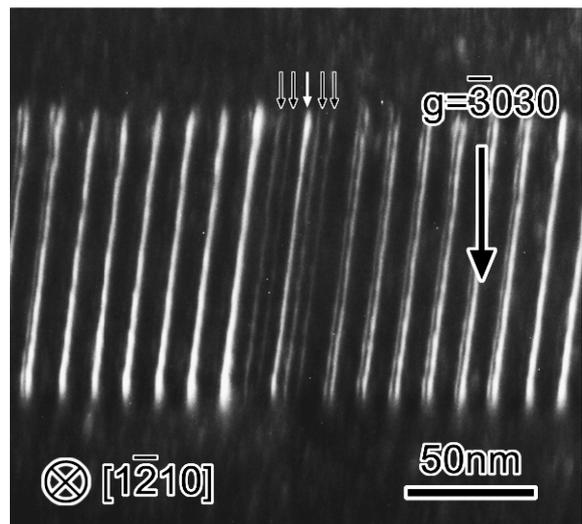


Fig. 2 5本一組の部分転位構造を含む転位列のウィークビーム暗視野像($\mathbf{g} = \bar{3}030$)。 $\mathbf{b}_1 = 1/3[10\bar{1}0]$ の部分転位は強いコントラスト、 $\mathbf{b}_2 = 1/3[01\bar{1}0]$ の部分転位は弱いコントラストとして結像されている。この像から5本一組の部分転位構造の配列は $\mathbf{b}_2\mathbf{b}_2\mathbf{b}_1\mathbf{b}_2\mathbf{b}_2$ であることが分かる。

文 献

(1) A. Nakamura, K. Matsunaga, T. Yamamoto and Y. Ikuhara: Phil. Mag., **86**(2006), 4657-4666.

(2) E. Tochigi, N. Shibata, A. Nakamura, T. Yamamoto and Y. Ikuhara: Acta Mater., **56**(2008), 2015-2021.
 (3) P. B. Hirsch, et al.: Electron Microscopy of Thin Crystals, London, Butterworths, (1965).

(2009年7月17日受理)

TEM Observations of Characteristic Partial Dislocation Structures in an Alumina Low-angle Grain Boundary; Eita Tochigi*, Naoya Shibata*, Takahisa Yamamoto*, Yuichi Ikuhara*, Atsutomo Nakamura** (*Institute of Engineering Innovation, The University of Tokyo, Tokyo. **Graduate School of Engineering, Osaka City University, Osaka)

Keywords: α - Al_2O_3 , low-angle grain boundary, dislocation

TEM specimen preparation: ion milling by 4 keV Ar at R.T. TEM utilized: JEM-2010HC (200 kV)

Observation condition: BF and DF