

# 収束電子回折法による $Al_{72}Ni_{20}Co_8$ デカゴナル準結晶の構造精密化

名古屋大学エコトピア科学研究所 齋藤 晃 田中信夫  
 名古屋大学工学研究科結晶材料工学専攻 村上大樹  
 東北大学多元物質科学研究所 蔡安邦

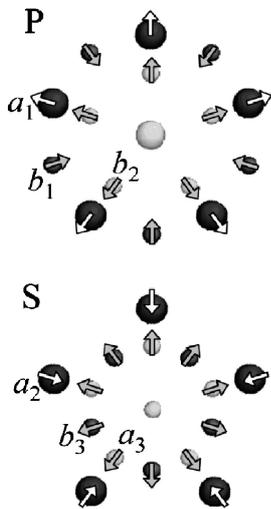


Fig. 1 構造モデルに現れる2種類のクラスター.

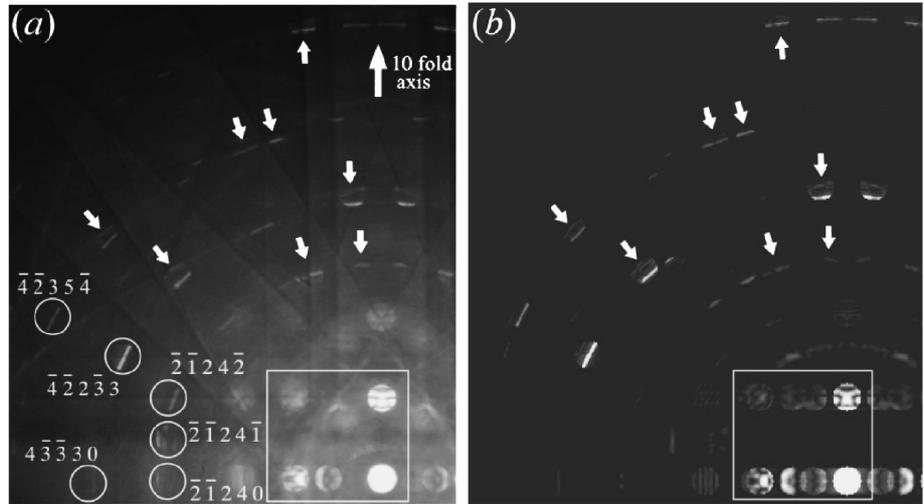


Fig. 2  $Al_{72}Ni_{20}Co_8$  準結晶の2回軸入射の収束電子回折図形. (a)実験. (b)計算.

これまで見出された準結晶の多くは単結晶作製が困難であることから、単結晶 X 線回折法が適用できず、構造解析がまだ手つかずの状態と言える。本研究では、高分解能電顕法 (HRTEM, HAADF-STEM) および収束電子回折 (CBED) による準結晶の局所構造解析を目指し、準結晶の構造解析法の開発を行い、その最初のテストとして X 線構造解析がなされている  $Al_{72}Ni_{20}Co_8$  デカゴナル準結晶への適用を行った。

本研究における準結晶の構造解析では、(i) HRTEM 像および HAADF-STEM 像にもとづく原子クラスターおよびその配列の決定、原子クラスター中のおおまかな原子配列の決定、(ii) 構造モデルの作成、(iii) CBED 実験で得た弾性散乱電子のみによる回折強度と構造モデルから計算した強度との定量比較、により行う。準結晶の CBED 強度を計算するために、準周期構造が高次元周期構造の断面として記述できることにもとづいて構造因子を計算し、Bethe 法により動力学回折強度計算するプログラムを開発した。

仕込み組成  $Al_{72}Ni_{20}Co_8$  の母合金を  $900^\circ\text{C}$  で熱処理した後、水焼き入れ法で作製した試料を粉碎し、マイクログリッド上に分散させ、電子顕微鏡用試料とした。HAADF-STEM 像の取得には、電子線走査ユニットを搭載した JEM-2010F を加速電圧 200 kV でもちいた。また、ゼロロス CBED 図形の取得には、オメガフィルター電子顕微鏡 JEM-2010FEF を 100 kV で

もちいた。エネルギー選択スリットを  $\Delta E = 0 \pm 5 \text{ eV}$  とし、主にプラズモンロスによるバックグラウンドを除去した。

$Al_{72}Ni_{20}Co_8$  の HAADF 像には  $Al_{13}Fe_4$  近似結晶の HAADF 像中にみられるのと類似のコントラストが見られたことから、近似結晶の局所構造をもとに構造モデルを作成した。Fig. 1 は、作成した構造モデルに含まれる2種類の基本原子クラスターである。これらのクラスターはここで精密化する構造パラメータは矢印で示した原子の動径方向座標  $a_1, a_2, a_3, b_1, b_2, b_3$  である。

Fig. 2 (a) および 2 (b) はそれぞれ  $Al_{72}Ni_{20}Co_8$  の2回軸入射で得たゼロロス CBED 図形および構造モデルから計算した CBED 図形である。実験図形にみられるゼロ次ラウエ帯反射 (四角) および高次ラウエ帯反射 (矢印および丸) の強度分布が、本計算手法により非常によく再現されていることがわかる。非線形最小自乗フィッティングで求めた各パラメータは、X 線構造解析の結果と非常によい一致を示しており、本手法の有効性が確認された。

## 文 献

- (1) K. Saitoh, *et al.*: Proc. ICQ, **6**(1997), 59.
- (2) K. Saitoh, *et al.*: J. Phys. Soc. Jpn., **67**(1998), 2579.
- (3) K. Saitoh, *et al.*: Z. Krist., **223**(2008), 859.

(2009年8月10日受理)

Structure Refinement of  $Al_{72}Ni_{20}Co_8$  Decagonal Quasicrystal by Convergent-beam Electron Diffraction; Koh Saitoh\*, Nobuo Tanaka\*, Hiroki Murakami\*, An Pang Tsai\*\* (\*Nagoya University, Nagoya. \*\*Tohoku University, Sendai)

Keywords: convergent-beam electron diffraction, structure refinement, quasicrystal, dynamical diffraction, energy filtering

TEM specimen preparation: crushing TEM utilized: JEM-2010FEF (100 kV), imaging plate

Observation condition: CBED