

CTEM 傾斜実験による等原子比 HfPd 合金の結晶構造解析

熊本大学大学院自然科学研究科 久田 翔太
 熊本大学大学院先端科学研究部 松田 光弘

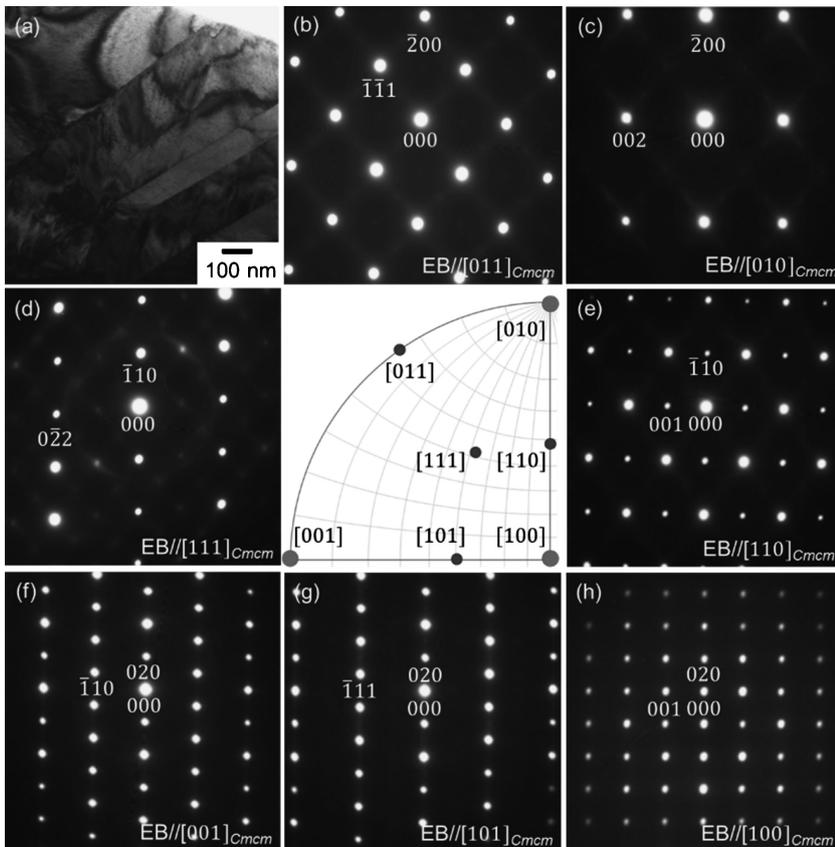


Fig. 1 等原子比 HfPd 合金マルテンサイト相の (a) 明視野像, (b)-(h) 電子回折像.

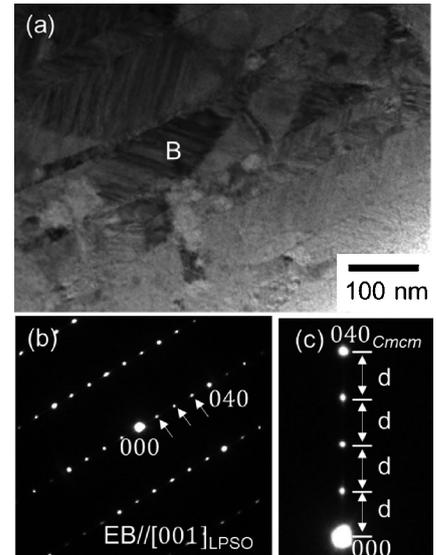


Fig. 2 100 cycle 後の等原子比 HfPd 合金の (a) 明視野像, (b) 領域 B における電子回折像, (c) 電子回折像 (b) の拡大図.

高温にマルテンサイト変態点を有する等原子比 HfPd 合金に対して、これまで第一原理計算や中性子回折線を用いたり、トベルト解析により構造解析が行われてきたが、統一的な見解が得られていない。我々は局所領域の構造解析が可能な CTEM 傾斜実験による電子回折像を用いて結晶構造を精密に決定した⁽¹⁾。

等原子比 HfPd 合金は、Fig. 1(a) に示すように幅が約 200 nm のプレート状のマルテンサイト組織を呈していた。Fig. 1(b)-(h) に等原子比 HfPd 合金のマルテンサイト相における主要な晶帯軸からの電子回折像を示す。(h) に示す入射方向 [100] から (c) に示す入射方向 [010] への傾斜実験により、(001) の回折スポットは 2 重回折に起因しており、禁制反射であることが分かった。さらに主軸 (a^* , b^* , c^*) に対する回折像の対称性および電子回折スポットに基づき消滅則を考慮した結果、等原子比 HfPd 合金の結晶構造は斜方晶 B33

構造(空間群: $Cmcm$, 格子定数: $a = 0.329$ nm, $b = 1.02$ nm, $c = 0.438$ nm)であることが明らかとなった。

さらに、熱サイクル試験を施した結果、Fig. 2(a) に示すように、約 150 nm のプレート状バリエントが観察され、その電子回折像である Fig. 2(b) および (b) を拡大した (c) より、 040_{Cmcm} を 4 等分する extra spot が見られたことから、4 層周期を有する長周期積層構造相の存在が示唆された。これらの長周期積層構造相は、熱サイクル試験前の試料と比較してその観察頻度が増加しており、変態ひずみが繰り返し導入されることによって増加したと考えられる。

文 献

- (1) S. Hisada, M. Matsuda, K. Takashima and Y. Yamabe-Mitarai: J. Solid. State. Chem., **258**(2018), 712-717.
 (2018年9月26日受理) [doi:10.2320/materia.57.605]

Crystal Structural Analysis in Equiatomic HfPd Alloy by CTEM Tilting Experiment; Shota Hisada and Mitsuhiro Matsuda
 Keywords: CTEM (conventional transmission electron microscopes), crystal structure, LPSO (long-period stacking ordered structure)
 TEM specimen preparation; the disk with a diameter of 3 mm was dimpled with a GATAN Model 656 and Ar-ion milled with a GATAN model 695 PIPSI
 TEM utilized; JEM-2000FX, JEM-2100PLUS (200 kV, JEOL Ltd.)