

HAADF-STEM 像強度解析による逆位相境界における規則度と偏析の評価

理化学研究所・京都大学大学院工学研究科 新津 甲大
 東北大学大学院工学研究科 水口 知大 許 晶 貝沼 亮介
 東北大学金属材料研究所 長迫 実 物質・材料研究機構 大沼 郁雄
 (株)日立製作所 谷垣 俊明 九州大学工学研究院 村上 恭和
 理化学研究所・東北大学多元物質科学研究所 進藤 大輔

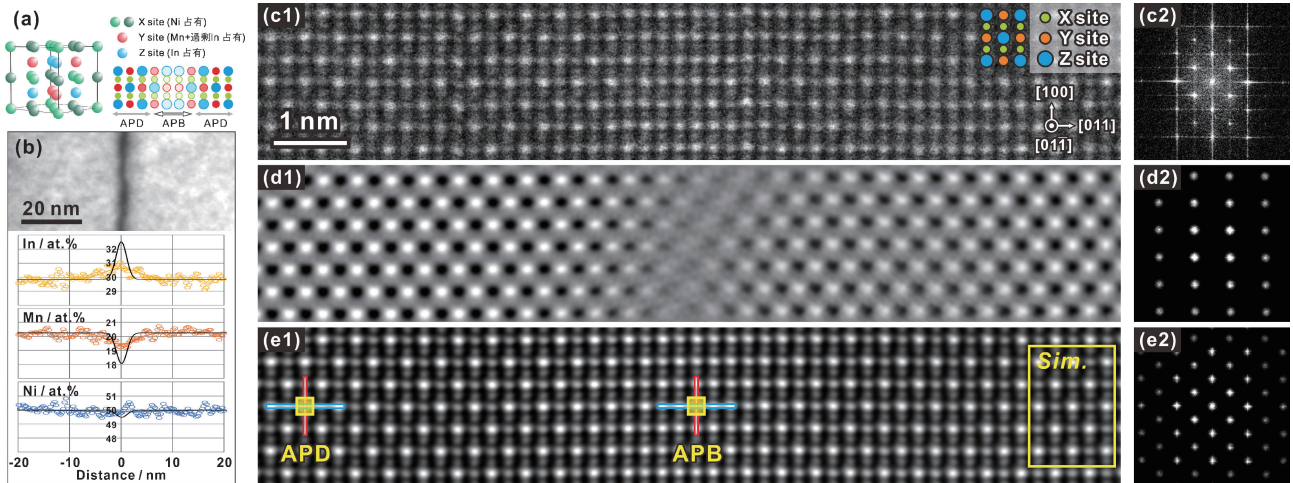


Fig. 1 (a) $L2_1$ -ホイスラー合金($Fm\bar{3}m$)の結晶構造と[011]投影での APB 近傍での原子配列. (b) APB 近傍での暗視野像と同視野領域での EDS 結果. 黒線はフィッティング曲線の半値幅を APB 幅 (~2.4 nm) に補正した曲線. (c1) APB 近傍での HAADF-STEM 像と (c2) FFT パターン. (d2) $L2_1$ 超格子反射以外をマスクした FFT パターンと (d1) その逆 FFT 像. (e2) $L2_1$ 格子反射以外をマスクした FFT パターンと (e1) その逆 FFT 像. 黄枠内は原子規則度 0.75 でのシミュレーション像. (オンラインカラー)

高角度に非弾性散乱された電子による結像法である HAADF-STEM (High-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy) は、その像強度が原子番号 Z の情報を有し原子種弁別性を有することから組成情報が抽出可能な撮像法として注目されている。

In 原子 ($Z=49$) を過飽和に固溶した $Ni_2Mn_{0.8}In_{1.2}$ ホイスラー合金 (Fig. 1 (a)) の熱的逆位相境界 (Antiphase boundary; APB (Fig. 1 (b) 上図)) 近傍の暗視野像および EDS (Energy dispersive X-ray spectroscopy) 結果を Fig. 1 (b) に示す。APB 近傍での In の偏析・Mn の欠乏が確認できる。APB を視野中心に含む HAADF-STEM 像を Fig. 1 (c1) に示す。この領域から得た FFT (Fast Fourier transformation) パターン (Fig. 1 (c2)) において $L2_1$ 超格子反射および $L2_1$ 格子反射以外をそれぞれ遮蔽 (Fig. 1 (d2, e2)) した逆 FFT 像が Fig. 1 (d1, e1) である。Fig. 1 (d1) から Y/Z サイトの強度コントラストが低下し周期が逆転する領域として APB の位置が特定できる。Fig. 2 (e1) において像シミュレーションを併用しバックグラウンドを見積もった後、[011], [100] 方向の強度プロファイルについて Z コントラストに寄与する成分に対し Gaussian fitting を行った。APD (Antiphase domain) と APB 領域における典型的な結果をそれぞれ Fig. 2 (a1, 2), (b1, 2) に示す。各原子カラムの強度積分を取得し、隣接 Y/Z サイトの強度積分の差として規則度を、また和として

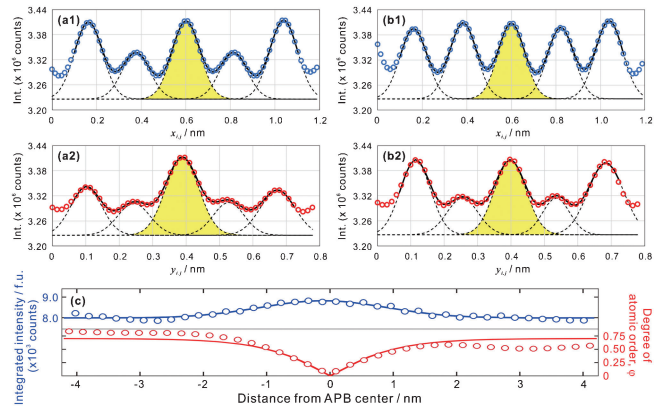


Fig. 2 (a1, 2) APD 内の [011] および [100] 方向の強度プロファイルと (b1, 2) APB 内の [011] および [100] 方向の強度プロファイル (Fig. 1 (e1) 参照). (c) 積分強度と原子規則度の距離依存性. (オンラインカラー)

In 偏析/Mn 欠乏量を原子分解能で同時評価することが可能となった⁽¹⁾。

文 献

- (1) K. Niitsu, *et al.*: Acta Mater., **122**(2017), 166–177.
(2018年8月7日受理)[doi:10.2320/materia.58.95]

Simultaneous Evaluation of Microsegregation and Degree of Atomic Ordering at Antiphase Boundaries in $Ni_{50}Mn_{20}In_{30}$ Heusler alloy; Kodai Niitsu, Kazuhiro Minakuchi, Xiao Xu, Makoto Nagasako, Ikuo Ohnuma, Toshiaki Tanigaki, Yasukazu Murakami, Daisuke Shindo and Ryosuke Kainuma

Keywords: HAADF-STEM, heusler alloy, antiphase boundary

TEM specimen preparation: Electropolishing TEM utilized: JEM-ARM200F