

# 電子線回折と極点図を用いた銅系形状記憶合金の構造解析

三重大学工学部工学研究科技術部

中村昇二

shoji@mach.mie-u.ac.jp

## 1. はじめに

昨年、Cu系単結晶である形状記憶合金（以後、SMA）の構造解析として、電子線回折（以後、SAD）と極点図（以後、PF）をもちいて軸方向等の結晶方位を調べて欲しいとの依頼があった。事前情報として、軸方向の結晶方位は体心立方構造（以後、bcc）で[111]と報告されており、その確認をおこなうための依頼でもある。TEMは、配属研究室に設置されており、他方、PFを測定するXRDが、幸いにも平成26年度末に学長裁量経費にて購入され、それを用いて依頼に対応することとなった。

## 2. 試料について

試料に関する情報は、研究上から詳細はひかえるが、丸棒のCu系合金であり単結晶と多結晶が混在した材料である。この試料を円周方向に一定の角度（45度）をつけ慎重に切り出している。XRDの供試体としては切り出し状態のまま用いた。試料切り出しのイメージを図1に示す。図から、面A、面Bそれぞれ同一試料から3方向に切り出し、5mm角に仕上げている。また、TEM試料はXRD分析後にArイオンミリングにて薄片化している。

## 3. SADとPFについて

SADは、TEM観察において絞り（制限視野絞り）を挿入することにより注目する領域を選択し、電子レンズを調節しその領域のみから回折パターンを得て、個々の領域の結晶構造やそれらの結晶方位関係を知ることができる<sup>1)</sup>。他方、PFはXRDで調べたい試料のhk<sub>l</sub>回折線について、回折条件を満足するように入射X線と回折X線の方向を固定し、試料がφ軸の周りで360°回転する間に、φ軸の周りで数度ずつ回転する装置を設定して、回折強度が測定され試料の配向を回折面の三次元的に知ることができる<sup>2)</sup>。

## 4. SADとPFの測定

SAD撮影は、所属研究室設置のTEM(H-500)、PF測定は、XRD(panalytical empyrean)を使用した。装置の写真を図2に示す。TEM回折条件は、加速電圧75kV、beam電流20μA、制限視野絞り孔径0.2mm、Camera Length 1として、撮影はビノキュラーへ市販のUSBカメラを装着し蛍光板から直接撮影をおこなった。一方のPFの取得は、2thetaを43.38°として、対陰極Cu、管球電圧45kV、電流40mA、ゴニオメーター光学系は、Cross Slit 1mm、反射率スリット0.27、ソーラーズスリット0.04RADとした。

## 5. 結果の考察

図3に軸方向から、図4に断面方向からのSAFとPFを示す。まず、軸方向のSAFをみていくと他のSAFと比べて回折点が明瞭に現れており単結晶として問題のない構造をもっている。これを当初の情報であるbcc[111]から回折点の距離、角度等を考察していくと、軸方向から90度になる断面として相応しいのは断面A-2と断面B-2と推察される<sup>1)</sup>。但し、角度は同等であるが、距離が断面側の方が短くなっているのは、丸棒材料製造過程における円周方向からの応力の影響と考えた。しかし、この解釈を続けていくと図1に示した45度を回転させた方向でのSAFが矛盾し説明不可となった。

一方、PFを重ね合わせての複合的な考察を試みると、まず図3の軸方向PFが立方晶(111)と合わないことが文献から判明した<sup>3)</sup>。文献からよみとると、立方晶[110]となり[111]と知らされていた図

3のSAFに疑問が残る解釈となった。この新たな解釈から、断面を考察していくと、90度回転させた面は断面A-1と断面B-2になり、続けて45度回転の断面Aと断面Bの各面の関係がスムーズに理解できる結果に思えた。

## 6. おわりに

前項結果から、SAFのみでの結晶方位の判断は、特に新たな結晶構造をもつ試料においては不十分であることがわかった。今回、たまたま新規導入されたXRDにPF機能がオプションとして備わっていたことが幸いしたと思う。但し、XRDに関しては全くの初心者であり、解析するスキルは十分で無いのは疑いのない事実である。今発表会での場において、知識の豊富な方々から直接ご指導頂ければ幸甚である。

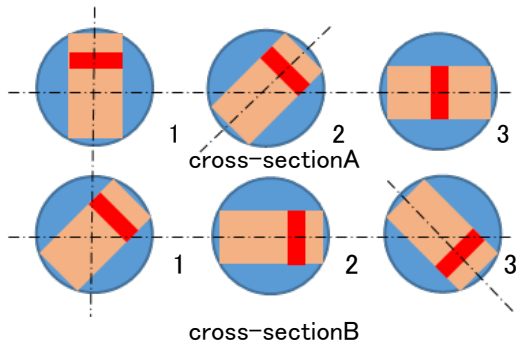


fig.1 cut direction of the sample



hitachi H-500



panalytical empyrean

fig.2 measuring equipment

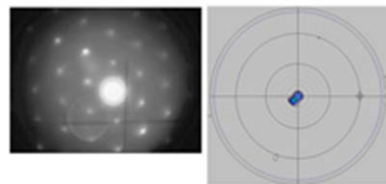


fig.3 SAF and PF of the axial

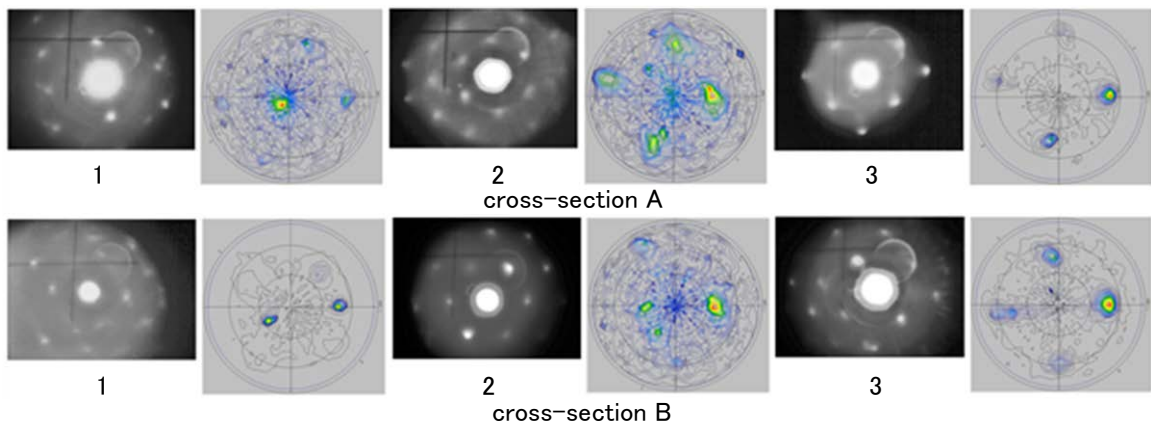


fig.4 SAF and PF of the cross-section

## 参考文献

- 1) 進藤大介他 著, 共立出版株式会社, 2003年, 材料評価のための高分解能電子顕微鏡法.
- 2) 加藤誠軌 著, 内田老鶴圃, 1991年, X線回折分析. 3) 日本結晶学会 編, 共立出版, 1999年, 結晶解析ハンドブック.