

転位と不純物との相互作用に関する研究

その4 室温で半年保持した KCl: Sr²⁺ 単結晶について

上月 陽一*

Study on the interaction between a dislocation and impurities Part IV KCl: Sr²⁺ single crystals stored at room temperature for a half year

Yohichi KOHZUKI

Abstract

Strain-rate cycling tests during the Blaha effect measurement were carried out at 80 to 240K for two kinds of single crystals: quenched and stored specimens of KCl: Sr²⁺ (0.050 mol% in the melt). The plots of the strain-rate sensitivity of flow stress and stress decrement had two bending points and two plateau places for both the specimens. On the basis of the relative curve of strain-rate sensitivity and stress decrement, it was found that the effective stress due to impurities for the stored specimen is smaller than that for the quenched specimen within the temperature.

Key words: moving dislocation, plastic deformation, effective stress due to impurities, strain-rate cycling tests, ultrasonic oscillation

1. 緒言

Lubenets や Startsev[1]によると、結晶中の析出粒子が硬いあるいはそのまわりの内部応力が大きい場合、その析出粒子は転位が熱振動の助けで乗り越えることができないような障害物として働くと報告している。これは、そのエネルギー障壁が非常に高いためである。このシリーズその2の論文[2]で述べたように、このような障害物を長距離障害物（大きさが約 10 原子以上の歪場をもつ障害物）もしくは非熱的障害物ともいう。この場合、転位はその障害物のまわりに転位ループ（Orowan ループ）を残して by-pass 過程（Orowan 機構とも呼ぶ）によって通り抜ける。しかし、析出粒子の硬さが小さい場合は、転位はその析出粒子を切って進む。図1に、転位がその2種類の障害物（析出粒子の強さが大きい場合と

小さい場合）を通過して進む過程がそれぞれ概略的にまとめられている。

Buravleva ら[3]は、また変形応力の変化は、結晶中の安定相や不安定相の析出物の形成あるいは分散が原因すると述べている。

大きさが約 10 原子よりも小さい歪場をもつ短距離障害物（熱的障害物ともいう）がある。この障害物の場合は、転位は原子の熱振動の助けをかりて乗り越えることになる。これについてはすでに述べられた[2]。

試料準備のプロセスが異なると、KCl: Sr²⁺ 単結晶中の不純物（Sr²⁺）の状態が変化するものと予想される。このことが、温度と不純物による有効応力との関係にどのように影響を及ぼすのかについてここでは調べられている。

*一般科目

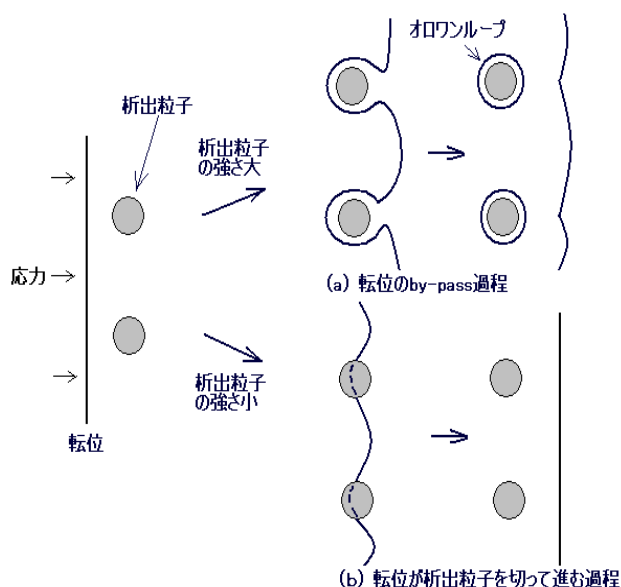


図1 析出粒子の強さが (a)大きい場合と(b)小さい場合について、その析出粒子を通る転位の過程.

2. 実験方法

本研究で使用した単結晶は Sr^{2+} (0.050 mol% 仕込み濃度) を混入した KCl である。空气中で Kyropoulos 法によりインゴットを作製し、 $5 \times 5 \times 15 \text{mm}^3$ の大きさにへき開したものを試料とした。その試料を 973K で 24 時間アニールし、その後 $40 \text{K} \cdot \text{h}^{-1}$ で室温まで徐冷した。この熱処理は、試料中の転位密度を減少させるためのものである。さらに、その試料中の不純物を分散させるために、試験直前に 673K で 30 分間保持後、室温まで水冷により焼き入れした。このようにして得た試料を本論文では、焼き入れした試料と名付ける。その焼き入れした試料を室温で半年間保持した。これを本論文では、室温で保持した試料と名付ける。その2種類の試料(焼き入れした試料と室温で保持した試料)は、 $\langle 100 \rangle$ 方向に沿って圧縮変形させ、その圧縮と同じ方向に 20kHz の超音波振動が加えられた。塑性変形中に行うその試験については、論文[4]の中で詳細に述べられている。その Blaha[5]効果中での歪速度急変試験は温度範囲 80 から 240 K で行われた。

3. 実験結果と議論

3.1 strain-rate sensitivity と応力減少量との関係

Blaha 効果中に歪速度急変試験を行うと、不純

物のような弱い障害物による有効応力と転位の交切による応力とを分離することができると報告されてきた[4, 6]。また、ある一定な歪で、その strain-rate sensitivity は応力減少量とともに変化し、その strain-rate sensitivity と応力減少量との関係図から、転位と不純物との相互作用に関する情報が得られてきた[7]。

ある一定な歪での strain-rate sensitivity

($\Delta \tau' / \Delta \ln \dot{\epsilon}$) と振動による応力減少量 ($\Delta \tau$) との一般的な関係が図2に概略的に示されている。

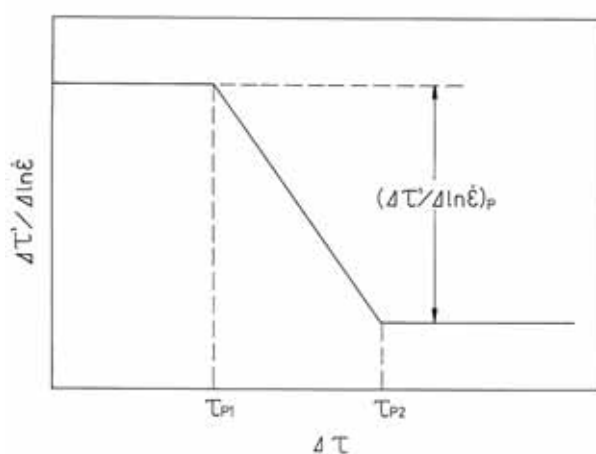


図2 ある歪での strain-rate sensitivity と応力減少量との概略関係.

2つの平坦部と2つの屈曲点が存在し、 $\Delta \tau$ が τ_{p1}

以下と τ_{p2} 以上で平坦部が観察されている。そ

の2屈曲点間では、strain-rate sensitivity は $\Delta \tau$ の増加とともに減少している。転位が前進運動するとき、その転位に沿って位置している弱い障害物による有効応力が τ_{p1} であると考えられている[7]。不純物による strain-rate sensitivity

($\Delta \tau' / \Delta \ln \dot{\epsilon}$)_p は、図2に示すように定義されている。図2と同じ現象が、転位の運動に弱い障害物として働く Sr^{2+} を混入した KCl 単結晶についても観察されている。焼き入れした試料の結果が、図3に示されている。これは、様々な温度での strain-rate sensitivity と応力減少量との関係図である。

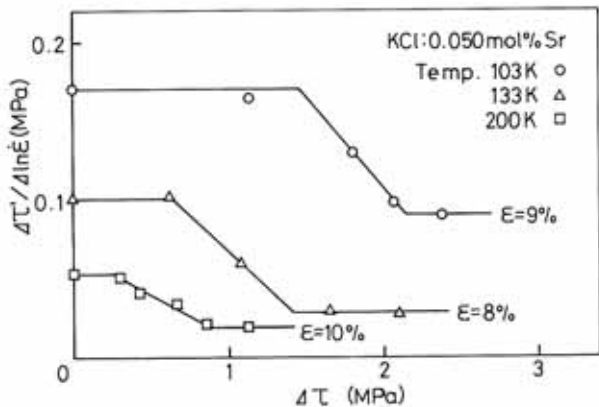


図3 焼入れした試料の strain-rate sensitivity と応力減少量との関係. (○)103K, $\epsilon=9\%$; (△)133K, $\epsilon=8\%$; (□)200K, $\epsilon=10\%$ [2].

3.2 室温で保持した試料の strain-rate sensitivity と応力減少量との関係

KCl:Sr²⁺(0.050 mol% 仕込み濃度)の strain-rate sensitivity と応力減少量との関係が、図4に示されている。

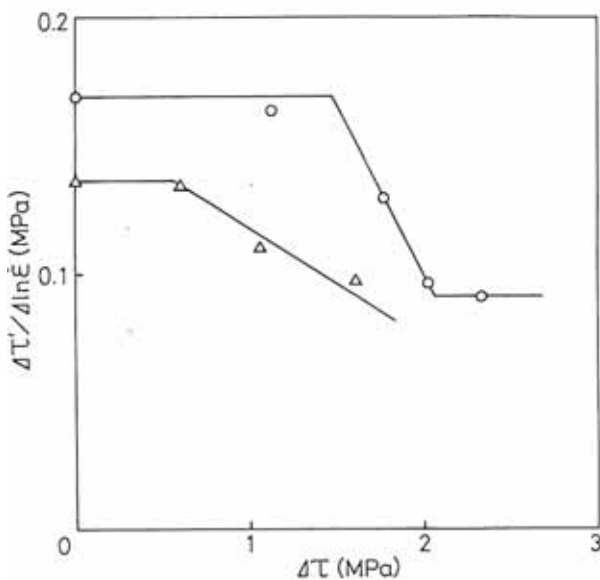


図4 温度 103K での(○)焼入れした試料と(△)室温で保持した試料の strain-rate sensitivity と応力減少量との関係.

試料の温度は 103K で、せん断歪は 10%である。その図に示した丸印が焼入れした試料で、三角印が室温で保持した試料である。この図から、室

温で保持した試料の τ_{p1} は、焼き入れした試料のそれよりも小さくなっているのが観察される。室温で保持した試料の τ_{p2} は、歪速度急変試験中に高い応力振幅を試料に付加することができなかつたため、測定範囲で表れていない。さらに、この2種類の試料の τ_{p1} と τ_{p2} を様々な温度で調べてみた。図5aとbはそれぞれ、焼き入れした試料と室温で保持した試料の結果である。

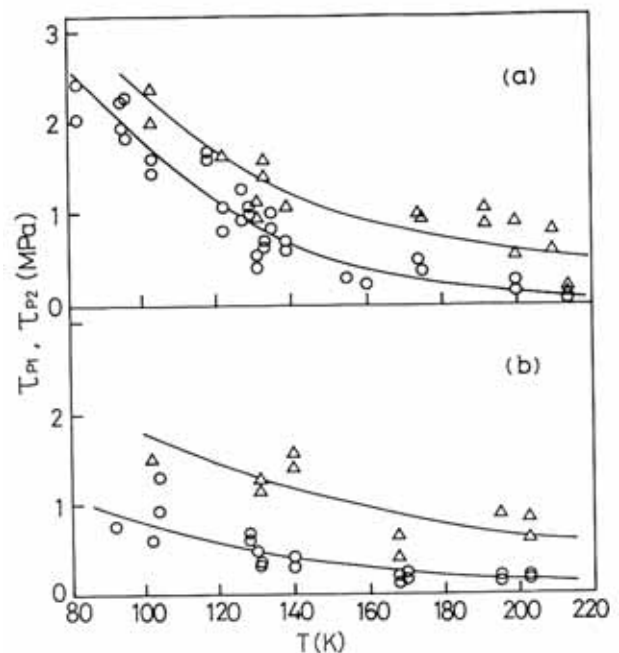


図5 (a) 焼入れした試料と (b) 室温で保持した試料の温度と (○) τ_{p1} 及び (△) τ_{p2} との関係.

この図から見られるように、ある一定な温度で、室温で保持した試料の τ_{p1} は焼き入れした試料のそれよりも小さくなっている。このことは、低温で明らかである。一方、室温で保持した試料の τ_{p2}

は、焼き入れした試料のそれよりも、 τ_{p1} の場合と比較して、少しだけ小さくなっている。この次の論文では、試料中の不純物の状態を明確に調べ、その不純物の状態が変化すると転位と不純物との相互作用へどのように影響を及ぼすのかをより詳細に検討を行う。

4. 結言

焼入れした試料と室温で保持した試料について、strain-rate sensitivity と $\Delta\tau$ との関係を調べることができる。その関係図には、2 つの屈曲点と 2 つの平坦部があり、その 2 屈曲点間では strain-rate sensitivity は $\Delta\tau$ の増加とともに減少する。さらにその結果に基づいて、室温で保持した試料の不純物による有効応力 τ_{p1} は焼き入れした試料のそれよりも小さいことが測定温度範囲で得られている。

参考文献

- [1] S.V.LUBENETS and V.I.STARTSEV, *Soviet Phys.-Solid State* **10** (1968) 15.
- [2] 上月陽一, 大島商船高等専門学校紀要 第 39 号 (2006) 100.
- [3] M.G.BURAVLEVA, G.KH.ROZENBERG, L.M.SOIFER, and E.F.CHAIKOVSKII, *Soviet Phys.-Solid State* **22** (1980) 150.
- [4] T. OHGAKU and N. TAKEUCHI, *Phys. Status Solidi. (a)* **118** (1990) 153.
- [5] F. BLAHA and B. LANGENECKER, *Z. Naturwiss.* **20** (1955) 556.
- [6] T. OHGAKU and N. TAKEUCHI, *Phys. Status Solidi. (a)* **111** (1989) 165.
- [7] Idem, *ibid.* **134** (1992) 397.