

# 転位と不純物との相互作用に関する研究

## その6 KCl:Sr<sup>2+</sup>単結晶中の転位と不純物との力対距離関係に 及ぼす不純物の状態の影響

上月 陽一\*

Study on the interaction between a dislocation and impurities  
Part VI Influence of the state of impurities on force-distance curve  
between a dislocation and the impurity in KCl:Sr<sup>2+</sup> single crystals

Yohichi KOHZUKI

### Abstract

Strain-rate cycling tests associated with the oscillation were carried out at 80 to 240K for two kinds of single crystals: quenched and annealed specimens of KCl:Sr<sup>2+</sup> (0.050 mol% in the melt). The following three results were mainly found on the basis of linear plots of effective stress vs. temperature and proportionality of temperature vs. activation energy. 1: The force-distance profile, which expresses the interaction between a dislocation and an impurity, cannot be approximated by the Fleischer's model when I-V (Impurity-Vacancy) dipoles turn into aggregates (at least trimers). 2: Comparing with the quenched specimen, the activation energy for the break away of a dislocation from the impurity becomes small for the annealed one. 3: The critical temperature,  $T_c$ , for the annealed specimen is slightly smaller in contrast to that for the quenched one.

Key words: moving dislocation, plastic deformation, force-distance profile between a dislocation and an impurity, activation energy, strain-rate cycling tests, ultrasonic oscillation

### 1. 緒言

アルカリハライド結晶に2価陽イオンを混入すると、電気的中性を維持するためにそのイオンは陽イオン空格子点と強く結びつき[1]ペアを組むことが予想される。その結果、そのペアのまわりには大きな正方晶な格子歪場を形成する。そのペアをI-V (Impurity-Vacancy)dipoleと呼ばれている。転位がすべり面上を動き、そのすべりの1原子間隔の範囲内にあるそれらの欠陥と強く相互作用するとき、その有効応力と温度との関係はFleischerのモデルによって近似することができ

る[2]。

Blaha効果中に歪速度急変試験を行い、変形応力のstrain-rate sensitivityと応力減少量との関係から、これまで転位と不純物との相互作用に関する情報を与えてきた。ここではその実験方法により、KCl:Sr<sup>2+</sup>単結晶中の転位とその不純物(Sr<sup>2+</sup>)との力対距離関係に及ぼすその不純物の状態の影響について調べる。さらにI-V dipoleのような弱い障害物から転位が離脱するときの活性化エネルギーに及ぼすKCl:Sr<sup>2+</sup>単結晶中の不純物の状態の影響についても検討を行う。

\*一般科目

## 2. 実験方法

KCl:Sr<sup>2+</sup> (0.050mol%仕込み濃度) 単結晶を973Kで24時間アニールし、その後40K<sup>-1</sup>で室温まで徐冷した。試験直前にさらに673Kで30分間保持後、室温まで水冷により焼き入れた。このように熱処理を行って得た試料を焼き入れた試料と名付ける。その焼き入れた試料を370Kで500時間保持後、室温まで炉冷した。このようにして得た試料を本論文ではアニールした試料と名付ける。その2種類の試料(焼き入れた試料とアニールした試料)中の不純物の状態は、すでにこのシリーズのその5の論文[3]の中で述べた。それらの試料は、<100>方向に沿って圧縮変形させ、その圧縮と同じ方向に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効果中での歪速度急変試験は温度範囲80から240Kで行われた。

## 3. 実験結果と議論

### 3.1 転位が不純物を乗り越えるときの力対距離関係及びその活性化エネルギー

#### 3.1.1 焼き入れた試料について

図1は焼き入れた試料の有効応力 $\tau_{p1}$ と温度との関係がFleischerのモデルで近似できることを示している。

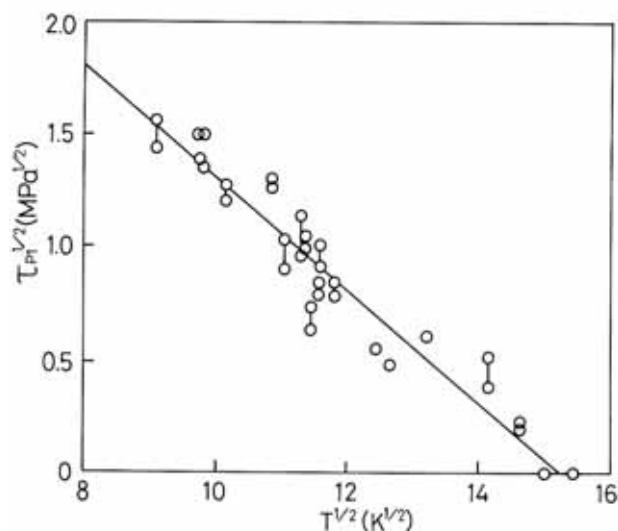


図1 焼き入れた試料の $\tau_{p1}^{1/2}$ と $T^{1/2}$ との直線関係。

つまり、その有効応力と温度との関係は以下の式

で表される

$$(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{1/2} = 1 - (T / T_C)^{1/2} \quad (1)$$

$\tau_{p0}$ は熱活性化なしでの弱い障害物による有効応力である。図1の $\tau_{p1}$ と温度との関係を表す直線を温度0Kへ外挿することによって、 $\tau_{p0}$ は14.5MPaであることが得られる、また臨界温度 $T_C$ (その不純物が、運動する転位に対する障害として働かなくなる温度。つまり、 $\tau_{p1}$ がゼロでの温度である。)の値は227Kである。

転位が熱振動の助けで格子上に分散した弱い障害物を乗り越えるとき、その活性化エネルギーは次の式によって与えられる[5]

$$H = -kT^2 (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \tau_{p1}) (\partial \tau_{p1} / \partial T) \quad (2)$$

$(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \tau_{p1})$ は、このシリーズのその4の論文[6]

の中で定義された $(\Delta \tau' / \Delta \ln \dot{\epsilon})_p$ から求めている。

$(\partial \tau_{p1} / \partial T)$ は以下のように方程式(1)の微分から得られる

$$\partial \tau_{p1} / \partial T = \{1 - (T / T_C)^{-1/2}\} \tau_{p0} / T_C \quad (3)$$

方程式(2)から求めた活性化エネルギーの値が、温度に対して図2に示されている。

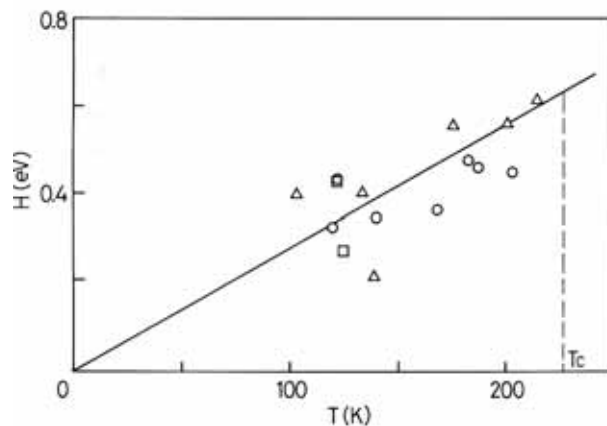


図2 焼き入れた試料の温度と活性化エネルギーとの関係. Sr<sup>2+</sup>仕込み濃度:( $\circ$ )0.035, ( $\square$ )0.050, そして( $\triangle$ )0.065 mol%.

転位が一定の速度で運動するとき、その活性化エネルギーは次のように表される[5]

$$H = akT \quad (4)$$

は定数である。その図から見られるように、活

活性化エネルギーは方程式(4)に表した通り温度に比例しているのがわかる。図2に基づいて、焼き入れした試料の  $H(T_c)$  の値は 0.63eV である。

### 3.1.2 アニールした試料について

ここでは 2 つのモデルを考える。1 つは Fleischer のモデルと、もう 1 つは転位と不純物との力対距離関係が三角形のモデル[7]である。アニールした試料中の不純物 (I-Vdipole) は、ほぼ三量体の凝集体を形成していると推察される[8]。その三角形のモデルの有効応力と温度との関係は以下の式で表される

$$(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{2/3} = 1 - (T/T_c)^{1/2} \quad (5)$$

図3は、方程式(1)と(5)のどちらが実験データを満足しているかどうかを示している。

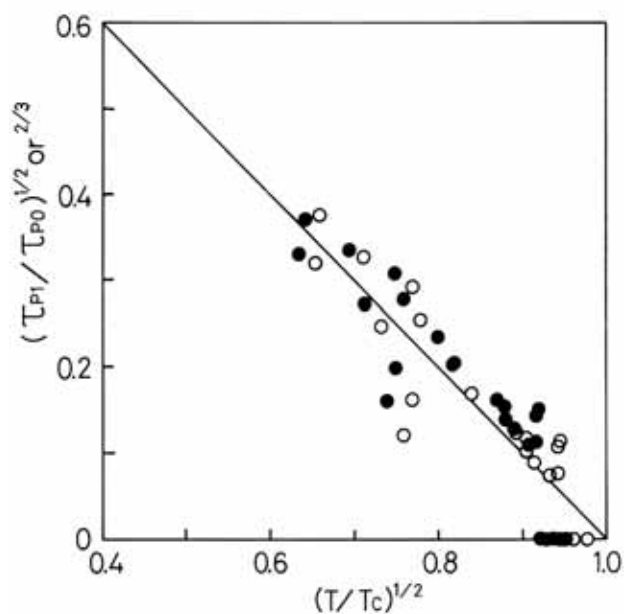


図3 アニールした試料の有効応力と温度との関係。(○)  $(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{1/2} - (T/T_c)^{1/2}$ ; (●)  $(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{2/3} - (T/T_c)^{1/2}$ .

黒丸印は Fleischer のモデルつまり方程式(1)から、白丸印はその三角形のモデルつまり方程式(5)から、それぞれもとめられている。KCl:Sr<sup>2+</sup>単結晶中の転位とその凝集体との相互作用が Fleischer のモデルで近似できると仮定した場合、 $p_0$  は 8.9MPa であり  $T_c$  は 223K である。一方、

その三角形のモデルにより近似すると、 $p_0$  は 5.3MPa であり  $T_c$  は 211K である。しかし、この図からアニールした試料の有効応力と温度との関係が Fleischer のモデルで近似できるかどうか判断することは難しい。そこで、そのアニールした試料の温度と転位が不純物を振動の助けで乗り越えるときの活性化エネルギーとの関係を調べることとする。その結果が図4に示されている。

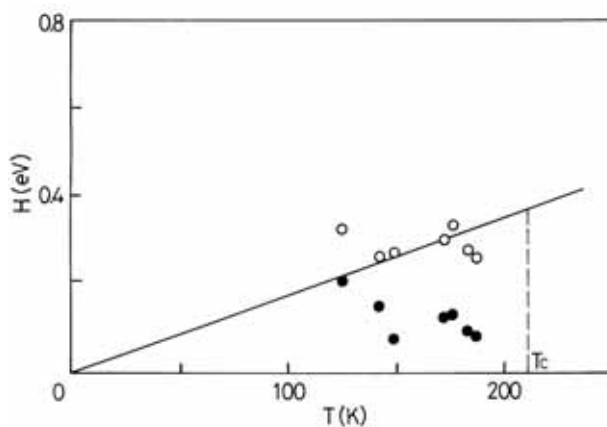


図4 アニールした試料の温度と活性化エネルギーとの関係。(○)  $(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{1/2} - (T/T_c)^{1/2}$ ; (●)  $(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{2/3} - (T/T_c)^{1/2}$ .

転位と弱い障害物である凝集体との相互作用が Fleischer のモデルで近似できると仮定した場合、温度とその活性化エネルギーとの関係は黒丸印によって示されている。しかし、この結果は方程式(4)を満足していないように思われる。図4の白丸印は方程式(5)を用いて得られた活性化エネルギーである。この図から、黒丸印よりも白丸印で示されたその活性化エネルギーの方が、温度に比例しているようである。そのとき、アニールした試料の  $H(T_c)$  の値は 0.37eV である。従って、その I-Vdipole を凝集させることによって、転位がその弱い障害物から離脱するときの活性化エネルギーは小さくなっている、 $T_c$  の値も少し小さくなっている。本研究で得られたデータの結果が、表1にまとめられている。

表 1 各試料の  $\tau_{p0}$ ,  $T_C$  と  $H(T_C)$  の値

試料	$\tau_{p0}$ (MPa)	$T_C$ (K)	$H(T_C)$ (eV)
焼き入れした試料	14.5	227	0.63
アニールした試料	5.3	211	0.37

以上より、KCl:Sr<sup>2+</sup>単結晶中の転位とその凝集体との相互作用は、Fleischer のモデルよりもむしろその三角形のモデルによって近似することができるものと思われる。よって、転位とその凝集体との相互作用は、Fleischer のモデルで近似することはできないと考えられる。

#### 4. 結言

1.  $\tau_{p1}^{1/2}$  と  $T^{1/2}$  との直線関係及び、温度と活性化エネルギーとの比例関係から、焼き入れした試料中の転位と不純物との間の力対距離関係は、Fleischer のモデルで近似することができる。一方、アニールした試料中の転位と凝集体とのそれは、Fleischer のモデルで近似することはできないと考えられる。

2. アニールした試料中で、転位が弱い障害物である不純物から離脱するときの活性化エネルギーは、焼き入れした試料の場合と比較して小さくなる。さらに、アニールした試料の臨界温度  $T_C$  の値も、焼き入れした試料のそれよりも少し小さくなっている。

#### 参考文献

- [1] H.PICK and H.WEBER, *Z. Phys.* **128** (1950) 409.
- [2] R.L.FLEISCHER, *J. Appl. Phys.* **33** (1962) 3504.
- [3] 上月陽一, 大島商船高等専門学校紀要 第 40 号 (2007) 97.
- [4] T. OHGAKU and N. TAKEUCHI, *Phys. Status Solidi. (a)* **118** (1990) 153.
- [5] H.CONRAD, *Can. J. Phys.* **45** (1967) 581.
- [6] 上月陽一, 大島商船高等専門学校紀要 第 40 号 (2007) 93.
- [7] A.J.E.FOREMAN and M.J.MAKIN, *Philos. Mag.* **14** (1966) 911.
- [8] J.S.COOK and J.S.DRYDEN, *Proc. Phys. Soc.* **80** (1962) 479.