

# 転位と不純物との相互作用に関する研究

## その 19 結晶中の転位と不純物の凝集体とのモデルについて

### 凝集体による有効応力と温度との関係からの模索

上月 陽一\*

#### Study on the interaction between a dislocation and impurities

#### Part XIX Groping for a suitable force-distance relation between a dislocation and the agglomerate in crystals by effective stress-temperature relation

Yohichi KOHZUKI

#### Abstract

An attempt to select the most suitable force-distance relation between a dislocation and the agglomerate (trimer) of impurity-vacancy dipoles in annealed KCl:Sr<sup>2+</sup> (SrCl<sub>2</sub> 0.050 mol% in the melt) single crystals was conducted among the four models: the Fleischer's model, a square, a parabolic, and a triangular force-distance relations. These models are taken into account the Friedel relation between the effective stress and the average dislocation segments. This was carried out on the basis of the temperature dependence of  $\tau_{p1}$ , which reveals the force-distance profile. Unfortunately, there is no difference in the linear  $\tau_{p1}$ -temperature relation for the four models. Therefore, it is difficult to select the most suitable model of the four from the linear plots of effective stress vs. temperature.

Key words: dislocation, agglomerate of impurities, force-distance relation

#### 1. 緒言

結晶中の不純物が凝集すると有効応力が減少することがある。このことは、2価陽イオンを混入したアルカリハライドでこれまで報告されてきた。その実験結果をいくつか以下で紹介する。

- KCl:Sr<sup>2+</sup> (840ppm) 結晶を 773 K までの温度でアニールすると軟化する。NaCl:Ca<sup>2+</sup> (2000ppm 以下) を 100°C で 30 分間時効すると、その結晶の硬さは急速に増し始めるが、さらに時効し続けるとその硬さは減少する[1]。
- KCl:Sr<sup>2+</sup> を 400°C から焼入れした後に 130°C

でアニールすると、そのアニールの時間が長くなるとともに孤立した impurity-vacancy (I-V) dipole の濃度は減少しその変形応力の大きさは小さくなる[2]。

- 徐冷 (冷却速度: 0.002°C/min) した LiF:Mg<sup>2+</sup> (75ppm) 結晶中の凝集体は、空冷 (冷却速度: 50°C/min) したその結晶中にある孤立した I-V dipole よりも温度 70 K 以上で運動転位に対してより強い障害物として働いている。しかし、温度と降伏応力との関係からその徐冷した結晶は、その空冷した結晶よりも 70 K 以下で軟化している[3]。

◦ LiF:Mg<sup>2+</sup> (0.1 at.%)結晶を、300°Cから室温まで空冷で焼入れした場合と、800°Cで 12 時間保持後に 12 時間かけて室温まで徐冷した場合の変形応力を比べた。その結果、その徐冷をした場合は温度 120 K 以下で軟化している[4]。

◦ LiF:Mg<sup>2+</sup> (0.4 mol.%)結晶を 160°Cで 100 時間以上アニールすると軟化する[5]。

このシリーズのその 5 [6] で用いられた KCl:Sr<sup>2+</sup> (仕込み濃度 0.050 mol.%) 単結晶を用いて、結晶中の不純物(impurity(Sr)-vacancy dipole)を凝集させたときの転位とその凝集体との力対距離関係 (転位と不純物との相互作用を表す) について検討する。ここでは有効応力  $\tau_{p1}$  と温度  $T$  との関係に基づいて、Fleischer のモデル[7]、力対距離の形が角型 (SQ)、放物線 (PA)、三角形 (TR) の 4 つのモデル[8]の中から適合するモデルを模索している。これら 4 つのモデルには、不純物による有効応力と転位の平均長さとの関係を示す Friedel の関係[9]が導入されている。その Friedel の関係は、不純物を低濃度含んだ試料のすべり面上を運動する転位のほとんどの弱い障害物に適用することができることとされている。超音波振動応力付加中に応力振幅を一定に保ちながら歪速度急変試験を行ったときの応力変化量を  $\Delta\tau'$  から計算された strain-rate sensitivity ( $\Delta\tau'/\Delta\ln\dot{\epsilon}$ ) とその振動による応力減少量  $\Delta\tau$  との関係図 (このシリーズその 20 の図 1 を参照) に基づいて  $\tau_{p1}$  (塑性変形中に振動の助けで転位がすべり面上の不純物を乗越える有効応力と考えられている[10])を求められている。

## 2. 転位と凝集体との力対距離関係について

その 6 [11]の中で、KCl:Sr<sup>2+</sup>(0.050 mol.% 仕込み濃度)単結晶を熱処理することによって I-V dipole が凝集すると、その結晶中の転位と凝集体との力対距離は活性化エンタルピーと温度との比例関係から、Fleischer のモデル[7]で近

似することはできないと報告した。ここでは、様々なその力対距離関係がその熱処理した KCl:Sr<sup>2+</sup>単結晶について調べられている。これは、不純物による有効応力と温度との関係に基づいている。

転位とその凝集体との相互作用が、Friedel の関係を導入した Fleischer のモデル (F-F と名付ける) で近似できると仮定する。そのとき、転位と不純物との力対距離関係を表す有効応力  $\tau_{p1}$  と温度との関係は次式になる。

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

図 1 (a) は (1) 式の結果を表している。図 1 (a) から得られた臨界温度  $T_c$  と温度 0 K でのその有効応力  $\tau_{p0}$  の値が表 1 に示されている。 $\tau_{p0}$  は図 1 の直線関係を 0 K へ外挿することによって得られ、熱活性なしでの (原子の熱振動なしでの) その凝集体による有効応力と考えられている。

表 1 KCl:Sr<sup>2+</sup>(0.050 mol.%) 単結晶中の転位と凝集体との力対距離関係を F-F で近似したときの  $T_c$  と  $\tau_{p0}$  の値

| 力対距離の関係 | $T_c$ (K) | $\tau_{p0}$ (MPa) |
|---------|-----------|-------------------|
| F-F     | 322       | 10.30             |

さらに他の 3 つのモデル、つまり角型 (SQ)、放物線 (PA)、三角形 (TR) の力対距離関係についても同様な方法で調べる。これら 3 つのモデルには Friedel の関係が導入されている。SQ の有効応力と温度との関係は、

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

PA は、

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

そして TR は次式で示されている。

$$(\tau_{p1} / \tau_{p0})^{2/3} = 1 - (T / T_c)^{1/2} \quad (4)$$

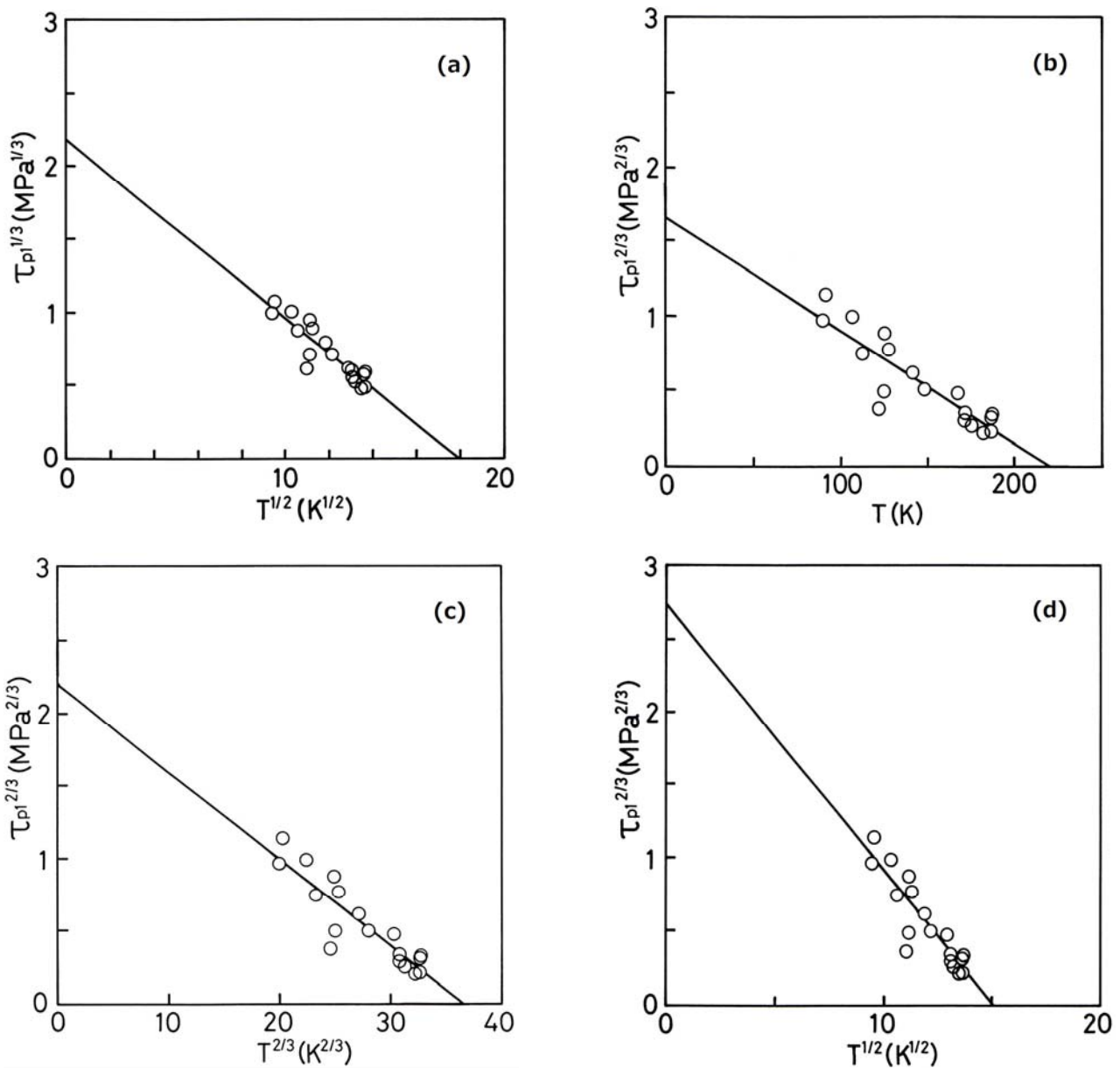


図1 KCl:Sr<sup>2+</sup>(0.050 mol.%) 単結晶中の転位と凝集体との相互作用を様々なモデル ((a)F-F, (b)SQ, (c)PA, (d)TR) で近似したときの有効応力と温度との直線関係.

図1 (b) ~ (d) は、(2) ~ (4) 式の結果を表している。直線関係の傾きは最小二乗法

表2 KCl:Sr<sup>2+</sup>(0.050 mol.%) 単結晶中の転位と凝集体との力対距離関係を様々なモデルで近似したときの  $T_c$  と  $\tau_{p0}$  の値

| 力対距離の関係 | $T_c$ (K) | $\tau_{p0}$ (MPa) |
|---------|-----------|-------------------|
| SQ      | 220       | 2.17              |
| PA      | 225       | 3.28              |
| TR      | 228       | 4.53              |

によって求められている。これらの図から得られた臨界温度  $T_c$  と 0 K での有効応力  $\tau_{p0}$  の値がそれぞれ表2に示されている。

### 3. 結言

KCl:Sr<sup>2+</sup> 単結晶中の転位と凝集体との相互作用を表す力対距離の関係が、Friedel の関係を導入した4つのモデル (Fleischer、SQ、PA、TR) の中から最も適合するモデルを温度と有効

応力との関係から調べられた。しかし、有効応力と温度とのこれら直線関係の違いから適合するそのモデルの選択は困難であると思われる。

#### 参考文献

- [1] G. Y. Chin, L. G. Van Uitert, M. L. Green, G. J. Zydzik and T. Y. Kometani, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 369.
- [2] J. S. Dryden, S. Morimoto and J. S. Cook, *Phil. Mag.* **12** (1965) 379.
- [3] W. G. Johnston, *J. Appl. Phys.* **33** (1962) 2050.
- [4] V. F. Gaiduchenya, A. A. Blistanov and M. P. Shaskolskaya, *Sov. Phys. Solid State* **12** (1970) 27.
- [5] M. G. Buravleva, G. Kh. Rozenberg, L. M. Soifer and E. F. Chaikovskii, *ibid.* **22** (1980) 150.
- [6] 上月陽一, 大島商船高等専門学校紀要 第 40 号 (2007) 97.
- [7] R. L. FLEISCHER, *J. Appl. Phys.* **33** (1962) 3504.
- [8] A. J. E. FOREMAN and M. J. MAKIN, *Philos. Mag.* **14** (1966) 911.
- [9] J. FRIEDEL, “Dislocations” (Pergamon Press, Oxford, 1964) p.224.
- [10] 上月陽一, 大島商船高等専門学校紀要 第 39 号 (2006) 100.
- [11] *Idem, ibid.* 第 40 号 (2007) 101.