

転位と不純物との相互作用に関する研究

その 16 2 価不純物を含んだ KCl 単結晶の有効応力と温度との関係

上月 陽一*

Study on the interaction between a dislocation and impurities Part Relation between effective shear stress and temperature in KCl single crystals doped with divalent impurities

Yohichi KOHZUKI

Abstract

The interaction between a dislocation and the impurity in KCl:Sr²⁺ (0.035, 0.050, 0.065 mol% in the melt) single crystals can be approximated to the Fleischer's model taking account of the Friedel relation. This is because the bending angle, ϕ_0 , at which the dislocation embraces the impurities is within the range of 149° to 161° for the specimens under the effective stress at the temperature of 0 K. Then, the critical temperature, T_c , at which the effective stress is zero was determined to be 289 K from the linear plots of $(\tau_{p1}/\tau_{p0})^{1/3}$ and (temperature)^{1/2} for the specimens. τ_{p0} is the effective shear stress τ_{p1} due to impurities without thermal activation.

Key words: dislocation, effective stress, breakaway angle

1. 緒言

Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺ または Ba²⁺ を混入した KCl 単結晶について、転位とその様々な 2 価陽イオンとの相互作用は Fleischer のモデル[1]で近似できると以前に報告してきた。しかし、その Fleischer のモデルに Friedel の関係[2]を導入できるかどうかについてはこれまで議論してこなかった。Friedel の関係とは、不純物によってピン止めされた転位片の平均長さと、その不純物による有効応力との関係を表している。その Friedel の関係は低い不純物濃度で運動転位に対するほとんどの弱い障害物に適用することができる。ここでは、KCl:Sr²⁺ 単結晶中の転位と不純物(Sr²⁺)との相互作用が Friedel の関係を導入した Fleischer のモデルについて調べられている。このモデルを

今後、F-F モデルと名付けることにする。

2. 実験方法

KCl:Sr²⁺ (仕込み濃度 0.035, 0.050, 0.065 mol%) 単結晶を温度範囲 80 ~ 300 K で、<100> 方向に沿って圧縮変形させた。その圧縮と同じ方向に 20 kHz の超音波振動応力が断続的に加えられた。その超音波振動応力の波長は、試料の長さの約 15 倍の長さ(225 mm)なので、試料の歪 ϵ は均一であると考えられている。

塑性変形中に超音波振動応力付加による静的変形応力の減少量を $\Delta\tau$ とし、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その応力変化量を $\Delta\tau'$ で表す。この $\Delta\tau'$ から求めた変形応力の strain-rate sensitivity ($\Delta\tau'/\Delta\ln\dot{\epsilon}$) は

*一般科目

$\Delta\tau'/1.609$ となる。なぜならば、本実験の歪速度急変試験ではクロスヘッドのスピードを 20 と 100 $\mu\text{m min}^{-1}$ 、試料の長さが 15mm だからである。

3 . 実験結果及び考察

3 . 1 有効応力と温度との関係

Friedel [2]は運動転位に沿った不純物の平均間隔 L を次の式から得た。

$$L = \left(\frac{2L_0^2 E}{\tau b} \right)^{1/3} \quad (1)$$

L_0 はすべり面上の不純物の平均間隔、 E はその転位の線張力、 τ は有効せん断応力、そして b はバースベクトルの大きさである。Fleischer [1] は、 LiF:Mg^{2+} (0.008 mol%) の転位と 2 価不純物との力対距離関係は以下の式で近似した。

$$F = \frac{F_0}{\left(\frac{x}{b} + 1 \right)^2} \quad (2)$$

そして転位とその 2 価不純物との相互作用エネルギー ΔG を次の式から得た。

$$\Delta G = \int_0^B \frac{F_0}{\left\{ \left(\frac{x}{b} + 1 \right)^2 - F \right\}} dx \quad (3)$$

ここで F_0 は温度 0 K で転位に作用した力 F であり、 x は 2 価不純物による欠陥からその転位までの距離、 B は F がその欠陥による力に等しい x の値である。そのとき、 F と F_0 は方程式 (1) を用いて次のように表される。

$$F = (2L_0^2 E)^{1/3} b^{2/3} \tau^{2/3} \quad (4)$$

$$F_0 = (2L_0^2 E)^{1/3} b^{2/3} \tau_0^{2/3} \quad (5)$$

ここで τ_0 は 0 K での有効せん断応力である。方程式 (1) と (2) から、方程式 (3) の B は

$$B = b \left\{ \left(\frac{\tau_0}{\tau} \right)^{1/3} - 1 \right\} \quad (6)$$

となる。方程式 (4) ~ (6) を方程式 (3) へ代入すると

$$\Delta G = \Delta G_0 \left\{ 1 - \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^{1/3} \right\}^2 \quad (7)$$

となる、ここで $\Delta G_0 = F_0 b$ である。変形速度 $\dot{\epsilon}$ のアレニウス方程式から、活性化エネルギーは

$$\Delta G = \alpha k T, \quad \left(\alpha = \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \right) \right) \quad (8)$$

となる。 k はボルツマン定数、 T は絶対温度、 $\dot{\epsilon}_0$ は頻度因子である。方程式 (7) に方程式 (8) を代入すると、Friedel の関係を導入した Fleischer のモデル (F - F モデル) の有効応力と温度との関係は

$$\left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^{1/3} = 1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^{1/2}, \quad \left(T_c = \frac{\Delta G_0}{\alpha k} \right) \quad (9)$$

となる。従って、F - F モデルでの不純物による有効応力と考えている τ_{p1} と温度との関係は次式で表される。

$$\left(\frac{\tau_{p1}}{\tau_{p0}} \right)^{1/3} = 1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^{1/2} \quad (10)$$

以前報告したように、 τ_{p1} は温度 [3] や不純物の種

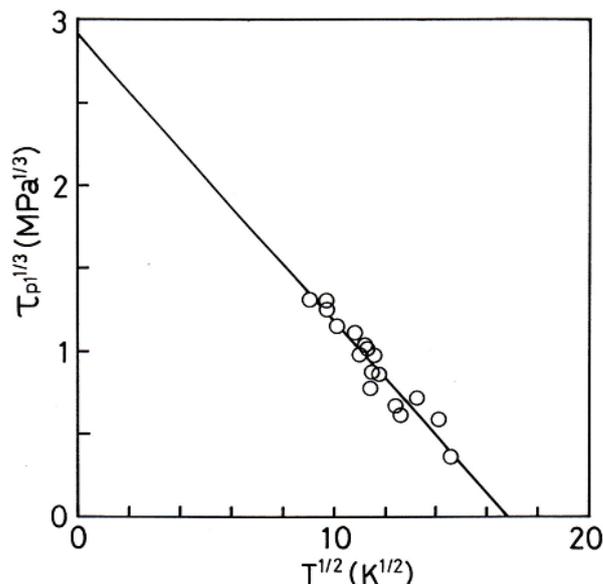


図 1 KCl:Sr^{2+} (0.05 mol % 仕込み濃度) 単結晶中の転位と不純物との相互作用を F-F モデルで近似したときの、有効応力と温度との直線関係。

類[4, 5]や密度[3]に依存している。KCl:Sr²⁺ (0.05 mol% 仕込み濃度)を用いた方程式(10)の結果が図1に示されている。その直線を温度0 Kへ外挿することによって得られた τ_{p0} 値は、表1に与えられているように不純物濃度とともに増加している。

表1 その単結晶中の転位と不純物との相互作用をF-Fモデルで近似したときの τ_{p0} 値

KCl:Sr ²⁺ (mol%)	τ_{p0} (MPa)
0.035	11.44
0.050	25.47
0.065	36.31

図2はF-FモデルでのKCl:Sr²⁺の τ_{p1} と温度との関係を示している。その直線が横軸に交わり

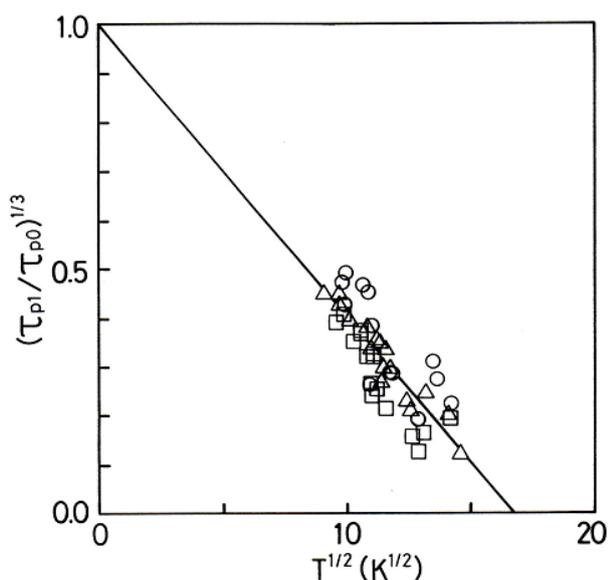


図2 KCl:Sr²⁺ ((○) 0.035, (□) 0.05, (△) 0.065 mol% 仕込み濃度)単結晶中の転位と不純物との相互作用をF-Fモデルで近似したときの、有効応力と温度との直線関係。

τ_{p1} がゼロになる臨界温度 T_c は289 Kである。

そのF-FモデルがKCl:Sr²⁺単結晶中の転位とその不純物との相互作用に適合するかどうかを調べてみる。温度0 Kでの有効応力 τ_{p0} によって転

位が不純物で曲げられる角度 ϕ_0 は次の式によって求められる。

$$2E \cos\left(\frac{\phi_0}{2}\right) = \tau_{p0} L b \quad (11)$$

そして

$$L = \left(\frac{2L_0^2 E}{\tau_{p0} b}\right)^{1/3} \quad (12)$$

つまり、

$$\frac{\phi_0}{2} = \cos^{-1}\left(\frac{\tau_{p0} L_0 b}{2E}\right)^{2/3} \quad (13)$$

ここで転位の線張力は μb^2 から求められている。[110]方向のせん断率 μ は温度0 Kで 1.01×10^{10} Paであるとしている[6]。すべり面上の不純物の平均間隔は次式で与えられる[7]：

$$L_0 = \frac{b}{\left(\frac{4c}{3}\right)^{1/2}} \quad (14)$$

誘電損失測定から、KCl:Sr²⁺ (0.035, 0.050, 0.065 mol% 仕込み濃度)単結晶中の不純物濃度 c はそれぞれ55.2, 98.3, 121.8 ppmである。その結果、 ϕ_0 値は表2に示されている。

表2 各単結晶の ϕ_0 値

KCl:Sr ²⁺ (mol%)	ϕ_0 (degrees)
0.035	161
0.050	154
0.065	149

ForemanとMakin[8]らがデジタルコンピュータを用いて、障害物による転位の曲げ角 ϕ_0 と有効応力との関係を0°から180°の ϕ_0 範囲内で調べた。その結果、計算精度内で ϕ_0 が約140°以上のときFriedelの関係が適用されることを発見した。従って、その試料の ϕ_0 値は約140°以上であるため、F-Fモデルがその試料中の転位と不純物との相互作用にふさわしいと思われる。

4. 結言

KCl:Sr²⁺ (0.035, 0.05, 0.065 mol %仕込み濃度) 単結晶中の転位と不純物との相互作用は、 ϕ_0 値から Fleischer のモデルに Friedel の関係を導入することができるとうわかった。そのとき臨界温度 T_c は 289 K であることが得られた。

参考文献

- [1] R.L.FLEISCHER, *J. Appl. Phys.* **33** (1962) 3504.
- [2] J. FRIEDEL, "Dislocations" (Pergamon Press, Oxford, 1964) p.224.
- [3] 上月陽一, 大島商船高等専門学校紀要 第 39

号 (2006) 100.

- [4] *Idem, ibid.* 第 39 号 (2006) 95.
- [5] *Idem, ibid.* 第 40 号 (2007) 97.
- [6] S. HART, *Brit. J. Appl. Phys. (J. Phys. D)* ser.2, **1** (1968) 1285.
- [7] M. T. SPRACKLING, "The Plastic Deformation of Simple Ionic Crystals", edited by A. M. Alper, J. L. Margrave and A. S. Nowick (Academic Press, London, 1976) p. 141.
- [8] A. J. E. FOREMAN and M. J. MAKIN, *Philos. Mag.* **14** (1966) 911.