

LiF中の転位の低温における運動速度

Dislocation Velocity in LiF at Low Temperatures

鈴木敬愛*・中村和夫*

Takayoshi SUZUKI and Kazuo NAKAMURA

1. まえがき

著者等は、LiF単結晶の降伏応力を液体ヘリウム温度付近まで測定し、転位の運動がパイエルス機構によって律速されていると考え、20K以下の実験結果を矛盾なく説明できることを明らかにした¹⁾(以下Iとして引用する)。パイエルス機構による転位の運動と塑性変形の進行について更に理解を深めるために、次のような事柄を明らかにする必要がある。すなわち、(1)塑性歪の進行を律速する転位の成分は刃状転位か、らせん転位か？(2)歪が定常的に進行する時に運動する転位の密度、(3)キルク対の形成を繰り返しながら進む転位の前進速度、および巨視的歪速度の具体的表現。これらの点に関する情報を得るためには転位速度の測定が有用である。降伏応力の実験に用いたのと同じ結晶を用いて、パイエルス機構が歪速度を支配すると考えられる低温領域(20K以下)で転位速度の測定を行った。

2. 実験方法

本実験には降伏応力の測定に用いたのと同じ応用光研製のLiF単結晶を用いた。原子吸光分析法によって求められた不純物濃度は、Mg:1ppm, Ca:10ppm(原子濃度)である。劈開によって約 $2.5 \times 2.5 \times 20 \text{mm}^3$ の試料片を用意し、各試料片は750℃で2.5時間真空焼鈍した。

転位速度の測定はJohnstonとGilman^{2,3)}によって確立された方法によって行った。すなわち、一定温度で試料にパルス状の応力を加え、その前後での転位の位置の移動を試料表面での腐蝕孔の観察によって測る。腐蝕液としては最適濃度(～7ppm)の FeF_3 を含む蒸留水を用いた。

応力は図1のような4点曲げの方法によって加えた。加重の方法としては、加重時間が数secより長い場合は死重を用い、それより短い場合には電磁石を用いて数msecまでのパルスを作った。装置の概要を図2に、電磁的駆動回路を図3に示す。パルス荷重の大きさと駆動電流の関係はダミー試料に抵抗歪ゲージを張りつけ、死重を使って較正した。代表的なパルスの波形を図4に示す。

*東京大学生産技術研究所 第1部

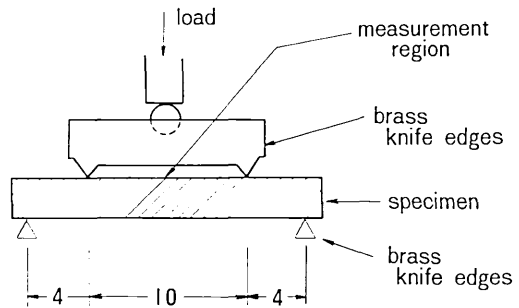


図1 試料の4点曲げ

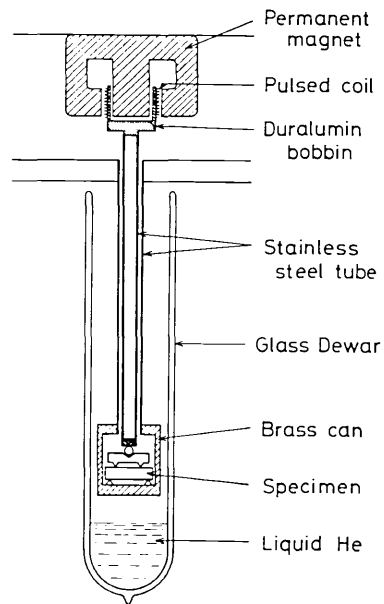


図2 実験装置の概要

観察する転位は試料の表面を軽く引っかくことによって新たに導入した。運動する転位ループの幾何学的状況を図5に示す。刃状転位とらせん転位は違った方向に動くので区別することが出来る。

転位に作用する応力は弾性梁の表面での応力として計算した。応力決定の際に考えられる誤差の原因は、(1)試料の寸法の測定誤差、(2)曲げジグの不整合による

研究速報

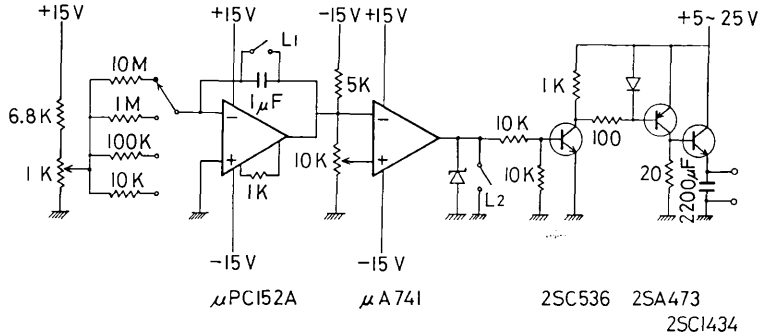


図3 電流パルス発生回路

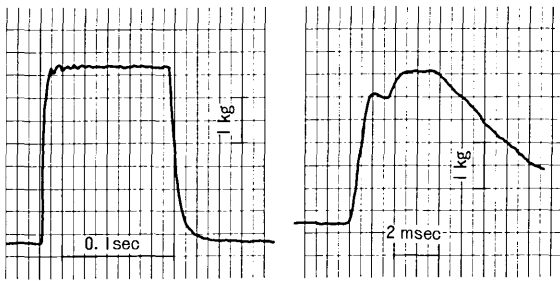


図4 荷重パルスの実測例

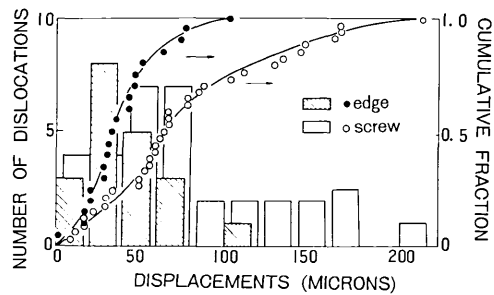
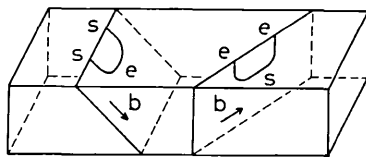


図6 転位の運動距離の度数分布と累積分布：温度10K，
分解せん断応力1.12kg/mm²，加重時間0.1sec.



CLEAVAGE PLANE {100}
GLIDE PLANE {110}
GLIDE DIRECTION <110>

図5 運動を観察する転位ループ：s はらせん転位成分，
e は刃状転位成分，b はバーガース・ベクトル。

誤差，(3)純粋な弾性曲げからのずれ，(4)電磁的加重の場合のパルス波形の不整による荷重の不確定等である。これらを総合すると，応力の決定精度は死重の場合±3%，電磁的加重の場合は±5%以内である。

冷却および温度の制御はIに記述したと同様の方法で行った。10Kでの実験でも，温度は3時間に亘って±0.1K以内に保たれた。

3. 実験結果

一回の実験毎に30~100個の転位の移動距離を測ってその分布を求めた。一例として，10Kでの実験で得られた結果を図6に示す。刃状転位，らせん転位それ

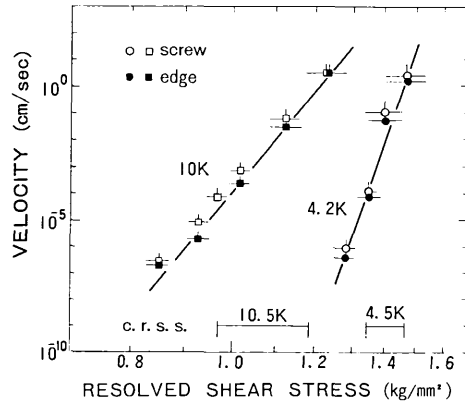


図7 平均速度と分解せん断応力の関係：10.5Kと4.5Kの降伏応力(c. r. s. s.)の範囲を横軸上に示してある(歪速度 $1.6 \times 10^{-3} - 1.6 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$)。

ぞれの運動距離の度数分布と累積分布(規格化した)がまとめて描いてある。この図から，らせん転位の運動距離は刃状転位の運動距離に較べて統計的に大きいことがわかる。運動距離の分布は他の場合でも多少の不規則はあるが，図6と同じような傾向である。転位の平均速度は運動距離の単純平均と応力を加えた時間

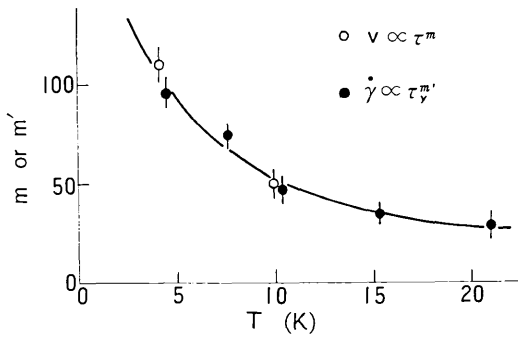


図8 転位速度の応力依存性と、降伏応力の歪速度依存性の比較

から求める。

平均速度の応力依存性を図7に示す。横軸は $\{110\}$, $\langle 110 \rangle$ すべり系での分解せん断応力 τ で、対数目盛である。各点を通る横線は前節で説明した応力値の誤差範囲を示し、上向きの線の頂上は観察された最大の運動距離に対応する最大速度を表わしている。また、一つの応力値に対応して対をなす刃状転位とらせん転位の測定値は同一試料上で一回の実験によって得られたものである。多くの場合、らせん転位の平均速度は刃状転位より2~5倍大きいといえる。

4. 考 察

転位速度の応力依存性と降伏応力の歪速度依存性は必ずしも一致しないことが報告されている。^{4,5)} 図8には本実験の結果と降伏応力の実験Iで得られた結果が比較してある。転位平均速度 \bar{v} と分解せん断応力 τ の間に $\bar{v} \propto \tau^m$ の関係を仮定して図7から見積った m と、歪速度 $\dot{\gamma}$ と降伏応力 τ_y の間に $\dot{\gamma} \propto \tau_y^{m'}$ を仮定したときの m' が温度に対してプロットしてある。両者はよく一致している。そこで、以下にパイエルス機構の理論とIの解析結果を使って、さらに詳しい検討を行う。

歪速度 $\dot{\gamma}$ と転位速度 v の間にはよく知られた次の関係がある。

$$\dot{\gamma} \approx nbv \dots\dots\dots(1)$$

ここに、 n は可動転位密度、 b はバーガース・ベクトルである。熱活性化過程を考えると、

$$v = v_0 \exp[-U(\tau)/kT] \dots\dots\dots(2)$$

ただし、 k はボルツマン定数、 T は絶対温度。頻度因子 v_0 の詳細は後に考察するが、一般には τ や T にあまり依存しない。キック対形成の活性化エネルギー $U(\tau)$ はIで説明したように次の形で表わされる。

$$U(\tau) = U_0(1 - \tau/\tau_p)^2, \tau/\tau_p > 0.17 \quad (3)$$

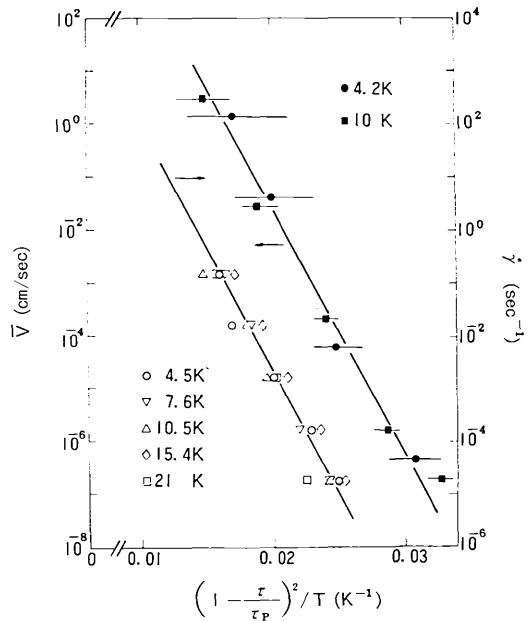


図9 刃状転位の平均速度 \bar{v} と $(1 - \tau/\tau_p)^2 / T$ の関係、ただし、 $\tau_p = 2.0 \text{ kg/mm}^2$ 。降伏応力の歪速度依存性を同様の関係に引き直して比較してある。

ここに、 τ_p はパイエルス応力、 a はパイエルス・ポテンシャルの谷と谷の間隔、 E は転位の線エネルギーである。降伏応力の実験結果から求めた τ_p と U_0 の値は次のとおりであった。

$$\tau_p = 2.00 \pm 0.05 \text{ kg/mm}^2 \quad (4)$$

$$U_0 = 0.09 \pm 0.01 \text{ eV} \quad (5)$$

(2)式および(3)式から

$$\ln v = \ln v_0 - \frac{U_0}{kT} (1 - \tau/\tau_p)^2 \quad (6)$$

を得る。いま、刃状転位の平均速度 \bar{v} を $(1 - \tau/\tau_p)^2 / T$ に対して半対数目盛にプロットすると図9のようになる。ただし、 τ_p としては(4)式の値を使った。実験結果は(6)式をよく満していることがわかる。図9には、降伏応力と歪速度の関係も同様の形に描いてある。これら二つのデータは互に平行であるから、両者は同じ活性化エネルギー U_0 。(即ち(5)式)を与える。したがって転位速度の実験結果も降伏応力の実験結果も同じパイエルス機構によって記述できたわけである。

可動転位密度 ρ は図9から(1)式の関係を使って見積ることができて、

$$\rho \sim 10^{6-7} \text{ cm}^{-2} \quad (7)$$

となる。この値はJohnstonとGilman²⁾が77Kと300Kで求めた値にはほぼ一致する。

(2)式の頻度因子 v_0 は図9で転位速度のデータを縦

研究速報
軸まで外挿して次のように求まる。

$$v_0 \sim 10^8 \text{ cm/sec.} \quad (8)$$

パイエルス機構における転位の前進速度ないし(2)式の v_0 の具体的表現についてはいくつかの議論があるが、DornとRajnak⁶⁾ は次のような形を与えている。

$$v_0 = a \cdot \frac{L}{b} \cdot \frac{b}{w} v_D \exp[-U(\tau)/kT] \quad (9 \cdot a)$$

すなわち、

$$v \approx a \frac{L}{w} v_D \quad (9 \cdot b)$$

ここで、 v_D はデバイ振動数、 w は一度形成されたキンク対が再び消滅しないために必要な最少の幅で、LiFの場合、(4)式の τ_D に対して約 $70b$ である。 L は w より大きくなったキンク対が運動して掃く平均の距離である。(9・b) 式に、 $v_D = 1.5 \times 10^{13} \text{ sec}^{-1}$ 、 $a=b$ 、 $w=70b$ 、それに先に求めた(8)式の v_0 を使うと、

$$L \approx 5 \times 10^{-4} \text{ cm} \quad (10)$$

を得る。この値は w より大きく、転位のループの大きさ、数 $10 \sim 100\mu$ より小さいから妥当な大きさである。

L を決定している要因としては、2 価の不純物を考えることができる。 Mg^{++} 、 Ca^{++} 等の2 価の不純物は正イオン空孔と対をなし、転位の運動に対する強い抵抗として働くことが知られている。⁷⁾ 本実験に用いた結晶中の2 価の不純物の濃度(約10ppm)は転位線に沿っての平均間隔として約 $5 \times 10^{-5} \text{ cm}$ に相当する。この不純物—空孔対にキンクが数個堆積してから釘付けが外れるとすれば、 L の大きさは(10)式程度になる。

ところで、(9・a) 式が成立するためには、キンクの運動速度 v_k が十分速くて、

$$v_k > \frac{L}{2a} v \quad (11)$$

が成り立たなければならぬ。いま実測した最大の速度 $v \sim 10 \text{ cm/sec}$ のとき、 L に(10)式の値を使うと、(11)式は $v_k > 10^4 \text{ cm/sec}$ となる。低温のために、フォノンの粘性抵抗はほとんど寄与しないと考えられるから、 v_k は音速 ($4 \times 10^5 \text{ cm/sec}$) に近く、したがって(11)式の内容は満足されていると考えられる。

(9)式以外にも転位速度の表現は考えられているが、⁸⁾ 実験結果を当てはめるとそれらはいづれも不都合を生じる。

らせん転位の速度が刃状転位の速度より2~5倍大きいという本実験の結果は、JohnstonとGilman²⁾ の高温(77Kと300K)の結果と逆である。しかし、二つの転位成分の速度の差は高温における約50倍に較べて小さい。よく知られているように、LiF中のらせん転位は交差迂りを起してジョグを作るために、その運動は大きな抵抗を受ける。したがって、交差迂りを起さずに進む速度は観察された速さよりずっと大きいはずである。このことを考慮すれば、刃状転位成分が歪の進行を律速すると考えてよく、降伏応力から推定した τ_D は刃状転位のパイエルス応力となる。

5. 謝 辞

応力パルス発生のための電気回路の設計、製作をしてくださった本所エレクトロニクス・ショップの関豊二氏、中村英俊氏に感謝の意を表します。

本研究は本所の昭和49年度選定研究費による。

(1975年9月25日受理)

参 考 文 献

- 1) 金鉉率, 中村和夫, 鈴木敬愛: 生産研究 26(1974) 174.
- 2) W. G. Johnston and J. J. Gilman: J. appl. Phys. 30 (1959) 129.
- 3) J. J. Gilman and W. G. Johnston: *Solid State Physics* ed. F. Seitz and D. Turnbull (Academic Press, New York, 1962) Vol. 13, p. 147.
- 4) J. C. M. Li: *Dislocation Dynamics* ed. A. R. Rosenfield, G. T. Hahn, A. L. Bement and R. I. Jaffee (McGraw-Hill, New York, 1968) p. 87.
- 5) A. S. Argon and G. E. Padawer: Phil. Mag. 25 (1972) 1073.
- 6) J. E. Dorn and S. Rajnak: Trans. AIME 230 (1964) 1052.
- 7) W. G. Johnston: J. appl. Phys. 33 (1962) 2050.
- 8) 例えば, P. Guyot and J. E. Dorn: Canad. J. Phys. 45 (1967) 983.