

カドミウム単結晶の (0001) 面近くに見られる転位ループ

西川 廣 信

物理学教室

(1986年9月6日受理)

Dislocation Loops formed on the surface near (0001) of Cadmium Crystals

Hironobu NISHIKAWA

Department of physics

(Received September 6, 1986)

An etch pit technique was used to observe loop-like etch pits on the surface near (0001) of cadmium crystals. A connection between loop-like etch pits and line defects in cadmium crystals has been established. A possible mechanism of the formation of loop-like etch pits in places where dislocations intersect the etched surface is proposed.

1. 結 言

よく知られているように、結晶の構造に敏感な諸性質は転位その他の格子欠陥に依存する。このため、結晶中の転位を観察することが必要となるが、その観察法には透過電顕法、X線、エッチピット法、デコレーション法などがある^{1,2)}。この中、エッチピット法は転位位置に現出するエッチピットを光学顕微鏡によって観察する方法であり、簡単で、転位速度の測定や、変形初期の転位配列の観察において有力であることが認められている。カドミウム単結晶内に存在するループの観察は、Price³⁾の電子顕微鏡による一連の実験的研究があり、X線法では Badrick ら⁴⁾による観察がある。筆者らは (11 $\bar{2}$ 0) 面⁵⁾と (10 $\bar{1}$ 0) 表面層⁶⁾において、エッチピット法で転位ハーフループを観察した。今回カドミウム単結晶の (0001) 面近くをエッチピット法による腐食中、比較的大きな転位ループを最初に観察したので報告する。

2. 実 験 方 法

素材として純度99.999%のカドミウム (KK大阪アサヒメタル工場製) を用いた。素材を横型炉、窒素加圧雰囲気中で、高純度黒鉛ボードを用いて融解した後、一端より凝固させて単結晶化を行った。単結晶の大きさは12×10×80mm³の角棒状で、この単結晶の方位を光像法で決定した後、硝酸を用いた無ひずみ切断機によって (0001) 面に平行に切断した。また平滑な試料表面を得るために

化学研磨液 (Cro₃: 32 g, Na₂SO₄・10H₂O: 4 g, Cu(NO₃)₂: 2 g, H₂O: 100ml) を含ませた布上で研磨し、さらに、C₂H₅OH 又は CH₃OH: 50ml, 30% H₂O₂: 10~20ml, 60% HNO₃: 5 ml, で再研磨すると鏡面が得られた。このようにして得られた試料を腐食液⁷⁾による腐食を試み、試料表面を光学顕微鏡で観察した。

3. 実験結果および考察

Cd 結晶の (0001) 表面を NH₄NO₃: 15 g, H₂O: 50 ml⁷⁾によって室温で約5秒腐食することによって現出した転位食凹の低倍率光学顕微鏡写真を Photo. 1 に示した。転位ピットは六角形を成し、底の尖ったピット、底の平坦なピットが見える。尖った底の黒いピットは六角錐の側面傾斜が深く、対物レンズ内にそれからの反射光が殆どはいってこないために黒く見える。底の平らなピットの優先的出現は転位がその集合点で終結し、集合点から分岐する転位は表面に関して、らせん一刃状成分又は転位線の傾きを表わしていると思われる⁸⁾。

(0001) 表面近くの面を腐食すると、Photo. 2 に見られるような連続したステップからなるループ状のエッチピットと六角錐ピットが現出された。このループ状エッチピットを構成しているステップは Photo. 1 の転位ピットのステップと同類であること、六角錐ピットがループ状エッチピットと同時に現出していることから、これらのループ状エッチピットは転位ループであると思われる。これらのループ状エッチピットがカドミウムの結晶中に存在する可能な結晶面は底面すべり (0001) <

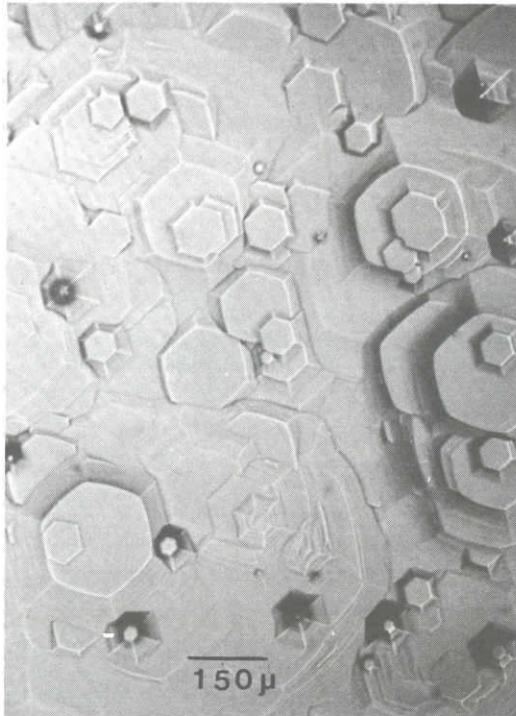


Photo. 1 Hexagonal etch pits produced on a (0001) plane of a cadmium single crystal.



Photo. 2 A hexagonal etch pit and loop-like etch pits produced on the surface near (0001).

$11\bar{2}0$ >, 非底面すべり $(10\bar{1}0) < 11\bar{2}0$ >, $(10\bar{1}1) < 11\bar{2}0$ >, $(11\bar{2}2) < \bar{1}1\bar{2}3$ > のうちいずれかの結晶面である。このうち写真からみられるようにループ状エッチビットのテラスと尖った六角ビットの稜線の傾きから、主すべり系の (0001) 面と柱面すべり系の $(10\bar{1}0)$ 面ではないと考えられる。残る $(10\bar{1}1) < 11\bar{2}0$ >, $(11\bar{2}2) < \bar{1}1\bar{2}3$ > 系の柱面すべりは底面すべりに比べてはるかに活動し難いが、Price は電顕による直接観察で、 $(11\bar{2}2) < \bar{1}1\bar{2}3$ > すべりの転位はその運動による交叉すべりを起し、その通過後に残した転位ループを亜鉛単結晶⁹⁾とカドミウム単結晶³⁾で観察した。従って、観察された六角形ビットのステップから構成されているループ状エッチビットは $(11\bar{2}2) < \bar{1}1\bar{2}3$ > すべりにより形成された $(10\bar{1}1)$ 面上の転位ループと推察される。さらに、六角形の平らな部分が写真に見られることは $< 0001 >$ 方向のラセン転位を含む。これはループ状エッチビットが底面すべり系のラセン転位と同じバーガースベクトルを持つことになり、このラセン転位が底面上に拡張したものと考えられる。一方非底面すべりの刃状転位は、このような拡張を起こさないと考えられるので、ループ状エッチビットは $(11\bar{2}2) < \bar{1}1\bar{2}3$ > すべり転位より形成された転位ループであると思われる。Photo. 3 は頂面が平らな六角形と転位ビットのステップからなるループ状のエッチビットが

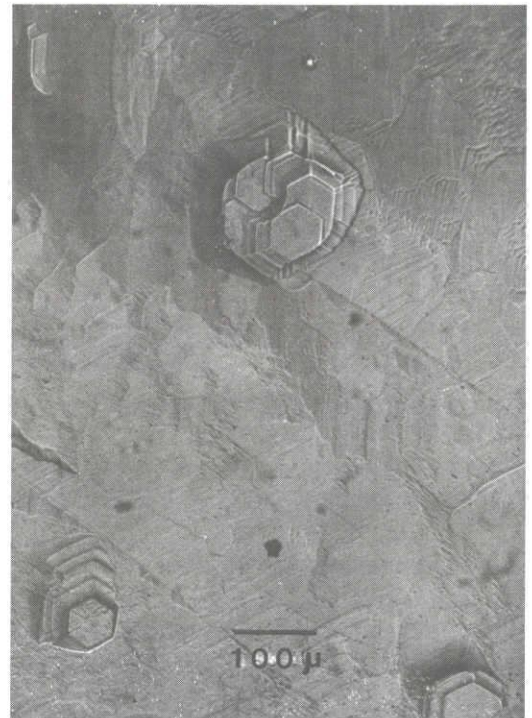


Photo. 3 Loop-like etch pits and twin traces produced on the surface near (0001).

見られる。これらは明らかに下地模様と異った様子を示している。一般に転位ビットの形成機構は結晶成長と逆の分解過程で、転位位置において歪エネルギーの解放によりビットの2次元核の優先的形成が可能であり^{11,12)}、そこに生じた単原子高さの階段から原子が溶けることによって、転位線に沿う溶解が進行する。従って、これらのループ状エッチビットはそれらの形態、下地の溶解と異った溶解現象の促進が見られることから、転位

線に沿う溶解が促進されて転位ビットが形成されると思われる。又 $(10\bar{1}2) < \bar{1}011 >$ 系の双晶トレースがループ状エッチビットの頂面近くの形態を乱すことなく $< 11\bar{2}0 >$ 方向に走っているのが見られる。次にこの観察面を研磨液で研磨し、再腐食すると双晶トレースがループ状エッチビット上に現われ、ループ状エッチビットが同位置に再現される。この実験からループ状エッチビットが存在する結晶面は双晶面に近い $(11\bar{2}2)$ すべり面でなく $(10\bar{1}1)$ 面に形成されている可能性が大きく、ループ状エッチビットが同位置に再現されることは転位ループと言える。なぜならエッチビットと転位との対応の確認は転位の直接観察によるのがもっとも確実であるが、同一個所を繰返し、研磨、腐食した場合、各エッチビットに再現性があることである。

Photo. 4 (a)は上述のことを再確認するために、結晶表面に大きなループ状のエッチビットを作り、約 10μ の表面層を研磨液で溶解し去った後、再度腐食したものがPhoto. 4 (b)である。それぞれの写真において、ループ状のエッチビットは同位置にあることが分る。このように同じ位置に現われることは、これが線状欠陥、すなわち転位に起因するものであることを示している。

以上いくつかの例で見てきたように、カドミウムの底面近くを腐食した場合に見られる大きなループ状エッチビットは、その発生機構と再腐食の結果から転位ループに対応するものと考えたと説明がつくものである。

4. 結 言

結果をまとめると次のようになる。

- (1) カドミウムの底面近くの腐食で大きな転位ループを見出した。
- (2) 転位ループは $(11\bar{2}2) < \bar{1}123 >$ すべり系のラセン転位の拡張、収縮再結合の結果形成された転位ループであると思われる。

文 献

- 1) 鈴木秀次：結晶工学ハンドブック，共立出版，(1971)，103
- 2) 辛島誠一：転位論—その金属学への応用—，金属学会編，丸善，(1971)，627
- 3) P. B. Price : *J. Appl. phys.*, 32 (1961), 1750
- 4) A. S. T. Badrich and K. E. Puttck : *Phil. Mag.* 3 (1970), 585
- 5) H. Nishikawa and N. Mikuriya : *Japan. J. Appl. Phys.*, 9 (1970), 337
- 6) H. Nishikawa : *Japan. J. Appl. Phys.*, 10 (1971),

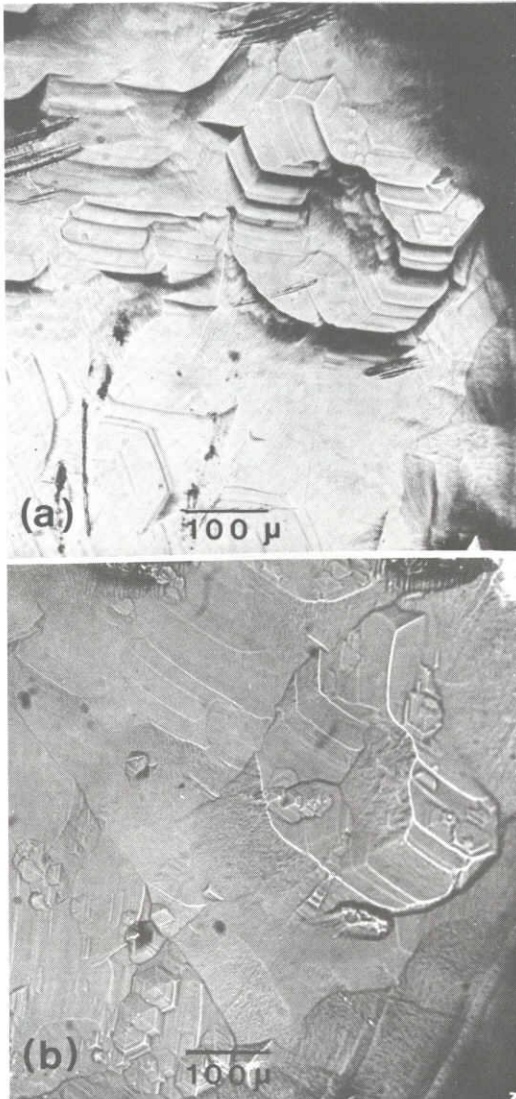


Photo. 4 Loop-like etch pits of the same area observed after etching and again after repolishing and re-etching to confirm the reproducibility of loop-like etch pits. (a) Surface. (b) After repolishing and re-etching.

- 276
- 7) H. Nishikawa : *Japan. J. Appl. Phys.*, **12** (1973), 1647
- 8) Z. A. Munir and J. P. Hirth : *J. Appl. Phys.*, **41** (1970), 2697
- 9) P. B. Price : *Phil. Mag.*, **5** (1960), 837
- 10) N. Cabrera and M. M. Levine : *Phil. Mag.*, **1** (1956), 450
- 11) W. Schaarwächter : *Phys. Status Solidi*, **12** (1965), 375 : **12**(1965), 865