

亜鉛結晶の2次錐面すべりバンド

三 栗 谷 信 雄・川 口 彰*・西 川 廣 信

物 理 学 教 室
(1976年 9月 10日受理)

Second-Order Pyramidal Glide Band in Zinc Crystals

Nobuo MİKURIYA, Akira KAWAGUCHI* and Hironobu NISHIKAWA

Department of Physics
(Received September 10, 1976)

An experimental study has been carried out to investigate the behavior of glide dislocations on $\{1\bar{2}12\}\langle 1\bar{2}13\rangle$, second-order pyramidal system, in 99.999% pure zinc single crystals. Changes in the morphology of the second-order pyramidal glide bands induced by the compressive stress pulse in direction $[1\bar{2}10]$ at room temperature were observed on $(10\bar{1}0)$ surface by means of etch pit technique. The results obtained were as follows. The growth rate of glide bands decreases with longitudinal or lateral growth of these bands. The dislocation densities in glide bands increase during the growth of bands, but at the close of the growth these densities remain nearly constant. Some considerations are proposed for the resistance to motion of individual dislocations in glide bands.

1. 緒 言

Zn 結晶の室温における非底面すべり変形において、主として活動するすべり系が2次錐面すべり系 $\{1\bar{2}12\}\langle 1\bar{2}13\rangle$ であることは、Bell および Cahn¹⁾ によって最初に確認された。その後 Price²⁾ は、Zn のウイスキーおよび 0.5~0.05 μ 厚さの薄板状単結晶について、このすべり系の転位の挙動を電子顕微鏡を用いて詳細に研究し、転位線のらせん成分が交差すべりを行うこと、交差すべりによって生ずる転位双極子が $\langle 0001\rangle$ 転位ループとなって他の転位線と相互作用をもつこと、これらのループは時間と共に収縮、消滅することを観察した。そして転位ループの収縮消滅には、ループからの原子空孔の放出とその拡散が寄与していると考えた。2次錐面すべりによる変形は、バンド状の変形領域の拡大によって進行するが、Blish³⁾ は、ブリッジマン法を改良した方法で成長させた Zn 単結晶を用いて、77° K から 323° K の温度領域で、応力パルスを加えたときのすべりバンド先端の移動速さを測定して、2次錐面すべり転位の運動速度

を求めた。その結果、転位速度と温度との関係について重要な事実が見出された。即ち、一定強さの応力パルスに対して、200° K 近傍までは温度上昇と共に転位速度は増加するが、200° K 以上では温度上昇と共に転位速度が減少した。降伏強度の測定も行われたが、200° K 近傍までは温度上昇と共に降伏強度は減少し、200° K 以上では温度上昇と共に増加することが認められた。Blish はこの実験事実の解釈に、Price の電子顕微鏡観察の結果を用いた。即ち、高温においては交差すべりによる転位双極子発生の頻度が増大し、転位ループの増加が期待される。そして、運動転位は転位ループとの相互作用による大きな抵抗力を受けることになる。200° K 以上で温度上昇と共に起こる転位速度の減少、降伏強度の増大の原因は、運動転位に働くこの抵抗力によるものと考えられた。このことは、Zn 単結晶の非底面変形の初期に関する転位の運動が、それ自身の運動にともなって形成される格子欠陥によって律速されることを意味し、また降伏応力を支配する機構に、転位の運動にともなって

* 金属工学科学生、現在：(株)リコー電子機器中部

発生する格子欠陥が中心的な役割を果たすことになって、Zn 単結晶の強度を転位論的に解釈する上で、きわめて興味のある問題である。

すべりバンドの成長は変形に関与した転位の運動距離の増加に対応する。転位の運動によって格子欠陥が生成され、その運動を律速するならば、バンドの成長は単純に応力に依存しないと考えられる。本報告は、室温でZn 単結晶の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に圧縮応力パルスを加えて2次錐面すべりを発生させ、応力を順次増大することによるすべりバンドの成長を、段階的にエッチピット法によって観察した結果であって、バンドの成長状態から、Blishらの推測の当否を確かめようとする一つの試みである。

2. 試料および実験方法

2.1 試料作成

99.999%Zn 素材から、ブリッチマン法によって単結晶を作成した。単結晶の形状は $13 \times 10 \times 150 \text{mm}^3$ の角棒状で、この中央部から $\{0001\}$ 面、 $\{10\bar{1}0\}$ 面および $\{11\bar{2}0\}$ 面をかこまれた角柱状の試料数個を、酸無歪切断および $\{0001\}$ 面にそって劈開によって切り出した。Fig. 1 に試料の方位その他を示す。試料の最終的な大き

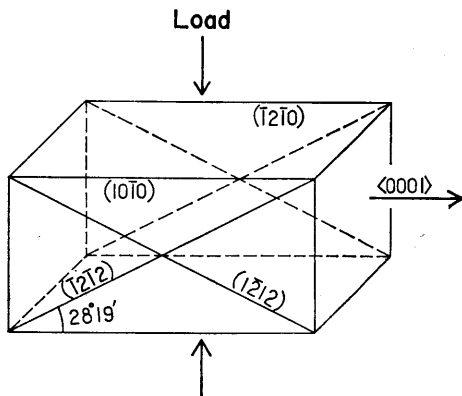


Fig. 1 Crystallographic orientation of test specimens.

さはほぼ $8 \times 9 \times 6 \text{mm}^3$ 程度であったが、特に加荷重面が互に平行になるように、酸研磨によって十分注意して作成した。

2.2 エッチピット観察

試料の各面は、 CrO_3 : 32g, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$: 4g, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$: 2g, H_2O : 100c.c. よりなる第一研磨液にて室温で約10分間研磨し、さらに、 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: 50c.c., 30% H_2O_2 : 20c.c., 濃 HNO_3 : 5c.c. よりなる第二研磨液にて室温で約5秒間研磨すると鏡面が得られた⁴⁾。応力付加による2次錐面すべりのすべりバンドの発生および成長の様子は、 $\{1\bar{2}12\} \langle 1\bar{2}13 \rangle$ すべり系の転位線と、 $\{10\bar{1}0\}$ 面との交点にできるエッチピットによって観察した。このエッチピットの現出は、 CH_3COOH : 40c.c., 35% H_2O_2 : 10c.c., H_2O : 20~40c.c. よりなる腐蝕液に1~5秒間浸した後、流水中にて洗浄することによって得られた⁵⁾。Table 1 は本報告に用いた3個の試料について、加荷重前に $\{10\bar{1}0\}$ 面上の $2 \sim 4 \text{mm}^2$ の範囲で観察したエッチピット密度とサブバウンダリー長さである。なおエッチピット密度は、試料内の種々のすべり系に属する転位に対応するもの総てを含んだ値である。試料にある値の応力パルスを加えた後、エッチピットを出現させてすべりバンドの発生を光学顕微鏡で観察し、その後、表面を研磨して再び前より大きな値の応力パルスを加えてバンドの成長を調べ以後同じような操作過程を繰返した。この操作はすべて室温で行われ、一過程の所要時間は20~30分であった。

2.3 加荷重

試料に圧縮応力パルスを加えるには、Fig. 2 に示すようなインストロン試験機の圧縮装置を利用した。試料と上下の圧縮面が密着した状態からさらにクロスヘッドを下降させたとき、クロスヘッドは荷重支持台を離れて単独で下降するようにしておく。この状態では試料には圧縮静荷重（圧縮装置の一部および荷重支持台の重量を含む）が加わる。したがって、クロスヘッドが実線の状態から所定の距離だけ下降して、点線の状態になったときリターン装置が作動するように調整しておくことによ

Table 1. Size and dislocation densities of specimens before testing

Specimen	Specimen size before testing (mm^3)	Initial dislocation etch pits density observed on $\{10\bar{1}0\}$. ($1/\text{cm}^2$)	Subboundary length observed on $\{10\bar{1}0\}$ (cm/cm^2)
F-1	$7.9 \times 8.8 \times 5.7$	7.2×10^4	1.0×10
F-2	$7.8 \times 8.9 \times 4.9$	9.0×10^4	1.4×10
G-3	$8.6 \times 9.0 \times 5.9$	2.6×10^4	1.6×10

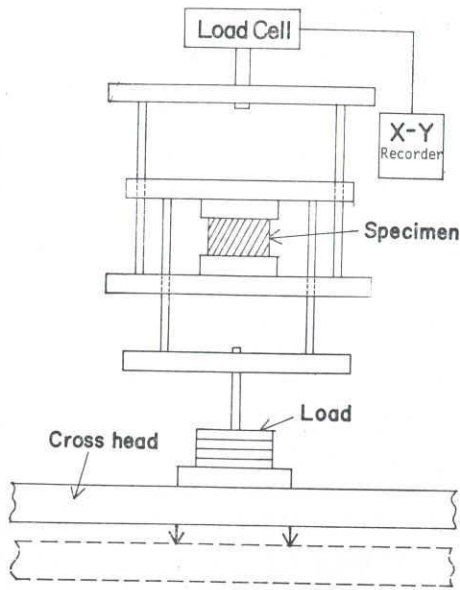


Fig. 2 Apparatus for applying stress pulse.

て、所定の時間、所定の大きさの圧縮応力パルスを加えることができる。加荷重から除荷重までの過程は、ロードセルに連結した X-Y レコーダーによって Fig. 3 に

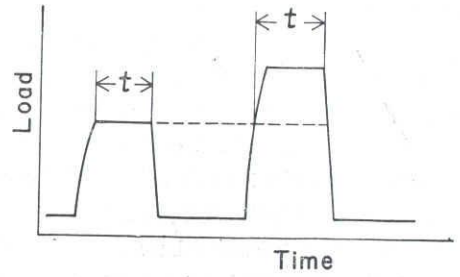


Fig. 3 Chart of load versus time recorded by X-Y recorder.

例示するように記録された。最初に応力パルスの加わった時間は、Fig. 3 の左の山に記入された値をとった。また、第2回以後のパルスの加えられた時間は、右の山に記入されたような値をとった。

Fig. 1 に示した方向に応力パルスを加えるとき、6 個の $\{1\bar{2}1\bar{2}\}$ 面のうち、4 個の面に対してはシュミット因子は 0.104 であり、 $(1\bar{2}1\bar{2})$ および $(1\bar{2}1\bar{2})$ 面に対しては 0.417 である。この 2 個の面がエッチピット観察面 $(10\bar{1}0)$ と交差してできる直線は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向と $28^\circ 19'$ の角度をなす。本実験において現われたすべりバンドは、これら 2 個の面上でのすべりに対応するものであった。

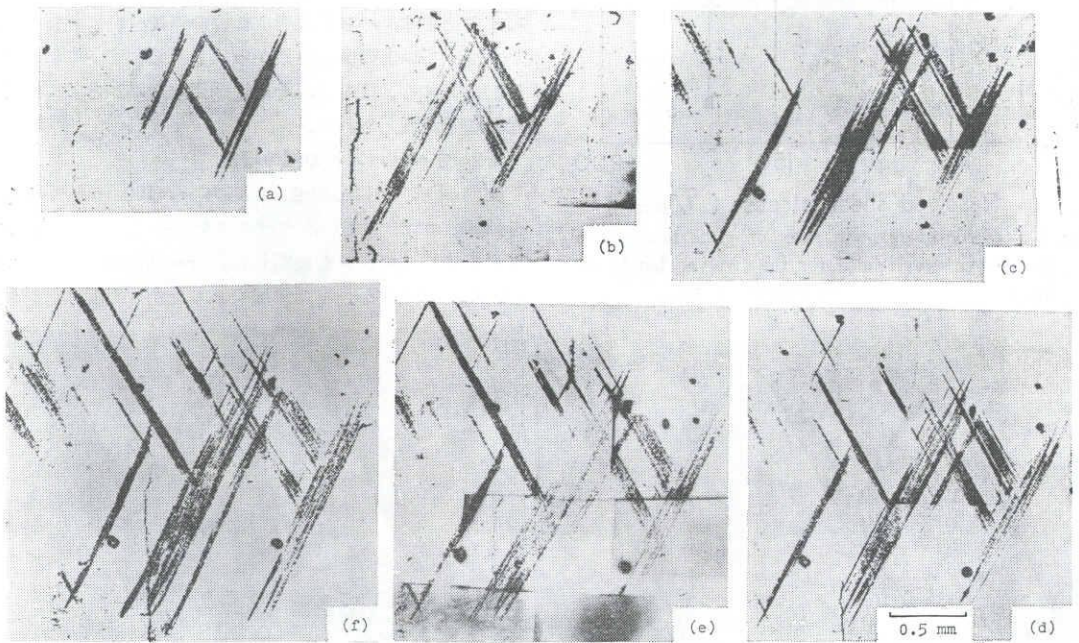


Fig. 4 Glide bands formed on the $(10\bar{1}0)$ surface in specimen F-1. The specimen was photographed after increasing compressive stress pulse along $[\bar{1}2\bar{1}0]$. The compression axis is horizontal. (a) $\tau=102\text{g/mm}^2$, $t=0.04\text{sec}$. (b) $\tau=116\text{g/mm}^2$, $t=0.03\text{sec}$. (c) $\tau=129\text{g/mm}^2$, $t=0.03\text{sec}$. (d) $\tau=146\text{g/mm}^2$, $t=0.04\text{sec}$. (e) $\tau=169\text{g/mm}^2$, $t=0.04\text{sec}$. (f) $\tau=180\text{g/mm}^2$, $t=0.04\text{sec}$.

3. 実験結果と考察

3.1 すべりバンド先端の速さ

試料 F-1 に圧縮応力パルスを加えてすべりバンドを出現させ、順次応力を増してその長さ方向の成長を観察した。分解せん断応力 $\tau=102\text{g/mm}^2$ ですべりバンドが初めて出現した領域に注目して、 $\tau=180\text{g/mm}^2$ まで6段階について、既出のバンドの長さの伸びと新しいバンドの発生を追跡した。Fig. 4 はその光学顕微鏡写真である。Fig. 4 (a) で6個のバンドが発生したが、(b) で発生した4個のバンド、(d) で発生した2個のバンドを加えて、12個のバンドについてその先端の移動の速さをまとめた

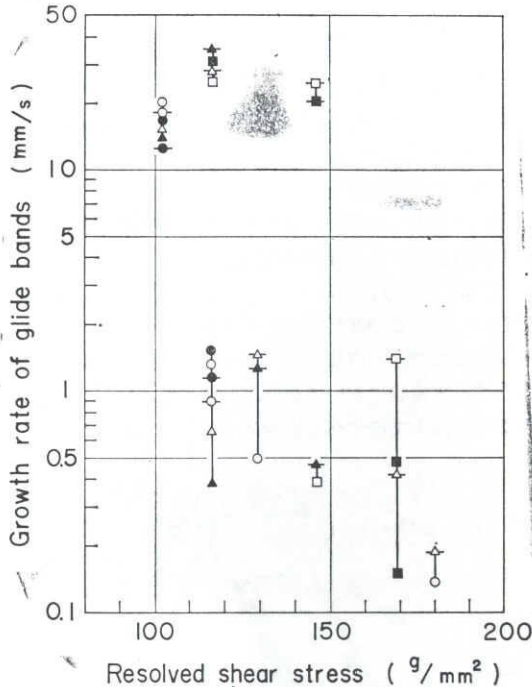


Fig. 5 Longitudinal growth rate of glide bands with increasing stress pulse for the twelve bands in fig. 4.

ものが Fig. 5 である。初め、 $\tau=102\text{g/mm}^2$ で観察された6個のバンドについて、バンドの源がその中央部にありと考へ、先端までの長さを応力パルスの持続時間で割って得られた先端の移動速さは1.3~2.0 cm/sであった。また $\tau=116\text{g/mm}^2$ のとき新たに発生した4個のバンドは2.5~3.5 cm/s、 $\tau=146\text{g/mm}^2$ で発生した2個のバンドは2.1~2.5 cm/sの速さであった。一方、既出のバンドがさらに大きな応力パルスを受けて成長するときの先端の移動速さは、前回の長さとの差を応力パルスの持続時間で割ったものであるが、成長の進行と共に明らかに減少している。12個のバンドは固有の印で区別してある。例えば○印のバンドに着目すると、 $\tau=102\text{g/mm}^2$ で発生し、その後 $\tau=116\text{g/mm}^2$ 、 $\tau=129\text{g/mm}^2$ 、 $\tau=180\text{g/mm}^2$ のとき成長した。発生するときの先端の速さは20 mm/sであるが、その後の3回の成長のときの速さは、それぞれ1.3 mm/s、0.48 mm/s、0.14 mm/sである。他のバンドについても同じような傾向が見られる。ただ、 $\tau=180\text{g/mm}^2$ のとき2.4 mm/sの移動速さを示したバンドは、サブバウンダリーにとめられていたものが、この応力でサブバウンダリーを通過して大きく移動したものである。この試料は、Table. 1 に示されたようにサブバウンダリーの最も少ない試料で、上記以外のバンドは両端が先細りの形状をなして、サブバウンダリーにその成長を妨げられた形跡は認められなかった。

エッチピットによって現出されたすべりバンド先端の移動の速さは、バンドの構成転位の運動速度に関係する。したがって以上の実験結果から、2次錐面すべり転位の運動に対する抵抗力は、その運動距離の増加と共に強くなることが考えられる。

3.2 すべりバンドの幅の増加

試料 F-2 には分解せん断応力 $\tau=100\text{g/mm}^2$ から $\tau=200\text{g/mm}^2$ までの応力パルスを加えて、すべりバンドの横方向への成長を観察した。 $\tau=100\text{g/mm}^2$ ですべりバンドの成長が止んだ領域もあったが、Fig. 6 は (a)

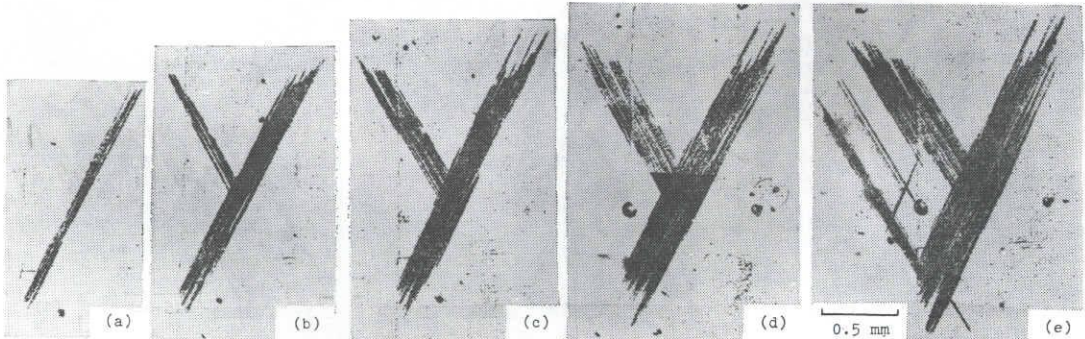


Fig. 6 Glide bands formed on the $(10\bar{1}0)$ surface in specimen F-2. The specimen was photographed after increasing compressive stress pulse along $[\bar{1}2\bar{1}0]$. The compression axis is horizontal. (a) $\tau=140\text{g/mm}^2$, $t=0.11\text{sec}$. (b) $\tau=157\text{g/mm}^2$, $t=0.04\text{sec}$. (c) $\tau=168\text{g/mm}^2$, $t=0.23\text{sec}$. (d) $\tau=182\text{g/mm}^2$, $t=0.07\text{sec}$. (e) $\tau=200\text{g/mm}^2$, $t=0.04\text{sec}$.

$\tau=140\text{g/mm}^2$ と (b) $\tau=157\text{g/mm}^2$ で発生が認められた 2 個のバンドについて、 $\tau=200\text{g/mm}^2$ までその横方向への成長を観察した写真である。F-2 はサブバウンダリーの多い試料で、バンドの長さ方向の成長はおそく、幅の拡大が顕著であった。 $\tau=140\text{g/mm}^2$ で発生したバンドについては 4 箇所、 $\tau=157\text{g/mm}^2$ で発生したバンドについては 3 箇所を定めて、それぞれの場所でのバンドの幅の変化を示したものが Fig. 7 である。バンドの幅は、この応力範囲において見るかぎりある値に飽和する傾向

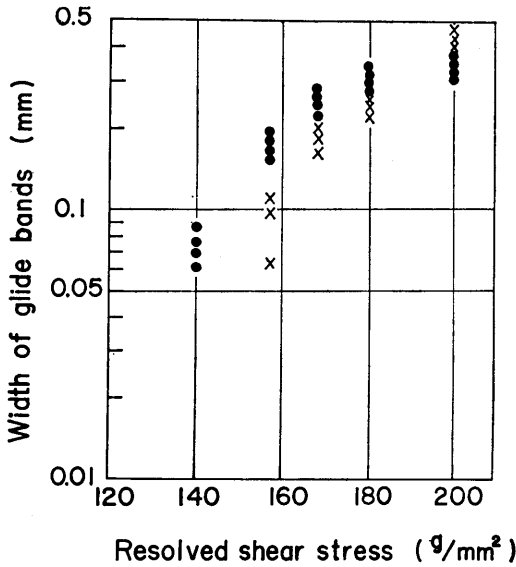


Fig. 7 Lateral growth of glide bands with increasing stress pulse for the two bands in fig. 6.

がある。これは、交差すべりによる隣接すべり面上での転位の増殖が困難となることを示すものである。転位の運動距離の増加による移動度の減少が、交差すべりによる転位の増殖の頻度を少なくすることは明らかで、これがバンドの幅の拡大の止まる原因と考えられる。

3.3 すべりバンド内の転位密度

Fig. 8 は試料 F-2 において、すでに $\tau=100\text{g/mm}^2$ でほぼ成長を終えたすべりバンド内の転位密度と、Fig. 6 および Fig. 7 に示した $\tau=140\text{g/mm}^2$ で発生しその後成長を続けたすべりバンド内の転位密度の応力による変化を示したものである。転位密度は前者では約 0.01mm^2 の範囲を 1 箇所、後者では同程度の範囲を 4 箇所とって測定した。Fig. 8 から次のような事実が明らかになった。即ち、 $\tau=100\text{g/mm}^2$ でほぼ成長を終えたすべりバンド内の転位密度は、応力の増加に対してほとんど変化がない。他方、 $\tau=140\text{g/mm}^2$ で現れたすべりバンド内の転位密度は、 $\tau=160\text{g/mm}^2$ 程度まで増加しそれ以後は増加が止む。また、低応力下で成長を終えたすべりバ

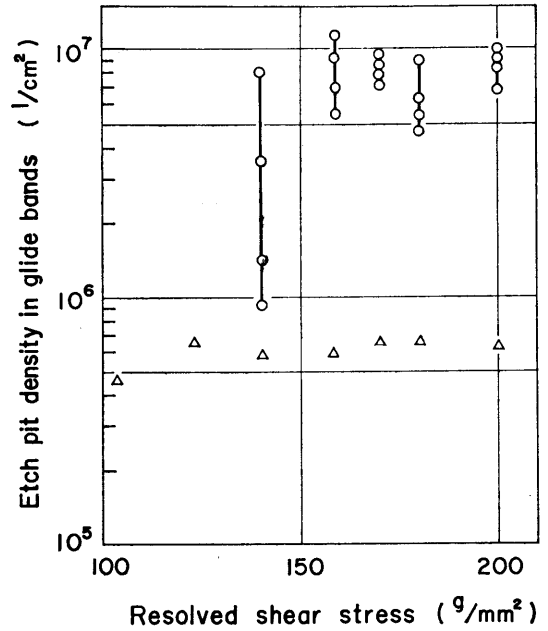


Fig. 8 Etch pit density in glide bands versus compressive stress along the $[12\bar{1}0]$ axis. During the growth of a glide band, the dislocation density increases within the band. The dislocation density remains nearly constant within the glide band at the close of the growth,

ンドは、より大きな応力まで成長を続けたバンドよりもバンド内の転位密度が低い。

これらの観察結果から、バンドの成長の停止はバンド内の個々の転位の活動の停止を意味し、成長途中のバンド内においては、個々の転位も活動を続け増殖作用が行われているものと思われる。

3.4 交差すべり面間隔

試料 G-3 は Table 1 に示したように、サブバウンダリーの最も多い試料であって、すべりバンドの長さ方向の成長は、サブバウンダリーに妨げられる場合がしばしば見られたが、加えられた応力に対応するひずみを生ずるために、各所に分散してバンドが発生した。多数のすべりバンドについてエッチピット列の間隔を測り、二重交差すべり機構による増殖転位の活動面の間隔を測定した。 $\tau=143\text{g/mm}^2$ の応力パルスを 0.33 秒間加えたとき発生した 13 個のすべりバンドの 15 箇所について、面間隔は $5.1\sim 14.2\mu$ の範囲にあった。平均値は 9.6μ である。続いて $\tau=159\text{g/mm}^2$ の応力パルスを 0.04 秒間加えたら、既出のバンドはその幅が拡大し、また新しいバンドも発生したが、それらの任意の 10 箇所をとって測定した面間隔は $7.6\sim 11.7\mu$ の範囲にあり、平均値は 9.2μ であった。 $9.2\sim 9.6\mu$ の面間隔で隣接するす

べり面上を、異符号の2本の転位が互に通過するに必要な応力は、 $\tau_c = Gb/8\pi(1-\nu)h^2$ の式から計算すると $61\text{g}/\text{mm}^2$ 程度となる。この式で G は剛性率、 b は関与する転位のバーガースベクトルの大きさ、 h はすべり面間隔、 ν はポアソン比である。 $143\sim 159\text{g}/\text{mm}^2$ の応力が必要であったことは、転位間のこの種の相互作用力のほかに、転位の運動に対するかなり大きい抵抗力が存在することを予測させる。

4. 結 言

室温で Zn 単結晶の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に圧縮応力パルスを加えて、変形初期における2次錐面すべりバンドの成長を、エッチピット法によって観察した。その結果次の事実が明らかになった。(1)すべりバンド先端の移動速度は、バンドの成長と共に減少する。(2)すべりバンドの横方向への拡大は、バンドの幅の増加と共に鈍化する。(3)成長途中にあるバンド内の転位密度は増加する。成長を停止したバンド内の転位密度は増加しない。(4)バンドを構成する転位の隣接すべり面間隔から計算したバンド形成に必要な応力は、外部から加えられた応力よりもかなり小さい。

以上の実験事実は、2次錐面すべり転位の運動においては、それ自身の運動にもなって増大する抵抗力が作

用することを示唆している。2次錐面すべり転位は交差すべりによって生ずる転位双極子の影響と、それから生ずる転位ループとの相互作用のために、運動距離の増加にもなって増加する抵抗力を受けると言う Blish らの考えは、一つの可能な機構を提示するものであると考えられる。

図および写真の作成に御協力下さった、本教室の蛭子博志氏に深く感謝する。

文 献

- 1) R.L. Bell and R.W. Cahn: *Proc. Roy. Soc. (London)* **A239** (1957), 494.
- 2) P. B. Price: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, Interscience Pub., New York, (1963), 41.
- 3) R.C. Blish II and T. Vreeland, Jr.: *J. Appl. Phys.*, **40** (1969), 884.
- 4) R. C. Brandt, K. H. Adams and T. Vreeland, Jr.: *J. Appl. Phys.*, **34** (1963), 587.
- 5) 頼田, 後藤, 中島, 川崎: 日本金属学会誌, **39** (1975), 351.
- 6) H. G. Vanburen: *Imperfections in Crystals*, North-Holland Pub., Amsterdam, (1961), 168.