

亜鉛単結晶の底面すべりによる転位の増殖

三栗谷信雄, 杉木 梅信*, 大河内正人**

物 理 学 教 室

(1973年9月11日受理)

Multiplication of Dislocations during Basal Slip of Zinc Single Crystals

Nobuo MIKURIYA, Umenobu SUGIKI*
and Masato OHKOHCHI**

Department of Physics

(Received September 11, 1973)

Stress-strain relation and dislocation etch pit density before and after deformation were studied on 99.999% zinc single crystals, which have the initial dislocation density of $3.0 \times 10^5/\text{cm}^2$, $5.8 \times 10^5/\text{cm}^2$ and $4.9 \times 10^4/\text{cm}^2$, oriented for the basal glide and stressed in compression at room temperature. The principal results obtained are as follows. The multiplication stress of basal dislocations increases with initial dislocation density of specimens, and the yielding stress is about 1.4 times of multiplication stress for each specimens. The multiplication rates at the yield point are larger for the specimens having larger initial dislocation density. But, when the multiplication rates are normalized with respect to the initial dislocation density, it is large for the one of the small initial dislocation density.

I. 緒 言

Johnston, Gilmanら¹⁾が個々の転位の運動速度と可動転位の増殖に関する実験的情報から, LiF 結晶の降伏点近くでの応力-歪曲線を理論的に記述することに成功して以来, 金属結晶とくに面心立方型金属単結晶の降伏機構に関して多くの研究がなされてきた。²⁾そして, 降伏点近傍での可動転位の増殖が金属結晶の降伏に対してどのような役割を持つかという議論は, 降伏機構を解明するためのいくつかの問題点のなかでも大きな焦点となっているが, いまだ統一された見解はない。

稠密六方型金属単結晶でその軸比が理想値よりも大きな物質について, 室温で底面すべり系(0001)〈1120〉の発動による変形を行なわせるとき, 応力と歪の関係は硬化率の小さな単調な曲線となり, その曲線上から降伏点

を見いだすことは一般に困難である。とくに亜鉛単結晶については, きわめて小さい荷重から不可逆的なミクロ変形を示し, その降伏応力(臨界せん断応力)は0と考えねばならないともいわれている。³⁾他方, 変形の初期段階における転位密度の変化をエッチピットによって観察すると, せん断応力の増加とともに非一様な転位の増加が見られる。応力を増すとマクロ歪はきわめて単調に増加し, 転位は非一様な増殖を示すという事実は, 亜鉛単結晶の降伏機構を理解する上においてまず第一に注目すべき問題点である。本報告は, 亜鉛単結晶の底面すべりによる初期変形の機構を, 可動転位の増殖の面から考察するための予備的な実験の結果である。稠密六方型結晶に関するこの種の問題の究明は, 面心立方型結晶の降伏現象を解明する上にも有力な手がかりを与えるものと考えられる。

*フタバ産業株式会社, Futaba Industry Co., Ltd.

**名城大学理工学部, The Faculty of Science and Technology, Meiji University.

II. 試料および実験方法

1. 試料

この実験に用いた単結晶は 99.999% 亜鉛素材から作られた。これを高純度黒鉛ボートに入れ窒素ガス雰囲気中で溶融後、同じく窒素ガスを封入した 6 mm/h の速さで移動する横型移動炉を用いて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、先端部 10 mm は半角錐形をなしている。この成長条件によると、単結晶の成長方向は $[0001]$ 方向から $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向へ 40° ないし 45° かなむいた方位をとるものが多い。いくつかの単結晶の中で、角棒の 1 組の側面が $\{11\bar{2}0\}$ 面に近いものを試料に選んでつぎのように成型した。すなわち、この単結晶の中央部分長さ約 25 mm を成長方向に垂直な面にそって酸無歪切断法によって切断し、化学研磨によって 4 角柱に成型する。これをさらに成長方向に垂直な平面で 2 分し、両者が同じ大きさ、形状になるように化学研磨により成型した。そして一方をエッチピット観察用試料、他方を歪測定用試料とした。単結晶 No. 9 の中央部から、このような方法で 2 組の試料 9-A, 9-C を切り出した。また、他の単結晶 No. 10 から 1 組の試料 10-C を切り出した。すべての試料は成型完了後、窒素ガス雰囲気中で 350°C 、24 時間程度焼鈍された。最終的に、試料の大きさはほぼ $6 \times 6 \times 9 \text{ mm}^3$ であり、その方位は Fig. 1 に示す如くで、圧縮荷重を加える方向はもとの単結晶の成長方向またはそれに非常に近い方向である。成型にあたっては、加荷重面がた

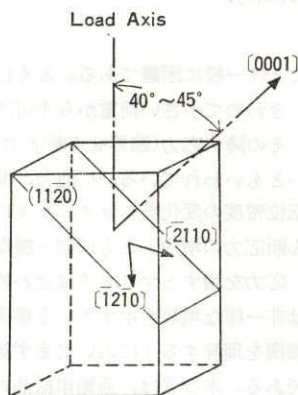


Fig. 1. Crystallographic orientation of test specimens.

かいに平行になるよう十分注意した。各組のエッチピット観察用試料と歪測定用試料の取扱いについては、転位構造の差の生じないように細心の注意を払った。

3 組の試料 9-A, 9-C, 10-C の初期転位密度とサブバウンダリー長さは Table 1 に示すような値であって、

転位密度は $(11\bar{2}0)$ 面上のエッチピットによって測定したものであり、個々のピットとして判別できない程度に密にならんだ部分をサブバウンダリーとして別にその長さを測定した。底面転位の運動に対して林転位の役目をする非底面すべり転位、すなわち、 $\{1\bar{2}12\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ すべり系の転位⁴⁾は、 (0001) 面上でのエッチピット観察によると、単結晶 No. 9, No. 10 ともに結晶成長時に $4.5 \times 10^4/\text{cm}^2$ の程度であって、この転位は試料成型時に新たに導入される心配は少ないので、3 組の試料について林転位密度は同等と理解してよい。加荷重前の試料内の転位分布の例として、試料 9-A の $(11\bar{2}0)$ 面上のエッチピット分布を Fig. 2 に示す。この写真に見られるサブバウンダリーは、圧縮荷重を加えることによって容易に移動したり破壊されたりするような、比較的単純な構造の小角度境界が多い。

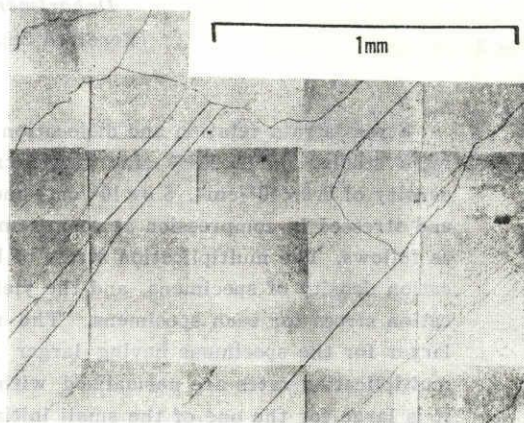


Fig. 2. Dislocation etch pit distribution before loading in specimen 9-A. $(11\bar{2}0)$ surface.

2. エッチピット観察

試料表面の研磨は $\text{Cr}_2\text{O}_3 : 32\text{g}$, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O} : 4\text{g}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 : 2\text{g}$, $\text{H}_2\text{O} : 100\text{c.c.}$ よりなる第一研磨液中に室温で約 1 分間試料を浸し、さらに $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} : 50\text{c.c.}$, $30\% \text{ H}_2\text{O}_2 : 20\text{c.c.}$, 濃 $\text{HNO}_3 : 5\text{c.c.}$ よりなる第二研磨液中に 5~10 秒間浸すことによって光沢のある鏡面をうる。 $(11\bar{2}0)$ 面上のエッチピットの現出は、 $\text{NH}_4\text{NO}_3 : 15\text{g}$, $\text{NH}_4\text{OH} : 50\text{c.c.}$, $\text{H}_2\text{O} : 50\text{c.c.}$ よりなる腐蝕液に浸し、10~20 秒間でほぼ正確に転位に対応するピットを得ることができる。⁵⁾ エッチピットの観察は、試料の側面 $(11\bar{2}0)$ 面の中央部分約 $2 \times 2.5 \text{ mm}^2$ の面積について光学顕微鏡により行なった。

3. 加重および歪測定

圧縮は自作の圧縮加重装置を用いて行なった。エッチピット観察用試料については、圧縮面に垂直に静荷重を 20 秒間加えた後除荷重し、試料を装置からとりはずして

(11 $\bar{2}$ 0)面上でエッチピット観察を行なった。荷重を連続的に増加して同様な観察を行なった。歪測定用試料については(11 $\bar{2}$ 0)面に歪ゲージを貼布し、エッチピット観察用試料と全く同じ加重方法によって、各加重段階に対応する歪を歪感度 1×10^{-6} の静歪指示計の読みから求めた。Fig. 1から明らかなように、圧縮加重方向と試料の結晶構造の関係から、この加重によって(0001)[$\bar{1}2\bar{1}$ 0]および(0001)[$\bar{2}11$ 0]すべり系に属する転位が等しいせん断応力を受ける。

Ⅲ. 実験結果ならびに考察

1. 底面すべり転位の増殖開始応力

試料9-Aについてはせん断応力7.0g/mm²から56g/mm²まで、9-Cについては8.0g/mm²から64g/mm²まで、10-Cについては5.0g/mm²から40g/mm²までの範囲で、加重後のエッチピットの配列状態を観察して転位密度を求め、またその時の歪計の指示を記録した。Fig. 3はせん断応力の増加に対する転位密度の増加の様態を示すものである。すべての試料について、加重前の状態から出発してある応力までは転位密度の増加はほとんど起らない。そして、試料9-Aではせん断応力14g/mm²、9-Cでは24g/mm²、10-Cでは10g/mm²以上で転位密度の急増が見られる。したがってこれらの応力を各試料についての転位の増殖開始応力と考えてよい。Fig. 3あるいはTable 1より明らかな如く、転位の増殖開始応力は初期転位密度の大きな試料ほど大きい。ま

た増殖開始後、せん断応力 τ と転位密度 N とは対数グラフ上で直線関係にあり、すべての試料についてその直線の勾配は等しい。Fig. 3より勾配を実測すると $\tau \propto \sqrt{N}$ の関係が成り立っていることが判る。この関係は多くの金属および合金単結晶の直線硬化領域で成り立つことが実験的に見いだされている。⁶⁾ 本実験においては最初から多重すべりの発生する方向に荷重が加えられたために、増殖開始後間もなく直線硬化領域に入ったものであろう。

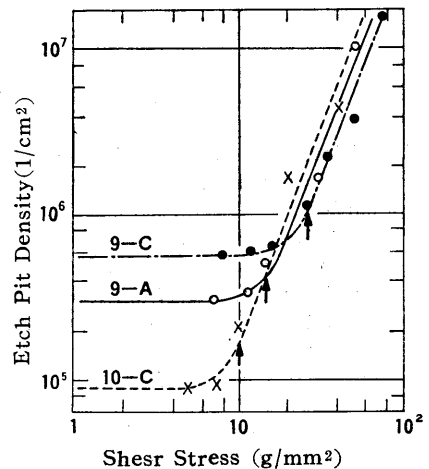


Fig. 3. Stress dependence of dislocation multiplication. Arrows indicate the multiplication stress for each specimens.

Table 1. Parameters determined for specimens in basal slip dislocation multiplication experiments.

| Specimens | Initial dislocation density N_0 (1/cm ²) | Sub-boundary length (cm/cm ²) | Multiplication stress (g/mm ²) | Yield stress (g/mm ²) | Multiplication rate at yield point $\frac{dN}{d\tau}$ (1/cm ²) | Normalized multiplication rate $\frac{1}{N_0} \frac{dN}{d\tau}$ | Average mean free path (μ) |
|-----------|--|---|--|-----------------------------------|--|---|----------------------------------|
| 9-A | 3.0×10^5 | 3.1×10 | 14 | 20 | 1.5×10^9 | 5.1×10^3 | 2.5×10^2 |
| 9-C | 5.8×10^5 | 4.5×10 | 24 | 34 | 2.1×10^9 | 3.6×10^3 | 1.8×10^2 |
| 10-C | 9.2×10^4 | 2.8×10 | 10 | 14 | 1.2×10^9 | 1.3×10^4 | 3.2×10^2 |

2. 増殖前後の転位分布

Fig. 4は試料9-Cについて、加重前の状態から加重後転位の増殖前後の転位分布を示すエッチピットの写真である。(a)~(d)はすべて同一個所の写真であって、転位源の活動開始の様態を明らかにするために、サブバウンダリー近くの転位の集積した個所を選んだ。(a)は焼鈍後の状態を示す。せん断応力8g/mm²が加わった(b)は(a)の状態にくらべて顕著な変化は見られないが、詳細に観

察するとエッチピットの位置はかなり変化している。増殖開始応力以下であるので密度の増加はほとんどない。この状態におけるマクロ歪は 8.5×10^{-6} であった。(c)はせん断応力24g/mm²を加えた後の転位分布を示す。この値はFig. 3から試料9-Cの増殖開始応力と決定された値である。写真からはほぼ均等に(0001)面上で転位源が活動を開始していることが判る。そして活動を始めた原子面間隔は約56 μ である。(a), (b)に見られるサブバ

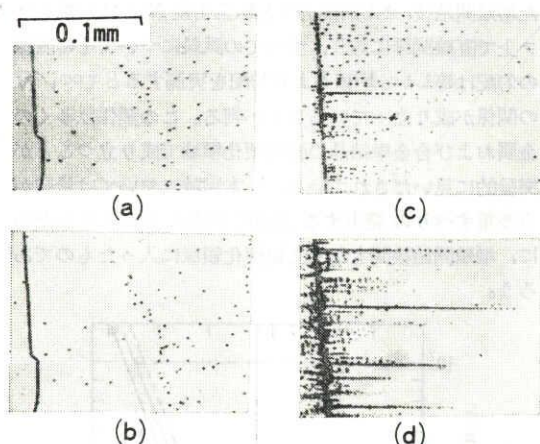


Fig. 4. Dislocation multiplication at a definite area in specimen 9-C. (1120) surface.

- (a) Before loading.
- (b) Shear stress 8g/mm².
- (c) Shear stress 24g/mm². Which is multiplication stress for this specimen.
- (d) Shear stress 32g/mm².

ワンドリーの彎曲部分が(c)においては見られない。これは応力の附加および転位の集積によって、不安定な彎曲部分が移動して全体として直線状になったものと考えられる。(d)はせん断応力 32g/mm² が加わった状態を示す。さらに新しいすべり面上で増殖が開始されて、ピットの配列から計算すると転位が活動した原子面間隔は約 9.3μ となる。(c)におけるマクロなせん断歪は 5.8×10^{-5} , (d)においては 2.5×10^{-4} であった。

3. 降伏応力の決定

本実験においては不連続的に圧縮静荷重を試料に加えてその時のせん断歪を測定したので、通常の意味における応力-歪曲線を描くことはできないが、Fig. 5 に各測定点におけるせん断応力の対数値とせん断歪の対数値との関係をプロットした。一般に応力(τ)- γ (γ)曲線の

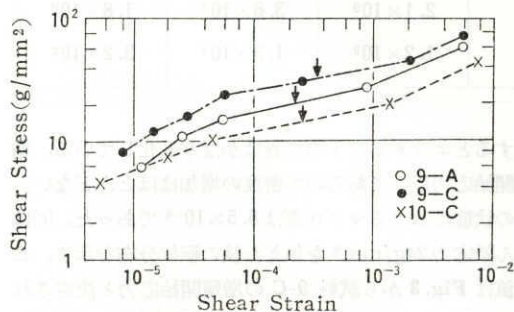


Fig. 5. Shear stress vs shear strain for basal slip. Arrows indicate the yield point for each specimens.

各部分を $\tau = \alpha \gamma^n$ と表わすとき、 n が最小の点が降伏点に相当する。したがって Fig. 5 の対数グラフ上では、その直線の勾配が最小なる点が降伏点に相当する。このような考えから、勾配最小の直線の中央点に相当する応力を降伏応力(臨界せん断応力)とするならば、試料 9-A では 20g/mm², 9-C では 34g/mm², 10-C では 14g/mm² なる値を得る。これらの値はいずれもその試料の増殖開始応力よりも約40%大きい。したがって、降伏応力は初期転位密度の大きい試料ほど大きな値をとることが結論される。なお、降伏点でのせん断歪は 9-A では 2.3×10^{-4} , 9-C では 3.6×10^{-4} , 10-C では 2.7×10^{-5} となり、また転位密度は $9.0 \times 10^5/\text{cm}^2$, $2.2 \times 10^6/\text{cm}^2$, $5.4 \times 10^5/\text{cm}^2$ なる値である。

4. 転位の増殖率と平均自由行路

Fig. 6 はせん断歪 γ と転位密度の変化との関係を示したものである。この直線グラフから転位の増殖率 ($dN/d\gamma$) を求めることができる。降伏点における増殖率の値は試料 9-A が $1.5 \times 10^9/\text{cm}^2$, 9-C が $2.1 \times 10^9/\text{cm}^2$, 10-C が $1.2 \times 10^9/\text{cm}^2$ である。初期転位密度の大きい試料ほど降伏点での転位の増殖率は大きい。しかし、これを初期転位密度 N_0 で規格化した値、すなわち $(dN/N_0 \cdot d\gamma)$ の値は初期転位密度の大きい試料ほど小さい。また、降伏点における転位の平均自由行路 $b^{-1}(dN/d\gamma)^{-1}$ の値を計算すると、初期転位密度の大きい試料ほど平均自由行路は短くなる。これらの数値は Table 1 にかかげる。

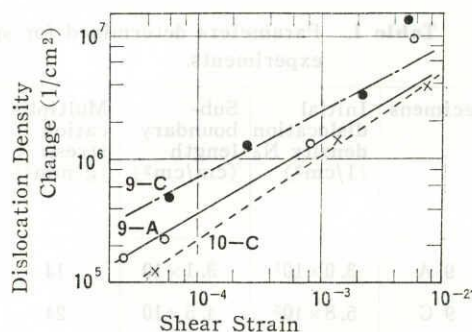


Fig. 6. Change in dislocation density vs shear strain for basal slip.

IV. 結 語

初期転位密度が $3.0 \times 10^5/\text{cm}^2$, $5.8 \times 10^5/\text{cm}^2$ および $9.2 \times 10^4/\text{cm}^2$ の亜鉛単結晶試料に圧縮静荷重を加えて底面すべり変形を行なわせたときの転位の増殖を、降伏機構との関連においてエッチピット法によって調べた。本報告においては主としてその実験結果について述べた。すなわち、(1) 転位の増殖開始応力は初期転位密度の大きい試料ほど大きい。(2) 降伏応力は各試料とも増

殖開始応力の約 1.4 倍の値をとる。(3) 降伏点における転位の増殖率は初期転位密度の大きい試料ほど大きい。しかし初期転位密度で規格化した値は、初期転位密度の大きい試料ほど小さい。(4) 降伏点における転位の平均自由行路は初期転位密度の大きい試料ほど小さい値をとる。

参 考 文 献

- 1) W.G. Johnston and J.J. Gilman: J. Appl. Phys., **30** (1959) 129.
W.G. Johnston: J. Appl. Phys., **33** (1962) 2716.
- 2) 鈴木(平): 日本金属学会会報, **8**, No. 2 (1969) 449.
- 3) J.M. Roberts and N. Brown: Trans. AIME., **218** (1960) 455.
- 4) 三栗谷, 持永: 名古屋工業大学学報, **24** (1972) 73.
- 5) N. Mikuriya and M. Ohkohchi:
Japan J. Appl. Phys., **6** (1967) 1141.
- 6) J.N. Lomer and H.M. Rosenberg:
Phil. Mag., **4** (1959) 467.
F.R.N. Nabarro, Z.S. Basinski and D.B. Holt:
Advances in Physics, **13** (1964) 239.
H.J. Levinstein and W.H. Robinson: Relation
between Structure and Strength in Metals
and Alloys, Her Majesty's Stationery
Office, London (1963) 179.