カドミウム単結晶の $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ 2次錐面すべりによる 降伏応力の異常温度依存性の支配機構

安藤 新二* 高島 和希** 頓田 英機**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 54, No. 4 (1990), pp. 427-434

Mechanism of Anomalous Temperature Dependence of Yield Stress by $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ Secondary Pyramidal Slip in Cadmium Single Crystals

Shinji Ando*, Kazuki Takashima** and Hideki Tonda**

The mechanism of anomalous temperature dependence of yield stress by $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ second order pyramidal slip in Cd single crystals is proposed. $(c+a)$ edge dislocations are immobilized as a result of thermally activated dissociation, i.e., $(c+a) \rightarrow (c \text{ sessile dislocation}) + (a \text{ basal dislocation})$. Increase in frequency of the immobilization with increasing temperature decreases the mean moving distance of $(c+a)$ edge dislocations and consequently the amount of strain in slip bands. In order to maintain the constant strain rate at higher temperature, the velocity of slip band propagation by double cross slip of $(c+a)$ screw dislocation to the next near slip plane must be increased by higher stress. Therefore, the yield stress increases with increasing temperature. The mean moving distance of $(c+a)$ edge dislocation is nearly constant when the strain rate is increased. Then, the higher stress for increasing the slip band propagation velocity is needed to compensate for the increased strain rate. The yield stress, therefore, increases with increasing strain rate.

The negative temperature dependence of the yield stress below 133 K is considered to be caused by the deformation controlled by the Peierls mechanism.

(Received December 14, 1989)

Keywords: cadmium, pyramidal slip, temperature dependence of yield stress, strain rate dependence, dislocation density, mean moving distance, dislocation immobilization, cross slip, activation energy

I. 緒 言

c 軸方向の歪成分をもつ非底面すべり系として、 $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ 2次錐面すべり (以下 SPCS[†] と略す) は、多くの hcp 金属において活動することが報告されており、その中で、Zn⁽¹⁾⁻⁽³⁾, Mg⁽⁴⁾, Co⁽⁵⁾, Be⁽⁶⁾ では、温度上昇にともない降伏応力 σ_y が増加するという、異常 (正の) 温度依存性を示すことが知られている。ところがその支配機構についてはほとんど明らかにされていない。前報⁽⁷⁾において、Cd の SPCS の変形挙動について詳細に調べた結果、以下のことがわかった。

(1) 2種の形状をもつ板状試料で $[11\bar{2}0]$ 引張を行った場合、133 K ~ 293 K の温度範囲では、降伏応力 σ_y は正の温度依存性を示し、133 K 以下では負の温度依存性を示す。

(2) 歪速度 $\dot{\gamma}$ を $10^{-5}/s$ から $10^{-3}/s$ に増加させると、77 K ~ 293 K の全範囲で σ_y は増加し、正の歪速度依存性を示す。

(3) 降伏時のエッチピットバンド (以下 EPB と略す) 内の転位密度は、温度 T や $\dot{\gamma}$ を変化させても一定であるが、 $(c+a)$ の刃状転位の運動距離は、温度上昇により指数関数的に減少する。

(4) EPB ならびにすべり帯の成長は、リュウダース変形的である。

そこで本論文では、以上の結果をもとに、SPCS の σ_y の異常温度依存性、ならびに負の温度依存性の支配機構について検討する。

II. 降伏応力の異常 (正の) 温度依存性

前報⁽⁷⁾で述べたように、Cd における SPCS による初期

* 熊本大学大学院生 (Graduate Student, Kumamoto University, Kumamoto)

** 熊本大学工学部材料開発工学科 (Department of Materials Science & Resource Engineering, Faculty of Engineering, Kumamoto University, Kumamoto)

† SPCS の原語は、Second Order Pyramidal $(c+a)$ Slip であり、 $(c+a)$ 方向のすべりであることを表すため 'C' を付記した。特に $\{10\bar{1}1\}$ 1次錐面すべりでは、 a および $(c+a)$ の2種のすべり方向が存在するためその区別が必要であり、また2次錐面すべりについても同じ表記法を用いた。

変形過程(Stage I)は次のように考えられる。小数の転位源から増殖した転位ループの刃状転位の部分は、一定距離運動した後、熱活性化過程により不動化する。この不動化した転位はさらに応力が作用しても再び運動することはない、転位運動の強い障害物となる。そこで試料が変形を続けるために、まず転位ループのらせん転位の部分が、外部応力と熱活性化の助けにより、未変形領域中の近接すべり面上へ2重交差すべりを起こす。この交差すべりをした転位が、そのすべり面上で転位源として活動し転位を増殖する。この増殖転位もまた一定距離運動後、同様に不動化する。以上の転位の不動化と交差すべりを繰り返すことにより、すべり帯が未変形領域へ拡大することになる。この変形過程において重要なことは、①一旦形成されたすべり帯内では、転位は増殖および運動することはない、一定の転位密度をもつすべり帯を次々に形成することにより変形が進行する。②刃状転位の平均運動距離は温度上昇により大きく減少し、一方 $\dot{\gamma}$ の変化に対してはあまり変化しないということである。

そこで、この変形過程について以下に示すモデルを提案し、それにもとづいて異常温度依存性の支配機構の解析を試みた。

1. 刃状転位の平均運動距離の温度依存性と不動化モデル

上述のように、刃状転位はある一定距離運動した後に不動化し、また次々に形成されたすべり帯は常に一定の転位密度を持つことから、転位の平均運動距離を P 、すべり帯内の転位密度を D 、パーガースペクトルを b とすれば、すべり帯内の単位領域における歪 DPb は常に一定となる。そこで、 dt 時間中にすべり帯の幅が dW 増加することによる試料の歪量の増加 dy は次式で表せる。

$$dy = (DPb/L) dW \quad (1)$$

ここで L はすべり面に垂直な方向の試料長さである。また式(1)を dt で微分すると、試料の $\dot{\gamma}$ を表す式が得られる。

$$\dot{\gamma} = (DPb/L) \dot{W} \quad (2)$$

この式(1)および式(2)が成立するには、 dW のすべり帯内において、 DPb の歪が $\dot{W}$ に比べて速やかに生じなければならない。CdのSPCSでは、前報Fig. 5および7に示したように、1つのすべり帯はすべり方向に長く、その幅はすべり方向に沿ってほぼ一定であった。そのような一定幅のすべり帯が形成されるには、転位が近接すべり面へ交差すべりを起こした後に、その面上において速やかに転位の増殖および不動化が生じ、再び交差すべりが起こる前に、そのすべり面上に一定密度の転位が分布しなければならない。そこですべり帯の形状より、 $\dot{W}$ に対し DPb の歪が生じる速度は十分に速いとみなし、上式が成立するとした。

さて、前報Fig. 6に示したように、 P は温度上昇によ

り大きく減少する。ところが、 $\dot{\gamma}$ の100倍の増加に対する P の増加は2~3倍程度である。そこで、 P の変形時間に対する依存性は $\dot{W}$ の時間依存性よりもずっと小さいと考え、 P は温度にのみ依存するものとする。次に変数 P と $\dot{W}$ についてさらに検討する。

刃状転位の平均運動距離 P は、全温度範囲で温度の上昇と共に指数関数的に減少する。これを刃状転位の熱活性化による不動化(機構については後述する)によるものとして、次の転位運動モデルを考えた。

Fig. 1に示すように、すべり面上の転位源F.R.から増殖された転位ループは、間隔 S で正方分布している何らかの障害物に阻害されながら運動する。この障害物としては、例えば不純物原子あるいは林転位など、刃状転位を一時的に停滞させるものであればなんでもよい。また刃状転位は、熱活性化過程によって障害物を乗り越えたと考えられ、各障害物における刃状転位の平均停滞時間 $t_e^\dagger$ は次式で定義することができる。

$$t_e = \frac{1}{v_d \cdot \exp\left(-\frac{Q_e}{kT}\right)} \quad (3)$$

ここで v_d は転位の振動数、 Q_e は障害物を乗り越える際の活性化エネルギーである。活性化エネルギーは障害物の種類によってそれぞれ異なるが、 Q_e はそれらの平均として考えた。今、先頭の刃状転位A-A'は、各障害物では平均 t_e 時間停滞し、障害物間ではfree flight motionにより運動するとする(Fig. 1では後続の転位は省略した)。また、各 t_e 時間においてのみ不動化を起こす機会があるとし、不動化に関与した時間の合計が、不動化の熱活性化過程の平均待ち時間 t_f と等しくなった時に先頭転位の不動化が起こ

Fig. 1 Dislocation motion model of SPCS. Circles show obstacles for dislocation glide. $(c+a)$ edge dislocation is immobilized at A-A', then double cross slip of $(c+a)$ screw should occur to achieve the given strain rate.

† 個々の障害物における転位の停滞時間(活性化の待ち時間)には分布があり、特定の値では表せない。そこで本論文では、活性化の起こる平均時間を用い、式(3)等に示す平均時間後には、その活性化過程が起こるとした。

とする．そこで F.R. と不動化転位の間の平均障害物数を n ，不動化の活性化エネルギーを Q_I (不動化は，前述の障害物を乗り越える熱活性化過程とは異なるものである) とすれば次の関係が成り立つ．

$$nt_e = t_I = \frac{1}{v_d \cdot \exp\left(-\frac{Q_I}{kT}\right)} \quad (4)$$

ここで刃状転位は底面と2次錐面の交線方向に直線状に伸びたまま運動し，不動化は刃状転位全体で同時に起こるとした．A-A' が不動化すると，後続の増殖転位は A-A' に堆積することになり，それらも後には不動化し，すべり面内の転位の活動は停止する． nt_e 時間中に増殖した転位は，転位源と先頭転位の間に等間隔にあると仮定し，その数を先頭転位も含めて N とする．先頭転位は，平均 n 個目の障害物において不動化することになるから，その運動距離は nS となり，転位間の平均距離は nS/N である．したがって，F.R. から i 番目の増殖転位の運動距離は $(nS/N)i$ と表され，後続の転位も含めた平均運動距離 P は次のようになる．

$$P = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{nS}{N} i \right) = \frac{N+1}{N} \cdot \frac{nS}{2} \quad (5)$$

転位の平均間隔は $1/\sqrt{D}$ で表され，EPB 内の D は約 $(4 \sim 10) \times 10^{10}/\text{m}^2$ であることから⁽⁷⁾，平均間隔は約 $4 \mu\text{m}$ ($=nS/N$) となる．十数～数百 μm という P の実測値より $N > 5$ と見積もられ， $(N+1)/N \approx 1$ とみなせる．すなわち $P = nS/2$ とでき，式(3)および式(4)より次式が求まる．

$$P = \frac{S}{2 \cdot \exp\left(-\frac{Q_S}{kT}\right)} \quad (6)$$

ここで $Q_S = Q_I - Q_e$ である． Q_S は前報 Fig. 6 より求めることができ，その値は $Q_S = 0.0054 \sim 0.0069 \text{ aJ}$ ($0.034 \sim 0.043 \text{ eV}$) と極めて小さなものであった．さて，式(3)および式(4)の不動化に至る2つの熱活性化機構において，それぞれの活性化エネルギー項には熱活性化を助ける応力の項が含まれるかも知れない．しかし前報 Fig. 3 で示したように， σ_y が温度や $\dot{\gamma}$ に対し極めて異常な変化を示す一方，前報 Fig. 6 では P がほとんど温度だけに依存し， Q_S は $\dot{\gamma}$ に依存せず一定であることから，結果的に2つの熱活性化過程が組合わさることで，活性化エネルギーの応力依存性が打消されたと考え，式(6)では Q_S には応力項は無いものとした．またここでは，先頭の刃状転位が不動化すると考えた．もし先頭転位ではなく，転位源と先頭転位の間にある刃状転位が不動化すると考えた場合には，その面上での全転位のすべり運動が抑制されることにはならない．したがって，先頭転位の不動化を考えるのが妥当であろう．

不動化機構を述べる前に， P の温度依存性を別の機構で考えてみよう．可能と思われる機構としては，芯構造の温

度依存性が考えられる．Minonishi ら⁽⁸⁾⁽⁹⁾は Ti を想定して，芯構造のシミュレーション実験を行った．その結果，負荷応力の方向や大きさによって芯構造が大きく変化し，パイエルス応力が大きく変化することを見出している．温度の変化による芯構造の変化は調べられていないが，ここで，もし温度上昇にともなって芯構造が大きく変化し，パイエルス応力が上昇すると共に P が減少すると仮定したならば，133 K 以下の負の温度依存性(後述するがパイエルス機構が支配する)を説明することができない．仮に芯構造が，133 K を境にして全く異なる温度依存性を有するために，前報 Fig. 3 の σ_y の温度依存性が生じたとしても，EPB あるいはすべり帯が，リュードース変形的に形成されることを説明することができない．なぜならば，芯構造が変化したとしても不動化するのではないから，リュードース変形的な変形を生じる必然性がないからである．

このリュードース変形を考慮すると，転位の不動化が有力な機構と考えられる．いま Fig. 2 に示すように，増殖転位の運動中のエネルギーポテンシャルを E_1 とする． E_2 は熱活性化の山， E_3 の分解後の c 不動転位と a 転位の合計のポテンシャルエネルギーである．ここで $E_2 - E_1 = Q_I$ となる．単純に，転位のエネルギーが $|b|^2$ に比例すると仮定すると， a 転位と c 転位のパーガースペクトルは直交しているので E_2 と E_3 にはエネルギー差はなく，また E_2 と E_3 を非等方弾性論を用いて計算しても， E_3 は E_2 よりも極くわずかに小さいだけである⁽¹⁰⁾．すなわち，エネルギー変化の観点から考えると $(c+a) \rightarrow c+a$ の分解反応は起こりそうもない．しかしながら， a 転位は2つのショックレイ部分転位 (p_1, p_2) に分解できるので， $(c+a) \rightarrow c+p_1+p_2$ の分解反応が生じると (Fig. 2(a))，分解後のポテンシャルエネルギーは E_3 より小さくなり E_3' となる．

Fig. 2 Energy potential model of (c+a) edge dislocation immobilization.

ここで $E_2 > E_1 > E_3'$ であるならば、熱活性化過程により $(c+a)$ 転位の分解(不動化)が十分に生ずる。

ところで E_2 の転位は、分解するのに都合がよい芯構造を持つ完全転位の状態にある必要がある。また E_1 の転位の状態については、拡張転位あるいは完全転位のいずれでもよいが、ただし $E_2 > E_1 > E_3'$ となる必要がある。Minonishi ら⁽⁸⁾⁽⁹⁾ は、この E_1 の転位が2つの $1/2(c+a)$ 部分転位に分解した芯構造を有することを示している。仮にこれが正しいとして、エネルギー変化を $|\mathbf{b}|^2$ で比較すると $E_1 < E_3'$ となり、これでは c 不動転位形成の熱活性化過程を考えることができない。

さて Price⁽¹¹⁾ は Zn の TEM 観察において、底面上の $(c+a)$ プリズマティック転位ループの近傍を他の転位が通り過ぎると、その転位ループが c と a の2つの転位ループに分解し、その後 a 転位ループは移動し、 c 転位ループが後に取り残されることを報告している。そこでこの現象が Cd においても同様に生じるとするならば、次のような過程を考えることができる。

$(c+a)$ 転位の分解により生じた a 転位(あるいは (p_1, p_2) 転位)は極めて運動しやすく(Cd では室温において $(c+a)$ 転位の $1/100$ 以下の応力で運動する⁽¹²⁾)、一旦分解すると他の転位との弾性的相互作用などの小さな応力により、ただちに底面上を移動してしまい(Fig. 2(b))、したがって反応がもとに戻ることはなく、分解反応が成り立つことになる。すなわちこの過程では、 $E_3 > E_1$ あるいは $E_3' > E_1$ いずれの場合であっても $(c+a)$ 転位の分解反応が起こり、 c 転位の形成により転位が不動化することになる。

ここで示した $(c+a)$ 転位の分解を考えた根拠として、前述の Price の結果以外に、例えば a 転位については、Fig. 3 に示すように、EPB 内には2種類のピットが観察され、そのうちの a 転位に対応する大きな楕円状のピットが、EPB 内において数多く観察されることが挙げられ

る。 a 転位のピットは未変形時には極めて少ないことから、そこでこの a 転位は、 $(c+a)$ 刃状転位の分解により生じたものと考えられる。このような EPB 内の2種類のピットは Zn においても同様に観察されている⁽¹⁾。また Obara ら⁽¹³⁾ ならびに筆者ら⁽¹⁴⁾ は、TEM 観察において、SPCS を起こした Mg には多くの c 刃状転位が形成されていることを報告した。この c 転位は未変形試料中にはほとんど観察されないことから、SPCS による変形過程において形成されたものといえるが、 c 転位は不動転位であり、すべりによって直接形成されたとは考えられない。さらに Ti⁽¹⁵⁾ や Be⁽¹⁸⁾ の c 軸圧縮において、結晶中に a , c , $(c+a)$ の3種類の転位が存在し、それらが結合し node を形成しているのが観察されている。すなわち、 $(c+a)$ の分解により c 不動転位が形成され、これによって $(c+a)$ 転位が不動化する過程は極めて可能性が高いといえる。

2. 交差すべりモデル

Fig. 1 の A-A' において刃状転位が不動化すると、これは後続する転位の運動の障害となり、この面上でのすべりが抑制されることになる。それゆえ、外部から加えられる変形速度に応じて試料が変形を続けるためには、 c 不動転位を解消(例えば、前節で述べた転位の分解により生じた a 転位と、 $c+a \rightarrow (c+a)$ の反応を起こして可動転位となる)して同一すべり面上でのすべりを拡大するか、あるいはすべり帯に隣接した未変形領域中の近接すべり面上にすべりを伝播させる必要が生じる。ところが前者では、Cd の SPCS による変形の特徴であるリュードス変形的にはならないので不適当である。また前報でも述べたように、このリュードス変形的な過程を、転位の不動化による応力集中により、不動化点近傍の転位源が活動し、変形領域が広がるものであると考えた場合、前報 Fig. 5(c), (d)に見られるように、高温域ではわずかな歪量にもかかわらず、試料の広い範囲で均一な変形が起こる時には、試料全体に多くの転位源が均一に存在しなければならないことになる。しかしながら、焼鈍ままの Cd, Zn, Mg の結晶中に $(c+a)$ 転位は少ない⁽¹⁷⁾ことから、応力集中による転位源の活動は考えられない。したがって後者のすべりの伝播過程が重要となる。温度上昇により不動化の頻度が増加すると、近接すべり面へのすべりの伝播もより大きな速度で起こらなければならなくなり、また $\dot{\gamma}$ の増加に対しても、すべりの伝播速度を増加させることで補うことになる。そこですべり帯の伝播速度 $\dot{W}$ について考えてみる。

一般にすべりの伝播過程としては、らせん転位の2重交差すべり機構が考えられる。SPCS の交差すべり系としては、 $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}123\rangle$ 1次錐面すべり(First Order Pyramidal $(c+a)$ Slip : 以後 FPSCS と略す)が働くと考えられる⁽¹³⁾。そこで降伏現象は、次のようにして起こるものと考えた。

異常温度依存性を示す温度範囲では、転位増殖がたとえ

Fig. 3 Two type pits in etch pit bands. The large and small pits correspond to basal and non-basal dislocations, respectively.

低い応力で開始されても、刃状転位は温度上昇とともに急激に不動化するため、応力-歪曲線の上で降伏を観測しうる歪を生じえない。観測しうる降伏歪を生じさせるためには、より高い外力によって交差すべりを起こさせ、新たな転位源の形成と活動が要求される。結果としてすべり帯が形成され、変形様式がリュウダース変形的になる。次にこの過程を、Fig. 1 のモデルを用いて具体的に説明する。

増殖した転位ループは Fig. 1 のように矩形で、同心円的に等間隔に形成されると仮定する。先頭のらせん転位 B-B' が、 m 列目の障害物にきた時、後続のらせん転位も含めていずれか 1 本のらせん転位が、ある 1 ケ所の障害物のところで熱活性化過程により交差すべりを起こすとする。ここで、1 つの障害物での交差すべり過程の活性化の頻度 f は次式で表せる。

$$f = v_d \cdot \exp \left(-\frac{Q(\tau)}{kT} \right) \quad (7)$$

ここで $Q(\tau)$ は交差すべりのための活性化エネルギーで、応力 τ の関数である。ここでは N 個のループが形成されており、そのいずれか 1 つが交差すべりを起こせばすべりの伝播が生じる。転位ループが Fig. 1 に示すように矩形であるならば、先頭のらせん転位 B-B' の長さを S_s とおくと、 N 本のらせん転位の平均長さは $S_s/2$ となり、1 本のらせん転位あたりの交差すべりを起こせる場所(活性化点)の数は、平均 $(S_s/2)/S$ となる。十のらせん転位を考慮すれば、 $2N$ 本のらせん転位に交差すべりの機会があるから、活性化点の総数は $2N(S_s/2)/S$ となる。そこで、1 回の 2 重交差すべりによって伝播するところのすべり面に対して垂直方向の距離を H とおけば、すべり帯の伝播する速度 $\dot{W}$ は次式で表せる。

$$\begin{aligned} \dot{W} &= 2N \frac{S_s}{2S} f H \\ &= \frac{NS_s H}{S} v_d \cdot \exp \left(-\frac{Q(\tau)}{kT} \right) \end{aligned} \quad (8)$$

温度や $\dot{\gamma}$ が異なっても、EPB 内のピットの密度や分布にはほとんど差がないことから⁽⁷⁾、 H は温度や $\dot{\gamma}$ に関係なくほぼ一定であるとみなせる。また、Fig. 1 の転位ループの形状より $S_s = 4P$ と表せるので、式(6)および式(8)より次式が得られる。

$$\dot{W} = 2HN v_d \cdot \exp \left(-\frac{Q(\tau) - Q_s}{kT} \right) \quad (9)$$

さらに、式(6)および式(9)を式(2)に代入することにより、 $\dot{\gamma}$ は次式となる。

$$\dot{\gamma} = \frac{HDbSNv_d}{L} \cdot \exp \left(-\frac{Q(\tau) + 2Q_s}{kT} \right) \quad (10)$$

$Q(\tau)$ について Ahmadiéh ら⁽¹⁸⁾ は、Friedel の交差すべりモデルをもとに、hcp 金属の柱面すべりにおける交差すべりの $Q(\tau)$ を次式で表せるとしている。

$$Q(\tau) = Q_c + \frac{2^{3/2} R^{3/2} \Gamma^{1/2}}{\tau_c b} \quad (11)$$

ここで、 Q_c は底面上に拡張したらせん転位の収縮のエネルギー、 R は転位の結合エネルギー、 Γ は転位の自己エネルギー、 τ_c は交差すべり面に作用する有効応力である。ところがこの式は、 α のパーガースペクトルをもつらせん転位が底面上で拡張転位となっており、その転位が熱活性化により収縮結合し、柱面上へ交差すべりを起こす場合のものである。この時底面上にはせん断応力は作用しておらず、したがって、底面上に拡張した転位の収縮は、すべて熱活性化により達成されるとして導かれたものである。この交差すべりのモデルを本研究にあわせるならば、 $(c+\alpha)$ のらせん転位は{112̄2}面上で拡張し、それが収縮結合し、1次錐面{101̄1}へ交差すべりすることになる。ところが本実験で行った [112̄0] 引張においては、両すべり面にせん断応力が作用する。そこで{112̄2}面上のせん断応力が拡張転位の収縮を助けるとすると、式(11)は次のように修正することができる。

$$Q(\tau) = Q_c - V^* \tau_M + \frac{2^{3/2} R^{3/2} \Gamma^{1/2}}{\tau_c b} \quad (12)$$

ここで、 τ_M は主すべり面(2次錐面)の有効せん断応力、 V^* は交差すべりするために拡張転位が収縮する時の活性化体積である。ここで τ_M 、 τ_c は有効応力であるが、現在のところ、これらを正確に求めることができない。しかしながら、転位密度が T にも $\dot{\gamma}$ にも依存しないことから、降伏時における内部応力はほぼ一定とみなせるので、 τ_M 、 τ_c を外部応力と等置しても以下の解析結果には影響しない。ここで、SPCS の FPCS 交差すべり系に対するシュミット因子の比(0.884)を α とおくと、 $\tau_c = \alpha \tau_M$ である。

一般に活性化体積 v は、

$$v = \beta kT = \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}}{\partial \tau_M} \right) kT \quad (13)$$

で与えられ、ここに式(10)および式(12)を代入し整理すると次式が得られる。

$$v = \beta kT = V^* + \frac{2^{3/2} R^{3/2} \Gamma^{1/2}}{\alpha \tau_M^2 b} \quad (14)$$

Fig. 4 に各温度における式(13)より求めた v の値を示すが、異常温度依存性を示す 133 K~293 K において、 v はほぼ一定の約 $56 b^3$ であった。このことは、133 K 以上での変形が同一の機構で生じていることを意味している。この時、温度上昇にともない τ_M が 3 倍以上増加しており(前報 Fig. 3)、式(14)の v は $1/\tau_M^2$ に依存するにもかかわらず v が一定であることから、 $1/\tau_M^2$ の係数が極めて小さい値であることがわかる。したがって $1/\tau_M^2$ の項は無視することができ、 $v = V^*$ となる。よって最終的に式(10)は次式となる。

$$\dot{\gamma} = \frac{HDbSNv_d}{L} \cdot \exp \left(\frac{2Q_s - Q_c + V^* \tau_M}{kT} \right) \quad (15)$$

この式(15)の対数を取り整理すると次式が得られる。

$$\frac{\tau_M}{T} = \frac{k}{V^*} \cdot \ln \left(\frac{\dot{\gamma} L}{HDbSNv_d} \right) - \left(\frac{2Q_s - Q_c}{V^* T} \right) \quad (16)$$

Fig. 4 Activation volume v vs. temperature.

この式より, τ_M/T と $1/T$ が直線関係にあり, その傾きが $-(2Q_S - Q_C)/V^*$ の大きさを表すことになる. Fig. 5 に τ_M/T と $1/T$ の関係を示す. V^* は v の平均的な値 $56b^3$ を用い, また, 前報 Fig. 6 より求めた活性化エネルギー $Q_S = 0.0054 \sim 0.0069$ aJ を用いれば Q_C が求まる. 得られた $2Q_S - Q_C$ および Q_C の値を Table 1 に示す. ここに示した Q_C の値には多少の差があるが, およそ $0.018 \sim 0.021$ aJ ($0.11 \sim 0.13$ eV) の範囲にあるとみることができる.

式(15)の exp 項における $V^*\tau_M$ の大きさは, $V^* = 56b^3$ とすると, σ_y の最も低い 133 K において約 0.03 aJ (0.2 eV) であった. また Table 1 の $2Q_S - Q_C$ の値から, 異常温度依存性の領域では, $2Q_S - Q_C + V^*\tau_M$ の値は常に正であることがわかる.

それゆえ式(15)において, $\dot{\gamma}$ 一定の場合, T が上昇すると τ_M が増加し正の温度依存性が生じ, T が一定の場合, $\dot{\gamma}$ が上昇すると τ_M が増加し歪速度依存性が生じる. この式(15)において, $2Q_S - Q_C$ の値そのものは, モデルの性格上, 物理的な意味は持たない. そこで式(15)を, 物理的な意味を表すように書き換えると次のようになる.

Fig. 5 τ_M/T vs. $1/T$.Table 1 The value of Q_S , $2Q_S - Q_C$ and Q_C of (a) A- and (b) B-specimen.

(a)			
Strain Rate (s^{-1})	Q_S/aJ [eV]	$(2Q_S - Q_C)/aJ$ [eV]	Q_C/aJ [eV]
$(0.8 \sim 1.0) \times 10^{-3}$	0.0054[0.034]	-0.0087[-0.054]	0.0195[0.122]
$(0.8 \sim 1.0) \times 10^{-4}$	0.0054[0.034]	-0.0075[-0.047]	0.0184[0.115]
$(0.8 \sim 1.0) \times 10^{-5}$	0.0069[0.043]	-0.0059[-0.037]	0.0197[0.123]

(b)			
Strain Rate (s^{-1})	Q_S/aJ [eV]	$(2Q_S - Q_C)/aJ$ [eV]	Q_C/aJ [eV]
$(0.8 \sim 1.0) \times 10^{-3}$	0.0054[0.034]	-0.0083[-0.052]	0.0192[0.120]
$(0.8 \sim 1.0) \times 10^{-4}$	0.0054[0.034]	-0.0075[-0.047]	0.0184[0.115]
$(0.8 \sim 1.0) \times 10^{-5}$	0.0069[0.043]	-0.0070[-0.044]	0.0208[0.130]

$$\dot{\gamma} = \frac{HDbSNv_d}{L} \times \frac{\exp\left(-\frac{Q_C - V^*\tau_M}{kT}\right)}{\exp\left(-\frac{Q_S}{kT}\right) \exp\left(-\frac{Q_S}{kT}\right)} \quad (17)$$

分子の exp 項は交差すべりの起こり易さ, 分母の第 1 の exp 項は刃状転位の不動化にともなう平均運動距離の減少, そして分母の第 2 の exp 項は, 刃状転位の不動化にともなうらせん転位の長さの減少を表すものである. 式(17)において $\dot{\gamma}$ を一定とした場合, T が上昇した時, 分母の第 1, 第 2 の exp 項が大きくなる. したがって, 外部からの $\dot{\gamma}$ を試料が満足するためには, 応力 τ_M が急激に増加することで分子の exp 項が大きくならなければならない. すなわち, より高い応力によって 2 重交差すべりを頻繁に起こし, より速い速度ですべりを伝播させることが必要となる. したがって σ_y の異常温度依存性が生じる. T を一定とした場合は, 分母の第 1, 第 2 の exp 項は変化しない. そこで $\dot{\gamma}$ を増加させた時, 分子の exp 項の中の応力 τ_M が増加することによって $\dot{\gamma}$ を満足することになる. すなわち $\dot{\gamma}$ が増加しても転位の平均運動距離は大きく増加しないので, より高い応力によって, さらに速い速度ですべりを伝播させることで $\dot{\gamma}$ を満足することになり, σ_y の歪速度依存性が生じる.

これまでに筆者らは, Zn において, SPCS が異常温度依存性を示す原因として, 温度上昇による転位の不動化にともない, 極めて活動しがたい転位源も含めた多数の転位源が, 試料全体で活動する必要が生じるためであると考えてきた⁽¹⁾⁻⁽³⁾. この Zn における結論を導いた実験的根拠は, 異常温度依存性を示す温度以上に達すると, 降伏時において試料全体で変形が起こることであった. しかし前報において示したように, Cd では, 異常温度依存性を示していても, 降伏直後では試料の一部ですべりを起こす温度範囲が存在し, その範囲においては, Zn と同様に試料全体で極めて多くの転位源が活動しているとはいえない. さらに前述のように, 焼鈍状態のままでは, 含まれる (c+a) 転位の数は少ない⁽¹⁷⁾. したがって, 試料全体です

べりが起こるほどの多数の転位源が、もともと存在していたとは考えにくい。

そこで以上述べたように、SPCSの異常温度依存性と歪速度依存性は、 $(c+a)$ の刃状転位の熱活性化による不動化と、 $(c+a)$ のらせん転位の2重交差すべり機構の組み合わせにより説明することができる。またZnのSPCSの変形挙動⁽¹⁾⁻⁽³⁾は、異常温度依存性を示す温度域や応力の値の違いを除くと、Cdの場合と全く同一である。そこでZnにおいても同一の変形機構を考えることができる。

III. 降伏応力の負の温度依存性

さて、前報 Fig. 3 からわかるように、133 K 以下では σ_y は負の温度依存性を示した。この温度域では、形成されるEPBの幅は狭く直線状であり、またすべり帯中のすべり線は極めて長いことが特徴であった⁽⁷⁾。その長さの正確な測定は難しいが、長いものでは試料の幅(約3000 μm)に等しいものもあった。また刃状転位の平均運動距離は、低温になるほど増大し、103 K では350 μm 以上に達する。すなわち低温域では、転位源から増殖した転位ループは、1つのすべり面上で極めて広い面積を掃いていることがわかる。このような転位運動を起こす場合には、降伏応力を支配する機構としては、パイエルス機構や交差すべり機構、あるいは林転位との相互作用が考えられる。

Fig. 4, 5 で示したように、133 K を境にして、低温域の活性化体積や σ_y の温度に対する変化率は、高温域のものとは全く異なる。Fig. 4, 5 は、前章で述べたように、刃状転位の不動化とらせん転位の交差すべりの機構をもとにして求めたものであるが、式(15)において、 $2Q_S - Q_C = -Q$ とおけば、

$$\dot{\gamma} = A \cdot \exp\left(-\frac{Q - V^* \tau_M}{kT}\right) \quad \left(A = \frac{HDbSNv_d}{L}\right) \quad (18)$$

となり、形式上は一般的な熱活性化の式と同一となる。したがって、低温域の負の温度依存性を単一の熱活性化過程が支配するとした時、低温域と高温域では転位機構が全く異なっているとしても、 v や Q の求め方は同一となる。

Fig. 4 から明らかなように、低温域での v の値は(12~16) b^3 であった。この値は、パイエルス機構および交差すべり機構において一般的に知られている値(10~100) b^3 ⁽¹⁹⁾に相当する。そこで v の値からすると、パイエルス機構あるいは交差すべり機構のいずれかが支配的であるといえる。仮にCdの低温域が交差すべり機構支配とすると、SPCSの低温域における活性化エネルギー Q は、前節で示した式(12)で表されることになる。低温域においても、 v は τ_M が2倍以上変化している(前報 Fig. 3)にもかかわらずほぼ一定であり、高温域と同様に式(12)の $1/\tau_C$ の係数は小さいとして、この項は無視できる。したがって、Fig. 5の低温域での直線の傾きより求められる Q は Q_C の値を表すことになるが、その値は0.069~0.077 aJ(0.43~

0.48 eV)であり、高温域での $Q_C = 0.018 \sim 0.021$ (0.11~0.13 eV)より圧倒的に大きい。このように、133 K を境にして v も Q_C も大きく異なることは、低温域での σ_y の温度依存性が交差すべり機構支配ではなく、パイエルス機構支配である可能性が強いことを示している。例えばこれらの値を他の金属と比較すると、例えばSoiferとShteinberg⁽²⁰⁾は、Znの300 K以下の負の温度依存性の領域ではパイエルス機構支配であるとし、その時の v は30 b^3 であることを見出ししており、この値は本結果に近い。また、パイエルス機構における活性化エネルギー Q は、bcc金属ではおよそ0.026~0.104 aJ(0.16~0.65 eV)の範囲にあり、fcc金属ではそれより低い値となる⁽²¹⁾。本結果の値はbcc金属での値に相当しており、Cdの負の温度依存性はbccと似たパイエルス機構を考えることができる。

IV. 試料の形状による降伏応力の差

前報における試験では、2種類の形状をもつA, B試料を用いた。両試料間の変形の様子には特に大きな違いはみられなかったものの、 σ_y が(1~3)MPaほどB試料の方が高いという結果を得た⁽⁷⁾。この原因を現段階では明確にすることはできないが、本研究の転位機構から次のように考えることができる。2つの試料の寸法は、A試料ではすべり方向に薄く(約0.3 mm)、すべり方向に垂直には大きい(約3 mm)。したがって試料寸法は、らせん転位が運動する方向には大きく、刃状転位が運動する方向には小さいことになる。B試料ではすべり方向に大きく(約3 mm)、逆にすべり方向に垂直方向に薄い(約0.3 mm)。したがってA試料とは逆に、刃状転位が運動する方向には大きく、らせん転位が運動する方向には小さい。このような形状においては、A試料では不動化を起こす刃状転位は結晶外に脱出しやすく、すべりの伝播を起こさせるのに必要ならせん転位は結晶内に多く形成され、一方B試料では、A試料の場合と全く逆になる。すなわち、A試料ではB試料よりも不動化する転位の数が少なくなり、1つのすべり面での変形量が大きくなる。したがって、近接すべり面へのすべりの伝播速度は小さくてもすむことになり、A試料では σ_y が減少すると考えられる。

V. 結 言

Cdの2次錐面すべりによる降伏応力 σ_y の異常(正の)温度依存性の支配機構を考えるために、次の転位運動モデルを考えた。

(1) 転位源から増殖した $(c+a)$ の刃状転位は、熱活性化過程により、 $(c+a) \rightarrow c+a$ の反応にしたがって分解し、不動化する。

(2) そこで変形を続けるために、 $(c+a)$ のらせん転位

が、2重交差すべりを起こして近接すべり面にすべりを伝播する。

(1), (2)の機構を組み合わせると、SPCSの σ_y の異常温度依存性、および歪速度依存性は次のように解釈できる。温度が上昇し、刃状転位の不動化の頻度が高くなると、転位の平均運動距離が減少し、すべり帯内の歪量が減少する。そこで、外部からの $\dot{\gamma}$ を満足するためには、より速い速度で2重交差すべりを起こしすべりを伝播させるために、より高い応力が必要となり、 σ_y の正の温度依存性が生じる。また平均運動距離は、 $\dot{\gamma}$ に対してはほとんど変化しないので、各部からの $\dot{\gamma}$ が増加した場合には、すべりの伝播速度を増加させることで対応するため、より高い応力が必要となり、 σ_y の正の歪速度依存性が生じる。

また133 K以下の σ_y の負の温度依存性は、パイエルス機構支配により説明される。

文 献

- (1) 頓田英機, 川崎頼雄: 日本金属学会誌, **47**(1983), 284.
- (2) 頓田英機, 藤原俊嗣, 川崎頼雄: 日本金属学会誌, **47**(1983), 927.
- (3) 頓田英機: 日本金属学会会報, **25**(1986), 1038.
- (4) J. F. Stohr and J. P. Poirier: Philos. Mag., **25**(1972), 1313.
- (5) A. Akhtar: Scr. Metall., **10**(1976), 365.
- (6) J. Beuers, S. Jönsson and G. Petzow: Acta Metall., **35**(1987), 2277.
- (7) 安藤新二, 高島和希, 頓田英機: 日本金属学会誌, **53**(1989), 1105.
- (8) 箕西靖秀, 山口正治, 石岡俊也, 小岩昌宏, 諸住正太郎: 日本金属学会春期講演概要, (1980), 71.
- (9) Y. Minonishi, S. Ishioka, M. Koiwa, S. Morozumi and M. Yamaguchi: Philos. Mag. A, **45**(1982), 835.
- (10) M. H. Yoo and C. T. Wei: Philos. Mag., **13**(1966), 759.
- (11) P. B. Price: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, Interscience Publishers, (1963), 72.
- (12) P. J. Jackson: Philos. Mag., **35**(1977), 963.
- (13) T. Obara, H. Yoshinaga and S. Morozumi: Acta Metall., **21**(1973), 845.
- (14) 安藤新二, 釜 博文, 里 弘幸, 中村寛治, 高島和希, 頓田英機: 日本金属学会秋期講演概要, (1988), 675.
- (15) N. E. Paton and W. A. Backofen: Metall. Trans., **1**(1970), 2839.
- (16) V. V. Damiano, G. J. London and H. Conrad: Trans. Met. Soc. AIME, **242**(1968), 987.
- (17) C. G'Sell, G. Champier and Y. Iwasaki: J. Crystal Growth, **24**(1974), 527.
- (18) A. Ahmadi, J. Mitchell and J. E. Dorn: Trans. Met. Soc. AIME, **233**(1965), 1130.
- (19) D. Stahl and H. Margolin: Acta Metall., **32**(1984), 1817.
- (20) Ya. M. Soifer and V. G. Shteinberg: Phys. Stat. Sol. (a), **10**(1972), K113.
- (21) J. Friedel: *Dislocations*, Addison-Wesley Publishing Co. Inc., (1964), 72.