

# 超音波振動応力付加下での歪速度急変試験による塑性変形中の 転位と不純物との相互作用に関する研究

上月 陽一

埼玉工業大学工学部機械工学科

kohzuki@sit.ac.jp

## Study on the Interaction between a Dislocation and Impurities by Strain-Rate Cycling Test associated with Ultrasonic Oscillatory Stress during the Plastic Deformation

Yohichi KOHZUKI

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Saitama Institute of Technology

### Abstract

Strain-rate cycling tests associated with ultrasonic oscillation were conducted for the purpose of investigation on the interaction between dislocation and  $\text{Ba}^{2+}$  ions during plastic deformation of heat-treated  $\text{KCl}:\text{Ba}^{2+}$  (0.05mol% in melt) single crystals. The stress decrement ( $\Delta\tau$ ) due to oscillation and the stress change ( $\Delta\tau'$ ) due to strain-rate ( $\dot{\epsilon}$ ) cycling have been measured during plastic deformation of the specimen from 109K up to the room temperature. The plots of  $\Delta\tau$  and strain-rate sensitivity ( $\lambda = \Delta\tau' / \Delta \ln \dot{\epsilon}$ ) of flow stress have stair-like shape at low temperatures.  $\Delta\tau$  value ( $\tau_{p1}$ ) of first bending point at low stress decrement on  $\Delta\tau$  vs.  $\lambda$  curve has been considered to reflect the effective stress due to the dopants when a dislocation begins to break-away from the ions with the help of thermal activation. The value of  $\tau_{p1}$  tends to decrease with increasing temperature and approach to zero at the critical temperature around 300K for the specimen.

**Key Words:** moving dislocation, plastic deformation, strain-rate cycling tests, ultrasonic oscillation

### 1. 緒言

アルカリハライド結晶に 2 価陽イオンを混入すると、電気的中性を維持するためにそのイオンは陽イオン空格子点と強く結びつき<sup>1)</sup>ペアを組むことが予想される。その結果、そのペアの周りには大きな正方晶な格子歪場を形成する。そのペアを I-V (Impurity

-Vacancy) dipole と呼ばれている。アルカリハライドに不純物 (2 価陽イオン) を混入した結晶について、その母材中の微少量の不純物 (I-V dipole) が拡散あるいは凝集するとき、その不純物の状態が転位の運動する抵抗に強く影響すると報告されている<sup>2)</sup>。結晶材料の力学的性質は、結晶中に含まれるこのよ

うな欠陥の存在状態に強く依存する。その障害物と転位との相互作用はこれまで降伏応力<sup>3)-5)</sup>、耐力<sup>6),7)</sup>、微小硬さ<sup>8),9)</sup>、転位の直接観察<sup>10)-12)</sup>、内部摩擦<sup>13),14)</sup>や応力緩和<sup>15)</sup>などによって調べられてきた。しかし、これらの方法から塑性変形中の転位と不純物との相互作用を調べるのは困難である。ところが、KCl に Br や I を混入した単結晶を用いて Blaha 効果中に歪速度急変試験を行うと、塑性変形中の転位とその 1 価不純物との相互作用を調べられることがわかってきた<sup>16)</sup>。Blaha 効果とは、塑性変形中に超音波振動を付加させると静的変形応力が著しく小さくなる現象であり、ほとんど全ての実用金属で確認されている<sup>17),18)</sup>。この現象によって線引き・深絞り・圧延などの塑性加工を容易にするため、Blaha 効果は塑性加工技術に広く利用されている<sup>19)-21)</sup>。Blaha 効果は、これまで応力重畳機構などによって解釈されてきた<sup>22),23)</sup>。しかし、応力重畳機構によって解釈できない現象があり、その原因は振動を加えることによって転位片の平均長さが長くなることによるためと考えられている<sup>24)</sup>。ここでは、熱処理した KCl:Ba<sup>2+</sup> 単結晶を用いて、Blaha 効果中に歪速度急変試験を行い、運動転位に関する情報を得ることができるかどうか調べたので報告する。

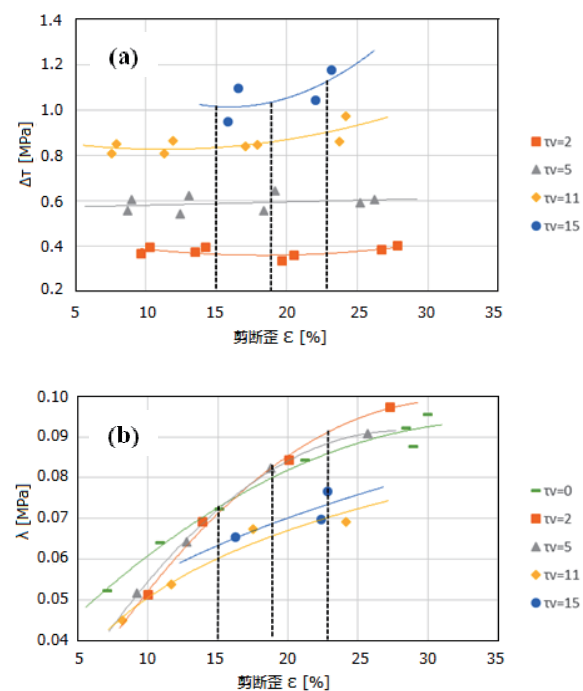
## 2. 実験方法

空气中で Kyropoulos 法により育成させた KCl:Ba<sup>2+</sup> (0.05mol%) 単結晶の結晶ブロックを 5×5×15mm<sup>3</sup> に劈開したものを、973K で 24 時間保持後に室温まで 40K/h で徐冷した。この熱処理は結晶中の転位密度をできるだけ取除くためである。さらに 673K で 30 分間保持し水冷後に、370K で 500 時間保持後に室温まで炉冷させた。これらの熱処理により、結晶中の不純物(Ba<sup>2+</sup>)の I-V dipole が少なくとも三量体<sup>25)</sup>を形成していると推察される。このような熱処理をした試料に 20kHz の超音波振動を圧縮方向<100>に 1 分から 2 分間断続的に付加させながらクロスヘッド速度 10μm/min と

50μm/min で歪速度急変試験を 109K から室温の温度範囲で行った。超音波振動付加による静的変形応力の低下量を  $\Delta\tau$ 、応力振幅を一定に保ちながら歪速度急変試験を行ったときの変形応力の増加量を  $\Delta\tau'$  とする。それに基づいて、試料の  $\Delta\tau$  と  $\lambda$  ( $\Delta\tau'/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ ) との関係について調べた。

## 3. 実験結果および考察

図 1 は 123K の試料について、剪断歪に対する  $\Delta\tau$  と  $\lambda$  の変化を示している。 $\Delta\tau$  は歪に対してあまり大きな変化はないようであるが、ある歪で応力振幅  $\tau_v$  が大きくなると増加している。一方、 $\lambda$  は全ての応力振幅で歪とともに増加し、ある歪で応力振幅が大きくなると  $\lambda$  は減少傾向のようである。

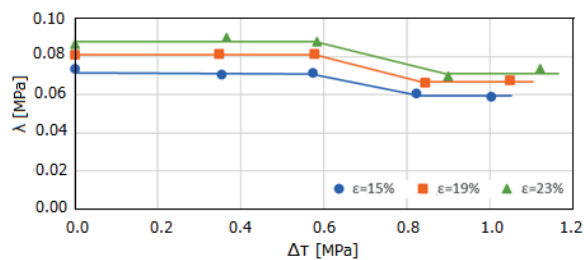


**Fig.1** Variation of (a)  $\Delta\tau$  and (b)  $\lambda$  with  $\epsilon$  at 123K and various stress amplitude for KCl:Ba<sup>2+</sup> (0.05 mol%).

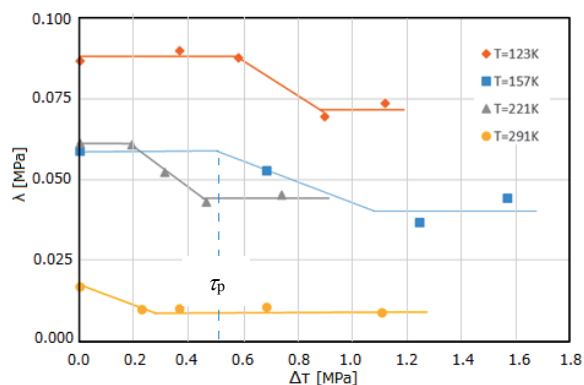
歪 15, 19, 23%での  $\Delta\tau$  と  $\lambda$  の値を図 2 にそれぞれプロットした。それらの関係図は階段状になっている。すなわち 2 屈曲点と 2 平坦部分があり、その 2 屈曲点間で  $\lambda$  は  $\Delta\tau$  とともに低くなっている。塑性変形中に室温で超音波

振動応力を加えると転位片の長さは増加し  $\lambda$  は減少すると報告されている<sup>26)</sup>。また  $\lambda$  は転位片の平均長さの逆数に関係している。従って、最初の平坦部では転位片の平均長さが一定であることを示している。ここでは、小さな応力振幅の振動では、転位片の平均長さに影響を与えないことを意味していると考えられる。応力振幅が大きくなるとその振動によって転位は不純物から離脱し始め、そのとき転位の平均長さは長くなり始める。このことによって、 $\lambda$  は最初の屈曲点の  $\Delta\tau$  で減少し始めると思われる。 $\Delta\tau$  と  $\lambda$  との関係図は、塑性変形中に林転位と不純物を含んでいるすべり面上を運動する転位におよぼす超音波振動の影響を表していると考えられる。

図2から、 $\Delta\tau$  と  $\lambda$  との関係は歪の増加とともに全体的に上に移動している。これは、転位の交切に依存した  $\lambda$  によるものと考えられる。

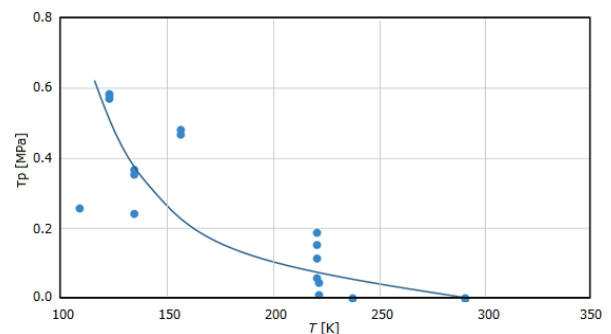


**Fig.2** Relationship between  $\Delta\tau$  and  $\lambda$  for KCl:Ba<sup>2+</sup> (0.05 mol%) at 123K and various shear strains.



**Fig.3** Relation between  $\Delta\tau$  and  $\lambda$  for KCl:Ba<sup>2+</sup> (0.05 mol%) at various temperatures.

図3は様々な温度での  $\Delta\tau$  と  $\lambda$  との関係である。図2のように、その関係図は低温度で階段状になっている。図3中の  $\tau_p$  は、最初の屈曲点の  $\Delta\tau$  値である。温度が高くなるとともに  $\tau_p$  は減少傾向にある。これは、応力振幅が小さいと転位が障害物である不純物から離脱できず平均転位長が変わらないためだと考えられる。そして室温ではその不純物は運動転位の障害として働かなくなるため、 $\tau_p$  は見られない。測定温度範囲内で KCl:Ba<sup>2+</sup> の  $\tau_p$  の温度依存性を図4に示す。温度増加とともに  $\tau_p$  は減少している。 $\tau_p$  では転位が不純物によるピン止めから振動応力によって離脱し始めるときの応力と思われる。その  $\tau_p$  がゼロになる臨界温度は図4から 300K 付近である。



**Fig.4** Dependence of  $\tau_p$  on temperature for KCl:Ba<sup>2+</sup> (0.05 mol%).

#### 4. 結言

熱処理した KCl:Ba<sup>2+</sup> 単結晶を用いて、Blaha 効果中に歪速度急変試験を行った。得られた結論を以下にまとめる。

- (1)  $\Delta\tau$  と  $\lambda$  との間には、低温で階段状の関係をしている。つまり、2 屈曲点と 2 平坦部があり、屈曲点間は  $\Delta\tau$  の増加とともに  $\lambda$  は減少している。
- (2) 歪の増加とともに  $\Delta\tau$  と  $\lambda$  との関係図は全体的に上昇している。これは、歪が大きくなると滑り面上の林転位の密度が増し、転位片の平均長さが減少することによるためと考えられる。
- (3)  $\tau_p$  値は温度減少とともに大きくなる傾向にあり、 $\tau_p$  が 0 になる臨界温度は

300K 付近である。

## 謝辞

本研究の遂行にあたり、実験補助いただいた埼玉工業大学工学部機械工学科 朝蔭 誠氏、天笠 稜平氏、新井 和也氏、江田 直樹氏、富沢 大樹氏に感謝いたします。

## 参考文献

- 1) H. Pick and H. Weber, Dichteänderung von KCl-Kristallen durch Einbau zweiwertiger Ionen, *Z. Phys.* **128** (1950), pp.409–413.
- 2) J. S. Dryden, S. Morimoto and J. S. Cook, The Hardness of Alkali Halide Crystals Containing Divalent Ion Impurities, *Philos. Mag.* **12** (1965), pp.379–391.
- 3) Yu. S. Boyarskaya, R. P. Zhitaru and N. A. Palistrant, Influence of the State of the Impurity on the Deformation-rate Dependence of the Yield Stress of NaCl:Ca Single Crystals, *Sov. Phys. Solid State*, **32** (1990), pp.1989–1990.
- 4) K. Okazaki, Solid-Solution Hardening and Softening in Binary Iron Alloys, *J. Mater. Sci.* **31** (1996), pp.1087–1099.
- 5) E. D. Tabachnikova, A. V. Podolskiy, S. N. Smirnov, I. A. Psaruk, and P. K. Liao, Temperature Dependent Me-chanical Properties and Thermal Activation Plasticity of Nanocrystalline and Coarse Grained Ni-18.75 at.% Fe Alloy, *IOP Conf. Series: Mater. Sci. Engng.* **63** (2014), 012105.
- 6) P. L. Pratt, R. P. Harrison and C. W. A. Newey, Dislocation Mobility in Ionic Crystals, *Disc. Faraday Soc.* **38** (1964), pp.211–217.
- 7) C. W. A. Newey, R. P. Harrison and P. L. Pratt, Precipitation Hardening and Dislocation Locking in Doped NaCl, *Proc. Brit. Ceram. Soc.* **6** (1996), pp.305–316.
- 8) M. G. Buravleva, G. Kh.Rozenberg, L. M. Soifer and E. F. Chaikovskii, Changes in the Flow Stress of LiF:Mg<sup>2+</sup> and LiF:Co<sup>2+</sup> Crystals during Precipitation of Solid Solutions, *Sov. Phys. Solid State*, **22** (1980), pp.150–152.
- 9) K. Narasimha Reddy and U. V. Subba Rao, Influence of Gadolinium Impurity on Microhardness of Host Alkali Halide Crystals, *Cryst. Res. Technol.* **19** (1984), pp.K73–K76.
- 10) T. Kataoka, H. Ohji, K. Kishida, K. Azuma and T. Yamada, Direct Observation of Glide Dislocations in a KCl Crystal by the Light Scattering Method, *Appl. Phys. Lett.* **56** (1990), pp.1317–1319.
- 11) T. Kataoka, The Light Scattering Topography Method: Direct Observation of Moving Dislocations, *Butsuri*, **47** (1992), pp.713–716 (in Japanese).
- 12) U. Messerschmidt, *Dislocation Dynamics during Plastic Deformation*, Springer-Verlag: Berlin, Heidelberg (2010).
- 13) T. Kosugi, Temperature Dependence of Amplitude-dependent Internal Friction due to Simultaneous Breakaway of a Dislocation from Several Pinning Points. *Mater. Sci. Engng. A*, **309-310** (2001), pp.203–206.
- 14) G. Gremaud, Dislocation-Point Defect Interactions. *Mater. Sci. Forum*, **366-368** (2001), pp.178–246.
- 15) A. A. Urusovskaya, A. M. Petchenko and V. I. Mozgovoi, The influence of Strain Rate on Stress Relaxation, *Phys. Status Solidi (a)*, **125** (1991), pp.155–160.
- 16) T. Ohgaku and N. Takeuchi, Interaction between a Dislocation and Monovalent Impurities in KCl Single Crystals, *Phys. Status Solidi (a)*, **134** (1992), pp.397–404.
- 17) B. Langenecker, Effects of Ultrasound on Deformation Characteristics of Metals. *IEEE Trans. Sonic and Ultrasonic*, SU-**13** (1966), pp.1–8.
- 18) O. Izumi, K. Oyama and Y. Suzuki, Effects of Superimposed Ultrasonic Vibration on Compressive Deformation of Metals. *Trans. JIM*, **7** (1966), pp.162–167.
- 19) A. Siddiq and T. El Sayed, Ultrasonic-assisted Manufacturing Processes: Variational Model and Numerical Simulations, *Ultrasonics*, **52** (2012), pp.521–529.
- 20) F. Makhadmeh, Phadnis, A. Roy and V. V.

Silberschmidt, Effect of Ultrasonically-assisted Drilling on Carbon-fibre-reinforced Plastics, *J. Sound Vib.* **333** (2014), pp.5939–5952.

21) K. F. Graff, Ultrasonic Metal Forming: Processing. In *Power Ultrasonics: Applications of High-intensity Ultrasound*; (edited by Gallego-Juarez, J. A.; Graff, K. F.) Elsevier; Cambridge, (2015) pp.377–438.

22) T. Endo, K. Suzuki and M. Ishikawa, Effects of Superimposed Ultrasonic Oscillatory Stress on the Deformation of Fe and Fe-3%Si Alloy. *Trans. Japan. Inst. Metals*, **20** (1979), pp.706–712.

23) T. Endo, M. Tasaki, M. Kubo and T. Shimada, High Temperature Deformation of an Al-5at%Mg Alloy under Combined High Frequency Stresses. *J.*

*Japan Inst. Met. Mater.* **46** (1982), pp.773–779 (in Japanese).

24) T. Ohgaku and N. Takeuchi, The Blaha Effect of Alkali Halide Crystals. *Phys. Status Solidi (a)*, **102** (1987), pp.293–299.

25) J. S. Cook and J. S. Dryden, An Investigation of the Aggregation of Divalent Cationic Impurities in Alkali Halides by Dielectric Absorption, *Proc. Phys. Soc.* **80** (1962) pp.479–488.

26) T. Ohgaku and N. Takeuchi, Study on Dislocation-Impurity Interaction by the Blaha Effect, *Phys. Status Solidi (a)*, **118** (1990), pp.153–159.

