

邻苯二甲酸二甲酯晶体中裂纹愈合效应的力学谱研究*

周恒为¹⁾²⁾ 王丽娜¹⁾ 郭秀珍¹⁾ 吴娜娜¹⁾ 张丽¹⁾ 张晋鲁¹⁾²⁾ 黄以能^{1)2)†}

1) (伊犁师范学院新疆凝聚态相变与微结构重点实验室, 伊宁 835000)

2) (南京大学物理系国家固体微结构重点实验室, 南京 210093)

(2009 年 5 月 22 日收到; 2009 年 6 月 16 日收到修改稿)

推广应用应力诱导裂纹和裂纹愈合的新方法(RMS-CH方法, Wu等, Appl. Phys. Lett. **92** 011918-1 (2008))于晶体材料的应力诱导裂纹和裂纹愈合过程的实时检测. 对邻苯二甲酸二甲酯晶体的测量结果表明, 在定升温速率条件下: 1) 裂纹愈合的速率随温度变化表现为较为尖锐的单峰, 对应的峰温可以作为裂纹愈合的特征温度 T_{ch}^c , 且 $T_{ch}^c = 206$ K; 2) 裂纹愈合速率峰是不对称的, 低温边宽而高温边窄, 即裂纹愈合在相对低的温度就已经开始, 并且低于 T_{ch}^c 的愈合量占总愈合量的比例较大. 上述结果与玻璃材料中的裂纹愈合行为极为相似, 但是 T_{ch}^c 比邻苯二甲酸二甲酯玻璃的裂纹愈合温度高一些. 另外, T_{ch}^c 远低于晶体的熔化温度, 表明其与正常的结晶过程有很大的不同. 值得指出的是, 观测到对应于晶体裂纹愈合过程的两个动力学损耗峰, 可以预期这对晶体裂纹愈合机理的研究无疑是有益的. 上述结果也表明了 RMS-CH 方法对晶体裂纹产生和愈合过程实时检测的可行性和有效性.

关键词: 裂纹愈合, 晶体缺陷, 力学谱

PACC: 8140E, 6170, 6200

1. 引言

大量研究表明, 晶体材料在实际生产及使用过程中, 其内部和表面容易产生裂纹. 裂纹的存在与扩展将会使材料的强度、韧性下降, 导致构件过早失效、剩余寿命降低、甚至造成灾难性事故. 因此深入晶体材料裂纹愈合研究, 形成系统的材料微裂纹愈合理论及成熟的愈合工艺, 对于促进材料智能化和提高材料使用寿命及安全性等将有重要的现实意义^[1-46].

晶体材料的裂纹主要出现在材料中的微结构附近, 如位错、层错等, 通过裂纹愈合效应研究可以获得材料微结构和微观相互作用的重要信息. 基于该信息, 为全面的了解材料的性质、并且对指导材料性能的改进和新材料的设计有重要的指导意义^[14, 15, 19, 27].

自 20 世纪 60 年代以来, 研究者们从多种角度

对晶体材料的裂纹愈合过程中裂纹形态变化、影响裂纹愈合的因素、裂纹愈合机理、以及相关研究方法等方面进行了较为广泛的研究, 并取得了一定影响的研究进展^[1-32]. 但是到目前为止, 无论是实时检测裂纹产生及愈合过程有效方法的研究还是裂纹愈合的微观机理的研究都有待于进一步探讨, 这是由于: 1) 现有的裂纹预制过程会受设备控温精度、加工精度及人为因素等影响, 使得所制试样的内部原始裂纹、裂纹愈合程度都有一定程度的随机性, 使观察结果的可重复性或多或少的降低. 要使不同试样具有随机性更小的原始裂纹, 以增强研究结果的可重复性, 需要探讨更为有效的裂纹预制方法. 2) 剖分试样观察法对裂纹产生和愈合的微观过程研究较为有效, 限制是对单个最多是少数裂纹的一部分结构原位观察; 疲劳测量法对裂纹产生和愈合完成后的材料总体性能检测更为有效, 实时检测裂纹愈合过程的细节是其弱点; 密度测量法由于灵敏度较低仅仅能够在裂纹较大或较多时进行实时检测; 超声

* 国家自然科学基金(批准号:10774064, 30860076), 新疆维吾尔自治区教育厅重点基金(批准号:XJEDU2007137)和新疆维吾尔自治区科技厅自然科学基金(批准号:200821104, 200821184)资助的课题.

† E-mail: ynhuang@nju.edu.cn; zjl@ylsy.edu.cn

C 扫描检测法同样受到灵敏度和裂纹对超声波的随机散射的限制,只能在裂纹密度较低时进行较大裂纹的实时原位检测.因此更为有效的新方法的探索一直是该领域的热点,因为它必然会从新的视角提供裂纹产生和愈合过程的新知识.3)现有裂纹愈合机理来源于研究者们根据不同的试验结果,从不同的角度提出的一些看法,每一种观点一般只能解释部分实验现象.甚至基于相同的实验结果,提出了完全不同甚至是相悖的机理.所以裂纹愈合的机理研究仍需深入.

近来,本课题组基于先期发明的液态簧振动力学谱(RMS-L)方法,设计了一种在玻璃材料中通过应力诱导裂纹、并且能够实时检测裂纹产生及裂纹愈合的方法(RMS-CH).RMS-CH方法继承了簧振动力学谱(RMS)高灵敏度检测的优点,同时可以实时检测裂纹产生和愈合过程的模量变化与耗散行为随温度和/或时间的变化^[46-52].值得指出的是,据作者所知,现有的裂纹产生和愈合过程的检测方法都不能检测裂纹产生和愈合过程的耗散行为,因此RMS-CH方法无疑是对现有方法的重要补充,特别是在相关机理的研究方面.

利用RMS-CH,本课题组已对玻璃材料的裂纹愈合随温度的变化规律进行了研究^[46,51,52].实验结果表明^[46,51,52],RMS-CH方法对玻璃材料的裂纹产生与愈合的实时检测的确是有效的,但是对晶体材料是否可行仍然需研究.因此,本文采用RMS-CH方法测量晶体材料中裂纹的产生特别是裂纹愈合过程,以期获得晶体裂纹愈合过程的信息,并且验证RMS-CH方法对晶体裂纹愈合效应的实时检测的可行性与有效性.

2. 实 验

2.1. 实验方法及测量原理

实验仪器为南京大学物理系自主知识产权的PJ-II型液态簧振动力学谱仪,实验方法为RMS-CH,其实验原理为^[46-52]:因样品与衬底的热膨胀系数不同,在降温过程中样品与衬底的收缩量不同,将会导致样品与衬底之间产生相对位移的趋势,从而会在样品内部产生应力.当应力超过样品所能承受的极限应力时,就会在样品内产生裂纹,造成样品的模量下降;在升温过程中,随着温度的升高,样品中分子

运动加强.温度升至玻璃化转变温度附近时,分子的可动性加剧,使得降温过程中产生的裂纹得以愈合,样品的模量表现为上升.直接测量参量是衬底的共振频率(f_s)和耗散因子(Q_s^{-1})、以及待测样品与衬底组成的复合体系的共振频率(f_c)和耗散因子(Q_c^{-1})随温度(T)或时间(t)的变化.结合文献^[46-52]所发展的RMS-CH测量理论,可以计算出待测样品的复杨氏模量 $Y^* = Y' + iY''$ 随 T 或 t 的变化,其中 Y' 为实模量或储能模量, Y'' 是与样品的耗散行为相对应的虚模量, i 为虚数单位.

由于本文的主要兴趣在于,对应于晶体中裂纹产生和愈合过程而导致的复杨氏模量相对变化,主要实验结果(图1和图2)使用的都是约化复杨氏模量 y^* ,

$$y^* \equiv Y^*/Y' |_{e,236\text{K}} = y' + iy'', \quad (1)$$

其中 $Y' |_{e,236\text{K}}$ 为如下所述邻苯二甲酸二甲酯晶体在236 K时的实模量.

2.2. 实验样品

实验所用的衬底材料为单晶硅,样品材料为邻苯二甲酸二甲酯(dimethyl phthalate).之所以选择这种物质,是因为随温度的升降,它既可以形成玻璃又可以结晶^[50-52].在本实验中2 K/min的速率降温条件下,邻苯二甲酸二甲酯并不会结晶,而是在低温形成玻璃.但在升温过程中,处于过冷液态的邻苯二甲酸二甲酯会在一定温度下结晶,这样就可以进行同种物质的晶态与玻璃态的裂纹愈合的对比研究.

2.3. 实验方案

用RMS-CH方法^[46,51,52],将一块单晶硅片置于RMS谱仪检测探头中作衬底,并将所要研究的邻苯二甲酸二甲酯材料置于它的正上方,并且保证它们之间以相互浸润的方式接触.然后对样品进行连续的多次降温和升温处理,具体地,第一次降温过程从室温(280 K)到80 K.室温时邻苯二甲酸二甲酯样品都为液态,80 K时它们都处于玻璃态;相继的第一次升温过程从80 K到样品处于晶态的某个温度(240 K);相继的第二次降温过程从240 K到80 K;相继的第二次升温过程从80 K到室温.温度控制由自行设计的冷源为液氮的系统完成,降温速率2 K/min,升温速率1 K/min.

为了提高测量的灵敏度和防止低温下空气对样品的污染,样品室被保持在 10^{-3} torr (1 torr =

1. 33322×10^2 Pa) 的真空环境中.

3. 实验结果与讨论

文献[50—52]给出样品邻苯二甲酸二甲酯在整个升温测温区内经历的四个显著过程,约在温度范围 230—250 K 之间对应于邻苯二甲酸二甲酯过冷液态的再结晶过程. 为了研究晶体的裂纹愈合过程,实验中先让样品连续进行第一次降温过程(从室温 280—80 K)和第一次升温过程(80—238 K),在这两过程显示了玻璃态材料的裂纹产生与愈合规律,其结果已在文献[51,52]中给出. 在邻苯二甲酸二甲酯晶体熔点 T_m 之下的 238 K 重新降温至 80 K(图 1(a)和(b)),而后再升温,该过程将显示了晶态材料的裂纹产生与愈合规律(图 1(c)和(d)).

图 1(a)和(b)所示的分别为邻苯二甲酸二甲酯晶体的约化实杨氏模量 y' 、约化虚杨氏模量 y'' (式(1))从 238 K 到 80 K 的降温结果. 其中,在 235 K 的 y' 不连续下降、以及对应 y'' 的微小变化过程,与玻璃材料的裂纹产生过程极为相似,对应晶体的裂纹产生过程. 低于该温度的 y' 和 y'' 的变化都很小,在邻苯二甲酸二甲酯玻璃的玻璃化转变温度附近,也

没有对应于玻璃化转变的 y' 硬化过程和 y'' 损耗峰^[50—52],表明邻苯二甲酸二甲酯样品的结晶度相当高. 另外,在 170 K 和 110 K 附近的 y' 和 y'' 的微小变化,可能是源于裂纹结构的微妙调整过程.

邻苯二甲酸二甲酯晶体从 80 K 到 290 K 升温过程的结果如图 1(c)和(d)所示. 其中,从 260—273 K 的 y' 快速软化到 0 的过程 K_m 和 y'' 损耗峰 P_m 表征的是邻苯二甲酸二甲酯晶体的熔化过程^[53—55]. 从 170 K 到 225 K 的 y' 的连续硬化过程 K_h 是本文要讨论的一个重点. 该过程表明邻苯二甲酸二甲酯晶体从低温(< 150 K)存在裂纹的模量较小状态连续硬化到一个高温(225 K)模量较大的状态,除了用晶体中的裂纹愈合来解释该过程外,至今我们还没有发现其他的可能解释,因此本文中我们认为该过程对应的就是邻苯二甲酸二甲酯晶体中的裂纹愈合过程.

为了深入分析晶体的裂纹愈合过程,这里对从晶态开始的升温过程(图 1(c))的 y' 随 T 的变化结果进行了如下的微分 dy'/dT 操作,结果如图 2 所示. 这是由于:1) dy'/dT 操作更能反映裂纹愈合过程中 y' 随 T 的变化细节. 2) 对本文实验的定升温速率测量,有 $dy'/dT \propto dy'/dt$. 在愈合区域中,可以想

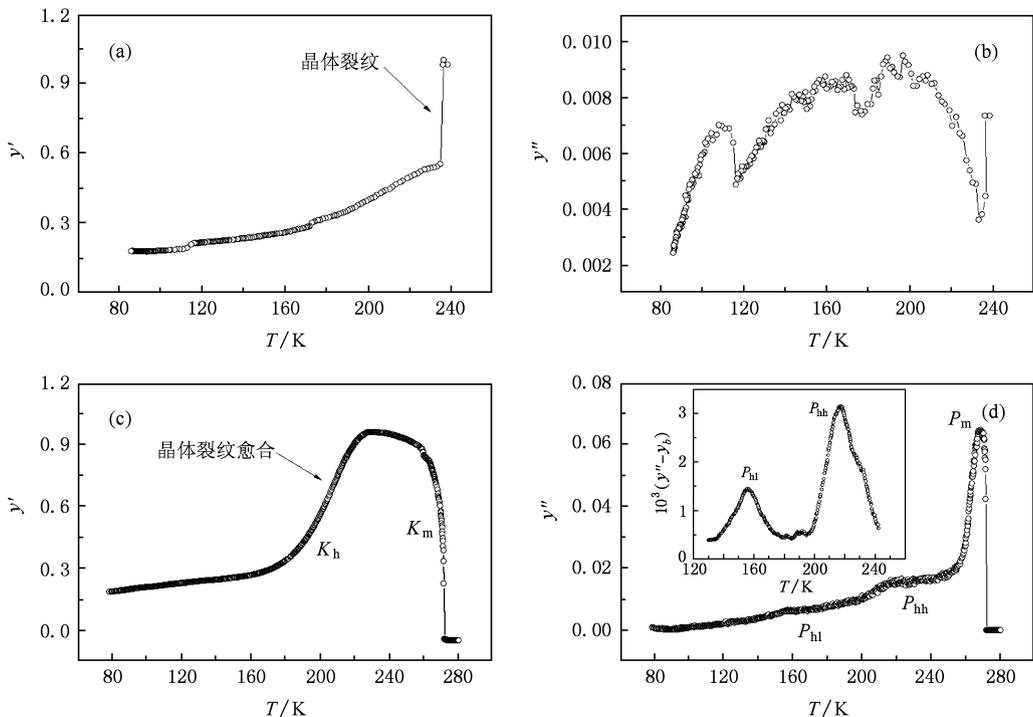


图 1 邻苯二甲酸二甲酯晶体从 238 K 到 80 K 的降温过程((a)和(b))和从 80 K 到 290 K 的升温过程((c)和(d))中,约化复模量的实部 y' 和虚部 y'' 随温度 T 的变化结果((d)的插图是从 120 K 到 240 K 的升温过程中, $y' - y_b$ 随 T 的变化结果,其中本底 $y_b = \{2.5 + 5.38 \times 10^{-4}(T/130 - 1) + 7.5(T/130 - 1)^2\}$)

象 dy'/dt 正比于裂纹的愈合率, 因此 dy'/dT 随 T 的变化反映了裂纹愈合率随 T 的变化, 如图 2 的插图所示.

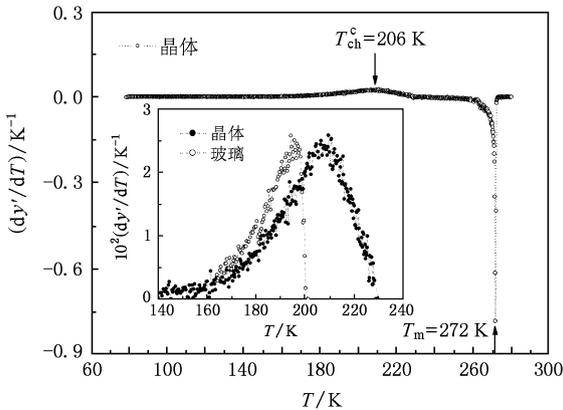


图2 邻苯二甲酸二甲酯晶体在升温过程中, dy'/dT 随温度 T 的变化结果(插图所示的是在裂纹愈合区, 邻苯二甲酸二甲酯晶体和玻璃的 dy'/dT (正比于裂纹愈合率)随温度 T 的变化结果)

从图2中可以发现, 邻苯二甲酸二甲酯晶体的裂纹愈合速率随温度变化的显著特征是表现出尖锐的峰, 即存在一个明显的最大值. 该最大值对应的温度可以作为定义裂纹愈合的特征温度, 即裂纹愈合温度 T_{ch}^c [51, 52]. 由图中的数据可以得到 $T_{ch}^c = 206$ K, 这表明晶体中的裂纹愈合在远低于晶体的熔化温度 T_m (272 K, 如图2所示) 已经完成. 从图中还可以发现, 裂纹愈合速率峰是不对称的, 低温边宽而高温边窄, 表明裂纹愈合在相对低的温度就已经开始, 并且占总的愈合量的比例较大. 反之高温裂纹愈合区域小, 占总愈合量的比例也小.

值得指出的是, 邻苯二甲酸二甲酯玻璃和晶体的裂纹愈合过程的总体特征极为相似(图2和文献

[51, 52]). 但是, 邻苯二甲酸二甲酯晶体的裂纹愈合温度 $T_{ch}^c = 206$ K 高于邻苯二甲酸二甲酯玻璃的裂纹愈合温度, 即玻璃化转变温度 $T_g = 195$ K. 如上文所述, 对邻苯二甲酸二甲酯晶体, 其裂纹愈合温度 T_{ch}^c 远低于晶体的熔化温度 $T_m = 272$ K, 表明其与正常的结晶过程有明显的不同.

需要强调指出的是, 对应于邻苯二甲酸二甲酯晶体裂纹愈合过程 K_h , 出现两个损耗峰 P_{hh} 和 P_{hl} , 如图1(d)的插图所示. P_{hl} 出现在 156 K 附近, 刚好对应于裂纹愈合率明显开始增加的温度, P_{hh} 出现在 218 K 附近, 对应于裂纹愈合率峰的高温边中部, 即裂纹愈合过程快要结束(图2的插图). 另外, 与对应于晶体熔化过程的 P_m 峰(图1(d))相比, P_{hh} 和 P_{hl} 小到 1/20—1/40. 文献[54, 55]已经证明, P_m 峰与相界面的运动有关, 对应峰顶(268 K)的畴区的大小 1—10 μm . 如果认为 P_{hh} 和 P_{hl} 来源于裂纹愈合的某种分子动力学耗散过程, 可以粗略估算出裂纹之间的距离 20—400 μm , 这是合理的数值^[46], 反过来也说明将 P_{hh} 和 P_{hl} 归因于裂纹愈合的合理性以及复杂性.

据作者所知, 本文所观察到的与晶体裂纹愈合过程有关的 P_{hh} 和 P_{hl} 峰, 是首次从动力学耗散的角度研究裂纹愈合过程的结果, 也可以预期, 对它们的深入研究, 必然会给出晶体裂纹愈合机理的重要启发.

感谢南京大学化学与化工学院薛奇教授所在课题组提供的邻苯二甲酸二甲酯样品与有益的讨论, 感谢美国亚力桑娜大学化学系 C. A. Angell 教授的极有启发的指导与讨论, 感谢杨震高级实验师和王小敏高级工程师对实验工作的指导与协助.

[1] Bronisz S E, Douglass D L 1970 *Phys. Stat. Sol.* **29** K95
 [2] Lange F F, Gupta T K 1970 *J. Am. Ceram. Soc.* **53** 54
 [3] Roberts J T A, Wrona B J 1973 *J. Am. Ceram. Soc.* **56** 297
 [4] Gupta T K 1976 *J. Am. Ceram. Soc.* **59** 259
 [5] Evans A G, Charles E A 1977 *Acta Metallurgica* **25** 919
 [6] Smith D L, Evans B 1984 *J. Geophys. Res.* **89** 4125
 [7] Scott C, Tran V B 1985 *Am. Ceram. Soc. Bull.* **64** 1129
 [8] Yasutake K, Iwata M, Yoshii K, Umeno M, Kawabe H 1986 *J. Mat. Sci.* **21** 2185
 [9] Ohya Y, Nakagawa Z E, Hamano K 1988 *J. Am. Ceram. Soc.* **71** C232

[10] Wang Z, Li Y Z, Harner M P, Chou Y T 1992 *J. Am. Ceram. Soc.* **75** 1596
 [11] Powers J D, Glaeser A M 1993 *J. Am. Ceram. Soc.* **76** 2225
 [12] Zhang Y H, Edwards L, Plumbridge W J 1998 *J. Am. Ceram. Soc.* **81** 1861
 [13] Ando K, Ikeda T, Sato S, Yao F, Kobayashi Y 1998 *Fatigue Fract Engng Mater Struct* **21** 119
 [14] Wei D B, Han J T, Xie J X 1999 *Materials Review* **13** 10 (in Chinese) [韦东滨、韩静涛、谢建新 1999 材料导报 **13** 10]
 [15] Wei D B, Han J T, Xie J X 2000 *Materials Review* **14** 37 (in Chinese) [韦东滨、韩静涛、谢建新 2000 材料导报 **14** 37]

- [16] Zhou Y Z, Qin R S, Xiao S H, He G H, Zhou B L 2000 *J. Mat. Res.* **15** 1056
- [17] White S R, Scottos N R, Moore J, Geublle P, Kessler M, Brown E, Suresh S, Viswanathan S 2001 *Nature* **409** 794
- [18] Lv J, Jin Z H, Zheng Z X, Ding H F 2001 *Journal of Inorganic Materials* **16** 535 (in Chinese) [吕 珺、金志浩、郑治祥、丁厚福 2001 无机材料学报 **16** 535]
- [19] Gao K W, Qiao L J, Chu W Y 2001 *Acta Metallurgica Sinica* **37** 118 (in Chinese) [高克玮、乔利杰、褚武扬 2001 金属学报 **37** 118]
- [20] Ando K, Furusawa K, Chu M C, Hanagate T, Tuji K, Sato S 2001 *J. Am. Ceram. Soc.* **84** 2073
- [21] Yang D Z 2002 *Intelligent Materials and Intelligent systems* (Tianjin: University of Tianjin Press (in Chinese) [杨大智 2002 智能材料与智能系统(天津:天津大学出版社])
- [22] Chen X X, Dam M A, One K 2002 *Science* **295** 1698
- [23] Ando K, Shirai Y, Nakatani M 2002 *J. Euro. Ceram. Soc.* **22** 121
- [24] Kessler M R, Sottos N R, White S R 2003 *Composite A* **34** 743
- [25] Kim Y W, Ando K, Chu M C 2003 *J. Am. Ceram. Soc.* **86** 465
- [26] Greenwood J A 2004 *J. Phys. D* **37** 2557
- [27] Zhang H L, Huang P Z, Sun J, Gao H 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 1143
- [28] Toohey K S, Sottos N R, Lewis J A, Moore J S, White S R 2007 *Nature Mat.* **6** 581
- [29] Kim H S, Kim M K, Kang S B, Ahn S H, Nam K W 2008 *Mat. Sci. Eng. A* **483-484** 672
- [30] Dementsov A, Privman V 2008 *Phy. Rev. E* **78** 021104-1-6
- [31] Caruso M M, Blaiszik B J, White S R, Sottos N R, Moore J S 2008 *Adv. Fun. Mat.* **18** 1898
- [32] Wool R P 2008 *Soft Matter* **4** 400
- [33] Chen D Y, Chen K J, Guo S H, Huang R, Huang X F, Li W, Ma Z Y, Wei D Y, Xu J, Xu L, Yao J, Zhou, J 2008 *Chin. Phys. B* **17** 303
- [34] Zhang J M, Huang Y H, Xu K W, Ji V 2007 *Chin. Phys.* **16** 210
- [35] Yin T, Zhou L, Rong M Z, Zhang M Q 2008 *Smart Mater. Struct.* **17** 015019
- [36] Cheng Z Q, Sun X W, Xia G Q, Li H Q, Sheng H M, Qian R 2000 *Acta Phys. Sin.* **49** 375 (in Chinese) [程知群、孙晓玮、夏冠群、李洪芹、盛怀茂、钱 蓉 物理学报 **49** 375]
- [37] Li Y C, Luo Z C, Wei D, Zhang G Y, Zhang H 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 444 (in Chinese) [李昱材、罗志成、魏 丹、张国英、张 辉 2009 物理学报 **58** 444]
- [38] Chen Z, Huo J L, Lu Y L, Wang Y X, Zhang J, Zhao Y, Zhen H H 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 631 (in Chinese) [陈 铮、霍进良、卢艳丽、王永欣、张 静、赵 彦、甄辉辉 2009 物理学报 **58** 631]
- [39] Cui C, Ma X Y, Yang D R 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 1037 (in Chinese) [崔 灿、马向阳、杨德仁 2008 物理学报 **57** 1037]
- [40] Gu S Y, Wu Q, Zhao H P, Zhou Z C 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 1025 (in Chinese) [顾苏怡、吴 倩、赵宏平、周正存 2008 物理学报 **57** 1025]
- [41] Li Y J, Xu A G, Yang Q L, Zhang G C, Zhao Y H 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 940 (in Chinese) [李英骏、许爱国、杨其利、张广财、赵艳红 2008 物理学报 **57** 940]
- [42] Jin H M, Felia Adriana, Aroyave Majorri 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 561 (in Chinese) [靳刊明, Felix Adriana, Aroyave Majorri 2008 物理学报 **57** 561]
- [43] Li W W, Sun K 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 1921 (in Chinese) [李万万、孙 康 2006 物理学报 **55** 1921]
- [44] Li W W, Sun K 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 6514 (in Chinese) [李万万、孙 康 2007 物理学报 **56** 6514]
- [45] Zhang G Y, Zhang H, Liu C M, Zhou Y J 2005 *Acta Phys. Sin.* **54** 1771 (in Chinese) [张国英、张 辉、刘春明、周永军 2005 物理学报 **54** 1771]
- [46] Wu W H, Zhang J L, Zhou H W, Guo X Z, Huang Y N 2008 *Appl. Phys. Lett.* **92** 011918-1-3
- [47] Ying X N, Yuan Y H, Zhang L, Huang Y N, Wang Y N, Wang X L, Zhou D S, Xue G 2006 *Rev. Sci. Instru.* **77** 053902-1-12
- [48] Huang Y N, Zhang J L, Ying X N 2006 *Progress in Physics* **26** 359 (in Chinese) [黄以能、张晋鲁、应学农 2006 物理学进展 **26** 359]
- [49] Ying X N, Yuan Y H, Zhang L, Huang Y N, Yang Z, Wang Y N 2006 *Progress in Physics* **26** 408 (in Chinese) [应学农、袁颖慈、张亮、黄以能、杨 震、王业宁 2006 物理学进展 **26** 408]
- [50] Zhou H W, Zhang J L, Huang Y N, Ying X N, Zhang L, Wu W H, Shen Y F 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 6547 (in Chinese) [周恒为、张晋鲁、黄以能、应学农、张 亮、吴文惠、沈异凡 2007 物理学报 **56** 6547]
- [51] Zhang J L, Zhang L L, Wu W H, Zhou H W, Guo X Z, Huang Y N 2008 *Appl. Phys. Lett.* **92** 131906-1-3
- [52] Guo X Z, Zhou H W, Zhang J L, Wu W H, Zhang J L, Huang Y N 2009 *Acta Phys. Sin.* **59** 417 (in Chinese) [郭秀珍、周恒为、张丽丽、吴文惠、张晋鲁、黄以能 2009 物理学报 **59** 417]
- [53] Mullin J W 1997 *Crystallization* (Oxford: Butterworth-Heinemann)
- [54] Huang Y N, Wang Y N, Shen H M 1992 *Phys. Rev. B* **46** 3290
- [55] Huang Y N, Li X, Ding Y, Wang Y N, Shen H M, Zhang Z F, Fang C S, Zhou S H, Fang P C W 1997 *Phys. Rev. B* **55** 16159

Study of crack healing effect in dimethyl phthalate crystals by mechanical spectroscopy^{*}

Zhou Heng-Wei¹⁾²⁾ Wang Li-Na¹⁾ Guo Xiu-Zhen¹⁾ Wu Na-Na¹⁾
Zhang Li¹⁾ Zhang Jin-Lu¹⁾²⁾ Huang Yi-Neng^{1)2)†}

1) (Key Lab of Phase Transitions and Microstructures of Condensed Matter Physics in Xinjiang, Yili Normal University, Yining 835000, China)

2) (Department of Physics and National Lab of Solid State Microstructures, Nanjing University, Nanjing 210093, China)

(Received 22 May 2009; revised manuscript received 16 June 2009)

Abstract

The recently developed method to detect the stress-cracking and crack healing of glasses in real-time (called the RMS-CH in short, Wu *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **92**, 011918-1 (2008)) is applied to the detections of crystals. The experimental results of dimethyl phthalate crystal indicate that, under the condition of constant heating rate; 1) the crack-healing rate shows a sharp peak as a function of temperature, the peak temperature can be taken as the characteristic temperature T_{ch}^c of the crack-healing, and $T_{\text{ch}}^c = 206$ K; 2) the peak is not symmetric, and the low temperature side is wider than the high temperature side, which means that the crack-healing has started at lower temperatures and the amount of healing below T_{ch}^c is more than that above T_{ch}^c . This behavior is similar to that in glasses, but T_{ch}^c is higher than that of glassy state. Moreover, T_{ch}^c is much lower than the melting point of the crystal, which indicates that the crack-healing mechanism is quite different from that of recrystallization. We would like to point out that two dynamical loss peaks related to the crack-healing process are observed for the first time, which will be helpful to the understanding of the mechanisms. The above results also show the feasibility and validity of the RMS-CH method to investigate the stress-cracking and crack-healing in crystals as in glasses.

Keywords: crack-healing, defects in crystals, mechanical spectrum

PACC: 8140E, 6170, 6200

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 10774064, 30860076), the Key Foundation of Xinjiang Education Department (Grant No. XJEDU2007137), and the Natural Science Foundations of Xinjiang Science and Technology Department (Grant Nos. 200821104, 200821184).

[†] E-mail: yn Huang@nju.edu.cn; zjl@ylsy.edu.cn