

## 關於錫單晶體的微蠕變\*

錢 臨 照      劉 民 治

(中國科學院應用物理研究所)

## ON THE MICRO-CREEP OF TIN SINGLE CRYSTALS

TSIEN LING-CHAO and LIU MIN-CHICH

(Institute of Applied Physics, Academia Sinica)

1936 年 B. 賈爾曼<sup>[1]</sup>曾在錫的單晶體上加一個比它的屈服點低得很多的負載,發現晶體在即速伸長之後,能繼續地慢慢伸長。這現象有類似於晶體在範性部分的蠕變;而現在的蠕變現象發生在所謂晶體的彈性部分。賈爾曼稱這個現象為晶體的微蠕變。

顯然,微蠕變是反映在所謂彈性部分中晶體中質點運動的情形。通常理解為:晶體的負載超過了它的一定臨界切脅強便開始滑移。那麼在臨界切脅強之前,晶體內部的質點是否像一般所理解僅作彈性的位移?是否當晶體的負載達臨界切脅強時,晶體中質點才突然發生不可逆的位移?這些都是研究晶體滑移機構的、特別是研究滑移開始階段的機構的人所應注意的。

我們所用的晶體伸長計<sup>[2]</sup>,能讀出  $10^{-7}$  厘米數量級的長度變更。試樣長度約為 3 厘米左右。由於儀器的靈敏度甚高,實驗溫度的微小變化都對它有影響,故必須有很好的控制。我們曾將試樣放在油槽裏,油槽的溫度用精密恆溫器來控制到  $\pm 0.002^{\circ}\text{C}$ 。但溶液的攪動嚴重地妨礙了儀器的穩定性。而且我們所用的油質對金屬晶體是否會發生烈秉傑爾效應<sup>[3]</sup>,一時還很難判斷。因此我們最後還是在空氣中做此實驗,而不用恆溫器;只是嚴格地控制實驗室的环境條件。我們可以使實驗在兩小時內進行完畢而室溫改變只在  $\pm 0.005^{\circ}\text{C}$  以下。為了要時時校驗我們的伸長計是否正常,我們用一根冷拔的多晶體鉛線作為標準試樣。多次的實驗證明在我們的實驗過程中儀器的準確程度是不變的。我們所用的錫是德國 J. D. Riedel-E. de Haën A. G. 出品的,據化驗所得的結果,主要的雜質是銻 0.03%,銅 0.03%,鉛 0.44%;因此,錫的純度約為 99.50%。

我們用垂直移動電爐從熔融體中製出我們所需的錫單晶體。單晶體的模子為一玻璃管,所做成的單晶體直徑為 2 毫米長約 8 厘米。用 5% 的三氯化鐵水溶液浸蝕

\*1956 年 2 月 24 日收到。

後來檢查晶體生長得完整與否,同時還用 X-射線照相來看勞厄斑是否有星芒。

我們曾經首先作出錫單晶體的切脅強-切脅變曲線。從曲線可以看出它的臨界切脅強約在 110—120 克/毫米<sup>2</sup> 之間。將 100 克的負載(約相當臨界切脅強的 1/6)作用於試樣上,試樣即速脅變達  $22 \times 10^{-6}$  後,即開始微蠕變,30 分鐘之後試樣脅變較前增加達  $3.5 \times 10^{-6}$ 。去負載後晶體的脅變立即減小到  $4.5 \times 10^{-6}$ ,此後晶體長度繼續減小,經過 30 分鐘之後剩餘脅變為  $2.6 \times 10^{-6}$ (圖 1 曲線 I)。從這條曲線我們可以首先肯定錫單晶體微蠕變的存在。取去負載之後,是否還能回復到晶體的原來長度

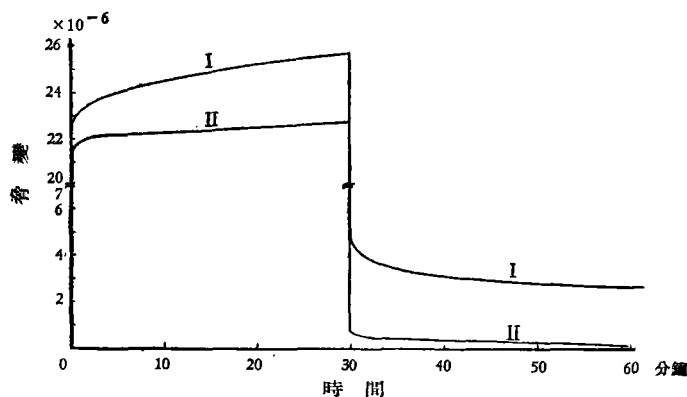


圖 1

呢?由於在長時期內維持溫度恆定的困難,我們沒有在這個實驗裏得出直接的答覆。但從這條曲線的傾向看來,回復到原有長度是有困難的。若在另一試樣,它的微蠕變不

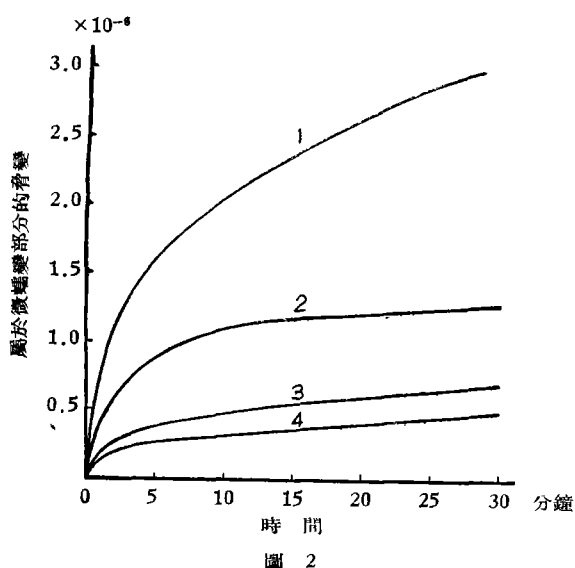


圖 2

大,則取去負載後,能回復到原長度的傾向是很大的(圖 1 曲線 II)。關於這一點,賈爾曼在他的文章中沒有談到。加工後雖然沒有退火,但是經過一年以上的純鉛多晶體<sup>[2]</sup>,證明它能回復到原長度;而經過新冷加工的純鉛單晶體,則不能回復到晶體的原來長度。

若將一錫單晶體連續作幾次微蠕變量測,所用試樣的大小及負載是和以前實驗相同,在每兩次實驗之間相隔時間為 24 小時左右,所得的結果是微蠕變量逐次下降(圖 2)。這

好像單晶體在彈性形變階段中經過微蠕變的過程有“硬化”的現象發生。

這一結果和賈爾曼所得的有顯著的不同。在賈爾曼的實驗中，他申明錫單晶體的微蠕變的性能雖然在多次加負載之後能恢復原狀，只要在取去試樣上的負載之後等待幾小時，或以短時間在試樣的所謂  $\beta$  區域上加一個較大的負載。因此他說在他所得脅強-蠕變初速率曲線中（即 [1] 中圖 3），各點的測定次序是可以前後顛倒而結果還是一致的。在我們這個實驗中，兩次的測定相隔 24 小時，假使由於第一次的微蠕變所致的剩餘脅變可以完全消失的話，那麼經過這麼長的時間，剩餘脅變的消失顯然可以接近完成。剩餘脅變的消失可以說明晶體內部的許多質點經過暫時的移動後，又各各恢復到原來的位置上。當然，它的能量組態也同時回復到原來的狀態。因此，晶體的各種性質都應回復原來固有的性質。然而現在實驗所得第二次的微蠕變就和第一次的不一樣。其理由只有一個，晶體經過第一次的微蠕變後，雖然隔了 24 小時之久，晶體內部質點與能量的組態，並未能完全恢復原來的狀態。

在圖 2 中，錫單晶體在彈性形變的階段中經過微蠕變的過程所表現出來的“硬化”現象和兩次實驗所間隔的時間有什麼關係呢？如果一個錫單晶體在二小時之內連續做三次微蠕變的實驗，所得的曲線依次如圖 3 中的 I, II, III。此後如間隔 24 小時再做同樣的一次微蠕變實驗，則得曲線 IV。曲線 IV 位於曲線 II、III 之上，但在曲線 I 之下。這個實驗說明，由微蠕變所引起的“硬化”確實是晶體在微蠕變過程中質點有所遷移。而當去負載之後，質點恢復原來位置的程度隨所間隔時間的長短而不同。另一方面，這實驗也能證明這裏所觀察到的“硬化”現象，並非由於晶體表面上有氧化膜存在所導致的結果。因為氧化膜隨時間而加厚，“硬化”也應隨時間而增大才對。

圖 4 中有八條微蠕變的曲線，是從一個錫單晶體試樣上得出的。每兩條曲線之間所間隔的時間在圖中已有說明。從這裏我們可以清楚

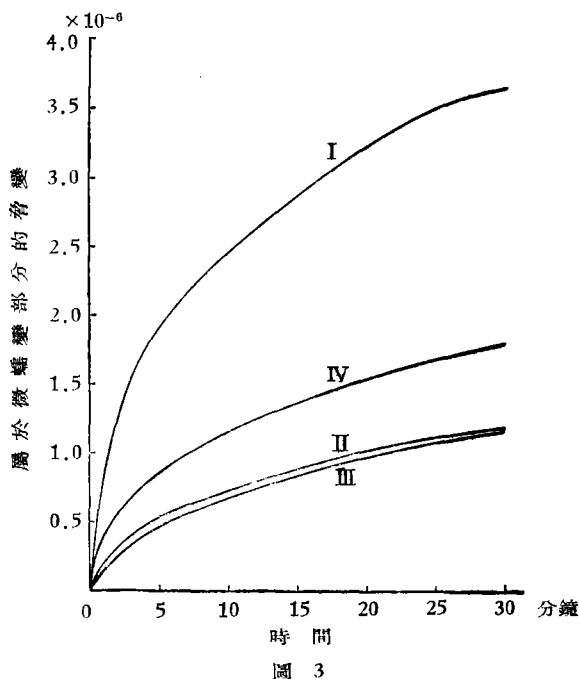


圖 3

地看出,錫單晶體在微蠕變中所表現出來的“硬化”,確實是有個極限值的。換句話說,在微蠕變過程中如果脅變量大,晶體是不可能、或者難於恢復原來的微蠕變性的;脅變量小,則可以、或者幾乎恢復原來的微蠕變性的。

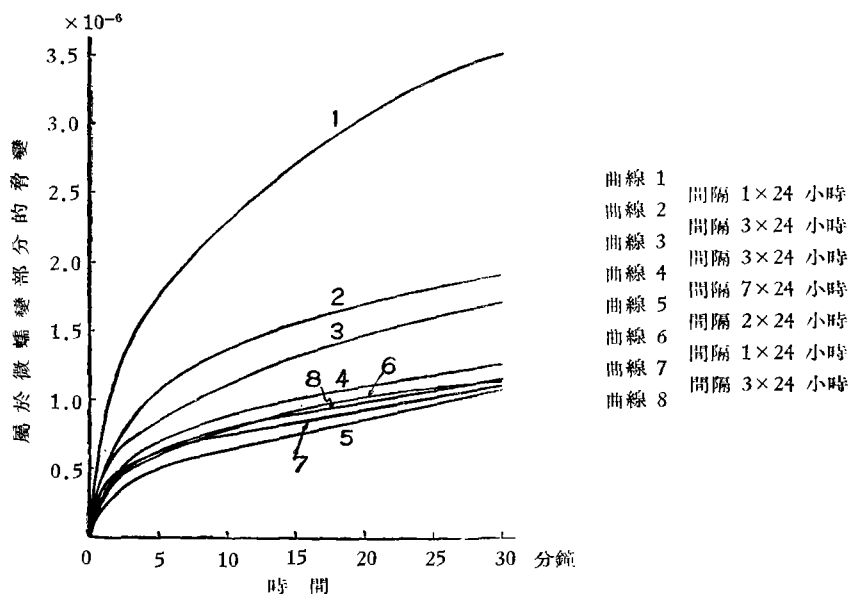


圖 4

從上面微蠕變及滯彈性的實驗看來,錫單晶體在受到小於它的臨界切脅強的負載之下,經過了微蠕變的過程,有兩種情形:一種是晶體經過小量的微蠕變後,取去負載晶體內部質點組態仍能恢復到原來的狀態。一種是晶體經過較大的微蠕變後,取去負載晶體內部質點組態不能恢復原來的狀態。這兩種的區分點,約在微蠕變所導致的脅變  $\sim 1 \times 10^{-6}$  左右。在滯彈性實驗中,去負載後晶體是否能恢復到原來的長度,是和微蠕變實驗中經幾次加上和去掉負載後微蠕變性質是否有變化有密切關係的。

錫單晶體在室溫下,經不同時間的熟煉,能或多或少地恢復微蠕變的性質的。例如在圖 4 中第 4, 5, 6, 7, 8 曲線並不按照逐漸減小的規律進行的,而是按兩次實驗所隔日期之長短來恢復。由此可以知道,即使在室溫下,長時間的熟煉也能使晶體部分地恢復微蠕變的性質。

錫單晶體在甚小脅強之下所進行的微蠕變如果為量不大,則晶體內部質點的運動顯然是可逆的。這種可逆的質點運動,不可能完全是彈性的(因為實驗證明質點這種可逆的運動是以滯彈性的形態反映出來的)。我們以為這種質點的可逆運動,可能是晶體中某種缺陷有可逆的位移。我們知道,在沒有晶粒間界的單晶體中,存在着類似嵌

鑲結構的缺陷，這種缺陷的運動性是很大的。在錫單晶體中由微蠕變所導致的脅變約  $< 1 \times 10^{-6}$  時，它在滯彈性中所表現出來的是可逆剩餘脅變，或在微蠕變中所表現出來的是它的微蠕變性質的可回復性。這一階段晶體內部質點的運動，可能是屬於類似嵌鑲結構之間缺陷的可逆性運動。當負載加大使由於微蠕變所導致的脅變超過  $1 \times 10^{-6}$  時，滯彈性的行為便顯出了部分的不可逆性，或在微蠕變過程中顯出了“硬化”現象。我們可以把這一階段晶體內部質點的運動歸之於兩嵌鑲塊的相對運動超出了某一距離而當負載去掉時，有部分的脅變是不可逆的了。

顯而易見，晶體中缺陷的運動性和雜質的存在是有極大的關係的。一般說來，晶體中雜質的擴散比起晶體的自擴散要來得大。在單晶體形成的過程中，雜質原子很可能位置在缺陷結構例如嵌鑲結構之中，或在它的近旁。晶體在受外力作用之下，雜質原子對缺陷結構所起的交互作用能使缺陷結構易於活動。欲得這樣的結果，雜質原子與缺陷結構應有適當的配合。過多雜質原子的存在，將反而妨礙這種缺陷結構的活動。不但這樣，在微蠕變過程中，晶體中質點位移之可逆程度也將隨雜質原子存在的數量而不同。賈爾曼所用的材料的純度，比我們所用的大一個到二個數量級。在他的實驗中他就不容易發現質點位移在微蠕變過程中的不可逆性，而在我們的實驗中只需脅變超過  $1 \times 10^{-6}$  時就可覺察到它的不可逆性了。

我們用同一種材料所做成的幾個錫單晶體，它們的第一次微蠕變量可以是不相同的。這顯然是嵌鑲塊間缺陷和晶體的取向有密切聯系的，但可能還有一個因素：由於在製造單晶體過程中偶然條件的不同（特別是熱處理吸收氣體及雜質分佈條件的不同），因而產生不同的嵌鑲塊結構。

微量的雜質原子存在於晶體之中影響了晶體的微蠕變。因此，單晶體的微蠕變的定量測定，或許可以用來檢查高度純金屬中雜質原子的含量與其分佈。

### 參 考 文 獻

- [1] Chalmers, B., *Proc. Roy. Soc. (London)* **A 156** (1936), 427.
- [2] Tsien, L. C. (錢臨照) and Ho, S. A. (何壽安), *Science Record (科學記錄)* **3:7** (1950), 67.
- [3] Лихтман, В. И. и Ребиндер, П. А., *Изв. АН СССР, Сер. Физ.* **17** (1953), 313. (物理譯報 **1:2** (1954) 89)

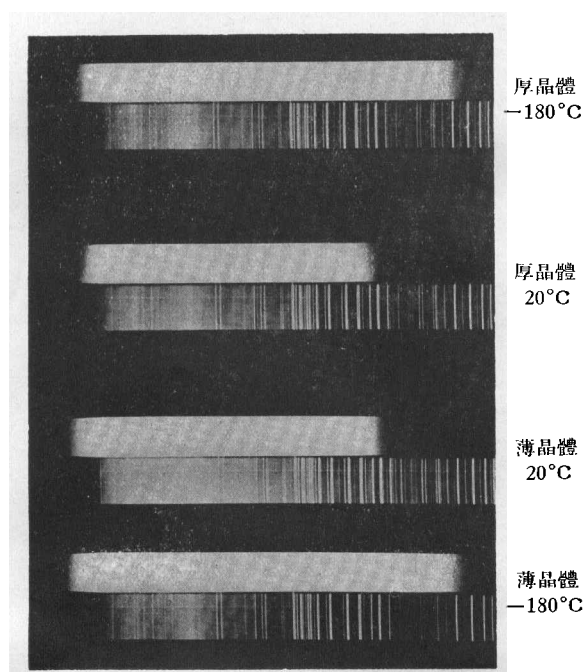


圖 1. CdS 單晶體本微吸收邊的移動

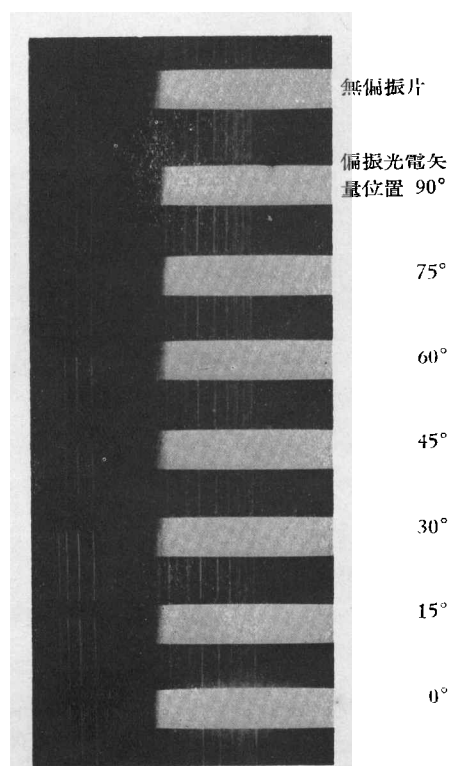


圖 2. 薄的 CdS 單晶體在室溫下, 天然光吸收邊的偏振情況

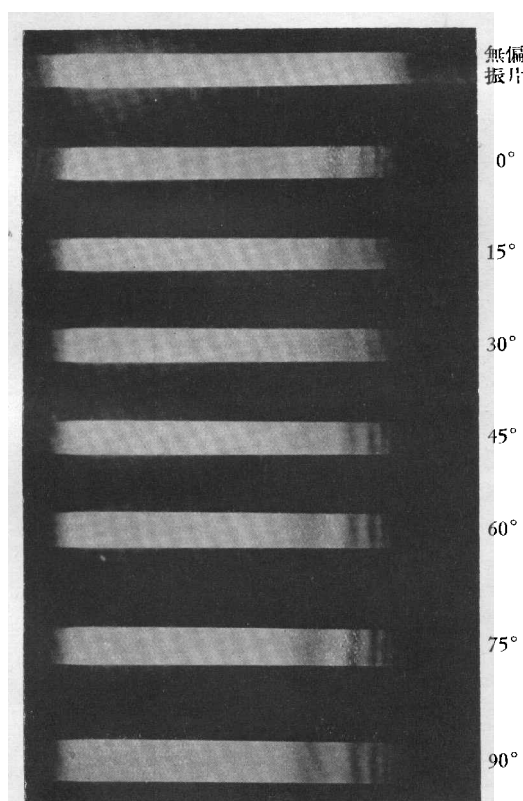


圖 3. 薄的 CdS 單晶體在液態空氣溫度下偏振光的吸收光譜

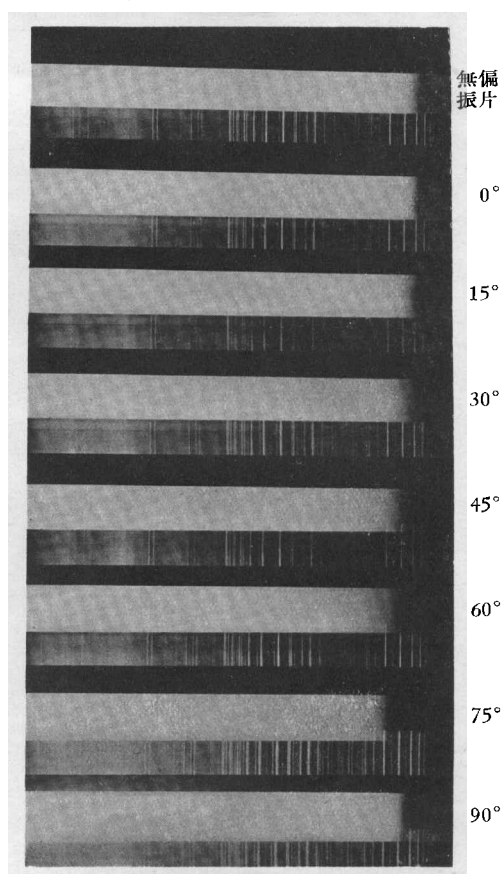


圖 4. 厚的 CdS 單晶體在液態空氣溫度下偏振光的吸收光譜

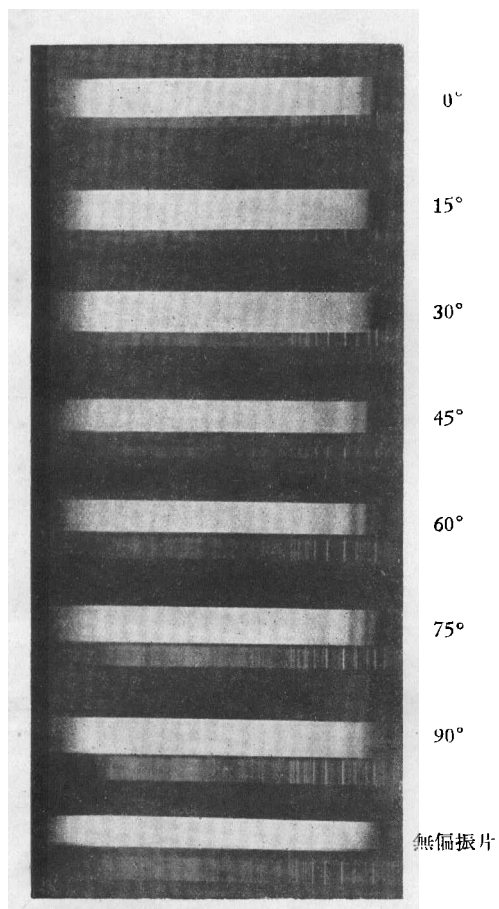


圖 5. 薄的 CdS 單晶體在室溫下偏振光的吸收光譜

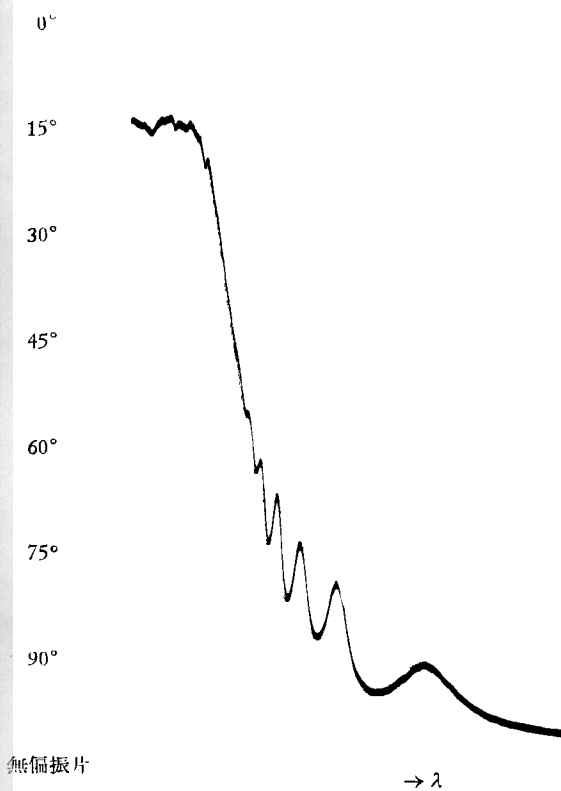


圖 6. CdS 單晶體激子光譜類氫系強度分佈