

# 堵塞效应在晶体结构分析上的应用

魏成连

(中国科学院高能物理研究所)

## 一、引言

我们知道,晶体中的原子或分子是按一定方式有规律排列的。如果从某一方向看,可以观察到晶轴与晶轴之间或晶面与晶面之间有比较宽的间隙,这间隙称为沟道。当带电粒子进入单晶体时,可以观察到沟道效应和堵塞效应<sup>[1]</sup>。

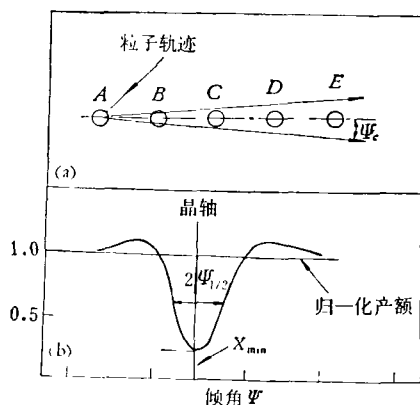


图1 原子晶轴的粒子堵塞(a)和角产额分布(b)示意图。 $\psi_{1/2}$ ——堵塞半角,  $X_{min}$ ——最小产额

当束流偏离晶轴大于某临界角入射时,则有一些粒子会跟晶轴上的原子(图1(a)中的A原子)发生一个大角度散射<sup>[2]</sup>。被散射的粒子显得好像是从原子A中心发射出来的,而且从邻近的原子核B通过,以及进一步偏离晶轴上的原子C、D...结果使靠近晶轴的粒子几率非常小,散射产额的分布在这个结晶轴上表现出一个“坑”(见图1(b)),这种现象叫做“轴堵塞效应”。如果这种现象发生在晶面上,叫做“平面堵塞效应”。堵塞半角 $\psi_{1/2}$ 和最小产额 $X_{min}$ 的理论值可以根据文献[1]计算。

物理

单晶的堵塞图形常用照像底片、核乳胶和醋酸酯硝酸径迹片来记录。从单晶散射出来的粒子在其上产生反映晶体结构特征的图形。图2是用本所静电加速器产生的质子和 $\alpha$ 粒子从Si, GaAs散射时记录下来的堵塞图形照片。图上的线和点分别表示结晶平面和晶轴。

本文主要从堵塞图形的几何特性、堵塞线强度、相的鉴别和晶格的微小变形等方面对晶体结构进行简单分析。

## 二、实验

实验装置如图3所示。质子或者 $\alpha$ 粒子由加速器出来经过磁分析器的弯曲进入靶室。能量为几百KeV左右的粒子束流通过 $\phi=0.5\text{mm}$ 孔的钽片(有的是0.2或0.3mm的孔<sup>[3,4]</sup>,视束流的强度而定)进行准直,靶晶面方向[如 $\langle 111 \rangle$ ]偏离束流方向约几度。靶流用电流积分仪计数,流强约几毫微安。靶室真空度约 $10^{-6}$ 托,采用液氮冷阱。靶室要清洁,最好采用无油系统,避免由于污染晶体表面而造成堵塞图形模糊。

探测器是用本所做的醋酸酯硝酸片。它放在距离靶晶面为20—30mm和跟靶晶面大致平行的地方,径迹探测器的灵敏面对着靶晶面方向,以记录经过背散射出来的粒子。

靶晶体处理的好坏对实验有很大的影响。晶体表面处理得好,“堵塞图形”清楚。晶体按一定方向切割后,经过金刚砂由粗到细地研磨,表面磨得平整,并用去离子水清洗干净,然后用化学液腐蚀,经一定时间后,再清洗干净,最后烘干(或用干燥氮气吹干<sup>[4]</sup>),保存在干燥缸里,有条件的可保存在真空室里。

径迹探测器记录到的背散射的堵塞图形,

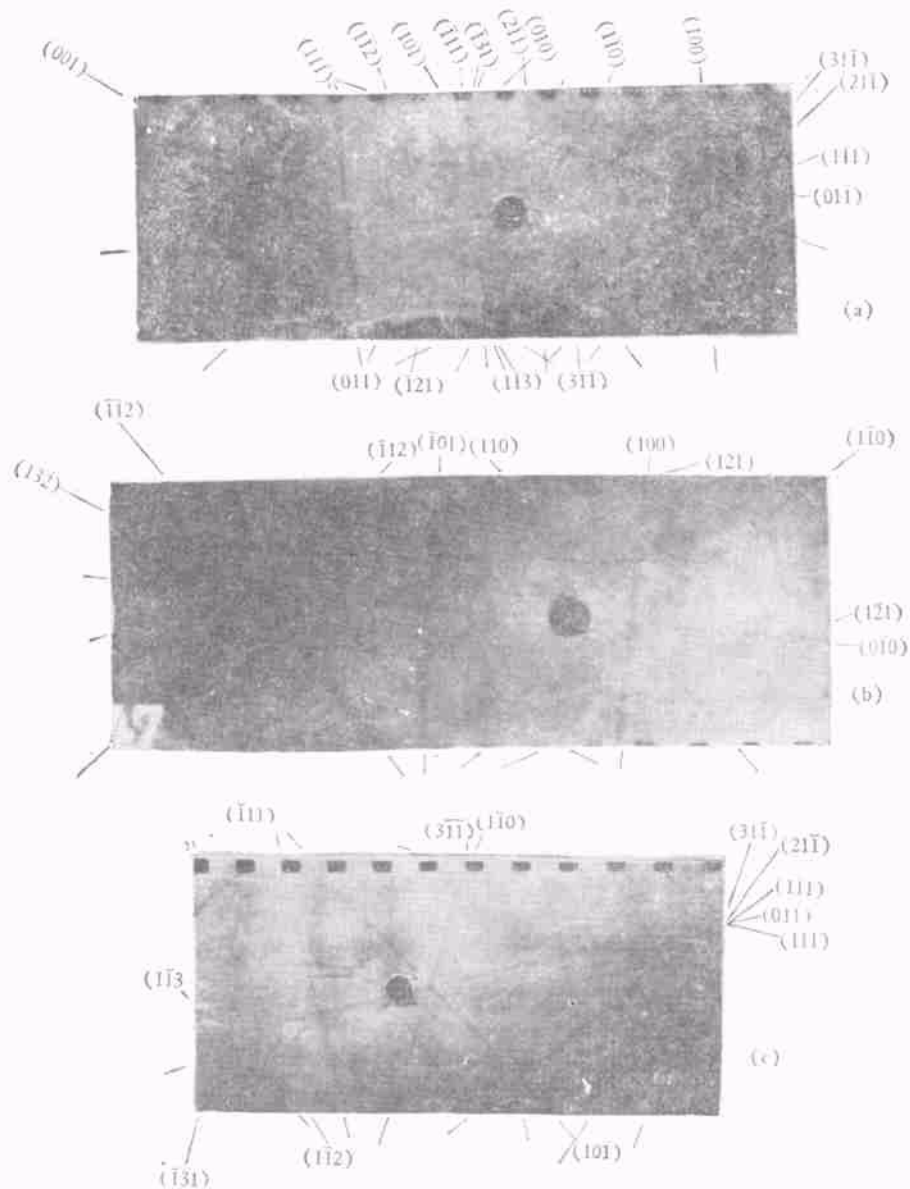


图2 在本所静电加速器上做的单晶堵塞图形。图中的黑圆点是束流穿过的孔。(a) Si 的  $\langle 111 \rangle$  方向  $\alpha$  粒子堵塞图形, 入射能量  $E_\alpha = 530\text{KeV}$ ; (b) GaAs 的  $\langle 001 \rangle$  方向  $\alpha$  粒子堵塞图形, 入射能量  $E_\alpha = 530\text{KeV}$ ; (c) Si 的  $\langle 111 \rangle$  方向质子堵塞图形, 入射能量  $E_p = 400\text{KeV}$

从靶室里拿出来时, 用肉眼是看不到的, 必须经过化学液蚀刻后才显出点和线的堵塞图形。图形上的线或点可用显微密度计测出其密度分布(图4), 由此可以估计出  $\varphi_{1/2}$  的大小; 用面积仪可以测出“堵塞坑”的面积, 表示线或点的强度。

径迹探测器上的图形可用照像机拍摄复制, 显出直观的堵塞图形(图2)。

### 三、堵塞图形的分析

经过准直的离子束射在晶体上时, 会在晶体的前向、侧面和背后产生散射。上面提到, 如果在晶体散射的路径上放置乳胶片或其它荧光屏, 则会在其上产生堵塞图形, 这种图形含有结晶学的信息<sup>[3]</sup>。

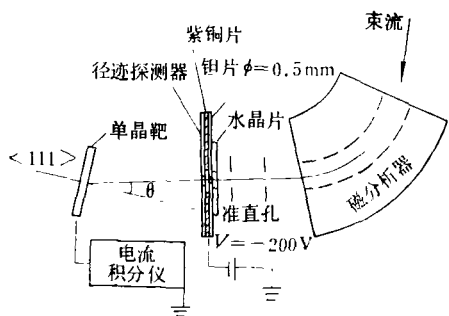


图3 实验安排示意图

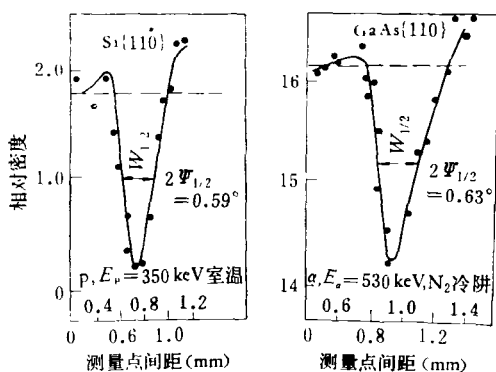


图4 Si、GaAs 堵塞图形上{110}线的密度变化曲线

径迹片上的图形是由密度较少的直线和点组成。其中线的位置是结晶平面的延伸，而点的位置是结晶轴的延伸(也是线的交叉点)。

### 1. 图形的几何性质

#### (1) 对称性

所有的图形都是中心对称的<sup>[5]</sup>。这个中心就是靶晶面的法线跟屏的交点(如图5中屏上的C点)。晶轴 $\langle hkl \rangle$ 与束流夹角 $\theta$ 愈小,得到的图形愈对称,反之则愈不对称。图6是立方晶体 $\langle 111 \rangle$ 轴晶向相对束流不同倾角 $\theta$ 的堵塞图形示意图。随着 $\theta$ 的增大,堵塞图形上的 $\langle 111 \rangle$ 轴点远离束流穿透孔。

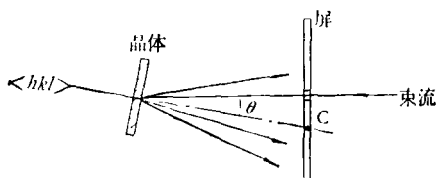


图5 晶轴中心C示意图

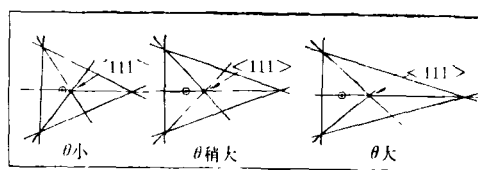


图6 立方晶体的 $\langle 111 \rangle$ 轴晶向相对束流不同倾角 $\theta$ 时堵塞图形的变化示意图(○为让束流穿透的孔)

#### (2) 晶体定向

利用堵塞图形可以快速地对晶体进行定向<sup>[2]</sup>。在晶体的散射束路径上放有涂有荧光物质之类的玻璃板,作为靶室的观察窗(图7)。晶体装在测角器上,可在真空室外操作,因此可以直接从真空室外观察到动态的堵塞图形。若屏上标有已知的校正图形,便可使晶体动态定向到最好的程度。因此可根据不同晶向的特征图形来进行晶体定向。例如立方晶体的 $\{110\}$ 面为菱形, $\{100\}$ 面的正方形, $\{111\}$ 面为正三角形(图8—10),还可以对外延生长和表面层结构进行分析而无需去掉衬底。图11为蒸发在云母解理面上的外延金晶体 $\{111\}$ 面粒子的堵塞图形,图中两个叠加的 $\{111\}$ 面典型图形,证实晶体是由彼此为 $180^\circ$ 向的孪生晶体构成。

晶体定向也可以用晶体沟道的穿透束,但

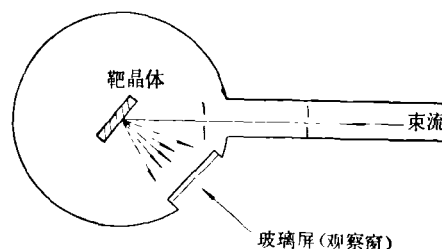


图7 定向晶体靶室示意图

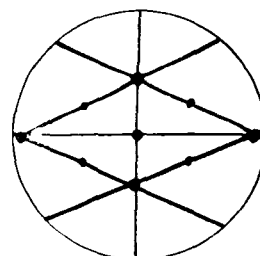


图8 W的 $\{110\}$ 面粒子堵塞图形

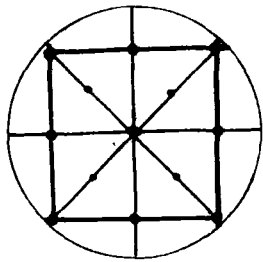


图9 MgO解理面{100}面粒子堵塞图形

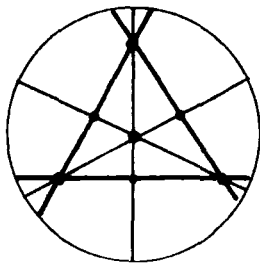


图10 Si的{111}面粒子堵塞图形

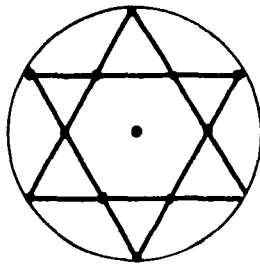


图 11

这里要用到薄单晶片,其制备比较困难。这种方法使用的观察屏是放在晶体的后面,让穿透束打击,屏上显出反映晶体结构的“星”。当用能量为11MeV质子作穿透束时,用这种方法定向,精确度可达 $0.02^\circ$ <sup>[3]</sup>。

## 2. 图形的线强度

测量和分析堵塞图形线的相对强度及其和晶体结构的关系,可能得到反映晶体结构特征的信息。线和斑点的强度有的可以用肉眼就能分清好几级<sup>[3]</sup>。为了进行相对的定量分析,可以用显微密度计进行测量。

(1) 用显微密度计测量线和斑点的相对强度

先用显微密度计测量堵塞图形上某线的角

分布,然后测出线的堵塞坑的面积(见图12)。测量时使光点垂直于线,一条线上可多测几点,然后取各点面积的平均值,堵塞坑的面积可用面积仪来测量。定出图形中最强的一条线作为100,其它各线均以此为标准,相应定出其相对百分比。这个百分比就是各线的相对强度<sup>[4]</sup>。

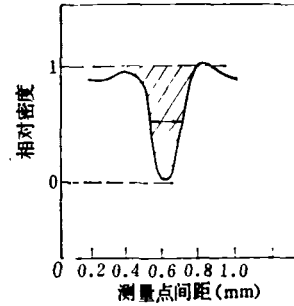


图12 堵塞坑的面积示意图

图形的斑点强度也同样可以测出,但一般斑点的强度是可以通过该斑点各线强度的相加<sup>[6]</sup>来估计。

关于线强度的测量,有的采用相对线宽来表示<sup>[4]</sup>,可跟理论进行简单比较。但对非常弱的线,用线宽表示比较困难。

(2) 适用于图形的结构因子的简单计算方法

这是一种估计堵塞图形的相对强度 $I_{calc}$ 的简单的方法,这个方法首先计算的成分是结构因子。可以选最强的线或斑点作为标准,采用下面的形式进行近似计算<sup>[3,5]</sup>:

$$I_{calc} = C \sum_n F_n^2,$$

$$F_n = \sum_j f_j \exp[-2\pi ni(hu_j + kv_j + lw_j)] \cdot \exp(-Bn^2/4d_{hkl}),$$

其中 $C$ 为比例常数,即令 $\sum F_n^2$ 的最大值为100时的常数值; $f_j$ 是原子坐标为 $v_j, u_j, w_j$ 的第 $j$ 个原子 $(hkl)$ 平面第 $n$ 级的散射因子; $\Sigma$ 是在单胞中间距为 $d$ 的 $(hkl)$ 晶面中所有不同衍射级数 $n=1, 2, 3, \dots$ 的总和。 $B$ 为相同温度下X射线衍射的值。如为各向同性, $B=8\pi^2 \bar{u}_i^2$ ,

$\bar{r}_i^2$  是垂直于某晶面的原子的均方位移。

上述相对强度的计算结果与测量值比较符合。

(3) 发现反映晶体结构特征的信息 (单晶表面下  $10^{-4}\text{cm}$  左右内<sup>[7]</sup>)

(i) 线、斑点的相对强度和大小反映出不同晶体的特征。堵塞图形中虽然形状相同,但不同晶体反映出线和斑点的强度不同。例如 Si 的斑点跟线的大小差不多,而钨的斑点却比线几乎大三倍<sup>[8]</sup>。如果已知堵塞图形的线和斑点等特征,则通过这些特征有可能判别晶体的类属。

(ii) 图形反映晶胞的结构形状,如立方晶体 (*fcc*, *bcc*) 和六角晶体 (如 HCP) 同是  $\langle 001 \rangle$  轴堵塞向,那么,前者的堵塞图形为四方形,后者为六角形,反映出不同晶向时晶胞的形状。

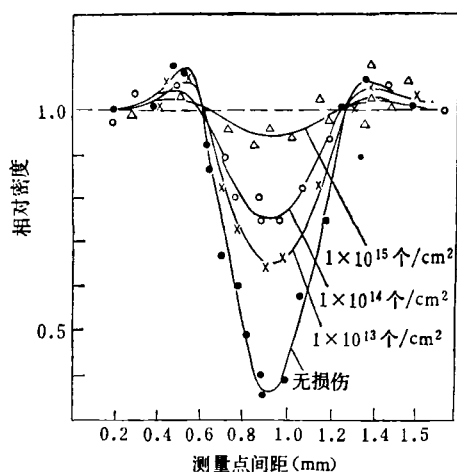


图 13 不同剂量  $40\text{KeV P}^+$  的 Si 损伤片的  $\{110\}$  面堵塞坑的变化。入射质子能量  $E_p = 400\text{KeV}$

(iii) 线、斑点的清晰程度反映出晶体表面的好坏。晶体表面如有污染、无定形层等,则线和斑点表现出不太清楚,相应的  $\Psi_{1/2}$  和  $X_{\min}$  也发生变化,因此,可以对辐射损伤的晶体表面进行分析。如不同剂量辐射损伤过的晶体表面,某晶面线的  $\Psi_{1/2}$  随着辐射损伤剂量的增加逐渐变小,而  $X_{\min}$  逐渐变大,如图 13 所示。Newton 等用沟道的方法分析了 NaCl 晶体的辐射损伤,

在辐射剂量为  $10^{15}$  个/ $\text{cm}^2$  以内时有类似的结果<sup>[9]</sup>。

(iv) 定性地反映指数的高低。在同一张堵塞图形中,有的线和斑点清楚明显,有的比较浅暗。一般来说,清楚明显的线和斑点是低指数  $hkl$  的晶面和轴;相反,浅暗而细的条纹和斑点是较高的指数  $hkl$ 。

### 3. 相的鉴别

通过堵塞图形的几何性质(对称性)、相对强度和轴率的决定,可以鉴别相。例如,根据目前照像斑点来看,发现 SiC 存在着 50 种以上的不同的结构<sup>[3]</sup>。一定的结构对应一定的  $I_{\text{obs}}$  (观察强度) 和  $I_{\text{calc}}$  (计算强度)。如果结构发生变化,  $I_{\text{obs}}$  也发生变化,这时跟按原来想像的结构计算值  $I_{\text{calc}}$  不相符合。如果 SiC 的一种结构类型为 6H 的话(六角晶胞中有 6 个分子),从堵塞图形上建立的指数按  $I_{\text{obs}}$  顺序(由强到弱)排列,跟 6H 相的  $I_{\text{calc}}$  表示的关系相一致;若根据 15R 或 27R 相计算<sup>[7]</sup>,则  $I_{\text{calc}}$  与 6H 相实际的相互关系不相符合。

### 4. 研究晶体结构的微小变形

可以利用堵塞图形研究晶体结构的微小变形,从变形的大小可以决定轴率  $c/a$  的变化。Тульнов<sup>[10]</sup> 等利用质子堵塞图形研究了钛酸钡结构的变化。发现当温度超过  $120^\circ\text{C}$  时,钛酸钡晶体具有晶格常数为  $4\text{Å}$  的结构;当温度降低到  $T \leq 120^\circ\text{C}$  时,晶体结构由立方体转变为四角体。这种转变同时也发生晶格常数的变化 ( $c = 4.036\text{Å}$ ,  $a = 3.992\text{Å}$ )。这种变化代表质子堵塞图形某些线的位移。观察这种位移,可在同一张乳胶片上,在室温和温度  $T \geq 120^\circ\text{C}$  时,分别用散射质子束照射一次。第二次照射时需把罩在胶片上的缝隙屏移动一个位置,使第一次未照射过的乳胶片在第二次照射。这样在乳胶片上记录了堵塞图形某些线条发生位置的移动。从显微密度计下观察到这种线位移的大小,再从一定的几何关系估计出轴率  $c/a$  的变化。

## 四、结 束 语

堵塞效应的发现晚于沟道效应, 1965年 Lindhard 等作了理论上的阐述。目前堵塞效应在晶体结构分析上的应用还比不上X射线的分析, 数据积累也还较少。但这是探索晶体结构信息的一门新技术, 是利用核技术研究固体的一个重要方面。随着科学技术的发展和人们认识的深入, 一定会使这方面的工作完善起来, 并得到广泛的应用。

### 参 考 文 献

[1] D. S. Gemmell, *Rev. Mod. Phys.*, **46**(1974), 129.

- [2] R. S. Nelson, *The Philosophical Magazine*, **15** (1967), 845.  
[3] C. S. Barrett, *Channeling*, Edited by D. V. Morgan, John Wiley & Sons, (1973), p. 331.  
[4] C. S. Barrett, et al., *J. Appl. Phys.*, **39**(1968), 4695.  
[5] C. S. Barrett, *Adv. X-ray analysis*, **12**(1969), 72.  
[6] C. S. Barrett, *Adv. X-ray analysis*, **14**(1971), 1.  
[7] C. S. Barrett, *Nature Wissenschaften*, **57**(1970), 287.  
[8] R. E. Holland and D. S. Gemmell, *Physical Review*, **173**(1968), 173.  
[9] C. S. Newton, et al., *Nucl. Instr. Meth.*, **132**(1976), 213.  
[10] Б. Г. Ахмедова, Ю. М. Плец, А. Ф. Тульнов *ЖЭТФ*, **56** (1969), 813.

## 超 短 光 脉 冲

张 兵 临

(郑州大学物理系)

超短光脉冲通常是指脉冲宽度处于亚毫微秒和微微秒范围的光脉冲。目前超短光脉冲的获得主要采用锁模技术。自从1964年 Hargrove 等人首先利用声波损耗调制对氦氖激光器实现主动锁模之后, 1965年 Mocker 等人又利用饱和吸收体对固体激光器实现了被动锁模, 从而开始了对超短光脉冲的大量理论和实验研究。尤其是 Dienes, Shank 等人于1972年实现了连续染料激光器的被动锁模, 以及1974年同步泵浦染料激光器问世以来<sup>[1]</sup>, 使我们能够获得波长可调, 稳定而可靠的超短光脉冲, 脉冲宽度短到0.6微微秒, 脉冲重复率可以从200兆赫到1赫兹<sup>[2,3]</sup>。目前最短脉宽已达0.2微微秒。光脉冲的峰值功率密度可达 $10^{17}$ — $10^{18}$ 瓦/厘米<sup>2</sup><sup>[4]</sup>。超短光脉冲技术的发展开拓了一个新的广阔的激光应用领域。无论是在非线性光学以及瞬态物理、化学、生物过程的基础研究方面, 还是在精密光学、光通讯、激光受控热核聚变以及探索X射线激光等方面, 超短光脉冲技术将

占居十分重要的地位。下面简要介绍超短光脉冲的产生、测量以及在基础科学研究方面的若干应用。

### 一、锁 模 原 理

为了便于了解锁模概念, 我们还是首先给出一个激光器的简图(图1)。激光器通常是由激光增益介质及两反射镜构成的光学谐振腔组

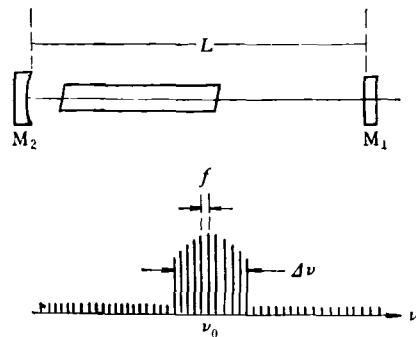


图1 激光器简图