

分光晶体 LiF 质量的 X 射线检测

张龙生 郭常霖 黄月鸿

(上海测试技术研究所) (中国科学院上海硅酸盐研究所)

氟化锂晶体具有较好的机械性能, 容易加工, 解理面具有高的 X 射线衍射强度和良好的色散本领, 所以是电子探针微区 X 射线谱仪和荧光 X 射线谱仪的主要分光晶体之一。分光晶体质量的好坏直接影响仪器的性能。因此对分光晶体的质量进行检测是十分必要的。

氟化锂作为一种典型的晶体许多人进行过研究, 很早 Gilman 和 Johnston^[1] 曾用化学浸蚀法, Yoshimatsu Newkirk 等^[2-3] 曾用 X 射线形貌术研究过位错和亚晶界。Birks 和 Seal^[4] 曾用 X 射线方法研究过研磨、淬火和弯曲等工艺对 LiF 分光晶体衍射峰值强度和半高宽的影响。

本文提出用 X 射线衍射形貌技术和 X 射线双晶谱仪或 X 射线衍射仪对 LiF 分光晶体进行研究的方法, 并对不同制作工序 LiF 质量的变化作一讨论。

一、LiF 晶体的 X 射线形貌术检测

1. 透射形貌术

LiF 对 X 射线的质量吸收系数很小, 如对 AgK α 的临界穿透行程为 4.86 毫米, 故可对较厚的成品晶片进行透射形貌术检测。LiF 晶体具有 {100} 完全解理, 将刀刃置于晶体上用敲击刀背的办法可以获得良好解理的晶片, 所以选 (200) 衍射拍摄形貌图比较方便。

实验结果表明, 由于人工生长的 LiF 单晶位错密度较高, 厚晶片形貌图主要显露出粗大的亚晶粒间界(图 1)。一般较大的亚晶粒尺寸约 2 毫米, 取向差不大于数十秒, 这种亚晶粒对

分光晶体质量并无害处, 但也有取向差很大的亚晶粒, 如图 2 中间部分与两旁亚晶粒取向差

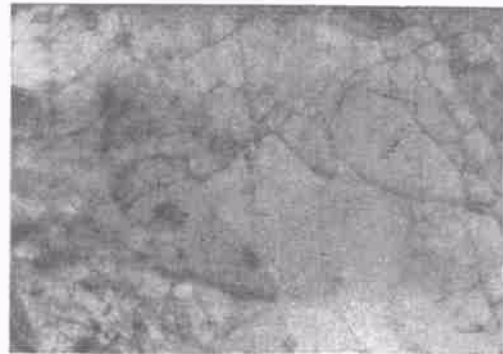


图 1 LiF 透射形貌图
[AgK α , (200) 衍射, $\times 4$]

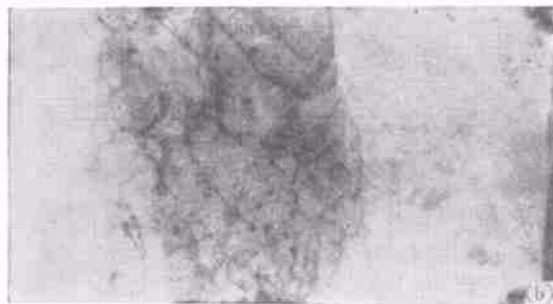


图 2 亚晶粒取向差较大的 LiF 晶片两张透射形貌图 (a) 和 (b)
[AgK α , (200) 衍射, $\times 3$]

用形貌相机测得为 $14.3'$ 。分光晶体各部分具有大的取向差将使衍射强度和谱仪分辨能力降低。

人工生长的 LiF 晶体有时还出现双晶和因解理裂痕使晶体取向错开的现象(见图 3, 4)¹⁾, 不产生衍射的部分其边界常有明显的方向性, 一般为 [100] 或 [110] 方向。由形貌图 3, 4 可知, 有些双晶区域很小, 用 X 射线定向仪逐点测定取向差的办法很难发现, 而在形貌图中则十分清楚。

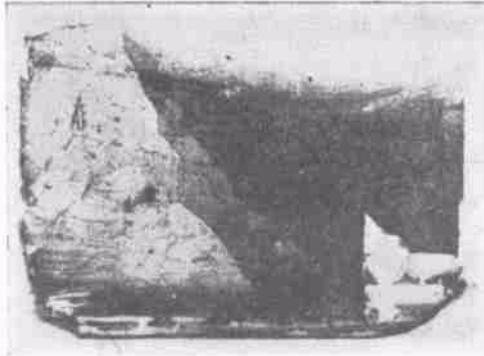


图 3 LiF 晶片反射形貌图
[CrK_α, (220) 反射, ×3]

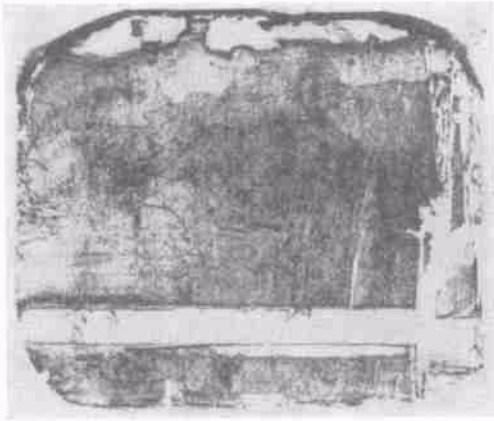


图 4 LiF 晶片反射形貌图
[CrK_α, (220) 反射, ×3]

另有一些晶体因生长条件波动等原因引进较大的内应力, 当解理劈裂成晶片时应力释放使晶片成微弯曲状。用透射形貌术的方法可以很方便地发现和测定晶片的弯曲¹⁾。单轴均匀弯曲的 LiF 晶片典型的透射形貌图如图 5 所示。根据计算曲率半径的公式, 可求得该晶片

的曲率半径为 67 厘米。晶片弯曲较厉害的将严重影响晶体的分光性能。



图 5 有单轴均匀弯曲应变的 LiF 晶片透射形貌图
[AgK_α, (200) 衍射, ×3, 只出现分离的 K_{α1}, K_{α2} 双线]

综上所述, X 射线透射形貌术可以直观地发现整块 LiF 晶体中的大取向差的亚晶粒、双晶、解理裂痕造成的取向差和晶片的弯曲, 并能定量地测定取向差和曲率半径, 而这些缺陷的存在对分光晶体的质量影响很大, 因此透射形貌术对分光晶体的初选工序是十分有效的。

2. 反射形貌术

对于厚的晶片, 透射形貌术的缺点是整个晶体的缺陷都将重叠投影到形貌图上, 有时不易区分缺陷的细节。而且分光晶体多用于布拉格反射情形, 起衍射作用的区域主要是晶体的表面层。对长波射线, 表面层厚约 50 微米, 对短波射线, 厚约 500 微米。因此用反射形貌术集中注意检测晶体表面层¹⁾是有益的。

对表面为 (100) 的 LiF 晶片, 可选 CrK_α 辐射的 (220) 反射, 这时 $2\theta = 107^\circ$, $\alpha = 8^\circ$; 也可用 CuK_α 辐射的 (331) 反射, 这时 $2\theta = 79^\circ$, $\alpha = 14^\circ$ 。其中 θ 为布拉格角, α 为入射线的掠射角¹⁾。为获取大面积晶片的形貌图, 采

1) 本文图 3, 4 为反射形貌图, 我们也拍了透射形貌图, 因它与反射形貌图类似, 故不再列出。

用扫描反射形貌术。

实验结果表明,反射形貌术对晶片表面层亚晶界、位错、双晶、弯曲等的显示很好。由于 α 角小,反射形貌图受表面起伏的影响较大,因而解理阶梯、表面加工损伤特别容易在形貌图上显现,容易与其他衬度相混淆。因此,将透射形貌术和反射形貌术结合使用来研究分光晶体,可以得到最多的信息和更好的效果。

LiF 分光晶体经研磨后在晶体表面出现剧烈的应变区和镶嵌块,用反射形貌图可以很好地显示与磨料粒子大小相当的点状衬度镶嵌块散布的均匀性(图6)。然而图6的双晶部分由于不处于衍射位置,仍为白的衬度。



图6 经过表面研磨的LiF晶片反射形貌图
[CrK α , (220)反射, $\times 3$]

二、LiF 晶体衍射参数的 X 射线测定

分光晶体主要衍射参数有三个:摆动衍射曲线的半高宽 W , 晶体处于布拉格角位置时衍射强度与入射线强度之比值即衍射峰值系数 P , 以及摆动曲线下相对强度总面积即积分反射系数 R 。这些参数一般在双晶衍射仪上测定, 晶体需经十分仔细地调准, 特别是测定强度时晶体方位的任何微小的偏动都会影响强度数值。

绝对测定这些数值是比较复杂的, 对于仅需了解 LiF 分光晶体制作工序对这些参数的影

响来说, 可从实用角度出发测定它们的相对值而不测绝对值, 这样可使测定过程大为简化。

表1列出不同粒度的刚玉磨料研磨后, LiF 解理面摆动曲线半高宽相对值和以未研磨的解理面数值为1的 P 及 R 的相对值。可见随着磨料粒度的加大, W , R 增大, P 略减小。

表1 不同粒度磨料研磨对 LiF 分光晶体参数的影响 (CuK α)

晶体处理条件	半高宽 W	相对衍射峰值系数 P/P_0	相对积分反射系数 R/R_0
解理面	65"	1	1
研磨 (磨料粒度 14 微米)	163"	0.76	1.9
研磨 (磨料粒度 28 微米)	243"	0.61	2.8
研磨 (磨料粒度 42—53 微米)	499"	0.72	5.3

我们还对研磨后经 CP-4 液腐蚀数分钟后的晶片进行双晶衍射仪测定, 发现与腐蚀前相比, W 降低, P 增高。晶体反复弯曲后再研磨, R , P 均增高。

用于电子探针或 X 荧光光谱仪中的分光晶体要求不一样。电子探针的分析源面积小 (1 微米²左右), 若按罗兰圆半径 150 毫米计算, 分析源对晶体所张的角约为 0.0004 $^\circ$ 。此角度远小于一般分光晶体的 W 值, 故电子探针中晶体的衍射效率与 P 值直接有关。而 X 荧光光谱仪中分析源面积较大 (5 厘米²左右), 对晶体所张的角则由梭拉光阑所限制, 约为 0.04 $^\circ$, 大于 W 值, 所以其衍射效率与 R 值有关。因此, 用于电子探针和 X 荧光光谱仪的分光晶体处理工艺应不同。可以用 X 射线测定得的 P , R 值来判断适用于这两种仪器的分光晶体的工艺条件。

双晶衍射仪调节比较复杂, 且一般实验室没有特制的双晶衍射仪, 故实用上最好能用普通的衍射仪来测定。由于实际上用作分光晶体的 LiF, 为了提高 P , R 值, 其表面都作了加工处理, 这时 W 值都在 2' 左右, 所以实用上测定 W 值精度不必高到 1 秒数量级。所以附有单色器的衍射仪可以改装成适合于一般分光晶体测定用的双晶衍射仪。但是单色器的调节仍然是比较麻烦的。为此, 我们还直接将一台普通衍

射仪改变了一下几何参数来测 W, P, R , 效果较好. 即: 将 X 射线取出角改为 1° , 所以 X 光管视焦点宽度为 0.02 毫米; 发散光阑和接收光阑均用 0.02 毫米; 加大衍射仪半径至 240 毫米; 垂直光阑也缩小至 0.2 毫米以减小垂直发散度. 在这样的参数下, 水平发散度降至 $0.8'$, 这时 LiF 解理面 W 值为 $1'$, 与双晶谱仪测定值相近.

三、结 束 语

分光晶体的质量与分光晶体中的缺陷密切相关. 用 X 射线形貌术可以十分直观地观察亚晶界、双晶、解理裂纹、弯曲等缺陷的状况, 并能定量测定有关参数值, 故对分光晶体的初选很有价值. 用 X 射线双晶谱仪测定 W, P, R 值对晶体加工处理过程中控制一定的工艺达到所需

的参数有重要作用. 改变普通衍射仪几何参数以取得近似平行光束的办法作为一般常规测定, 对 W 值较大的分光晶体是可行的, 特别是在相对比较时.

中国科学院上海冶金研究所徐景阳同志协助作双晶衍射仪测定, 特此致谢.

参 考 文 献

- [1] J. J. Gilman and W. G. Johnston, *J. Appl. Phys.*, **27**(1956), 1018.
- [2] M. Yoshimatsu et al., *J. Phys. Soc. Japan*, **15**(1960), 1760.
- [3] J. B. Newkirk, *J. Appl. Phys.*, **30**(1959), 1748.
- [4] S. J. Burns and W. W. Webb, *Trans. Met. Soc. AIME*, **236**(1966), 1165.
- [5] C. T. Forwood and B. R. Lawn, *Phil. Mag.*, **13**(1966), 595.
- [6] L. S. Birks and R. T. Seal, *J. Appl. Phys.*, **28**(1957), 541.
- [7] 郭常霖, 物理, **9-2** (1980), 123.
- [8] 郭常霖, 物理, **8-5** (1979), 398.

PLZT 散射模式电光开关

倪冠军 何晓明 张瑜瑛

(中国科学院上海硅酸盐研究所)

一、引 言

近年来对于 PLZT_x/65/35 透明铁电陶瓷电控双折射的特性及其二次电光效应已进行了广泛的研究, 并利用它已制成了许多有用的电光器件, 如核闪光护目镜、立体观察器和激光光闸等^[1,2]. 这类开关全是利用材料的克尔效应, 因此其主要部件除了 PLZT 陶瓷片外, 尚需正交的偏振片对. 然而, 利用 PLZT 的电控光散射效应, 同样可以制成各种光闸, 且无需其它附件. PLZT_x/70/30 陶瓷的某些组成具有反铁电-铁电可逆相变的特性^[3], 即这些组成的 PLZT 材料在无外加电场时属于光学上均匀的反铁电相, 而在外电场作用下, 被电诱为铁电

相, 材料呈光散射现象, 从而可制成各种散射模式电光开关. 详细研究这类材料的电控光散射现象及开关性能, 不仅可以提供对 PLZT 材料电诱相变本质的认识, 而且为合理应用这些 PLZT 电光开关提供应用基础. 本文着重介绍 PLZT 7.9/70/30 电诱反铁电-铁电可逆相变的光散射性质和电光开关性质, 以及影响电光开关散射性能的一些因素, 最后在光开关性能测量的基础上提出了其可能的应用方面.

二、实 验

1. 试样制备

试验所用的材料组成为 $\text{Pb}_{0.921}\text{La}_{0.079}(\text{Zr}_{0.70}\text{Ti}_{0.30})_{0.96}\text{O}_3$, 简称 PLZT7.9/70/30. 抛光后试