

表2 不同 θ 角度区域经吸收校正后的晶胞参数

θ 角度区域	90°	80°	70°	60°	50°	45°	44°	43°	40°	吸收校正后的 a
$16^\circ < \theta < 80^\circ$ (全角区)	12.392	12.386	12.385	12.384	12.383	12.383	12.383	12.383	12.384	12.383
$16^\circ < \theta < 50^\circ$ (低角区)	12.410	12.398	12.394	12.390	12.388	12.387	12.387	12.386	12.387	12.386
$44^\circ < \theta < 80^\circ$ (高角区)	12.383	12.381	12.381	12.381	12.382	12.382	12.382	12.382	12.382	12.382

差时,

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) + D \sin 2\theta [\sin(\alpha - 2\theta) + 1].$$

可用最小二乘法求出在所设定的 α 值时系统误差的漂移常数 D ,代入(8)式,可得不同 θ 值时的 $\Delta\theta'$,预先校正每一条衍射线的 θ 角实验值.但需注意,图4中,当 $2\theta \geq \alpha + 90^\circ$ 时, $\Delta\theta' = 0$,不用(8)式校正.然后以校正后的数据用线对法求晶胞参数.可设定一系列的 α 值得得一系列晶胞参数 a ,如表2所示.可见随 α 减小, a 值开始减小,而后再升高.取低角区和高角区 a 值最接近者(或低角区 a 的最低值)

即为代表该试样实际吸收校正值.从表2可知,不同 θ 角区域吸收校正后晶胞参数均有改善.

本文在测定精度($\Delta\delta = \pm 0.02^\circ$)比文献[3]低9/10的情况下仍达到了 $\frac{\Delta a}{a}$ 万分之一的精度,可见这一方法是比较满意的.

参 考 文 献

- [1] H. P. Klug and L. E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials, Second Ed, (1974), 566
- [2] S. Popović, *J. Appl. Cryst.*, 4(1971), 240.
- [3] S. Popović, *J. Appl. Cryst.*, 6(1973), 122
- [4] M. A. G. Halliwell, *J. Appl. Cryst.*, 5(1972), 240.
- [5] 郭常霖、马利泰, 科学通报, 25(1980), 862.

离子镀铟制造透明导电电极

金昭廷 谢淑云 彭传才

(国防科学技术大学)

离子镀膜技术是继电子束真空蒸发镀膜、真空溅射之后发展起来的一种新的镀膜技术.它综合利用了真空蒸发及溅射两种镀膜原理和技术,具有比纯真空蒸发或真空溅射更为突出的优点.因此,已被国内外电子、轻工、激光、精密机械、宇航等部门所采用.

液晶显示中透明电极图形的制作,是研究和生产液晶显示器件的关键技术之一,对提高液晶显示器件的质量、降低成本等都有重要的影响.目前常用的制作透明导电电极技术,都程度不同地存在着质量难于控制、操作烦琐、成品率较低等弊病,尤其是制作微细透明电极图形就更为突出.为此,我们设想在液晶显示透

明电极图形制作中,采用在氧气氛中离子镀铟,然后在空气中继续氧化形成氧化铟透明导电电极,并采用剥离技术形成所需的电极图形.经过实践,已经获得成功.采用本技术有如下特点:(1)玻璃变形小,平整度好,膜的附着力强,透过率高.(2)膜厚均匀,方阻一致性好.(3)采用剥离技术能够制作出图形清晰、精度高、线条细(几十微米)的透明电极图形,并且不用化学腐蚀,操作简便.(4)淀积速率快(几秒到几十秒)、周期短、效率高.(5)铟比氧化铟成本低、约为氧化铟价格的四分之一.(6)离子镀铟设备简单,可用普通真空镀膜机改装.

一、离子镀钢基本原理

离子镀钢的基本原理如图1所示。从图1可以看出,在加热器中放入钢球,将玻璃片放在阴极上,罩上金属网(16目孔径的铜网),真空室抽真空至 5×10^{-5} — 1×10^{-4} 托后,氧气通过针阀充入真空室,使真空室氧压保持在 4 — 1×10^{-3} 托,然后加负高压 0.5 — 3kV 构成直流电场,导致氧气电离,使加热器与阴极间产生辉光放电,成等离子体状态。

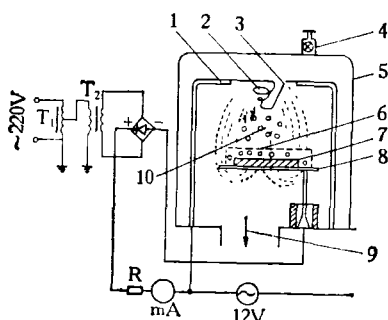


图 1

T_1 为调压器; T_2 为高压变压器; R 为限流电阻;
1 为加热电极; 2 为钢球; 3 为钨兰加热器; 4 为
充氧针阀; 5 为钟罩; 6 为铜网; 7 为玻璃基片;
8 为阴极; 9 接扩散泵; 10 为 Ar 离子和 In 离子

离子镀膜源的钢从位于正辉光区的加热器中蒸发,中性的钢蒸气飞入等离子体中,同处于激励状态的氧离子和电子相互碰撞,并交换能量,使钢粒子成为带正电的正离子。这些带正电的离子,在电场中被阴极吸引,通过阴极负辉光区时,在强电场作用下加速,以很高的动能飞向阴极,打在处于阴极暗区的玻璃上而沉积成氧化钢或氧化亚钢膜。由于在整个沉积过程中,氧的正离子不断地轰击玻璃表面,使其表面始终保持清洁状态;又因钢离子有很大的动能,因此大大加速了钢的氧化过程和提高氧化钢或氧化亚钢膜与玻璃间的粘附牢固度。又由于离子镀钢是在 4 — 1×10^{-3} 托气压下进行的,平均自由程短,使钢在镀膜过程中与气体离子发生碰撞而散射,故提高了氧化钢膜厚度的均匀性。

二、离子镀钢设备

此设备系用 DM-300A 型真空镀膜机改装而成。

1. 将原设备中的轰击电极(全波整流 3kV) 改作为离子镀钢的阴极,同时也是放玻璃片的支架。

2. 在高压变压器前另外接一个 2kW 的调压器(原设备中离子轰击和蒸发共用一个调压器)控制高压,即用来调节离子镀膜时的加速电压。

3. 原设备中的针阀作为通入氧气的流量调节阀。

4. 加热器钨兰至玻璃片(即加热器至阴极的距离)为 140 — 160mm 。

5. 阴极的面积及结构: 面积大小由阴极电流密度决定,一般取阴极电流密度为

$$a = \frac{I}{S} = 0.2 \text{—} 0.3 \text{mA/cm}^2$$

较为合适。其中 a 为阴极电流密度; I 为阴极电流,由毫安表中读出; S 为阴极面积。

由于原设备中的高压变压器及限流电阻 R 和整流硅堆的限制,故阴极电流不能太大,一般控制在 80 — 120mA , 所以选阴极面积为 400cm^2 合适(当然在进一步改进设备时,可以扩大阴极面积以便提高玻璃片的装载量)。阴极结构如图2所示。

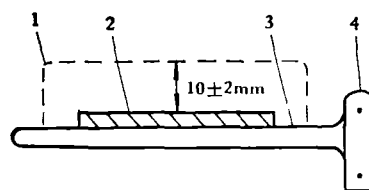


图 2 阴极结构剖面图

1 为 16 目孔径铜网; 2 为玻璃片, 距离铜网 $10 \pm 2\text{mm}$;
3 为阴极 (3mm 厚铝板); 4 为阴极支柱

6. 玻璃片加热器, 用两支 500W 的钨灯平行均匀放置, 采用 220V 电源, 用 1.5kW 调压器控制加热电压, 以便将玻璃片加热到所需要的温度, 一般在 180°C 左右。

三、离子镀铟技术条件

离子镀铟条件：(1)玻璃片的温度是 $180 \pm 10^\circ\text{C}$ 。(2)铟的熔点和蒸气压极低，加热器加热温度不要太高，在 10^{-3} 托下，铟为桔红色即可气化，蒸发时间控制在几秒到几十秒。(3)加速电压为 $2000 \pm 50\text{V}$ 。(4)阴极电流密度为 $0.2-0.3\text{mA}/\text{cm}^2$ 。(5)充氧前真空室的真空度为 5×10^{-5} 托左右。(6)氧气压为 $4-1 \times 10^{-3}$ 托。(7)膜在空气中进一步氧化温度为 $200-300^\circ\text{C}$ ，从几分钟到几小时不等，若温度低时，时间稍长。

上述离子镀铟的条件是互相制约的，并且还受材料、设备、操作者的熟练程度的影响，因此，上述条件并不是一成不变的，应在具体实践条件下适当选择才能获得优质的氧化铟透明电极膜。我们按照上述技术条件制得的氧化铟透明导电膜，选择两组(A, B)试样做了室温老化试验并测试了波长为 $360-700\text{nm}$ 光的透

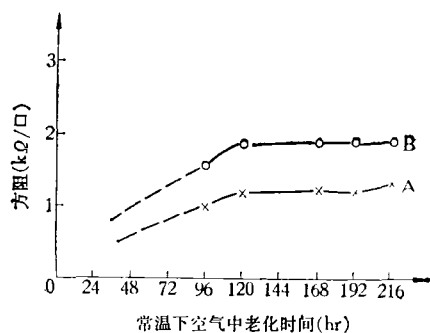


图3 方阻在空气中室温老化曲线
A为x；B为o

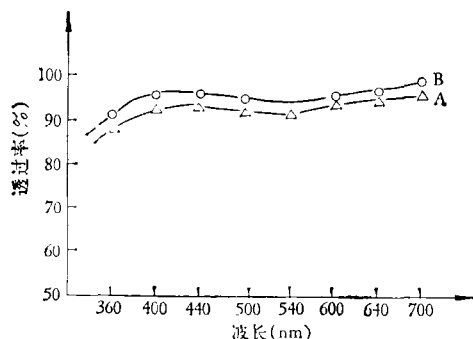


图4 可见光内各波长的透过率
A为△；B为o

表1 在空气中室温下老化方阻的变化

老化时间 (小时)	方阻 ($k\Omega/\square$)	
	A	B
96	1.03	1.60
120	1.21	1.87
168	1.21	1.87
182	1.20	1.87
206	1.33	1.88

表2 不同波长的透过率

波 长 (nm)	透 过 率 (%)	
	A	B
360	88.0	90.5
400	92.5	95.5
440	93.5	96.5
500	91.5	94.5
540	91.0	93.5
600	94.5	95.7
640	94.5	97.0
700	95.5	98.5

率，其结果列于表1、表2和图3、图4。结果表明在空气中室温老化七天以后方阻趋向稳定，在可见光内光的透过率可达90—98%。

四、离子镀铟质量讨论

1. 离子镀铟虽然在整个成膜过程中，有离子轰击玻璃表面，达到不断清洗玻璃的目的，但镀前玻璃的清洗还要严格，不能马虎，同时要保持真空室的清洁，玻璃片不应有任何污染。

2. 采用剥离技术制作透明电极图形，应先在玻璃片上光刻出图形，然后离子镀铟，最后用有机溶剂剥离光刻胶。因此，光刻时要严格控制图形的完整、清晰，显影要彻底干净，不得有残胶。在送离子镀的过程中不得污染，最好在装入真空室之前用纯净氮气吹洗。

3. 为了提高膜厚均匀性，最好使玻璃与铟的加热器相对转动。

4. 在改装离子镀膜设备时,一定要使阴极的高压馈电做好相应的屏蔽,控制好阴极与加热器阳极之间的距离。阴极及金属铜网等构件的表面和边缘不能有尖突的部分,否则在阴极

表面不能产生均匀稳定的等离子区,从而严重地影响膜的牢固性、均匀性和透明度。

5. 镀膜结束后,应及时关掉高压开关,否则也影响膜的质量。

高能粒子的声效应

刘永钺

(中国科学院高能物理研究所)

高晓宇

(云南大学)

1957年阿斯卡里扬(Аскаръян)^[1]首先从理论上导出,当高能荷电粒子通过稳定液体时将引起声发射。七十年代初,人们用加速器产生的电子束和质子束证实了荷电粒子在固体和液体中的声效应。1976年鲍恩(Bowen)等人建议在DUMAND计划中用声学方法来记录高能中微子。从此,人们研究高能粒子的声效应就日趋活跃。

众所周知,宇宙高能中微子不仅可以作为研究强子结构的最高分辨力的探针,而且还是携带天体核心和遥远星体信息的唯一信使。因此,中微子探测方法的任何进展,无疑对高能中微子物理和天体物理都具有特殊的意义。但是,高能宇宙中微子事例十分稀少,穿透本领极强(它可以轻而易举地穿过地球),所以要捕获足够多的事例,就要求探测器具有巨大的质量($10^9 \sim 10^{11}t$)。这使高能中微子的探测长期面临严重的困难。

近年来,随着海洋工艺学的进展,特别是粒子声效应的发现和研究,美、苏、日等国联合制定了庞大的DUMAND计划,试图利用廉价的海水作为靶物质探测高能中微子和 μ 子。计划拟进行 $10^{12} \sim 10^{14}eV$ 能区的大气中微子实验和 $10^{14} \sim 10^{16}eV$ 能区的河外中微子实验。实验赖以进行的两大支柱是:记录宇宙高能中微子在深水(5000m)下始发的核-电磁级联簇射所产生的切伦科夫光和水声。由于光在水中的吸收长度短(约20m),需要巨大数量的光电倍增

管,这是一件十分棘手的事情;而声波在水中的吸收长度则较长(约几百米或更长),这就可以大大增加探测器的灵敏体积和降低装置的造价,而且声信号还可以正确测定簇射的位置、方向、直径和能量。

高能荷电粒子声效应的研究,尚处于开始阶段,迄今还未在自然水域中记录到由高能宇宙线粒子产生的水声信号。当前主要是从理论和实验两个方面研究发声机制和声信号的变化规律,寻找最佳探测条件,发展相应的声探测系统,以便将来使粒子的声学探测能达到实用。

关于高能荷电粒子的发声机制目前主要有热声、微气泡形成或辐射分解。其中,热声理论是研究得最多的。热声理论认为,荷电粒子通过液体时的游离能损,将造成局部液体的快速加热,从而导致声发射。均匀的柱状加热源,应产生单一的双极型声脉冲,脉冲持续时间,可用声波渡越加热区的时间 d/c_s 来量度。阿斯卡里扬等^[2],假定单一频率发射,从频率域给出近场区的声压公式

$$p = \frac{k E c_s^2}{C_p d^{3/2} L \sqrt{R}}, \quad (1)$$

鲍恩^[3]则从时间域导出远场区的声压公式

$$p = \frac{k E c_s^2}{8\pi^2 C_p d^2 R}. \quad (2)$$

近场区和远场区的分界 $A = L^2/\lambda$ 。式中 k 和 C_p 分别为液体的膨胀系数和比热, E 为释放的总能量, c_s 为水中的声速, d 为荷电粒子束的