

- [3] C. Craham et al., *J. Magn Magn, Mat*, 15-18 (1980), 1325.
- [4] C. Aroca et al., *J. Magn. Magn. Mat.*, 15-18 (1980), 1379.
- [5] H. Kromuller, *J. Magn. Magn. Mat*, 6(1977), 61.
- [6] Y. Obi et al., *Japan. J. Appl. phys*, 15(1976), 611.
- [7] H. Kromuller et al., *J. Magn Magn Mat*, 13 (1979), 53.
- [8] S. Tsukahara et al., *IEEE Trans Mag.*, MAG-14 (1978), 1022.
- [9] J. D. Livingston, *phys stat. Sol. (a)*, 56(1979), 637.
- [10] M. Tkahashi, et al., *Japan. J. Appl. phys*, 16 (1977), 521.
- [11] R. Carey and E. D. Isass, *Magnetic Domain and Techniques for their observation*, (1966), English University Press. p. 60.
- [12] A. Hubert, *J. Magn. Magn. Mat*, 6(1977), 38.
- [13] F. E. Lubersky and J. L. Walter, *Materials Science and Engineering*, 35(1978), 255.

实验技术

场离子显微镜 (FIM) 实验技术介绍

陆 华 (中国科学院物理所)

场离子显微镜的实验技术是随着超高真空技术的发展而不断完善的。E. W. Müller^[1] 早期使用的实验装置是结构十分简单的密封式全玻璃系统,真空度为 10^{-6} Torr, 而且是离子直接成像,因此像的亮度和清晰度都较差。目前国际上已有的场离子显微镜装置如本刊^[2]曾介绍过的那样,其真空室除观察窗、真空规及冷指外,全由不锈钢加工制成。真空系统由扩散泵、离子泵、升华泵、吸附泵或涡轮分子泵等组成。真空室经烘烤后,真空度可达 10^{-10} Torr。样品尖端与荧光屏之间采用了沟道板像增强装置^[3],使离子转换成电子并倍增,然后打到荧光屏上,使得到的场离子像既稳定又清晰、明亮。

样品的制备

场离子显微镜的样品是针尖状的,其曲率半径要求小于 1000 \AA ,通常是采用电解腐蚀的方法制得的。图 1 是样品制备装置的示意图。将直径为 $0.1-0.2\text{mm}$ 的细丝状金属样品置于相应的电解腐蚀溶液中,加上直流或交流电压,经缓慢的“电解研磨”后,可获得非常尖锐的针尖状样品(尖端曲率半径可达 $100-300 \text{ \AA}$)。以 W 为例,所用惰性溶液为 CCl_4 ,电解溶液为 $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}:\text{KOH} (8:2:1)$,加 $2-5\text{V}$ 交流电压。电解腐蚀的过程可由长焦距显微镜进行监测。如果液体不透明,则可在腐蚀过程中随时取出,用一般显微镜检查。最终制得的针尖样

品均需通过扫描电镜观察其尖端部分的表面形貌,并估算出曲率半径的大致范围。有关各种电解腐蚀溶液及操作条件,可参考文献[4]。

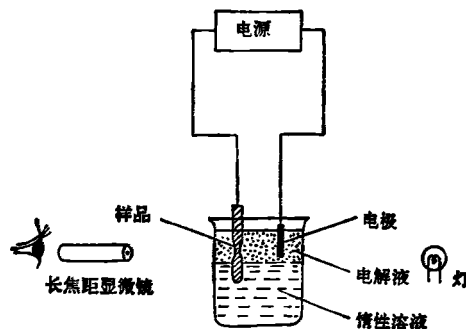


图 1 场离子显微镜样品制备装置图

样品的清洁处理

电解腐蚀后的样品,需装架在便于冷却的特殊样品支座(电极)上。为此,先将针尖样品通过超声点焊,焊接在由高熔点金属 W 或 Mo 丝制成的样品支撑环上,然后将焊有样品的支撑环小心地装架于支座电极上并使其紧固。由于经电解腐蚀后的样品的表面往往有各种杂质的沾污,而且表面粗糙不平,对称性也较差,这种未经“清洁”处理的样品会给实验结果的解释带来麻烦。因此,必须对它作进一步的“清洁”处理。处理的办法是将装架后的样品置于真空室(镜体)内,在高真空中进行短时间的加热处理,

如样品不允许加热,则可直接在 10^{-5} Torr 的成像气体中进行“场蒸发”^[2]. 必须指出,任何样品在开始实验之前都需经过“场蒸发”才能获得表面光滑、对称性好的真正“清洁”的表面. 场蒸发电压一般略高于最佳成像电压.

荧光屏的制作

场离子显微镜中的荧光屏,通常是用一块圆形的平板光学玻璃. 在玻璃上,先镀一层极薄的导电膜,然后上面再均布一层高发光效率的荧光物质. 合格的荧光屏,其导电性好(电阻值在 $1K\Omega$ 以下),荧光粉薄而均匀,而且透光性好. 荧光屏的制作技术,在场离子显微镜的早期文献中都有详细的介绍^[1],但具体的制作方法则根据实际的经验而略有不同. 这里仅介绍一种较为简便的制作方法.

(1) 导电膜的制备

如图 2 所示,由氧气载着反应液 ($HCl + SnCl_2$) 进入到高温炉中,在加热到 $560^\circ C$ 的玻璃片上面进行热化学分解及氧化反应,结果,在玻璃表面生成一层牢固的、带光泽的、薄而透明的 SnO 导电膜. 适当地掌握反应时间,可以得到导电性能和透明度均合乎要求的导电膜.

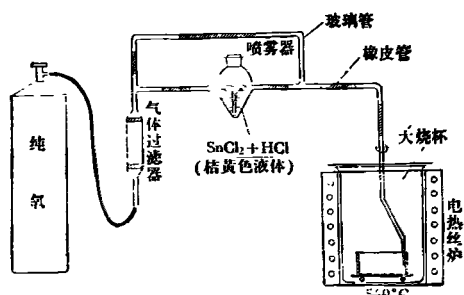


图 2 导电玻璃的制备方法

(2) 荧光膜的制备

如图 3 所示,在镀有导电膜的玻璃圆片上,先滴上几滴 $10\% H_3PO_4-C_2H_5OH$ 溶液(粘结剂),然后用一些直径为 $1-2mm$ 的玻璃珠将这些液滴均布于表面. 然后,取走玻璃珠并将玻璃圆片放入烧杯中. 荧光粉 (Ag 活化的 Zn_2SiO_4) 因空气的吹入而自然飘起,但由于高度及行程选择得合适,在玻璃管中的荧光粉按颗粒大小

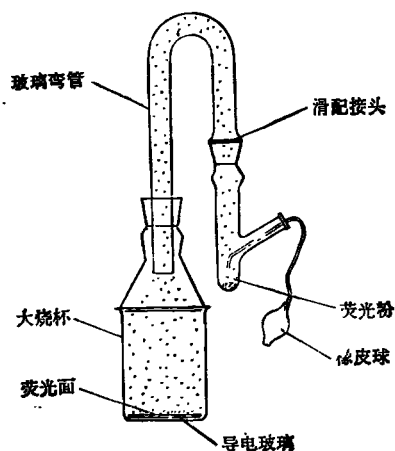


图 3 荧光膜的制备方法

自动筛选(重力筛选),颗粒大的则不断返回原处,而较细的粉末经过弯管飘到玻璃烧杯并缓慢地沉积到敷有粘结剂的平板玻璃片上. 最后,将它取出并置于电热炉内,在 $200^\circ C$ 下烘烤一小时. 如此制得的荧光屏,其荧光粉附着牢固、均匀,装配过程中不易因轻微的震动或碰撞而散落.

成像气体的选择

场离子显微镜实验中最常用的成像气体是 He. 它是目前使用的各种成像气体中离化能最高的一种气体,其离化场强高达 $4.5V/\text{\AA}$. 因此,它最适用于蒸发场强比 $4.5V/\text{\AA}$ 高的那些高熔点金属. 在液氮温度下,如用 He 作为成像气体分析 Mo, Nb, Pt, Re, Ta 以及 W 等金属材料最为合适,如果条件掌握得好,分析 Fe, Ni, Pd, Ti, V 以及 Zr 等金属也能得到稳定而清晰的离子像. 离化能较低的成像气体,适于研究更多种类的金属材料. 表 1 列出了各种成像气体的离化能和离化所必须的场强及其理论分辨率^[5]. 除 He 以外,还有 Ne 和 H_2 . 但是,Ne 离子的散射截面积较大,因此必须在较低的成像气体压力下进行. 此外,重的 Ne 离子打击到样品尖端的表面时会引起一些缺陷损伤,所以不便于用于辐照损伤和空位浓度等的实验观察.

H_2 是被 Müller 最早用作成像气体的. 由于它的离化能低,可望在今后获得广泛的应用. 但是,低的离化能同时意味着要保持样品针尖

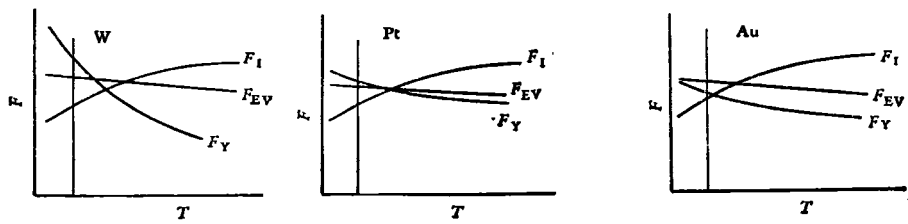


图4 场强与样品温度之间的关系^[4]

表1 各种成像气体的离化能、成像电场及其理论分辨率^[7]

成像气体	离化能 (eV)	成像电场 (V/Å)	分辨率 (样品的曲率半径为 500 Å) (Å)
He	24.6	4.50	1.2(20K)
Ne	21.6	3.70	1.3(20K)
H ₂	15.6	2.28	1.6(20K)
Ar	15.7	2.30	3.2(80K)
Kr	14.0	1.94	3.5(80K)
Xe	12.1	1.56	4.0(80K)
N ₂	15.5	2.26	3.3(80K)
O ₂	12.5	1.64	3.8(80K)
Hg	10.4	1.24	8.5(300K)
Cs	3.9	0.28	21.0(400K)

表面的清洁状态更为困难。而且，H₂跟He或Ne不同，它是化学活性气体，在强电场中容易与Cu, Be, Si, Fe以及Zn等起化学反应并生成多种氢化物。这些氢化物在高电场中急剧蒸发，因此，期望由它得到稳定的离子像十分困难。但是Müller曾将H₂与其它成像气体混合使用（特别是在He中添加少量的H₂），得到了非常好的结果。当然，成像气体的压力对于像的强度的影响很大，所以一般实验时采用的成像气体压力在10⁻³—10⁻⁵ Torr之间。1974年前后，K. Ishimoto^[6]，M. Doyama^[7]以及W. Polanschutz^[8]等人曾发现，不用成像气体而在超高真空中将样品加热到它熔点的1/2—1/3，利用其表面自身原子在高场下，由于存在热的和电场的梯度而从尾部向尖端扩散，经表面离化，也可直接成像，这就是所谓“高温场离子显微技术”。这一方法现已开始用于某些低熔点或低蒸发场的金属、合金甚至非金属^[9-11]的研究。虽然它目前还存在一些缺点，如因高温产生的原子振动使离子像的稳定性降低等等，但可望在

将来会有所突破。

样品的冷却

样品的温度要求尽可能低。这是因为场离子像的分辨率强烈依赖于成像气体离子的垂直方向的速度分量，而这又与样品所处的温度关系极大。虽然引起场蒸发的电场强度F_{EV}与温度几乎无关，但离化所必须的电场强度F_L则随温度的降低而降低。此外，样品尖端的表面会由于加了电场而引起各种应力，超过某个电场强度时，这些应力会导致样品内部产生双晶、位错等等，甚至破坏样品。形变电场强度F_Y是随温度的上升而下降的，所以通常的实验需在液氮、液氢或液氦冷却下进行。图4表示了这种温度依赖关系^[4]。图中的垂直线表示液氮温度(78K)。由图可知，对于W的实验观察来说，液氮温度已可满足，但对于Pt，则温度更低一些为好。当然，除特殊要求的以外，实际上目前大多数的实验观察都是在液氮温度下进行的，因为液氮既便宜又安全。

像增强装置

来自样品尖端的各个突出位置的成像气体离子在荧光面上成像时，每个辉点约相当于10³—10⁴ Ion/Sec，但由于离子是较重的粒子，在荧光面上的发光效率较差，所以得到的像较暗，在拍摄离子像时需要数分至数十分钟的曝光时间。显然，这对于观察表面原子的动态过程来说是很不利的。离子像的亮度与到达荧光屏的离子流有关^[12]，离子流的一般表达式为

$$i = \frac{4\pi r_0^2 p e}{\sqrt{2\pi m k T}} \cdot \frac{\alpha F_0^2}{2KT} \quad (\text{MKS}),$$

其中p是成像气体的压力；α是成像气体分子的极化率；F₀是在样品尖端表面的电场；m以

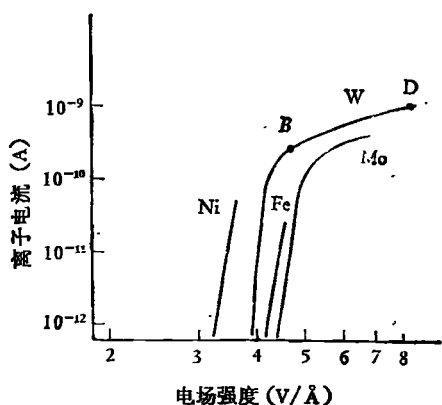


图5 离子电流与电场强度的关系^[4]

及 e 分别是离子的质量与电荷。假设 $F_0 = V/5r_0^{1/2}$ ，则

$$i = \frac{0.1 e p \alpha V^2}{\sqrt{m k^3 T^3}}$$

事实上，离子流的大小与电场强度的关系极大。以W的实验为例(见图5)^[4]，电流在开始时随电场的增加而急剧上升，但到达B点附近开始变缓。这说明成像气体分子的离化几率逐趋饱和，到达D点时就开始产生场蒸发，离子流在B点以下时一般得到的离子像既暗又不稳定。所以，最好的观察区是在BD区。实验证明，像的亮度是与电流和电压的乘积成比例的。如果我们将上式加以换算，则亮度可简单地表示为

$$I = c p V^3.$$

这样，为拍摄场离子像所需的曝光时间为

$$t = A/pV^3,$$

式中 A 是气体的成像因子(如 $A_{He} = 1 \times 10^5$, $A_{Ne} = 1.2 \times 10^6$, $A_{H_2} = 3.3 \times 10^4$)， p 是成像气体的压力(单位为 10^{-3} Torr)， V 是成像电压(单位为 kV)，它是由成像气体的种类以及样品针尖的曲率半径 r_0 所决定的。从上式可以看出，提高像的亮度和缩短曝光时间有两个办法，一是加大成像电场，一是提高成像气体压力。但是，电场太大势必会引起样品的场形变和各种场致缺陷；而气体压力过高，则气体分子的平均自由程变短，分子相互碰撞、散射的几率增加，因此离子像也会变得模糊，而且压力过高

物理

容易引起镜体内放电，所以在这两方面的改进受到很大的限制。后来，Brandon, Turner 和 Southon 等^[13,14]分别试验了各种像增强装置，企图在镜体内部直接将离子电流转换成电子电流。初期的实验结果对于像的增强有一定效果，而且确实大大缩短了曝光时间，但所得的离子像的分辨率却有所下降。现在普遍采用的是沟道板像增强装置，如图6所示。它是由许多 $\phi 50 \mu\text{m}$ 以下的玻璃毛细管(代表性的材料是含65% PbO 的高铅玻璃)密压、烧结而成的。切割成 $\phi 70-90\text{mm}$ 的圆片，并经研磨使两面平整、光滑而且平行，其厚度为毛细管内径的50倍左右。然后在 H_2 气氛中在 $350-450^\circ\text{C}$ 温度下进行还原处理，使毛细管内壁形成 Pb 单原子层的 n 型半导体膜(其二次电子发射率为4-5)。还原处理后，分别在两面蒸镀一层 Ni 或 Cr 作为电极。这样制得的沟道板，其体电阻为 $10^8-10^{10}\Omega$ 。来自样品尖端的成像气体离子在进入毛细管后，使离子转换成电子并得到倍增，这些二次电子从毛细管的另一端飞出并受到电场的作用而集聚成束，打到荧光屏上，形成与样品尖端表面原子相对应的图像。这种沟道板像增强装置，结构简单，使用方便，而且效果显著，因此到目前为止，几乎已经完全代替了其它类型的像增强装置。

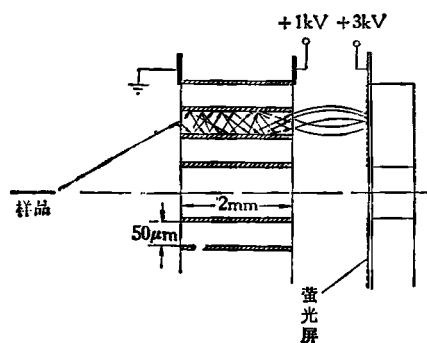


图6 沟道板像增强装置

以上介绍的是场离子显微镜实验技术中的若干基本问题。实际上，对于具体的操作过程，往往需要根据实验的条件而不断加以改进和完善。

参 考 文 献

- [1] E. W. Müller and T. T. Tsong, Field Ion Microscopy, American Elsevier Publishing Company, Inc., New York (1969).
- [2] 陆华, 物理, 11(1982), 624.
- [3] L. E. Thomas and S. Danyluk, *J. Sci. Instr.*, 4 (1971), 843.
- [4] K. M. Bowkett and D. A. Smith, Field Ion Microscopy, North-Holland Publishing Company, Amsterdam, London (1970).
- [5] E. W. Müller, *Science*, 149(1965), 591.
- [6] K. Ishimoto, H. M. Park, T. Nishida and M. Doyama, *Surface Sci.*, 41(1974), 102.
- [7] M. Doyama, T. Nishida, M. Obara and S. Tanigawa, *J. J. Appl. phys.*, 17(1978), 805.
- [8] W. Polanschutz and E. Krautz, *Z. Metallkde*, 65 (1974), 623.
- [9] H. Lu, M. Doyama, M. Nakamura, Y. Suzuki, T. Arise and A. Ohkura, *Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, 5(1981), 553.
- [10] H. Lu, T. Arise, M. Nakamura and M. Doyama, Proceedings of the 27th International Field Emission Symposium, Tokyo, Japan, July 7—12, (1980), 386.
- [11] H. Lu, M. Doyama, M. Nakamura, T. Arise, Y. Suzuki and T. Iwata, Proceedings of the 28th International Field Emission Symposium, Oregon, U.S.A., July 27—31, (1981), 169.
- [12] E. W. Müller, *Advances in Electronics and Electron Phys.*, 13(1960), 83.
- [13] M. J. Southon and D. G. Brandon, *Phil. Mag.*, 8(1963), 579.
- [14] P. J. Turner et al., *J. Sci. Instr.*, 2(1969), 731.

连续和脉冲共同泵浦的氩灯 Nd³⁺: YAG 激光器

张 镇 西 (西北大学物理系)

热透镜效应是 YAG 激光器的重要现象之一, 可用“热不灵敏腔”或研磨凹面来补偿. 修了凹面的 YAG 棒, 一般不能再作为单次或低重复脉冲激光工作物质, 其原因是凹面将使激光束的发散角成倍增大. 对此, 我们利用简单的电路, 在保持棒端曲率不变的情况下, 研制成一种连续和脉冲共同泵浦的激光器.

一、实验装置

该激光器利用双椭圆聚光器中串联高压连续氩灯 (有效长度和直径各为 77 毫米和 6 毫米), 泵浦掺 1% 钕的 YAG 棒 ($\phi 5 \times 75$ 毫米). 实验装置如图 1 所示. 谐振腔采用平面和曲率半径为 1 米的两个全反射镜. 用光电二极管 (型号为 BPX65) 检测脉冲信号, 再通过同轴电缆输送到示波器中进行观察和照相. 介质偏振器仅允许 p 偏振方向的光通过, s 偏振方向的光被介质偏振器全反射, 并通过普克尔盒到全反射镜后反馈回腔内. 使用水和风冷的功率计 (测

量功率). 采用高精度、水温误差不超过 $\pm 1^\circ\text{C}$ 的双泵冷却系统 (冷却液用来冷却激光器, 循环水再冷却冷却液). 棒在连续光泵和表面冷却作用下, 存在一温度梯度, 它引起横截面上应力和折射率的变化, 出现应力双折射和热透镜效应. 这些效应引起棒两端球面变形, 并导致光束直径在 TEM₀₀ 模中出现按强度分布的两个腰. 热透镜焦距 f 在泵浦功率为 5 千瓦时, 用扩束 He-Ne 激光器测量 (并做折射率修正, 对应 1.06 微米波长时换算) 约为 0.6 米, 屈光度 D 为

$$D = \frac{1}{f},$$

补偿的目的是使校正后的屈光度为零, 也就是

$$D - D_{\text{补偿}} = 0,$$

这样

$$D = D_{\text{补偿}}.$$

由端面曲率引起的棒焦距可用光学厚透镜公式计算: