

## 实验技术简讯

# 静电染色法在铌酸锂晶体铁电性显示中的应用

唐燕生 温金珂 赵家乃 王·韦 吴仲康 王华馥

(南开大学物理系)

我们应用静电复印油墨将铌酸锂铁电畴染色(静电染色法)显示，并扩展到铌酸锂晶体光铁电性的显示，包括单畴铌酸锂光折变区电场电荷分布、单畴掺铁铌酸锂晶体表面电击穿效应和单畴掺铁铌酸锂晶体存储的全息衍射光栅图象的显示等。

上述光铁电性显示图象，与使用其他实验手段所得到的结果对证、或与理论计算进行比较都极为符合，说明静电染色法的可靠性。并且，全息光栅图象表明此方法的分辨率可达到微米数量级。

## 一、静电染色法原理

静电染色法是将被显示的样品投放到静电油墨稀释液中，用竹夹夹紧样品，同时摇晃样品以使染色均匀，数秒钟后取出，再用挥发性较强的正己烷冲洗掉多余的油墨。在样品上得到的图象是具有与静电油墨电性相反的区域。

用做染色剂的静电复印油墨有三种：分别带有正电性或负电性的黑色碳颗粒油墨，这两种都是静电复印机使用的市售商品，颗粒度为数微米量级。另一种是由天津复印技术研究所提供的蓝色染料静电油墨，具有负电性，颗粒度约0.1微米。进行静电染色实验时，应将油墨尽量稀释。例如，在50ml的溶剂中只加一、两滴油墨即可。稀释溶剂要用高绝缘性能的液体，如汽油或正己烷，但需用“分析纯”的，以保证其介电性能。

## 二、静电染色法在铌酸锂晶体铁电性显示中的应用

### 1. 多畴铌酸锂晶体铁电畴的显示<sup>[1]</sup>

电畴结构对铁电晶体性能有较大影响，观察电畴结构形态是铁电体的基础研究工作之一，方法有多种，我们用静电染色法显示，结果与腐蚀法所得图象相符。

铌酸锂是单轴铁电体，具有180°畴。晶体长时间暴露在空气中，极轴两端表面的束缚电荷，被来自空气中和晶体内部的自由电荷所中和，因此表面不显示电的效应。若晶体温度发生变化，则自发极化P<sub>s</sub>随之发生变化，在短时间内，由于补偿不及时，垂直于极轴的端面就会显示电的效应。因此，在改变晶体温度的同时，用带正电性(或负电性)静电染色剂显示，就会因同性相斥和异性相吸，使某一种电性的畴区清晰地显示出来。铌酸锂的自发极化是随温度上升而降低的，因此，实验分以下四种方式进行：

- (1) 把晶体投入比晶体温度低的带负电性的油墨中，得到正电畴区染色花样。
- (2) 把晶体投入比晶体温度低的带正电性的油墨中，得到负电畴区染色花样。
- (3) 把晶体投放到比晶体温度高的带负电性的油墨中，得到的是负电畴区染色花样。
- (4) 把晶体投放到比晶体温度高的带正电性的油墨中，得到的是正电畴区染色花样。

可见，(1)和(4)得到的花样相同，(2)和(3)

得到的花样相同,上述两类花样恰好互补.

使用降温方式效果好,升温方式效果差,因升温时自发极化  $P_s$  减小,油墨中的电荷与晶体表面集附的自由电荷起作用,因而图象是模糊的.

铌酸锂畴区在数微米至数百微米之间,比油墨的颗粒度大一至三个数量级.因此,样式的边缘轮廓是相当清晰的(见图1).

这种方法的优点在于不损伤晶体表面,是一种简便、直观、有效的方法.

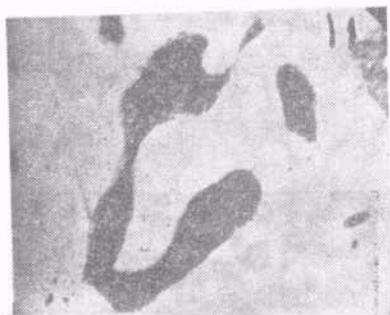


图1 单畴铌酸锂晶体的铁电畴图象  
用正电性油墨染色( $\times 400$ )

## 2. 单畴铌酸锂晶体光折变区内场的显示

一些铁电体在局部强光照射时,会发生光折变现象<sup>[2]</sup>.一般认为产生光折变的原因是在光照区沿自发极化方向形成内电场,通过电光效应改变了光照区的双折射率.有人用静电探针测量了光照区的静电势分布,进而推算出电荷分布模型<sup>[3]</sup>.

我们用静电染色法,显示了光折变区电荷分布,这对于光折变的成因和内场的分析提供了直观的依据<sup>[4]</sup>.

实验中使用了Z切和Y切的单畴铌酸锂晶片,用氩离子激光束照射,停照后放置数分钟,再用带正电性和带负电性的两种油墨染色,得到如下结果:

(1) Y(或X)切面显示结果:用均匀圆形光束照射,以正电性油墨染色,结果是光斑区的正  $P_s$  端边缘染色.用负电性油墨染色,结果是光斑区的负  $P_s$  端边缘染色[见图2(a)].

(2) Z切面显示结果:仍用均匀圆形光束照射,用正电性油墨染色,在自发极化  $P_s$  负端

表面不着色,  $P_s$  正端表面光斑区着色.改用负电性油墨时,情况恰好相反[见图2(b)].

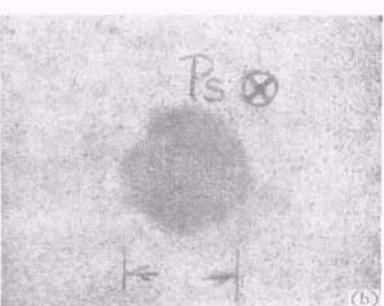
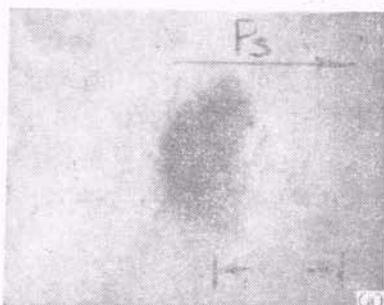


图2 单畴铌酸锂晶体光折变区内场的显示

(a) Z切面图象; (b) Y切面图象  
(用负电性油墨染色, 光斑直径1mm,  $\times 300$ ,  
箭头指示为光折变区)

上述结果表明,在均匀光束照射后,形成的光折变区确有内场存在,光斑区的正  $P_s$  端为负电荷区,  $P_s$  负端为正电荷区,与文献[5]的结果一致.并且从Y切面晶片两面着色情况来看,说明显示的内场电荷为体分布的.

## 3. 单畴掺铁铌酸锂晶体表面附近介质电击穿的显示

高功率密度激光束照射掺铁铌酸锂单畴晶体时,光折变区电场强度足以引起晶体表面附近介质的电击穿.对Y切片,可以观测到双折射率变化的周期性突变<sup>[6]</sup>.

使用静电染色法,可以清晰地显示出气体电击穿的发展过程.

(1) 用高功率密度的激光束,垂直于Y面照射,发现双折射率变化  $\delta(\Delta n)$  的周期性突变.停止照射后,用负电性蓝色染料静电剂染色,光斑区及其附近的染色图象类似乌鱼,在光斑内负  $P_s$  方向有类似半圆的色斑,在正C方向

的光斑之外，有形如触角状花纹，沿电力线方向向外延伸。功率密度愈高，触角愈长[图3(b)]。Y切片的两面染色花纹并不相同，由此可以判断这种现象属于表面效应。

(2) 若激光束垂直于Z切面入射，虽然不能观测到双折射效应，但在停止照射后得到的染色图象，除光斑区染色外，在光斑区外沿法线方向，有向外延伸的菊花瓣状的花样[图3(a)]。

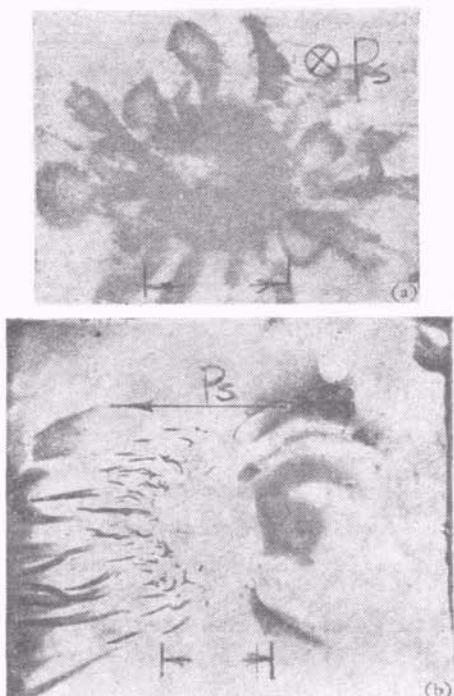


图3 单畴掺铁铌酸锂晶体光折变区  
表面附近气体电击穿情形

(a) Z切面图象；(b) Y切面图象  
(用负电性油墨染色。箭头指示为光折变区。  
 $\times 300$ 。(b) 图右方为负极性放电图形，左方为正  
极性放电图形。左方的触角状条纹为雪崩电子  
流通道)

从静电染色图象可以确认，用高功率密度激光束照射掺铁铌酸锂时，光折变区电场引起了表面附近介质的电击穿。鸟鱼状图象和菊花瓣状图象是在晶体表面附近气体介质中，非均匀电场电击穿雪崩电子流通道在晶体表面的显示。

Z切面的菊花瓣状图象还说明，在使用光学手段不能观测到双折射变化的情况下，仍然可以用静电染色法得到表面发生气体电击穿的

可靠信息。

#### 4. 掺铁铌酸锂单畴晶体全息衍射光栅的显示

传播方向不同的两束相干激光，在会合处，由于干涉作用形成光强消长的空间分布。这种分布记录在载体上，可以形成全息衍射光栅。

掺铁铌酸锂较易产生光折变，是优良的全息储存介质。它能记录相干激光的干涉图样，形成全息衍射光栅。光栅形成的物理机制与光折变机制相同，因此，同样可用静电染色法将晶体表面光栅分布显示出来（图4）。从照片可以计算出光栅间距为 $4\mu\text{m}$ ，与理论计算完全一致。由此可见静电染色法的分辨率已达到微米数量级。

在实验中使用正电性或负电性油墨，要根

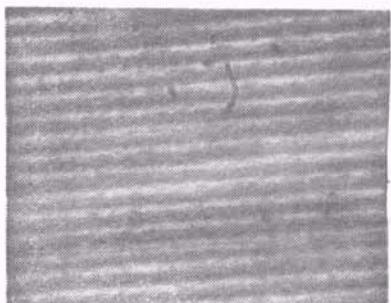


图4 全息衍射光栅图象  
(行间距为 $4\mu\text{m}$ ,  $\times 7000$ )

据实验对象的物理机制。象铁电畴，两种皆可，只是得到的图样是互补的。但在表面电击穿的图象中，以选用负电性油墨为佳。因为在气体击穿的雪崩电子流通道上，电子已经向远处发展，通道上只遗留下正电荷，用负电性油墨才可以得到理想的花样。同样，不同颜色和颗粒度也适用于不同对象。象铌酸锂铁电畴较大，用碳颗粒油墨足以得到清晰花样。而且黑白分明，对比度大。全息光栅间距为微米数量级，就要用颗粒细的油墨，因为图象的分辨率取决于油墨的颗粒度。

总之，静电染色法是显示铁电体铁电性电荷分布的有效方法。它对上述几种物理过程提供了直观的精细的图象。

致谢：对给我们提供油墨的天津复印技术研究所表示感谢。

## 参 考 文 献

- [1] 唐燕生等,南开大学学报(自然科学版),**1**-2 (1980), 88.  
[2] G. D. Boyd, A. Ashkin et al., *Appl. Phys. Lett.*, **9** (1966), 72.

- [3] L. B. Schein, P. J. Cressmann, *J. Appl. Phys.*, **48** (1977), 4844.  
[4] 温金珂等,南开大学学报(自然科学版),**1**-2 (1980), 46.  
[5] P. A. Augustov, K. K. Shvarts, *Appl. Phys.*, **18** (1979), 399.

# 时间分辨简并四波混频的实验方法及其应用

朱化南 米 辛 张时明 傅盘铭

(中国科学院物理研究所)

近几年来,四波混频作为研究物质性质的重要方法受到了广泛的重视<sup>[1]</sup>。本文所介绍的液晶中时间分辨简并四波混频,采用了偏振鉴别法以区分开光场下分子重新取向(非线性极化)及热致相位光栅两种机制所产生的混频信号<sup>[2]</sup>,用以研究向列型液晶 MBBA 在各向同性相的相变前行为以及测量其热扩散系数。所采用的方法及装置原则上适用于其它衰变速率长于  $10^{-8}$ s 的四波混频过程的研究。

## 一、时间分辨四波混频实验装置

测量液晶分子取向弛豫时间的实验装置如图 1 所示: I, II 为两台  $\Omega$  开关倍频 YAG 激光

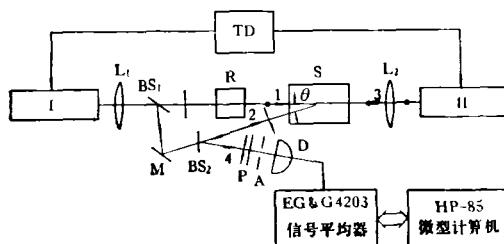


图 1 测量液晶分子取向弛豫时间的实验装置

器,倍频能量分别为 0.4mJ 和 1.3mJ,光脉冲宽度分别为 15ns 和 12ns。两台激光器的  $\Omega$  开关时间由可变延时器 TD 控制,使 II 光脉冲相对于 I 光脉冲的时延在 -200—+600ns 范围内连续可调,延时精度为  $\pm 10$ ns。来自激光器 I

的倍频光经  $f = 500$ mm 的透镜聚焦后再由分束器 BS1 与反射镜 M 形成交角为  $\theta$  的两个抽运光束 1, 2。旋光片 R 将光束 1 的偏振方向旋转 90°;来自激光器 II 的倍频光束经  $f = 300$ mm 的透镜聚焦后与光束 1, 2 交会于样品盒 S 内,并使 1, 3 光束共线、反向。在样品中光束 1, 2 的光斑直径为 0.7mm, 光束 3 的光斑直径为 1.0mm。样品盒置于温度控制器内,控温精度为 0.01°C。为使样品受热均匀并缩短热平衡时间,样品盒侧面应涂以导热硅胶。由图 1 可见,在样品内光束 1, 2 的偏振方向相互垂直,应该没有热致相位光栅存在<sup>[2]</sup>。

如果将图 1 中旋光片 R 移去,则光束 1, 2 偏振方向相同,可以同时存在分子取向有序化光栅及激光感生的热相位光栅。但由于分子取向的弛豫时间远小于热致相位光栅的弛豫时间,当 I, II 光脉冲间时延长于 1 μs 时,实际上已无分子取向所产生的混频信号。所以,当把 I, II 光脉冲间的时延范围改为 -1—+600μs 连续可调,图 1 的装置就可用来研究热致相位光栅效应了。

## 二、信号处理及计算机程序

### 1. 杂散光的抑制与背景处理

信号光路 4 上的光阑 A 及偏振片 P(P 仅当研究分子取向效应时加入),分别用于从空间及