

# 棒状晶体位向差的快速测定

刘来保

(中国科学院安徽光学精密机械研究所)

## 一、前言

前人利用X射线,从衍射强度或位向差入手,来测定晶体的各种缺陷已有许多方法<sup>[1]</sup>。

对于棒状晶体测定其位向差,除了有人利用劳厄法分析计算外,通常是晶棒垂直棒轴平行切割成若干块,再对每块晶体单独进行测定,相互比较,计算位向差。这样,由于切割本身存在方向偏差,因此误差很大,而且损失晶体。为了对已加工好的成品晶棒轴向差及径向差进行测定,我们对火焰法、提拉法、坩埚下降法及水热法生长的六种晶体的轴、径向差,利用X射线定向仪在不损坏样品的前提下,进行快速测定的摸索,取得了较好的效果。

## 二、方法

根据文献[2]所提供的定向方法,将加工好

的成品棒(或有一已知面指数平面的毛坯棒)放在样品托上,并使棒轴与样品托长边平行(图1)。然后将晶棒和样品托同时置于定向仪样品台上,并使长边紧靠定向仪轴面,使X射线正好打在晶棒的柱面上。以红宝石为例,依红宝石的结晶特性,在棒表面上可找到(030)或(110)面作为衍射面,并调衍射光束为最强。此时可将样品托上的压块螺钉轻轻拧紧,使样品与样品托固定成一体(在固定样品的过程中,可通过观察衍射强度来监视)。然后再将晶棒及样品托一道移到晶棒的始端(以X射线不离开晶体为准),读出此衍射角作为晶棒端面的衍射角的基准读数,然后将晶棒连同样品托按一定间隔或连续平移,并相继读出各点的衍射角,再同基准读数相比较,便可得到各部位的相对位向差。对于径向变化的测定可依此进行,只是平移距离相隔要小而已。对其他种类的晶棒,其表面衍射指数可能不一样,但方法一样,可仿效进行。

## 三、误差的校正

在上述测定晶棒位向差的过程中,我们考虑并检验了几个可能出现的误差问题。一是定向仪本身的精度,二是样品托的平面度及固定试样的程度,三是样品加工的精度。另外对X射线衍射峰宽由于缺陷存在而引起的增量也进行了测量。

根据定向仪本身的精度指标和样品的实际检验结果,其读数误差(包括蜗轮副轴所产生的误差)不大于 $30''$ 。样品托用不锈钢制成,其上附有带压板的螺钉,以固定样品。样品托边面平面度我们采用水晶天然(030)反射面进行检

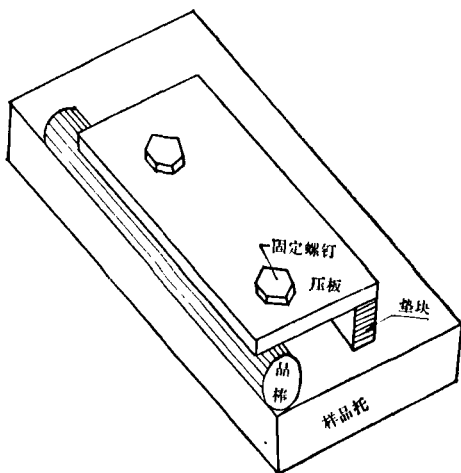


图1 样品托示意图

验,其方法是:将人工合成水晶切成保留自然生长的(030)面的长方体(50×10×10mm<sup>3</sup>),其水晶长方体<sup>1)</sup>在定向仪上采用吸附的办法,平移进行测定,结果同一衍射峰值其始末两端衍射角变化不大于1'。然后将它固定在样品托上进行检验,其结果与用吸附方法测定的数据相同,说明利用样品托,其测角精度基本上和吸附法相同。采用和上述样品棒相同的加工精度,将水晶样品加工成晶棒,在样品托上进行检验,结果始末两端衍射角度变化不大于2'。对于实际晶体,其晶面衍射峰宽(采最小4'的狭缝)经多个样品检验,得到峰值角宽最大不超过30"。因此可以认为,以上各种误差的叠加不会大于2'。对于因样品的偏心,狭缝的高、宽等因素影

响所产生的绝对误差,待今后有关工作中再作分析测定,在测定位向差时可作系统误差处理。

#### 四、应用

此方法可迅速测定各种方法生长的,具有一定尺寸的成品棒或试样的径、轴向差的变化,从而综合反映晶棒内各种缺陷存在的程度。表1列出了四种不同方法生长的六种晶体的径、轴向差的实测数据。从表1中可见,水热法生长水晶晶体其位向几乎无变化或变化很小,其次提拉法生长的晶体向差也很小,这与实际晶体光学质量水平是一致的。

表1 不同方法生长的晶棒平均径、轴位向差比较

数据 晶体 名称		生长方法		提拉法		坩埚下降法		水热法
		火焰法	红宝石	红宝石	钷铝石榴石	硫镓银	淡红银矿	水晶*
项目		红宝石	红宝石	钷铝石榴石	硫镓银	淡红银矿	水晶*	水晶*
轴 向	样品数(根)	40	10	10	5	2	1	1
	平均长度(mm)	105	100	105	40	32	50	50
	反射面	(030)	(030)	(220)	(200)或(220)	(030)	(030)	(030)
	轴位向差	1°34'	8'	11'	25'	15'	3'	3'
径 向	样品数(根)	6	8	5	4	2	1	1
	平均径宽(mm)	14	10	10	12	18	40	40
	反射面	(223)	(223)	(444)	(024)或(112)	(223)	(101)	(101)
	径位向差	34'	5'	4'	12'	5'	2'	2'

\* 同一样品切取轴向含(030)面,径向含(101)菱面的方棒所得的实测数据。

从表1可以看出,同为红宝石晶体,但由于生长方法不同,其位向差可相差一个数量级。我们曾对提拉法生长的红宝石和火焰法生长的红宝石,采用 He-Ne 激光器分别测定它们的被动发散角,前者与后者的差值也是一个数量级。

图2、图3给出了两种红宝石轴向变化特性曲线。提拉法红宝石轴位向差很小,其轴向变化基本上是连续有规则的;而火焰法红宝石

轴向变化既大,又无规则。前者可能主要由于微量晶棒弯曲或扭曲;后者主要由于严重的镶嵌结构的影响。

关于晶棒位向差大小与晶体内缺陷的种类同光学质量之间的内在关系,只有通过系统的综合性的研究才能弄清楚。

1) 此水晶长方体要求无双晶及自然平面度很好。

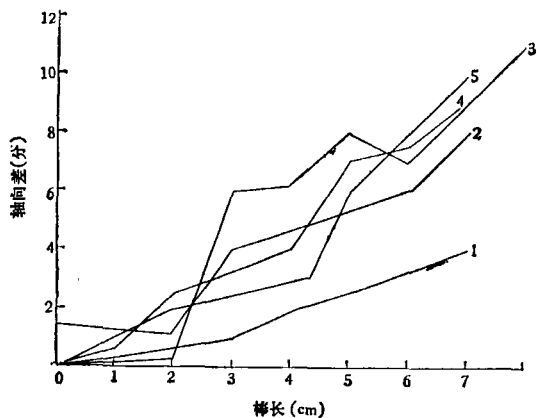


图2 提拉法红宝石轴向变化特性曲线

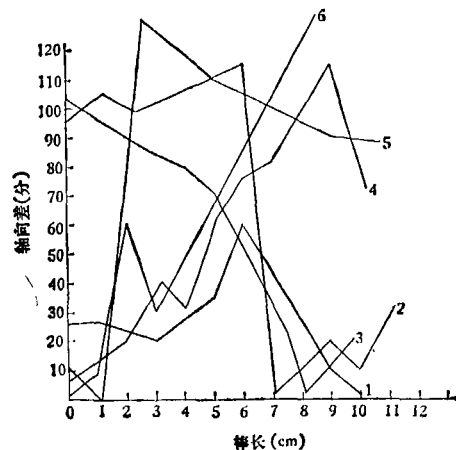


图3 火焰法红宝石轴向变化特性曲线

## 五、结 语

本方法能很快测出成品棒(或一面磨平的毛坯棒)或磨平的晶片的位向差,从而反映出晶体的光学质量水平。它具有操作简便、迅速,不损失样品,精度高的优点。虽然X射线衍射深度是有限的,但由于晶体的结晶学特性,晶体内各晶面彼此是相互制约的,因此表面的位向差也有一定代表性。不足之处是,影响精度因素

很多,要消除误差是不可能的。而且,要求操作特别细致,最好一根棒多测几个面取平均值,这样代表性要好一些。对于同一方法生长的同一晶体,能否找出位向变化与某些缺陷或某一性能的内在关系,尚有待进一步研究。

## 参 考 文 献

- [1] R. A 劳迪斯,刘光照译,单晶生长,科学出版社,(1979),25.
- [2] 刘来保,物理,11(1982),301.

## 1984 年第 8 期《物理》内容预告

分子束外延的新进展(林彰达);层子核物理(王凡等);我们需要理科毕业的同志(沈泽清);物理工作者和新技术开发(宋菲君);应用物理学基本原理,发展噪声控制新技术(方丹群);物理知识和物理思想在科学技术中大有用处(侯兰田);物理学人才在“不对口”工厂也能有所作为(梁家昌等);光纤传感技术在物理测量中的应用(关铁樵);通过磁化曲线测定金属玻璃窄

带的感生磁各向异性常数(陈笃行);热锻铁电陶瓷  $\text{Bi,Ti}_2\text{O}_7$  的反极图测定(夏宗宁等);近代物理讲座第八讲 恒星的形成、演化和结局(俞允强);光学信息处理讲座第三讲 计算机全息图及其应用(陆伯祥);固体的光散射讲座第一讲 光散射的基本理论(劳浦东);迈耶夫人(梅镇岳);一本难得的书——《相变与临界现象》(郝柏林、于渌,科学出版社,1984)(李荫远)。

## 办理《物理》零售邮购启事

为适应读者需要,特办理零售邮购业务。现备有《物理》1982年第7,8,11,12各期;1983年(第5期除外)及本年度各期。

价格(每册):门市3角8分;平邮4角;

物理

挂号5角。

出售地点:北京大学物理系示教室(北京大学东南门内)。

联系人:张可法。