

扫描电子显微镜在激光研究中的应用

黄德群 王浩炳

(中国科学院上海光机所)

提要: 本文总结了用扫描电子显微镜对激光玻璃、激光晶体、激光薄膜、半导体激光器等激光材料和元件进行观察与分析的初步结果, 讨论了扫描电子显微镜在激光领域中的其他一些可能的应用。

Application of scanning electron microscope to laser research

Huang Dequn, Wang Haobing

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

Abstract: In this paper, observation results of the scanning electron microscope on laser materials and components (including glasses, crystals, films, semiconductor lasers etc) are summarized. Other possible usages of the scanning electron microscope in laser research are also discussed.

一、引 言

扫描电子显微镜(以下简称扫描电镜)是本世纪六十年代开始发展起来的一种新型精密电子光学仪器。由于它具有分辨率高(一般为 150 \AA 至 200 \AA , 高性能的可达 30 \AA 至 50 \AA)、景深长(比光学显微镜高数百倍)、图象立体感强、放大倍数可从低倍到高倍($20\times\sim 100,000\times$)连续调节以及试样制备简单等优点, 所以广泛应用于各种试样表面显微形貌的直接观察。

本文总结了我们在激光研究中应用国产DX-3A型扫描电镜所取得的初步结果, 讨论了在这一领域中的其他一些可能应用。

二、激光玻璃的观察

为了观察激光玻璃中各种微颗粒的形貌, 试样的制备采用两种方式: ① 敲击试样至破碎使微颗粒显露在断面上; ② 使用专门配制的腐蚀液浸蚀试样, 使欲观察的目标暴露在表面上, 这种方法所得的试样形貌常与腐蚀条件相关。为防止高能电子在试样上的聚集, 样品表面蒸镀一层金膜, 厚度 $300\sim 400\text{ \AA}$ 。

1. 氟磷玻璃

我们在 $2000\times$ 至 $5000\times$ 倍率下观察氟磷玻璃样品, 可容易地检测到各种不同形貌的夹杂物与析出物。归纳起来有以下几种类

收稿日期: 1982年2月1日。

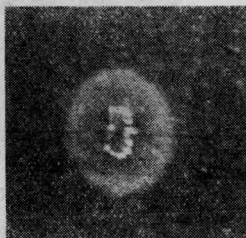
型:

i. 分散的结晶析出物。线度为十几微米至几十微米,如图 1 所示。

ii. 液滴状析出物。这种析出物常成球形或椭球形,球内包含着许多分散的小颗粒。

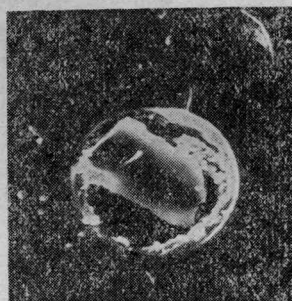


图 1 氟磷玻璃中的析晶颗粒 (3000 \times)



(a) 成球形 (5000 \times) (b) 成椭球形 (5000 \times)

图 2 氟磷玻璃中液滴状析出物



(a) 500 \times



(b) 2000 \times

图 3 氟磷玻璃液滴状析出物内晶粒长大

估计这是一种分相过冷液滴,是在玻璃成形时随着基体逐渐冷却,液滴内溶质的过饱和度增加后成晶相析出。图 2 是两个典型的液滴状析出物。当液滴中溶质浓度比较低时,液滴中有可能发育成少量的晶形,比较完整的小晶体,如图 3 所示。

iii. 小颗粒集团。在集团中,聚集着数量较多的粒度为 0.5 微米到数十微米的微颗粒。这些颗粒一般不显示规则的多面体外形,可能是在基体局部组分严重不均匀时所产生的第二相颗粒,如图 4 所示。

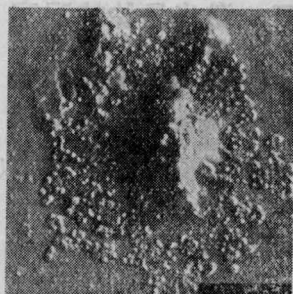


图 4 氟磷玻璃中的微颗粒集团 (1000 \times)

2. 硅酸盐玻璃

在硅酸盐玻璃中,比较容易检测到单个分散的析晶颗粒,偶尔也能观察到液滴状的分相析出物(图 5),但数量比较少。

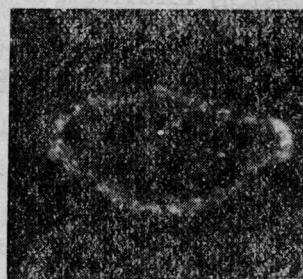


图 5 硅酸盐玻璃中的析出物 (200 \times)

3. 磷酸盐玻璃

这种玻璃容易形成分相析出物,其中,规则多面体外形的析晶颗粒和液滴状析出物比较多。这种析出物在电子束作用下,比较容易损伤。图 6 中可见样品受电子束辐照后受损伤而亮度下降的一堆颗粒。

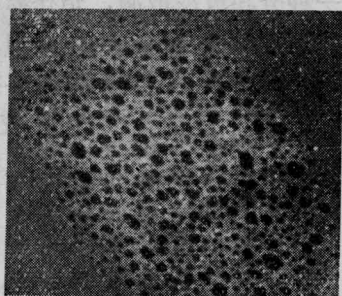


图6 磷酸盐玻璃中易受辐射损伤的析出物
(黑点原为亮点) 3000×

三、激光晶体的观察

1. 晶体生长界面微形貌

晶体生长界面是晶体生长的起点, 界面结构决定于晶体生长的机制。所以, 晶体生长界面微形貌的观察和研究, 历来受到晶体生长工作者的重视。用扫描电镜研究晶体生长界面形貌的优点是能在比光学显微镜高得多的放大倍率下观察细微结构; 此外由于扫描电镜的景深大, 观察到的图象清晰, 立体感强, 有助于对观察结果的正确判断。

(1) 引上法生长的 YAG:Nd 晶体的生长界面

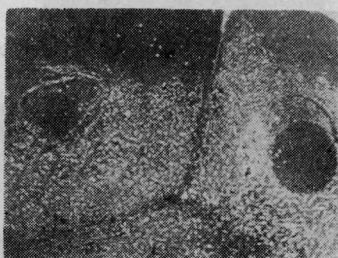
引上法生长的 YAG:Nd 晶体, 在核心区域所产生的小晶面的性质和形成机制, 在文献[1]中曾有论述。我们用扫描电镜观察了(111)、(211)、(100)三种方向生长的 YAG:Nd 晶体的生长界面, 看到了生长界面上所出现的其他一些形貌特征。

i. 沿同一方向生长的晶体, 出现小面的数目虽然相同, 但小面上的形貌有差别。图7中所示的三个晶体生长界面上的小面区域, 都是出现在(111)方向生长的晶体上。G480-04 晶体上的三个小面上, 其中有二个在中央部位呈现一平坦的小区域, 类似于非突变光滑面生长。往外扩展时逐渐过渡到粗糙面生长^[2]。G480-05 晶体上的三个小面中只有一个小面的中央出现一平坦的小区域。

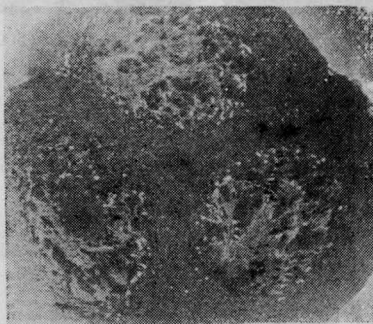
G480-06 晶体的三个小面上都不出现平坦区域, 小面上全是扭折和台阶, 可视为粗糙突变界面生长。造成这种差别的原因, 需要进一步研究。

ii. 沿(211)、(110)方向生长的晶体, 有些小面上呈现出类似于非完整突变光滑界面生长的特征。小面的中心区域附近有一块 $\sim\phi 0.3$ 毫米的光滑面, 周围是不完整的圆环形台阶, 见图8。

iii. 沿(100)方向生长的晶体, 四个(211)小面上的形貌也有差别。G480-09 的



(a) G480-04 (50×)



(b) G480-05 (50×)



(c) G480-06 (40×)

图7 沿(111)方向生长的三个晶体上出现的小面形貌

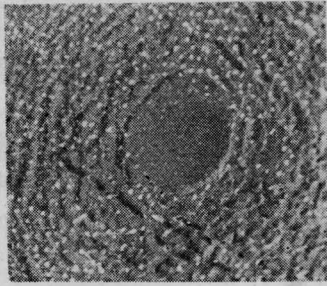


图8 沿(100)方向生长时,界面上出现的单个小面形貌 (100×)

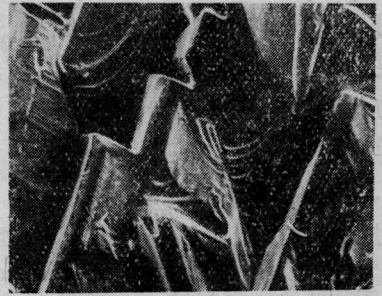
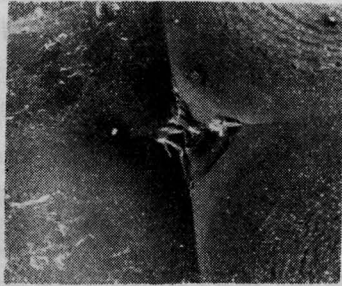
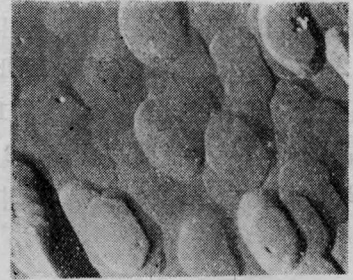


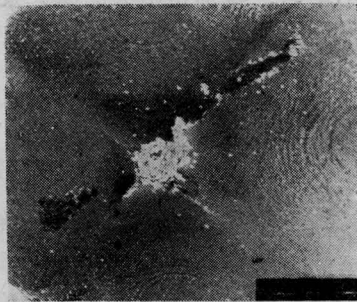
图10 铝酸铍分格结构界面上的平行台阶 (60×)



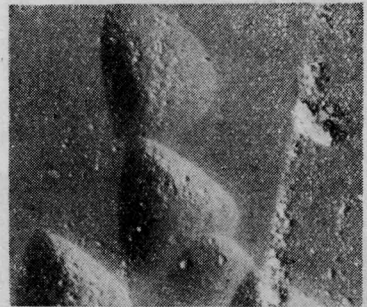
(a) G480-08 (70×)



(a) LNP 单晶 (300×)



(b) G480-09 (50×)



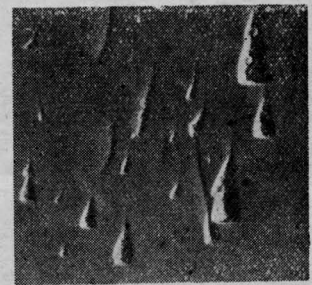
(b) 蓝宝石单晶(0001)面上的蚀坑 (3000×)

图9 沿(111)方向生长的两个晶体小面中央区域形貌

四个小面形貌基本相同。每个面的中心区域都有一个 $\sim\phi 0.3$ 毫米的平坦区域,周围为不规则的环状台阶。G480-08 的四个小面中,有二个在中心区出现平坦的光滑面;另二个面上全是扭折和台阶,见图9。

(2) 铝酸铍晶体的生长界面

掺 Cr^{3+} 的铝酸铍晶体 ($\text{BeAl}_2\text{O}_4:\text{Cr}^{3+}$) 是一种输出波长可调的激光工作物质。用引上法生长时,由于杂质的分凝,在生长界面上出现分格结构。我们用扫描电镜观察了它的形貌。在这种分格结构中出现一系列互相平行的台阶,如图10所示。



(c) YAG 单晶的缀饰位错丛 (1000×)

图11 各种单晶的腐蚀坑

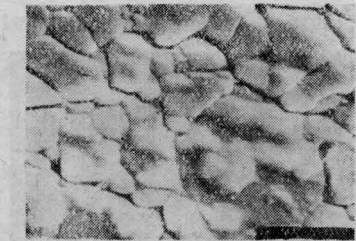
2. YAG:Nd、LNP 和蓝宝石的蚀坑

图11(a)是LNP的蚀坑,(b)是蓝宝石的蚀坑,(c)是YAG:Nd缀饰位错坑。用扫描电镜可从微观尺度仔细地观察蚀坑形貌形成机制。探讨蚀坑与晶体结构缺陷之间的关

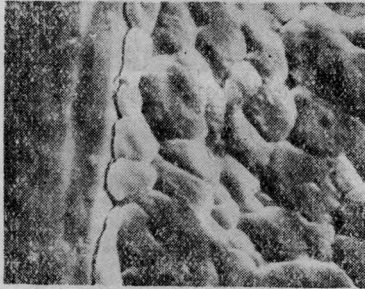
系。另外,能够精确地测量蚀坑密度,特别是通过在晶界或滑移带上蚀坑数的测量,验证蚀坑与位错的对应关系。所以,扫描电镜是进行单晶研究的有力工具。

3. 多晶材料的显微结构

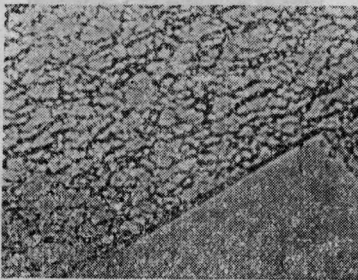
用扫描电镜观测了经强化处理(如 KCl、ZnSe 等)的多晶材料的显微结构。在富有立体感的电镜图象上,可以精确地测定晶粒的大小,显示出晶界区域的细节。图 12(a) 是 KCl 热压多晶的晶粒形貌照片,测出的晶粒直径为 2~15 微米。图 12(b) 是 KCl 多晶局部重结晶长大后出现的晶界。图 12(c) 是 KCl 多晶的光学显微镜照片。图 12(a)、(b) 与图 12(c) 相比扫描电镜图象细节丰富而清晰。



(a) 扫描电镜照片 (2000×)



(b) 扫描电镜照片 (2000×)



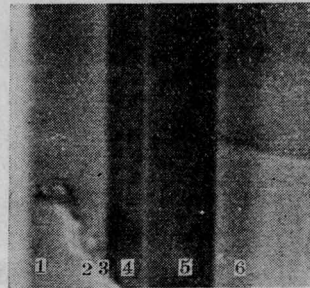
(c) 光学显微镜照片

图 12 KCl 多晶的晶粒和晶界

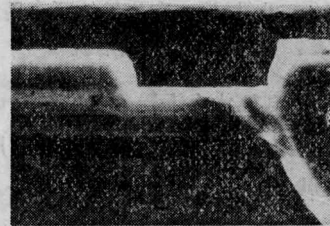
四、半导体激光器的结区微形貌

半导体激光器中,外延层的厚度和均匀性对器件性能影响很大。使用扫描电镜进行结区微形貌的直接观察,是检查器件质量的有效方法。

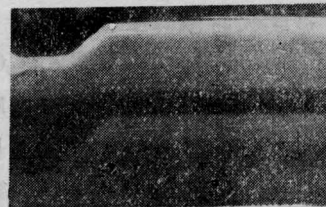
我们采用二次电子信息,观察了 GaAs 双异质结激光器、GaAs 平面条形激光器、GaAs 沟槽衬底激光器三种器件的结区形貌。图 13(a) 中所示的 GaAs 双异质结激光器中六个不同性质的外延层,均能分辨清楚。特别是中间三层: p 型 $Al_xGa_{1-x}As$ 、GaAs 有源区、 n 型 $Al_xGa_{1-x}As$, 层次清晰,层宽和均匀性也都符合要求,所以这是一个合格的 GaAs 双异质结激光器。图 13(b) 能看到四个层次,但衬度不均匀,特别是中央的激光发射区没



(a) GaAs 双异质结激光器 (3000×)



(b) GaAs 平面条形激光器 (3000×)



(c) GaAs 沟槽衬底激光器 (3000×)

图 13 GaAs 激光器结区形貌

有显示出来,而且在结区附近有许多暗点(有可能是被污染了)。这是一个没有激光输出的器件。图 13(c) 也看不到明显的激光发射区,所以也是一个性能不良的器件。

五、激光薄膜的观察

1. 薄膜的表面粗糙度

图 14 是为了进行薄膜光散射损耗研究而蒸镀的铝膜表面形貌。膜板光洁度较低,从图上可观察到线度为 2~8 微米的坑。对介质膜表面结构的观察,可采用复型技术。

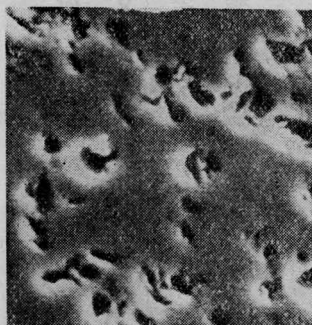


图 14 铝膜表面粗糙度 (1000×)

2. 激光薄膜的光损伤

图 15 是金膜受 CO_2 激光辐照后所引起的损伤。通过薄膜损伤前后形貌的观察比较,可进行薄膜激光损伤机制的研究。

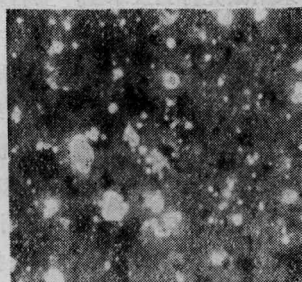


图 15 受 CO_2 激光破坏后的金膜表面 (1000×)

六、激光聚爆靶球表面形态的观察

激光聚爆实验需要高质量的微球靶。其

质量指标为:直径 100 微米左右,椭圆度 $<5\%$,光洁度 $\nabla 10$ 以上。空心玻璃微球的壁厚为 1~3 微米。我们用扫描电镜对微靶球作了抽样观察。

1. 样品制备

靶球是绝缘体,在作电镜观察前表面需蒸镀厚度为 $\sim 300 \text{ \AA}$ 的金膜。小球撒在粘有双面胶水的样品座上,小球固定后再镀导电膜。为减少小球在观察平面上的堆积,影响观察效果,宜将微球放在无水酒精中分散后再用滴管将溶液滴在胶水纸上,待酒精蒸发完后将样品放在镀膜机中蒸镀金膜。

2. 微球形貌观察

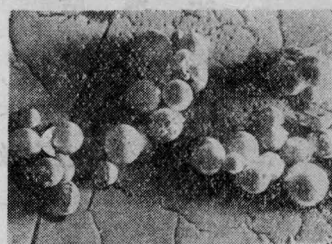
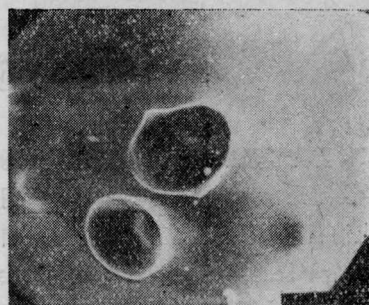
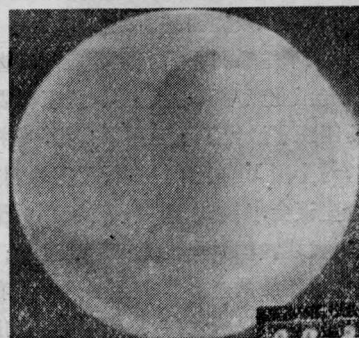


图 16 激光聚爆靶球 (100×)



(a) 有缺陷 (1000×)



(b) 质量较好 (1000×)

图 17 激光聚爆靶球

在扫描电镜下观察未经挑选的微球,可见球的直径差别很大,如图16所示。其中直径大的为 $\sim\phi 120$ 微米;直径小的为 $\sim\phi 30$ 微米。多数微球表面有缺陷。图17为两个微球的放大照片(1000倍)。其中一个球的表面缺陷严重,另一个球的表面比较光滑,椭圆度很小。扫描电镜除了能比较精确地测量微球直径和球表面的光洁度外,对破碎的空心靶球,可以在图象上直接测量其壁厚。若要对单个微球进行精确测量,需要采用专门设计的精密夹具。

七、结束语

扫描电镜在激光研究中的应用,除了上述介绍的一批实例外,还可以开展下列应用。

1. 通过靶材表面损伤形貌和激光窗口

材料表面损伤形貌的观察,进行强激光对材料破坏机理的研究。

2. 进行光泵电极材料、管壁材料表面形貌和破断显微结构的观察,研究改进器件的质量。

3. 对激光玻璃熔炼和晶体生长中所使用的坩埚材料、保温材料结构的观察,研究改进这些材料的配方和制造工艺,提高和改进这些材料质量与性能。

4. 进行二度和三度显微尺寸的测量,如晶体中生长台阶的高度等。

参 考 文 献

- [1] 武居文彦,高须新一郎等;《东芝レビュー》,1969, 24, No. 12, 1507~1515.
- [2] 张克从,张乐溥主编;《晶体生长》,科学出版社,(1981).

简 讯

激光工业应用讨论会在上海召开

国家科委光学及应用光学学科组激光分组、中国光学学会激光专业委员会于1982年10月7日至12日在上海召开激光工业应用讨论会,来自全国18个省市82个单位的90人出席了这次讨论会。讨论会着重讨论分析了我国激光技术在工业上应用的现状,交流激光工业应用的经验与教训,提出了建议攻关和推广的项目以及应当采取的措施。

会议听取了国家科委激光工业应用调查组所作的“国内激光工业应用调查报告”。国家科委在1981年11月份组织了激光工业应用调查组,在将近一年的时间内,对全国165个单位进行了实地调查;召开了30多个座谈会,听取了有关领导部门的干部以及科技人员对发展我国激光工业应用的意见;对100多个单位作了信函调查。调查报告列举了我国激光工业应用所取得的经济效益,指出了存在的问题,对今后的工作提出了若干建设性的建议。

会议还安排了5个交流报告,它们是:上海钟表

元件厂的“不断革新钟表宝石轴承激光打孔技术”,介绍了该厂采用激光打孔技术生产宝石轴承,提高打孔生产效率,降低产品成本和劳动条件,取得了很好的经济收益的经验。北京市建筑工程研究所的“努力在建筑工程中应用推广激光技术”,介绍了他们七年来应用激光技术,围绕建筑工程中的“横平、竖直”问题,解决建筑施工中某些技术关键所取得的成果。上海市激光技术研究所的“努力提高应用研究水平积极开展技术服务工作”,介绍了该所在推广科技成果、技术转让和技术服务工作的情况和收益。杭州大学的“高精度高效率激光测量大坝变形”,介绍了他们采用激光三点法测量大坝变形的结果,在长557米的大坝上进行实测,水平位移和垂直位移的测量精度在0.1~0.2毫米。北京光电所的“国内外常用激光器件现状”,对比了国内外目前生产的常用器件的性能。

(纪钟)