



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104567402 B

(45) 授权公告日 2016.06.01

(21) 申请号 201510017797.0

(22) 申请日 2015.01.14

(73) 专利权人 中国科学院合肥物质科学研究院
地址 230088 安徽省合肥市蜀山湖路 350 号
中国科学院合肥物质科学研究院

(72) 发明人 张德明 殷绍唐 孙彧 张庆礼
孙敦陆

(51) Int. Cl.

G01N 23/20(2006.01)

审查员 姚丽华

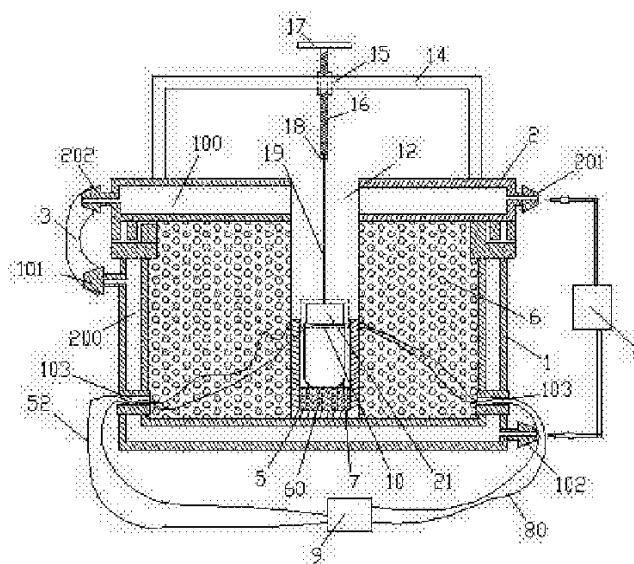
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

同步辐射 μ -SAXS 技术原位测量熔融法晶体
微观生长基元粒径的方法及微型晶体生长炉

(57) 摘要

本发明公开了同步辐射 μ -SAXS 技术原位测量熔融法晶体生长基元粒径的方法,本方法基于同步辐射 μ -SAXS 技术原位测量熔融法晶体生长时不同区域(边界层、熔体)中微观生长基元的粒径大小,获得晶体微观生长基元粒径从熔体到晶体的变化规律;本发明还提供了应用该方法的微型晶体生长炉,通过本微型晶体生长炉能实现对晶体生长时边界层和熔体中微观生长基元的粒径的原位观测。



1.同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法,其特征在于:

a、将生长晶体的原料置于坩埚中,同时在其上部放置一块晶体薄片,薄片下部有部分插入坩埚内,该晶体薄片通过铂金丝固定在籽晶杆上,并通过螺杆旋钮调节晶体薄片的位置;将炉体放在同步辐射小角微束X射线散射线站的实验台上;开通同步辐射线站上的X射线光源,调整炉体的位置,使微束X射线通过入射口透过炉体内的晶体薄片区域,然后关闭X射线光源;

b、打开冷却水系统和电加热器,通过温控仪使电加热器给炉体缓慢升温,直到坩埚内的原料及晶体薄片深入坩埚的部分熔化,晶体薄片和熔体形成了籽晶在上的熔融法生长系统,适当调节并稳定加热功率,在表面张力和毛细现象的共同作用下,晶体薄片的下部就会形成一个包含熔体和边界层的区域,调节实验台基座的升降装置,使该区域呈现在X射线的测量光路上,微束X射线分别透过边界层和熔体区域并采集实验数据;

c、通过小角X射线散射线站上的CCD的显示实验过程的图像,可观察到微型炉内薄片状晶体生长系统中边界层和熔体的两个区域,原位测量两个区域中微观生长基元粒径大小及变化情况,获得晶体微观生长基元粒径变化的规律。

2.根据权利要求1所述的同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法,其特征在于:所述的晶体薄片的上方两侧分别开有一个凹口。

3.根据权利要求1所述的同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法,其特征在于:晶体薄片的宽度和厚度略小于坩埚口径的宽度和厚度。

4.一种同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的微型晶体生长炉,它包括炉体和炉盖,所述炉体和炉盖均为双层结构,其双层结构之间为循环水通道,在所述炉体和炉盖上分别设有一个进水孔和出水孔,所述炉体上的进水孔通过连接管与炉盖上的出水孔相连,所述炉体上的出水孔和炉盖上的进水孔与冷却水系统相连;

所述炉体内设有电加热器,该电加热器是由一个“U”形刚玉和铂金丝构成,所述的铂金丝缠绕在“U”形刚玉上,所述“U”形刚玉外围与炉体内壁之间设有保温材料,在所述“U”形刚玉中间还放置有坩埚;

所述保温材料与“U”形刚玉之间还置有一个热电偶;

所述炉体下部两侧还分别开有通孔,其中一侧的通孔是用于供电加热器的导线穿出炉体外与温控仪相连,另一侧则是供热电偶的数据线穿出炉体外与温控仪相连,其特征在于:

所述炉体正前方还开有一个入射口,与入射口相对的炉体另一面还开有一个出射口,所述入射口与出射口相通;所述的入射口与出射口形状为矩形,且入、出射口的口径大小相等;

所述坩埚底部与“U”形刚玉之间还填充有保温材料;

所述炉盖顶部中间位置开有一个顶孔,在所述炉盖顶部还固定一个支架,在支架中心置有一个螺母,所述螺母内有螺杆,在螺杆的顶端有螺杆旋钮,在其底端还设有一个夹头,该夹头上固定下面的籽晶杆;所述的籽晶杆下端还有一根固定薄晶片的铂金丝。

同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法及微型晶体生长炉

技术领域

[0001] 本发明涉及同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法和应用于 μ -SAXS技术测量的微型晶体生长炉,属于物质在晶体生长时微观生长基元粒径大小的原位测量的实验方法领域。

背景技术

[0002] 熔融法晶体生长微观机理研究是晶体生长机理研究的关键,中科院合肥物质科学研究院(中科院安徽光机所)发明了应用高温显微拉曼光谱原位测量晶体生长过程中微观生长基元微观结构变化的方法,以及适应高温拉曼光谱原位测量的晶体生长热台(微型晶体生长炉)装置,已对几十种晶体的微观生长机理进行了研究,发现在熔体和晶体之间存在一个结构过渡的区域,该区域被称为晶体生长边界层,在边界层内形成的微观生长基元已经具有晶体单胞的某些结构特征。该方法和装置分别获得了发明专利和实用新型专利授权,专利号分别为ZL01238010.5、ZL01113657.X。

[0003] 但是在晶体生长边界层中微观生长基元的演变方式是数量逐渐增多还是粒径逐渐长大,是拉曼光谱技术难以解决的问题,而这一问题对于建立新的熔融法晶体生长理论模式极为重要。同步辐射小角X射线散射技术(SAXS)为解决此问题提供了一个有效方法。

[0004] SAXS技术已经有效的应用于测量纳米团簇粒径。当X射线照射到试样上时,如果试样内部存在纳米尺度的电子密度不均匀区,则会在入射光束周围的小角度范围内(一般 $2\theta \leq 6^\circ$)出现散射X射线,这种现象称为小角X射线散射(Small Angle X-ray Scattering),简称为SAXS。其物理实质在于散射体和周围介质的电子云密度的差异,其散射强度分布与试样内纳米团簇粒径及分布密切相关,SAXS技术已成为研究亚微米级固态或液态结构的有力工具。

[0005] 鉴于熔融法晶体生长时熔体和边界层内的生长基元粒径是在亚微米量级,属于SAXS技术测量范围之内,因此SAXS技术可以应用于测量高温熔体及边界层内生长基元粒径的大小及其变化规律。本发明通过同步辐射 μ -SAXS技术原位测量晶体生长过程中熔体、边界层中微观生长基元的粒径大小,获得不同区域微观生长基元粒径大小的变化信息,是揭示晶体生长微观机理的一种新方法。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题在于提供同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法及微型晶体生长炉,通过该方法和生长炉的运用,能测量到边界层和熔体区域中微观生长基元粒径的大小及变化规律。

[0007] 本发明所要解决的技术问题采用以下技术方案来实现:

[0008] 同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法,其具体步骤如下:

[0009] 步骤1、将生长晶体的原料置于坩埚中,同时在其上部放置一块具有籽晶的功能的晶体薄片,薄片下部有部分插入坩埚内,该晶体薄片通过铂金丝固定在籽晶杆上,并通过螺杆菌旋钮调节晶体薄片的位置;将炉体放在同步辐射小角微束X射线散射线站的实验台上;开通同步辐射线站上的X射线光源,调整炉体的位置,使微束X射线通过入射口透过炉体内的晶体薄片区域,然后关闭X射线光源;

[0010] 步骤2、打开冷却水系统和电加热器,通过温控仪使电加热器给炉体缓慢升温,直到坩埚内的原料及晶体薄片深入坩埚的部分熔化,晶体薄片和熔体形成了籽晶在上的熔融法生长系统,适当调节并稳定加热功率,在表面张力和毛细现象的共同作用下,晶体薄片的下部就会形成一个包含熔体和边界层的区域,调节实验台基座的升降装置,使该区域呈现在测量的X射线的光路上,微束X射线分别透过边界层和熔体区域并采集实验数据;

[0011] 步骤3、通过小角X射线散射线站上的CCD的显示实验过程的图像,可观察到微型炉内薄片状晶体生长系统中边界层和熔体的两个区域,原位测量两个区域中微观生长基元粒径大小及变化情况,获得晶体微观生长基元粒径变化的规律。

[0012] 本发明还公开了同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的微型晶体生长炉,它包括炉体和炉盖,所述炉体和炉盖均为双层结构,其双层结构之间为循环水通道,在所述炉体和炉盖上分别设有一个进水孔和出水孔,所述炉体上的进水孔通过连接管与炉盖上的出水孔相连,所述炉体上的出水孔和炉盖上的进水孔与冷却水系统相连;

[0013] 所述炉体内设有电加热器,该电加热器是由一个“U”形刚玉和铂金丝构成,所述的铂金丝缠绕在“U”形刚玉上,所述“U”形刚玉外围与炉体内壁之间设有保温材料,在所述“U”形刚玉中间还放置有坩埚;

[0014] 所述保温材料与“U”形刚玉之间还设有一个热电偶;

[0015] 所述炉体两侧还分别开有通孔,其中一侧的通孔是用于供电加热器的导线穿出炉体外与温控仪相连,另一侧则是供测温热电偶的数据线穿出炉体外与温控仪相连;

[0016] 所述炉体正前方还开有一个入射口,与入射口相对的炉体另一面还开有一个出射口,所述入射口与出射口相通;

[0017] 所述炉盖顶部中间位置开有一个顶孔,在所述炉盖顶部还固定一个支架,在支架中心置有一个螺母,所述螺母内有螺杆,在螺杆的顶端有螺杆旋钮,在其底端还设有一个夹持件,该夹持件上设有一根籽晶杆。

[0018] 进一步,所述的籽晶杆下端还有一根铂金丝。

[0019] 进一步,所述的坩埚为扁平状铂金或其它材料的坩埚。

[0020] 进一步,所述的入射口与出射口形状为矩形,且入、出射口的口径大小相等。

[0021] 进一步,所述的晶体薄片的上方两侧分别开有一个凹口,作为铂金丝固定薄晶片的卡口。

[0022] 进一步,所述的晶体薄片的宽度和厚度略小于坩埚口径的宽度和厚度。

[0023] 进一步,所述坩埚底部与“U”形刚玉之间还填充有保温材料。

[0024] 本发明的有益效果是:

[0025] 1、该微型晶体生长炉以独特的温场设计和精密的温度控制,能形成稳定的晶体、边界层和熔体三部分区域,并使该三部分呈现在测量光束的通过范围内,为同步辐射 μ -

SAXS技术的原位测量创造条件；

[0026] 2、实现了原位、实时的测量,既能在晶体生长过程中观察到边界层和熔体两区域,又能采用 μ -SAXS技术原位测量到两区域内微观生长基元粒径的大小。

附图说明

[0027] 图1为本发明微型晶体生长炉正面结构示意图；

[0028] 图2为本发明微型晶体生长炉侧面剖示图；

[0029] 图3为图1中部分结构放大示意图；

[0030] 图4为本发明晶体薄片与坩埚结构示意图；

[0031] 图5为电加热器结构示意图；

[0032] 图6为晶体薄片在炉体内呈现的两个区域。

具体实施方式

[0033] 为了使本发明实现的技术手段、创新特征、达成目的与功效易于明白了解,下面结合具体图示,进一步阐述本发明。

[0034] 如图1-6所示,同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的方法,其具体步骤如下:

[0035] 首先将生长晶体的原料置于坩埚7中,再将准备好的晶体制成薄片状,并在晶体薄片21上方的两侧分别制出凹口210,该晶体薄片21上的凹口通过铂金丝20固定在籽晶杆19上,并通过螺杆旋钮17调节晶体薄片21的位置;将炉体1放在同步辐射小角微束X射线散射站实验台上;开通同步辐射站上的X射线光源,调整炉体1的位置,使微束X射线通过入射口10透过炉体1内的晶体薄片21区域,然后关闭X射线光源;

[0036] 打开冷却水系统4和电加热器5,通过温控仪9使电加热器5给炉体1缓慢升温,直到坩埚7内的原料及晶体薄片21(晶片)深入坩埚7的部分熔化,晶体薄片21和熔体形成了籽晶在上的熔融法生长系统,适当调节并稳定加热功率,在表面张力和毛细现象的共同作用下,晶体薄片1的下部就会形成一个包含熔体211和边界层212的区域,并使该区域呈现在测量的X射线的光路上,微束X射线分别透过边界层212和熔体211区域并采集实验数据;

[0037] 通过小角X射线散射站上的CCD的显示实验过程的图像,可观察到微型炉内晶体薄片21生长系统中晶体生长边界层212和熔体211的两个区域,原位测量两个区域中微观生长基元粒径大小及变化情况,获得晶体微观生长基元粒径变化的规律。

[0038] 作为优先实例,上述的晶体薄片21的宽度和厚度略小于坩埚7口径的宽度和厚度。

[0039] 如图1-5所示,本发明还公开了同步辐射 μ -SAXS技术原位测量熔融法晶体微观生长基元粒径的微型晶体生长炉,它包括炉体1和炉盖2,炉体1和炉盖2均为双层结构,其双层结构之间为循环水通道100、200,在炉体1和炉盖2上分别设有一个进水孔101、201和出水孔102、202,炉体1上的进水孔101通过连接管3与炉盖2上的出水孔202相连,炉体1上的出水孔102和炉盖2上的进水孔201与冷却水系统4相连;炉体1内设有电加热器5,该电加热器5是由一个“U”形刚玉50和铂金丝51构成,铂金丝51缠绕在“U”形刚玉50上,“U”形刚玉50外围与炉体1内壁之间设有保温材料6,在“U”形刚玉50中间还放置有坩埚7;保温材料6与“U”形刚玉50之间还设有一个测温热电偶8,使其周围没有气体对流,以保证测温的稳定性和准确性;

[0040] 炉体1下部两侧还分别开有通孔103,其中一侧的通孔103是用于供电加热器5的导线52穿出炉体1外与温控仪9相连,另一侧则是供测温热电偶8的数据线80穿出炉体1外与温控仪9相连;

[0041] 炉体1正前方还开有一个入射口10,与入射口10相对的炉体1另一面还开有一个出射口11,入射口10与出射口11相通;

[0042] 炉盖2顶部中间位置开有一个顶孔12,在炉盖2顶部还固定一个支架14,在支架14中心置有一个螺母15,螺母15内有螺杆16,在螺杆16的顶端有螺杆旋钮17,在其底端还设有一个夹头18,该夹头18上设有一根籽晶杆19。

[0043] 作为优选实例,上述的籽晶杆19下端还有一根铂金丝20。

[0044] 作为优选实例,上述的坩7为扁平状铂金或其它材料坩埚。

[0045] 作为优选实例,上述的入射口10与出射口11形状为矩形,且入、出射口的口径大小相等。

[0046] 作为优选实例,所述坩埚底7部与“U”形刚玉50之间还填充有保温材料60。

[0047] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和进步都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

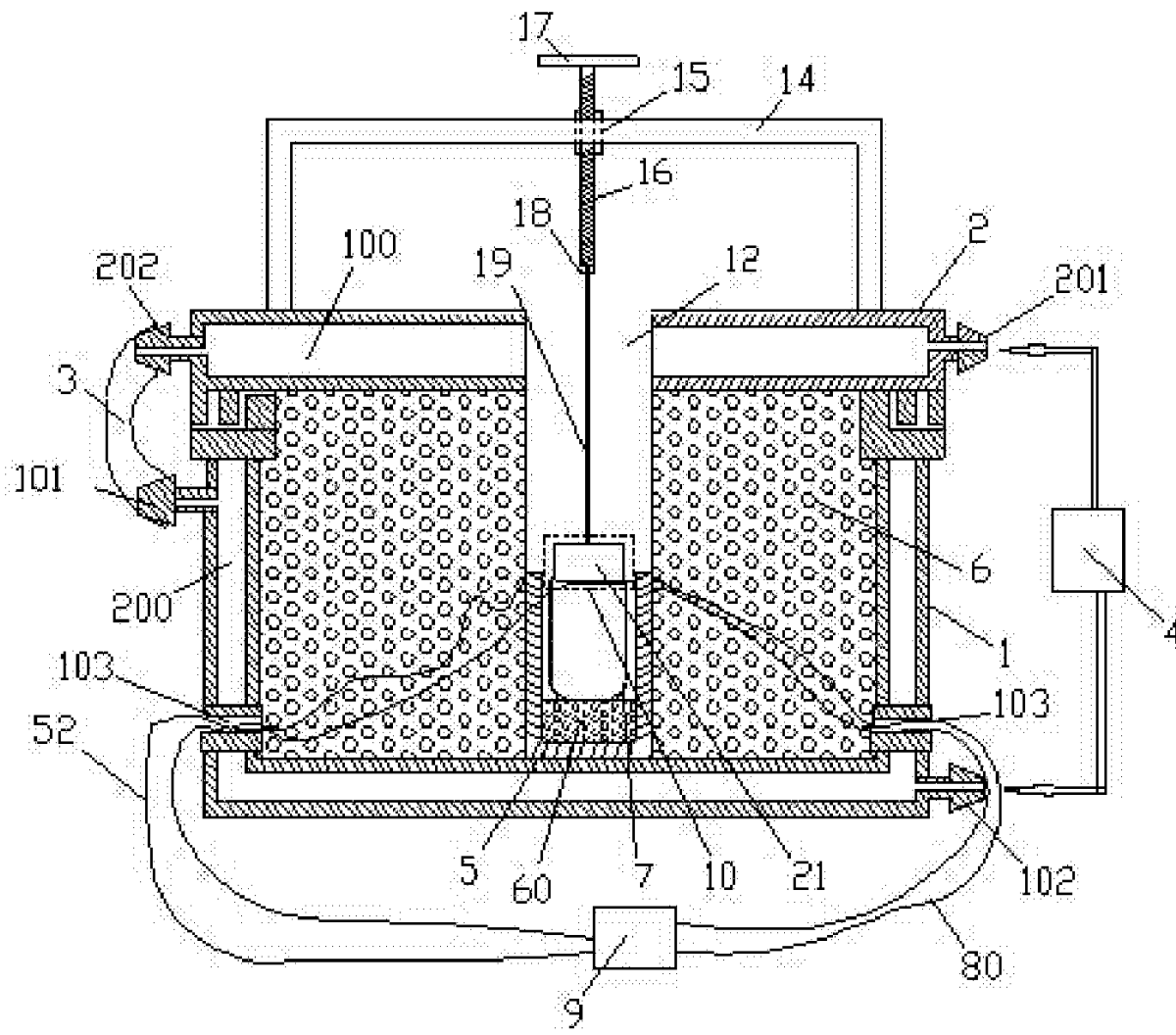


图1

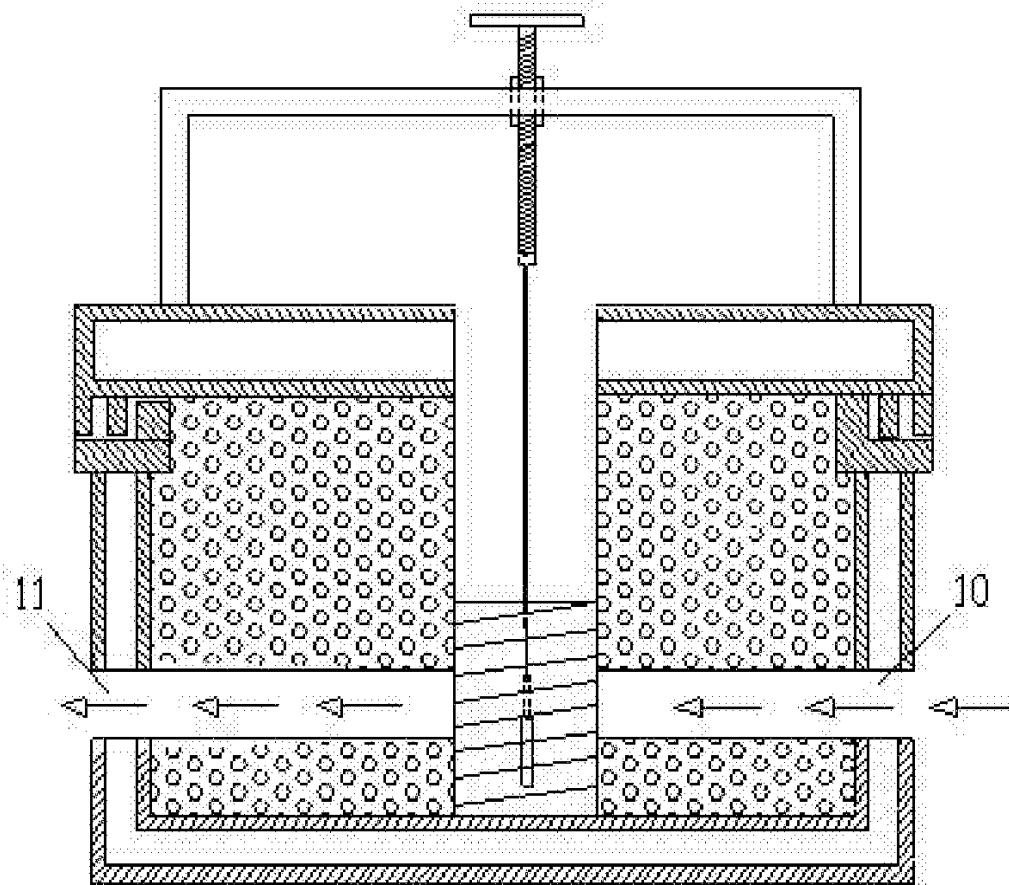


图2

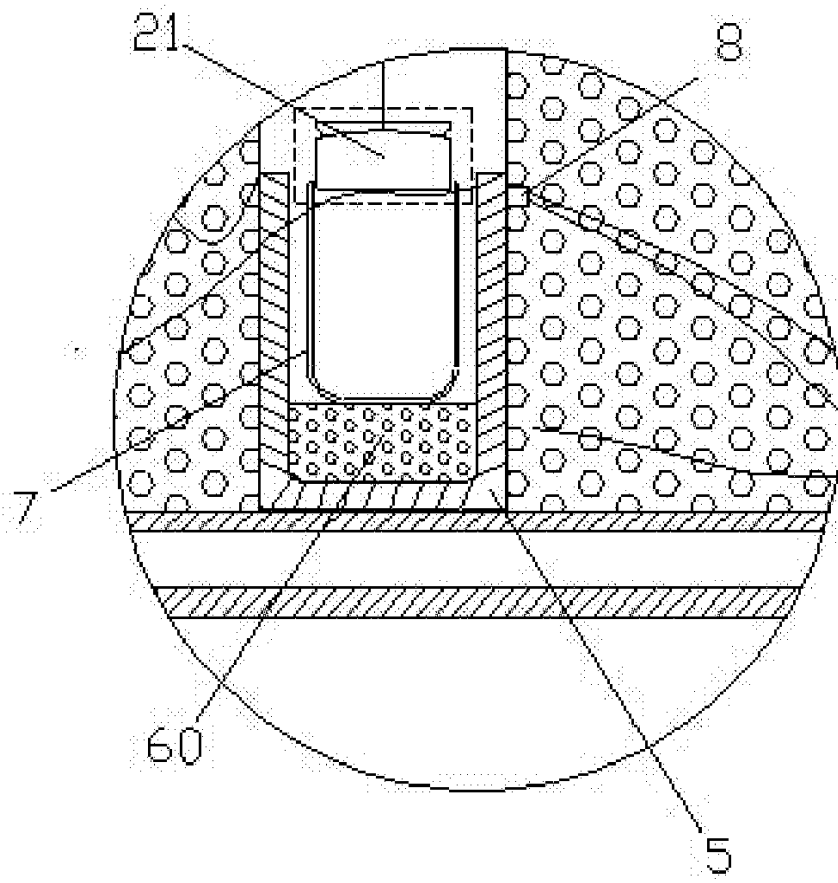


图3

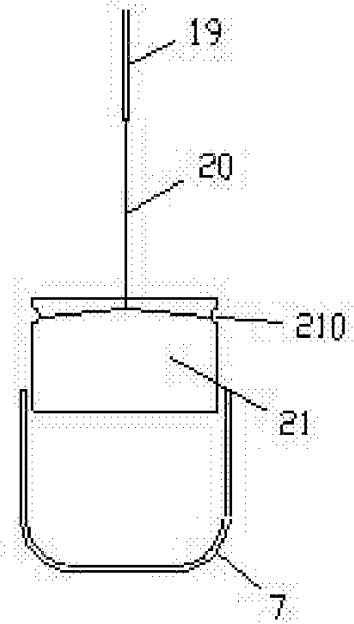


图4

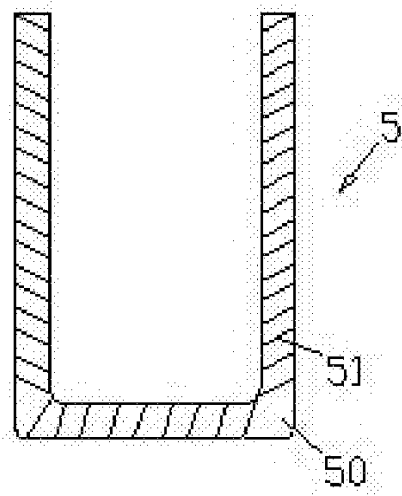


图5

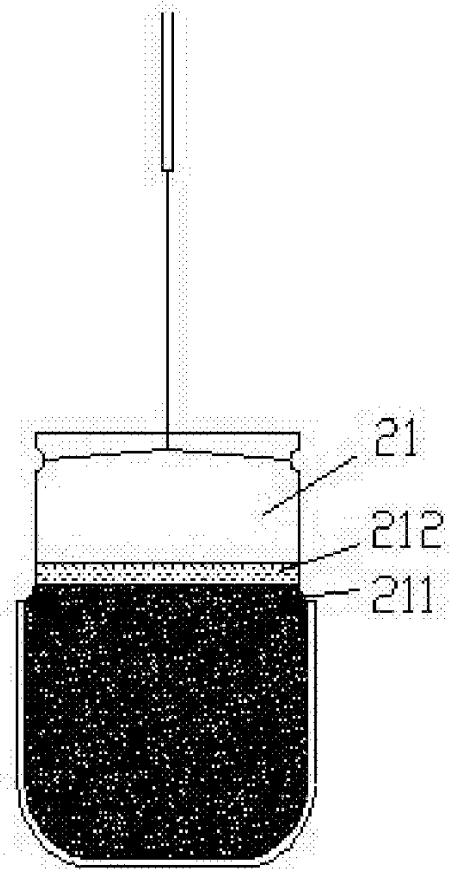


图6