

高温熔体晶体生长的三维实时观察实验装置*

蔡丽霞 金蔚青 潘志雷 刘照华

(中国科学院上海硅酸盐研究所 上海 200050)

摘 要

最近开发了三维光学实时观察法,应用透视魔镜法实时观察并记录透明晶体的生长和溶解过程,最高使用温度为 1000°C.配合三维观察,设计并制造了一套独特的生长炉和坩埚,有二组互相垂直的光路可同时实时观察晶体生长过程,并通过 CCD 摄像头进行同步记录,应用这组设备,观察并记录了 KCl 枝蔓晶的生长过程.

关 键 词 高温熔体晶体生长, 三维实时观察实验装置

分 类 号 O 782

1 引言

本实验室从 80 年代以来一直从事高温氧化物晶体生长的实时观察研究^[1,2],日前采用的装置:高温休伦-微分干涉显微镜实时观察记录仪,是在由 $\phi 0.2\text{mm}$ 粗细的铂金丝围成的 $\phi 2\text{mm}$ 环内的熔体膜内进行晶体生长,晶体的厚度充其量不 $>200\mu\text{m}$, 相对其面积来说低一个数量级,可以说是平面内进行的晶体生长,是晶体生长观察的二维模拟观察^[3].我们知道,实际晶体生长是在三维空间内进行的.现有的观察装置是用一束光透过熔体膜,可观察到如胞晶的平面生长过程以及平面内胞晶周围宏观对流与热毛细对流等现象,进行了许多这方面的研究^[3].同时我们也希望能观察到实际晶体生长过程中胞晶生长以及周围流体效应的三维现象.因此,为了更真实地在三维晶体生长炉上研究晶体生长规律,提出了高温晶体生长的三维实时观察研究.

其基本思路是在长方柱形透明坩埚内进行熔体晶体生长,并通过一套光学系统从二个正交方向实时观察记录高温下晶体材料在三维空间内的生长过程,包括各种三维生长现象和流体运动形貌.

本文提供了一套高温熔体晶体生长的三维实时观察装置,并观察到 KCl 枝蔓晶的生长过程,初步证实了该套三维实时观察装置的可行性.

2 实验装置的设计和制造

根据三维实时观察的需要,该装置的设计必须满足以下要求:

1. 应选择合适的三维实时观察方法,要求选择能直观图示、分辨率高,能进行正交方向的透射观察的光学观察方法. 2. 设计制造能同时进行正交方向观察的晶体生长炉和坩

* 1998-07-01 收到初稿, 1998-07-20 收到修改稿 国家高技术航天领域项目 (863-2-4-3-2); 国家科学技术部攀登计划资助项目 (攀-Yu-95-34-4); 国家自然科学基金重点资助项目 (59832080)

坩, 要求其结构精巧重量轻, 保温性能好, 适合晶体生长. 3. 实时记录系统同时记录两个方向的晶体生长图象.

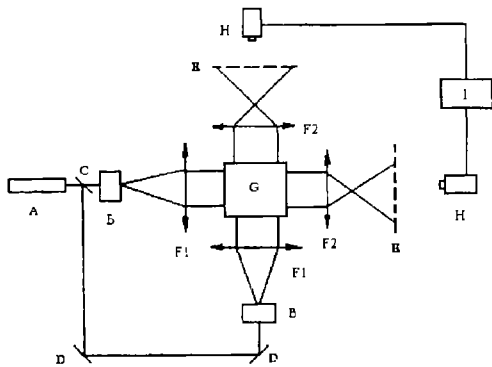


图 1 高温晶体生长三维实时观察光路原理图
Fig. 1 Schematic figure of the 3D in-situ observation of high temperature crystal growth
(1) A: He-Ne laser; B: Spatial filter; C: Spectroscope; D: Viewfinder; E: Screen; F1, F2: convex, (2) G: Crystal growing cell; (3) H: CCD camera; I: Monitor

基于以上要求我们设计并制造了一套高温熔体晶体生长的三维实时观察实验装置.

高温晶体生长的三维实时观察实验装置主要包括三部分 (图 1): 光学观察系统 (光学成像), 高温熔体晶体生长实验装置 (晶体生长实验), 实时记录系统 (实时记录).

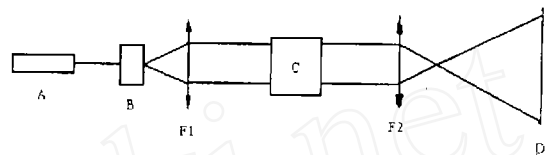


图 2 透射“魔镜”法原理图
Fig. 2 Schematic figure of transmission magic-mirror approach
A: He-Ne laser; B: Spatial filter; C: Crystal growing cell; D: Screen; F1, F2: Fourier convex

2.1 光学观察系统

系统是在反射“魔镜”法基础上开发的透射“魔镜”法. 它具有非破坏性、高灵敏度、高识别性、可直观图示等特点. 其原理图如下:

由激光器发出的连续激光经过一个空间滤波器, 激光光波的单色性更好、波面更理想, 经傅里叶透镜 F1 后转变为平行光束照射到观察样品上, 由于样品本身的不均匀性, 内部存在类似于凸透镜或凹透镜的微区, 这样透射样品的激光束会发生局部畸变效应, 经傅里叶透镜 F2 成像后投射在屏幕上, 这样就可可在屏幕上直观地显示透明样品内部的情况^[4,5].

该方法使用激光作光源, 比普通光源的显微镜法具有更高的灵敏度和分辨率. 透射“魔镜”法的分辨率在 $10\mu\text{m}$ 以上.

在三维实时观察系统中, 使用了两套透射“魔镜”观察系统分别从正交方向透射晶体熔体, 可直接观察高温晶体生长过程.

2.2 高温晶体生长实验装置

该装置包括高温晶体生长炉和坩埚. 高温晶体生长炉的尺寸为 $\phi 120\text{mm} \times 160\text{mm}$, 采用轻质高铝砖作为保温材料. 为便于光束通过, 在炉壁距底部 70mm 处的正交对称位置开设了四个长方形窗口, 尺寸为 $20\text{mm} \times 40\text{mm}$, 窗口插入石英玻璃片, 既能使激光束通过, 又可起到隔热保温作用. 晶体生长炉内壁缠绕了电阻丝, 可通电源进行加热, 最大功率可达 2000W . 炉内放置了铂-铂铑热电偶, 它们与 DWT-702 温控装置相连进行升温、降温的控制. DWT-702 温控仪的控温精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$. 实验测定该晶体生长炉热稳定性好. 下图显示了 $200\sim 800^\circ\text{C}$ 的炉温稳定性和输出电压的起伏.

表 1 晶体生长炉的热稳定性和输出电压

Table 1 Heat stability and output voltage of the crystal growing furnace

Temperature/ $^{\circ}\text{C}$	200	300	400	500	600	700	800
Deviation/ $^{\circ}\text{C}$	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1
Output voltage/V	25~28	27~32	30~36	35~40	42~52	54~60	64~70

为能够顺利地进行高温熔体晶体生长的三维实时观察，便于激光束透过，盛装晶体材料的坩埚选用透明且耐高温的石英玻璃，制成长方柱形器皿，其尺寸为 $15\text{mm} \times 15\text{mm} \times 20\text{mm}$ 。

2.3 实时记录系统

采用 CCD 摄像头同步跟踪拍摄，实时记录在录像带中，也可直接显示在监视器上。

3 实验结果

采用这套观察装置进行了高温熔体晶体生长过程的实时观察实验。观察到了 KCl 枝蔓晶的生长过程。图 3 清楚地显示了 KCl 枝蔓晶的生长过程。

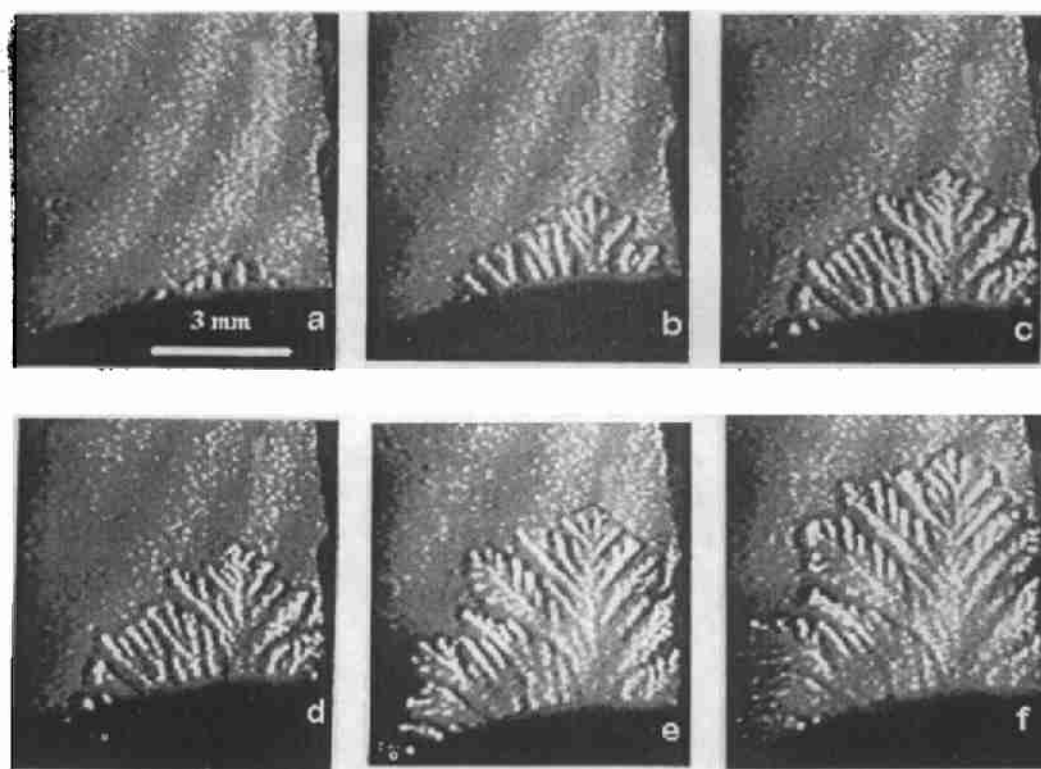


图 3 枝蔓晶生长过程

Fig. 3 Growing process of the dendrite

从图中可以看出树枝状的 KCl 晶体生长形貌，枝蔓晶的生长是由于突然降温时过冷度较大而引起的。在录像带中可以清楚地看到晶体由固液界面处开始出现若干分支，在主干

生长的同时出现分支, 且各分支的间距相等, 并可观察到二、三级分支的生长.

4 结论

从初步实验结果来看, 透射“魔镜”法可以比较直观清晰地显示透明熔体内的晶体生长的过程, 是适合于高温熔体晶体生长的实时观察; 因此, 以上观察装置的设计思路是可行的.

参 考 文 献

- 1 Jin W Q, Pan Z L. *J. Crystal Growth*, 1998, **191**: 760-766
- 2 Jin W Q, Chen J Y, Li W S, *et al. Ferroelectrics*, 1993, **142**: 13-18
- 3 金蔚青, 潘志雷, 程 宁等 (JIN Wei-Qing, *et al.*). 无机材料学报 (*Journal of Inorganic Materials*), 1997, **12** (3): 279-285
- 4 邓江东, 李增发, 张克寅等. 物理, 1994, **23**: 556-561
- 5 Deng J, Li Z, Zheng G, *et al. J. Crystal Growth*, 1995, **152**: 274-279

Three-dimensional Real-time Observation Device for the Growth of Melt Crystals

CAI Li-Xia JIN Wei-Qing PAN Zhi-Lei LIU Zhao-Hua

(Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences Shanghai 200050 China)

Abstract

A three-dimensional optical in-situ observation method was newly developed. The transmission magic-mirror method was applied to visualize and record the whole process of growth and melting of transparent crystals taking place in high temperature up to 1000°C. For matching to three-dimensional observation, a set of special furnace and crucible was designed and the growing process can be observed in two perpendicular directions and recorded in situ by CCD camera simultaneously. By using this system, the process of KCl dendrite growth was observed.

Key words growth and melting of crystals at high temperature, 3D in-situ observation device