

文章编号:1005-4642(2020)09-0026-06

人工晶体缺陷检测实验的教学设计

王庆国^{a,b}, 罗平^{a,b}, 吴锋^{a,b}, 唐慧丽^{a,b}, 王凤丽^a,
金佳^a, 徐军^{a,b}, 方恺^a

(同济大学 a. 物理科学与工程学院; b. 先进研究院 先进微结构材料教育部重点实验室, 上海 200092)

摘要:通过整合先进的科研实验室资源,搭建了人工晶体缺陷检测实验教学平台,开设面向本科生的研究性物理实验教学项目. 通过理论课和实验课教学,学生了解晶体缺陷的种类及形成机理,使用检测设备直观检测晶体内部缺陷,并对晶体质量进行评价. 通过学习人工晶体的生长和缺陷检测方法,学生可以了解规范的晶体制备工艺流程和晶体缺陷的检测标准,提高研究能力和实验水平,培养产业意识和创新精神.

关键词:人工晶体;缺陷;气泡;位错;实验教学

中图分类号:G642.423

文献标识码:B

DOI:10.19655/j.cnki.1005-4642.2020.09.006

我国高等工程教育改革已经站在新的历史起点,新工科建设工作要求加强研究和实践,工科优势高校要对工程科技创新和产业创新发挥主体作用^[1]. 当今科技飞速发展,国际国内市场竞争激烈,这要求高校培养的大学生应是基础扎实、知识面宽、富有创新精神和竞争意识的人才^[2-1]. 以培养高素质工程人才为目标的高校实验教学是知识与能力相交融、理论与实际相结合、动手与动脑相协调的实践性教学过程. 高校的实验课题的类别包括:实验仪器设备的自制与改造、开发新的实验项目、研究新的实验内容、实验教材和实验项目指导书的编制及多媒体课件的研发、实验技术与测试技术的研究与开发、实验室建设及管理的研究和改革等^[5]. 结合专业先进实验室在科研和产业技术方面的优势,设计开发科学合理的实验项目,让学生了解技术发展的最前沿动态和产业技术,培养学生的产业意识和就业观,具有现实意义.

大学物理实验课程是所有理工类专业学生接触的第一门实验课程,是大学生接受系统的实验方法和实验技能的开始,在学生掌握基本物理实验方法和常用实验设备的使用方法后,可结合科

技前沿和物理学最新研究成果,整合先进的科研实验室资源,开设研究性教学实验,并作为学生自选实验向学生开放. 同时将思政教育融入大学物理实验教学中,可让实验中所蕴含的思政元素鲜活地呈现在学生的脑海中,更加有利于培养学生的科学素养,真正实现教书育人的目的^[6-8].

同济大学光电子晶体物理与应用工程实验室隶属于先进微结构材料教育部重点实验室,主要致力于新型人工晶体材料的生长技术和产业研发. 通过将实验课程教学与具有先进水平的专业科研平台相结合,设计搭建适合本科生的教学实验平台和实验项目,实现教育理论和产业实践相结合,改变过去形式单一、内容枯燥的理论教学模式,让学生在实验实践中快速有效地消化吸收理论知识,并了解其在产业领域的应用,实现教学实验平台上的“产—学”结合,形成具有自身特色的物理实验课程. 本文介绍了实验室开设的人工晶体缺陷检测实验的教学设计.

1 实验开设的目的和意义

晶体材料是指结构长程有序的一类固体材料

收稿日期:2020-06-15

基金项目:国家自然科学基金项目(No. 61805177);上海蓝宝石单晶工程技术研究中心项目(No. 14DZ2252500);国家重点研发计划项目(No. 2016YFB1102202)

作者简介:王庆国(1983—),男,山东临朐人,同济大学物理科学与工程学院工程师,博士,主要从事人工晶体生长技术研究. E-mail: qgwang@tongji.edu.cn

通讯作者:徐军(1965—),男,江苏泰州人,同济大学物理科学与工程学院教授,博士,从事人工晶体生长技术及新型人工晶体材料的研发工作. E-mail: xujun@mail.shcnc.ac.cn

方恺(1973—),女,江苏南京人,同济大学物理科学与工程学院教授级高级工程师,博士,研究方向为物理实验教学、教育技术学与凝聚态物理学. E-mail: fangktj@tongji.edu.cn



的统称,人工晶体是指人工制造的一类具有周期有序结构的晶体材料。晶体的研究起步于文艺复兴时期(16~18世纪),晶体是地质学家研究的对象,晶体的概念也局限于天然的结晶态矿物,该阶段人们主要以从自然界获取天然宝石或结晶矿物为主。19世纪后,随着化学、物理学等基础性学科快速发展,晶体学的概念逐渐完善,特别是该阶段伴随着冶金、机械等学科的发展,人们开始人为模拟成矿条件,开始制备晶体材料,比如:蓝宝石、红宝石等。20世纪中叶晶体学的发展进入“快车道”,X射线衍射技术和电子衍射技术提供了检测晶体精细结构的有效手段。经典物理学、化学和结晶学融合在一起,形成了这一领域的知识基础——现代材料学,激光技术、半导体技术、传感技术和通信技术等的发展为晶体学的发展提供了强大的动力^[9]。

晶体的有序结构因其规整性一直是晶体材料研究的核心基础,结构的完美是人工晶体制造的最高追求。晶体缺陷指晶体材料晶格结构完整性破缺的位置,对晶体材料的性能产生影响。晶体的缺陷按几何维度分为:点缺陷、线缺陷、面缺陷和体缺陷,常见的晶体缺陷有:气泡、包裹物、位错、晶界和镶嵌结构等。在晶体生产制造过程中,快速有效地检测晶体内部缺陷的分布至关重要。

通过整合先进的科研实验室资源,搭建人工晶体缺陷检测实验教学平台,开设面向本科生的研究性物理实验教学项目。向学生介绍我国人工晶体产业的发展现状,让学生在实验教学中掌握晶体材料缺陷的检测方法,能够有效地提高学生对于晶体结构的认知,改进晶体生长工艺,提高晶体质量,保障工程应用的需求。

人工晶体缺陷检测实验的目的:

- 1)了解人工晶体在行业发展各领域的重要应用,了解我国人工晶体产业的发展状况;
- 2)了解前沿的晶体生长、加工和检测技术,熟悉并能够使用常见的晶体检测设备;
- 3)结合课堂理论知识的学习,提高对晶体结构的认知,观察晶体内部缺陷形态,并了解各类晶体缺陷的产生原因和机理。

2 设备配置和样品准备

区别于专业实验室的研究生培养工作,本科实验教学的学生多,实验时间短。实验项目设计

为2课时,实验分组轮流进行,须在规定的时间内完成所有的实验内容。此外,专业实验的大部分科研设备数量有限,无法满足1~2人1套实验设备进行实验,所以要分组分设备进行实验,并对实验流程和分设项目进行合理设计。

在本实验中,针对不同晶体缺陷需要采用不同的检测设备和检测手段,包括:针对晶体内部气泡分布检测采用目测、强光手电、冷光源或激光笔进行目检;针对晶体内部位错密度检测采用化学腐蚀样品后用偏光显微镜检测视野内位错露头点;针对晶体内部晶界和镶嵌结构采用偏光应力仪进行检测。在不添置大型检测仪器设备的情况下,采用科研实验室现有的设备和条件,搭建出有效且全面的晶体检测平台,包括自制晶体检测工具,形成晶体缺陷检测的标准化流程和操作指南,以方便学生学习。

晶体材料检测平台设备包括:波长为532 nm绿光激光器、强光手电、高亮度白光台灯、偏光显微镜、应力仪、部分自制晶体检测台和马弗炉等。

实验平台要做好空间分配,实验用的各类晶体缺陷检测设备要配备单独的检测间作为教学场所。教师提前准备实验样品,一是在日常科研工作中积累含典型缺陷的晶体样品,大部分缺陷样品其实是日常科研工作中产生的残次品或不合格品,一般要遗弃或回炉处理,所以教师要注意积累保存。另一方面需要特殊处理的样品,如:观察晶体位错所需的化学腐蚀或表面进行加工抛光处理的样品等,此类样品教师要批量制备并编号标记,定期检查和补充,确保实验样品充足。

3 实验课程内容的设计

课程采用理论课+实验课的方式,理论课向学生讲授人工晶体生长及缺陷的相关理论知识,介绍典型晶体缺陷的分类及其产生机理,以及无线常规检测手段和常用仪器,介绍人工晶体在国家产业中的重要地位。

在理论课上要进行安全教育,针对不同测试仪器编制标准的使用说明书,重点进行安全事项的讲解,确保实验过程中电源、激光等使用安全。介绍专业人工晶体实验室的操作规范,比如:佩戴鞋套/橡胶手套,实验整理,样品使用规范,等等。

实验课分组进行,首先观察和记录常见的晶体缺陷。对于不同类型的晶体缺陷,采用不同的

检测设备和手段,设计相应的实验内容,包括:

1)对于像晶体外形的不规整、开裂、多晶不透明、显色、大尺寸的气泡等,采用目检方法,不需要辅助设备,直接在实验室光线环境进行观察即可,主要是对生长晶体的宏观描述.以导模法蓝宝石系列晶体为例目检部分晶体缺陷,如图 1 所示.



(a)肉眼可见的气泡 (b)原料污染导致的晶体显色

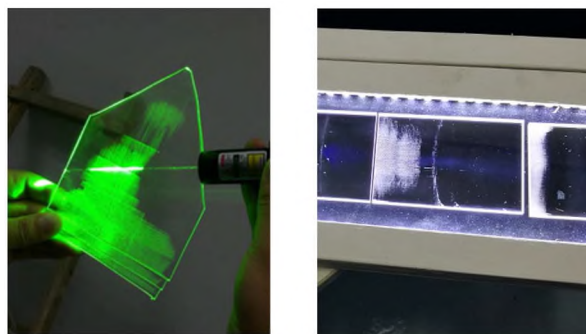


(c)晶体多晶开裂 (d)红宝石晶片内部缺失

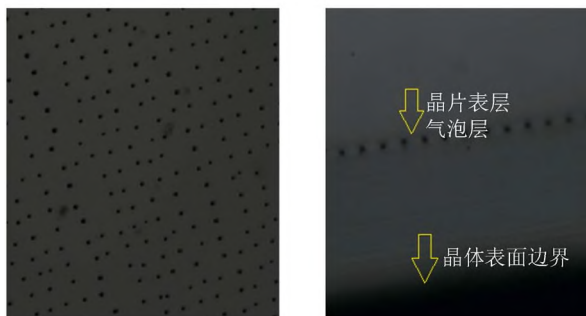
图 1 以导模法蓝宝石系列晶体为例目检部分晶体缺陷

2)对于晶体内部散射颗粒、微气泡及微气泡富集形成的云雾等缺陷,采用仪器辅助的目检法,一般采用激光器、强光灯照射或由应力仪辅助,确定微气泡及晶界的分布和位置.晶体内部散射颗粒主要由微气泡、包裹物等缺陷组成,可以通过激光器照射,观察激光在晶体内部的光通路情况,如果在结构完美无缺陷的晶体中则没有任何散射,激光直接通过,观察不到任何激光光路;如果晶体内部存在微气泡等散射点,会出现明显的激光散射光路,可以观察到晶体内部的散射点,同时可以采用显微镜观察晶体内部散射点的形态,确认是何种点状缺陷.如图 2 所示,(a)为导模法蓝宝石晶片激光器检测下观察生长条纹,(b)为采用自制的 LED 强光检测台检测晶片内部的云雾分布,(c)为显微镜(64×)下观察蓝宝石晶体表面微气泡群组成的生长条纹(气泡直径为 10~30 μm),

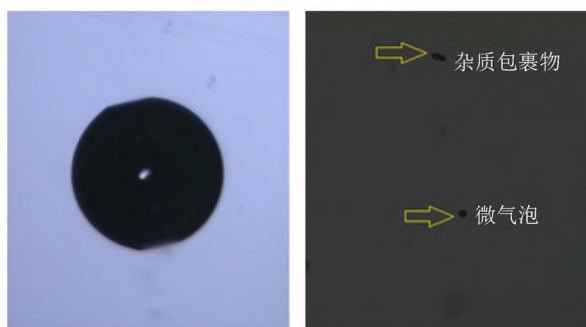
(d)为导模法蓝宝石晶片生长横截面经过抛光后用显微镜(32×)观察到的晶面表层气泡层(距晶体表面约 200 μm),(e)为显微镜下观察微气泡的形貌(气泡尺寸约 10 μm),(f)为显微镜下观察微气泡和包裹物形貌对比.



(a)生长条纹 (b)晶片内部的云雾分布



(c)微气泡群组成的生长条纹 (d)表层气泡层



(e)微气泡的形貌 (f)微气泡和包裹物形貌

图 2 晶体内部微气泡、云雾缺陷分布检测

微气泡具有规则的外形,常见形态有:圆形、菱形、六边形等,气泡内部中空.杂质包裹物一般是原料、热场、坩埚碎片及其析出物等引入的难熔金属被熔体包裹进入晶体内部,一般无规则外形.

3)采用化学腐蚀法检测晶体内部位错缺陷.在腐蚀剂的作用下,晶体表面被慢慢溶蚀.与完整晶体相比,缺陷附近的表面能显著不同,因而在腐蚀剂作用下,这些位置被腐蚀的速度与完整晶

体相比也会有显著差异。化学腐蚀利用缺陷与完整晶格在腐蚀作用下溶蚀速度的差异揭示缺陷的种类以及分布的位置。不同晶体材料选用不同的腐蚀剂(如:蓝宝石用 KOH 腐蚀剂, Ga_2O_3 单晶可以用 KOH 或 H_3PO_4 溶液等^[10-11]),采用不同的腐蚀工艺。以蓝宝石晶体为例,样品经过研磨抛光后,放入盛有 KOH 腐蚀剂的镍坩埚中,使用马弗炉精确控温 $300\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$ 腐蚀 $5\sim 20\text{ min}$,取出样品冷却清洗后在光学显微镜下观察位错露头形态及分布,计算显微镜视野的面积并计数视野内位错露头的数量,计算晶体内部的位错密度。通过测定晶体不同位置的位错密度可了解晶体内部位错的分布情况。图 3 是蓝宝石晶体被 KOH 腐蚀剂 $380\text{ }^\circ\text{C}$ 腐蚀 15 min 后使用显微镜观察到的位错露头图像。腐蚀位错露头形态一般为三棱锥或四棱锥,同一晶体不同晶向的位错露头腐蚀形态有细微差别,具体形态还与腐蚀时间、温度、晶体材料在腐蚀剂中的反应活性有关。

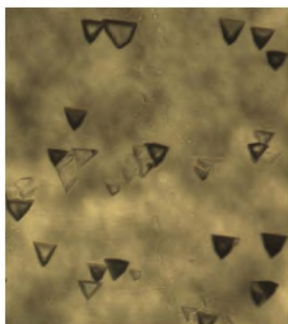
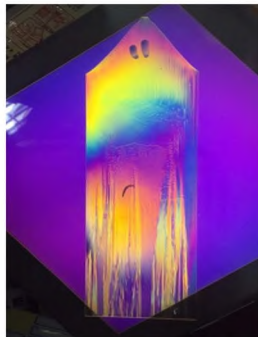


图 3 蓝宝石晶体内部位错缺陷的显微观察

4)对于晶体内部应力分布、小角晶界、镶嵌结构等,可以使用偏光应力仪进行检测,部分晶界或镶嵌结构在强光灯下也可以目检。偏光应力仪被广泛应用于表征透明材料的应力,应力仪由上下偏光片和光源组成,可定性表征晶体中存在的较大应力。在晶体中晶界两侧部分由于晶向不同,消光比也有所不同,在偏光应力仪下呈现不同颜色,有明显的分界线。同时在应力仪背光源下,晶体内部的一些杂质、大气泡等也会显现。对于晶体内部的热应力和生长应力,应力作用下晶格扭曲,在应力下呈现不同色度,晶体高温退火后,晶体内部应力被消除,整个晶体呈现色度统一的效果。图 4 为偏光应力仪下晶体检测照片。

通过对样品的观测,让学生观察和认识到晶体内部的典型缺陷,熟悉并掌握缺陷检测设备的

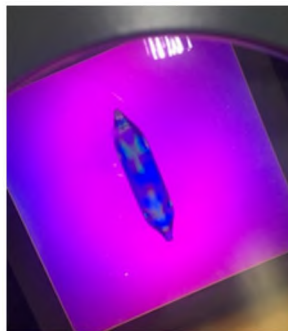
使用方法。主讲教师和研究生助教先针对试样进行示范操作,学生分为 $2\sim 3$ 人 1 组,分步骤进行实验,教师和助教全程指导。



(a) 蓝宝石片热应力及晶界分布



(b) 热应力分布均匀的蓝宝石管



(c) 尖晶石晶体的热应力分布



(d) 尖晶石晶体内部晶界及杂质缺陷分布

图 4 偏光应力仪下晶体检测照片

4 实验考核

在完成对典型缺陷的观察后,向学生提供完整的导模法蓝宝石晶片,让学生进行整体晶体的质量评估,并提交评估报告作为实验报告。

对本科生或进行科研工作的研究生来说,规范化的操作流程、明确的检测标准以及晶体质量分级标准是非常重要的,能够加深学生对于人工晶体产品化流程的认知。

以导模法生长多片蓝宝石晶体为样品,晶片规格为 $600\text{ mm}\times 80\text{ mm}\times 1.5\text{ mm}$,单炉 16 条晶片同步生长(图 5)。学生检测晶体,建立检测标准流程单(见 <http://wlsy.nenu.edu.cn/doku.php?id=wenzhang:2009:wqg>)。

从晶体的外观、规格尺寸以及晶体缺陷等逐步检测,按照晶体分级标准进行定级,计算生产良率,严格把控每个步骤,建立导模法蓝宝石生产的第一手资料,这有助于建立标准化的导模法蓝宝

石生产流程,为实现成果转化和产学研合作提供指导.



图 5 多片导模法蓝宝石晶体同步生长单炉晶体照片

标准化的建立一方面方便了学生实验,为学生提供具体指导,避免检测流程的疏漏;另一方面培养了学生的产业意识,也让学生了解晶体企业标准化生产流程.

实验教学改革是高校教学管理中的关键环节,其目的是提高实验教学质量,培养应用型和创新型人才,以全方位探索、改革和创新实验教学内容、方法和手段,完善以能力培养为主线、分层次、多模块、相互衔接的科学系统的实验教学体系,开发和积累具有特色的实验教学资源^[12-13].

人工晶体缺陷检测实验作为第 2 学期的大学物理实验课程学生自选实验项目开设. 首先,学生通过物理实验中心的网站上的选课功能,选择实验项目和上课实验. 教师根据学生选课情况,通知学生实验前听实验理论课的时间和地点.

在课程思政教育方面,介绍人工晶体作为一系列高新技术发展的基础材料,我国在该领域起步晚,受到先进国家的技术封锁;从“高性能芯片”技术到解决“卡脖子”材料,在本学科发展过程中涌现出很多先进学者和感人事迹,也创造了一系列的“中国牌”晶体打破国际封锁甚至实现技术反制,这是本学科领域“天然”的课程思政教学素材,有利于培养爱国主义、工匠精神、社会责任感和历史使命感.

5 结束语

理论上教师向学生系统介绍晶体缺陷的种类和形成机理,通过整合实验室现有检测手段,根据检测样品和实验内容教师自制部分适用检测装置,建立规范的检测流程和检测标准,理论讲解和实验操作相结合,学生能够快速规范地掌握晶体

缺陷检测方法. 让学生了解人工晶体行业生产中的测试流程,提高学生的研究能力和实验水平,培养学生的产业意识和创新精神. 通过搭建人工晶体缺陷检测实验教学平台,丰富大学物理实验教学内容,将本科生的基础课程与物理学前沿相结合,提升物理实验课程的教学水平,培养实践能力强的高素质创新性人才.

参考文献:

- [1] 教育部高等教育司. “新工科”建设复旦共识[EB/OL]. (2017-02-23) [2020-06-15]. http://www.moe.gov.cn/s78/A08/moe_745/201702/t20170223_297122.html.
- [2] 丁筱玲,赵立新. 加强实验教学改革 搭建创新实验平台[J]. 实验室研究与探索,2008,27(3):70-72,75.
- [3] 刘晓静,王晓英,张玉安,等. 以创新人才为目标的数据结构实验教学改革[J]. 实验技术与管理,2014,31(11):184-187.
- [4] 邵枫,郭福,高国华,等. 卓越创新人才培养途径的探索[J]. 实验技术与管理,2014,31(11):29-30,38.
- [5] 刘嘉南,胡今鸿. 高校实验教学改革项目管理平台的建设[J]. 实验室研究与探索,2011,30(6):119-121,175.
- [6] 张英. “大学物理实验”教学中“课程思政”的探索[J]. 广东化工,2019,46(16):188-189.
- [7] 裴玲. 大学物理实验中课程思政的几点思考[J]. 科教导刊(电子版),2019(31):133.
- [8] 安莉,张旭,张辉,等. 《大学物理实验》课程思政的教学改革探讨与实践[J]. 物理与工程,2019,29(S1):115.
- [9] 施尔畏. 晶体制备研究[M]. 北京:科学出版社,2018:2-3.
- [10] Nakai K, Nagai T, Noami K, et al. Characterization of defects in β - Ga_2O_3 single crystals [J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2015,54(5):051103.
- [11] Hanada K, Moribayashi T, Uematsu T, et al. Observation of nanometer-sized crystalline grooves in as-grown β - Ga_2O_3 single crystals [J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2016,55(3):030303.
- [12] 王兴邦. 认真总结,提升理念,凝练成果,突出特色迎接国家级实验教学示范中心验收[J]. 实验技术与管理,2010,27(4):1-5.
- [13] 顾景梅,邹玉红,马小隆,等. 改进实验教学 发挥实验室在培养高素质人才中的作用[J]. 实验室科学,2009(2):35-37.

Experiment teaching for the defect detection of artificial crystals

WANG Qing-guo^{a,b}, LUO Ping^{a,b}, WU Feng^{a,b}, TANG Hui-li^{a,b},
WANG Feng-li^a, JIN Jia^a, XU Jun^{a,b}, FANG Kai^a

(a. School of Physical Science and Engineering; b. MOE Key Laboratory of Advanced Micro-Structured Materials, Institute for Advanced Study, Tongji University, Shanghai 200092, China)

Abstract: The experimental teaching platform for defect detection of crystals was established, and the research physics experiment teaching project for undergraduates by integrating the equipment resources in the lab was set up. As one of the optional experiment items in college physics experiment course, the experiment of defect detection of crystals was open to undergraduates. Through the combination of theoretical and experimental courses, students could understand the types and formation mechanism of crystal defects, operate detection equipment to detect the internal defects of crystals, and evaluate the crystal quality. By learning the growth and defect detection methods of crystals, students could understand the crystal growth process and the standard for defect detection. The research ability and experimental level of students was improved, and their industrial awareness and innovation spirit was cultivated.

Key words: artificial crystals; defect; bubble; dislocation; experiment teaching

[责任编辑:任德香]

(上接 25 页) Process evaluation of physics experiment teaching based on facial expression recognition

GONG Ya-yun^{1a,b,c}, TANG Xiao-yu^{1a,b,c}, LIU Si-Rui^{1a,b,c}, ZHENG Xiao-bing²

(1a. School of Physics and Telecommunication Engineering; b. Key Laboratory of Brain, Cognition and Education Sciences, Ministry of Education; c. National Demonstration Center for Experimental Physics Education, South China Normal University, Guangzhou 510006, China;
2. Central Primary School of Shilong, Dongguan 523000, China)

Abstract: Under the general background of education informatization, a physics experiment teaching evaluation method using the students' facial expression recognition was proposed. In experiment teaching, students' facial expression samples were captured in several important nodes as the evaluation basis of learning emotion state. Combined with the traditional cognitive evaluation method of experiment teaching, real-time and objective fine-grained evaluation was realized. The distribution of seven basic expressions in PAD three-dimensional emotional space was analyzed. AlexNet, a classical convolutional neural network, was used to complete the pre-training and optimization of facial expression recognition and achieved an average accuracy of over 92%. By comparing the evaluation efficiency of this method with that of traditional ones in physics experiment classroom, it was proved that this model could realize more intelligent and efficient evaluation of physics experiment teaching.

Key words: facial expression recognition; physics experiment; teaching evaluation; education informatization

[责任编辑:任德香]