

使用多晶 X 射线衍射方法测试材料应力

孙 杨

(分析测试中心 X 射线衍射组 Email: sy0471103@iccas.ac.cn)

X 射线衍射 (XRD) 是一种广泛应用于材料科学领域的非破坏性测试方法, 可以用来研究晶体结构、晶格常数、晶体取向和残余应力等信息。薄膜材料的应力测量是近年来的热点课题, 因其应力的存在会对膜基体系产生许多有害的影响, 因此, 薄膜内应力的测试和分析的研究具有非常重要的意义。

使用 XRD 方法测试材料应力是基于布拉格方程的原理进行的, 布拉格方程描述了入射 X 射线与晶面之间的相互作用关系, 当入射的 X 射线与晶体晶面满足布拉格方程时, 会发生共面干涉, 产生衍射信号^[1]。晶体中的应力会引起晶面间距的变化, 根据胡克定律, 应力与应变之间存在线性关系。当晶体受到外力作用时, 晶体中的原子会发生位移, 导致晶面间距发生变化。因此, 通过测量晶体中晶面间距的变化, 可以间接推断出晶体中的应力信息。

对于薄膜材料, 传统的 X 射线应力分析方法 (见图 1) 存在严重的不足^[2-3], 如膜厚很薄, 衍射强度低, 基体的衍射峰干扰严重; 此外, 沉积膜大多具有择优取向, 微观应变的不均匀性所导致的方向相关的晶粒互作用不可忽略; 其三, 在薄膜厚度内测得的是应力的平均值, 难以获得膜/基体界面处的应力的状态。

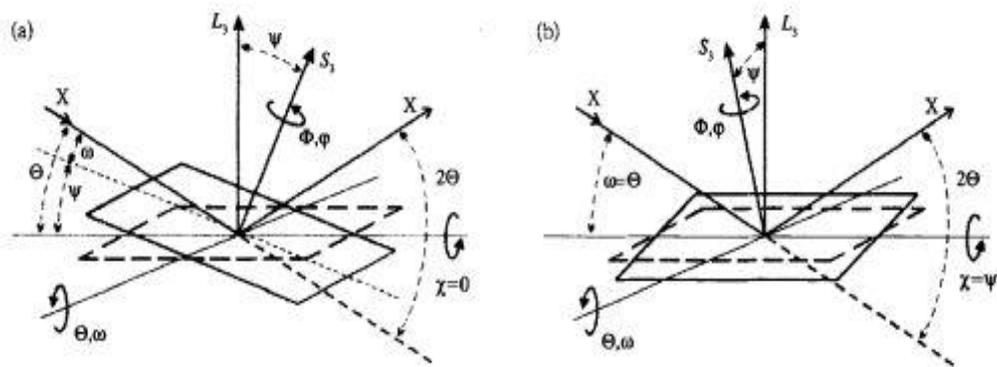


图 1^[3]、传统的 X 射线衍射应力测试方法 (a 为 ω 模式, b 为 ψ 模式)。

掠入射侧倾法 (见图 2) 具有透入深度浅、透入深度随 ψ 角变化不大、对织

构影响不敏感等优点，是一种更适用于薄膜材料应力测量的方法^[4]。

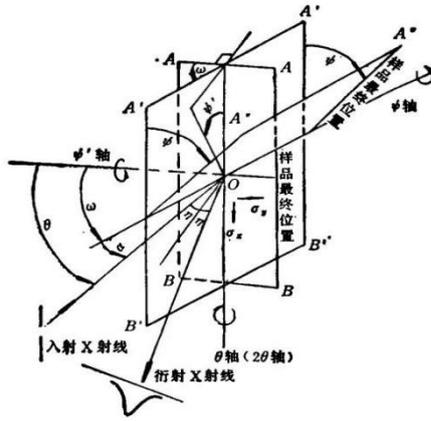


图 2^[4]、掠入射侧倾法测试示意图。

钙钛矿电池是由层层结构堆积而成的，常规的玻璃基底和钙钛矿材料的晶格膨胀系数不同，高温退火时，二者都会发生晶格膨胀，使得冷却后的钙钛矿薄膜产生晶格应力。使用 X 射线掠入射侧倾法测试薄膜晶格应力，通常情况下薄膜承受拉应力，通过引入添加剂薄膜的晶格应力会从拉应力向压应力转变，添加合适比例添加剂就可以得到应力释放的钙钛矿薄膜。这项测试可以调控、优化薄膜材料的制备^[5-7]，我们对宋延林研究组陶明全的多个钙钛矿薄膜样品进行了测试，相关数据（见图 3）已整理发表^[8]。

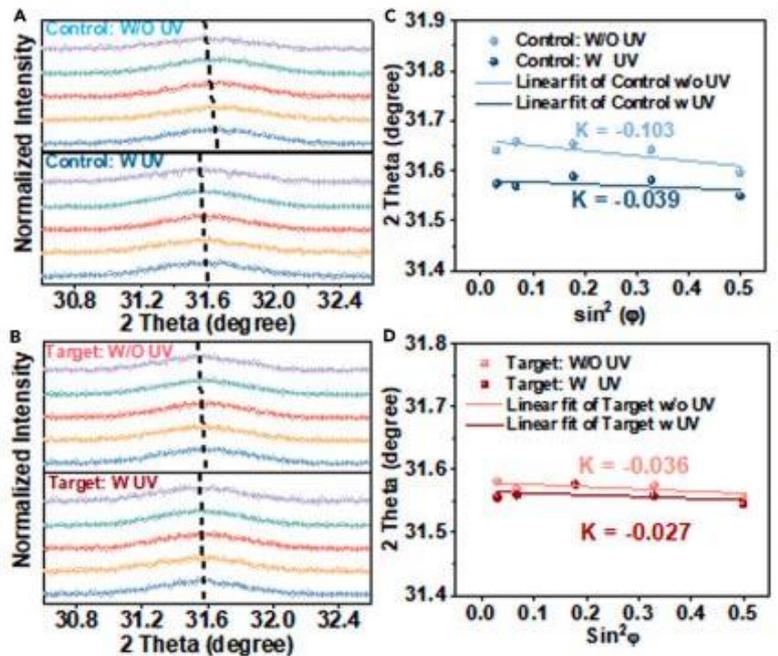


图 3、使用多晶 X 射线衍射法测试钙钛矿薄膜的残余应力数据图。

综上所述，使用 XRD 方法测试材料的应力是一种重要的材料表征方法，可以评估材料中的残余应力，根据测试结果可以推断出应力信息，特别是在薄膜材料制备领域有着广泛的应用，对薄膜材料的制备和研究具有重要意义。

参考文献：

1. U.Wlezel, et al., Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction. *Appl.cryst.* **2005**, 38, 1.
2. 徐可为等, 薄膜应力测定的 X 射线掠射法, *物理学报*, **1994**, 8, 1295。
3. 王宁, 王超群, 薄膜 XRD 应力分析的基本概念, 基本方程式与衍射几何, *帕纳科第十一届用户 X 射线分析仪器技术交流会论文集*, **2010**, 1, 47。
4. 张铭, 何家文, 薄膜 X 射线应力测试三种衍射几何比较, *兵器材料科学与工程*, **2001**, 24, 68。
5. Liang.H.B., et al., Strain Effects on Flexible Perovskite Solar Cells. *Adv. Sci.* **2023**, 10, 2304733
6. Min, H., et al., Relaxation of externally strained halide perovskite thin layers with neutral ligands. *Joule* . **2022**, 6, 2175.
7. Zhu, C., et al., Strain engineering in perovskite solar cells and its impacts on carrier dynamics. *Nat. Commun.* **2019**, 10, 815.
8. Mingquan Tao, et al., Molecule-triggered strain regulation and interfacial passivation for efficient inverted perovskite solar cells. *Joule*. **2024**, 8, 1.