

DOI:10.11918/202310019

黄色生长态 LiInSe_2 晶体组分调控与生长坩埚材质选择

郑植^{1,2}, 张哲人², 张睿¹, 朱孟花^{1,2}, 徐亚东²

(1. 核电安全技术与装备全国重点实验室(中广核工程有限公司), 广东 深圳 518172;
2. 凝固技术国家重点实验室(西北工业大学), 西安 710072)

摘要: LiInSe_2 (LIS) 晶体是一种可以在室温下使用的直接型热中子探测用半导体材料, 为此, 提出采用垂直布里奇曼法生长 LiInSe_2 晶体, 通过对合料工艺及生长用坩埚材质的优化, 成功制备出红色以及黄色生长态 LiInSe_2 晶体, 并对晶体的结构特征、元素相对摩尔分数、光学特性以及宏观夹杂相开展了研究。结果表明: 通过改进的低温合料技术, 并额外添加 3% (质量分数) 的 Li 以及 0.002 7 mol 的 Se 可以稳定获得组分可控的黄色 LiInSe_2 多晶料; 同时发现利用石墨坩埚并且引入合适的坩埚加速旋转技术 (ACRT) 可以得到高质量的中子探测用 LiInSe_2 晶体; 利用透过光谱计算得到不同方法生长的黄色晶体的光学禁带宽度接近, 约为 2.8 eV; 生长得到的黄色晶体中夹杂相的尺寸为 5~10 μm , 密度约为 $3.50 \times 10^3/\text{cm}^2$ 。

关键词: LiInSe_2 ; 黄色生长态; 组分调控; 晶体生长; 坩埚材质

中图分类号: O782

文献标志码: A

文章编号: 0367-6234(2025)02-0073-05

Composition regulation of yellow growing LiInSe_2 crystal and material selection of growing crucible

ZHENG Zhi^{1,2}, ZHANG Zheren², ZHANG Rui¹, ZHU Menghua^{1,2}, XU Yadong²

(1. State Key Laboratory of Nuclear Power Safety Technology and Equipment (China Nuclear Power Engineering Co., Ltd.), Shenzhen 518172, Guangdong, China; 2. State Key Laboratory of Solidification Processing (Northwestern Polytechnical University), Xi'an 710072, China)

Abstract: LiInSe_2 crystal is a semiconductor material used for thermal neutron detection at room temperature. In the paper, red and yellow LiInSe_2 crystals are successfully synthesized via the vertical Bridgman method after optimization of the synthesis process and the crucible material used. The crystal structural characteristics, relative content of elements, optical properties and macroscopic inclusion phase of the yellow crystals are studied. According to the results, the yellow LiInSe_2 polycrystalline material with controllable composition can be stably obtained by improving synthesis process and adding 3% of Li and 0.002 7 mol of Se as additional components. Meanwhile, it is found that utilizing a graphite crucible and implementing appropriate crucible rotation techniques, such as accelerated crucible rotation technique (ACRT), enables the production of high-quality LiInSe_2 crystals for neutron detection. Calculated by the transmission spectrum, the optical bandgap widths of the yellow crystals grown by different methods are approximately 2.8 eV. The density of the precipitates in the middle section of the yellow growing crystal is $3.50 \times 10^3/\text{cm}^2$, and the size of the inclusion phase is about 5–10 μm .

Keywords: LiInSe_2 ; yellow growth state; composition control; crystal growth; crucible material

近年来,随着中子探测技术不断发展,中子在医疗成像^[1]、安全检查^[2]、元素分析^[3]等领域至关重要。目前应用最为广泛的³He 气体探测器,存在价格昂贵且常规条件下非固态、不易密封等缺点。且随着全球³He 资源的逐渐短缺,开发新型中子探测材料已成为当前急需解决的问题^[4]。半导体探测器具有体积小、响应速度快、空间分辨率高、工作环

境要求低等优点,具有广阔的发展前景。⁶LiInSe₂ 作为一种新型的热中子探测半导体材料,具有良好的 n/γ 分辨能力、高的体电阻率和⁶Li 密度,理论热中子探测效率可以达到 95% 以上等优点,受到广泛关注^[5-6]。

目前,在 LiInSe_2 (LIS) 晶体生长以及非线性光学领域研究方面已经取得了一定进展^[7-9]。但单晶

收稿日期: 2023-10-12; 录用日期: 2023-11-28; 网络首发日期: 2024-04-25

网络首发地址: <https://link.cnki.net/urlid/23.1235.T.20240425.1137.002>

基金项目: 国家自然科学基金(62104194); 凝固技术国家重点实验室基金(2022-TS-07); 中广核工程有限公司核电安全技术与装备全国重点实验室基金(K-A2021.418)

作者简介: 郑植(1999—), 男, 硕士; 朱孟花(1987—), 女, 副教授, 博士生导师

通信作者: 朱孟花, mhzhu@nwpu.edu.cn

成分易偏离化学计量比,缺陷复杂且难控制,导致生长晶体颜色差异较大,光学禁带宽度为 1.60~2.86 eV 都有过报道^[10-11]。Kamijoh 等^[12]生长出深红色的 LiInSe₂ 晶体,并验证了这一深红色晶体的禁带宽度约为 1.88 eV。随后,文献[13-14]又获得了禁带宽度为 2.83~2.88 eV 的黄色 LiInSe₂ 晶体。国内相关研究最早见于 2014 年,Wang 等^[15]制备出直径 12 mm 的 LiInSe₂ 晶体,并发现晶体存在(020)的解理面。随后, Ma 等^[16]得到了直径 20 mm 的深红色 LiInSe₂ 晶体,测试了其禁带宽度约为 1.98 eV。2018 年, Jia 等^[17]采用籽晶布里奇曼法,制备出尺寸 $\phi 21 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$ 的红色 LiInSe₂ 晶体。研究表明,黄色的 LiInSe₂ 晶体比其他颜色的晶体具有更高的体电阻率以及更优异的中子探测性能^[19-20]。然而,由于晶体内部缺陷种类多样且原料活泼,难以控制原料的化学计量比及通过稳定的工艺获得大尺寸的生长态黄色 LiInSe₂ 单晶体,限制了其在热中子探测领域的进一步发展。

因此,本文从 LiInSe₂ 晶体的合成及生长工艺出发,对低温合成 LiInSe₂ 的合料技术进行优化,通过改进坩埚的结构并改善生长工艺得到组分可控的生长态黄色 LiInSe₂ 晶体。通过在合料过程中引入石英弹簧以及石墨垫片,减少爆管情况的发生,实现组分可控,提高黄色 LiInSe₂ 多晶料合料成功率。综合对比坩埚材质对晶体生长的影响,探索生长中子探测用 LiInSe₂ 晶体的最佳坩埚材料。并对生长的红色和黄色 LiInSe₂ 晶体的物相、光学性能以及内部缺陷进行系统的表征,为后续的大尺寸高质量晶体生长提供理论支持。

1 实验

1.1 多晶料的合成方法

选用高纯单质 Li(4N)、In(6N)和 Se(6N)作为原料,在化学计量比 Li:In:Se 为 1:1:2 的基础上,额外添加 3% (质量分数)的 Li 以及 0.002 7 mol 的 Se

来补偿由于 Li 与石英坩埚反应和 Se 蒸发带来的原料损失。为有效降低爆管概率并减少原料的蒸汽逸出,在坩埚体系中加入石英弹簧并在合料用石墨坩埚的塞子与管口处加入一个膨胀石墨垫片来增强二者螺纹的紧密程度。同时,在石英坩埚底部放入一片圆弧形石墨垫片,给石英坩埚与石墨坩埚接触位置提供一定的缓冲作用,防止爆管情况发生,如图 1 所示。

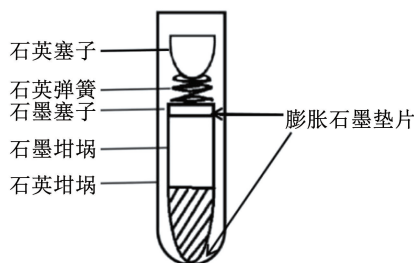


图 1 合料坩埚体系示意

Fig. 1 Schematic diagram of synthesis crucible system

多晶料合成主要可以分成低温合成二元化合物、合成三元化合物、保温熔融 3 个阶段。首先,将原料装入石墨坩埚中, $5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 的压力下密封在内部镀碳的石英坩埚中。然后快速升高到 200 °C,再升到 250 °C 并保温一段时间,以保证单质之间能充分反应。随后依次升温至 500、670、920 °C 并开始摇摆,使坩埚中的物料晃动混合均匀,并充分反应生成 LiInSe₂ 多晶料。

1.2 LiInSe₂ 晶体生长工艺

基于优化后的合料工艺得到的 LiInSe₂ 多晶料,使用垂直布里奇曼法进行晶体生长。实验中生长 LiInSe₂ 晶体时设定上炉(高温区)的温度为 1 000 °C,下炉(低温区)的温度为 770 °C,并保证此生长点附近的温度梯度为 12 °C/cm 左右。生长得到 4 根 LiInSe₂ 晶体,根据颜色编号为 LIS-R、LIS-Y1、LIS-Y2 和 LIS-Y3。其中,LIS-R、LIS-Y1 是缺 Li 和富 Li 的多晶料在石英坩埚中得到;LIS-Y2、LIS-Y3 均是黄色多晶料在内径 20 mm 的石墨坩埚中生长得到,且 LIS-Y3 在生长过程中引入了 ACRT 旋转技术,转速为 40 r/min,具体的生长工艺记录在表 1 中。

表 1 4 种晶体的合料生长工艺

Tab. 1 Synthesis and growth processes for four crystal types

晶体编号	过量的 Li 和 Se	生长坩埚	有无旋转技术	生长晶体颜色
LIS-R	Li 过量 1.5%、Se 过量 0.002 7 mol	石英坩埚	无	红色
LIS-Y1	Li 过量 3%、Se 过量 0.002 7 mol	石英坩埚	无	未成功生长
LIS-Y2	Li 过量 3%、Se 过量 0.002 7 mol	石墨坩埚	无	黄色
LIS-Y3	Li 过量 3%、Se 过量 0.002 7 mol	石墨坩埚	有	黄色

1.3 性能测试与表征

实验采用 D/max-2500 台式 X 射线衍射仪对晶体进行多晶粉末 X 射线衍射分析,使用 Cu 靶作为 X 射线源,测试采集间距为 0.02°,扫描速率为 10(°)/min,采集范围为 5°~85°。采用 Optima 8300

型电感耦合等离子体发射光谱仪,经 70% (体积分数)的 HNO₃ 溶解后,对晶体中 Li、In 和 Se 元素相对摩尔分数进行测试。采用 Shimadzu 公司的 UV-3150 紫外-可见-近红外分光光度计获得 LiInSe₂ 单晶体透过光谱,测试波段为 200~2 500 nm,并通

过计算得到 LiInSe_2 晶体的禁带宽度。采用 Nicolet Nexus 傅里叶变换红外光谱仪对晶体的结晶质量进行宏观定性表征, 测试波数范围为 $500 \sim 4\,000 \text{ cm}^{-1}$ (波长 $2.5 \sim 20.0 \mu\text{m}$)。采用课题组自行搭建的红外透过显微成像测试系统, 分辨率可达 $1 \mu\text{m}$, 对 LiInSe_2 晶体中的第二相进行尺寸、密度及分布分析。

2 结果与讨论

2.1 晶体生长结果

使用石英坩埚且在 Li 缺失的条件下生长得到的红色 LiInSe_2 晶体如图 2(a) 所示, 将晶体记作 LIS-R, 切割加工后如图 2(b) 所示。晶体中部在光照下呈现较为通透的红色, 晶体生长的最初阶段在选晶区的头部形成了多个晶粒, 不同取向与晶界的存在导致晶体尖端呈现暗红色。尾端红色逐渐加深直至几乎不透光, 还存在不规则的沟槽, 这是由于多晶料成分处于缺 Li 富 Se 的状态下, 在晶体生长过程中会产生一定量的 Se 蒸汽, 气泡在生长过程中随着液面移动使晶体不平整。

将富 Li 的 LiInSe_2 多晶料放置石英坩埚和石墨坩埚中进行晶体生长, 生长结果如图 2(c)、(d) 所

示, 晶体记作 LIS-Y1 和 LIS-Y2。晶体 LIS-Y1 与石英坩埚发生严重粘连现象, 无法从坩埚中取出, 未得到复合化学计量比的 LiInSe_2 晶体。晶体生长的失败可能是富 Li 的 LiInSe_2 多晶料与石英坩埚反应导致的。在石墨坩埚中成功生长得到了黄色的 LiInSe_2 晶体, 但内部裂纹的存在导致仅有打光部分附近呈现较为明亮的黄色, 而其余部分不透光, 如图 2(e)。在后续对表面磨抛的过程中, 晶体解理掉落一些黄色 LiInSe_2 单晶块, 如图 2(f) 所示。

为了解决裂纹的问题, 使用富 Li 的 LiInSe_2 多晶料在生长过程中加入了坩埚加速旋转 ACRT 技术, 得到了 $\phi 20 \text{ mm}$ 、长 55 mm 的黄色 LiInSe_2 晶体, 如图 2(g) 所示, 记作 LIS-Y3。可以看出, 采用 ACRT 旋转技术后固液界面从之前的凹界面变为了平界面, 如图 2(i) 所示, 更有利于高质量晶体的生长。LIS-Y3 打磨表面石墨后的晶体和磨抛后的晶片如图 2(j) 所示, 相比 LIS-Y1 晶体裂纹减少, 且在光照下透光的单晶区域也有一定的增大, 整个晶体的单晶率提高。综合对比所生长的晶体可知, 石英坩埚加工方便且成本较低, 但是无法生长黄色晶体, 使用石墨坩埚并采用合适的 ACRT 技术可以稳定生长得到黄色的 LiInSe_2 晶体。



图 2 石英坩埚与石墨坩埚生长的晶体

Fig. 2 Crystal grown by quartz crucible and graphite

2.2 晶体结构与成分分析

取少量晶体研磨成粉, 进行粉末 X 射线衍射测试, 测试结果如图 3 所示。将所得 XRD 衍射图谱与 LiInSe_2 标准卡片进行对比, 发现尽管使用不同的合料工艺和不同材质的坩埚, 得到的晶体的 XRD 衍射图谱均与计算模拟结果吻合, 属于 $\beta\text{-NaFeO}_2$ 结构, 说明得到了纯度较高的 LiInSe_2 晶体。利用 ICP 测试了所有晶体的化学成分, 结果如表 2 所示。相比红色的 $\text{Li}_{0.87}\text{In}_1\text{Se}_2$ 晶体, 通过改进合料工艺, 利用石墨坩埚进行生长且在 Li 过量 3%、Se 过量 0.0027 mol 的原料配比下, 可以得到组分可控的黄色 LiInSe_2 晶

体, 其化学成分更符合化学计量比。

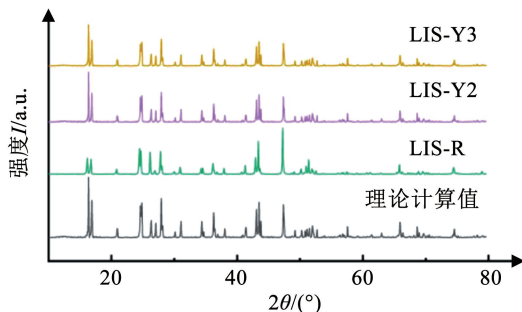


图 3 晶体的粉末 XRD 衍射图谱和理论计算值

Fig. 3 XRD spectra of as-grown LiInSe_2 crystals

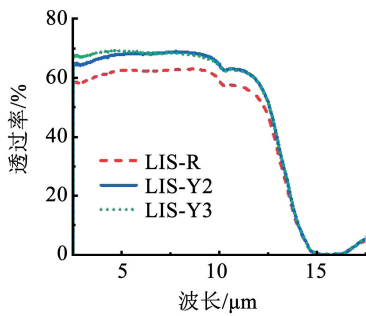
表 2 生长态晶体的原料及成分

Tab. 2 Raw materials and composition of as-grown crystals

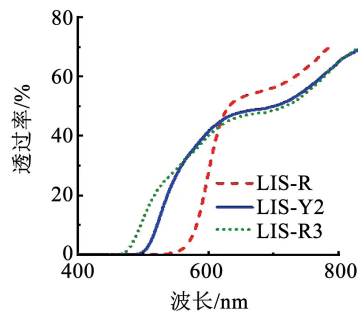
晶体编号	过量的 Li 和 Se	晶体化学成分
LIS-R	Li 过量 3%、Se 过量 0.002 7 mol	$\text{Li}_{0.87}\text{In}_1\text{Se}_2$
LIS-Y2	Li 过量 3%、Se 过量 0.002 7 mol	$\text{Li}_{1.02}\text{In}_1\text{Se}_2$
LIS-Y3	Li 过量 3%、Se 过量 0.002 7 mol	$\text{Li}_{1.01}\text{In}_1\text{Se}_2$

2.3 晶体透过光谱

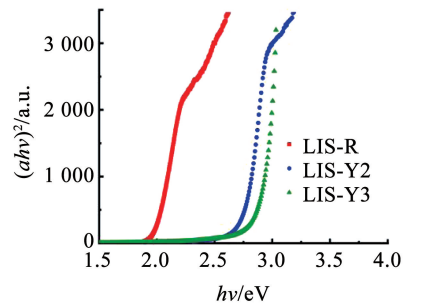
测试 3 根晶体的红外透过光谱,由图 4 (a)可知,在波长 2.5 ~ 10.0 μm , LIS-R、LIS-Y2、LIS-Y3 晶体的平均透过率分别为 60%、68%、69%,黄色晶体的透过率比红色晶体的透过率明显增高。说明经过生长工艺优化得到的生长态黄色 LiInSe_2 晶体具有较好的晶体均匀性和结晶质量。



(a) 红外透过光谱



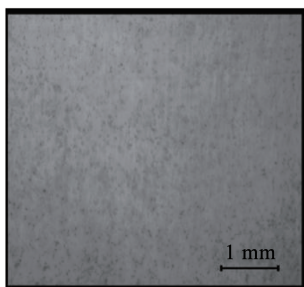
(b) 紫外-可见-近红外透光光谱

(c) 根据透过光谱计算 $(ahv)^2$ 与 hv 关系图 4 LiInSe_2 晶体的光学性能Fig. 4 Optical performance of LiInSe_2 crystal

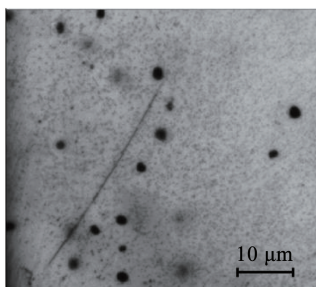
2.4 晶体宏观夹杂相分析

晶体中的夹杂相周围容易富集大量的点缺陷和位错,影响晶体的均匀性,而夹杂相本身作为一种散射中心,影响载流子的迁移和定向运动,降低其电学性能。分别从 LIS-R、LIS-Y 晶体的中部切下晶片,记作晶片 LIS-R-1 和 LIS-Y3-1,对其进行了红外透过成像测试,分析其内部沉淀相的密度、分布及尺寸。通过比较图 5 (a)、(b)和(d)、(e)可以看出,黄色晶体中的沉淀相密度要小于红色晶体。通过

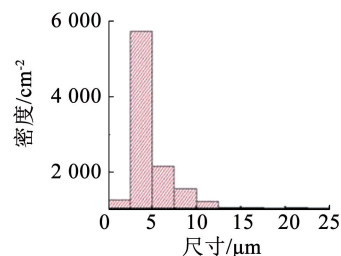
使用紫外-可见-近红外分光光度计测得 3 根 LiInSe_2 晶体室温下的透过光谱,如图 4 (b)所示,波长范围为 400 ~ 850 nm。对于 LIS-Y1、LIS-Y2、LIS-Y3 黄色晶体,在入射光波长小于 450 nm 时,入射光子的能量大于晶体的禁带宽度,价带上的电子会吸收光子能量跃迁进入导带,光子全被电子吸收,晶体的透过率几乎为零。在波长为 450 ~ 540 nm 时,吸收系数随光子能量的增加呈指数变化,形成垂直的吸收边。通过 Tauc 方程^[3]对透过光谱数据进行处理后,得到 LIS-R、LIS-Y2、LIS-Y3 晶体的光学禁带宽度分别为 1.99、2.54、2.86 eV,说明使用石墨坩埚并搭配合适的 ACRT 技术,可以生长出符合文献[15-18]的高质量用于中子探测的宽禁带黄色生长态 LiInSe_2 晶体。



(a) LIS-R晶片的红外成像照片

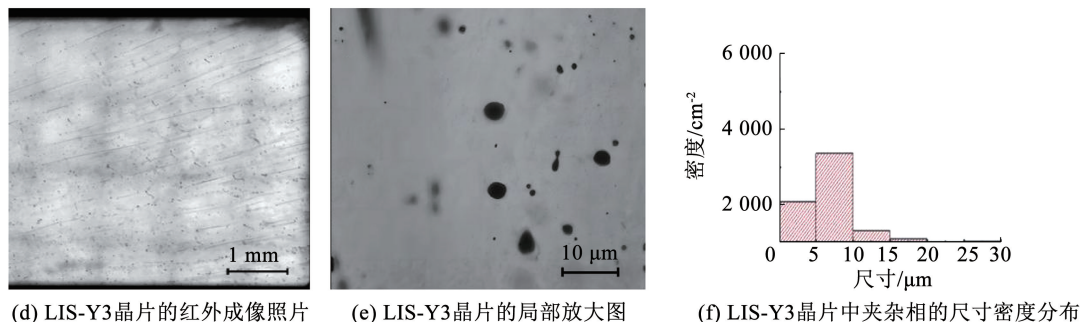


(b) LIS-R晶片的局部放大图



(c) LIS-R晶片中夹杂相的尺寸密度分布

Image-Pro Plus 软件对图 5 (a)和图 5 (d)进行分析表征,计算出 LIS-R-1、LIS-Y3-1 晶片夹杂相的密度分别为 1.41×10^4 、 $3.50 \times 10^3/\text{cm}^2$,夹杂相的尺寸分别分布在 0 ~ 5 μm 和 > 5 ~ 10 μm 。结合 LIS-R、LIS-Y 的化学计量比和透过光谱的分析可以推测出晶体中存在 Se 沉淀相,并造成了 LiInSe_2 晶体的颜色由黄变红及禁带宽度的改变。对此缺陷的分析为后续高性能中子探测用 LiInSe_2 的生长提供了理论支持。

图5 LiInSe_2 晶体的宏观夹杂相分析Fig. 5 Macroscopic inclusion analysis of LiInSe_2 crystals

3 结论

对稳定生长组分可控的生长态黄色 LiInSe_2 晶体的工艺进行了探索。利用低温合成法合成高纯 LiInSe_2 多晶料, 并采用石英坩埚及石墨坩埚基于垂直布里奇曼法, 生长出红色和黄色的 LiInSe_2 晶体。对 LiInSe_2 晶体的元素相对摩尔分数、光学性能以及夹杂相的表征进行了分析, 得到如下结论:

1) 通过增加石英弹簧和石墨垫片增强石墨坩埚气密性, 有效防止原料蒸汽逸出, 达到了 100% 的合料成功率。在 Li 过量 3%、Se 过量 0.0027 mol 的配比下成功得到了最符合化学计量比的黄色 LiInSe_2 多晶原料并完成了生长, 实现了对晶体成分的调控。

2) 对比了石英坩埚和石墨坩埚对晶体生长的影响, 认为石墨坩埚最适合进行中子探测用 LiInSe_2 晶体生长。通过引入 ACRT 技术可以解决晶体开裂的问题, 提高晶体的单晶率。

3) 经过测试得到黄色 LiInSe_2 晶体光学禁带宽度均约为 2.8 eV, 大于红色晶体的禁带宽度。通过红外透过成像发现符合化学计量比的黄色 LiInSe_2 晶体中 Se 夹杂相摩尔分数远小于缺 Li 的红色 LiInSe_2 晶体, 由此推测 Se 夹杂相的存在造成了 LiInSe_2 晶体颜色的改变以及禁带宽度的减少。

参考文献

[1] WAGNER F M, LOEPER B, BREITKREUTZ H. Neutron medical treatment of tumours: a survey of facilities [J]. *Journal of Instrumentation*, 2012, 7(3): C03041. DOI: 10.1088/1748-0221/7/03/C03041

[2] RUNKLE R C, WHITE T A, MILLER E A, et al. Photon and neutron interrogation techniques for chemical explosives detection in air cargo: a critical review [J]. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*, 2009, 603(3): 510. DOI: 10.1016/j.nima.2009.02.015

[3] FISCHER V, PAGANI L, PICKARD L, et al. Absolute calibration of the DANCE thermal neutron beam using sodium activation [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*, 2019, A929: 97. DOI: 10.1016/j.nima.2019.03.047

[4] KOUZES R T. The ^3He supply problem [J]. *Military Technology Weaponry & National Defense*, 2009, 256: 956899

[5] FRANKS L, JAMES R, FIEDERLE M, et al. Neutron detection in LiInSe_2 [M]. Washington DC: Proc SPIE, International Society for Optics and Photonics, 2015: 9593

[6] TUPITSYN E, BHATTACHARYA P, ROWE E, et al. Single crystal of LiInSe_2 semiconductor for neutron detector [J]. *Applied Physics Letters*, 2012, 101(20): 379. DOI: 10.1063/1.4762002

[7] MA T, ZHANG H, ZHANG J, et al. Preparation and optical properties of LiInSe_2 crystals [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2016, 448: 122. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.05.019

[8] JIA N, XIONG X, WANG S, et al. Optimized oriented seed growth and optical properties of high-quality LiInSe_2 crystals [J]. *CrystEngComm*, 2018, 20(48): 7802. DOI: 10.1039/c8ce01640b

[9] ISAENKO L, YELISSEYEV A, LOBANOV S, et al. Ternary chalcogenides LiBC_2 (B = In, Ga; C = S, Se, Te) for mid-IR nonlinear optics [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2006, 352: 2439. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2006.03.045

[10] GUEORGUEV A, HONG H, TOWER J, et al. Semiconductor neutron detectors [C]//Hard X-ray, Gamma-ray, & Neutron Detector Physics XVIII. [S. l.]: International Society for Optics and Photonics, 2016

[11] HOWELL R M, BURGETT E A, WIEGEL B, et al. Calibration of a Bonner sphere extension (BSE) for high-energy neutron spectrometry [J]. *Radiation Measurements*, 2010, 45(10): 1233. DOI: 10.1016/j.radmeas.2010.09.003

[12] KAMIJOH T, KURIYAMA K. Single crystal growth and characterization of LiInSe_2 [J]. *Journal of Crystal Growth*, 1981, 51: 6. DOI: 10.1016/0022-0248(81)90003-8

[13] TUPITSYN E, BHATTACHARYA P, ROWE E, et al. Lithium containing chalcogenide single crystals for neutron detection [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2014, 393: 23. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2013.10.054

[14] YELISSEYEV A P, DREBUSHCHAK V A, TITOV A S, et al. Thermal properties of the midinfrared nonlinear crystal LiInSe_2 [J]. *Journal of Applied Physics*, 2004, 96: 3659. DOI: 10.1063/1.1784616

[15] WANG X S, ZHANG X, ZHANG C, et al. Modified Bridgman growth and properties of mid-infrared LiInSe_2 crystal [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2014, 401: 150. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2014.02.043

[16] MA T, ZHANG H, ZHANG J, et al. Growth and characterization of LiInSe_2 single crystals [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2015, 415: 132. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2014.11.032

[17] JIA Ning, WANG Shanpeng, WANG Pengfei, et al. Ultrasensitive photodetectors based on a high-quality LiInSe_2 single crystal [J]. *Journal of Materials Chemistry A*, 2018, 6: 12615. DOI: 10.1039/c8tc04337j

[18] SHULTIS J K, MCGREGOR D S. Design and performance considerations for perforated semiconductor thermal-neutron detectors [J]. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*, 2009, 606(183): 608. DOI: 10.1016/j.nima.2009.02.033

[19] DANIEL J C, ZHANG Jianhan, ANDREW J C, et al. The Kurtz-Perry powder technique revisited: a case study on the importance of reference quality and broadband nonlinear optical measurements using LiInSe_2 [J]. *Journal of Applied Physics*, 1997, 82: 4166. DOI: 10.1016/j.jallcom.2022.165381

[20] BRENDEN W, MICHAEL G, EUGENE T, et al. Scintillation properties of semiconducting $^6\text{LiInSe}_2$ crystals to ionizing radiation [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Detectors and Associated Equipment*, 2015, 801: 73. DOI: 10.1016/j.nima.2015.08.035