第35卷 第12期 物 理 学 报 Vol. 35, No. 12
1986 年 12 月 ACTA PHYSICA SINICA Dec., 1986

人造石英单晶中位错双折射像的反衬

徐秀英 张杏奎 冯 端 牛钟明[1)]
(南京大学物理系,固体物理研究所)

1985 年 7 月 22 日收到

提 要

考虑了光弹系数的各向异性，对石英晶体中位错双折射象的反衬进行了计算. 在实验上采用反射偏光法抵消旋光后沿光轴观察获得了位错双折射象,并和计算结果进行了比较.

一、引 言

人造石英是电气通讯用的良好压电晶体. 它的一个突出的优点是振动频率稳定性很高,机械性能良好，所以至今仍然被广泛使用. 而晶体中各种缺陷如位错、包裹体等的存在，必然会影响到器件的物理性能，因此研究缺陷无异对器件光学品质的检测或物理性能的研究都是有现实意义的.

光双折射像是研究晶体缺陷的良好方法,特别对透明晶体更为有利. 它简便有效,而且是一种无损的检验方法. 前人[1-6]曾做了工作,但从成像理论方面，对反衬的计算和实验方面来看，前人的工作均偏重于对各向同性介质的研究. 一般是对称性较高和光弹系数较大的晶体材料,例如钇铝石榴石 (YAG),钆镓石榴石 (GGG),磷化镓 (GaP) 等. 随着新的功能材料的不断涌现，实际上大量使用的优质晶体中很大一部分常常是对称性较低的晶体，而关于这些晶体中缺陷的双折射像研究尚少报道. 本文对三方晶系的石英晶体进行探索.

α 石英属 32 点群,单轴晶光学上是各向异性的. 它不仅有自然双折射而且有较强的旋光. 这两项效应足够将缺陷所致的应力双折射像掩盖掉，致使正交偏光下视场是明亮的一片,观察不到应力双折射像. 但我们采用沿晶体光轴进行观察,这样可避开自然双折射的干扰,同时对沿光轴方向出现的旋光则用我们曾提出的反射偏光法[7]来抵消旋光，从而成功地获得了石英晶体中的单个位错双折射像. 这样做在理论上对像的反衬计算也大为简化. 我们在 Fathers 和 Tanner 理论计算的基础上进一步考虑了光弹系数的各向异性. 而将位错应变场仍作各向同性近似来进行计算,计算结果和实验是一致的.

二、理 论 计 算

根据 Fathers-Tanner 的理论[8,9],产生光弹效应的缺陷应变场可通过对逆介电张量 $\boldsymbol{B}$

1) 南京大学物理系 84 届毕业生.

的影响来表示，这样计算方便. $\boldsymbol{B}$ 和电场 $\boldsymbol{E}$ 及电位移矢量 $\boldsymbol{D}$ 的关系为

$$\varepsilon_0 \boldsymbol{E} = \boldsymbol{B}\boldsymbol{D}. \tag{1}$$

(1) 式中 ε_0 为真空中的介电常数.

考虑光弹系数的各向异性，将缺陷的应变场结合到逆介电张量中去，则 $\boldsymbol{B}$ 应为[10]

$$\boldsymbol{B} = \boldsymbol{B}_0 + \boldsymbol{p}\boldsymbol{e}. \tag{2}$$

式中 $\boldsymbol{p}$ 为光弹张量，$\boldsymbol{e}$ 为应变张量，B_0 为真空中介电透过率，$B_0 = 1/\varepsilon_0$.

32 点群的 α 石英晶体其光弹张量分量为[11]

$$p = \begin{bmatrix} p_{11} & p_{12} & p_{13} & p_{14} & 0 & 0 \\ p_{12} & p_{11} & p_{13} & -p_{14} & 0 & 0 \\ p_{31} & p_{31} & p_{33} & 0 & 0 & 0 \\ p_{41} & -p_{41} & 0 & p_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & p_{44} & p_{41} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & p_{14} & (p_{11} - p_{12})/2 \end{bmatrix}. \tag{3}$$

1. 刃型位错

采用正交坐标 (X_1, X_2, X_3)，坐标原点在位错处，当位错线平行于 X_3 轴(晶体的三次轴)，b 平行于 X_1 轴，则刃位错的应变分量为

$$e = \begin{bmatrix} e_{11} & e_{12} & 0 \\ e_{21} & e_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}. \tag{4}$$

$$\begin{aligned} e_{11} &= -AX_2[X_1^2(3-2\nu) + X_2^2(1-2\nu)]/r^4, \\ e_{22} &= AX_2[X_1^2(1+2\nu) - X_2^2(1-2\nu)]/r^4, \\ e_{12} &= 2AX_1(X_1^2 - X_2^2)/r^4, \\ A &= b/4\pi(1-\nu). \end{aligned} \tag{5}$$

将 (3)—(5) 式代入 (2) 式，则得

$$\boldsymbol{B} = \begin{vmatrix} B_{11}^0 + p_{11}e_{11} + p_{12}e_{22} & (p_{11} - p_{12})e_{12}/2 & p_{14}e_{12} \\ & B_{11}^0 + p_{12}e_{11} + p_{11}e_{12} & p_{41}e_{11} - p_{41}e_{12} \\ & & B_{33}^0 + p_{31}e_{11} + p_{31}e_{22} \end{vmatrix}. \tag{6}$$

当光沿着 X_3 轴传播时久期方程为[8,9]

$$\begin{vmatrix} 1/n^2 - (B_{11}^0 + p_{11}e_{11} + p_{12}e_{22}) & -(p_{11} - p_{12})e_{12}/2 \\ -(p_{11} - p_{12})e_{12}/2 & 1/n^2 - (B_{11}^0 + p_{12}e_{11} + p_{11}e_{22}) \end{vmatrix} = 0. \tag{7}$$

解 (7) 式得两个根 $n_\pm$，它代表两个正则基模的折射率. $n_-^{-2} - n_+^{-2} = 2(n_+ - n_-)/n^3 = 2AX_1(p_{11} - p_{12})/r^2$，

故

$$\Delta n = (n_+ - n_-) = An^3X_1(p_{11} - p_{12})/r^2. \tag{8}$$

则二基模的位相差 δ 为

$$\delta = \pi\Delta n l/\lambda = \pi An^3 l X_1(p_{11} - p_{12})/r^2\lambda. \tag{9}$$

式中 l 为样品的厚度，同时二基模和卡氏坐标 X_1，X_2 之间的夹角 θ 为

$$\tan 2\theta = 2B_{12}/(B_{11} - B_{22}) = e_{12}/(e_{11} - e_{22}) = (X_2^2 - X_1^2)/2X_1X_2. \tag{10}$$

设起偏镜 P 与 X_1 轴的夹角为 β，应力主轴 X_1' 与 P 之间的夹角为 α，X_1' 与 X_1 之间夹角为 θ（见图 1），则 $\alpha = \theta - \beta$ 在正交偏光下干涉的强度公式为

$$I = a^2\sin^2 2\alpha \sin^2\delta.$$

a 为入射光振幅，当 δ 很小时，$\sin^2\delta = \delta^2$.

$$I = (a\delta \sin 2\alpha)^2 = [\pi a A l n^3 X_1(p_{11} - p_{12})/\lambda r^2]^2(\sin 2(\theta - \beta))^2$$
$$= [B_\perp X_1 \sin 2(\theta - \beta)]^2/r^4. \tag{11}$$

$$(B_\perp)^2 = [\pi a A l n^3(p_{11} - p_{12})/\lambda]^2. \tag{12}$$

转换成极坐标 (r, ϕ)，令 $\cos\phi = X_1/r$，$\sin\phi = X_2/r$，代入 (10) 式得

$$\tan 2\theta = -\cot 2\phi,$$

$$2\theta = 2\phi + \frac{\pi}{2}. \tag{13}$$

$$I = [B_\perp \cos\phi \cos 2(\phi - \beta)]^2/r^2. \tag{14}$$

$$r^2 = [B_\perp \cos\phi \cos 2(\phi - \beta)]^2/I. \tag{15}$$

其等强度轮廓曲线如图 2 所示．当 $\beta = 0$ 时，如图 2 (a) 所示．当 $\beta = 45°$ 时，如图 2(b) 所示．

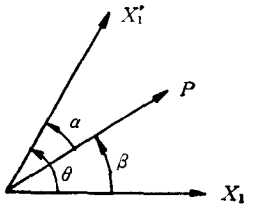
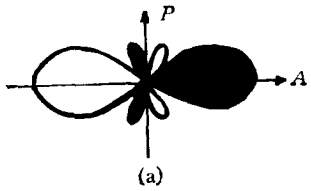


图 1



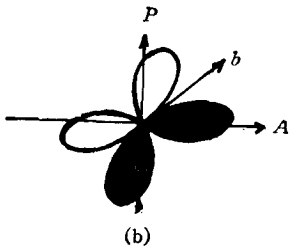


图 2

这结果和各向同性介质中位错双折射像基本相同．当 $\beta = 0$ 时，即位错 b 矢量与 P 一致时为六叶花瓣，当 $\beta = 45°$ 时为四叶花瓣．当存在长程应变场时必为黑白相间的六叶花瓣和二黑二白的四叶花瓣[12]．并且从这些典型花样可确定位错的 b 矢量．

2. 螺位错

当光沿着平行于 X_3 轴传播时，能观察到的螺型位错，其 $b = a_H$．螺位错的应变分量为

$$e = \begin{bmatrix} 0 & 0 & e_{13} \\ 0 & 0 & e_{23} \\ e_{31} & e_{32} & 0 \end{bmatrix}. \tag{16}$$

$$e_{13} = -(\mu b/2\pi)(y/x^2 + y^2),$$
$$e_{23} = (\mu b/2\pi)(x/x^2 + y^2),$$

$$B=\begin{vmatrix} B_{//}^{0}+p_{14}e_{13} & p_{14}e_{23} & p_{44}e_{13} \\ p_{14}e_{23} & B_{//}^{0}-p_{14}e_{13} & p_{44}e_{23} \\ p_{44}e_{13} & p_{44}e_{23} & B_{33}^{0} \end{vmatrix}. \tag{17}$$

当光沿着 X_3 方向传播时，久期方程为

$$\begin{vmatrix} 1/n^2-(B_{//}^{0}+p_{14}e_{13}) & -p_{14}e_{23} \\ -p_{14}e_{23} & 1/n^2-(B_{//}^{0}-p_{14}e_{13}) \end{vmatrix}=0. \tag{18}$$

解得

$$n_{\pm}^{2}=[B_{//}^{0}\pm p_{14}(e_{13}^{2}+e_{23}^{2})^{1/2}]. \tag{19}$$

$$\Delta n=n^{3}p_{14}\mu b/4\pi r. \tag{20}$$

$$\tan 2\theta=y/x. \tag{21}$$

$$\delta=\frac{\pi}{\lambda}\Delta nl=ln^{3}p_{14}\mu b/4r\lambda, \tag{22}$$

$$I=(aln^{3}\mu bp_{14}/4\lambda)^{2}\sin^{2}2(\theta-\beta)/r^{2}. \tag{23}$$

转换到极坐标 $\cos\phi=X_1/r$，$\sin\phi=X_2/r$.

$$\tan 2\theta=y/x=\tan\phi,$$

故

$$2\theta=\phi. \tag{24}$$

$$\begin{aligned} I&=(aln^{3}\mu bp_{14}/4\lambda)^{2}(\sin(\phi-2\beta)/r)^{2} \\ &=[B_{//}\sin(\phi-2\beta)/r]^{2}. \end{aligned} \tag{25}$$

$$B_{//}=aln^{3}\mu bp_{14}/4\lambda,$$

$$r^{2}=B_{//}^{2}/I[\sin^{2}(\phi-2\beta)]. \tag{26}$$

$\beta=0$ 时，$r^2=(B_{//}\sin\phi)^2/I$，其等强度轮廓曲线如图 3 所示. 很明显，随着 β 值不同，整个图形是旋转的. 以上计算是以卡氏坐标为基.

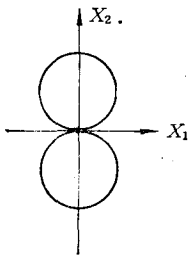


图 3

计算结果表明，当考虑了光弹各向异性后，石英晶体中沿光轴观察可以出现螺位错的反衬，这和各向同性介质中计算得到的结果是不同的. 另外可估计刃位错和螺位错的强度比

$$I_{螺}/I_{刃}=(B_{//}/B_{\perp})^{2}\doteq 0.5\times 10^{-2}.$$

(α 石英 $p_{11}=0.138$ $p_{12}=0.250$ $p_{14}=-0.029$[13]) 螺位错反衬比刃位错弱两个数量级.

三、实　验

1. 样品制备

α 石英晶体是由水热法在高压釜中生长。实验所用晶体是由苏州合成晶体厂提供。样品垂直于 z 轴切割成 7 毫米和 2.5 毫米两种厚度，经 302# 至 306# 金刚砂由粗至细逐级研磨，然后用钻石研磨膏由 W_3 至 W_1 抛光至透明薄片，由于石英硬度高，样品制备极为费事。

2. 用联邦德国 Leitz Orthoplan-pol 偏光显微镜进行观察，鉴于 α 石英晶体具有自然双折射，故采用沿 z 轴观察，而沿 z 轴(晶体光轴)方向有旋光现象，强的旋光色散掩盖了应力双折射，使位错像的观察发生困难，但是采用了反射偏光法[7]，可以抵消自然旋光，从而成功地获得了位错双折射像。

用浸蚀法确立位错与蚀坑之间的对应关系，以此来验证所观察的双折射像是由位错所致，化学浸蚀条件是用 30% 氢氟酸室温浸蚀三至六小时。

双折射像中位错的 b 矢量要结合用 X 射线劳厄定向来确定，因样品较厚，故采用背反射法，自制极图。

四、结　果

观察到的刃位错双折射像如图 4 所示。

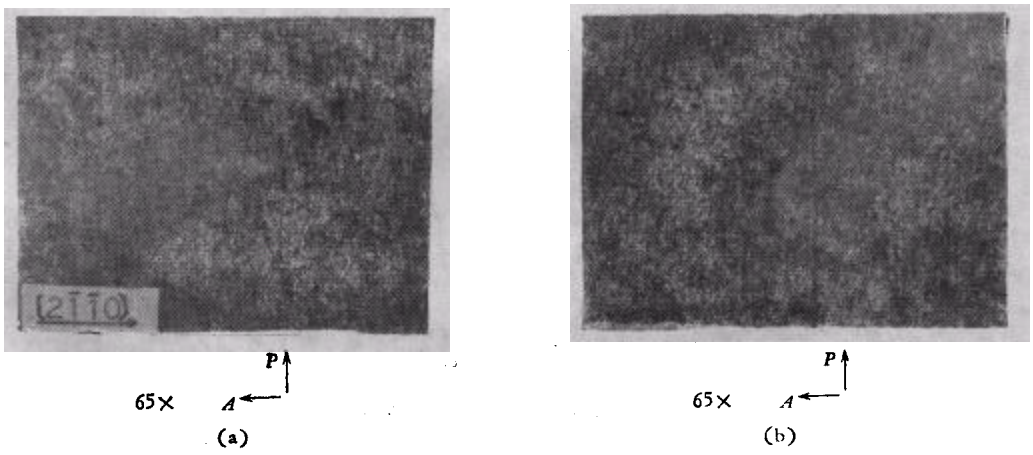


图 4

图 4(a) 为 $\beta = 0$ 时的花样，(b) 为 $\beta = 45°$ 时的花样，其光强分布和理论计算是一致的。当 $\beta = 0$ 时，即 b 矢量和 P (起偏镜)一致时为六叶花瓣，其中沿 A (检偏镜)方向的两叶最强，但其强度分布范围只有 20 微米左右，而且反衬极点最强的两叶，一叶为黑色、另一叶为白色，当 $\beta = 45°$ 时强度分布为四叶花瓣，在 b 方向的两侧其中一侧的两叶呈黑色，另一侧的两叶呈白色，这显然是由于存在长程场所致。经劳厄定向进一步确定其 b 矢

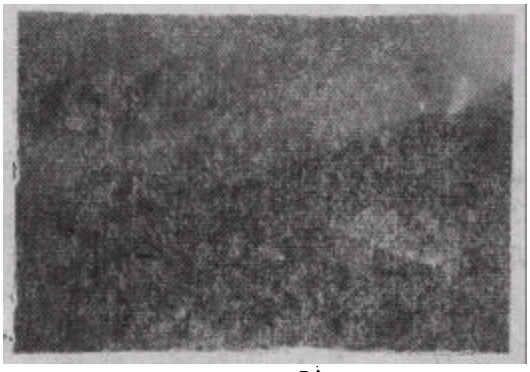
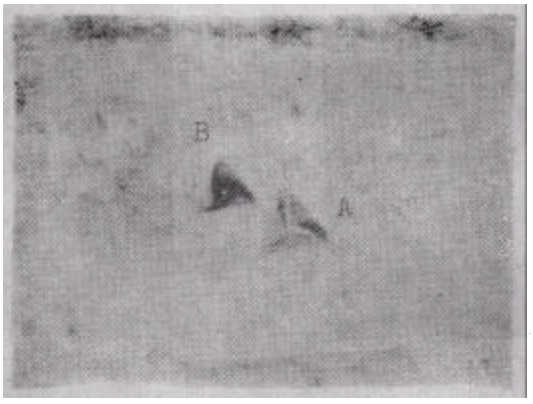


图 5

量为[$2\bar{1}\bar{1}0$].

图 5 为倾斜的位错线双折射象. 图中 P, A 和边框一致,它是一边为黑色,另一边为白色,宽度约为几微米的线. 当转动样品时,根据其消光规律, 当位错线与 A 或 P 平行时消光,而与 A 或 P 呈 45° 时最强,可确定其为刃型位错线.

用浸蚀法验证上述位错双折射像,发现有两种浸蚀坑,如图 6 所示. 它们是上、下表面对应的.其中 A 型蚀坑是与 $b=[2\bar{1}\bar{1}0]$ 的位错相对应,它的坑底是尖的. 而 B 型蚀坑,它的坑底是螺旋式的尖底,很可能为螺型位错的浸蚀坑,但与其对应的双折射像却未观察到.



A为刃位错浸蚀坑; B为螺位错浸蚀坑 1500×

图 6

五、结 论

1. 在 Fathers-Tanner 理论基础上进一步考虑了光弹各向异性,计算了 α 石英晶体沿光轴方向的位错双折射像的反衬. 结果表明,刃位错的反衬和各向同性介质中的结果相同,因而从位错双折射像中 b 矢量的确定也类同于各向同性介质.

2. 对属 32 点群，对称性较低的三方晶系的晶体，沿光轴观察有可能观察到螺位错，这和各向同性介质中的结果是不同的. Fathers-Tanner[8,9,12]对立方晶系晶体中位错双折射像的反衬及考虑了长程场后位错的反衬，计算时均将光弹系数和位错应变场作各向同性近似. 他们的计算结果认为从一端观察螺位错是不可见的，即没有反衬出现.但从本文的计算可得出这样的结论：对三方晶系属 32 点群的晶体，沿光轴从一端观察螺位错，并不是不可见的，而且可以推断，即使对立方晶系，如考虑光弹各向异性在晶体的某些特定方向，例如沿立方的三次轴方向，观察也有可能获得螺位错的反衬.

3. 从位错双折射象的振幅值（B 值）来看，对刃型位错而言，α 石英晶体其刃位错的 $B_\perp$ 值比起钇铝石榴石晶体中的位错的 $B_\perp$ 值要小一倍多，因而相对来说，α 石英晶体中刃位错的反衬比钇铝石榴石晶体中位错反衬弱得多. 实验结果也确实如此. α 石英晶体中位错反衬极弱，照相极为困难，一般采用强光源 γ 光栏才行. 而 α 石英晶体中的螺位错反衬又要比刃位错弱两个数量级，因而在实验中虽然观察到螺位错浸蚀坑而未观察到其相应的双折射像的反衬，这是合理的.

实验所用晶体由陶冶同志提供，样品的制备得到中国科学院上海硅酸盐研究所陈辛麈同志协助，部分样品的切割、研磨得到王桂红、杨永顺、杨震等同志的帮助，作者一并致谢.

参　考　文　献

[1] J. W. Matthews, E. Klokholm, V. Sadagopan, T. S. Plaskett and E. Mendel, *Acta Met.*, **21**(1973), 203.
[2] J. W. Matthews, T. S. Plaskett and S. E. Blum, *J. Crystal Growth*, **42**(1977), 621.
[3] J. W. Matthews and T. S. Plaskett, *Phil. Mag.*, **33**(1976), 73.
[4] J. W. Matthews and T. S. Plaskett, *J. Mat. Sci.*, **13**(1978), 2029.
[5] S. Y. Shu, Z. Z. Kuo and D. Fong, *J. de Phys.*, **41**(1980), 186.
[6] 徐秀英、葛传珍、冯端，南京大学学报(物理专刊)，(1980)，1.
[7] Xu. X. Y. Feng. D. *J. Mat. Sci.*, **20**(1985), 612.
[8] D. J. Fathers and B. K. Tanner, *Phil. Mag.*, **27**(1973), 17.
[9] D. J. Fathers and B. K. Tanner, *Phil. Mag.*, **28**(1973), 749.
[10] Л. Д. 朗道、E. M. 栗弗席兹，连续媒质电动力学，人民出版社，北京，(1963)，453 页.
[11] J. F. Nye, M. A. Phd, Physical Properties of Crystal, Clarenoon Press, Oxford, (1957), 251.
[12] B. K. Tanner and D. J. Fathers, *Phil. Mag.*, **29**(1974), 1081.
[13] Landolt-Bornstein "Numerical Date and Functional Relationships in Science and Technology", Springer-Verlag Berlin Heidelberg, New York, (1969), Group III Vol. 2, p. 520.

THE OPTICAL CONTRAST OF DISLOCATION IN SYNTHETIC QUARTZ WITH BIREFRINGENCE TOPOGRAPHY

XU XIU-YING　ZHANG XING-KUI　FENG DUAN　NIU ZHONG-MING
(Department of Physics and Institute of Solid State Physics, Nanjing University)

ABSTRACT

The contrast of birefringence images of dislocation in synthetic quartz crystal have been calculated with anisotropic elasto-optical coeffficients. Using reflection polarizing microscopy to compensate the natural optical activity, along the optical axis, we obtained the images of edge dislocations and compared it with the calculation.