

五磷酸钕晶体中铁弹畴界的 X 射线形貌研究

蒋 柏 林

(北 京 钢 铁 学 院)

刘希玲 徐 斌 陆宝生

(山 东 大 学)

1985 年 9 月 10 日收到

提 要

利用 X 射线衍射形貌法,研究了五磷酸钕 ($\text{NdP}_2\text{O}_{14}$) 晶体中铁弹畴界的衍射衬度。发现在 $\mu = 0.6-7$ 范围内,畴界呈现黑的或白的衬度。畴界衍射衬度的特征可归结为

$$(\bar{e}_2 - \bar{e}_1) \cdot \Delta c // \bar{g} \quad \text{畴界衬度明显}$$

$$\Delta c \perp \bar{g} \quad \text{畴界衬度消失}$$

$$\Delta c \cdot \bar{g} > 0 \quad \text{畴界呈黑衬度}$$

$$\Delta c \cdot \bar{g} < 0 \quad \text{畴界呈白衬度}$$

利用 Penning-Polder 波点迁移原理,对畴界的衬度形成原理做了定性解释。根据畴界的衍射衬度特征,定性讨论了畴界的结构特征。

引 言

按 Aizu 铁弹理论^[1],五磷酸钕晶体属于 $mmmF2/m$ 类铁弹体。高温正交相晶体,经过铁弹相变点冷却到室温时就变成单斜相铁弹体,室温下具有铁弹畴是该晶体的特征,实验表明,畴结构的存在将影响激光器的工作性能^[2]。所以对该类晶体中,铁弹畴的研究日益引起人们的关注。过去对铁弹畴的研究多集中于晶体铁弹畴的类型和形成机制^[3,4]、铁弹畴相变点的测定、单斜角 β 与温度的关系,以及温度对铁弹畴晶体取向不连续的影响^[5]。

本文用正交偏光法和 X 射线衍射形貌法,研究了晶体中的铁弹畴。用 X 射线形貌法观察到了铁弹畴的畴界衬度,总结了畴界的衬度特征,并用 X 射线衍射动力学理论对畴界衬度的形成做了定性说明,讨论了铁弹畴界的结构特征。

实 验 方 法

晶体采用高温溶液法^[6]生长。利用晶体易沿 (010) 晶面解理的性质,用解理法可以得到 0.3—0.6mm 厚的晶体。晶体首先用正交偏光法观察铁弹畴衬度,然后利用 Lang^[6] X 射线衍射形貌法,观察晶体中相应铁弹畴的衬度。为了改变晶体的 μ 值,我们分别选

用了 MoK_α 和 CuK_α 辐射。

实 验 结 果

1. 铁弹畴的畴界衬度

图 1 (见图版 I) 是晶体中两个铁弹畴在正交偏光下的金相照片。入射光垂直 (010) 晶面, 其中黑区为铁弹畴 (I), 白区为铁弹畴 (II)。畴衬度的出现是由于两个畴中晶体取向不同所致^[7]。图 2 (见图版 I) 是图 1 晶体相应部位的 (200) X 射线衍射形貌图。比较图 1 与图 2 可以看出, 晶体的 (200) X 射线形貌图中不出现铁弹畴衬度, 而出现了畴界的衍射衬度, 其左畴界衬度呈黑色, 右畴界衬度呈白色, 畴界衬度比较锋锐。

2. 铁弹畴界的衬度特征

1) 我们用 MoK_α 和 CuK_α 辐射, 研究了 $\mu t = 0.6$ 和 7 晶体中畴界衬度。发现在上述 μt 值下, 畴界衬度不随 μt 值大小而变, 即它们都是呈白色或黑色衬度。

2) 图 3 (见图版 I) 是图 2 晶体的 $(\bar{2}00)$ X 射线形貌图。与图 2 比较可以看出, 在图 3 中的畴界衬度发生了反转。这说明, 当衍射矢量反转时, 畴界的衬度也将反转。

3) 图 4 至图 6 (见图版 II) 分别是晶体的 (200) (002) 及 (011) X 射线形貌图。在图 4 中可以看到很多黑白相间的畴界衬度, 没有畴衬度, 还可看到晶体中呈黑色的 (图 4 中的 A) 生长层衍射衬度, 它们是生长层的运动学衬度。图 5 是图 4 晶体的 (002) X 射线形貌图。与图 4 比较, 图中畴界及生长层衬度基本消光, 而位错群 (图 5 中的 B) 的运动学衬度则清晰可见。图 6 是图 4 晶体的 (011) X 射线形貌图。与图 4 比较, 其畴界衬度的宽度明显增大, 这是畴界几何位置的投影宽度增大所致。

4) 对于图 2 至图 6 的晶体, μt 约为 0.6, MoK_α 辐射, 在上述条件下, 缺陷的运动学衬度是应该能出现的。在图 4 和图 5 中, 的确显示出了晶体中生长条纹、位错等缺陷的运动学衬度。它们都呈黑色。可是在上述晶体中, 铁弹畴界却只出现黑白相间的动力学衬度。这表明, 在铁弹畴界中不存在强的晶格畸变区。

铁弹畴界的 X 射线衍射衬度特征可归结为

$$\begin{aligned} (\bar{c}_2 - \bar{c}_1) \cdot \bar{g} &= \Delta c // \bar{g} && \text{畴界衬度明显} \\ \Delta c &\perp \bar{g} && \text{畴界衬度消失} \\ \Delta c \cdot \bar{g} &> 0 && \text{畴界呈黑衬度} \\ \Delta c \cdot \bar{g} &< 0 && \text{畴界呈白衬度} \end{aligned}$$

其中 $\bar{c}_2$, $\bar{c}_1$ 分别是畴 (II) 和畴 (I) 的 $\bar{c}$ 方向矢量, $\bar{g}$ 是 X 射线形貌相的衍射矢量。

结 果 讨 论

X 射线形貌相中, 缺陷像的形成主要是依据晶体中缺陷周围的晶格畸变区和晶体的完整区有不同的衍射强度, 出现衍射强度衬度, 形成缺陷像。不同类型的晶格缺陷, 其晶格畸变的形式和强度也将不同。因而利用 X 射像形貌法可以确定缺陷的性质。

根据缺陷像的形成原理^[8],在缺陷周围的强晶格畸变区将形成运动学像或称直接像。当晶体的 $\mu' < 1$ 时,缺陷的运动学像将呈现黑的衬度。在缺陷周围的弱晶格畸变区将形成动力学像,晶体具有一定吸收时,这类动力学像将呈现黑的或白的衬度。

五磷酸铈是一种铁弹晶体,在室温下可以存在两种稳定的取向状态,由此将导致出现两类互相垂直的畴界,畴界两侧的晶体取向呈孪晶关系。在五磷酸铈晶体中, a 类孪晶与结晶学 $\bar{c}$ 轴方向的变化相联系,孪晶面(即铁弹畴界)平行于(001)型晶面。 b 类孪晶与结晶学 $\bar{a}$ 轴方向的变化相联系,孪晶面平行于(100)型晶面^[4]。五磷酸铈晶体中, a 类孪晶较易出现,在机械应力作用下,畴界可以容易地产生、消灭和移动。对于 a 类孪晶,两个畴的相互关系如图7所示。由图7可以看出,对于 a 类孪晶,使两种取向状态相互转换的力应沿着 $\bar{a}$ 轴方向。

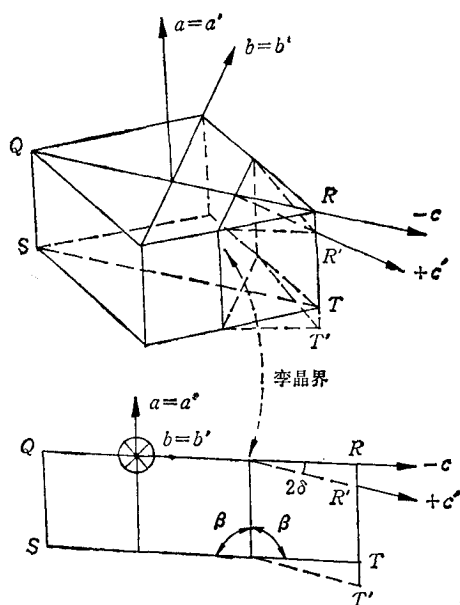


图7 五磷酸铈晶体中, a 类孪晶的相互取向关系。在孪晶面处, $\bar{c}$ 轴转换方向($+\bar{c}' \rightarrow -\bar{c}$); β 表示晶体的单斜角,约 90.481° ; 2δ 是两种晶体取向的偏差角

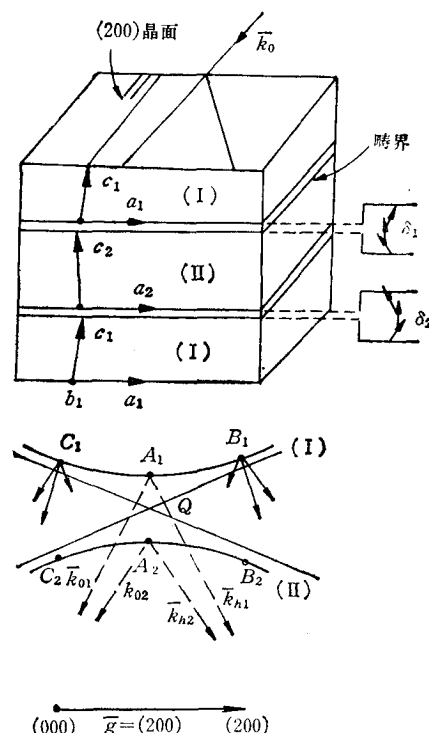


图8 晶体中铁弹畴的取向关系以及衍射晶面的弯曲畸变对色散面上波点位置的影响

1. 铁弹畴界衬度的形成原理

依据X射线形貌图中铁弹畴界的衬度特征,我们可用 Penning-Polder 波点迁移原理^[9]定性说明这种畴界衬度的形成原理。图8表示晶体中两个铁弹畴的取向关系,以及晶体衍射晶面的弯曲对色散面上波点位置的影响。如果以(200)型晶面作为衍射晶面,当畴区严格满足布喇格条件时,在晶体中传播的波场,其波点对应于色散面上的 A_1 - A_2 点。如

果畴界的畸变很小,以致于在畸变区内,动力学相干条件仍能满足,那么在畴界中传播的波场在色散面上所对应的波点将偏离 A_1-A_2 点而移动。在图 8 中,我们把铁弹畴界设想为具有一定厚度的过渡区。通过畴界, $\bar{c}$ 方向由一种取向逐渐地变换成另一种取向。由图 8 可以看出,对 (200) 型晶面,在畴界区内,它呈现定向弯曲畸变。对于图中所示的两个畴界,其 (200) 晶面的弯曲畸变正好相反。图 8 中的畴界 δ_1 ,其波场所对应的波点应向 AB 方向移动,畴界 δ_2 ,对应波场的波点应向 AC 方向移动。按动力学衍射理论^[10],色散面 (I) 分支对应的波场在晶体中传播时,只受到很小的吸收,而色散面 (II) 分支所对应的波场则要受到很大的吸收。因此,在具有一定吸收的晶体中,在晶体出射面处的衍射强度,主要由色散面 (I) 分支波场能流所决定。波点 B_1 所对应的波场,其能流沿衍射方向的强度要大于沿入射方向的强度,因而对于图 8 中的 δ_1 畴界应呈现黑的衬度。波点 c_1 所对应的波场,其能流在入射方向的强度要大于衍射方向的强度,因而图 8 中的畴界 δ_2 将呈现白的衬度。如果衍射矢量反转,变为 $(\bar{2}00)$ 衍射,则图 8 中畴界的衬度也将反转。

由图 7 可以看出,对于 α 类铁弹畴,畴界两侧畴的取向呈孪晶关系。这类孪晶与结晶学 $\bar{c}$ 轴方向的变化相联系,使取向状态变换的力应沿 $\bar{a}$ 轴方向。因而当我们的衍射晶面选为 (002) 型晶面时,将不会出现任何畴界衬度。图 5 的实验结果证实了这一点。(002) 型晶面是铁弹畴的共格界面。

2. 铁弹畴界的结构特征

铁弹畴界在 X 射线形貌图中,不出现运动学衬度,只出现动力学衬度。这表明,铁弹畴界是一种晶格微畸变区,在畴界内逐渐完成畴取向的变换。在 (002) 衍射形貌图中畴界衬度消失,表明畴界的晶格畸变只发生在 (002) 型晶面内,而在其法线方向没有任何晶格畸变。畴界畸变区的存在可能是畴界影响激光器工作性能的原因之一。而畴界结构上的特征,也将使畴界能在很小应力作用下产生、移动和消失。

冶金工业部有色金属研究总院 X 射线实验室在 X 射线形貌照相实验中提供了很多方便,作者表示深切的感谢。

参 考 文 献

- [1] K. Aizu, *J. Phys. Soc. Jap.*, **27**(1969), 387.
- [2] G. Winzer, *et al.*, *Appl. Phys.*, **11**(1967), 121.
- [3] J. P. Budin, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **46**(1975), 2867.
- [4] H. B. Weber, *et al.*, *Phys. Rev.*, **B11**(1975), 1152.
- [5] 陆宝生等, *山东大学学报*, **1**(1978), 30.
- [6] A. R. Lang, *J. Appl. Phys.*, **30**(1959), 1748.
- [7] 徐斌、陆宝生, *山东大学学报*, **2**(1980), 69.
- [8] A. Authier, *Adv. in X-Ray Analysis* **10**(1967), 9.
- [9] P. Penning, D. Polder, *Philips Res. Reports* **16**(1961), 419.
- [10] R. W. James, *Solid State Physics*, **15**(1963), 55.

X-RAY TOPOGRAPHY STUDY OF THE FERROELASTIC DOMAIN WALLS IN $\text{NdP}_5\text{O}_{14}$ CRYSTALS

JIANG BAI-LIN

(*Beijing University of Iron and Steel Technology*)

LIU XI-LIN XU BIN LU BAO-SHENG

(*Shandong University*)

ABSTRACT

The ferroelastic domain walls in $\text{NdP}_5\text{O}_{14}$ crystals have been studied by means of X-ray topography. It has been found that the ferroelastic domain walls appear to be black or white contrast in X-ray topograph in the range of $\mu t = 0.6-7$. The feature of the diffraction contrast of the ferroelastic domain walls is summarized as follows:

- $(\bar{C}_2 - \bar{C}_1) \Delta \bar{C} // \bar{g}$ contrast of the ferroelastic domain wall is strong
- $\Delta \bar{C} \perp \bar{g}$ contrast of the ferroelastic domain wall is invisible
- $\Delta \bar{C} \cdot \bar{g} > 0$ contrast of the ferroelastic domain wall appears to be black
- $\Delta \bar{C} \cdot \bar{g} < 0$ contrast of the ferroelastic domain wall appears to be white

The diffraction contrast of the ferroelastic domain wall has been explained qualitatively by Penning-Polder's theory. According to the feature of the diffraction contrast, the structural characteristics of the ferroelastic domain wall has been discussed.