

KTP 晶体中一种特殊缺陷的研究*

田亮光 姜小龙 李润身 许顺生

中国科学院上海冶金研究所, 上海, 200050

刘 耀 岗

山东大学晶体材料研究所, 济南, 250100

1990 年 4 月 19 日收到

研究发现, 在 KTP 晶体中有一特殊的区域, 在这一区域内, KTP 晶体的倍频效率明显增加. 本文借助于透射同步辐射 (SR) 白光形貌方法, 对这一区域进行了研究, 发现在这区域内有一面缺陷. 在这面缺陷处由于杂质的积累, 使晶格发生了微小畸变, 从而使 KTP 晶体的倍频效率增加. 并根据消光规律确定了该缺陷的最大应变方向 $R = \langle 010 \rangle$.

PACC: 6170

一、引 言

KTP 晶体是一种新型高效激光倍频晶体材料, 由于其优良的综合性能, 在当今的国际上被公认为“全能”倍频晶体材料^[1-3]. 1988 年, 山东大学晶体材料研究所刘耀岗等人^[4]在研究 KTP 晶体的过程中, 发现 KTP 晶体中有一特殊区域, 在这区域中, 晶体倍频效率明显增加; 同时, 不同的晶体样品倍频效率增加的程度也有所不同. 这一发现引起了人们的很大关注, 因为如果能对这一现象进行深入的研究, 了解这一现象的本质, 必将对进一步提高 KTP 晶体的倍频效率有很大的促进作用. 同步辐射是一种高强度的 X 射线光源, 由于具有强度高、平面偏振、准直性高和光谱范围宽等优点, 越来越受到人们的关注. 同步辐射白光形貌方法简单、方便、快速是研究高质量晶体的一种有效方法, 利用这一方法, 一次可得到不同晶面的形貌, 从而一次就可确定缺陷的性质. 在本文中, 用透射同步辐射白光形貌方法^[5], 研究了 KTP 晶体中的特殊缺陷, 得到一些实验结果, 可望对晶体的生长及其它研究工作提供一些参考.

二、实 验

实验所用的样品由山东大学晶体材料研究所提供, 用助溶剂法生长^[6]. 沿 [100] 方向切割, 切割的方位如图 1 所示. 然后经磨、抛工艺制成厚度约为 $540 \mu\text{m}$ 的样品. 透射同步

* 山东大学晶体材料研究所国家重点实验室资助的课题.

辐射白光形貌是在我国自行建造的北京高能电子对撞机 (BEPC)、同步辐射实验室、4W1A 光束线上进行的, $E = 2.2\text{GeV}$, 束流为 9mA , 曝光时间为 70s , 样品与底片的距离为 10cm . 在东海 0530B 微机上用自编的程序对透射白光形貌图进行了斑点的指标化。

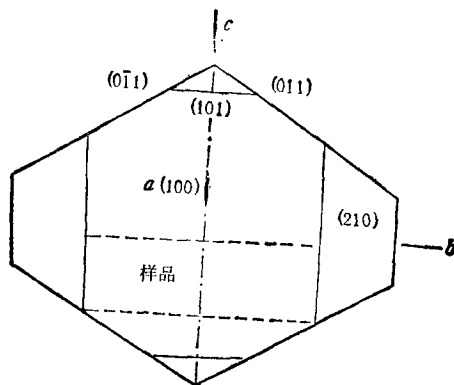


图 1 样品的切割方位(虚线所示)
— · — · — 为缺陷面与(100)晶面的交线

三、结果与讨论

所用样品加工的每一过程都是严格控制的, 因此可排除引进外来缺陷的可能性。图 2 (见图版 I) 中 (a) 为 SR 白光形貌, (b), (c), (d) 分别为 $(1\bar{5}1)$, $(2\bar{3}3)$, (104) 衍射的形貌图, 从图 2(b), (c) 来看, 除样品中间有一面缺陷外, 没有发现有其它缺陷。同时图 2(d) 中显示出 4 条衍射干涉条纹, 说明样品除中间有一缺陷外, 其它区域具有较高的完整性。为了确定此缺陷对倍频效率的影响, 做了激光倍频实验。实验布置同文献[4]。实验发现: 此缺陷周围所对应的区域正是倍频效率增强的那一特殊区域。这就证实了此缺陷对倍频效率的增加起着决定作用。

由图 2 可以看出, 缺陷的相均为双线相, 它们对应的是缺陷面与样品两表面的交痕, 此缺陷沿 $[100]$ 方向从样品的一边横穿到另一边, 从缺陷相的宽度计算出的样品厚度与实验所用样品厚度基本相符, 表明该缺陷确实是面缺陷。从图 2(a) 可看出, 并不是每个晶面都有缺陷相, 而是有些晶面衬度强、有些弱、有些晶面发生了消光, 如图 2(d) 所示, 而且消光有一定的规律, 为了清楚起见, 把这种消光规律表示在图 3 中。图 3 为 KTP 晶体的 (100) 极图。图中分成三个区域: I 为强衬度区域; II 为中强衬度区域; III 为弱衬度和消光区域。即在极图中 (001) 极点周围的晶面, 形貌图中缺陷的衬度小, 象 (107) , (105) 晶面均出现消光; $(0\bar{1}0)$ 极点周围的晶面, 衬度大。根据面缺陷的消光规律^[5], 得到该缺陷的最大应变方向为 $\mathbf{R} = \langle 010 \rangle$ 。综合以上分析, 可基本上确定该缺陷的形状和在晶体中的位置: 缺陷平面平行于 (010) 平面, 沿 $[001]$ 方向延伸, 缺陷面通过晶体表面的 (011) 和 $(0\bar{1}1)$ 晶面的交界处。图 1 中平行于 c 方向的“— · — · —”线为该缺陷与 (100) 晶面的交界线。

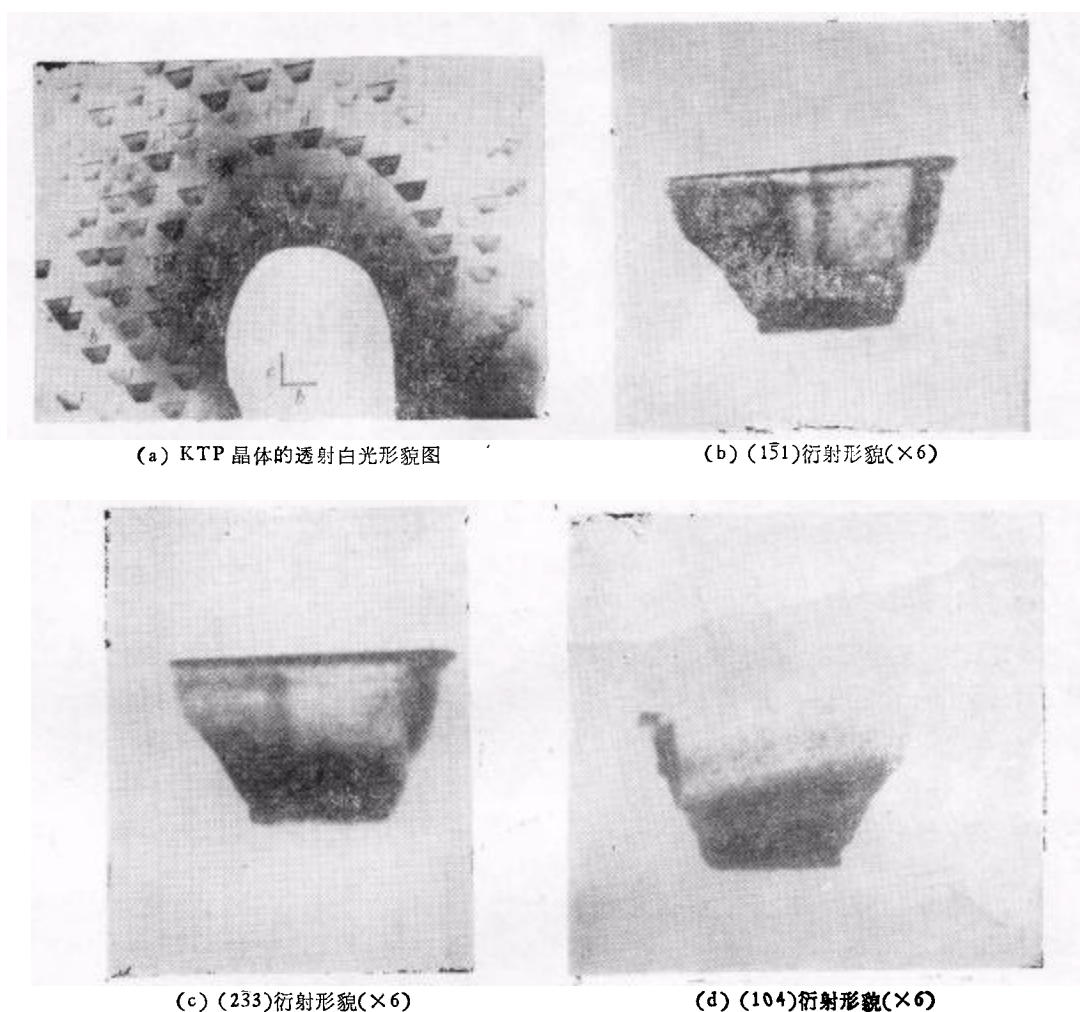


图2 透射 SR 白光形貌
b, c 为 KTP 晶体的 b, c 轴方向

为了进一步探讨此缺陷的性质, 用电子探针做了元素的微区分析。为了消除统计误差。在正常区域和缺陷区域各测量六点, 取平均值。分析结果列入表 1。

表 1 KTP 晶体中元素含量

平 均	正 常 区 域	缺 陷 区 域
K	1.000	0.990
Ti	1.000	0.991
P	1.000	0.992

注: 设样品内的 K, Ti, P 元素的含量都为 1, 测量各点元素相对比较结果。

由表 1 可看出, 在缺陷区域, K, Ti, P 元素的含量略小于正常区域的含量。这说明在缺陷区域杂质的含量相对增加。

由图 1 可看出, 该缺陷通过(011)和(0 $\bar{1}$ 1)晶面的交界处。在 KTP 晶体的生长过程

中, (011) 和 $(0\bar{1}1)$ 晶面不断的向前推进, 极易在两晶面交界处产生“邻位面生长界”^[4]。由

于生长条件的变化, 杂质在此处富集, 使晶格发生畸变, 用二次离子质谱 (SIMS) 测定了这些杂质元素是 Al, Si, Mg, Ca, Fe 等。

1974 年, Tordjman 等人^[6]确定了 KTP 晶体的空间群为 P_{n21a} , 指出该晶体的基本结构是由 TiO_6 八面体和 PO_4 四面体在三维空间构成的网络, 其中, TiO_6 八面体发生了严重畸变。Zumsteg 等人^[1]认为: KTP 晶体之所以具有很大的非线性效应, 主要是因为 TiO_6 八面体产生了畸变的缘故。因此, 可以认为, 我们所观察到的倍频增强效应, 是由于该缺陷所导致的, 由于缺陷处

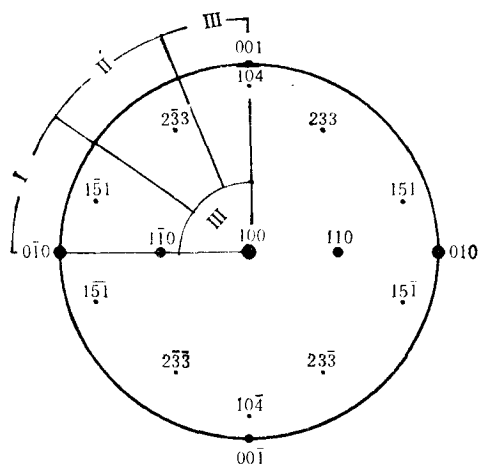


图 3 KTP 晶体衍射消光示意图

元素的变化, 使缺陷周围的晶格发生了微小的畸变, 从而使 KTP 晶体的倍频效率增加。但是, 对于每一个样品, 畸变的程度不一样, 有的畸变大, 有的畸变小, 因此就使得每一样品倍频效率增加的程度也不一样。这与我们的实验结果也是相符的。但并非畸变越大越好, 当畸变太大时, 会严重影响晶体的质量, 使激光输出受到限制。究竟畸变多大才能使倍频效率增强最大, 这一问题还有待于进一步的研究。

中国科学院上海冶金研究所陈京一同志及山东大学晶体材料研究所王继阳同志对本文工作给予很大的帮助, 在此表示感谢。

[1] F. C. Zumsteg, J. D. Bierlein and T. E. Gier, *J. Appl. Phys.*, **47**(1976), 4980.

[2] 沈德忠、黄朝恩, *人工晶体*, **15**(1986), 5.

[3] 刘耀岗等, *中国激光*, **13**(1986), 483.

[4] 刘耀岗、王继阳等, *光学学报*, **10**(1990), 114.

[5] B. K. Tanner, *X-Ray Diffraction Topography*, Pergamon Press, (1976).

[6] P. I. Tordjman, R. Masse, J. C. Guitel, *Z. Krist.*, **130**(1974), 103.

STUDY ON A SPECIAL DEFECT IN KTP CRYSTAL

TIAN LIANG-GUANG JIANG XIAO-LONG LI RUN-SHEN XU SHUN-SHENG

Shanghai Institute of Metallurgy Academia Sinica, Shanghai, 200050

LIU YAO-GANG

Institute of Crystal Material, Shandong University, Jinan, 250100

(Received 19 April 1990)

ABSTRACT

There is a special area in KTP crystal, in which the SHG efficiency is obviously increased. In this paper, the KTP crystal is studied by means of Synchrotron Radiation (SR) White Beam Topography, and a planar defect is found in such an area. The lattice is deformed because of the accumulation of impurity in this area, which results in the increase of SHG efficiency. The maximum strain direction is determined to be $\mathbf{R}=\langle 010 \rangle$ according to the extinction condition of planar defect.

PACC: 6170