

直拉法生长的 GGG 和 YAG 单晶体中 螺型位错的双折射像

葛传珍 凌黎¹⁾ 王牧²⁾ 牛钟明²⁾ 闵乃本 冯端

(南京大学固体物理研究所)

1985年3月28日收到

提 要

在直拉法生长的 GGG 和 YAG 单晶体中,从实验上首次获得了沿位错线观察的 (viewed end-on) 螺型位错的双折射像,确立了沿位错线观察和垂直于位错线观察 (viewed from the side) 的双折射像间的一一对应关系,以及与蚀斑间的一一对应关系,并基于石榴石晶体弹-光性质的各向异性,给出了沿位错线观察的螺型位错双折射像的成像规律,得到了理论与实验一致的结果。

引 言

Bond 于 1956 年首次在硅中获得了沿位错线观察 (viewed end-on) 的刃型位错的双折射像^[1], Bullough^[2], Indenbohm^[3], Lihl^[4] 对此进行了更详细的研究. Jenkins^[5] 研究了长程应力场对双折射像的影响. 与此同时对位错线 (垂直于位错线观察、viewed from the side) 以及其它缺陷 (包裹物、针状应力条纹) 的双折射像也进行了大量的实验观测^[6-14]. 而各向同性晶体中不同缺陷双折射像的较为普遍的成像规律是 1973 年和 1974 年 Fathers 和 Tanner^[13,14] 得到的. 今天,双折射像方法已经成为观测透明晶体中位错和其他晶体缺陷的有效方法.

Tanner 和 Fathers 基于各向同性的考虑所得到的位错双折射像的成像规律^[14], 虽然与迄今所进行的实验观察相符; 然而理论预言,沿位错线观察的螺型位错不存在双折射像. 我们对 GGG 和 YAG 晶体进行了详细的实验观察,首次获得了沿位错线观察的螺型位错的双折射像. 并基于石榴石晶体弹-光性质的各向异性,给出了沿位错线观察的螺型位错双折射像的成像规律,得到了理论与实验一致的结果.

实 验 方 法

实验中所用的试样,全为提拉法生长的晶体,垂直于生长方向 $\langle 111 \rangle$ 切割成 1.0—1.5

1) 南京大学物理系固体物理专业 1983 届毕业生.

2) 南京大学物理系固体物理专业 1984 届毕业生.

mm 厚的薄片,经粗磨,抛光后,在偏光显微镜中进行观察,即可观察到位错的应力双折射像。我们所用的显微镜为 Lietz 生产的 Orthoplan-Pol 偏光显微镜。

实 验 结 果

抛光好的 GGG, YAG 样品,厚度在 0.8—1.2mm 之间, X 射线背射劳埃法定向表明, GGG 和 YAG 试样的面法线关于 $\langle 111 \rangle$ 的偏离分别为 4.5° 和 2.5° 之内。图 1 (见图版 I) 是 GGG 晶体在正交偏光下的双折射像 (起偏镜和检偏镜分别与图片边线平行和垂直)。在该图中,我们发现两种形态的应力双折射像。一种为常见的其强度分布为六叶花瓣,如图 1 中 A, B 所示,它们是人们所熟知的刃型位错引起的。在 A 处,六叶花瓣中强度最大,延伸最长的两瓣与起偏镜一致,图中沿 $[01\bar{1}]$ 方向,这是其滑移面与起偏镜一致时的刃型位错的典型的应力双折射像,该位错的柏格斯矢量为 $\mathbf{b} // [01\bar{1}]$,滑移面为 $(\bar{2}11)$ 。当刃型位错的滑移面与起偏镜夹角为 60° 时,其典型的应力双折射像如图中 B 所示,故相应于 B 处的位错,其柏格斯矢量为 $\mathbf{b} // [\bar{1}10]$,滑移面为 $(\bar{1}\bar{1}2)^{[10]}$ 。在花瓣中强度分布是黑白相间的,这正如 Tanner 及 Fathers 经理论计算后所解释的,是由于长程应力场的影响所致^[14]。而 C 处,却是另一种类型的双折射像,其强度分布不是通常的刃型位错或包裹物表现出的六叶花瓣或四叶花瓣^[10],而是两叶花瓣。近似地由两个相切的圆构成的一黑一白的两叶花瓣。当晶体相对于起偏镜或检偏镜旋转时,我们研究了双折射像的相应变化,其结果如图 2 (见图版 II) 所示。图 2(a) 中,两圆(两瓣)中心连线与起偏镜垂直。当晶体相对于起偏镜逆时针旋转不同角度时,其双折射像如图 2(b)—(e) 所示。可以看到,它们仍为两叶花瓣,其强度分布仍然近似为两相切的圆,两圆中心连线的角位移也是逆时针旋转,但却是晶体相对于起偏镜的角位移 β 的三倍。例如图 2(d), $\beta = 45^\circ$, 两叶花瓣的相对角位移为 135° 。为了澄清这类应力双折射像的实质,首先借助于熟知的浸蚀法,其结果如图 3 (见图版 III) 所示。在图 3(a) 中除了 A 处为两个刃型位错引起的双折射像外,其它全是企图澄清的同类双折射像。在 175°C 的磷酸中浸蚀 10min^[12] 后,在正交偏光下,仍然可以看到应力双折射像,然而在相应双折射像的中心都出现了蚀斑,而且有一一对应关系(显微镜聚焦于样品的上表面),如图 3(b) 所示。使起偏镜与检偏镜平行,双折射像消失,蚀斑更为清晰,调节显微镜,使聚焦于样品的下表面,发现上下表面的蚀斑基本一致,如图 3(c) 所示。这就表明,蚀斑以及相应的两类双折射像都是垂直贯穿样品的两种不同类型位错所引起的^[15,16]。其中一类位错,已经通过其双折射像的成像规律研究,确知为刃型位错。为了探明另一类位错的性质,我们来确立沿位错线观察的双折射像和垂直于位错线观察的双折射像间的一一对应关系,而有关垂直于螺型位错观察的双折射像的成像和消光规律, Tanner 和 Fathers 已有系统的论述^[14],且为实验所证实,因而由此可以澄清产生图 2 所示双折射像的位错类型。为了对不同的单个位错能够分别观测到它们的沿位错线的和垂直于位错线的双折射像,对一个沿位错线(沿 $[111]$ 方向)已经观察到双折射像的特定晶体,垂直于 (111) 面细心地磨制并抛光出一对互相平行的平面。这样,对单个位错就能一一对应地观察到平行于和垂直于位错线的双折射像。对 YAG 晶体所获的结果示于图 4 (见图版 I)。可以看出,在 YAG 晶体中双折射像与 GGG 晶体中的完

全相似. 图 4(a) 中 A, B, C 是刃型位错的双折射像, a, b, \dots, h 为待定位错的双折射像. 我们首先在正交偏光下垂直于位错线观察, 分别从实验上研究了二类位错的消光规律. 实验发现, 当偏振镜和 A, B, C 位错线成 45° 时, 像的衬度最强, 当 A, B, C 位错线与偏振镜平行时, A, B, C 位错线消光, 按 Tanner 和 Fathers 理论^[14], 表明 A, B, C 确为刃型位错. 而 a, b, \dots, h 则遵从不同的消光规律, 即当 a, b, \dots, h 位错线与偏振镜平行时, 其衬度最大, 如图 4(b), 而当两者夹角为 45° 时, 这些位错线消光. 由 Tanner 和 Fathers 理论可知, 这类位错为纯螺型位错, 它们的柏格斯矢量为 $\frac{1}{2} [111]$. 细致地对比图 4 中之(a)和(b), 可以明显地看到, a, b, \dots, h 位错平行于和垂直于位错线的双折射像间确实存在一一对应关系, 于是可以断定, 如图 2 所示的双折射像确实是螺型位错沿位错线观察的双折射像.

综上所述, 在 GGG 和 YAG 晶体中, 沿位错线观察的纯螺型位错的双折射像是如图 2 所示的两叶花瓣, 亦即其等强度轮廓为在原点相切的两个圆所构成的.

值得注意的是, 在 GGG, YAG 晶体中, 我们只在 $\{111\}$ 面观察到螺型位错的双折射像(沿位错线观察).

理 论 解 释

所有以前的理论都预言在各向同性材料中螺型位错(沿位错线观察)的应力双折射像是不存在的. 为了解释我们的实验结果, 我们对晶体的弹性性质仍作各向同性近似, 但对晶体的弹-光性质作各向异性的考虑(严格地讲, 在弹性性质上也应作各向异性的处理, 但表征弹性各向异性的石榴石的 Zener 比近似地等于 1, 例如, YAG 的 Zener 比等于 1.036)^[17]. 亦即, 螺型位错的应力场通过弹光效应使石榴石晶体的“折射率椭球”由球形畸变为椭球形, 于是产生了螺型位错的双折射像. 现在具体考虑石榴石晶体中 $b = \frac{1}{2} [111]$ 的螺型位错的应力双折射像, 选取柱坐标 (r, ϕ, z') , z' 平行于位错线, 即平行于 $[111]$, 在石榴石晶体中, 沿位错线观察的螺型位错的双折射像的强度分布可以表示为(详见附录)

$$I = \frac{A}{r^2} \sin^2(3\beta - \phi). \quad (1)$$

此处 β 是 x' 轴(即 $[01\bar{1}]$)与起偏镜之间的夹角. A 是常数, 由下式表示:

$$A = \frac{a^3}{72} \mu^2 b^2 n_0^2 \Delta l^2 [(\pi_{11} - \pi_{12}) - 2\pi_{44}]^2, \quad (2)$$

a 是入射平面偏振光的振幅; μ 是石榴石晶体的切变模量; b 是螺型位错的柏格斯矢量, 即为 $\frac{1}{2} [111]$; n_0 是石榴石的折射率; Δl 是样品的厚度; π_{11} , π_{12} 和 π_{44} 是弹光系数.

当 $2\pi_{44} = \pi_{11} - \pi_{12}$ 时, 相当于其弹-光性质为各向同性的材料, 这时 $A = 0$, 代入(1)式, $I = 0$, 意味着沿位错线观察的螺型位错不能产生双折射像, 与以前的结果一致^[2,13].

当 $I = \text{const}$ 时,可以得到双折射像的等强度轮廓,它的表示式为

$$r^2 = \frac{A}{I} \sin^2(3\beta - \phi). \quad (3)$$

显然,等强度轮廓是由在原点相切的两个圆组成的,与上面所描述的实验结果一致. 根据(3)式计算,所得的相应于 $\beta = 0^\circ, 15^\circ, 30^\circ, 45^\circ$ 的等强度分布曲线如图 5 所示. 对比图 5 和图 2, 可以看到理论结果与实验观察符合得很好.

值得注意的是,我们的处理仅限于在石榴石晶体中沿三次轴的螺型位错.

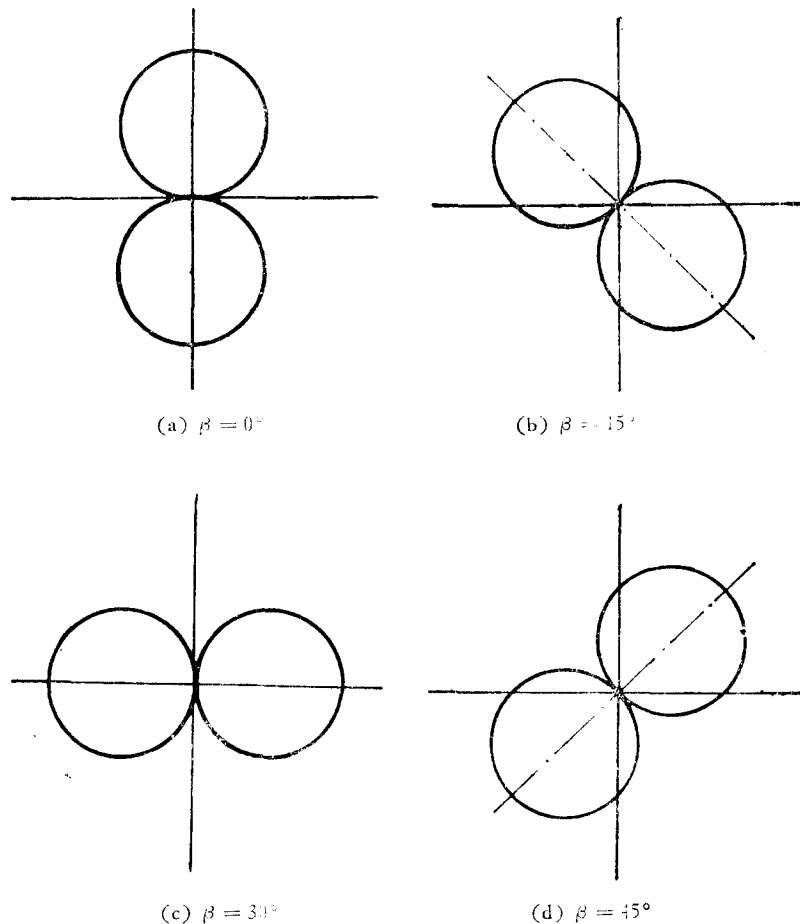


图 5 由计算获得的沿螺型位错线观察的双折射像的等强度曲线
 β 为晶片[011]方向与起偏镜(水平方向)间的夹角

结 论 和 讨 论

上述的实验观察和理论分析表明,在 GGG, YAG 晶体中的平行于 $\langle 111 \rangle$ 方向的纯螺型位错,沿着位错线观察将出现双折射像,该像呈两叶花瓣,其等强度分布为两个相切于

原点的圆。当晶体相对于起偏镜旋转时,花瓣形状保持不变(仍为相切于原点的两个圆)且随之旋转,花瓣的角位移是晶体相对于起偏镜角位移的三倍。

实验观察中,相应于纯螺型位错的两叶花瓣是一黑一白这与刃型位错的黑白相间的六叶花瓣相对应(见图1)。根据 Tanner-Fathers 理论分析可知,刃型位错的黑白相间的花瓣是长程应力场所致^[14],因而我们推测,螺型位错的花瓣为一黑一白的原因也是长程应力场的效应。

作者感谢梁泽荣和赵汉武同志分别给我们提供了 YAG 和 GGG 单晶试样。

附 录

螺型位错(沿位错线观察)的双折射像的等强度曲线

为了解释纯螺型位错(沿位错线观察)的双折射像,我们考虑了弹光效应。作为一级近似,我们简单地处理在弹性上各向同性,但在弹-光上各向异性的介质中的柏格斯矢量为 $\frac{1}{2} [111]$ 的直的纯螺型位错的情况。

弹光系数 $[\pi_{ij}]$ 是四阶张量,由于晶体结构的对称性可以化简。例如,石榴石晶体的空间群是 $O_h^9 - I_a 3d$, x, y, z 三个主轴是等价的,弹光系数之间有下列关系:

$$\begin{aligned}\pi_{11} &= \pi_{22} = \pi_{33}, \\ \pi_{12} &= \pi_{21} = \pi_{23} = \pi_{32} = \pi_{31} = \pi_{13}, \\ \pi_{44} &= \pi_{55} = \pi_{66},\end{aligned}$$

其它的系数全等于零。

选取 x', y', z' 坐标系, z' 平行于螺型位错的方向,即 $[111]$; 而 x', y' 分别沿着 $[01\bar{1}], [\bar{2}11]$ 方向。 x, y, z 至 x', y', z' 的转换矩阵是

$$[A] = \begin{bmatrix} 0 & -\frac{2}{\sqrt{6}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \\ \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{6}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{6}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \end{bmatrix}.$$

在 x', y', z' 坐标系中的弹光系数 $[\pi'_{ij}]$, 可以写为

$$\begin{bmatrix} \frac{1}{2}(\pi_{11} + \pi_{12} + 2\pi_{44}), & \frac{1}{6}(\pi_{11} + 5\pi_{12} - 2\pi_{44}), & \frac{1}{3}(\pi_{11} + 2\pi_{12} - 2\pi_{44}), \\ \frac{1}{6}(\pi_{11} + 5\pi_{12} - 2\pi_{44}), & \frac{1}{2}(\pi_{11} + \pi_{12} + 2\pi_{44}), & \frac{1}{3}(\pi_{11} + 2\pi_{12} - 2\pi_{44}), \\ \frac{1}{3}(\pi_{11} + 2\pi_{12} - 2\pi_{44}), & \frac{1}{3}(\pi_{11} + 2\pi_{12} - 2\pi_{44}), & \frac{1}{3}(\pi_{11} + 2\pi_{12} + 4\pi_{44}), \\ \frac{\sqrt{2}}{6}(\pi_{11} - \pi_{12} - 2\pi_{44}), & \frac{\sqrt{2}}{6}(-\pi_{11} + \pi_{12} + 2\pi_{44}), & 0, \\ 0, & 0, & 0, \\ 0, & 0, & 0, \end{bmatrix}$$

$$\left. \begin{array}{ccc} \frac{\sqrt{2}}{6}(\pi_{11} - \pi_{12} - 2\pi_{44}), & 0, & 0 \\ \frac{\sqrt{2}}{6}(-\pi_{11} + \pi_{12} + 2\pi_{44}), & 0, & 0 \\ 0, & 0, & 0 \\ \frac{1}{3}(\pi_{11} - \pi_{12} + \pi_{44}), & 0, & 0 \\ 0, & \frac{1}{3}(\pi_{11} - \pi_{12} + \pi_{44}), & \frac{\sqrt{2}}{6}(\pi_{11} - \pi_{12} - 2\pi_{44}) \\ 0, & \frac{\sqrt{2}}{6}(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44}), & \frac{1}{6}(\pi_{11} - \pi_{12} + \pi_{44}) \end{array} \right\}.$$

在该坐标系中, 柏格斯矢量为 b 的直螺位错的应力张量是

$$\frac{\mu b}{2\pi r} \begin{bmatrix} 0 & 0 & -\sin\theta \\ 0 & 0 & \cos\theta \\ -\sin\theta & \cos\theta & 0 \end{bmatrix},$$

μ 是石榴石晶体的切变模量, $r = (x'^2 + y'^2)^{\frac{1}{2}}$, $\theta = \arctan \frac{y'}{x'}$.

由于螺型位错应力场的作用, 折射率椭球从球形变成椭球形, 其方程如下:

$$a_1 x'^2 + a_2 y'^2 + a_3 z'^2 + 2a_4 y' z' + 2a_5 z' x' + 2a_6 x' y' = 1, \quad (\text{A.1})$$

其中系数 $a_i (i = 1, 2, 3, 4, 5, 6)$ 可以由螺型位错的弹光效应来决定. 我们得到六个关系式

$$\begin{aligned} a_1 &= \frac{1}{n_0^2} + \frac{\sqrt{2}}{12} \cdot \frac{\mu b}{\pi r} (\pi_{11} - \pi_{12} - 2\pi_{44}) \cos\theta, \\ a_2 &= \frac{1}{n_0^2} + \frac{\sqrt{2}}{12} \cdot \frac{\mu b}{\pi r} (-\pi_{11} + \pi_{12} + 2\pi_{44}) \cos\theta, \\ a_3 &= 0, \\ a_4 &= \frac{1}{6} \cdot \frac{\mu b}{\pi r} (\pi_{11} - \pi_{12} + \pi_{44}) \cos\theta, \\ a_5 &= -\frac{1}{6} \cdot \frac{\mu b}{\pi r} (\pi_{11} - \pi_{12} + \pi_{44}) \sin\theta, \\ a_6 &= -\frac{\sqrt{2}}{12} \cdot \frac{\mu b}{\pi r} (\pi_{11} - \pi_{12} - 2\pi_{44}) \sin\theta. \end{aligned} \quad (\text{A.2})$$

此处 n_0 是石榴石的折射率.

通过原点并垂直于螺型位错的方向 z' 作一平面, 该平面与折射率椭球交割的曲线是一个椭圆, 其方程为

$$a_1 x'^2 + a_2 y'^2 + 2a_6 x' y' = 1. \quad (\text{A.3})$$

现在问题是寻找一个新的坐标系 x'' , y'' , z'' . 它相对于 x' , y' , z' 绕 z' 轴旋转 α 角, 使得椭圆方程 (A.3) 中的交叉项, 即 $x' y'$, 等于零. 于是椭圆的主轴可以决定. 换言之, 折射率 n' 和 n'' 之差可以决定, 它们近似为

$$n' - n'' = -\frac{\sqrt{2}}{12} \cdot n_0^2 \cdot \frac{\mu b}{\pi r} [(\pi_{11} - \pi_{12}) - 2\pi_{44}] \cos(\theta + 2\alpha). \quad (\text{A.4})$$

在新坐标系 $x'' y'' z''$ 中由于不存在交叉项, α 和 θ 之间的关系可以得到, 即

$$\alpha = -\frac{1}{2} \theta. \quad (\text{A.5})$$

将 (A.5) 式代入 (A.4) 式中, 得

$$n' - n'' = -\frac{\sqrt{2}}{12} \cdot n_0^2 \cdot \frac{\mu b}{\pi r} [(\pi_{11} - \pi_{12}) - 2\pi_{44}].$$

通过厚为 Δl 的晶片的两束光(寻常光与异常光)的位相差是

$$\delta = -\frac{\sqrt{2}}{6} \cdot n_0^2 \cdot \frac{\mu b}{\pi r} [(\pi_{11} - \pi_{12}) - 2\pi_{44}] \cdot \frac{\Delta l}{\lambda}, \quad (\text{A.6})$$

λ 是入射光的波长.

由位相差为 δ 的两束光的干涉而得到的强度公式为

$$I = a^2 \sin^2 2\phi \cdot \sin^2 \frac{\delta}{2}, \quad (\text{A.7})$$

ϕ 是起偏镜与主轴之间的夹角,它可以写成

$$\phi = \alpha + \beta = -\frac{\theta}{2} + \beta. \quad (\text{A.8})$$

α 是主轴与 x' 轴(即 $[01\bar{1}]$)之间的夹角, β 是 x' 轴与起偏镜间的夹角, $\theta = \arctan \frac{y'}{x'}$.

为了方便起见,引入极坐标 (r, ϕ) , 定义 $\phi = \theta + \beta$, 于是

$$I = \frac{A}{r^2} \sin^2(3\beta - \phi). \quad (\text{A.9})$$

此处

$$A = \frac{a^2 \cdot \mu^2 \cdot b^2 \cdot n_0^6 \cdot \Delta l^2}{72\lambda^2} [(\pi_{11} - \pi_{12}) - 2\pi_{41}]^2. \quad (\text{A.10})$$

当 $I = \text{const}$ 时,双折射像的等强度曲线公式可以写成

$$r^2 = \frac{A}{I} \sin^2(3\beta - \phi). \quad (\text{A.11})$$

参 考 文 献

- [1] W. L. Bond and J. Andrus, *Phys. Rev.*, **101** (1956), 1211.
- [2] R. Bullough, *Phys. Rev.*, **110** (1958), 620.
- [3] V. L. Indenbon and G. E. Tomilovskii, *Soviet Phys. Crystallogr.*, **2**(1956), 183.
- [4] F. Lihl, J. Tomiser, P. Skalicky and M. Kusler, *Z. Angew. Phys.*, **32**(1971), 287.
- [5] D. A. Jenkins and J. J. Hren, *Phil. Mag.*, **33**(1976), 173.
- [6] J. W. Mathews, E. Kloholm, V. Sadagopa, J. S. Plaskett and E. Mendol, *Acta Met.*, **21** (1973), 203.
- [7] J. W. Mathews, T. S. Plaskett and S. E. Blum, *J. Crystal Growth*, **42**(1977), 621.
- [8] H. S. Bagdasarow and L. M. Doduk, *Kristallogr.*, **15**(1970), 334.
- [9] J. W. Mathews and T. S. Plaskett, *Phil. Mag.*, **33**(1976), 73.
- [10] Xu Xiu-ying (徐秀英), Ge Chuan-zhen (葛传珍) and Feng Duan (冯端), *J. De. Phys.*, **C6**(1980), 186
- [11] 葛传珍、徐秀英、冯端, 物理学报, **31**(1982), 415.
- [12] 葛传珍、徐秀英、冯端, 物理学报, **30**(1981), 218.
- [13] D. J. Fathers and B. K. Tanner, *Phil. Mag.*, **27**(1973) 17; **28** (1973), 749.
- [14] B. K. Tanner and D. J. Fathers, *Phil. Mag.*, **29**(1974), 1080.
- [15] S. Amelinckx, *The Direct Observation of Dislocations*, Academec Press, (1964), p. 15.
- [16] 冯端、闵乃本、李齐, 物理学报, **20**(1964), 337; 中国科学, **14**(1965), 1130.
- [17] J. W. Steeds, *Introduction to Anisotropic Elasticity Theory of Dislocations*, Clarendon Press, (1973), Oxford, p. 256.

BIREFRINGENCE IMAGES OF SCREW DISLOCATIONS VIEWED END-ON IN GGG AND YAG CRYSTALS

GE CHUAN-ZHEN LING LI WANG MU LIU ZHONG-MIN

MING NAI-BEN FENG DUAN

(Institute of Solid State Physics, Nanjing University)

ABSTRACT

Birefringence images of screw dislocations in Gadolinium Gallium Garnet (GGG) and Yttrium Aluminum Garnet (YAG) crystals are studied in detail. Birefringence images of screw dislocations viewed end-on were observed for the first time. The one-to-one correspondence between birefringence images of screw dislocations viewed end-on and that viewed from the side was demonstrated. The contour of equal intensity of birefringence image of screw dislocation viewed end-on in GGG and YAG crystals was derived by considering the photo-elastic anisotropy of garnet, and the result yields good agreement with experimental observations.