

# 用热处理方法改善铌酸锂晶体的光学均匀性

吴 柏 昌

(中国科学院福建物质结构研究所)

## 引 言

铌酸锂( $\text{LiNbO}_3$ , 以下简称为 LN)晶体是一种多用途的新技术材料。它虽然容易制得,但是,要获得光学均匀性(指双折射率的空间分布梯度)及其稳定性都好的晶体还是比较困难的,当生长轴为非光轴时更是如此。由于杂质含量、组份变化、生成条件和生成后的受热、受力条件都会影响其均匀性,因此,热处理方法是可望用来改善这种晶体质量的一种途径。本文介绍了用热处理改善 LN 晶体光学均匀性的方法及这种处理方法的有关条件和结果,并结合有关资料讨论采用这种方法的依据。此方法特别适用于改善 LN 因加工成型而造成变坏的光学质量。

## 工 艺 条 件

以往用热处理方法提高 LN 晶体质量的工作,仅仅局限于接近熔点的高温退火范畴<sup>[1]</sup>。我们选择的热处理条件的特点是:中温处理,慢速变温。这种选择是以 LN 晶体的固有特性为依据,既避免了通过固溶线(高温固溶区)<sup>[2]</sup>的弊病,又考虑到了 LN 晶体的双折射率在相当宽的温度范围内仍是热的敏感参数这个物理现象。

热处理条件:试样置于刚玉坩埚( $\phi 60 \times 40$  毫米,有盖,经过酸煮处理)中,并以差质量的 LN 晶体为垫片,炉膛为  $\phi 80 \times 180$  毫米的小电阻丝炉,在大气气氛中受热处理。处

理程序一般为:最高温度选在  $650 \sim 750^\circ\text{C}$  范围内,最高温度的恒温时间约为 15 小时,升温速率小于  $60^\circ\text{C}/\text{小时}$ ,降温速率小于  $30^\circ\text{C}/\text{小时}$ 。变温速率小些更好。

试样: LN 晶体试样都是单畴化样品。按器件的要求,先确定晶轴(允许偏差  $\pm 5'$ ),然后精密加工通光端面(平行度约为  $10''$ ,平面度优于  $\lambda/5$ ),最后切割、研磨成各种器件要求的尺寸。对于只作均匀性检查的大块晶体原材料,平行度加工要求降低为  $1'$  之内。

鉴定:试样的光学质量(双折射率梯度、消光比、光散射等)在热处理前后都作检查,以资比较。

我们检查光学质量的光学系统,常用下述三种装置:

### ① 位相延迟装置(图 1)

用于逐点测定消光比  $ER$ ,  $ER = 10 \log(I_{\max}/I_{\min})$ ,  $I$  为输出相对光强。也可用于逐点测定双折射率,以便计算双折射率梯度

$$\frac{\Delta(n_e - n_o)}{\Delta z_0} = \frac{\lambda}{\pi l \Delta z_0} (\varphi_2 - \varphi_1),$$

式中  $n_e$  为非寻常光折射率,  $n_o$  为寻常光折射率,  $\lambda$  为波长,  $\varphi_1$ 、 $\varphi_2$  是间隔为  $\Delta z_0$  的两个点上的消光角,  $l$  是光在晶体中的传播距离。

### ② 正交偏振干涉装置(图 2)

用于直观快速地检验晶体的光学均匀性,由干涉条纹数  $N$  计算得双折射率梯度:

$$\frac{\Delta(n_e - n_o)}{\Delta z_0} = \frac{N\lambda}{dl},$$

$d$  为包含  $N$  个条纹数的区域宽度。也可用来

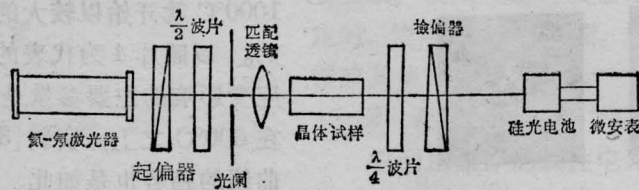


图 1

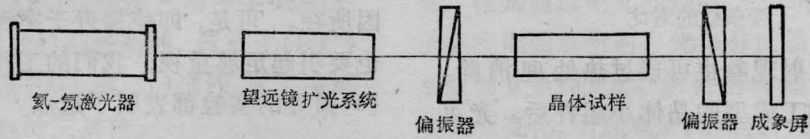


图 2

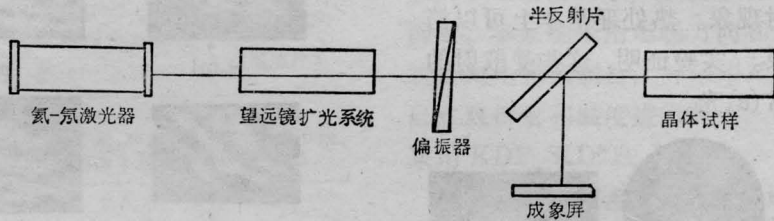


图 3

光传播轴向	a		c		
组件尺寸 $a \times b \times c$ (毫米)	① 30×1.0×0.4 ② 30×0.8×0.8 ③ 30×1.5×1.5		④ 0.5×1.0×24 ⑤ 2.0×2.0×24 ⑥ 2.0×2.0×40		
对比条件	成型前 (大块试样)	热 处 理 前(成型后)	热 处 理 后	热 处 理 前	热 处 理 后
消光比 (分贝)	17×20 $\omega_1$	①3~8 $\omega_1$ ②3~10 $\omega_2$ ③10~13 $\omega_2$	16~18 $\omega_1$ 17~19 $\omega_2$ 17~20 $\omega_2$	④24 $\omega_1$ ⑤20~21 $\omega_2$ ⑥13 $\omega_2$	26 $\omega_1$ 26 $\omega_2$ 20~21 $\omega_2$

注: 光波波长  $\lambda=6328\text{\AA}$ 。光腰半径(微米):  $\omega_1=80$ ,  $\omega_2=222$ ,  $\omega_3=146$ 。光传播轴向也是晶体的生长轴向。c轴为三次对称轴, a轴垂直于镜面。

观察生长层(折射率突变层)。

### ③ 平行偏振自干涉装置(图 3)

用于分别观察非寻常(e)光和寻常(o)光的干涉花样。这时的折射率梯度计算式为

$$\frac{\Delta n_{e,o}}{\Delta z_0} = \frac{N\lambda}{2ab}^\circ$$

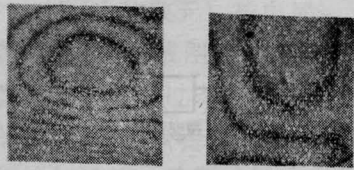
## 结 果

上述热处理程序的收效是显著的。它可以卓有成效地使加工造成变劣的光学质量得

到恢复,甚至可以提高原材料的光学均匀性。给出的图表反映了有关现象和结果。

用于制造电光器件的晶体组件的消光比,在加工成型前后和热处理后都有明显的变化(见上表)。因此,热处理对于制造小型LN晶体电光等器件,已经成为必不可少的工艺过程。

照片 1 是表示用热处理方法可以提高晶体原材料的光学均匀性的一个例子。一般地说,可以把折射率梯度为  $10^{-4}$ /厘米上下的材料改善到接近  $10^{-5}$ /厘米的水平。



照片1 热处理前(a)后(b)的正交偏光干涉条纹的对比

某些光散射现象也可通过热处理消除。激光通过已加工成型的晶体小组件后, 光束质量常常变坏, 如照片2所示。在大块原材料中, 也会有一些通光位置上存在如照片3所示的严重散射现象。热处理基本上可以消除这些散射现象。实验证明, 这些受散射的光主要是非寻常( $e$ )光。



照片2 热处理前(a)、后(b) 光束质量 照片3

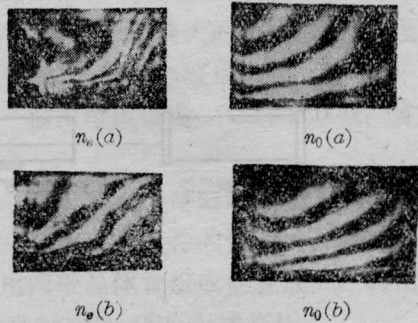
为保持热处理所取得的效果, 在下一步的真空镀膜工艺中, 必须省去衬底的加热过程, 轰击电流要小于50毫安。否则, 细小组件的光学质量又有可能变差。这样镀上的金属电极和介质增透膜照样符合要求。

## 讨 论

我们认为, 热处理方法的关键是, 在综合考虑晶体热应变的来源、受影响的主要参量及其敏感区域和相变影响等因素的基础上, 探索出一个合理的热处理程序。

从上述结果可以看出, 影响LN晶体光学质量的热应变来源至少有两个。一是加工(受热、受力影响)过程(见照片2和表格), 二是晶体的生产过程(见照片4)。可以认为, 前者的影响程度还取决于后者。这是以往的生产工艺(拉制和极化)都使晶体从900~

1000°C就开始以较大的变温速率降温造成的。以照片4为代表的实验结果说明, 受热应变影响的主要参量是 $n_e$ 。其敏感区域主要在600°C之上, 资料[3]关于 $n_e$ 的温度关系曲线的趋势也是如此。这可以认为是热处理要在高于600°C的温区进行收效才显著的原因所在。可是, 即使接近于室温的受热状态也要引起足够重视, 我们的工作结果和资料[4]报导的实验都表明了这点。



照片4 热处理前(a)后(b)e光、o光干涉条纹的变化

(样品原有的干涉花样相当于图4b, 以大于150°C/小时的速率升温到700°C又降温之后, 变成图4a, 热处理后改善为图4b的水平)

热应变容易引起LN晶体的 $n_e$ 显著变化, 在于这种晶体属热释电极性体。由于热冲击所造成的晶格歪扭, 不仅会给晶体带来残余应变, 甚至有可能导致微电畴的产生。热处理是使这种剩余热应变消退的一个重要措施。当然, 能使均匀性得到恢复的过程有赖于晶体缺陷物理状态的可逆性。因此这种热处理过程的实质被认为是宏观自发极化空间密度的热感应变化的结果。

## 参 考 资 料

- [1] 后字419部队, 四川激光(1975)。
- [2] L. O. Svaasand et al., *J. Crystal Growth*, **22**, 230 (1974)。
- [3] H. Iwasaki et al., *Japan J. Appl. Phys.*, **6**, 1101 (1967)。
- [4] К. Г. Велбаев и др., *Кристаллография*, **18**, 198 (1973)。