

用银靶 X 射线形貌术研究 Nd:YAG 晶体中位错的性质及运动

邓佩珍 胡 兵

(中国科学院上海光学精密机械研究所)

提 要

用 AgK_{α} 辐射 X 射线透射形貌术成功地显示了 Nd:YAG 晶体中的缺陷性质及其分布。在用引上法及温梯法生长的晶体中存在数种缺陷如生长条纹、沉淀粒子、刃位错、螺位错以及由于位错运动而形成的混合型位错。实验结果与光学方法所得结果相一致,但在判明位错的性质方面, X 射线形貌术有其独特的优点。

关键词: 形貌术、混合位错、攀移运动。

一、引 言

迄今为止, Nd:YAG 单晶仍然是应用最广的固体激光工作物质。由于 Nd:YAG 单晶分子量大,对 X 射线具有很强的吸收,致使采用 X 射线透射形貌术研究其缺陷受到限制(通常采用光学方法)。Basterfield^[1]首次用 X 射线形貌术显示 Nd:YAG 晶体中小晶面区条纹的分布及包裹物引起的位错,但所得位错图像很模糊。1981 年麦振洪等^[2]用日本 60kW 大功率转靶 X 射线仪及 MoK_{α} 辐射研究了引上法生长的 Nd:YAG 晶体(包括我们的晶体试样)中核心、侧心、生长层以及直的位错线束。作者也曾用 MoK_{α} 辐射显示 Nd:YAG 晶体中的缺陷,得到内核和生长条纹的异常透射图像,但位错图像由于钇(Y)对 MoK_{α} 的强烈吸收而不理想;近年来作者在 12kW 转靶 X 射线仪上,采用短波长 AgK_{α} 辐射以及合适的样品,成功而清晰地显示出温梯法,引上法生长的 Nd:YAG 晶体中各种性质的位错及其运动。根据 X 射线动力学衍射理论判明其中存在有刃位错、螺位错、经过割阶运动形成的混合位错、围绕沉积粒子作攀移运动而形成的螺旋位错,并与光学方法所得图像进行了对照。研究结果又一次证明,高温熔体生长的 Nd:YAG 晶体中位错运动的复杂性。

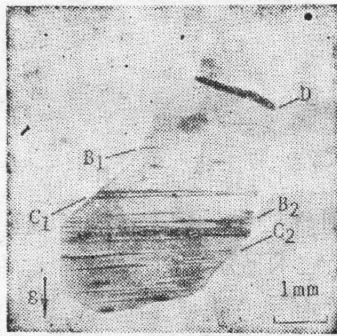
二、实验结果与分析

样品的制备及形貌照相条件。根据衍射理论,当 $\mu t < 1$ 时(μ 为质量吸收系数, t 为样品厚度),形貌图上的位错是以强度增高的形式出现。当 $\mu t = 1$ 时,用不同靶材照相对 Nd:YAG 晶体样品的厚度有不同要求,用 CuK_{α} (或 MoK_{α})辐照,样品需加工成 $30 \sim 40 \mu m$;而用短波长的 AgK_{α} X 射线进行照相,则样品的厚度可放宽至 $90 \mu m$ 。为了得到晶体缺陷的

清晰图像, 样品的制备极为重要。本实验是将样品经机械研磨及抛光到厚度为 $200 \sim 250 \mu\text{m}$, 然后在 330°C 、 $85\% \text{H}_3\text{PO}_4$ 溶液中进行化学抛光, 使之减薄到 $50 \sim 150 \mu\text{m}$, 以除去样品表面的应力层, 并达到实验所要求的厚度。在作形貌照相的过程中, 作者发现晶体中的 Nd^{3+} 离子, 在 X 射线照射下会产生较强的荧光, 从而影响照相底片的清晰程度*。照相所用电压为 55kV 、电流为 15mA 、灯丝焦点尺寸为 $0.2 \times 2 \text{mm}^2$ 、曝光时间为 $20 \sim 25 \text{hr}$ 。

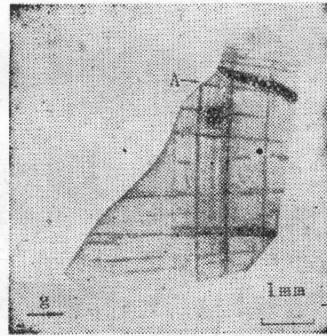
1. Nd:YAG 晶体中的刃位错、螺位错、混合位错

通常在正交偏光下观察 Nd:YAG 晶体中出现的线状位错束都认为是刃位错。用 $\text{AgK}\alpha$ 辐射所照的形貌照片不仅清晰地显示出位错的分布, 并且根据动力学衍射理论, 可判别其中的位错是属于何种性质的位错。1# 样品为 (110) 薄片, 是温梯法沿 $\langle 111 \rangle$ 方向生长的晶体的纵切片, 样品厚度为 $150 \sim 160 \mu\text{m}$, $\mu t \approx 1.8$ 。图 1(a)、(b) 分别为用垂直与平行位错线的衍射矢量 $g = [444]$ 及 $g = [224]$ 所照的形貌图。可用衍射理论对其中的位错性质进行判别。根据衍射理论^[3], 当 $g \cdot R = 0$ 时 (R 为缺陷周围的原子位移), 则在形貌图上观察不到任何缺陷的衬度。在普通各向同性弹性连续介质中, 位错线周围的原子在垂直位错线的平面上的位移是



(a)

- (a) Diffraction vector
 $g = [444]$
 B_1, B_2 —edge dislocations
 C_1, C_2 —mixed dislocations
 D —dislocation beams caused by constitutional supercooling



(b)

- (b) Diffraction vector
 $g = [224]$
 A —screw dislocations

Fig. 1 X-raytopographs of No. 1 sample contains different kind of dislocations

$$R(r, \varphi) = (2\pi)^{-1} \left[\mathbf{b}_s + \mathbf{b}_e \frac{\sin 2\varphi}{4(1-\nu)} + \mathbf{b} \times \mathbf{u} \left| \frac{(1-2\nu)}{2(1-\nu)} \ln r + \frac{\cos 2\varphi}{4(1-\nu)} \right| \right], \quad (1)$$

式中 \mathbf{b}_s 为位错柏格氏 (Burgers) 螺型分矢量, \mathbf{b}_e 为位错柏格氏刃型分矢量, ν 为泊松比, \mathbf{u} 为位错线方向。将图 1 中所显示的位错按 (1) 式进行讨论及判明其性质。

(1) 螺位错 对于纯螺位错, 则 (1) 式化简成

$$R(r, \varphi) = (b\varphi/2\pi), \quad (2)$$

因此, 当衍射矢量 g 与柏格氏矢量 b 垂直时即

$$g \cdot b = 0, \quad (3)$$

时, 在形貌图上看不到位错, 这是因为对螺型位错而言, 原子位移只发生在位错线方向, 而垂

* 在形貌相机第三狭缝处加 -0.1mm 厚银箔, 明显地消除这种荧光效应, 提高了底片的清晰度。

直于位错线的点阵平面没有畸变。图 1(b) 中的位错线 A 满足公式 (3) 的条件, 属螺型位错, 说明当 g 与位错线 A 的柏格氏矢量 b 平行时, 位错衬度最大, 如图 1(b) 所示; 当 g 与位错线 A 的柏格氏矢量 b 垂直时, 位错衬度消失。

(2) 刃型位错 对纯刃型位错, 由公式 (1) 推出其衬度消失条件为

$$g \cdot b = 0, g \cdot (b \times u) = 0. \quad (4)$$

即原子位移只发生在垂直位错线方向, 而在平行位错线的点阵平面内没有畸变。图 1(a) 中的位错线 B_1, B_2 正满足上述条件, 即当 g 与 B_1, B_2 的柏格氏矢量 b 平行时, 位错线衬度最大, 如图 1(a) 所示; 当 g 与 B_1, B_2 的方向 u 平行及垂直于柏格氏矢量 b 时, 位错衬度消失, 如图 1(b) 所示, 因而 B_1, B_2 属刃型位错。

(3) 混合型位错 混合位错的柏格氏矢量既不平行也不垂直于位错线方向, 它既有螺型位错分量又有刃型位错分量, 如图 2 所示^[4]。其中 b 为混合位错的柏格氏矢量, b_s 为位错的柏格氏螺型分矢量, b_e 为位错柏格氏刃型分矢量, β 为混合位错线与 b 斜交的角度, ε 为位错线方向。混合位错的柏格氏矢量为螺型与刃型位错柏格氏矢量之和, 即

$$b = b_s + b_e. \quad (5)$$

由于 $\beta \neq 0$ 或 90° ; $b_s \neq 0, b_e \neq 0$ 。因而混合位错不能满足 $g \cdot R = 0$ 的条件, 即位错衬度随衍射矢量 g 的改变, 虽有变化, 但永远不会消失。图 1 中的位错线 C_1, C_2 不论衍射矢量 g 垂直或者平行位错线时均不消光, 如图 1(a), 图 1(b) 所示, 因而称之为混合位错*。

2. 通过割介运动形成的混合位错

不论在温梯法或引上法生长的 Nd:YAG 晶体中常出现经割介(jog)或扭折(kink)运动形成的“Z”形或波浪形起伏的位错线。图 3 是温梯法生长的晶体 (2# 样品) 中 Z 字形位错的光学形貌照片。这类位错同样亦出现在电阻炉引上生长的晶体如 3# 及 4# 样品中。图 4

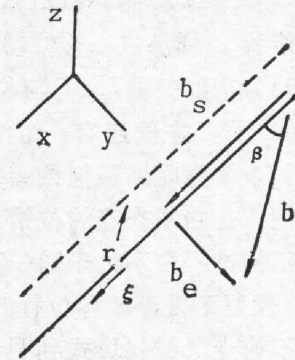


Fig. 2 A mixed dislocation with its Burgers vector inclined an angle to the dislocation line

b —Burgers vector
 b_e —edge component of Burgers vector
 b_s —screw component of Burgers vector



Fig. 3 The optical morphology of zigzag shape dislocation lines (under dark-field microscopy) in No. 2 sample

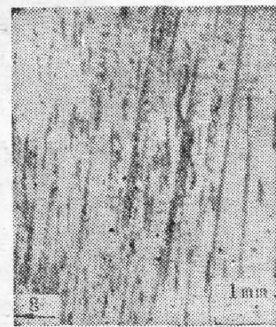


Fig. 4 The X-ray topograph of zigzag shape dislocation lines in No. 3 sample

* 此样品中还存在组份过冷形成的位错束 D , 如图 1(a)、图 1(b) 所示。在正交偏光下 D 呈现针状应力条纹。

是 3# 样品的 X 射线形貌照片。样品为平行于晶体生长方向的(110)切片, [444]衍射。由于样品保持较厚的厚度($130\ \mu\text{m}$, $\mu t=1.44$), 从照片中可清晰地看到时断时续的波浪形位错形貌。4# 样品为(111)切片, 最初先抛光至 $250\ \mu\text{m}$ 厚于正交偏光下可看到连续的波浪形位错线。样品进一步减薄至 $50\sim 70\ \mu\text{m}$ 后观察, 则这些位错线就变成不连续的短线。图 5(a)为衍射矢量[240]与位错线方向垂直照相的照片, 照片清晰地显示出大量不连续的短位错线, 样品左侧还有一组滑移带 P 。在图 5(b)中, 衍射矢量[444]与位错线方向平行, 此时生长条纹衬度增强但位错衬度并不减弱或消光。实验结果充分证明, 上述波浪形或 Z 字形位错线是由原来直的位置经割介运动后形成的混合型位错。由于位错的割介而使位错线在延伸过程中不处于同一高度的原子面上, 当样品减薄后, 则去除了处于波峰位置的位错线段, 仅留下处于波谷位置的位错线即不连续短线, 这些位错线不论平行或垂直衍射矢量, 它均不消光, 根据(1)式判明为混合位错。

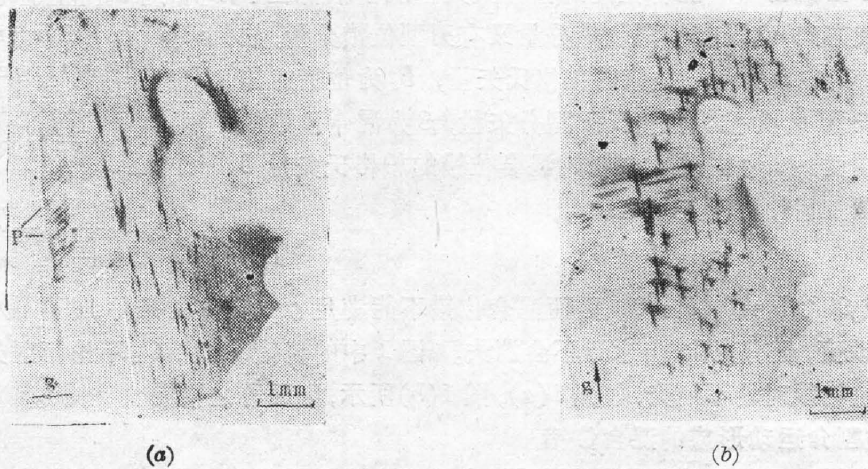


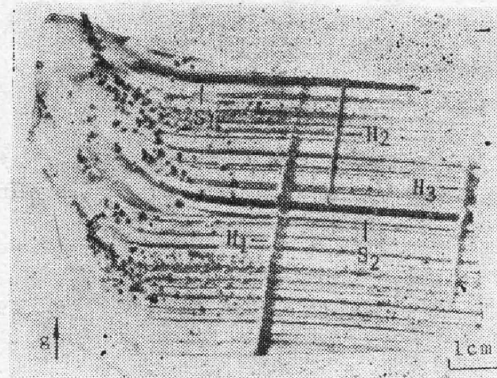
Fig. 5 The X-ray topographs of jogged dislocations in (111) sice (No. 4 sample)

(a) Diffraction vector
 $g = [240]$
 P : gliding bends

(b) Diffraction vector
 $g = [444]$

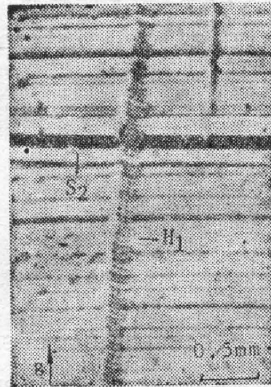
3. 晶体中的蜷线位错、生长条纹及沉淀粒子

我们曾采用各种光学方法如超显微术^[6]、激光光散射层貌术^[6,7]、光双折射貌相术^[8]、暗场及相衬显微术^[9]研究了 Nd:YAG 晶体中蜷线位错形成机理及其形貌。本文则首次叙述用 X 射线形貌术所得 Nd:YAG 晶体中蜷线位错的结构。5# 样品是从高频引上生长的晶体中切出的(211)纵切片, 其中包含有蜷线位错, 如图 6(a)所示, 由图中可看出生长条纹分布很不均匀, 特别在 S_1 , S_2 处因杂质聚集严重而呈现宽且深的带; 存在着分布不均匀且大小不一的沉淀粒子; 样品中有三条蜷线位错 H_1 , H_2 及 H_3 。其中以蜷线位错的形貌最清晰, 从中看出 H_1 是由位错线围绕沉淀粒子作攀移运动而形成的。图 6(b)、(c)分别为 H_1 的形貌照相放大图以及光双折射貌相图。前者由于放大而更清晰地显示出 H_1 蜷线位错的结构, 可看到在蜷线环中心的一列沉淀粒子。后者则显示出 H_1 蜷线所引起的应力双折射效应, 两者对应得很好; 图 6(b)中的严重生长条纹 S_2 与图 6(c)中 S_2 的强应力区也相互对应。实验证明, 蜷线位错的 X 射线形貌与光学形貌图像有很好的对应关系。



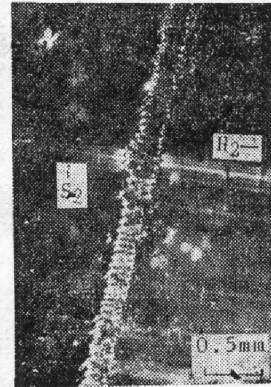
(a)

(a) Diffraction vector $g=[44\bar{4}]$
 H_1, H_2, H_3 : the helical dislocation
 S_1, S_2 : strong growth striation



(b)

(b) The magnification of helical dislocation
 H_1, H_2 and growth striation S_2



(c)

(c) The optical birefringence image of
 H_1, H_2 and S_2 correspond with X-ray
 topograph in Fig. 6b

Fig. 6 The distribution and stress pattern of defects in (211) slice obtained
 by X-ray topography and optical method

三、结 束 语

本文采用高透过的短波长 Ag 靶及用 Ag 箔滤除样品的漫散射及 Nd^{3+} 荧光效应后, 成功地显示了 Nd:YAG 晶体中各种缺陷的形貌、不同性质的位错及其运动过程。特别是经割介运动形成的波浪形混合位错以及围绕沉淀粒子作攀移运动形成的蜷线位错形貌, 并与光学图像相互对应。

实验证明缺陷的 X 射线形貌图像清晰程度与样品厚度有关, 当 $\mu t \leq 1$ 时效果最佳, 如图 5 所示。 $\mu t \leq 2$ 时, 仍能得到比较好的缺陷形貌图像, 但有时会出现缺陷的动力学衍射像, 例如在图 1(a) 中可看到每根错线的直接像(黑像)旁出现动力学衍射像(白像)。X 射线形貌术在判断位错性质方面则明显优于光学方法, 两者可相互结合以完善对晶体缺陷的研究。

参 考 文 献

- [1] J. Basterfield, M. J. Prescott; *J. Material Sci.*, 1968, **3**, No. 1, 33.
 [2] 袁锡洪;《物理学报》,1981, **30**, No. 7 (Jul), 999~1000.
 [3] B. K. Tanner;《X射线衍射形貌术》(科学出版社,北京,1985), 117.
 [4] John Price Hirth, Jens Lathé;《Theory of Dislocations》2nd, (A Wiley-Interscience Publication, New York, Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore, 1982), 20.
 [5] 邓佩珍,张守郁等;《硅酸盐学报》,1979, **7**, No. 3 (Sep), 183.
 [6] 邓佩珍,乔景文等;《硅酸盐学报》,1987, **15**, No. 2 (Apr), 168.
 [7] Deng Peizhen, Qiao Tingwen; *J. Crystal Growth*, 1987, **82**, No. 4 (Apr), 579.
 [8] S. Amelinckx;《The Direct Observation of Dislocations》, Academic Press, 1964), 105.
 [9] 邓佩珍,乔景文等;《光学学报》, 1988, **8**, No. 7 (Jul), 636~642.
 [10] W. T. Stacy; *J. Crystal Growth*, 1974, **22**, No. 1 (Mar), 37.

Investigation of dislocation properties and motion in YAG by means of X-ray transmission topography with AgK_{α} radiation

DENG PEIZHEN AND HU BING

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

(Received 10 July 1987; revised 5 September 1987)

Abstract

The properties and distribution of defects in Nd:YAG crystals are successfully obtained by means of X-ray transmission topography with AgK_{α} radiation. It is shown that there are several kinds of defects, such as growth striations, precipitated particles, edge dislocations, screw dislocations and mixed dislocations formed by dislocation motions in Nd:YAG crystals grown by CZ and Temperature Gradient Techniques (TGT). Some experimental results are consistent with the results obtained by optical methods, however, X-ray method has its special advantage in discriminating the properties of dislocations.

Key words: topography; mixed dislocation; climb motion.