

# KTiOPO<sub>4</sub> 晶体(100) 面脊线处的缺陷 及其对激光倍频效应的影响

刘耀岗 王继扬 邵宗书 魏景谦 施路平 张吉果

(山东大学 晶体材料研究所, 济南)

## 提 要

本文首次报道了在 KTP 晶体中存在于(100)面生长脊线处的缺陷及其对激光倍频效应的影响, 讨论了其形成的可能原因。

关键词: KTP 晶体; 晶体缺陷; 激光倍频效应。

## 一、引 言

磷酸钛氧钾(KTiOPO<sub>4</sub>, 简称 KTP)晶体, 因其优良的综合性能, 特别是作为倍频晶体材料得到广泛应用。研究其内在质量、完整性与晶体生长关系及其对激光倍频性能的影响是个有意义的课题, 我们对晶体表面的生长特征、内部缺陷等作了比较系统的观察<sup>[1]</sup>。发现, 除了一些常见的缺陷外, 在 KTP 晶体(100)面的生长脊线处存在着一种新的缺陷, 本文对其位置、特征作了较详细的观察, 并对在这种缺陷边缘附近的激光倍频效应的增强作了初步研究, 讨论了这种增强的可能形成原因。

## 二、实验和结果

### 1. KTP 晶体(100)面的观察

熔盐法生长的 KTP 晶体的外形和晶面符号如图 1 所示。在 KTP 晶体的(100)面上排列着平行于结晶学 *c* 轴方向的条纹(图 2)。这些条纹是由于该面二维成核台阶生长机制引起生长过程中微观台阶的运动和并合所形成的宏观台阶<sup>[1]</sup>。这些条纹宽窄不等, 并可直接摸出其高低不平。经研磨和抛光后, 不能在晶体内部观察到这些条纹的存在, 说明这些条纹仅是表面台阶, 并不影响到晶体内部均匀性。值得注意的是在(100)面中央(图 2A 处)相对于(011)和(0 $\bar{1}$ 1)交棱与(01 $\bar{1}$ )和(0 $\bar{1}$  $\bar{1}$ )交棱二端连线处存在着一条凸起的脊线。其位置在图 1b 中已以虚线标出。观察结果表明: (100)面并非一平坦晶面, 而是以此脊线为最高位置, 分别向(210)和(2 $\bar{1}$ 0)面倾斜的二个斜面组成, 这二个斜面与结晶学 *b* 轴有一很小的倾角。邻位面生长可在低指数面上形成这类倾斜面<sup>[2]</sup>, 我们认为此脊线是邻位面交界。

### 2. 内部缺陷的观察

将(100)面上条纹及脊线磨平, 切成 5~10 mm 晶片, 抛光后, 对应于脊线的晶体内部可

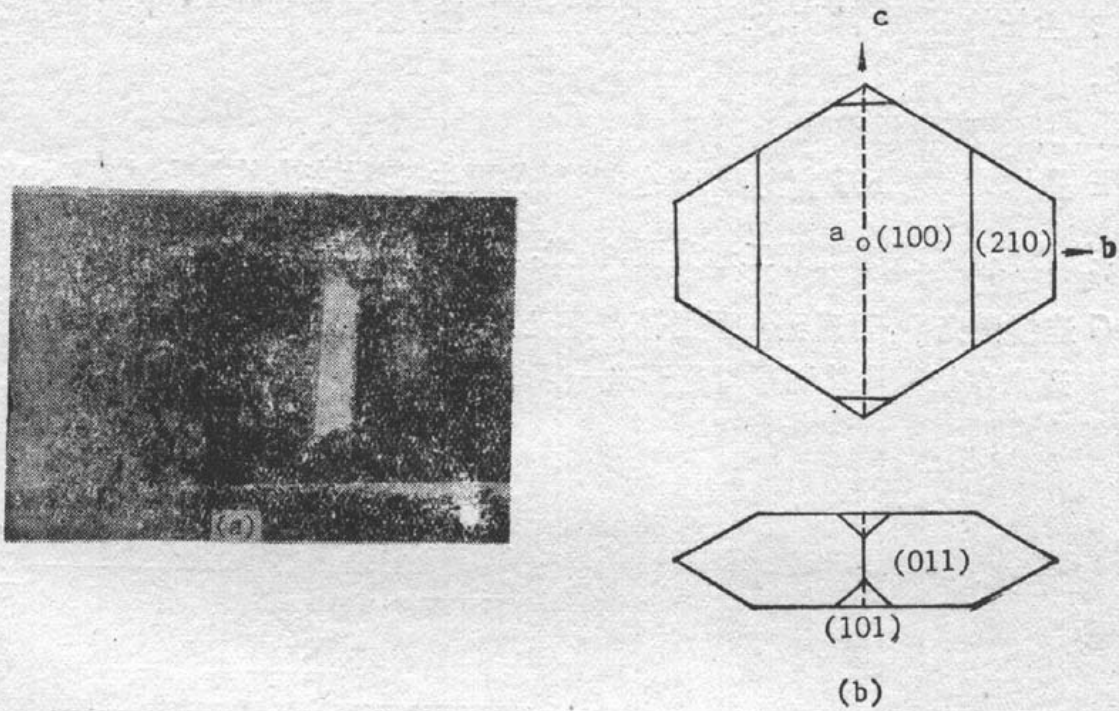


Fig. 1 The morphology of KTP crystal and its face indices

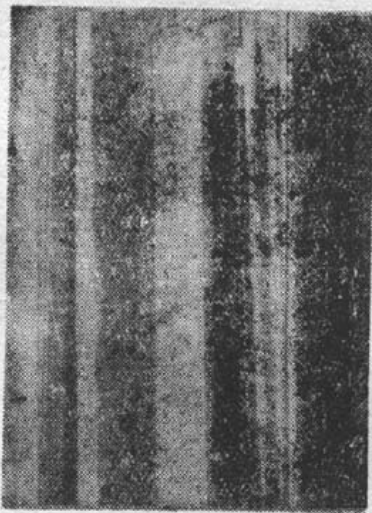


Fig. 2 Growth striation on (100) face (18×)

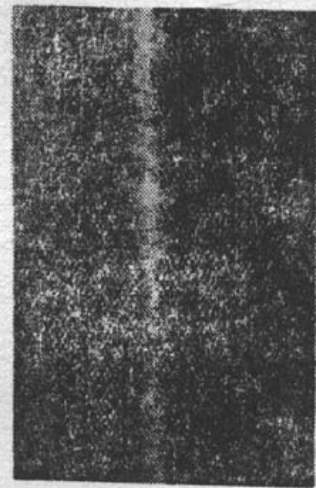


Fig. 3 "Growth section of vicinal interface" from supermicroscopic method (126×)

以观察到一条沿  $c$  轴方向分布的暗条带。以金相显微镜宏观系统观察,可以看出这是一条暗带;用超显微术放大摄片,是一条弥散的条带(图3),其形状一般是直的,二端对应于  $\{011\}$  族晶棱交界处;有时该条带在中段保持直形,在离端点数毫米处发生弯曲,仍然归于晶棱处终止。根据大量观察表明,其宽度一般在  $0.1\text{ mm}$  左右。在这种暗带观察到时,并不能观察到生长扇形带;而在生长扇形界能被观察到的条件下并无此条带出现。其形状和出现的位置也不和生长扇形界相同。故它在本质上不同于常见的生长扇形界。将晶片进行腐蚀,一般来说在(100)面上产生蚀坑较少,但在脊线处无腐蚀界线存在,在条带二边的蚀坑的形状和取向完全一致,将腐蚀图象抛磨掉再次腐蚀,其腐蚀图象与前一情况相同,仍无腐蚀界线产生,故又不是小角晶界或孪晶界。同时,在  $20\text{ mW}$  的 He-Ne 激光照射下,这一条带处也没有通常由散射颗粒所引起的光散射现象,所以也不是散射颗粒形成的。由于从位置看来,它对应于(100)面的生长脊线,即邻位面交界处,故我们暂时称之为“邻位面生长界”。

在采用本工艺生长的 KTP 晶体中均可观察到这种缺陷,故可能是用本法生长的 KTP 晶体的本征缺陷。

### 3. 对激光倍频性能的影响

按 KTP 晶体 II 类 SHG 方向,切出包括“邻位面生长界”在内的晶片,样品尺寸为  $10 \times 15 \times 6$  mm,按器件制作要求磨好二通光面,抛光,二面平行度差在  $20''$  以内,光洁度优于  $\frac{\lambda}{6}$ 。在 Nd:YAG 连续激光中,可看到很强的倍频绿光。在光斑中对应于“邻位面生长界”处有一暗线(图 4)。通常在倍频器件制作时避开这一区域。

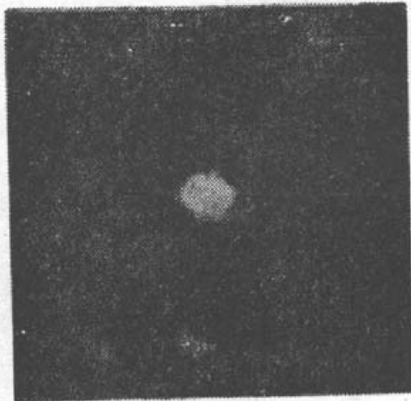


Fig. 4 SHG laser spark (2.5x)

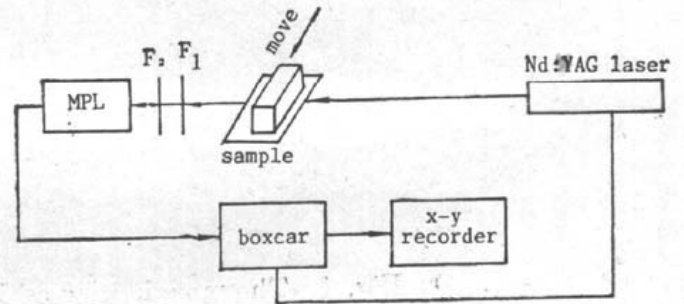


Fig. 5 Arrangement for laser SHG tests

为进一步研究“邻位面生长界”对激光倍频性能的影响,我们进行以下半定量实验。装置如图 5。将晶片置于 514QT 型声光调 Q 连续 Nd:YAG 激光器(美国 Control Laser 公司产)输出的激光束内,脉冲重复频率 3 KC,脉宽  $2 \mu s$ ,峰值功率 2 kW,光束直径 0.5 mm,发散角 1 mrd,经晶片产生  $1.06 \sim 0.53 \mu m$  的倍频绿光,经  $F_1$  滤去  $1.06 \mu m$  基频光,经  $F_2$  滤去除  $0.53 \mu m$  倍频光外的其它光;由光电倍增管接收,经 Boxcar 放大,以 X-Y 记录仪记录。KTP 晶片以与相匹配方向垂直的方向作平动。将平动距离作 X-Y 记录仪的  $x$  轴

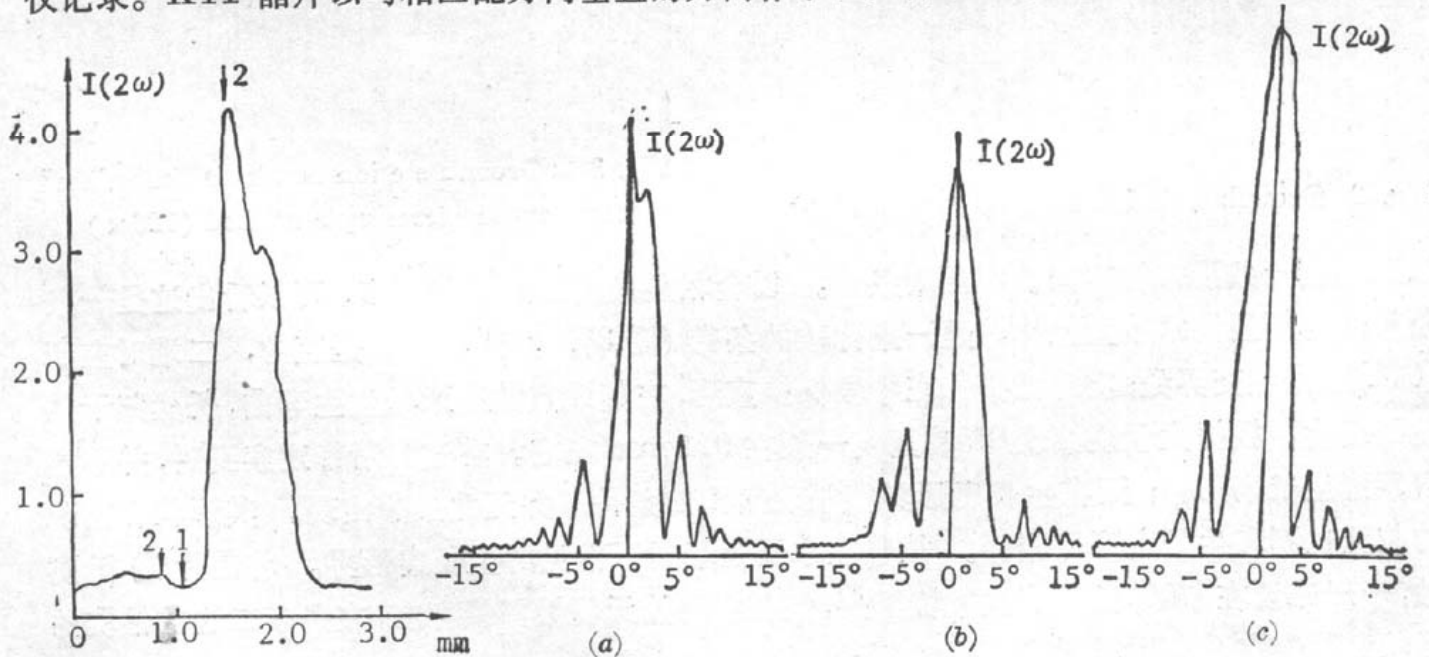


Fig. 6 Dependence of SHG laser intensities on the positions of "vicinal interface"  
(1) on interface region (2) on edge regions

Fig. 7 Assymetry of SHG laser enhancement for "vicinal interface"  
(a) left region; (b) middle region; (c) right region

信号,以  $0.53 \mu\text{m}$  光强为  $y$  轴信号,所得结果见图 6。从图中可见,对应于条纹中心,光强明显降低;对应其二边缘分别有所加强,且不对称,最高点与正常区光强比  $\alpha = \frac{I_{\max}}{I_{\text{norm}}} = 10.2$ 。由于条纹本身线度较窄(约  $0.1 \text{ mm}$ ),而激光束半径较大(约  $0.5 \text{ mm}$ ),本法所测光强是在激光束面积内倍频效应的综合结果。由于在缺陷区附近及缺陷区部分所测光强既包括了因缺陷部分不出光造成的光强损失,又包括了边缘部分的光增强。较难作出完全准确的结果。但其缺陷部分对倍频效应的有害影响及其边缘部分对倍频效应的增强是明显的。一般可直接观察到包括缺陷部分光斑中光强这种亮暗分布的变化。多次重复实验均得相同光强变化趋势。为进一步验证其不对称性,我们在“邻位面生长界”中心及二边缘位置分别作角度匹配实验,即在激光束中将晶片转动  $\Delta\phi$  角,使其连续偏离倍频方向,所得结果见图 7。从中可看出其不对称性,证明图 6 的结果是正确的。

KTP 晶体内部存在的这种缺陷是普遍存在的。以上倍频增强效应曾在许多晶片观察到,但增强效应的大小不尽相同,二边缘的增强不对称性程度亦不尽相同,有个别晶片不呈现这种增强效应。关于这种缺陷的本质及其与生长条件、激光非线性性能之间关系和这种具有增强效应结构的人为引发并有目的地加以利用等研究工作正在进行中。

### 三、讨 论

一般而言,每块晶体都可以看成是沿着各族晶面由不同的生长锥所构成的。不同的生长锥生长速度不等,生长锥间结构易失配从而形成生长锥界面,即扇形界,有利于杂质富集形成生长扇形界条纹。在一些晶体中很容易以光学方法,如用平行激光在二相互垂直的起偏和检偏镜之间,可清楚地观察到这种缺陷。这种缺陷是一种面缺陷,其截面为一条有一定宽度的线,它的形状随生长条件不同而变得弯曲和宽窄不匀。我们报道的“邻位面生长界”并不具有这种性质,而且不和生长扇形界同时被观察到,加之其出现位置不在生长扇形界应出现位置,故它是不同于生长扇形界的一种缺陷。

根据 PBC 理论<sup>[3,4]</sup>和 KTP 晶体的理论习性<sup>[5]</sup>,KTP 晶体的(100)面是最重要的  $F$  面,其  $E_{\text{att}}$  最小,在重要性顺序中占首位,且为解理面,该面的生长是以二维成核台阶生长机制为主的。我们发现的“邻位面生长界”是沿[001]方向延伸,但其面平行于(010)面。(010)面在 KTP 晶体重要性顺序中仅占次要地位,该面的两条 PBC 链在结构中没有交汇,结果使二条键链的正负电荷重心分离,在面法线方向上产生较大的偶极矩,从而使该面的  $E_{\text{att}}$  升高,成为一般的  $S$  面,在实际生长中几乎从不出现。

在 KTP 晶体实际生长过程中,处于晶体{011}面族交棱旁边的{101}面在生长时受到周围几个面的挤压,易形成晶格的小畸变;而(100)面的生长速度是所有晶面中最慢的。这样,就容易造成以{011}面族交棱处为起点,在(100)面上形成生长脊,外观上是宏观台阶的最高点,以此向两边推移,形成倾斜的宏观台阶,最终促成(100)面的邻位面生长。在生长过程中晶体沿各个方向均向前推移,在[010]方向上由正负电荷重心分离形成的较大的偶极矩很容易受到外界周期性生长条件变化的影响,在某一区域,特别是在生长脊附近形成一些周期性调制结构,从而引起激光倍频效应的增强。另外,根据 KTP 晶体结构<sup>[6]</sup>和激光倍频性能关

系的研究表明, KTP 晶体中钛氧八面体的较大畸变是高非线性能的原因。那么,在“邻位面生长界”附近结构上接近于正常格点结构中钛氧八面体的更大畸变也可能造成其激光倍频效应的增强。其增强效应的不对称特性可能与调制结构或畸变的不均匀性相联系。

程瑞平同志在加工晶体、观察缺陷方面做了大量工作;这种缺陷的形成原因和进一步研究工作的设想等,与蒋民华教授、闵乃本教授作过多次讨论,他们提出了不少有益建议和设想,在此一并致谢。

### 参 考 文 献

- [1] 刘耀岗,王继扬等;《人工晶体》,1989, 18, No. 1 (Jan), 58.
- [2] 闵乃本;《晶体生长的物理基础》,(上海科学技术出版社,上海,1982), 313.
- [3] P. Hartman, W. G. Perdok; *Acta. Cryst.*, 1955, 8, No. 1 (Jan), 49.
- [4] P. Hartman, W. G. Perdok; *Acta. Cryst.*, 1955, 8, No. 3 (Mar), 521.
- [5] 刘向阳,蒋民华等;《物理学报》,1988, 37, No. 2 (Feb), 274.
- [6] Par. I. Tordjman, R. Masse *et al.*; *Z. Kristallogr.*, 1974, 139 (Apr), 103.

## The defect corresponding to convex line on (100) face of KTiOPO<sub>4</sub> and its effect on SHG effect

LIU YAOGANG, WANG JIYANG, SHAO ZHONGSU, WEI JINQIAN, SHI LUPING AND ZHANG JIEGUO  
(*Institute of Crystal Material, Shandong University, Jinan*)

(Received 12 May 1988; revised 12 October 1988)

### Abstract

A kind of defect existing in KTiOPO<sub>4</sub> crystal, which corresponds to the convex line on (100) faces is reported for the first time, as well as its effect on SHG effect. The possible causes, which induce the defect, are discussed.

**Key words:** KTP crystal; defect of crystal; effect on SHG.