

用 MeF_3 金相显微镜研究 LiNbO_3 晶体的光像

张吉果 孟宪林 徐丙超
(山东大学 晶体材料研究所, 济南)

提 要

用 MeF_3 金相显微镜观察了多畴和单畴的 LiNbO_3 晶体的 X 、 Y 、 Z 切面的蚀像和光像。发现各切面光像形态与各切面的蚀像形态对应, 并与晶体的对称性完全一致。利用晶体的光像确定晶体极性和晶轴是一种简便的光学方法。

关键词: LiNbO_3 晶体, 晶体对称性, 光像, 蚀像。

一、引 言

LiNbO_3 晶体(简称 LN)是一种优良的压电、铁电和电光材料。被广泛应用于激光、微声及其它领域。在应用过程中, 无论是检测性能或制作器件, 都需先定出晶体的极性和晶轴, 然后进行加工。一般常用 X 射线衍射仪, 但它不能确定晶体极性。国内外的科学工作者对该晶体进行了多方面的研究, 但至今却没有见到有关此晶体光像的研究文献报道。作者首先发现了 LiTaO_3 晶体 Z 与切面的光像^[1], 后又观察到 $\text{LiTa}_x\text{Nb}_{1-x}\text{O}_3$ 晶体的环状畴和光像^[2]及 LiNbO_3 晶体的光像, 并研究了光像的成因。利用光像来确定晶体是多畴还是单畴及晶轴极性, 是一种新的简便光学方法。

LN 晶体各切面的光像形态与各切面的蚀像形态对应, 也与晶体的对称性一致。

二、实验和结果

1. 多畴 LN 晶体的光像

用提拉法生长的 LN 晶体是多畴的。将多畴的晶体用 X 光衍射仪定出 X 、 Y 、 Z 轴, 垂直于 X 、 Y 、 Z 轴切出一块长方体。用砂纸(280#、600#)逐次研磨六个断面。把磨好的样品放在体积比为 1:2 的浓 HF 和 HNO_3 的混合液中, 水浴 100°C 下腐蚀二十分钟以上取出, 自然冷却后洗净凉干。

把凉干后的样品放到 MeF_3 的载物台上, 用高倍物镜聚焦光束, 从高倍物镜出射的细光束分别沿 X 、 Y 、 Z 向穿过晶体时, 则在 X 、 Y 、 Z 切面上形成不同形态的光像, 用肉眼可直接看到。多畴的 LN 晶体的两个 Z 切面的光像形态相同[图 2(a)], 但相互反转 180° ; 两个 Y 切面的光像也相同[图 3(a)]; 两个 X 切面的光像相同, 互呈镜像对称, 如图 4(a, b)。当晶体绕竖直轴转动时, 光像也转动。从显微镜的目镜中可观察到 Z 、 Y 、 X 切面上的蚀像形态[图 1(a, b, c)]。从图 1(a, b)中我们看到 Y 、 Z 切面呈现岛状畴。



Fig. 1 Etching patterns of polydomain LN crystal (340 \times)
(a) Z section; (b) Y section; (c) X section

2. 单畴 LN 晶体的光像

高温下, 在晶体的两个 Z 切面上施加一直流电场, 可使晶体完全单畴化。再把单畴化的晶体细磨抛光、化学腐蚀后清洗干净, 即可观察单畴晶体的光像和蚀像。

(1) 正负 Z 切面的光像和蚀像

把单畴的晶体放在 MeF_3 的载物台上, 负 Z 面朝上, 让光束沿 $-Z$ 向穿过晶体, 则在负 Z 面上出现呈三次轴对称的由九个光点组成的光像如图 2(a)。当正 Z 面朝上, 光束沿 $+Z$ 向穿过晶体时, 在正 Z 面上形成图 2(b) 所示的光像。在目镜中观察到正负 Z 面上的蚀像形态如图 2(c, d)。晶体绕竖直轴转动时, 光像也随之转动。

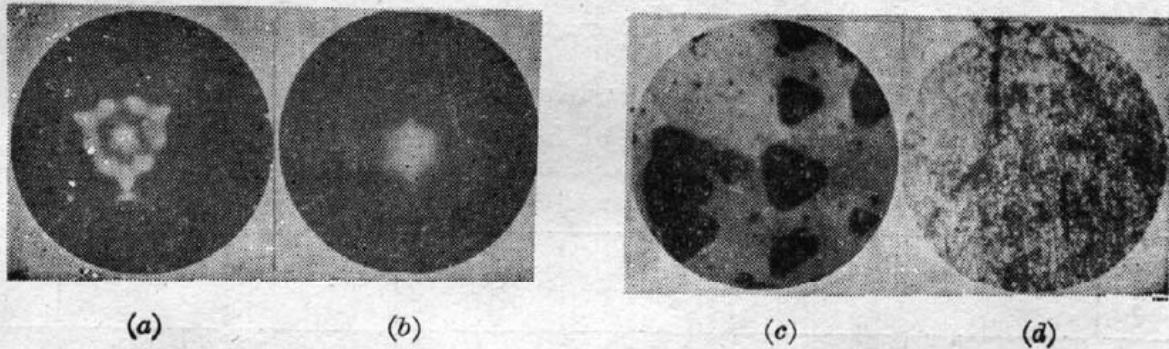


Fig. 2 Optical and etching patterns on Z sections
(a) optical pattern on $-Z$ section
(b) optical pattern on $+Z$ section
(c) etching patterns on $-Z$ section
(d) etching patterns on $+Z$ section

(2) 正负 Y 切面的光像

两个 Y 切面的情形与 Z 切面相似, 当光束沿负 Y 向穿过晶体时, 在正负 Y 切面形成了不同形态的光像, $-Y$ 面的光像呈降落伞形, 而 $+Y$ 面的光像呈“ ψ ”形 [图 3(a, b)]。正负 Y 面的蚀像形态也不相同, 见图 3(c, d)。

(3) 正负 X 切面的光像

在 MeF_3 金相显微镜上, 用聚焦的细光束沿正负 X 向穿过晶体时, 两个 X 切面的光像形态完全相同, 但呈镜像对称, 见图 4(a, b)。两个切面的蚀像形态也相同, 见图 4(c)。

LN 晶体各切面的光像和蚀像的实验结果列于表 1。

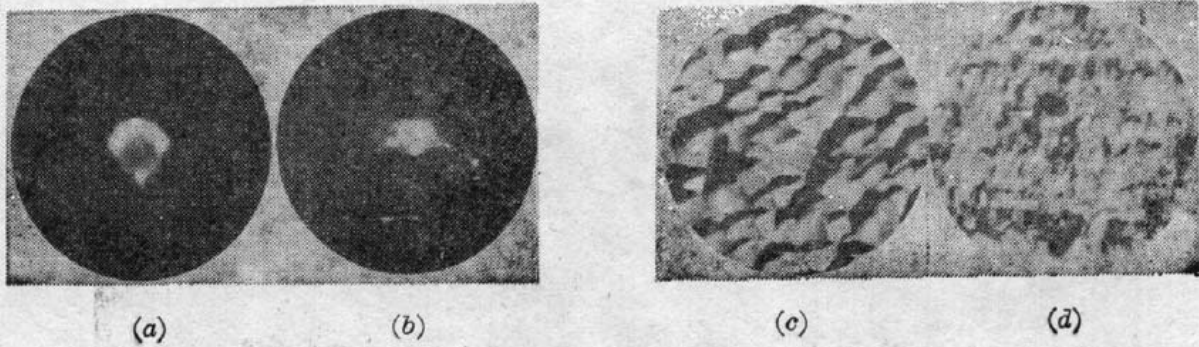


Fig. 3 Optical and etching patterns on Y sections

- (a) optical patter on $-Y$ section;
 (b) optical pattern on $+Y$ section;
 (c) etching patterns on $-Y$ section;
 (d) etching patterns on $+Y$ section

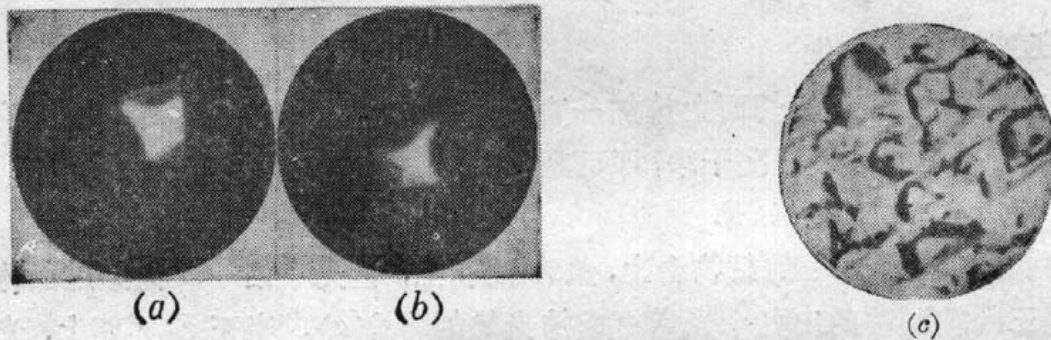


Fig. 4 Optical and etching patterns on X sections

- (a) optical pattern on $+X$ section;
 (b) optical pattern on $-X$ section;
 (c) etching patterns on X sections

Table 1 Experimental results of optical and etching patterns
 On the sections of LN crystal

| | | The direction of the section | | | | | |
|------------------------|------------------|------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| the kind of the domain | | $+Z$ | $-Z$ | $+Y$ | $-Y$ | $+X$ | $-X$ |
| Polydomain | Optical patterns | Fig. 2(a) | Fig. 2(a) | Fig. 3(a) | Fig. 3(a) | Fig. 4(a) | Fig. 4(b) |
| | Etching patterns | Fig. 1(a) | Fig. 1(a) | Fig. 1(b) | Fig. 1(b) | Fig. 1(c) | Fig. 1(c) |
| Unidomain | Optical patterns | Fig. 2(b) | Fig. 2(a) | Fig. 3(b) | Fig. 3(a) | Fig. 4(a) | Fig. 4(b) |
| | Etching patterns | Fig. 2(d) | Fig. 2(c) | Fig. 3(d) | Fig. 3(c) | Fig. 4(c) | Fig. 4(c) |

三、讨 论

一般认为 LN 晶体的自发极化方向仅沿 $+O(+Z)$ 或 $-O(-Z)$ 轴方向取向, 其它方向不产生电矩^[3]。我们对我所生长的 LN 晶体进行腐蚀观察发现, 在正负 Y 切面和 Z 切面都

出现了岛状畴。这说明晶体的自发极化方向并不完全与 O 轴平行,而是在 YZ 平面内偏离 Z 轴一小角度,使极化矢量在 Y 和 Z 轴上均有分量,所以 Y 和 Z 面都显露出岛状畴[图 1 (a、b)]。我们初步认为这可能是由于使用的晶种偏离 Z 向,生长过程中自发极化方向平行于生长方向,因而出现了上述情况。其结构原因有待于今后继续深入研究探讨。

多畴和单畴晶体各切面若经研磨,而不经化学腐蚀,不出现光像。只有腐蚀条件合适, $-Z$ 面蚀像达到 μm 级大小,密度在 $10^{-3}/\text{cm}^2$ 以上时,聚焦的细光束穿过晶体时才出现清晰的光像。当腐蚀时间太长,晶体各切面完全被破坏,已无规则蚀像时,光像消失。由此得出,光像的出现与蚀像密切相关,它是蚀像的一种光学效应。

LN 晶体属三方晶系,铁电相点群为 $3m$,对称要素是一个三次轴(O 轴或 Z 轴)和三个对称面(m_1, m_2, m_3)。图 5 是 LN 晶体的对称要素图,图 6 是晶体样品的取向图。图 7 是 $\pm Z$ 切面光像的对称图。

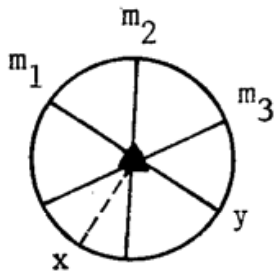


Fig. 5 Illustrate figures of LN crystal symmetry

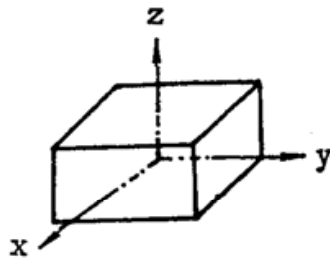


Fig. 6 Direction of LN crystal sample

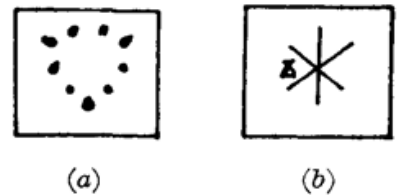


Fig. 7 Symmetry of optical patterns on Z sections

LN 晶体的 Z 轴是晶体的三次轴,又是极轴。 $\pm Z$ 面的蚀像形态不同[图 2(c、d)]。 $-Z$ 面的蚀像是由呈三次轴对称的 9 个小面组成的蚀丘。而 $+Z$ 面较难腐蚀。当从高倍物镜出射的细光束沿 $-Z$ 向穿过晶体时,先从 $+Z$ 面射入晶体,经晶体折射,再从 $-Z$ 面众多的蚀丘上被定向折射到空气中。众多蚀丘的各对应面是平行的,出射的光束被分成 9 束光,所以在 $-Z$ 面的表面形成了具有三次轴对称的 9 个光点组成的光像[图 2(a)]。反过来,光束沿 $+Z$ 向从 $-Z$ 面进入晶体,入射光束被 $-Z$ 面上的蚀丘分成 9 束光定向折射到晶体内,被晶体折射后,有部分光从四个柱面上散射出去,同时还在两个 Z 面间反射,再从 $+Z$ 面上射出时, $+Z$ 面蚀像再次把光束定向折射到空气中,因而形成了如图 2(b) 的呈三次轴对称的光像。对于多畴晶体来说,两个 Z 面上均显露出 $\pm Z$ 畴区的蚀像,负畴区蚀像清晰,而正畴区难以腐蚀,不出现清晰蚀像。以上讨论可知光像是蚀像的光学效应,所以多畴晶体的 $\pm Z$ 面上都显露 $-Z$ 面的光像[图 2(a)]。

Y 切面是垂直于对称面 m_1 的面,单畴 LN 晶体的 Y 轴是一个单向轴, $\pm Y$ 面的蚀像形态完全不同[图 3(c、d)]。它的蚀像与光像的关系与 $\pm Z$ 切面的情形相似。 $-Y$ 面的蚀像是四面体丘[图 3(c)],但棱角钝化,变成浑圆形。 $+Y$ 面蚀像是不清晰的四面体,一个个大面沿 X 方向排成一排排。当细光束沿 $-Y$ 向从 $+Y$ 面射入晶体时,晶体具有双折射效应($n_o = 2.286, n_e = 2.200$),光束从 $-Y$ 面出射时,被 $-Y$ 面的蚀丘定向折射到空气中,使出射光

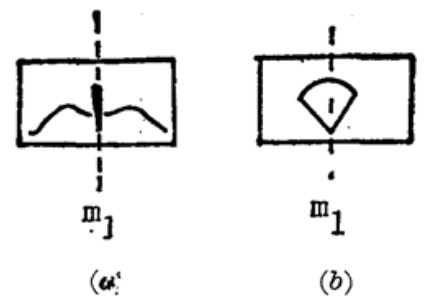


Fig. 8 Symmetry of optical patterns on Y sections
(a) $+Y$ section; (b) $-Y$ section

斑变成了图 3(a) 的光像。而光束沿 +Y 向射入晶体时, 在 +Y 面上形成了图 3(b) 的光像。图 8 表示了 ±Y 切面光像的对称性。多畴 LN 晶体的 ±Y 切面的光像, 形成原因与 ±Z 切面相同。

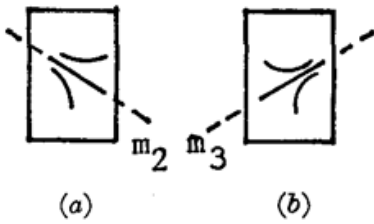


Fig. 9 Symmetry of optical patterns on X section
(a) +X section; (b) -X section

X 切面与 Z、Y 切面不同。X 轴不是极轴, 也不是单向轴, 两个 X 切面的蚀像形态完全相同, 蚀像是由主解理面和 X 面组成的四面体形坑。它的长方向与 Y 向成 60° 角。当光束沿 X 向从 +X 面或 -X 面射入晶体时, 被表面的蚀像分束, 进入晶体后被晶体折射、散射和两个表面多次反射, 因而光像难以形成光斑, 而是形成了如图 4(a, b) 所示的光像。光像本身以中间亮线为镜面成对称形, 两个 X 切面的光像互成镜像对称。图 9 表示了 X 切面光像的对称性。多畴与单畴的 LN 晶体的 ±X 切面光像形态相同。

四、结 论

LN 晶体各切面的光像是晶体各切面的蚀像的光学效应。其形态与蚀像形态对应, 它的对称性与晶体的对称性一致。

由于多畴和单畴的 LN 晶体各切面的光像形态各异, 因此利用此特性可以确定晶体的极性和晶轴。这是一种新的简便的光学实验方法。

参 考 文 献

[1] 孟宪林, 徐丙超; 《硅酸盐学报》, 1987, 16, No. 6 (Dec), 555。
 [2] 张吉果, 孟宪林等; 《中国物理快报》(英文版), 1989, 6, No. 6 (Jul), 269。
 [3] 许煜寰编; 《铁电与压电材料》, (科学出版社, 北京, 1978), 246。

Investigation on optical patterns in LiNbO_3 crystal by MeF_3 metaloscope

ZHANG JIGUO, MENG XIANLIN AND XU BUNGOHAO
(*Institute of Crystal Materials, Shandong University, Jinan*)

(Received 9 September 1988; revised 28 September 1989)

Abstract

The optical patterns on X, Y, Z sections of LiNbO_3 crystal have been observed by using MeF_3 metaloscope. It is found that the forms of the optical patterns correspond to that of the etching patterns, and are identical with the crystal symmetry. It is a simple and conveniently new method by using the optical patterns to determine the axis and polarity of LN crystal.

Key words: optical patterns; etching patterns; crystal symmetry; LiNbO_3 crystal.