

提拉法下 Yb:YAG 单晶缺陷的正电子湮没研究

石小兔^{1,2,3}, 张庆礼^{1,3}, 孙贵花^{1,3}, 罗建乔^{1,3}, 窦仁勤^{1,3}, 王小飞^{1,3},
高进云^{1,3}, 张德明^{1,3}, 刘建党⁴, 叶邦角⁴

(1. 中国科学院合肥物质科学研究院, 安徽光学精密机械研究所, 光子器件与材料安徽省重点实验室, 合肥 230031; 2. 中国科学技术大学研究生院科学岛分院, 合肥 230026; 3. 先进激光技术安徽省实验室, 合肥 230037; 4. 中国科学技术大学核探测与核电子学国家重点实验室, 合肥 230026)

摘要: 为满足固体激光器的应用需求, 研究人员不断改进 YAG 激光晶体生长技术, 其中控制 YAG 中的缺陷结构对于晶体的生长尤为重要。本工作对提拉法两种工艺制备的晶体样品进行了缺陷研究, 特别是晶体散射点的起源。正电子湮没技术是一种对材料微观结构十分灵敏且有效的核物理技术分析表征手段, 对空位缺陷、微孔等极为敏感。根据正电子湮没寿命谱与多普勒展宽谱的分析结果, 无论工艺、有无散射点, 样品的正电子寿命及多普勒展宽线性参数均存在差异。这说明晶体主要缺陷是 YAG 结构中的本征缺陷, 散射点可能是空位团聚引起的纳米微孔, 研究表明该技术可以灵敏地表征 YAG 晶体散射点。正电子湮没实验反映的晶体单晶质量差异与 X 射线衍射、单晶摇摆曲线、光透过率以及位错密度结果吻合。在研究晶体的物理性能和缺陷与材料微结构的关系上正电子湮没技术具有独特的技术优势, 同时正电子湮没技术可以在微观尺度上有效反映晶体质量。

关键词: 晶体缺陷; 正电子湮没; Yb:YAG 晶体; 提拉法

中图分类号: O77 文献标志码: A

Positron Annihilation Study of Yb:YAG Single Crystal Defects under Czochralski Method

SHI Xiaotu^{1,2,3}, ZHANG Qingli^{1,3}, SUN Guihua^{1,3}, LUO Jianqiao^{1,3}, DOU Renqin^{1,3},
WANG Xiaofei^{1,3}, GAO Jinyun^{1,3}, ZHANG Deming^{1,3}, LIU Jiandang⁴, YE Bangjiao⁴

(1. The Key Laboratory of Photonic Devices and Materials of Anhui Province, Anhui Institute of Optics and Fine Mechanics, Hefei Institutes of Physical Science, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China; 2. Science Island Branch of Graduate School, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China; 3. Advanced Laser Technology Laboratory of Anhui Province, Hefei 230037, China; 4. State Key Laboratory of Particle Detection and Electronics, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China)

Abstract: In order to meet the development needs of solid-state lasers, it is necessary to continuously improve the YAG laser crystal growth technology. However, controlling the defect structure in YAG is particularly difficult for crystal development in industry and scientific research. The defects of crystal samples prepared by the two processes were studied, especially the origin of crystal scattering points. Positron annihilation technology (PAT) is a sensitive and

收稿日期: 2022-06-28; 收到修改稿日期: 2022-08-20; 网络出版日期: 2022-11-16

基金项目: 国家自然科学基金(51802307, 11875248); 安徽省实验室重点基金(AHL20220ZR04)

National Natural Science Foundation of China (51802307, 11875248); Key Laboratory Fund of Anhui Province (AHL20220ZR04)

作者简介: 石小兔(1999-), 女, 硕士研究生. E-mail: shih1999@mail.ustc.edu.cn

SHI Xiaotu (1999-), female, Master candidate. E-mail: shih1999@mail.ustc.edu.cn

通信作者: 张庆礼, 研究员. E-mail: zql@aiofm.ac.cn; 刘建党, 高级工程师. E-mail: liujd@ustc.edu.cn

ZHANG Qingli, professor. E-mail: zql@aiofm.ac.cn; LIU Jiandang, senior engineer. E-mail: liujd@ustc.edu.cn

effective nuclear technology for analysis and characterization method being used to control microstructure of materials, which is extremely sensitive to vacancy defects and micropores. According to the PAT analysis results, the positron annihilation lifetime spectrum and Doppler broadening spectrum, the positron lifetimes and line-shape parameters of Doppler broadening spectra of samples vary with different processes and with or without scattering points indicating that the main defects of the crystal are the intrinsic defects in the YAG structure. The scattering points may be nanopores caused by vacancy agglomeration, indicating that the PAT is very sensitive to characterize the scattering points in the YAG crystal. The present experimental results of positron annihilation are consistent with the results of single crystal quality reflected by X-ray diffraction (XRD), single crystal rocking curve (XRC), optical transmittance, and dislocation density, indicating the uniqueness and technical advantages of positron annihilation technology in studying the relationship between physical properties and defects/microstructure of crystal materials. Meanwhile, it can be concluded that the PAT can effectively reflect the crystal quality at micro scale.

Key words: crystal defects; positron annihilation; Yb:YAG crystal; Czochralski method

Yb³⁺离子的电子能级结构简单, 仅两个电子态(基态 ²F_{7/2} 与激发态 ²F_{5/2}), 热负荷较低(低于 11%)^[1], 具有光转换效率高、吸收带较宽、荧光寿命长等特点^[2-4], 且 YAG 基质在机械加工性、光学性以及化学稳定性方面具有突出优点, 适用于 LD 泵浦条件下的高功率固体激光器输出, 在工业、科研、信息等领域具有良好的应用前景, 是一种可用于 LD 泵浦条件的优良的高功率固体激光器增益介质^[5]。大尺寸高品质 Yb:YAG 激光晶体生长是当前材料领域的重要研究方向, 其主要生长方法有提拉法^[6]、温度梯度法^[7-8]、水平定向结晶法^[9-10]或热交换法^[11]。其中提拉法可通过调节温场及定向籽晶旋转搅拌效应, 获得合适的熔体对流, 有效降低晶体中的生长缺陷, 有利于提高晶体质量, 是最常用的大尺寸激光晶体制备方法。受生长条件的制约, 晶体内部不可避免存在各种形式的缺陷, 例如散射点、夹杂物和位错等, 缺陷对晶体的光学均匀性、激光输出功率、热力学性能和机械性能等均有影响, 因此, 研究 Yb:YAG 晶体缺陷有利于改进和完善晶体生长工艺。

正电子湮没谱学是探测正电子进入材料中与电子湮没发射出的辐射光子, 包含电子的动量、密度分布等信息, 可以得到物质中的微观结构和电子结构等信息^[12-13]。正电子湮没技术从原子尺度研究材料微观结构, 是一种对材料中的缺陷非常敏感的核技术分析手段。基于正电子具有正电荷以及与电子湮没的性质, 正电子更倾向于分布在电子云密度较低的区域。正电子湮没寿命谱可根据样品各寿命分量以及相对强度获得样品中存在缺陷的类型、尺寸及相对含量^[14-15]。湮没辐射多普勒展宽谱通过构建反映多普勒展宽变化的线性参数 S , W 来表征材料内部缺陷类型的变化, S 参数反映价电子等低动量

电子与正电子的湮没情况, W 参数反映芯电子等高动量电子与正电子的湮没情况^[13,16-17]。目前利用正电子湮没技术研究 YAG 晶体材料缺陷已有一定研究基础, Zych 等^[18]研究表明 Ce:YAG 晶体中的主要缺陷是 YAG 结构中的本征缺陷; Liu 等^[19]研究表明正电子湮没技术可表征 Tm³⁺不同浓度掺杂下的缺陷含量; Varney 等^[20]研究了正电子湮没技术用于未掺 YAG 及不同种掺稀土离子(Ce, Nd, Tm, Yb)的 YAG 单晶中的本征缺陷; Selim 等^[21]研究表明不同热处理下的 YAG 存在的缺陷类型亦不同。本研究中, 应用正电子湮没技术研究 Yb:YAG 晶体散射点起源, 并得到晶体中存在的主要缺陷, 表明正电子湮没谱学能灵敏地表征晶体中存在的散射点, 结合 X 射线衍射和单晶摇摆曲线、双光路透过率测量与位错实验表征晶体单晶质量, 实验结果表明正电子湮没技术能在微观尺度上有效反映晶体质量。

1 实验方法

1.1 样品制备

采用提拉法沿<111>方向, 用两种工艺生长 Yb:YAG 晶体。按照原子分数 1.4%Yb:YAG, 将高纯原料 Yb₂O₃、Y₂O₃ 和 Al₂O₃ 按比例称取, 将原材料混合均匀后压制成型放入坩埚, 使用 JGD-700 型提拉单晶炉, 生长气氛高纯氮气, 拉速 0.5~2 mm/h, 第一种工艺的转速为 1~6 r/min, 第二种工艺的转速接近于 0 r/min。晶体生长结束后置于 1500 °C 空气中退火 72 h。已知分凝系数均为 1.025, 即 Yb³⁺掺杂浓度为 1.435%。均在晶体等径开始处取样, 垂直于生长方向定向切割, 切片两面抛光后作为测试样品。为方便标记, 将两种工艺命名为工艺 1 和 2, 其

样品命名为样品 1 和 2。另外,分别取两种工艺晶体的少许毛坯等径部分,研磨成粉末用于晶体结构测试。

1.2 样品表征

采用 X 射线衍射仪(型号 χ' Pert PRO)进行 X 射线粉末衍射(XRD)和单晶摇摆曲线实验(XRC)。使用 MIL-H-1112-500 mw 型激光发射器测量样品光学透过率,激光波长 1112 nm。采用化学腐蚀法研究样品的位错问题并计算位错密度,将双面抛光的 Yb:YAG 切片在 220 °C 用浓磷酸侵蚀 60 min,使用金相显微镜观察其位错形貌并计算位错密度。采用 ORTEC 公司生产的正电子湮没寿命谱仪测量样品的正电子湮没寿命谱(Positronium annihilation lifetime, PAL),时间分辨率约 220 ps,放射源为源强约 30 μCi (1 Ci=3.7 $\times 10^{10}$ Bq)的 ^{22}Na 。实验时,将同一状态的两片样品紧夹在放射源 ^{22}Na 两侧,呈“三明治”式结构。为保证合理的统计结果,寿命谱计数累计超 2×10^6 。采用数字化多普勒展宽谱仪(由高纯锗探测器及在线数据采集系统组成)测量湮没辐射多普勒展宽谱。所有测试均在室温下进行。

2 结果与讨论

2.1 物相分析与结晶质量

X 射线粉末衍射测试角度范围 $10^\circ\sim 90^\circ$ 。图 1 为两组 Yb:YAG 晶体样品的粉末衍射图谱和 YAG 标准图谱。与标准粉末衍射图谱(ICSD#20090)对比,两组样品特征峰位置匹配度高。样品 1、2 的晶格常数分别为 1.2010、1.2005 nm,与 YAG(1.2006 nm)相比差异小于 0.1%。

图 2 为两组 Yb:YAG 晶体样品的 X 射线摇摆曲线

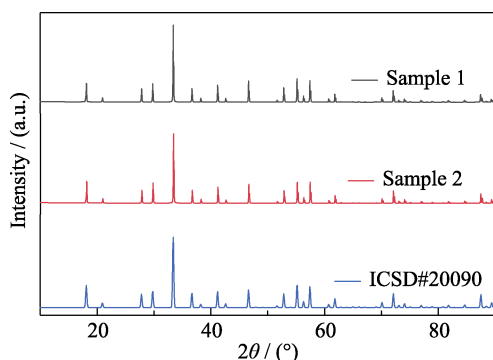


图 1 两组 Yb:YAG 晶体的 X 射线粉末衍射图谱与标准图谱(ICSD#20090)对比

Fig. 1 XRD patterns of two groups of Yb:YAG crystals compared to the standard pattern (ICSD#20090)

线,样品 1、2 衍射峰的半高宽分别只有 $37.76''$ 、 $26.61''$,两组衍射峰峰形平滑,对称性良好,表明两种工艺制备的 Yb:YAG 的单晶性均良好,且样品 1 衍射峰强低于样品 2,说明样品 1 在单晶质量(即结晶度)和结构完整性上略低于样品 2。

2.2 光学性能

使用 532 nm 绿光激光器找到晶体中的散射点,取工艺 2 生长的一块包含散射点及无散射点区域的晶体进行精加工,采用激光波长为 1112 nm 的 MIL-H-1112-500mw 型激光发射器,配合 PM320E 型光功率计测量有散射点和无散射点区域的光学透过率,光路图如图 3 所示。光功率计示数稳定后,将样品放置在分束镜前一定位置,样品竖立使光路通过样品,多次取点测量并统计接收器功率数据,分别计算样品中有无散射点区域的透过率,计算结果如表 1 所示。

根据表 1 数据可知,有散射点区域透过率的平均值 83.20%,小于无散射点区域透过率的平均值 84.16%,即样品中有散射点的区域光学透过率低于无散射点的区域。

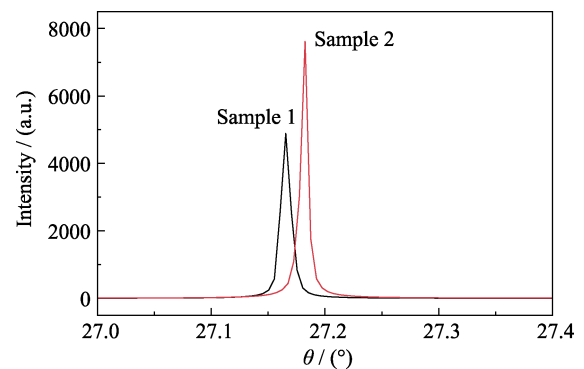


图 2 两组 Yb:YAG 晶体样品的 X 射线摇摆曲线

Fig. 2 X-ray rocking curves of two groups of Yb:YAG crystals

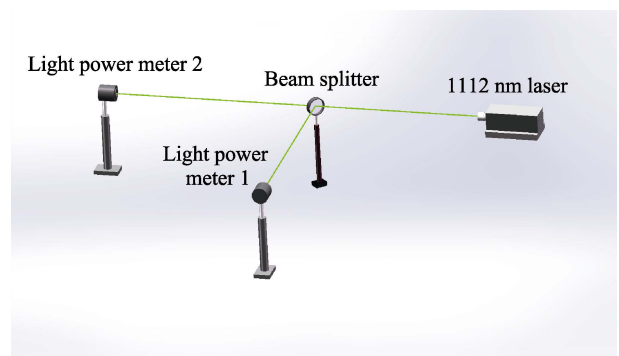


图 3 双光路透过率测量装置光路图

Fig. 3 Optical path diagram of double optical path transmittance measurement

表 1 同一样品中有无散射点区域的光学透过率

Table 1 Optical transmittance of a sample synchronously with and without scattering points

Area	Transmittance/%			Average value/%
With scattering point	83.38	83.00	83.22	83.20
Without scattering point	84.06	84.17	84.26	84.16

2.3 缺陷检测与分析

采用化学腐蚀法研究样品 1、2 的位错问题并计算位错密度。晶体中位错分布形式可以是滑移面上形成塞积群、夹杂物或包裹体周围形成位错环或是位错列,也可能是更复杂的各种位错间的缠结等^[22]。图 4 是金相显微镜下 Yb:YAG 晶体(111)晶面的位错腐蚀坑形。Yb:YAG 晶体(111)晶面位错形貌均为等边三角形,腐蚀坑形貌规则排列均为位错列。位错密度是衡量晶体质量的重要参数之一,多次进行位错密度测量后取平均值,并计算均方差:样品 1 和样品 2 的位错密度分别为(149±9)、(118±7)/cm²。

双光路透过率测量实验结果表明,散射点很可能是影响晶体质量和性能的重要原因。晶体的宏观特性是微观特性的反映,故需要从原子水平上对单晶结构中的微观缺陷进行表征分析。根据 XRD、XRC 分析结果,工艺 2 的晶体质量好于工艺 1,研究两种工艺特别是工艺 2 制备的无散射点、有散射点的样品片,分别记名为 1-1、1-2, 2-1、2-2, 2-3、2-4。

采用解谱软件 LT 9.0 分析正电子在样品材料中的寿命成分及相对含量,结果见表 2,其中 τ_1 , I_1 分别为第一寿命及其强度, τ_2 , I_2 为第二寿命及其强度, τ_{av} 为平均寿命^[15]。

图 5 为不同样品的寿命分量及平均寿命的相对大小。同一工艺下,有散射点的样品第一寿命长于无散射点的样品,且第一寿命强度占比很大;只有工艺 1 的样品不论有无散射点均有第二寿命,且第二寿命极大、强度占比很小;计算得到的平均寿命

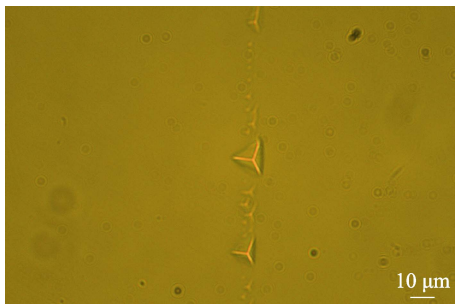


图 4 Yb:YAG 晶体(111)晶面的位错腐蚀形貌
Fig. 4 Dislocation etching pits of Yb:YAG crystal at (111) crystalline face

表 2 各个样品的正电子湮没寿命特征参数

Table 2 Positron annihilation lifetime results of each sample

Sample	τ_1 /ps	I_1 /%	τ_2 /ns	I_2 /%	τ_{av} /ps
1-1	165.72	98.80	2.037	1.198	186.97
1-2	167.26	98.95	2.043	1.051	188.14
2-1	161.42	100.00	/	/	161.42
2-2	165.24	100.00	/	/	165.24
2-3	162.90	100.00	/	/	162.90
2-4	164.40	100.00	/	/	164.40

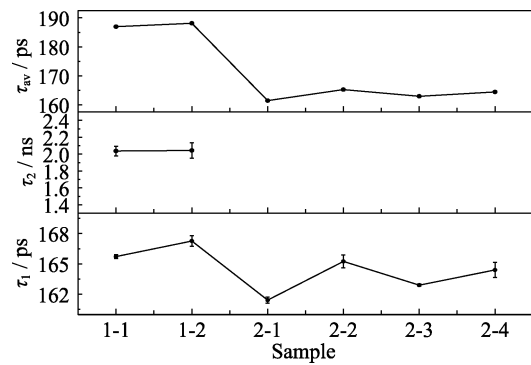


图 5 各个样品的正电子湮没寿命图
Fig. 5 Positron annihilation lifetime diagrams of each sample

变化趋势与第一寿命变化趋势相同。

第一寿命主要反映晶体本征结构的湮没特征,对应于无缺陷区域的正电子湮没,可认为是本征正电子寿命^[14]。提拉法工艺较成熟^[23-25], XRC 实验结果表明样品结晶度均良好。因此,本实验测量的正电子主要在无缺陷区域内湮没,第一寿命基本不变,强度占比大。Zhang 等^[26]测量 YAG 的约化正电子寿命为 175 ps,与本实验测量结果基本一致。

正电子的俘获中心是中性或带负电荷的空位型缺陷,较长的寿命值是由空位型缺陷捕获正电子引起的,对应于正电子在单空位、空位团或纳米微孔中的湮没。这些缺陷处的电子密度较体态电子密度更低^[15],在晶格中对正电子捕获效率更高,可认为是缺陷的特征寿命。因此,空位型缺陷对正电子寿命的贡献主要体现在缺陷特征寿命,即出现更长寿命成分的分量。研究^[20-21,27]表明,在退火条件不发生改变的情况下,YAG 单晶中的点缺陷是铝空位(V_{Al})和铝空位与相邻氧空位的配合物(V_{Al}-V_O),这些结构缺陷能畸化晶格,捕获正电子从自由态到束缚态。高质量 YAG 晶体生长技术不断进步,但是在复杂氧化物 YAG 晶体的生长过程中,宏观上生长工艺的改变不可避免会产生配料达不到完美化学计量比或生长环境、气氛达不到绝对纯净等工艺问题,不可能生长出无缺陷的晶体。因此,宏观上生长工艺 1 使得微观晶格更明显畸化,导致工艺 1 晶体的

正电子湮没寿命谱中出现第二寿命。

晶体结晶质量差异(XRD、XRC 实验)与正电子第一寿命结果变化一致,并且同一工艺下,有散射点的样品第一寿命均大于无散射点的样品。很明显散射点缺陷能畸化晶格,从而造成体态电子密度降低,正电子寿命延长。工艺 1 晶体第二寿命相当长,表明晶体内部存在阳离子空位和配合物空位,并且这些空位缺陷彼此团聚形成大的空位团或纳米微孔,宏观观测到的散射点很可能是由此所致。Yb:YAG 晶体生长是相同摩尔 Yb_2O_3 取代 YAG 基质中的 Y_2O_3 , Yb^{3+} 取代 Y^{3+} 进入晶格中^[28],在晶格中提供更多电子,相较体态,空位中的电子密度降低,从而出现了缺陷特征寿命。

正电子湮没寿命分析中均无更长寿命,说明晶体中几乎没有更大尺寸缺陷,但因正电子湮没寿命分析缺陷浓度有范围限制,测量存在一定误差,大尺寸缺陷浓度极低,应配合其他实验手段表征晶体缺陷形貌。样品 1 位错密度大于样品 2,说明工艺 1 晶体大尺寸缺陷较工艺 2 多。两种工艺晶体第一寿命占比均极大,意味着不论有无散射点,空位团或位错之类的缺陷所占比例远低于晶体中存在的本征缺陷。

多普勒展宽谱通常采用线性参数 S 和 W 描述谱线形状, S 参数反映了低动量电子即价电子或传导电子的动量信息,而 W 参数反映了高动量电子即芯电子的动量信息,两种参数随着正电子湮没环境变化而变化^[29]。图 6 是正电子多普勒展宽谱的实验结果,图 6(a)展示了工艺 1 晶体无论有无散射点, S 参数均大于工艺 2,且两种工艺样品组内对比发现,有散射点的晶体(样品 1-2、2-2、2-4) S 参数均大于无散射点的晶体(样品 1-1、2-1、2-3)。 S 参数是反映晶体材料内部缺陷周围低动量电子信息的线性参数^[16],说明工艺 1 晶体内部缺陷多于工艺 2,且有散射点的晶体内部缺陷多于无散射点的晶体,与正电子湮没寿命特征参数表中分析得到的缺陷结果一致。图 6(b)是样品的 S - W 参数图,所测样品在 S - W 参数图中分布基本呈现线性关系。基于 S - W 参数图, S - W 斜率的变化与缺陷类型的变化密切相关,进一步表征缺陷类型的变化^[14],说明两种工艺下样品不论有无散射点,晶体内部缺陷类型在同步变化,晶体内部缺陷主要是本征缺陷,这与正电子寿命强度结果相符。

实验测定并对比分析了两种工艺下、有无散射点的 Yb:YAG 样品的正电子寿命及其强度,并判断缺陷结构。分析正电子湮没寿命特征参数表可知样品 1 存在两种寿命组分,样品 2 存在一种寿命组分,工艺 1 晶体内部缺陷略多于工艺 2,同一工艺下有

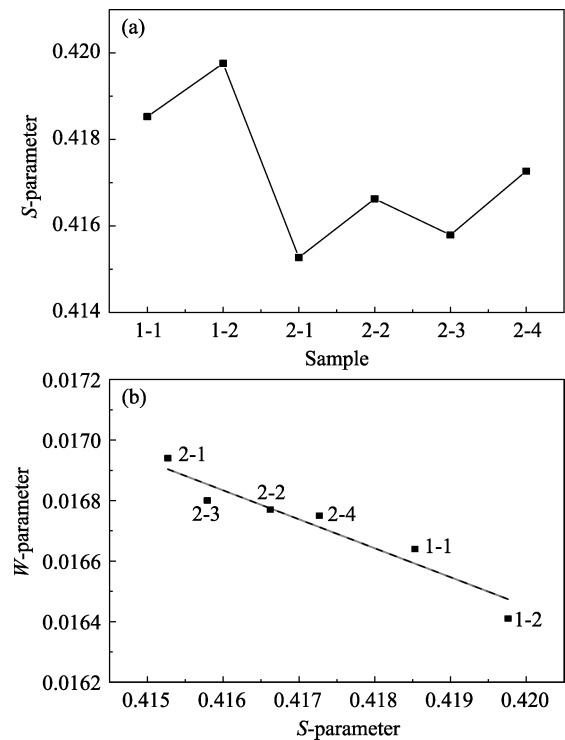


图 6 不同工艺 Yb:YAG 晶体样品的正电子多普勒展宽线性参数 S 和 W 的变化

Fig. 6 Line-shape parameters of Doppler broadening spectra of Yb:YAG crystal samples under different processes (a) Variation of S -parameter values; (b) Plots of S -parameter vs. W -parameter

散射点的晶体内部缺陷略多于无散射点的晶体。两种工艺下不论有无散射点, Yb:YAG 晶体的主要缺陷都是 YAG 结构中的本征缺陷。多普勒展宽图谱包括 S 参数变化及 S - W 参数图谱分析进一步验证了以上结论。

3 结论

应用正电子湮没技术(正电子湮没寿命谱与多普勒展宽谱)研究晶体微观缺陷,推测散射点起源,并得到晶体中存在的主要缺陷,同时对比了两种工艺生长的晶体内部缺陷变化。晶体散射点可能是空位团聚引起的纳米微孔,晶体的主要缺陷是 YAG 结构中的本征缺陷,工艺 1 晶体内部缺陷略多于工艺 2,同一工艺下有散射点的晶体内部缺陷略多于无散射点的晶体,表明正电子湮没技术能灵敏地表征晶体散射点。 S 参数变化及 S - W 谱图进一步验证了正电子寿命结果。X 射线衍射、单晶摇摆曲线及双光路透过率测量与位错实验讨论了晶体质量差异,与正电子实验结果吻合,表明正电子湮没技术能在微观尺度上有效反映晶体质量差异,这为完善激光晶体生长工艺及如何控制 YAG 中的缺陷结构提供了新思路。

参考文献:

- [1] JEONG Y E, SAHU J, PAYNE D A, *et al.* Ytterbium-doped large-core fiber laser with 1.36 kW continuous-wave output power. *Optics Express*, 2004, **12(25)**: 6088.
- [2] LIU Q, GONG M L, PAN Y Y, *et al.* Edge-pumped composite thin-disc Yb:YAG/YAG laser: design and power scaling. *Acta Physical Sinica*, 2004, **53(7)**: 2159.
- [3] LACOVARA P, CHOI H, WANG C, *et al.* Room-temperature diode-pumped Yb:YAG laser. *Optics Letters*, 1991, **16(14)**: 1089.
- [4] DELOACH L D, PAYNE S A, CHASE L, *et al.* Evaluation of absorption and emission properties of Yb³⁺ doped crystals for laser applications. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 1993, **29(4)**: 1179.
- [5] ZHANG Q L, XIAO J Z, SUN D L, *et al.* Crystal growth and spectral parameter computation of Yb:YAG. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2004, **24(10)**: 1157.
- [6] LINARES R C. Growth of garnet laser crystals. *Solid State Communications*, 1964, **2(8)**: 229.
- [7] YANG X B, XU J, LI H J, *et al.* Thermoluminescence properties of carbon doped Y₃Al₅O₁₂(YAG) crystal. *Journal of Applied Physics*, 2009, **106(3)**: 033105.
- [8] JIANG B X, XU J, LI H J, *et al.* Core center distribution of Nd:YAG crystal grown by temperature gradient technique. *Acta Physical Sinica*, 2007, **56(2)**: 1014.
- [9] RUDOLPH P, KIESSLING F M. The horizontal Bridgman method. *Crystal research and technology*, 1988, **23(10/11)**: 1207.
- [10] ARZAKANTSYAN M, ANANYAN N, GEVORGYAN V, *et al.* Growth of large 90 mm diameter Yb:YAG single crystals with Bagdasarov method. *Optical materials express*, 2012, **2(9)**: 1219.
- [11] VIECHNICKI D, SCHMID F. Crystal growth using the heat exchanger method (HEM). *Journal of Crystal Growth*, 1974, **26(1)**: 162.
- [12] JIANG B X, XU J, LI H J, *et al.* Core center distribution of Nd:YAG crystal grown by temperature gradient technique. *Acta Physical Sinica*, 2007, **56(2)**: 1014.
- [13] AGARWAL S. Defect Studies in Metals, Alloys, and Oxides by Positron Annihilation Spectroscopy and Related Techniques. Ohio: Bowling Green State University Doctoral Dissertation, 2021.
- [14] KANSY J. Microcomputer program for analysis of positron annihilation lifetime spectra. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 1996, **374(2)**: 235.
- [15] TUOMISTO F, MAKKONEN I. Defect identification in semiconductors with positron annihilation: experiment and theory. *Reviews of Modern Physics*, 2013, **85(4)**: 1583.
- [16] SCHULTZ P, LYNN K. Interaction of positron beams with surfaces, thin films, and interfaces. *Reviews of Modern Physics*, 1988, **60(3)**: 701.
- [17] ESTEBAN G, PERUJO A, SEDANO L, *et al.* Hydrogen isotope diffusive transport parameters in pure polycrystalline tungsten. *Journal of Nuclear Materials*, 2001, **295(1)**: 49.
- [18] ZYCH E, BRECHER C, GLODO J. Kinetics of cerium emission in a YAG:Ce single crystal: the role of traps. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2000, **12(8)**: 1947.
- [19] LIU F, TAN X, XU S, *et al.* Micro-defects and luminescence of thulium-doped yttrium aluminum garnet single crystals. *Physica B: Condensed Matter*, 2022, **628**: 413568.
- [20] VARNEY C, SELIM F. Positron lifetime measurements of vacancy defects in complex oxides. *Acta Phys. Pol. A*, 2014, **125**: 764.
- [21] SELIM F, WINARSKI D, VARNEY C, *et al.* Generation and characterization of point defects in SrTiO₃ and Y₃Al₅O₁₂. *Results in Physics*, 2015, **5**: 28.
- [22] 杨顺华. 晶体位错理论基础. 北京: 科学出版社, 1988: 68.
- [23] ZHANG Q L, ZHOU W L, LIU W P, *et al.* Crystal growth by Czochralski Yb³⁺: method and spectral properties of GdTaO₄. *Acta Optica Sinica*. 2010, **30(3)**: 849.
- [24] LU W C, ZHANG Q L, LUO J Q, *et al.* Spectral and laser properties of Nd:YSAG single crystal. *Acta Physica Sinica*, 2017, **66(15)**: 146.
- [25] DOU R Q, LI X L, ZHANG Q, *et al.* Growth, spectroscopic properties and laser performance of the 2.1 μm Cr, Tm, Ho: YAG laser crystal. *Journal of Synthetic Crystals*, 2016, **45(6)**: 1435.
- [26] ZHANG L, WU J, STEPANOV P, *et al.* Defects and solarization in YAG transparent ceramics. *Photonics Research*, 2019, **7(5)**: 549.
- [27] SELIM F, SOLODOVNIKOV D, WEBER M, *et al.* Identification of defects in Y₃Al₅O₁₂ crystals by positron annihilation spectroscopy. *Applied Physics Letters*, 2007, **91(10)**: 104105.
- [28] LUKASIEWICZ T. Single Crystals for Laser Technique. *Crystal Materials for Nonlinear Optical Devices and Microgravity Science*, 2002: 78.
- [29] CHEN W B, LIU X C, ZHUO S Y, *et al.* Influence of proton irradiation on defect and magnetism of Yb-doped ZnO doped magnetic semiconductor thin films. *Journal of Inorganic Materials*, 2018, **33(8)**: 903.