

УДК 537.226.4

## ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОГО ОБЛУЧЕНИЯ ИАГ:Nd-ЛАЗЕРОМ НА РЕАЛЬНУЮ СТРУКТУРУ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ $\text{LiNbO}_3$

М.В. Шабарова, Б.Б. Педько

Кафедра физики сегнетоэлектриков и пьезоэлектриков

Исследовано влияние облучения ИАГ:Nd-лазером ( $\lambda = 532$  нм) на реальную структуру чистых и легированных кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ .

**Введение.** Кристаллы ниобата лития (НЛ), обладающие нелинейными свойствами, широко применяются в электрооптике и для управления лазерным излучением - модуляции, отклонения, преобразования частот [1].

Известно, что при облучении пластинок Z-среза  $\text{LiNbO}_3:\text{Fe}$  пучком света с достаточно короткой длиной волны ( $\lambda = 0,44$  мкм) может происходить множественное рождение 180-градусных доменов иглообразной формы, ориентированных строго вдоль оптической оси Z [2]. Было обнаружено, что возникновение таких микродоменов связано с особенностями перераспределения поверхностных зарядов под действием света и наблюдается только вблизи от  $\pm c$  граней кристаллических пластинок. Подобные результаты были получены в [3] при облучении кристаллов второй гармоникой ( $\lambda = 0,53$  мкм) лазера на иттрий-алюминиевом гранате (ЛТИ-709).

В связи с этим в данной работе поставлена задача изучить изменения реальной структуры (включающей в себя макродефекты и доменную структуру), возникающие в кристаллах ниобата лития, как чистых, так и с примесями металлов (фоторефрактивными и нефоторефрактивными), в областях воздействия на поверхность излучением ИАГ:Nd-лазера с варьируемыми мощностью и временем облучения.

**Методика эксперимента.** Объектами исследования служили плоскопараллельные полированные пластины разной толщины, вырезанные из монокристаллов чистого ниобата лития  $\text{LiNbO}_3$  (Z-срез, толщина 0,5 мм и X-срез, толщина 0,5 мм), а также с примесями 0,1 ат. % Mn (Z-срез, толщина 0,5 мм и X-срез, толщина 0,5 мм); 0,1 ат. % Fe (Z-срез, толщина 0,5 мм); 0,5 ат. % Fe (Y-срез, толщина 0,5 мм) и 0,1 ат. % V (Z-срез, толщина 1 мм).

Монокристаллы  $\text{LiNbO}_3$  были выращены в направлении Z методом Чохральского и подготовлены к исследованию в ИФТТП АН Белоруссии. Пластины вырезались как перпендикулярно, так и параллельно оси Z и были сориентированы с отклонением не более  $10^\circ$ .

Облучение образцов проводилось в МИРЭА (Москва) с помощью ИАГ:Nd-лазера с использованием второй гармоники ( $\lambda = 532$  нм), продолжительность импульса 15 нс. Мощность излучения варьировалась от 0,5 мДж до 5 мДж в импульсе. Время экспонирования составляло от 0,5 до 60 с.

Кристаллы ориентировались так, чтобы направление сканирования луча лазера соответствовало одной из кристаллофизических осей  $X$  или  $Y$ . Облучение проводилось как в случае распространения света вдоль полярной оси  $Z$ , так и в направлении оси  $Y$ . Радиационное световое воздействие было точечным, луч фокусировался на поверхности кристалла, апертура луча составляла порядка 0,1 мм, расстояние между точками облучения - порядка 0,5 мм. Разные условия эксперимента достигались как изменением мощности импульсов, так и изменением времени экспонирования.

Для анализа соответствия наблюдаемой поляризационно-оптическим методом доменной структуры и структуры дефектов образцы подвергались травлению.

Традиционно монокристаллы ниобата лития исследуются с помощью травления в расплаве КОН при 400 °С в течение 15-60 с; в смеси 30 % перекиси водорода и гидроксида натрия (2:1) при 50 °С в течении 15 мин или смесью HF и HNO<sub>3</sub> (1:2) при 110 °С [1; 4]. Однако использование столь агрессивных травителей и высоких температур существенно затрудняет процесс исследования (при температурах выше 100 °С оптическая неоднородность в кристаллах НЛ не наблюдается).

Нами были разработаны новые составы травителей, позволившие выявить высококонтрастную картину травления как доменной, так и дефектной структур кристалла при достаточно низкой температуре. В первом случае (I) применялся щелочной раствор NaOH при комнатной температуре - предварительный травитель, далее травление происходило при температуре 50 °С в течение 30 мин смесью кислот HNO<sub>3</sub> и HF в соотношении 2:1 - основной травитель. В качестве катализатора в этом случае выступал KBr. Время травления составляло также 30 мин. Во втором случае (II) использовался щелочной травитель, который включал в себя 3 % раствор КОН с добавлением 30 % перекиси водорода в соотношении 1:2. Время травления составило 7-10 мин. В третьем случае (III) использовалась смесь кислот HNO<sub>3</sub> и HF в соотношении 2:1 с добавлением FeCl<sub>3</sub>. Травление происходило при температуре 30 °С. Время травления составило 40 мин.

Изучение структуры, наблюдаемой на исследуемых образцах чистого и примесного ниобата лития, осуществлялось поляризационно-оптическим методом с помощью микроскопа МПСУ-1У. Образец помещался между скрещенными поляризаторами на вращательном столике микроскопа.

Исследование картин травления для большей контрастности и наглядности проводилось с помощью микроскопа NEOFOT. Визуально наблюдаемая картина фиксировалась видеокамерой. Для дальнейшей цифровой обработки выбранные кадры видеопоследовательности переносились в файлы растрового графического формата.

**Результаты эксперимента и их обсуждение.** В результате химического травления образцов были классифицированы следующие типы реальной структуры в монокристаллах ниобата лития:

1) доменная структура с доменами размером 100-400 мкм, располагающимися в матрице основного домена;

2) доменная структура в виде микродоменов размером 1-5 мкм, визуализируемых в виде правильных фигур травления, имеющих симметрию, присущую классу 3m;

3) дислокационная структура с плотностью дислокаций  $10^4$ - $10^6$  см<sup>-2</sup>, которые могут быть локализованы в местах механических повреждений, а также в ряде случаев проявляющаяся в виде цепочек;

4) субструктура (по терминологии Ю.П. Пшеничнова [5]), связанная, по нашему мнению, с дефектными кластерами различного рода.

Полученные нами результаты сходны с описанными в работе [6].

Результаты, полученные в процессе наблюдения поляризационно-оптическим методом образцов, подвергавшихся облучению, представлены на рис. 1 и 2. Как можно видеть, в кристалле LiNbO<sub>3</sub>+0,1 ат. % Fe (Z-срез) оптический след локального лучевого воздействия проявляется достаточно отчетливо (рис. 1), а в кристалле LiNbO<sub>3</sub>+0,1 ат. % Mn (Z-срез) - только в местах, где произошло лучевое механическое повреждение кристалла (рис. 2).



Рис. 1. Картина, наблюдаемая на кристалле LiNbO<sub>3</sub>+0,1 ат. % Fe (Z-срез). Поле зрения 1,5×1,5 см



Рис. 2. Картина, наблюдаемая на кристалле LiNbO<sub>3</sub>+0,1 ат. % Mn (Z-срез). Поле зрения 1×1 см

При поляризационно-оптических исследованиях облученных светом ИАГ:Nd-лазера вышеперечисленных кристаллов было установлено, что оптический след воздействия хорошо визуализируется и имеет наибольшую контрастность только в кристаллах с фоторефрактивными примесями: 0,1 ат. % Fe (Z-срез) и 0,1 ат. % Mn (Z-срез); менее выражен в кристаллах чистого LiNbO<sub>3</sub> (Z-срез) и с примесью 0,1 ат. % V (Z-срез); практически не выражен в кристаллах чистого LiNbO<sub>3</sub> (X-срез), с примесью 0,1 ат. % Mn (X-срез) и с примесью 0,5 ат. % Fe (Y-срез). Т.е. указанный эффект проявлял анизотропию для всех исследованных кристаллов и проявлялся в более слабой степени либо не проявлялся вовсе на неполярных срезах кристаллов. Эти факты позволяют утверждать, что образовавшийся при радиационном световом воздействии оптический след связан с фоторефрактивным эффектом.

Нами зафиксирована возможность изменения характера поляризационно-оптических картин в местах локального облучения в

кристалле  $\text{LiNbO}_3 + 0,1 \text{ ат. \% V}$  (Z-срез). На рис. 3, б показана структура в виде точек, которая трактуется нами как микродоменная структура, возникшая в результате лучевого воздействия.

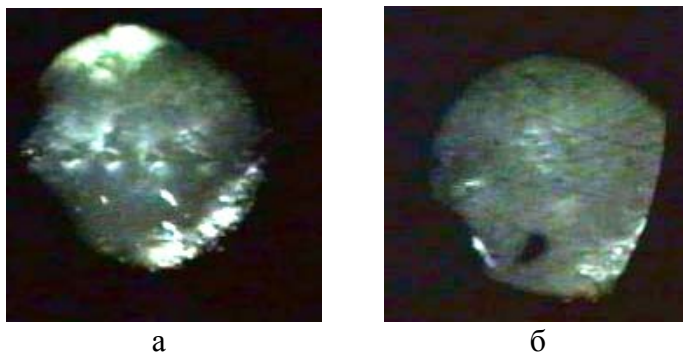


Рис. 3. Картина, наблюдаемая на кристалле  $\text{LiNbO}_3 + 0,1 \text{ ат. \% V}$  (Z-срез). Поле зрения  $0,4 \times 0,4$  (а) и  $0,05 \times 0,05$  см



Рис. 4. Картина, наблюдаемая на кристалле  $\text{LiNbO}_3 + 0,1 \text{ ат. \% Mn}$  (X-срез) после травления. Поле зрения  $0,02 \times 0,02$  см

Как видно (рис. 4), на кристалле  $\text{LiNbO}_3 + 0,1 \text{ ат. \% Mn}$  (X-срез) в местах лучевого воздействия после травления выявляется структура в виде бесформенных ямок травления, относительно равномерно распределенных по площади, подвергнутой лучевому воздействию. Такая картина может быть связана с распределением механических напряжений в областях локального облучения.

Было также обнаружено, что при импульсном воздействии развивался эффект механического лучевого повреждения кристалла. Механическое повреждение развивалось по-разному в различных кристаллах и имело анизотропию, проявляющуюся в различных пороговых значениях мощности и времени облучения.

На рис. 5 представлены картины, наблюдавшиеся на кристалле чистого  $\text{LiNbO}_3$  (X-срез) в местах лучевого воздействия. Рисунки расположены в порядке увеличения времени облучения от 45 до 60 с при мощности локального лучевого воздействия 5 мДж в импульсе. Причем если при наименьшем времени облучения след визуализируется в виде точек, локализованных в области лучевого воздействия, то при большем наблюдается

сильное механическое повреждение кристалла. Как нам представляется, при развитии лучевого пробоя имеются пороговые мощности, начиная с которых кристаллы подвержены механическому лучевому разрушению.

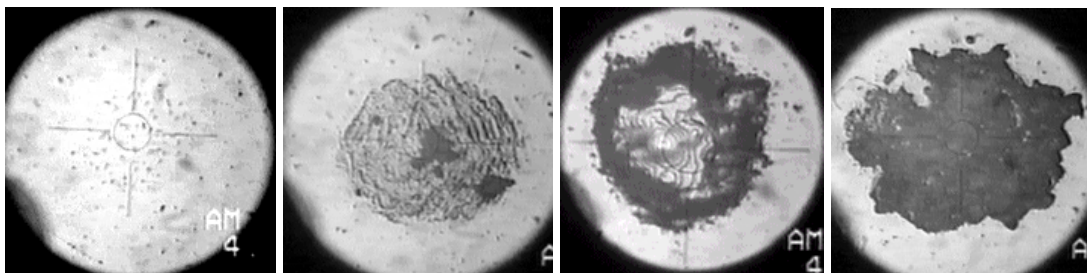


Рис.5. Лучевой след, наблюдаемый на кристалле чистого  $\text{LiNbO}_3$  (X-срез). Поле зрения  $0,015 \times 0,015$  см

Было установлено, что наиболее стойкими к лучевому воздействию являются кристалл чистого  $\text{LiNbO}_3$  (Z-срез), кристаллы  $\text{LiNbO}_3$  с примесью 0,5 ат. % Fe (Y-срез) и с примесью 0,1 ат. % V (Z-срез). Меньшая лучевая прочность наблюдалась у кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  с примесью 0,1 ат. % Fe (Z-срез) и 0,1 % Mn (X-срез). Наименее устойчивыми к лучевому воздействию оказались кристаллы чистого  $\text{LiNbO}_3$  (X-срез) и с примесью 0,1 ат. % Mn (Z-срез).

Благодарим Б.Б. Педько за научное руководство, Н.Ю. Франко за участие в работе и И.И. Сорокину за помощь в постановке эксперимента.

Работа выполнена при поддержке РФФИ по гранту №01-02-16511 и NWO по проекту №16-04-1999.

#### Литература

1. Кузьминов Ю.С. Электрооптический и нелинейнооптический кристалл ниобата лития. М.: Наука, 1987.
2. Лемешко В.В., Обуховский В.В. Домены в фотовозбужденном  $\text{LiNbO}_3:\text{Fe}$  // ФТТ. 1988. Т. 30, № 6. С. 1614-1618.
3. Голенищев-Кутузов А.В., Калимуллин Р.И. Фотоиндуцированные домены в ниобате лития // ФТТ. 1998. Т. 40, № 3. С. 531-533.
4. Сорокина И.И., Педько Б.Б. Способ травления монокристаллов ниобата лития: А.с. 1583479 от 07.07.1988.
5. Пшеничнов Ю.П. Выявление тонкой структуры кристаллов. М.: Металлургия, 1974.
6. Франко Н.Ю., Педько Б.Б., Сорокина И.И., Хохонина Н.А. Реальная структура и оптическая неоднородность кристаллов ниобата лития // Изв. РАН. Сер. Физ. 2000. Т. 64, N 64. С. 1140-1144.