

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ЛАЗЕРНОЙ КОНОСКОПИИ ДЛЯ АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ ОПТИЧЕСКОГО КАЧЕСТВА КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА ЛИТИЯ

О. Ю. ПИКУЛЬ¹, Н. В. СИДОРОВ², М. Н. ПАЛАТНИКОВ²

¹ Дальневосточный государственный университет путей сообщения, 680021, Хабаровск, Россия
E-mail: pikoul2008@gmail.com

² Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева
Кольского научного центра РАН, 184209, Апатиты, Россия

Представлены результаты исследований методом лазерной коноскопии оптической однородности серии монокристаллов $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$ (4,46—7,5 мол. % Zn^{2+}), обладающих низкими эффектом фоторефракции и коэрцитивным полем. Анализ полномасштабных коноскопических картин в поляризованном лазерном излучении подтверждает скачкообразный (пороговый) характер влияния цинка на оптические свойства монокристаллов при изменении концентрации. Максимальные значения угла аномальной двуосности и аномального двулучепреломления зафиксированы для образца $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}^{2+}$, концентрация цинка в котором составляет 75 мол. %.

Ключевые слова: коноскопическая картина, ниобат лития, оптическая однородность, оптические аномалии, легирование

Метод лазерной коноскопии [1—4] предназначен для обнаружения внутренних дефектов, связанных с неоднородностью показателей преломления оптических кристаллических материалов. Этот метод в сочетании с методами комбинационного рассеяния света и фотоиндуцированного рассеяния света [5, 6] эффективен для оценки оптического качества нелинейно-оптических монокристаллов ниобата лития разного состава, выращенных из расплава методом Чохральского [7—9].

Для визуального наблюдения дефектов в выращенных кристаллах применялась экспериментальная установка, описанная в работах [1, 2], в которой монокристаллический образец размещен между скрещенными поляризатором и анализатором на подвижной двухкоординатной подставке, что позволяет лазерным лучом сканировать плоскость входной грани и получать множество коноскопических картин, соответствующих различным участкам поперечного сечения исследуемого образца. Рассеиватель — матовое стекло — помещен в непосредственной близости от входной грани образца.

В случае отсутствия внутренних дефектов коноскопическая картина монокристалла ниобата лития в каждой точке входной грани представляет собой систему концентрических черных и светлых колец-изохром с центром на оси системы с черным „мальтийским крестом“, состоящим из двух ветвей-изогири. При постоянном радиусе каждого кольца-изохромы коноскопической картины и отсутствии просветления в центре черного „мальтийского креста“ делают вывод об оптической однородности кристалла в данной точке входной грани в направлении просвечивания и об отсутствии аномального двулучепреломления.

Кристалл ниобата лития в идеальных условиях является одноосным, но под действием напряжений, возникающих при легировании и термическом режиме получения монокристалла, в плоскости, перпендикулярной его оптической оси, может возникать аномальная двуосность, которая проявляется при наблюдении в сходящемся поляризованном излучении в виде искажения формы изохром и расхождения изогири на угол $2V$, характеризующий деформацию оптической индикатрисы [10].

Измерение (на экране) расстояния b между выходами оптических осей позволяет с учетом геометрии эксперимента, расстояния L от выходной грани кристалла до экрана, а также закона преломления определить угол $2V$ между наведенными оптическими осями в кристалле:

$$\sin V = \frac{\arctg(b/2L)}{n_0}. \quad (1)$$

Аномальное двулучепреломление Δn определяется из соотношения [11]

$$\operatorname{tg}^2 V = \frac{\Delta n}{|n_0 - n_e|}. \quad (2)$$

Проанализируем коноскопические картины, полученные при сканировании серии кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ при различных значениях плотности мощности лазерного излучения (P), $\lambda=532$ нм, толщине образцов 10 мм.

Коноскопические картины кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4,46 мол. % — твердофазное легирование) не обнаруживают значительных отклонений от картин одноосного кристалла — рис. 1, a — 1, 2, b — 1, 2.

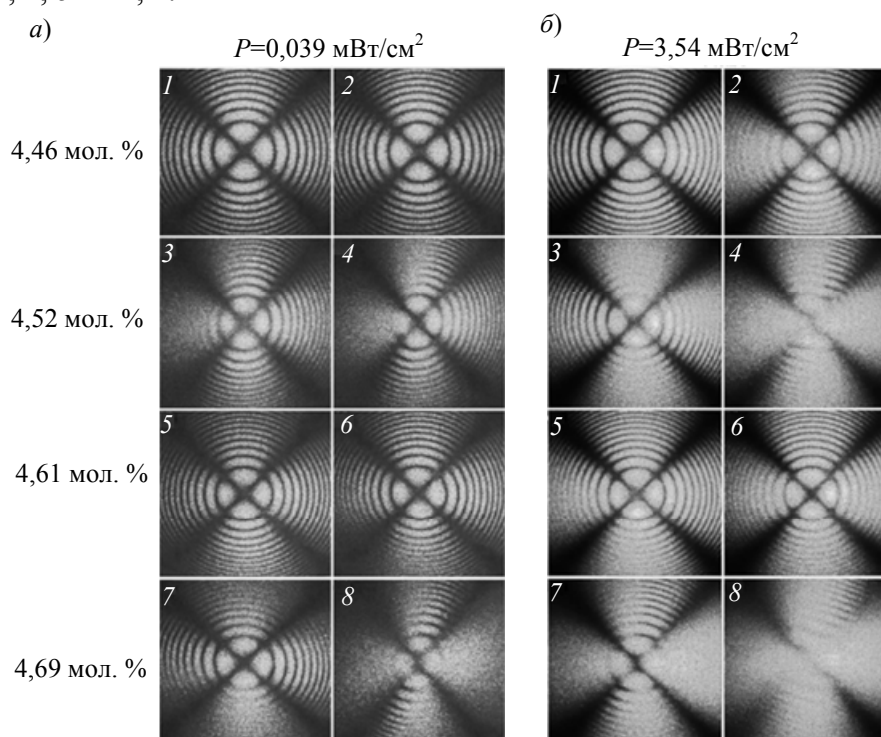


Рис. 1

Коноскопические картины кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4,52 мол. % — твердофазное легирование) приобретают некоторые аномалии — рис. 1, a — 3, 4, b — 3, 4, а именно: четкость и контраст изображения значительно снижены, изохромы имеют вид эллипсов, деформирован „мальтийский крест“, но выходы оптических осей не проявлены. При увеличении значения P искажения коноскопических картин данного образца усиливаются — рис. 1, b — 3, 4. Вероятно, такая деформация связана с большей рассеивающей способностью кристалла, что было обнаружено по результатам исследования фотоиндуцированного рассеяния света.

Коноскопические картины кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4,61 мол. % — твердофазное легирование) характерны для одноосного кристалла — рис. 1, a — 5, 6, что подтверждает оптическую однородность образца. Однако при увеличении значения P усиливается размытость коноскопического изображения (рис. 1, b — 6), наблюдается деформация ветвей „мальтийского креста“, особенно заметная в левой полуплоскости коноскопической картины. Это указывает на наличие оптической неоднородности исследуемого образца.

Коноскопические картины образца $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4,69 мол. % — гомогенное легирование) — рис. 1, *а* — 7, 8, 1, *б* — 7, 8, свидетельствуют об аномальной оптической двуосности. На коноскопической картине рис. 1, *а* — 8 заметны расхождение „мальтийского креста“ в вертикальном направлении, что соответствует направлению деформации оптической индикатрисы кристалла, а также трансформация колец-изохром в эллипсы. При увеличении значения P на этой коноскопической картине становятся неразличимы фрагменты „мальтийского креста“ в центре. Для этого образца расчет по формулам (1), (2) показывает максимальное значение угла наведенных оптических осей $2V = 20,6'$ и, как следствие, максимальное аномальное двулучепреломление $\Delta n = 0,07 \cdot 10^{-5}$ (рис. 1, *а* — 8); при увеличении P соответствующие значения для данного образца, наоборот, снижаются: $2V = 10'$, $\Delta n = 0,023 \cdot 10^{-5}$ (рис. 1, *б* — 7).

Результаты исследования оптической однородности кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4,46—4,69 мол. %), полученных с применением разных способов легирования (гомогенного и твердофазного), до и после монодоменизации кристаллов, при сканировании по плоскости входной грани кристаллов, при различной плотности мощности лазерного излучения (0,039 и 3,54 мВт/см²) показали, что увеличение значения P не приводит к значительным искажениям коноскопических картин, как это наблюдалось для кристаллов с более сильным фоторефрактивным откликом. Поэтому деформации коноскопических картин (искажения колец-изохром и „мальтийского креста“, дополнительные интерференционные полосы) обусловлены не эффектом фоторефракции, а наличием в кристаллах пространственных структурных дефектов и искажениями оптической индикатрисы, вызванными механическими напряжениями или композиционной неоднородностью кристалла.

Применение гомогенного легирования при выращивании кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$, согласно результатам лазерной коноскопии, привело к ухудшению их оптического качества по сравнению с кристаллами, выращенными при использовании твердофазного легирования. Такие же результаты были получены для кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4,46—4,69 мол. %), не подвергнутых монодоменизации.

Анализ коноскопических картин серии кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ с высоким содержанием Zn (4—7,5 мол. %), при толщине образцов 40 мм, $P = 3,54$ мВт/см², $\lambda = 532$ нм и большом шаге (4, 5, 6,5, 7, 7,5 мол. %) по концентрации легирующей примеси показал (рис. 2), что все коноскопические картины содержат достаточно большое количество дефектов — на всех картинах присутствуют признаки аномальной оптической двуосности.

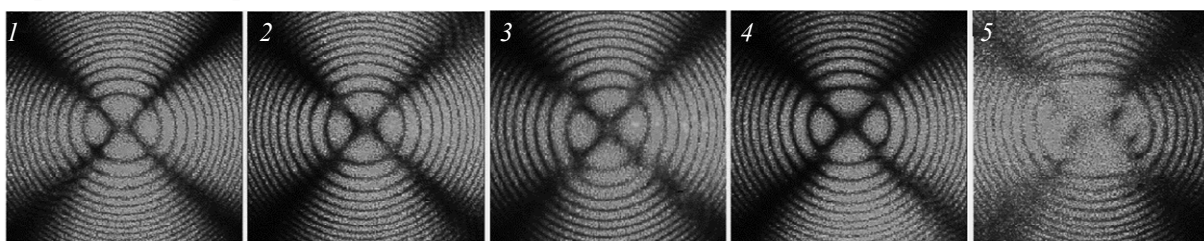


Рис. 2

В целом оптическая однородность ухудшается с увеличением содержания Zn в кристаллах от 4 до 7,5 мол. %, при этом в соответствии с расчетом по формуле (1) угол аномальных оптических осей увеличивается от значения $2V = 12'$ для образца $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (4 мол. %) (рис. 2 — 1) до значения $2V = 24'$ для образца $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (7,5 мол. %) — рис. 2 — 5. Соответственно на порядок возрастает аномальное двулучепреломление: от $\Delta n = 0,026 \cdot 10^{-5}$ до $\Delta n = 0,557 \cdot 10^{-5}$.

Концентрация Zn в кристаллах ниобата лития, составляющая 7,5 мол. %, является „пороговой“, при такой высокой концентрации дефекты Nb_{Li} , отвечающие за эффект фоторефракции, в структуре кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ практически полностью отсутствуют.

Необходимо отметить, что коноскопическая картина кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}^{2+}$ (7 мол. %) — рис. 2 — 4, несмотря на высокую концентрацию легирующей примеси, наиболее соответствует

одноосному кристаллу по сравнению с коноскопическими картинками остальных образцов. Следовательно, оптическая однородность исследованных кристаллов $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}^{2+}$ (4—7,5 мол. %) немонотонно зависит от концентрации легирующей примеси: при концентрации Zn, составляющей 7,0 мол. %, получен кристалл $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}^{2+}$ более высокого оптического качества.

Исследования оптической однородности серии сильно легированных кристаллов LiNbO_3 (4,46—7,5 мол. % Zn) с использованием лазерной коноскопии показали достаточно высокую чувствительность коноскопических картин к появлению аномальной двуосности в теоретически одноосных кристаллах, что позволяет непосредственно анализировать и оценивать возникновение аномального двулучепреломления.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пикуль О. Ю., Алексеева Л. В., Повх И. В., Строганов В. И., Рудой К. А., Толстов Е. В., Криштон В. В. Особенности оптической системы для создания коноскопических фигур больших размеров // Изв. вузов. Приборостроение. 2004. Т. 47, № 12. С. 53—55.
2. Пикуль О. Ю., Рудой К. А., Строганов В. И., Кидяров Б. И., Пасько П. Г. Поляризационная неустойчивость и сверхчувствительность коноскопических фигур оптических кристаллов // Изв. вузов. Приборостроение. 2005. Т. 48, № 9. С. 37—41.
3. Пикуль О. Ю., Куликова Г. В., Строганов В. И. Трансформация коноскопических картин кристалла при изменении оптической системы наблюдения // Изв. вузов. Приборостроение. 2013. Т. 56, № 1. С. 55—58.
4. Pikoul O. Y. Determination of optical sign of a crystal by conoscopic method // J. Appl. Cryst. 2010. N 43. P. 949—954.
5. Кузьминов Ю. С., Электрооптический и нелинейно-оптический кристалл ниобата лития. М.: Наука, 1987. 264 с.
6. Сидоров Н. В., Волк Т. Р., Маврин Б. Н., Калиников В. Т. Ниобат лития: дефекты, фоторефракция, колебательный спектр, поляритоны. М.: Наука, 2003. 255 с.
7. Palatnikov M., Pikoul O., Sidorov N., Makarova O., Bormanis K. Conoscopic studies of optical homogeneity of the $\text{LiNbO}_3\text{:Mg}$ crystals // Ferroelectrics. 2012. N 436. P. 19—28.
8. Sidorov N. V., Kruk A. A., Pikoul O. Y., Palatnikov M. N., Teplyakova N. A., Yanichev A. A., Makarova O. V. Integrated research of structural and optical homogeneities of the lithium niobate crystal with low photorefractive effect // Optik. 2015. N 126. P. 1081—1089.
9. Pikoul O. Y., Sidorov N. V., Teplyakova N. A., Palatnikov M. N. The laser conoscopy of lithium niobate crystals of different composition // Proc. SPIE APCOM. 2016. 101761R.
10. Сиротин Ю. И., Шаскольская М. П. Основы кристаллофизики. М.: Наука, 1979. 640 с.
11. Штукенберг А. Г., Пунин Ю. О. Оптические аномалии в кристаллах. СПб: Наука, 2004. 263 с.

Сведения об авторах

Ольга Юрьевна Пикуль

— канд. физ.-мат. наук, доцент; Дальневосточный государственный университет путей сообщения, кафедра физики и теоретической механики; E-mail: pikoul2008@gmail.com

Николай Васильевич Сидоров

— д-р физ.-мат. наук, профессор; ИХТРЭМС КНЦ РАН, лаборатория материалов электронной техники, сектор колебательной спектроскопии и структурных исследований; зав. сектором; E-mail: sidorov@chemistry.kolasc.net.ru

Михаил Николаевич Палатников

— д-р техн. наук; ИХТРЭМС КНЦ РАН, лаборатория материалов электронной техники, сектор твердотельных материалов акусто- и оптоэлектроники; зав. сектором; E-mail: palat_mn@chemistry.kolasc.net.ru

Поступила в редакцию
18.10.18 г.

Ссылка для цитирования: Пикуль О. Ю., Сидоров Н. В., Палатников М. Н. Использование метода лазерной коноскопии для анализа и оценки оптического качества кристаллов ниобата лития // Изв. вузов. Приборостроение. 2019. Т. 62, № 3. С. 256—260.

USING THE LASER CONOSCOPY METHOD FOR THE ANALYSIS AND EVALUATION OF OPTICAL QUALITY OF LITHIUM NIOBATE CRYSTALS

O. Yu. Pikoul¹, N. V. Sidorov², M. N. Palatnikov²

¹ Far Eastern State Transport University, 680021, Khabarovsk, Russia
E-mail: pikoul2008@gmail.com

² I. V. Tananaev Institute of Chemistry and Technology of Rare Elements and Mineral Raw Materials, Kola Science Center of the RAS, 184209, Apatity, Russia

Results obtained by the conoscopic method in the study of LiNbO₃: Zn crystals with a low photorefraction effect in the concentration range of 4.46—7.5 mol. % ZnO are presented. Analysis of full-scale conoscopic patterns in the polarized laser radiation confirms the abrupt (threshold) nature of the effect of zinc on the optical properties of single crystals when the concentration changes. The maximum value of anomalous biaxiality angle of $2V = 24'$ and anomalous birefringence $\Delta n = 0.557 \cdot 10^{-5}$ are recorded for a sample of LiNbO₃: Zn with concentration of 7.5 mol. %.

Keywords: conoscopic pattern, lithium niobate, optical homogeneity, optical anomalies, alloying

REFERENCES

1. Pikoul O.Y., Alekseyeva L.V., Povkh I.V., Stroganov V.I., Rudoy K.A., Tolstov E.V., Krishtop V.V. *Journal of Instrument Engineering*, 2004, no. 12(47), pp. 53–55. (in Russ.)
2. Pikoul O.Y., Rudoy K.A., Stroganov V.I., Kidyarov B.I., Pas'ko P.G. *Journal of Instrument Engineering*, 2005, no. 9, pp. 37–41. (in Russ.)
3. Pikoul O.Y., Kulikova G.V., Stroganov V.I. *Journal of Instrument Engineering*, 2013, no. 1, pp. 55–58. (in Russ.)
4. Pikoul O.Y. *J. Appl. Cryst.*, 2010, no. 43, pp. 949–954.
5. Kuz'minov Yu.S. *Elektroopticheskiy i nelineynoopticheskiy kristall niobata litiya* (Electro-Optical and Nonlinear-Optical Lithium Niobate Crystal), Moscow, 1987, 264 p. (in Russ.)
6. Sidorov N.V., Volk T.R., Mavrin B.N., Kalinikov V.T. *Niobat litiya: defekty, fotorefraktsiya, kolebatel'nyy spektr, polyaritony* (Lithium Niobate: Defects, Photorefractive Index, Vibrational Spectrum, Polaritons), Moscow, 2003, 255 p. (in Russ.)
7. Palatnikov M., Pikoul O., Sidorov N., Makarova O., Bormanis K. *Ferroelectrics*, 2012, no. 436, pp. 19–28.
8. Sidorov N.V., Kruk A.A., Pikoul O.Y., Palatnikov M.N., Teplyakova N.A., Yanichev A.A., Makarova O.V. *Optik*, 2015, no. 126, pp. 1081–1089.
9. Pikoul O.Y., Sidorov N.V., Teplyakova N.A., Palatnikov M.N. *Proc. SPIE APCOM*, 2016, pp. 101761R.
10. Sirotn Yu.I., Shaskol'skaya M.P. *Osnovy kristallogiziki* (Basics of Crystal Physics), Moscow, 1979, 640 p. (in Russ.)
11. Shtukenberg A.G., Punin Yu.O. *Opticheskiye anomalii v kristallakh* (Optical Anomalies in Crystals), St. Petersburg, 2004, 263 p. (in Russ.)

Data on authors

- Olga Yu. Pikoul** — PhD, Associate Professor; Far Eastern State Transport University, Department of Physics and Theoretical Mechanics; E-mail: pikoul2008@gmail.com
- Nikolay V. Sidorov** — Dr. Sci., Professor; I. V. Tananaev Institute of Chemistry and Technology of Rare Elements and Mineral Raw Materials, Kola Science Center of the RAS, Laboratory of Materials for Electronic Engineering, Sector of Vibrational Spectroscopy and Structural Studies; Head of the Sector; E-mail: sidorov@chemy.kolasc.net.ru
- Mikhail N. Palatnikov** — Dr. Sci.; I. V. Tananaev Institute of Chemistry and Technology of Rare Elements and Mineral Raw Materials, Kola Science Center of the RAS, Laboratory of Materials for Electronic Engineering, Sector of Solid-State Materials of Acoustic and Optoelectronics; Head of the Sector; E-mail: palat_mn@chemy.kolasc.net.ru

For citation: Pikoul O. Yu., Sidorov N. V., Palatnikov M. N. Using the laser conoscopy method for the analysis and evaluation of optical quality of lithium niobate crystals. *Journal of Instrument Engineering*. 2019. Vol. 62, N 3. P. 256—260 (in Russian).

DOI: 10.17586/0021-3454-2019-62-3-256-260