

^{60}Co 照射正电子湮没研究YAP晶棒芯部固有结构缺陷

史子康 吴锦华

(中国科学院福建物质结构研究所, 福州)

摘要: 本文通过 ^{60}Co 的 γ 照射及正电子湮没寿命谱学测量, 研究了1%Nd:YAP晶棒芯部的固有结构缺陷及其“浸泡”前后的变化规律, 说明了“浸泡”工艺是改善芯部缺陷的一种好手段。通过1100℃ H_2 中10h退火实验, 虽然有褪白效应, 然而, 副效应是大的。

Study on the intrinsic structure defects in core location of YAP
crystal stick by means of ^{60}Co irradiating and PAT

Shi Zikang, Wu Jinhua

(Fujian Institute of Material Structure, Academia Sinica)

Abstract: In this paper, the intrinsic structure defects of 1% Nd:YAP crystal core have been researched by using ^{60}Co irradiation and spectrum measurement of positive electron life, named “immersion”. The research results show that the “immersion” technique is a good method to improve structure defects of Nd:YAP crystal core. Annealing in 1100 hydrogen atmosphere for 10h has fade function, but additional action is permitted not to neglect.

一、引言

在 N_2 气中用高频加热引上法从铌坩锅中生长的1%Nd:YAP晶棒无色心^[1], 存在中心髓、包裹、位错、进杂严重的芯部。使用的棒是在边缘应力小的区域进行切割, 芯部存在造成材料浪费。芯部不但有负电性空位, 大小空位团及空洞^[2], 还存在大量的正电性空位, 大小空位团。如果能全面了解它们的分布及变化规律, 找出改善芯部质量和缩小芯部办法, 对生长出最大可利用体积的高质量晶棒是有利的。本文介绍用 ^{60}Co 照射 e^+ 湮没技术研究晶体芯部固有结构缺陷及化学配比偏离、含杂量不同、“浸泡”工艺、退火对其影响。

二、方法原理

我所生长的Nd:YAP单晶在 $1835^\circ\text{C} \leq T \leq 1875^\circ\text{C}$ 是稳定态。当 $T \leq 1835^\circ\text{C}$ 时, 在 1875°C 生长的Nd:YAP有相变趋势, 出现结构畸变、氧原子逸出, 形成氧空位 V_o 。原料化学配比偏离也会产生 V_o (及负性空位 V_n)。除外, 杂质如C, Ir, Fe等其它过渡金属原子, 在晶体

生长中均会进杂、包裹^[3,4],在芯部特别多。过渡金属原子主要取代Al,进入八面体格位。由于电价及空间体积不平衡,替代式进杂后需形成一定量的 V_{Al} 和 V_{O} 。点阵应力松弛也要产生 V_{Al} 和 V_{O} 。因此,晶棒芯部 V_{Al} 浓度高,对 e^+ 很难捕获。 ^{60}Co 照射对YAP晶体可实现均匀。 γ 与Nd:YAP作用主要是电离效应, $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{O}^{-1} + e^-$ 。跟随 e^- 被捕获,形成 F^+ , $F_{\text{心}}$, $F_{\text{心}}^- \dots e^+$ 与 O^{-1} 作用弱, $F_{\text{心}}$, $F_{\text{心}}^-$ 会捕获 e^+ , F^+ 捕获力差。电离中 e^- 够多,就可实现完善的 $F_{\text{心}}^+$ 到 $F_{\text{心}}$ 转化。 γ 照射起到 V_{Al} 对 e^+ 的敏化作用。因此,对剂量大小需加判断。图1表示3*棒照射后的吸光度 A 曲线。标志0,1,2分别代表剂量 $D=0, 5 \times 10^5 \text{R}, 15 \times 10^5 \text{R}$ 的照射。图2是去除Nd:YAP固有吸收影响的色心曲线。 ΔA_1 与 ΔA_2 十分接近, $|A_2 - A_1| \leq 0.03$,峰位不变, $A_2 - A_1$ 的变化是由于两次照射过程中各种心相对含量不同造成的。因此,在研究中采用 $D = 15 \times 10^5 \text{R}$ 的照射可将绝大多数的 F^+ 变成 $F_{\text{心}}$ 。

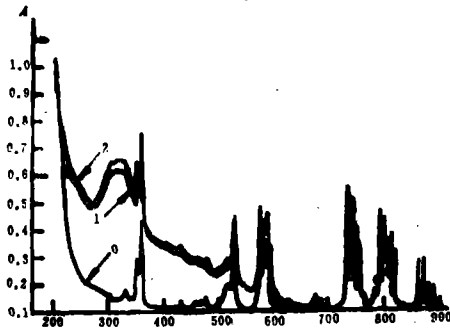


图1 3*晶棒的吸光度曲线

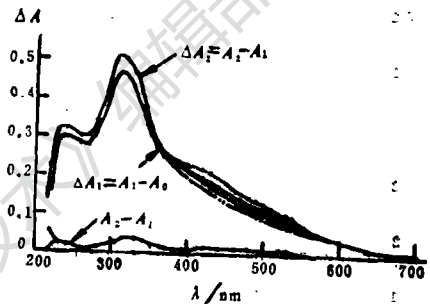


图2 吸光度改变量随波长变化曲线

三、实 验

1. 样品制备

用高频加热引上法生长的三根1%Nd:YAP $\phi 30\text{mm}$ 的单晶棒,记为1*,2*和3*。生长中拉速、晶转、温场等条件均接近相同。在1*,2*的原料中 Cl^- 含量均控制在ppm以下。1*的原料按 $\text{Y}_{0.99}\text{Nd}_{0.01}\text{AlO}_3$ 配比,2*的 Y_2O_3 比1*增加2%。3*的原料中含 Cl^- 大约有几百ppm,配比为1*相同。1*,3*晶棒在生长中均采用了“浸泡”工艺,前者“浸泡”6h,后者是3h。2*晶棒无“浸泡”直接等径提拉形成的。对所有实验用的晶棒,扩肩转拉直处割出2mm厚的晶片,对应于“浸泡”生长界面F侧等径拉直20mm处(无“浸泡”晶体也是如此),再切出2mm厚的晶片。切割面经严格细磨和抛光,然后沿中央切成两半构成供 e^+ 湮没测试的样品对。

2. 实验结果

e^+ 湮没寿命谱参数测量的方法原理及使用的仪器见文献[5~6]。为了获得较高的测量精度,减少芯部周围不均匀性对测量的影响,寻找出因原料含杂不同、配比不同、有无“浸泡”、“浸泡”时间长短以及退火对芯部结构缺陷的影响,采用了对各样品芯部等精度“重复”测量8次,每次“重复”测量时,放射源 $\phi 5\text{mm}$ 的窗口相对中心略有移动,测量后对所得的 e^+ 湮没寿命谱学参数进行平均,结果表示在表1~4中。

表中 N_0 不同符号说明如下:A,B分别代表“浸泡”前、后的样品;a,b代表无“浸泡”直接等径提拉的晶体对应于A,B相应位置切割的样品;下标 $j=1,2$ 分别代表接受 ^{60}Co

表1 三根晶棒芯部在⁶⁰Co照射后的平均e⁺湮没参数

No.	T ₁ (ns)	T ₂ (ns)	T ₃ (ns)	I ₁ (%)	I ₂ (%)	I ₃ (%)	k _d (10 ⁹ s ⁻¹)	k _D (10 ⁹ s ⁻¹)	τ _f (ns)	τ _m (ns)
1*(A ₁)	0.1468 ±0.0013	0.3515 ±0.0033	1.607 ±0.007	48.70 ±0.36	34.38 ±0.70	16.92 ±0.10	1.364	1.047	0.2272	0.4642
1*(B ₁)	0.1521 ±0.0295	0.3767 ±0.0069	1.630 ±0.014	50.40 ±0.63	32.59 ±1.27	17.01 ±0.16	1.278	1.014	0.2335	0.4767
1*(A ₂)	0.1411 ±0.0051	0.3431 ±0.0074	1.611 ±0.012	45.55 ±1.16	36.73 ±1.83	17.72 ±0.17	1.533	1.145	0.2268	0.4758
1*(B ₂)	0.1501 ±0.0039	0.3598 ±0.0090	1.647 ±0.0089	49.54 ±0.93	33.14 ±1.97	17.32 ±0.15	1.287	1.049	0.2311	0.4789
1*(A _{2n})	0.1410 ±0.0035	0.3733 ±0.0047	1.950 ±0.013	43.77 ±0.09	39.08 ±1.07	17.15 ±0.14	1.725	1.128	0.2359	0.5420
1*(B _{2n})	0.1484 ±0.0014	0.3752 ±0.0032	1.944 ±0.009	44.11 ±0.41	38.87 ±0.70	17.02 ±0.11	1.583	1.059	0.2441	0.5421
2*(a ₁)	0.1317 ±0.0037	0.3436 ±0.0067	1.577 ±0.0078	45.42 ±1.17	37.24 ±1.77	17.34 ±0.14	1.744	1.207	0.2154	0.4612
2*(b ₁)	0.1507 ±0.0051	0.3609 ±0.0091	1.595 ±0.0122	43.72 ±1.30	34.05 ±2.04	17.22 ±0.18	1.314	1.035	0.2333	0.4707
2*(a ₂)	0.1303 ±0.0040	0.3384 ±0.0054	1.616 ±0.010	44.77 ±1.07	37.46 ±1.32	17.77 ±0.15	1.768	1.254	0.2149	0.4723
2*(b ₂)	0.1488 ±0.0033	0.3551 ±0.0084	1.625 ±0.0084	47.61 ±0.86	34.73 ±1.91	17.66 ±0.14	1.356	1.078	0.2333	0.4811
3*(A ₁)	0.1349 ±0.0049	0.3420 ±0.0071	1.593 ±0.011	46.88 ±1.33	35.04 ±1.71	18.03 ±0.17	1.573	1.227	0.2168	0.4711
3*(B ₁)	0.1398 ±0.0033	0.3729 ±0.0064	1.642 ±0.0079	49.35 ±1.41	33.83 ±1.45	16.82 ±0.13	1.512	1.100	0.2203	0.4713
3*(A ₂)	0.1251 ±0.0040	0.3408 ±0.0050	1.686 ±0.011	46.40 ±1.21	35.30 ±1.16	18.30 ±0.15	1.766	1.354	0.2060	0.4669
3*(B ₂)	0.1339 ±0.0040	0.3429 ±0.0080	1.685 ±0.009	47.30 ±1.28	34.87 ±1.95	17.82 ±0.15	1.587	1.225	0.2148	0.4832

表2 “浸泡”工艺对e⁺湮没参数影响

No	$\frac{\Delta k_{d_j}}{k_d(A_j)}$ (%)	$\frac{\Delta k_{D_j}}{k_D(A_j)}$ (%)	$\frac{\Delta \tau_{f_j}}{\tau_f(A_j)}$ (%)	$\frac{\Delta \tau_{m_j}}{\tau_m(A_j)}$ (%)
1* _{j=1}	+6.3	+3.2	-2.8	-2.7
1* _{j=2}	+16.0	+8.4	-1.9	-0.7
3* _{j=1}	+3.9	+10.4	-1.6	~0
3* _{j=2}	+11.1	+9.5	-4.3	-0.8

表3 直接提拉的晶棒e⁺湮没参数变化

No	$\frac{\Delta k_{d_j}}{k_d(a_j)}$ (%)	$\frac{\Delta k_{D_j}}{k_D(a_j)}$ (%)	$\frac{\Delta \tau_{m_j}}{\tau_m(a_j)}$ (%)	$\frac{\Delta \tau_{f_j}}{\tau_f(a_j)}$ (%)
2* _{j=1}	+24.7	+14.3	-2.1	-8.2
2* _{j=2}	+23.3	+14.0	-1.9	-8.6

表4 ⁶⁰Co照射对e⁺湮没参数的影响

No	Δk_d (10 ⁻⁹ s ⁻¹)	Δk_D (10 ⁹ s ⁻¹)	$\frac{C(B, V_a)}{C(A, V_a)}$ 或 $\frac{C(b, V_a)}{C(a, V_a)}$	$\frac{C(B, V_{am})}{C(A, V_{am})}$ 或 $\frac{C(b, V_{am})}{C(a, V_{am})}$
1* (A)	-0.169	-0.098	0.053	0.357
1* (B)	-0.009	-0.035		
3* (A)	-0.213	-0.127	0.352	0.981
3* (B)	-0.075	-0.125		
2* (a)	-0.024	-0.047	1.75	0.915
2* (b)	-0.042	-0.043		

照射剂量 $D = 5 \times 10^5 R$, $15 \times 10^5 R$ 的样品; $j = 2n$ 代表样品在 $15 \times 10^5 R$ 照射后在 H_2 中 $1100^\circ C$ 退火 10h, 升、降温时间各用 6h 的样品。根据三态深捕获模型, $k_d = I_2(T_1^{-1} - T_2^{-1})$, $k_D =$

$$I_3(T_1^{-1} - T_3^{-1}), \tau_f = \left(\sum_i I_i T_i^{-1} \right)^{-1}, \tau_m = \sum_i I_i \tau_i. k_d \text{ 是第一类捕获陷阱对 } e^+ \text{ 的捕获}$$

率。此陷阱包括有: 负性空位、小空位团, 位错中深捕获陷阱; F^+ , F_\bullet , F_\bullet^- 及它们小聚集体; 杂质干扰心及其集聚体。 k_D 是第二类捕获陷阱的捕获率。此陷阱包括有。大负性空位团、空洞; 有、无杂质干扰的色心大聚集体。 τ_f 是自由湮没率的倒数, 即自由湮没寿命。 τ_m 是平均寿命。表2, 3中 $\frac{\Delta k_{d_j}}{k_d(A_j)} = \frac{k_d(A_j) - k_d(B_j)}{k_d(A_j)}$, $\frac{\Delta k_{d_j}}{k_d(a_j)} = \frac{k_d(a_j) - k_d(b_j)}{k_d(a_j)}$, $j = 1, 2$ 。

其它符号的定义与它们相似。表4中 $\Delta k_d = k_d(A_1) - k_d(A_2)$, 或 $\Delta k_d = k_d(B_1) - k_d(B_2)$; $\Delta k_d = k_d(a_1) - k_d(a_2)$, 或 $\Delta k_d = k_d(b_1) - k_d(b_2)$ 。 Δk_D 的定义与 Δk_d 相仿。 $C(A, V_a)$ 代表“浸泡”前样品正电性空位、小空位团的浓度, $C(A, V_{am})$ 是它的正性大空位团浓度; $C(B, V_a)$, $C(B, V_{am})$ 代表相应的“浸泡”后的浓度; $C(a, V_a)$, $C(a, V_{am})$, $C(b, V_a)$, $C(b, V_{am})$ 的定义也相仿。 $\frac{C(B, V_a)}{C(A, V_a)} = \frac{\Delta k_d(B)}{\Delta k_d(A)}$, $\frac{C(B, V_{am})}{C(A, V_{am})} = \frac{\Delta k_D(B)}{\Delta k_D(A)}$, $\frac{C(b, V_a)}{C(a, V_a)} = \frac{\Delta k_d(b)}{\Delta k_d(a)}$,

$$\frac{C(b, V_{am})}{C(a, V_{am})} = \frac{\Delta k_D(b)}{\Delta k_D(a)}$$

借助于 ⁶⁰Co 照射, e⁺湮没技术可以求出“浸泡”前后正电性空

位, 大、小空位团浓度相对变化。

根据表1~4的数据小结如下:

1. γ 照射剂量 D 减少, T_1, T_2, I_1, τ_f 均增加, $T_3, I_2, I_3, k_d, k_D, \tau_m$ 均减小 (见表1, 4)。

2. 不论有无“浸泡”晶棒, 放肩转拉直位置样品A(或a)与“浸泡”生长界面下侧等径拉直20mm处的样品B(或b)相比, 在相同剂量条件下, 后者的 $T_1, T_2, T_3, I_1, \tau_f, \tau_m$ 比前者大, I_2, I_3, k_d, k_D 相反。即使采用退火工艺, 此规律仍保持 (见表1)。

3. 将有无“浸泡”的样品进行对比, 当 D 相同时, 2* 的 $|\Delta k_{d_j}/k_d|, |\Delta k_{D_j}/k_D|, |\Delta \tau_{f_j}/\tau_f|, |\Delta \tau_{m_j}/\tau_m|$ 比 1*, 3* 大 (见表2, 3)。同时, $C(b, V_a)/C(a, V_a), C(b, V_{am})/C(a, V_{am})$ 大于“浸泡”样品 (见表4)。3h“浸泡”的 $C(B, V_{am})/C(A, V_{am})$ 有反常是因为芯部中心 Cl^- 的大量进杂造成的。

4. “浸泡”时间越长, $C(B, V_{s1})/C(A, V_{s1})$ 和 $C(B, V_{sm})/C(A, V_{sm})$ 越小。1*的 $|\Delta k_{aj}/k_d(A_j)|$ 大于3* (见表2), “浸泡”时间长对消除正、负性空位、小空位团特别有效。

5. Cl^- 进杂所形成的正、负性大空位团, 通过“浸泡”会大量消失。

6. 在 H_2 中1100℃退火10h, 使 $T_2, T_3, I_2, k_d, \tau_f, \tau_m$ 上升, T_1, I_1, I_3 下降。

四、实验结果分析

$F_{心}, F_{心}^-$ 中有 $2e^-, 3e^-$ 。 e^- 密度的负性空位大, 所以 e^+ 与 $F_{心}, F_{心}^-$ 中 e^- 作用寿命的负性空位中 e^+ 短, 它叠加在负性空位及其空位团、空洞的寿命中。 D 越大, $F^+, F_{心}$ 变成 $F_{心}, F_{心}^-$ 越多, 使 T_2, T_3 变小, I_2, I_3, k_d, k_D 增加。然而, 芯部是正负空位、空位团高密度区, $F^+, F_{心}$ 捕获了未热化 e^- 后运动加快, 造成 $F_{心}, F_{心}^-$ 进一步聚集, 其中一部分与原来聚集集体聚合, 形成更大的聚合团, 使 T_3 增加。实验结果 T_3 增加了, 说明这种聚合是主要的。 ^{60}Co 照射使 e^+ 作用有效体积减少分几种讨论: 产生一个 O^{-1} 、一个 F^+ 及二个 O^{-1} 、一个 $F_{心}$ (或一个 F^+ 、一个 $F_{心}$), 体积减少了一个 V_s (V_s 的体积); 产生三个 O^{-1} 、一个 $F_{心}^-$, 体积少了二个 V_s 。 e^+ 作用有效体积减少造成 λ_f 上升、 τ_f 下降。考虑到 $T_1^{-1} = \lambda_f + k_d + k_D$, 可得到 D 增加 T_1 下降。 τ_m 增加主要取决于 T_3, I_3 增加。见小结1。

籽晶下种、放肩, 熔体温度下降, 生长迅速、出现组分过冷, 固液界面呈凸状, 大量小晶面内核形成。由于小晶面在组分过冷下生长, 在边缘出现大量沟槽, 熔体中固液界面处杂质和Nd离子分布不均匀, 大量杂质和Nd离子进入沟槽。2*晶棒融料中过量2% Y_2O_3 , YAP格位中Al和O偏缺, 有大量空位; 3*熔体中大量 Cl^- , 它进杂会产生大量空位, 大小空位团, 加速了进杂。它们使沟槽变大, 加快了沟槽附近生长速率, 产生包裹。高于Nd固有分凝系数的Nd离子和杂质粒子在晶体内沉积。被包裹的熔体凝固成为有芯空洞。处于晶格填隙位置的沉积粒子, 周围有大量应力场, 并形成各种形式位错丛。在 $T \sim 1875^\circ C$, YAP单晶中有不少处于格点上的Y (或Nd), O和Al离开原格位, 冷却后形成过饱和点缺陷, 有可能瘫痪成带不同电性的位错环。同时小晶面内核生长中内核应力场又会将位错环和其它线形位错吸引到自己周围形成与生长锥面成一定角度的位错丛。因此, Nd:YAP单晶从下种开始在芯部就是进杂、包裹、位错、点缺陷和它的集聚体的密集区, 尤其是原料含 Cl^- 甚多的3*棒及配比偏离1:1的2*。在放肩或锥状的生长中, 晶体重量生长速率不断增加, 固液界面组分过冷度不断地增加, 进杂、包裹容易发生, 芯部比边缘严重, 中心髓也会延伸。为了减少形变能和位形熵, 大量处于填隙位置的正负离子和杂质原子被析到位错环、线位错、空洞、空芯管道中。在扩肩升温拉直30min内, 组分过冷度有所减少, 温度波动引起的界面不稳定而产生的强应力场不仅会使大量杂质沉积在生长界面上, 而且会诱发出从芯部开始与生长锥接近垂直的刃型位错, 因此在此时期芯部进杂、包裹依然严重, 尤其是2*、3*晶棒。2* ($a_{1,2}$) 和3* ($A_{1,2}$) 它们 k_d 分别是 $1.744(1.768) \times 10^9 s^{-1}$, $1.573(1.786) \times 10^9 s^{-1}$, k_D 是 $1.207(1.254) \times 10^9 s^{-1}$, $1.227(1.354) \times 10^9 s^{-1}$ (见表1)。

不论有否“浸泡”, 在控径生长中晶体已拉出液面一定距离, 晶体表面散热加强, 热导率($\lambda \sim 0.025 \text{ cal s}^{-1} K^{-1} \text{ cm}^{-1}$)接近常数。必须适当提高固液界面温度。温度提高加快了正负性空位, 大小空位团及杂质向中心空管道和位错、包裹体空洞扩散, 体积小的, 扩散快, 有的扩散到芯部外。这些空位、空位团还会聚集, 使得 T_2, T_3 增加, I_2, I_3, k_d, k_D 下降, 与

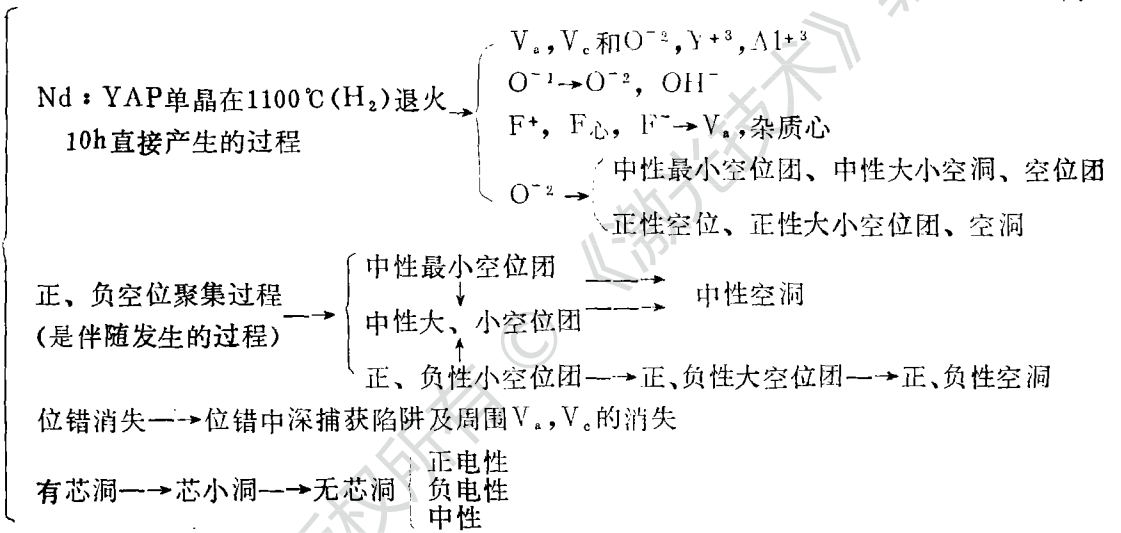
e^+ 作用有效体积增加了, τ_f 上升、 T_1 加大(见小结2)。

2*晶棒在等径提拉过程中除上述之外, 垂直锥面刃型位错随晶体生长终止在晶棒表面, 位于芯部中它的数目有所减少, 位错中深捕获陷阱及其周围的正负性空位、空位团也跟随减少。虽然组分过冷度较小, 由于小晶面生长, 在高温、在芯部处于过饱和点缺陷(包括正负电性空位、空位团)在杂质应力场作用下形成的位错环仍会发生, 有的形成中性位错环和空洞。晶体缺陷比放肩时有所改善^[2]。晶体人为着色后, 这些中性空心管道、位错环、空洞不着色, 它们对 e^+ 捕获能力差, 再加上正负性空位、空位团的扩散和聚集, 垂直小晶面的位错从在提拉过程中消失, 使得等径提拉前后 $\Delta k_{d_i}/k_d(a_i)$, $\Delta k_{D_i}/k_D(a_i)$, $\Delta \tau_{f_i}/\tau_f(a_i)$ 和 $\Delta \tau_{m_i}/\tau_m(a_i)$ 相当可观(见表3)。上面只提到等径提拉前后正负性空位、空位团减少一方面, 还要看到它们增加一方面。当等径提拉较长后, 熔体中 Y_2O_3 过量已大于2%, 它在固液界面是均匀分布。由于 Y_2O_3 的过量部分在晶体中构成YAP晶格, 产生 V_a 数量是 V_c 的1.5~1.9倍。等径提拉时, 熔体中高于2% Y_2O_3 , 会造成比等径提拉前放肩拉直处有更多的 V_a , V_c , 并遍及整个固液界面。随着等径提拉, V_a 和 V_c 一方面增加, 一方面减少, 有的成对结合, 有的成双地跑到中性空芯管道、位错环、空洞中, 使沉积在芯部中 V_a 数目超过 V_c 。 $\Delta k_{d_i}/k_d(a_i)$, $\Delta k_{D_i}/k_D(a_i)$ 数值大, 可能还与 V_c 自身相对含量及 V_a 数量在等径提拉前后大量减少有关。由于剩余的 V_c 沉积, 使得 $C(b, V_a)/C(a, V_a) = 1.75$, $C(b, V_{a,m})/C(a, V_{a,m}) = 0.92$ (见表4)。等径提拉比放肩转拉直处 V_a 分布更加分散。由于2*融料中 Y_2O_3 过量超3*和1*的原料杂质含量2~4数量级, 因此, 2*晶棒的 $|\Delta k_{d_i}/k_d(a_i)|$, $|\Delta k_{D_i}/k_D(a_i)|$, $|\Delta \tau_{f_i}/\tau_f(a_i)|$, $|\Delta \tau_{m_i}/\tau_m(a_i)|$ 大于1*和2*棒, 同时, $C(b, V_a)/C(a, V_a)$, $C(b, V_{a,m})/C(a, V_{a,m})$ 大于1*棒, $C(b, V_c)/C(a, V_c)$ 大于2*棒。见小结3。

若扩肩转升温拉直30min后, 停止提拉并稍微提高熔体温度, 晶体“浸泡”在熔体中数小时, 停止生长, 晶转和提拉时机械振动产生的平行于界面的条纹不再产生了, 固液界面处熔体中杂质浓度下降, 在接近熔点处于填隙位置的原子因热运动填到附近线形位错、空位、空位团、空洞中, 某些棱位错也会完全滑移而消失, 晶格畸变也得到局部调整, 已生长的处于芯部的生长条纹也会消除或减弱, 被包裹的杂质也会逸出并扩散到熔体中, 内部结构应力、热应力被消除或局部松弛, 然后再继续提拉, 芯部固液界面缺陷露头少了, 小晶面周围凹槽变浅, 有抑制进杂包裹能力^[4], 因此, “浸泡”要比直接提拉芯部好多了。若考虑到芯部有中心髓和熔体在固液界面流速正比于 $\omega^2 R$, 在芯部中心杂质浓度要比边缘高, 进杂、包裹中心比边缘多, 中心比边缘有更多的正负性空位、空位团。晶体不断生长, 不断进杂, 不断增加 V_a 和 V_c , 同时又不断地扩散, 有的离开芯部, 有的成对聚合, 有的成双地进入中心髓, V_a 和 V_c 的增加和减少出现动态平衡。晶体浸泡后 $\Delta k_{d_i}/k_d(A_i)$, $\Delta k_{D_i}/k_D(A_i)$ 均是正值, “浸泡”时间越长效果越显著, 1*的 $\Delta k_{d_i}/k_d(A_i)$ 大于3*(见表3)。1*和3*棒融料化学配比均是1:1, 3*含 Cl^- 有几百ppm, 其它杂质含量与1*一样, 均在ppm量级。扩肩转拉直处进杂包裹没有2*严重, 1*的 $k_d = 1.364(1.533) \times 10^9 \text{s}^{-1}$, $k_D = 1.047(1.145) \times 10^9 \text{s}^{-1}$, 3*的 $k_d = 1.573(1.786) \times 10^9 \text{s}^{-1}$, $k_D = 1.227(1.354) \times 10^9 \text{s}^{-1}$ (见表1), 均比2*小。由此可知, 原料配比1:1同时减少原料中含杂质, 再利用“浸泡”工艺对生长优质芯部都是有利的。1*和3*棒“浸泡”后继续生长, 虽然熔体中杂质含量越来越多, 大大超过“浸泡”前, 但是“浸泡”后进杂不容易, 还是有进杂。 Cl^- , IrC 进杂形成 V_a 数量是 V_c 的1.1~1.7倍。 V_a 和 V_c 在芯部中心分布密, 边缘稀, V_a 密度高于 V_c 。密度高的地方易聚集成正负性空位

团, 3*熔体含杂质高于1*2个数量级, “浸泡”后芯部中心形成 V_a 和 V_c 。大空位团要比1*多得多, 既多又密, V_a 小空位团也比 V_c 多, 有的结合成中性微团, 有的以电荷总和等于中性形式进入中性中心髓, 它的消失量也比1*多, 因此, 3*的 $\Delta k_{D_i}/k_D(A_i)$ 大于1* (见表2), Cl^- 进杂所形成的正负性大空位团, 通过“浸泡”得到大量消除 (见小结5)。由于 V_a 和 V_c 产生和消失的动态平衡结果, 3*的 $C(B, V_{a,m})/C(A, V_{a,m})$ 高于1*, 甚至高于2* (因为2*的 Y_2O_3 超比例进入晶体, 它在晶体分布是均匀的), 见表4及小结3。“浸泡”时间越长, $C(B, V_a)/C(A, V_a)$, $C(B, V_{a,m})/C(A, V_{a,m})$ 越小及1*的 $\Delta k_{a_i}/k_a(A_i)$ 大于3*, 说明了“浸泡”时间长对消除正负性空位、空位团是有利的 (见小结4)。6h “浸泡”效果很好。

3*棒样品经 ^{60}Co 照射产生 $O^{\cdot-}$ 和 $[Cl^- + e^-]$ 等其它色心, 出现新的结构应力, 自由能升高了, 在接近 $(2T_m/3)$ 塔曼温度中长时间退火, 晶体内部原子通过热运动使结构得到调整, 同时 F^+ , $F_{心}$, $F_{心}^-$, $[Cl^- + e^-]$ 变成 V_a 和 $[Cl^-]$, 释放出的 e^- 部分被 $O^{\cdot-}$ 捕获, 部分被杂质捕获。氢高温渗入晶体, 把高价杂质离子还原成低价, 还会与 $O^{\cdot-}$ 结合成 $OH^{\cdot-}$, 同时形成由氢引起的各种杂质心。虽然用肉眼观察晶体, 颜色已褪白, 但内部已发生了极复杂变化。它的变化主导过程用下图表示。晶格中 $O^{\cdot-}$ 比 Al^{+3} 和 Y^{+3} 轻, 当 $T=1100^\circ C$, $O^{\cdot-}$ 离开



格位比 Al^{+3} 和 Y^{+3} 多, 所以新产生 V_a 比 V_c 多。晶体为保持中性 $O^{\cdot-}$ 跑到中性和正性空位、空位团和空洞中。图中第一个过程是最主要的, 其它过程是伴随第一个过程并保证第一个过程完成。用它可解释小结6中一切 e^+ 湮没参数随退火变化规律, 由此可知1100°C H₂中 10h 退火产生的副作用是大的。通过退火, “浸泡”产生的好影响仍然保留。

五、结 束 语

用 ^{60}Co 照射使晶体着色, 然后再用 e^+ 湮没技术测量, 可检测Nd : YAP晶体 “浸泡”前后正性空位、小空位团及正性大空位团、空洞的相对值, 因此 ^{60}Co 照射提高了 e^+ 湮没技术检测范围, 是一种新的实验方法, 有一定的推广价值。

Y_2O_3 过量产生的进杂包裹以及产生 V_a 及 V_c 和它们的集合体在芯部比较均匀。单纯因原料含杂, 进杂包裹和 V_a 和 V_c 及它们聚团较多地集中在芯部中心。

“浸泡”工艺比直接等径拉直要好。6h “浸泡”比3h “浸泡”好, 适当提高“浸泡”时

透射体积全息图成象的几何分析

胡德敬

(同济大学物理系, 上海)

摘要: 本文用几何方法讨论了透射体积全息图的成象公式, 并和平面全息图的成象公式作一比较。最后给出实验验证。

Geometric analysis of holographic imaging of transmissive volume

Hu Dejing

(Department of Physics, Tongji University)

Abstract, This paper demonstrated a image formula of transmissive volume hologram geometrically. The image formula is comparatively discussed with plane hologram. The experimental results are presented.

一、引 言

在有关全息术的书籍和文章中, 对平面全息图的成象公式分析较多, 对透射体积全息图的成象关系几乎未予提及, 可是在白光全息、彩虹全息及其它全息显示和实验中, 很多全息图均已进入体积全息范围。按照粗略的分析方法是, 当记录介质的厚度 d 小于干涉条纹间距 Λ 时, 就是平面全息图; 反之, 当 $d > \Lambda$ 时, 就是体积全息图^[1,2]。还有一种就是利用参数 Q 来区分。 $Q = 2\pi\lambda d / (cn_D \Lambda^2)$, 式中, λ , n_D 分别为照明光波的波长和记录介质的折射率。当 $Q \geq 10$ 时, 就是体积全息图^[3,4]。我们现在常用的天津全息干板 I 型的记录介质厚度 $d \cong 7 \times$ 间对改善芯部质量是有益的。

1100℃ H₂ 中退火 10h, 虽然有褪白功能, 然而副效应是大的, 不可低估。

参 考 文 献

- [1] 李敢生, 洪远珍, 陈天彬 *et al.* 硅酸盐学报, 1983, 11(1), 95
- [2] 史子康. 应用科学学报, 1991, 9(4), 341
- [3] 谭奇光, 小川智哉 (日本). Nd:YAlO₃ 单晶中的缺陷和包裹物. 日本: 秋季第48回应用物理学会学术演讲会, 1987
- [4] 李敢生, 郭喜彬. 人工晶体, 1987, 16(1), 75
- [5] 史子康. 应用激光, 1989, 9(3), 106
- [6] 史子康, 梁桂金. 人工晶体, 1988, 17(1), 47
- [7] Belt R F, Latore J R, Uhrin R *et al.* A P L, 1974, 25(4), 218

收稿日期: 1992年5月9日。