

TOPOGRAFIA SYNCHROTRONOWA DEFEKTÓW WZROSTOWYCH W $\text{GdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$

E. Wierzbicka^{1,2*}, M. Lefeld-Sosnowska¹, W. Wierzchowski², K. Wieteska³ i W. Graeff⁴

¹*Institut Fizyki Doświadczalnej, Uniwersytet Warszawski, ul. Hoża 69, PL 00-681 Warszawa*

²*Institut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, PL 00-919 Warszawa*

³*Institut Energii Atomowej, PL 05-400 Otwock-Świerk*

⁴*HASYLAB at DESY, Notkestr. 85, D-22603 Hamburg, Niemcy*

Keywords: nonlinear optical crystal, oxyborane, topography, dislocation

*) e-mail: eolsz@fuw.edu.pl

Tlenoboran gadolinowo wapniowy $\text{GdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ (GdCOB) jest perspektywistycznym materiałem do zastosowań w optoelektronice. Odnacza się on dobrymi optycznymi parametrami nieliniowymi oraz możliwością łatwego domieszkowania jonami Nd^{3+} , Yb^{3+} lub Er^{3+} . Kryształy GdCOB należą do nowej rodziny nieliniowych kryształów optycznych – tlenoboranów wapniowych, o ogólnym wzorze $\text{RECa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ (RECOB), zawierających pierwiastki ziem rzadkich (RE = La, Lu, Tb, Nd, Sm, Gd, Er, Y). GdCOB posiada strukturę jednoskośną, z grupą przestrzenną Cm bez środka symetrii. Charakteryzuje się on następującymi wartościami komórki elementarnej: $a = 0.8095(7)$ nm, $b = 1.6018(6)$ nm, $c = 0.3558(8)$ nm i $\Phi = 101.26^\circ$ [1]. Kryształy GdCOB nie są higroskopijne, są łatwe w polerowaniu oraz charakteryzują się dużą twardością i stabilnością chemiczną.

Do zastosowań w optoelektronice potrzebne są kryształy o małej ilości defektów. Występujące defekty sieci krystalicznej wprowadzają naprężenia, które zmieniają jego własności optyczne. Celem tej pracy była analiza rozkładu defektów sieci w kryształach GdCOB, oraz znalezienie korelacji pomiędzy tymi defektami, a warunkami wzrostu.

Badane kryształy były otrzymane w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych w Warszawie [2] metodą Czochralskiego w różnych warunkach wzrostu. Stosowano różne średnice tygli irydowych, prędkości obrotu i wyciągania, a w niektórych przypadkach proces kontrolowany był przez komputerowy system regulacji średnicy i wagi kryształu. Używano zarodków o orientacji [010]. Proces krystalizacji odbywał się w atmosferze azotu. Uzyskane kryształy GdCOB były przezroczyste dla światła widzialnego i nie wykazywały niejednorodności optycznych.

Badanie doskonałości strukturalnej monokryształów GdCOB wykonane było metodami odbiciowej synchrotronowej topografii w wiązce białej – projekcyjną i przekrojową. Metody synchrotronowe pozwoliły uży-

wać obrazy topograficzne o dużej zdolności rozdzielczej, a także uzyskać odwzorowania dla różnych długości fal i różnych refleksów podczas jednej ekspozycji. Dla topografii wykonanej metodą odbiciową otrzymujemy odwzorowanie warstwy przypowierzchniowej próbki, której grubość zależy od głębokości wnikania dla danego refleksu.

Badania dotyczyły próbek GdCOB ciętych prostopadle i równoległe do osi wzrostu \mathbf{b} kryształu oraz próbek z kryształów GdCOB domieszkowanych Nd (4%) ciętych prostopadle do osi wzrostu \mathbf{b} .

Uzyskane topografie dla próbek ciętych równoległe do osi wzrostu \mathbf{b} kryształu pozwoliły określić rozkład defektów wzdłuż osi wzrostu kryształu w zależności od warunków wzrostu [6].

W próbkach (A1, A2) wycinanych równoległe do osi \mathbf{b} kryształu, którego hodowla była kontrolowana komputerowo, widoczne są periodyczne zmiany średnicy kryształu oraz dyslokacje związane z tymi fluktuacjami (Rys. 1). W innych próbkach, silne, czarne kontrasty dyfrakcyjne, widoczne na topografiach otrzymanych metodą transmisyjną Langa są wywołane silną deformacją sieci. Defektem tym odpowiadają białe-czarne kontrasty, obserwowane na topografiach synchrotronowych obu powierzchni próbki (Rys. 2) [5]. Jasne obszary otoczone przez czarne kontrasty odpowiadają defektom objętościowym, które mogą być spowodowane zaburzeniem procesu krystalizacji.

W badanych próbkach (B1, B2) wycinanych prostopadle do osi wzrostu kryształu (z monokryształu o stosunku średnicy tygla do średnicy kryształu ~ 2.8) widoczne są dwa układy dyslokacji. Są to liniowe kontrasty związane z dyslokacjami, o małej gęstości oraz układ krzywoliniowych dyslokacji generowanych na wydzieleniu (Rys. 3). Wydzielenie to spowodowało zakłócenie wzrostu i wytworzyło obszar silnie zdeformowany. Obszar ten na topografiach Langa nie daje żadnego odbicia, jedynie obrazy synchrotronowe ukazują go jako blok

o innej orientacji, który daje odbicie pod innym kątem (Rys. 3). W kryształach o większym stosunku średnicy tygła do średnicy kryształu (~4) ujawniono występowanie prostoliniowych dyslokacji, których gęstość jest bardzo duża (Rys. 4).



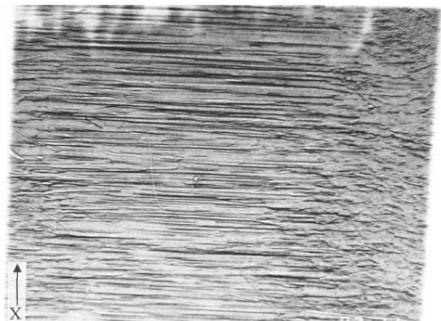
Rysunek 1. Synchrotronowa odbiciowa topografia w wiązce białej próbki A1.



Rysunek 2. Synchrotronowa odbiciowa topografia w wiązce białej próbki A2.



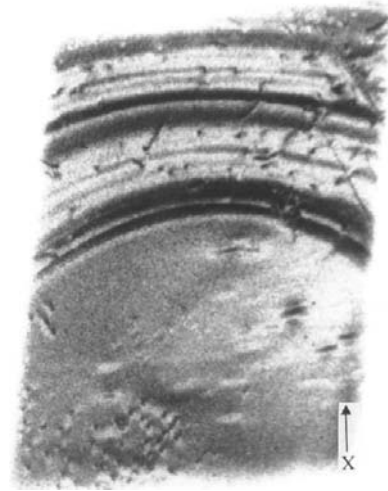
Rysunek 3. Synchrotronowa odbiciowa topografia w wiązce białej próbki B1.



Rysunek 4. Synchrotronowa odbiciowa topografia w wiązce białej próbki B2.

W niektórych próbkach (C1) (domieszkowanych neodymem, lub niedomieszkowanych), w których proces wzrostu nie był kontrolowany przez komputerowy sys-

tem regulacji średnicy i wagi kryształu, widoczne są prążki segregacyjne (Rys. 5). Na topografii przekrojowej wąska (o szerokości 5 μm) wiązka, wnikając na pewną głębokość do kryształu, daje kontrast zakrzywiony, odzwierciedlający krzywiznę powierzchni wzrostu kryształu.



Rysunek 5. Synchrotronowa odbiciowa topografia w wiązce białej próbki C1

Przeprowadzone badania [3-6] są pierwszymi badaniami tego materiału wykonanymi metodami odbiciowej synchrotronowej w wiązce białej [5], monochromatycznej [4] oraz projekcyjnej topografii transmisyjnej i odbiciowej Langa [3,6]. Wykazano, że podstawowymi obserwowanymi defektami są dyslokacje, występujące we wszystkich kryształach z różnymi gęstościami zależnie od parametrów procesu wzrostu.

Podziękowania: Pani prof. dr hab. A. Pajączkowskiej i Panu mgr A. Kłowskiemu dziękujemy za udostępnienie nam próbek oraz bardzo cenne uwagi i dyskusje. Panu J. Bondziulowi dziękujemy za obróbkę fotograficzną topografii i pomoc techniczną przy wykonywanej pracy.

Literatura

- [1] G. Aka, A. Kahn-Farari, F. Mougél, D. Vivien, F. Salin, P. Coquelin, P. Colin, D. Pelenc, J.P. Damelet, *J. Opt. Soc. Am.* **B14** (1997) 2238.
- [2] A. Pajączkowska, A. Kłos, B. Hilczer, N. Menguy, A. Novosselov, *Cryst. Growth Design* **1** (2001) 363.
- [3] M. Lefeld-Sosnowska, E. Olszyńska, A. Pajączkowska, A. Kłos, *J. Cryst. Growth* **262** (2004) 388-394.
- [4] M. Lefeld-Sosnowska, E. Olszyńska, W. Wierzchowski, K. Wieteska, W. Graeff, A. Pajączkowska, A. Kłos, *J. Alloys Compd.* **382** (2004) 153-159.
- [5] W. Wierzchowski, K. Wieteska, W. Graeff, E. Wierzbicka, M. Lefeld-Sosnowska, *J. Alloys Compd.* **401** (2005), w druku.
- [6] E. Wierzbicka, A. Kłos, M. Lefeld-Sosnowska, A. Pajączkowska, *phys. stat.sol.(a)*- wysłana do druku.