

Исследования структурной и оптической однородности кристаллов ниобата лития с низким эффектом фоторефракции методом лазерной коноскопии

Н. В. Сидоров, О. Ю. Пикуль, Н. А. Теплякова, А. А. Крук, М. Н. Палатников

Методом лазерной коноскопии с использованием излучения He – Ne лазера ($\lambda_0 = 632,8$ нм) малой мощности ($P = 1$ мВт) и лазера MLL-100 на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм) мощностью 1 мВт и 90 мВт исследованы оптическая однородность и тонкие особенности структурных и фоторефрактивных искажений в монокристаллах ниобата лития (LiNbO_3) стехиометрического состава ($\text{Li/Nb} = 1$), конгруэнтного состава ($\text{Li/Nb} = 0,946$), а также монокристаллов LiNbO_3 легированных катионами: $\text{Mg}^{2+}(0,89 \text{ масс.}\%)$, $\text{Zn}^{2+}(0,03, 0,52, 0,62)$, $\text{Cu}^{2+}(0,015)$, $\text{V}^{3+}(0,12)$, $\text{Gd}^{3+}(0,51)$, $\text{Y}^{3+}(0,46)$, $\text{Gd}^{3+}(0,23):\text{Mg}^{2+}(0,75)$, $\text{Mg}^{2+}(0,86):\text{Fe}^{3+}(0,0036)$, $\text{Ta}^{5+}(1,13):\text{Mg}^{2+}(0,011)$, $\text{Y}^{3+}(0,24):\text{Mg}^{2+}(0,63)$. Показано, что метод лазерной коноскопии позволяет выявить весьма незначительные изменения оптических характеристик фоторефрактивного кристалла, возникающие при изменении его состава (изменении отношения Li/Nb и легирование) и мощности лазерного излучения. В частности, увеличение мощности излучения от 1 до 90 мВт для кристалла LiNbO_3 стех. приводит (при сохранении в целом признаков оптической одноосности кристалла) к появлению на коноскопической картине заметной деформации интерференционных полос, а также к снижению контраста и резкости изображения. Наиболее заметное влияние фоторефрактивного эффекта на коноскопические картины обнаружено для кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,46 \text{ масс.}\%)$ и $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,63)$ в виде значительных признаков аномальной оптической двуосности.

Ключевые слова: монокристалл ниобата лития, легирование, коноскопические картины, оптическая неоднородность, эффект фоторефракции

In this paper optical homogeneity and subtle features of structural and photorefractive distortion of stoichiometric ($\text{Li/Nb} = 1$) and congruent ($\text{Li/Nb} = 0.946$) single crystals of lithium niobate (LiNbO_3) with different impurity composition: $\text{Mg}^{2+}(0.89 \text{ wt.}\%)$, $\text{Zn}^{2+}(0.03, 0.52, 0.62 \text{ wt.}\%)$, $\text{Cu}^{2+}(0.015 \text{ wt.}\%)$, $\text{V}^{3+}(0.12 \text{ wt.}\%)$, $\text{Gd}^{3+}(0.51 \text{ wt.}\%)$, $\text{Y}^{3+}(0.46 \text{ wt.}\%)$, $\text{Gd}^{3+}(0.23 \text{ wt.}\%):\text{Mg}^{2+}(0.75 \text{ wt.}\%)$, $\text{Mg}^{2+}(0.86 \text{ wt.}\%):\text{Fe}^{3+}(0.0036 \text{ wt.}\%)$, $\text{Ta}^{5+}(1.13 \text{ wt.}\%):\text{Mg}^{2+}(0.011 \text{ wt.}\%)$, $\text{Y}^{3+}(0.24 \text{ wt.}\%):\text{Mg}^{2+}(0.63 \text{ wt.}\%)$ were investigated by means of laser conoscopy. Laser wavelengths of 632.8 and 532 nm and power of 1 mW and 90 mW accordingly of MLL-100 Y:Al-garnet laser were used during the experiment. It is shown that laser conoscopy reveals very slight changes in the optical characteristics of a photorefractive crystal caused by the change in its composition (Li/Nb relationship and doping) and the laser beam power. Specifically, an increase in the radiation power from 1 to 90 mW for $\text{LiNbO}_{3\text{stoich}}$ crystal leads (while maintaining the overall signs of a uniaxial crystal) to appearance of noticeable deformation fringes on the conoscopic picture, as well as reduction of contrast and sharpness. The most noticeably the photorefractive effect on conoscopic pattern can be observed for $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0.46 \text{ wt.}\%)$ and $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0.24 \text{ wt.}\%):\text{Mg}(0.63 \text{ wt.}\%)$ crystals in the form of significant signs of abnormal optical biaxial.

Keywords: single crystal of lithium niobate, doping, conoscopic pattern, optical inhomogeneity, photorefractive effect.

Введение

В методе лазерной коноскопии [1, 2], в отличие от коноскопических картин, получаемых с помощью поляризационного микроскопа [3, 4], значительный

размер изображения позволяет выполнить детальный анализ тонких особенностей структурных искажений в кристаллах, как в центре поля зрения, так и на периферийной области коноскопических картин, что актуально для обнаружения и исследования тонких

особенностей структурных и ростовых искажений, микро- и наноструктур, неизбежно присутствующих, особенно в легированных монокристаллах, вследствие как неравномерного вхождения легирующей примеси в структуру кристалла, так и структурных искажений и дефектов, возникающих под действием лазерного луча в фоторефрактивных монокристаллах [5, 6, 7]. Ранее кристаллы ниобата лития (LiNbO_3) исследовали методом лазерной коноскопии для выявления и идентификации структурных искажений в кристалле, а также микро- и наноструктур, возникающих при выращивании кристаллов, с использованием маломощного излучения He – Ne лазера ($P < 1$ мВт), не вызывающего эффект фоторефракции [8 – 10]. Исследования искажений в коноскопических картинах кристаллов LiNbO_3 (отличающихся малым эффектом фоторефракции), возникающих вследствие эффекта фоторефракции (optical damage), при использовании более мощного лазерного излучения, насколько нам известно, отсутствуют.

В кристаллах с низким эффектом фоторефракции в отличие от кристаллов с высоким эффектом фоторефракции можно уверенно наблюдать многие оптические искажения, связанные с прохождением лазерного излучения через кристалл, поскольку они не “замазаны” сильной деструкцией лазерного луча, обусловленной эффектом фоторефракции.

Цель настоящей работы — методом лазерной коноскопии исследовать тонкие особенности структурных искажений кристаллов, возникающих при выращивании, а также искажений, наведенных лазерным излучением, в монокристаллах ниобата лития разного состава, отличающихся сравнительно низким эффектом фоторефракции.

Материалы и методика эксперимента

Нами исследованы кристаллы LiNbO_3 конгруэнтного ($\text{Li/Nb} = 0,946$) и стехиометрического ($\text{Li/Nb} = 1$) составов, а также конгруэнтные кристаллы, легированные катионами: $\text{Mg}^{2+}(0,89 \text{ масс.}\%)$, $\text{Zn}^{2+}(0,03, 0,52, 0,62)$, $\text{Cu}^{2+}(0,015)$, $\text{V}^{3+}(0,12)$, $\text{Gd}^{3+}(0,51)$, $\text{Y}^{3+}(0,46)$, $\text{Gd}^{3+}(0,23):\text{Mg}^{2+}(0,75)$, $\text{Mg}^{2+}(0,86):\text{Fe}^{3+}(0,0036)$, $\text{Ta}^{5+}(1,13):\text{Mg}^{2+}(0,011)$, $\text{Y}^{3+}(0,24):\text{Mg}^{2+}(0,63)$. Данные кристаллы перспективны в качестве материалов для преобразования широкополосного и когерентного оптического излучения, голографии, электрооптических модуляторов и оптических затворов.

Кристаллы выращивали в воздушной атмосфере методом Чохральского по единой методике на установке “Кристалл-2” из расплава конгруэнтного состава ($\text{Li/Nb} = 0,946$). Использовали оригинальную

гранулированную шихту с высокой насыпной плотностью, синтезированную в ИХТРЭМС КНЦ РАН, позволяющую получать абсолютно бесцветные (water white) номинально чистые монокристаллы ниобата лития с увеличенным окном оптической прозрачности. Легирующую примесь вводили в расплав в виде соответствующих оксидов квалификации ОсЧ, либо, в случае кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}^{2+}(0,86):\text{Fe}^{3+}(0,0036)$ — при синтезе шихты ниобата лития в виде гомогенно легированного прекурсора $\text{Nb}_2\text{O}_5:\text{Mg, Fe}$. Подробно методики выращивания кристаллов и приготовление шихты описаны в [11, 12]. Эффект фоторефракции в номинально чистых и легированных “нефоторефрактивными” катионами кристаллах ниобата лития определяется как собственными дефектами с локализованными на них электронами, так и следовыми количествами примесных многозарядных “фоторефрактивных” катионов (Ni, Cr, Co, Fe, Rh, Cu, и др.) [5, 6]. В таблице указаны следовые концентрации катионных примесей в кристалле ниобата лития конгруэнтного состава, определенные методом спектрального анализа. Из таблицы видно, что кристаллы отличаются высокой однородностью вдоль оси роста по составу примесей и основных компонентов. О последнем свидетельствуют одинаковые значения температуры Кюри (T_K) верхней и нижней частей були. Результаты спектрального анализа по концентрациям сопутствующих примесей для стехиометрического и легированных кристаллов ниобата лития аналогичны.

Таблица

Результаты спектрального анализа пластин, срезанных с верхней и хвостовой части номинально чистого кристалла ниобата лития конгруэнтного состава

Примесь	Содержание примеси, масс.%	
	верх	низ
Zr	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Mo	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Ca	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Fe	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Ti	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Si	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Pb, Ni, Cr, Co	$<1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$
Al	$<5 \cdot 10^{-4}$	$<5 \cdot 10^{-4}$
Cu	$<5 \cdot 10^{-4}$	$<5 \cdot 10^{-4}$
Mn, V, Mg, Sn	$<5 \cdot 10^{-4}$	$<5 \cdot 10^{-4}$
$T_K, ^\circ\text{C}$	1142,0	1142,0

Кристаллические образцы для исследований имели форму прямоугольных параллелепипедов размерами $\sim 7 \times 6 \times 5 \text{ мм}^3$ с ребрами, совпадающими по направлению с кристаллофизическими осями X, Y, Z, где ось Z — полярная ось кристалла. Грани

параллелепипедов тщательно полировали с использованием методов химико-механической полировки.

Поскольку эффект фоторефракции максимален в сине-зеленой области спектра, то для сравнения коноскопические картины кристаллов были зарегистрированы при возбуждении излучением He – Ne лазера ($\lambda_0 = 632,8$ нм) и излучением второй гармоники лазера MLL-100 на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм) малой мощности ($P = 1$ мВт), не вызывающем эффекта фоторефракции, а также более мощным излучением второй гармоники лазера MLL-100 на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм, $P = 90$ мВт). При облучении исследованных нами кристаллов излучением 632,8 нм и 532 нм ($P = 1$ мВт) фоторефрактивный эффект отсутствует и не наблюдается раскрытие индикатрисы фоторефрактивного рассеяния света (ФРРС) [13]. В этом случае коноскопические картины отражают состояние структурной дефектности кристалла в отсутствие эффекта фоторефракции. При возбуждении излучением лазера MLL-100 на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм, $P = 90$ мВт) в коноскопических картинах проявляются как собственная дефектность кристалла (определяемая составом и условиями выращивания кристалла), так и дефектность, наведенная лазерным излучением.

Использованная нами экспериментальная установка для коноскопических исследований подробно описана в [1, 2, 8, 9]. При проведении коноскопического эксперимента монокристаллический образец устанавливали на подвижном двухкоординатном оптическом столике, что позволяло сканировать всю плоскость входной грани лазерным лучом и получать множество коноскопических картин, соответствующих различным участкам поперечного сечения исследуемого образца. Оси пропускания поляризатора и анализатора ориентировали перпендикулярно друг к другу. При этом ось пропускания поляризатора составляла угол 45° с вертикалью. Ось лазерного пучка совпадала с оптической (полярной) осью кристалла и была перпендикулярна к его входной грани. Коноскопическую картину исследуемого образца регистрировали на полупрозрачном экране цифровой фотокамерой.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 1 и 2 приведены коноскопические картины исследованных кристаллов, полученные, соответственно, при использовании излучения He – Ne лазера ($\lambda_0 = 632,8$ нм, $P = 1$ мВт) и второй гармоники лазера MLL-100 на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм, $P = 90$ мВт). Коноскопическая картина идеального одноосного оптически неактивного кристалла, полученная с использованием линейно поляризованного

излучения, хорошо известна и подробно описана в [3, 4]. При освещении слабо расходящимся пучком линейно поляризованного излучения идеального оптически одноосного монокристалла, помещенного в оптической системе между поляризатором и анализатором, наблюдают коноскопическую картину в виде концентрических колец-изохром с центром в месте выхода оптической оси. На кольца-изохромы накладывается характерное распределение интенсивности — черный “мальтийский крест”, ветви которого, состоящие из двух изогир, пересекаются в центре поля зрения и расширяются к его краям. Ориентация “мальтийского креста” совпадает с ориентацией осей пропускания поляризатора и анализатора. При этом форма изохром зависит от ориентации оптической оси относительно входной грани кристалла. При совпадении оси расходящегося конического пучка излучения с оптической осью исследуемого кристалла изохромы, являясь линиями одинакового фазового сдвига, соответствуют конусу лучей с одинаковым углом падения α и имеют вид колец. При наличии некоторого угла между оптической осью и нормалью к входной грани кольца-изохромы трансформируются в эллипсы; при значительных углах вид изохром приближается к гиперболам. Ветви “мальтийского креста”, состоящие из двух изогир минимальной интенсивности, пересекаются в центре поля зрения и перпендикулярны друг другу. Наличие “мальтийского креста” в пределах всего поля зрения, включая центральную часть коноскопической картины, обусловлено тем, что в расходящемся пучке всегда существуют лучи, главные плоскости которых перпендикулярны, а вектора **E** лучей, лежащих в этих плоскостях, параллельны друг к другу. Такие лучи в кристаллической пластинке являются или только обыкновенными, или только необыкновенными и после действия анализатора дают на экране “мальтийский крест”.

Характерные признаки аномальной оптической двуосности, при которой имеет место деформация оптической индикатрисы кристалла, проявляются в виде искажения и разрыва черного “мальтийского креста” на две части с просветлением в центре поля зрения коноскопической картины [3, 4, 7 – 9]. Разрыв и сдвиг частей “мальтийского креста” возможен в произвольном азимутальном направлении и однозначно связан с направлением деформации оптической индикатрисы.

Результаты лазерного сканирования (He – Ne лазер, $\lambda_0 = 632,8$ нм, $P = 1$ мВт) по плоскости входной грани образцов исследованных нами кристаллов показывают наличие как образцов, коноскопические

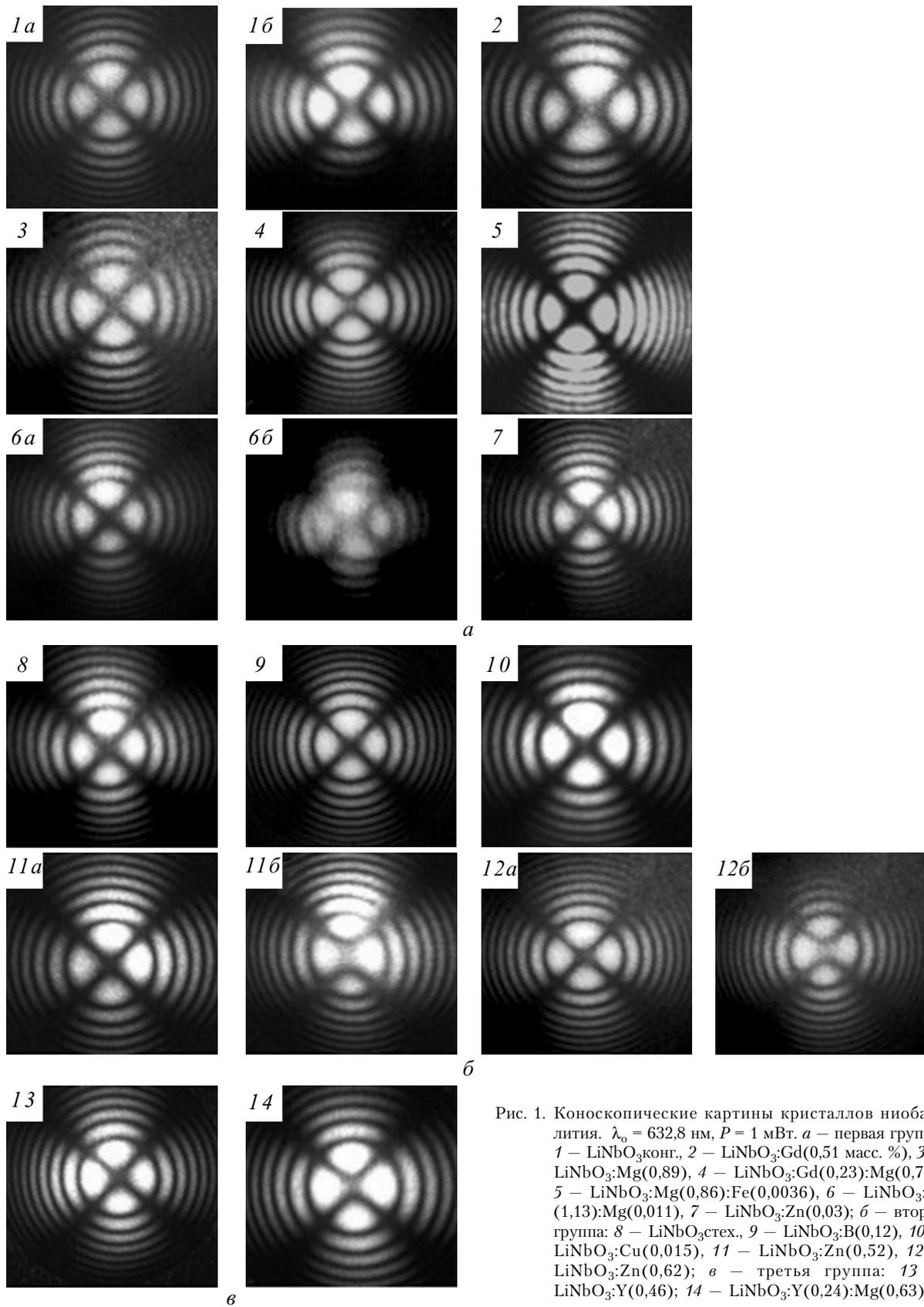


Рис. 1. Коноскопические картины кристаллов ниобата лития. $\lambda_0 = 632,8$ нм, $P = 1$ мВт. *a* – первая группа: 1 – LiNbO_3 конг., 2 – $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,51$ масс. %), 3 – $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}(0,89)$, 4 – $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,23):\text{Mg}(0,75)$, 5 – $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}(0,86):\text{Fe}(0,0036)$, 6 – $\text{LiNbO}_3:\text{Ta}(1,13):\text{Mg}(0,011)$, 7 – $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,03)$; *б* – вторая группа: 8 – LiNbO_3 стех., 9 – $\text{LiNbO}_3:\text{B}(0,12)$, 10 – $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}(0,015)$, 11 – $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,52)$, 12 – $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,62)$; *в* – третья группа: 13 – $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,46)$; 14 – $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24):\text{Mg}(0,63)$.

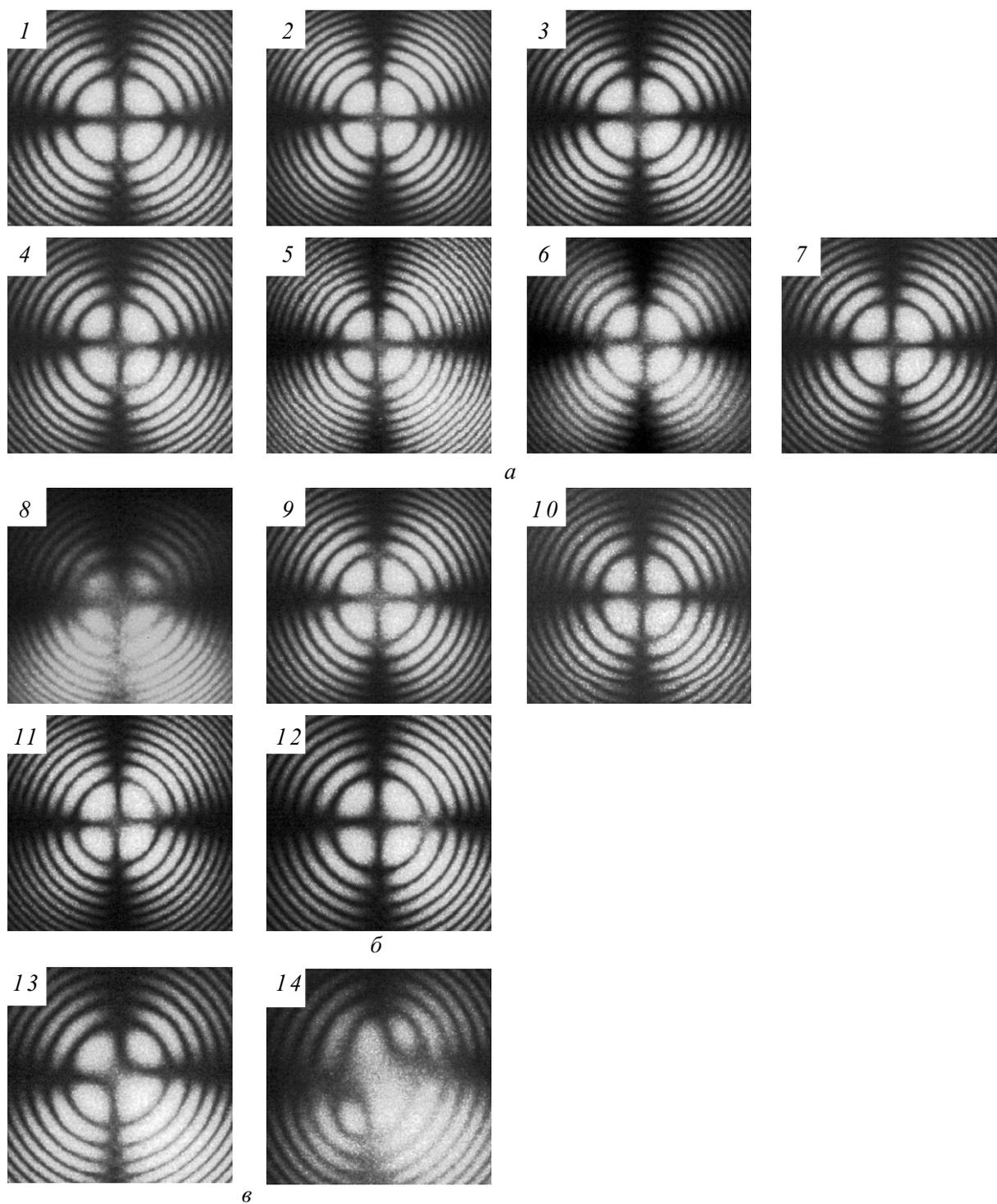


Рис. 2. Коноскопические картины кристаллов ниобата лития. $\lambda_0 = 532$ нм, $P = 90$ мВт. *а* – первая группа: 1 – LiNbO_3 конг., 2 – $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,51 \text{ масс. \%})$, 3 – $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}(0,89)$, 4 – $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,23):\text{Mg}(0,75)$, 5 – $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}(0,86):\text{Fe}(0,0036)$, 6 – $\text{LiNbO}_3:\text{Ta}(1,13):\text{Mg}(0,011)$, 7 – $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,03)$; *б* – вторая группа: 8 – LiNbO_3 стех., 9 – $\text{LiNbO}_3:\text{B}(0,12)$, 10 – $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}(0,015)$, 11 – $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,52)$, 12 – $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,62)$; *в* – третья группа: 13 – $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,46)$; 14 – $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24):\text{Mg}(0,63)$.

картины которых полностью соответствуют одноосным кристаллам (рис. 1, картины 3, 5, 7–10, 13), так и образцов, на коноскопических картинах которых проявляется аномальная двуосность (рис. 1, картины 2, 4, 14). Кроме того, выявлены образцы, при сканировании по плоскости входной грани которых получены коноскопические картины двух видов — соответствующие как одноосным кристаллам, так и кристаллам с признаками оптической двуосности (рис. 1, картины 1а, 1б; 6а, 6б; 11а, 11б; 12а, 12б).

При использовании излучения He – Ne лазера ($\lambda_0 = 632,8$ нм, $P = 1$ мВт) коноскопические картины монокристаллов LiNbO_3 стех., а также монокристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}(0,89 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}(0,86 \text{ масс.}\%):\text{Fe}(0,0036)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,03 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{B}(0,12 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}(0,015 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,46 \text{ масс.}\%)$ имеют круговую симметрию, при которой “мальтийский крест” сохраняет целостность в центре поля зрения, а изохромы представляют собой концентрические окружности с центром в точке выхода оптической оси. Именно такой вид коноскопических картин свидетельствует об оптической однородности образцов и хорошем оптическом качестве (рис. 1, картины 3, 5, 7–10, 13).

В то же время коноскопические картины монокристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,51 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,23 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,75)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,63)$ содержат некоторые признаки, типичные для двуосных кристаллов (рис. 1, картины 2, 4, 14), а именно: деформацию изохром и “мальтийского креста” с его просветлением и разрывом на две части в центре поля зрения. При этом на коноскопической картине монокристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,51 \text{ масс.}\%)$ (рис. 1, картина 2) изохромы имеют вид эллипсов, “мальтийский крест” разделен на две части с их сдвигом в горизонтальном направлении от центра, что соответствует направлению деформации оптической индикатрисы кристалла. Для образца монокристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,23 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,75)$ наблюдаются признаки слабой аномальной двуосности, проявляемой на коноскопической картине незначительной деформацией в центре “мальтийского креста” в виде разрыва и вертикального смещения от центра фрагментов креста. Изохромы приобретают слабую эллиптичность в вертикальном направлении коноскопической картины, сохраняя при этом правильную геометрическую форму (рис. 1, картина 4).

Для образца монокристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,63)$ при использовании излучения He – Ne лазера ($\lambda_0 = 632,8$ нм, $P = 1$ мВт) аномальная двуосность проявляет себя незначительно, при этом на коноскопической картине наблюдаются некоторое смещение в периферийном направлении фрагментов “мальтий-

ского креста” и просветление в центре. Изохромы принимают вид эллипсов с большой осью, ориентированной в вертикальном направлении коноскопической картины, и имеют правильную геометрическую форму (рис. 1, картина 14).

Коноскопические картины монокристаллов LiNbO_3 конг., $\text{LiNbO}_3:\text{Ta}(1,13 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,011)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,52 \text{ масс.}\%)$ и $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,62 \text{ масс.}\%)$ соответствуют как оптически одноосному (рис. 1, картины 1а, 6а, 11а, 12а), так и оптически двуосному кристаллу (рис. 1, картины 1б; 6б; 11б; 12б). При этом вид коноскопических картин кристалла LiNbO_3 конг., соответствующих одноосному кристаллу (рис. 1, картина 1а) состоит из контрастного “мальтийского креста”, который накладывается на концентрические кольца-изохромы с центром в точке выхода оптической оси, совпадающей с центром “мальтийского креста”. На коноскопической же картине с признаками незначительной аномальной двуосности (рис. 1, картина 1б) наблюдается разрыв “мальтийского креста” в центре картины и просветление в области некоторого углового диаметра. При этом изохромы практически сохраняют форму концентрических окружностей (рис. 1, картина 1б).

Для монокристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Ta}(1,13 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,011)$ характерно наличие внутренней “мозаичной” структуры, что уверенно проявляется на наблюдаемых коноскопических картинах некоторой размытостью изображения, снижением резкости и контраста. На коноскопических картинах этого образца, соответствующих одноосному кристаллу, (рис. 1, картина 6а) изохромы имеют вид концентрических окружностей с центром в точке выхода оптической оси, а “мальтийский крест” сохраняет минимальную интенсивность в пределах всего поля зрения. В случае признаков аномальной оптической двуосности на коноскопической картине наблюдается заметное искажение формы “мальтийского креста” с разрывом на две части в центре поля зрения и приобретение изохромами эллиптической формы (рис. 1, картина 6б).

Для образцов $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,52 \text{ масс.}\%)$ и $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,62 \text{ масс.}\%)$ помимо полностью соответствующих одноосному кристаллу коноскопических картин (рис. 1, картины 11а, 12а), на которых кольца-изохромы расположены на фоне “мальтийского креста” наблюдали коноскопические картины (рис. 1, картины 11б, 12б) с признаками аномальной двуосности кристаллов, характеризующиеся значительными изменениями вида “мальтийского креста”. Так, в центре коноскопической картины (рис. 1, картины 11б, 12б) зарегистрированы просветление в центральной части “мальтийского креста” и расхождение его в вертикальном направлении от центра.

Изохромы сохраняют целостность, но несколько вытянуты в направлении смещения фрагментов креста и приобретают вид эллипсов с отношением малой и большой осей $\sim 0,9:1$. Такие изменения свидетельствуют о возникновении слабой аномальной оптической двуосности, что связано с деформацией оптической индикатрисы образцов.

Необходимо отметить, что коноскопические картины кристаллов полученные при использовании лазера на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм, $P = 1$ мВт) и He-Ne лазера ($\lambda_0 = 632,8$ нм, $P = 1$ мВт) полностью совпадают. Поэтому коноскопические картины полученные при использовании лазера на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм, $P = 1$ мВт) в статье не приведены.

На рис. 2 представлены коноскопические картины исследованных кристаллов, полученные при использовании второй гармоники лазера MLL-100 на Y:Al гранате ($\lambda_0 = 532$ нм, $P = 90$ мВт). В этом случае в коноскопических картинах многих кристаллов уверенно проявляется эффект фоторефракции. В целом для большинства коноскопических картин характерны некоторая размытость изображения, снижение резкости и контраста, а также заметная спекл-структура изображения. Однако, при этом коноскопические картины кристаллов, отличающихся малым эффектом фоторефракции, практически полностью соответствуют одноосным кристаллам (рис. 2, картины 1 – 3, 5, 7) за исключением незначительных изменений в виде слабой деформации “мальтийского креста” в центре поля зрения для кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Gd}(0,23 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,75)$ и $\text{LiNbO}_3:\text{Ta}(1,13 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,011)$, рис. 2, картины 4, 6).

С увеличением мощности лазерного излучения эффект фоторефракции заметно проявляется в коноскопической картине кристалла LiNbO_3 стех., рис. 2, картина 8). Если при мощности лазерного излучения менее 1 мВт данному образцу соответствует достаточно четкая и контрастная картина одноосного кристалла (рис. 1, картина 8), то при увеличении мощности до 90 мВт интерференционные полосы на коноскопической картине теряют четкие очертания, становятся размытыми со значительным проявлением спекл-структуры изображения. Однако при этом изохромы сохраняют вид концентрических окружностей с центром в точке выхода оптической оси, а ветви “мальтийского креста” пересекаются в центре поля зрения.

Коноскопические картины монокристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{B}(0,12 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}(0,015 \text{ масс.}\%)$, $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,52 \text{ масс.}\%)$ и $\text{LiNbO}_3:\text{Zn}(0,62 \text{ масс.}\%)$ даже при мощности излучения 90 мВт отличаются достаточными резкостью и контрастом и в целом

имеют вид, характерный для одноосных кристаллов, рис. 2, картины 9 – 12).

Наиболее сильные искажения в коноскопических картинах (рис. 2) при мощности лазерного излучения 90 мВт наблюдаются для монокристаллов, для которых характерно очень быстрое (в течение нескольких секунд) раскрытие индикатрисы фоторефрактивного рассеяния света [13]. Так, для $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,46 \text{ масс.}\%)$ коноскопическая картина, при мощности излучения в 1 мВт ($\lambda_0 = 632,8$ нм), имеет вид, характерный для одноосного кристалла (рис. 1, картина 13). Но при мощности лазерного излучения в 90 мВт ($\lambda_0 = 532$ нм), она приобретает явные признаки, характерные для выраженной аномальной двуосности кристалла (рис. 2, картина 13), а именно: разрыв “мальтийского креста” на две части с просветлением в центре поля зрения и приобретение изохромами эллиптической формы. Признаки незначительной аномальной двуосности у кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,63)$, наблюдаемые на коноскопической картине при освещении образца лазерным излучением 1 мВт (рис. 1, картина 14), существенно усиливаются при увеличении мощности излучения до 90 мВт (рис. 2, картина 14) — форма “мальтийского креста” максимально деформирована, углы между его ветвями отличны от 90° , расстояние между точками выхода аномальных оптических осей кристалла достигает наибольшего значения по сравнению со всеми исследованными образцами, а изохромы приобретают вид неправильных овалов. При этом в их форме отсутствует симметрия.

Выводы

Для исследования структурной и оптической однородности номинально чистых и легированных кристаллов ниобата лития, имеющих сравнительно низкий эффект фоторефракции применен метод лазерной коноскопии.

Выявлены и исследованы структурные искажения фоторефрактивных кристаллов ниобата лития, возникающие при изменении его состава (отношения Li/Nb и легирования) и мощности лазерного излучения.

Установлено, что увеличение мощности излучения от 1 до 90 мВт для кристалла LiNbO_3 стех. приводит (при сохранении в целом признаков одноосности кристалла) к появлению на коноскопической картине заметной деформации интерференционных полос, а также к весьма значительному снижению контраста и резкости изображения.

Наиболее заметно влияние фоторефрактивного эффекта на коноскопические картины обнаружено

для кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,46 \text{ масс.}\%)$ и $\text{LiNbO}_3:\text{Y}(0,24 \text{ масс.}\%):\text{Mg}(0,63)$ в виде значительных признаков аномальной оптической двуосности. Именно для этих кристаллов по литературным данным наблюдается наибольшая скорость раскрытия индикатрисы фоторефрактивного рассеяния света, что ставит их в ряд оптических материалов, перспективных для голографии, электрооптических модуляторов и оптических затворов.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ на поддержку ведущих научных школ НШ-487.2014.3 и гранта РФФИ 12-03-00515-а.

Литература

1. Pikoul O. Y. Determination of optical sign of a crystal by conoscopic method. *J. Appl. Cryst.*, 2010, v. 43, p. 949 – 954.
2. Пикуль О. Ю., Алексеева Л. В., Повх И. В., Строганов В. И., Рудой К. А., Толстов Е. В., Криштоп В. В. Особенности оптической системы для создания коноскопических фигур больших размеров. *ИВУЗ. Приборостроение*, 2004, № 12, с. 53 – 55.
3. Меланхолин Н.М. Методы исследования оптических свойств кристаллов. М.: Наука, 1970, 155 с.
4. Константинова А.Ф., Гречушников Б.Н., Бокуть Б.В., Валяшко Е.Г. Оптические свойства кристаллов. Минск.: Наука и техника, 1995, 302 с.
5. Сидоров Н.В., Палатников М.Н., Калинин В.Т. Микроструктурные дефекты и проявление эффекта фоторефракции в сегнетоэлектрическом монокристалле ниобата лития. *Доклады академии наук*, 2011, т. 441, № 2, с. 209 – 213.
6. Сидоров Н.В., Волк Т.Р., Маврин Б.Н., Калинин В.Т. Ниобат лития: дефекты, фоторефракция, колебательный спектр, поляритоны. М.: Наука, 2003, 255 с.
7. Штукенберг А. Г., Пунин Ю. О. Оптические аномалии в кристаллах. СПб.: Наука, 2004, 263 с.
8. Pikoul O. Y., Sidorov N. V., Palatnikov M. N., Makarova O.V. Laser conoscopic research technique for single crystals $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$. *J. Modern physics*, 2013, № 4, p. 12 – 17.
9. Пикуль О.Ю., Сидоров Н.В., Палатников М.Н., Макарова О.В. Лазерная коноскопия монокристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$. *Перспективные материалы*, 2013, № 12, с. 72 – 81.
10. Пикуль О.Ю., Сидоров Н.В., Палатников М.Н. Исследование оптической однородности кристаллов LiNbO_3 , легированных катионами Та и Mg, с использованием лазерного коноскопического метода. *Материалы конф. “Физика: фундаментальные и прикладные исследования, образование”*. 28 – 31 окт. 2013 г., Хабаровск, с. 185 – 188.
11. Палатников М.Н., Сидоров Н.В., Бирюкова И.В., Щербина О.Б., Калинин В.Т. Гранулированная шихта для выращивания монокристаллов ниобата лития. *Перспективные материалы*, 2011, № 2, с. 93 – 97.
12. Палатников М.Н., Сидоров Н.В., Бирюкова И.В., Макарова О.В., Сидоров Н.В., Кравченко О.Э., Ефремов В.В. Выращивание крупногабаритных кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$. *Неорганические материалы*, 2013, т. 49, № 3, с. 293 – 300.
13. Сую А.В., Сидоров Н.В., Антонычева Е.А. Фоторефрактивные свойства и особенности строения нелинейнооптического кристалла ниобата лития. Хабаровск: Изд-во ДВГУПС, 2011, 107 с.

Статья поступила в редакцию 31.01.2014 г.

Сидоров Николай Васильевич — Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева Кольского научного центра РАН (Мурманская область, г. Апатиты), доктор физико-математических наук, заведующий сектором, специалист в области техники физического эксперимента, спектроскопии комбинационного рассеяния света диэлектрических кристаллов. E-mail: sidorov@chemy.kolasc.net.ru.

Пикуль Ольга Юрьевна — Дальневосточный государственный университет путей сообщения (г.Хабаровск), кандидат физико-математических наук, доцент, специалист в области техники физического эксперимента, лазерной коноскопии диэлектрических кристаллов. E-mail: pikoul2008@gmail.com.

Теплякова Наталья Александровна — Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева Кольского научного центра РАН (Мурманская область, г. Апатиты), кандидат физико-математических наук, научный сотрудник, специалист в области спектроскопии комбинационного рассеяния света диэлектрических керамических материалов, лазерной коноскопии диэлектрических кристаллов. E-mail: tepl_na@chemy.kolasc.net.ru.

Крук Александр Александрович — Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева Кольского научного центра РАН (Мурманская область, г. Апатиты), аспирант, специализируется в области техники физического эксперимента, спектроскопии комбинационного рассеяния света диэлектрических кристаллов. E-mail: mainframe.90@mail.ru.

Палатников Михаил Николаевич — Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева Кольского научного центра РАН (Мурманская область, г. Апатиты), доктор технических наук, заведующий сектором. Специалист в области материаловедения функциональных диэлектрических материалов, электрофизических измерений, выращивании кристаллов из расплавов, керамической технологии. E-mail: palat_mn@chemy.kolasc.net.ru.