

DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-2-29-32

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРИЕНТАЦИИ ВНУТРЕННИХ ЛИНЕЙНЫХ ДЕФЕКТОВ В ИЗОТРОПНЫХ ОПТИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛАХ

© Валерий Николаевич Чередов, Анатолий Павлович Петраков¹¹ Сыктывкарский государственный университет, г. Сыктывкар, Россия; e-mail: cvn@rambler.ru

*Статья поступила 18 апреля 2018 г. Поступила после доработки 16 декабря 2018 г.
Принята к публикации 19 декабря 2018 г.*

Исследование структуры оптических кристаллов и дефектов в них — одна из важнейших задач кристаллофизики, кристаллографии и материаловедения. В последние годы, как известно, возрос интерес к линейным дефектам в кристаллах, которые (прежде всего линейные несовершенства кристаллической структуры) существенно снижают эксплуатационные физические свойства оптических кристаллов. Представлен способ экспрессного определения кристаллографической ориентации линейных дефектов (дислокаций, их скоплений, линейно вытянутых объемных включений и др.) в оптических кристаллах. Ориентацию линейно вытянутой микропоры в изотропном оптическом прозрачном кристалле флюорита определяли с использованием оптического микроскопа. Вращая кристалл, закрепленный в кристаллодержателе микроскопа, фиксировали показания шкалы барабана окуляра. Поправки на преломление света в объеме кристалла учитывали аналитически. Кристаллографические индексы ориентации микропоры соответствовали [100]. Приведены зависимости от значения показателя преломления ограничения на углы поворота кристалла, используемые при данном способе определения ориентации линейного дефекта.

Ключевые слова: линейные дефекты; изотропные оптические кристаллы; способ определения кристаллографической ориентации.

DETERMINATION OF THE ORIENTATION OF INTERNAL LINEAR DEFECTS IN ISOTROPIC OPTICAL CRYSTALS

© Valeriy N. Cheredov, Anatoly P. Petrakov¹¹ Syktyvkar State University, g. Syktyvkar, Russia; e-mail: cvn@rambler.ru

Received April 18, 2018. Revised December 16, 2018. Accepted December 19, 2018.

Study of the structure of optical crystals and defects in them is one of the most important problems in crystal physics, crystallography and material science. Nowadays, study of the nanostructures, including the linear defects in crystals is of particular importance. Defects, and first and foremost linear imperfections of the crystal structure, significantly reduce the operational physical properties of optical crystals. Analysis of the properties of those defects, their orientation in the crystal lattice, as well as developing of the methods for determination of the crystallographic orientation of linear defects are the most important in view of the possibility of improving the properties of optical crystals. A method for rapid determination of the crystallographic orientation of linear defects (dislocations, clusters, linearly extended bulk inclusions, etc.) in optical crystals is presented. The orientation of a linearly extended micropore in an isotropic optical transparent fluorite crystal was determined using an optical microscope. The readings of the scale of the eyepiece drum were recorded when rotating the crystal fixed in the crystal holder of the microscope. Corrections for the refraction of light in the bulk of the crystal were taken into account analytically. The crystallographic orientation of the microporous in a transparent fluorite crystal was studied in detail. Crystallographic indices of micropore orientation corresponded to [100]. We developed an efficient rapid procedure for determination of the orientation of internal linear defects (imperfections) in optically isotropic crystals using an optical microscope. The restrictions imposed on the angles of crystal rotation depending on the value of the refractive index are considered for the given method of determination.

Keywords: linear defects; isotropic optical crystals; method for determination of crystallographic orientation.

Дефекты кристаллов отрицательно влияют на рабочие характеристики устройств, созданных на их основе. Знание кристаллографической ориентации линейных дефектов необходимо для понимания природы их образования и, соответствен-

но, совершенствования структуры и оптических свойств кристаллов [1, 2].

Традиционный метод определения кристаллографической ориентации внутренних несовершенств прозрачных кристаллов включает шли-

фовку и полировку поверхности образца, травление и выявление следов выхода дислокаций [2]. Однако при травлении проявляется лишь часть имеющихся в кристалле дислокаций. Расчеты проводят при допущении прямолинейности дислокаций, что, как правило, снижает точность измерений и не позволяет корректно определить их ориентацию.

Кристаллографическую ориентацию внутренних несовершенств определяют также путем декорирования дефектов, для чего из анализируемого кристалла вырезают образец в виде прямоугольного параллелепипеда с кристаллографической ориентацией граней по плоскостям с простыми индексами. Для пространственного измерения линейного дефекта используют оптический микроскоп, с помощью построения стереографической проекции линейных участков несовершенства находят кристаллографические индексы (направляющие косинусы). Недостаток такого способа — повышенные временные затраты (низкая экспрессность) и необходимость разрушения кристалла.

Цель работы — разработка экспрессного способа определения кристаллографической ориентации линейных дефектов (дислокаций, их скоплений, линейно вытянутых пор и включений) в изотропных прозрачных кристаллах без их разрушения.

Использовали кристаллы, ограниченные с двух сторон прозрачными параллельными плоскостями (отшлифованными и отполированными) (рис. 1). Векторы (оси) $\mathbf{u}_1$, $\mathbf{u}_2$, $\mathbf{u}_3$ определяют кристаллографическую систему координат (в случае оптически изотропных кристаллов — декартовую). Отметим, что вектор $\mathbf{u}_3$ нормален к грани кристалла, а $\mathbf{u}_1$ параллелен проекции линейного участка дефекта d на плоскость грани.

Предлагаемый способ определения ориентации линейного дефекта заключается в следующем. Кристалл закрепляем в кристаллодержателе оптического микроскопа так, чтобы оптическая ось была нормальна к грани кристалла, а

линейный дефект (или хотя бы верхняя его часть) попал в плоскость фокусировки микроскопа. Ориентируя кристалл в горизонтальной плоскости, располагаем верхнюю часть дефекта на пересечении оптической оси микроскопа и плоскости фокусировки, т.е. в начале координат. При этом проекция линии дефекта m на плоскость фокусировки лежит вдоль оси $\mathbf{u}_2$. Риска на стекле окулярного микроскопа устанавливаем параллельно $\mathbf{u}_1$, фиксируем показания шкалы барабана окуляра. Вращаем кристалл вокруг оси $\mathbf{u}_1$ на угол α по часовой стрелке. Верхняя часть дефекта остается на пересечении оптической оси с плоскостью фокусировки (в начале системы координат). Затем «поворачиваем» кристалл вокруг оси $\mathbf{u}_3$ на угол β' против часовой стрелки, для чего риска с помощью окулярного микрометра устанавливаем параллельно новой проекции анализируемого участка линейного дефекта, фиксируем показание шкалы барабана окуляра. То есть второе вращение осуществляем поворотом не самого кристалла, а окуляра микроскопа (поскольку приняли, что показатель преломления кристалла $n = 1$, соответственно, $\beta' = \beta$).

Разность полученных отсчетов дает видимый угол β' между проекциями линейного участка дефекта d на плоскость фокусировки нормально расположенного и повернутого на угол α кристалла. Измеряя β' , определяем β и кристаллографические индексы направления ориентации линейного дефекта по данным показателя преломления кристалла и координат первичных осей $\mathbf{u}_1$, $\mathbf{u}_2$, $\mathbf{u}_3$ (направляющим косинусом), которые находим предварительно [2–4].

На рис. 2 приведена схема пространственного расположения оптической оси микроскопа, плоскости фокусировки Φ и линейного дефекта d . Оптическая ось совпадает с осями $\mathbf{u}_1$ (см. рис. 2, а) и $\mathbf{u}_1'$ (см. рис. 2, б, в). Плоскость фокусировки Φ всегда нормальна к оптической оси и располагается горизонтально.

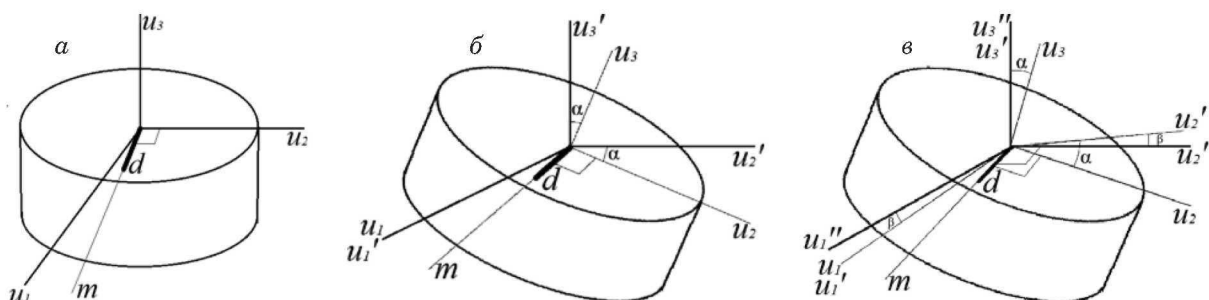


Рис. 1. Схема пространственного расположения кристалла, линейного дефекта d и осей координат до (а) и после вращений кристалла относительно осей $\mathbf{u}_1$ (б) и $\mathbf{u}_3$ (в)

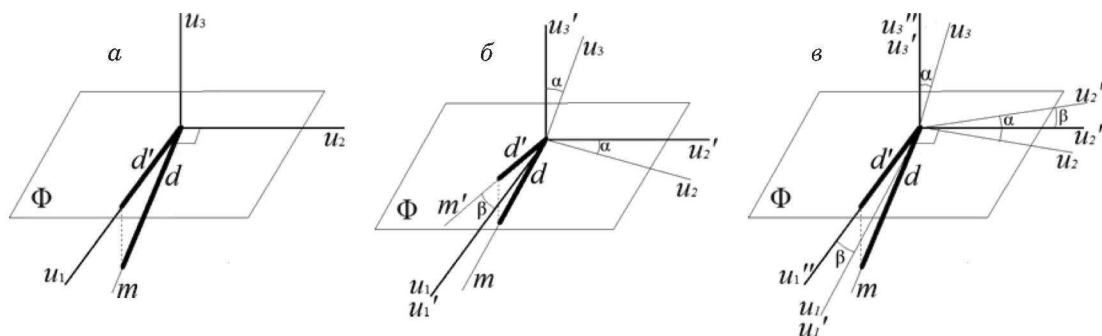


Рис. 2. Схема пространственного расположения оптической оси, плоскости фокусировки Φ и линейного дефекта d до (а) и после вращений кристалла относительно осей $\mathbf{u}_1$ (б) и $\mathbf{u}_3'$ (в)

Видно, что $\mathbf{u}_2''$ получается при поворотах $\mathbf{u}_2$ вначале вокруг $\mathbf{u}_1$ на угол α , затем — вокруг $\mathbf{u}_3'$ на угол β' . Для перехода от измеряемого видимого угла β' к истинному β необходимо учесть преломление света в среде кристалла. Связь углов описывается следующей системой уравнений [6 – 8]:

$$\begin{cases} \sin \alpha' = n \sin \alpha \\ \frac{\operatorname{tg} \alpha'}{\operatorname{tg} \alpha} = \frac{\operatorname{tg} \beta'}{\operatorname{tg} \beta} \end{cases}, \quad (1)$$

где α' — угол, на который необходимо повернуть кристалл с показателем преломления $n = 1$ вокруг оси $\mathbf{u}_1$, чтобы измеряемый угол равнялся β' .

Решая систему уравнений (1) путем исключения α' , получаем выражение для β :

$$\operatorname{tg} \beta = \frac{\operatorname{tg} \beta'}{n} \sqrt{1 - (n^2 - 1) \operatorname{tg}^2 \alpha}. \quad (2)$$

Соотношение (2) накладывает серьезное ограничение на угол α (в данном способе он выбирается произвольно):

$$\operatorname{tg} \alpha < \sqrt{n^2 - 1}. \quad (3)$$

При повороте кристалла вокруг $\mathbf{u}_1$ на угол, не отвечающий условию (3), свет не пересечет грань кристалла, а отразится от нее.

Заметим, что если линейный дефект в кристалле параллелен его грани, то при первом вращении кристалла вокруг $\mathbf{u}_1$ линия дефекта совпадет с осями $\mathbf{u}_1$ и $\mathbf{u}_1'$. Соответственно, кристаллографические индексы линии дефекта совпадут с точностью до постоянного множителя с координатами (направляющими косинусами) оси $\mathbf{u}_1$.

В общем случае для $\mathbf{u}_2''$ можно записать

$$\begin{aligned} u_{2i}'' &= (u_{2i} \cos \alpha + u_{3i} \sin \alpha) \cos \beta - \\ &- u_{1i} \sin \beta, \text{ где } i = 1, 2, 3. \end{aligned} \quad (4)$$

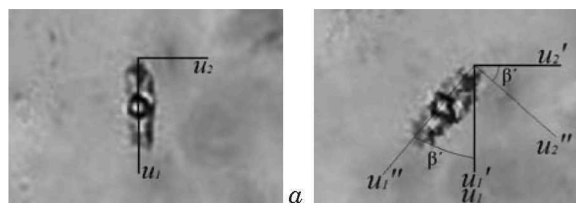


Рис. 3. Микропора в кристалле флюорита до (а) и после вращения кристалла относительно оси $\mathbf{u}_1$ на угол α (б) ($\times 100$)

Так как $\mathbf{u}_2$ и $\mathbf{u}_2''$ перпендикулярны направлению линейного участка дефекта, координаты вектора $\mathbf{m}$ можно получить как векторное произведение $\mathbf{u}_2$ и $\mathbf{u}_2''$:

$$\mathbf{m} = [\mathbf{u}_2 \mathbf{u}_2'']. \quad (5)$$

Отметим, что погрешность определения ориентации линейных дефектов зависит от точности измерения углов α и β' на оптическом микроскопе.

На рис. 3 представлен видимый линейный дефект (микропора) в объеме кристалла флюорита, ограниченного с двух сторон параллельными гранями, с показателем преломления $n = 1,434$ (оси $\mathbf{u}_1, \mathbf{u}_2$ лежат в плоскости фокусировки). Ориентация структуры кристалла относительно его граней и положения в кристаллодержателе следующая: $\mathbf{u}_1 = [0,7071; -0,7071; 0]$, $\mathbf{u}_2 = [0; 0; 1]$, $\mathbf{u}_3 = [-0,7071; -0,7071; 0]$. Угол поворота кристалла при определении ориентации дефекта α составил 30, а измеренный видимый угол β' — 41,7°.

По формуле (2) находим $\operatorname{tg} \beta = 0,5$, а истинный угол $\beta = 26,6^\circ$. Расчет направляющих косинусов для вектора $\mathbf{u}_2''$ дает следующие значения: $u_{21}'' = -0,6325$; $u_{22}'' = 0$; $u_{23}'' = -0,7746$.

В итоге для искомого вектора ориентации линейного дефекта $\mathbf{m}$ по формуле (5) получаем $[0; -0,6325; 0]$. После нормирования в кристаллографических индексах — $[0; -1; 0]$, что в силу кристаллографической симметрии кубических

кристаллов эквивалентно индексам $[1; 0; 0]$ (в другом обозначении — $[100]$).

Таким образом, достаточно простые угловые измерения на оптическом микроскопе позволяют экспрессно определять кристаллографическую ориентацию линейных дефектов в прозрачных оптически изотропных кристаллах. Предлагаемый способ также учитывает преломление света в среде кристалла (углы поворота при кристаллооптических измерениях, зависящие от показателя преломления кристалла, имеют ограничения).

ЛИТЕРАТУРА

1. Doherty M., Michl J., Dolde F., et al. Measuring the defect structure orientation of a single NV-centre in diamond / *New J. Phys.* 2014. Vol. 16. P 1 – 20.
2. А. с. 949434 СССР. Способ определения кристаллографической ориентации внутренних несовершенств прозрачных кристаллов / Белянин А. Ф., Буленьков Н. А. — № 2951031; заявл. 30.06.1980; опубл. 07.08.1982. Бюл. № 29.
3. А. с. 1000477 СССР. Способ определения кристаллографической ориентации монокристаллов с ОЦК-решеткой / Измаилов Ф. И. — № 3271374; заявл. 01.04.1981; опубл. 28.02.1983. Бюл. № 8.
4. А. с. 1522027 СССР. Способ определения ориентации монокристаллов / Чередов В. Н. — № 4258229; заявл. 08.06.1987; опубл. 15.11.1989. Бюл. № 42.
5. А. с. 890179 СССР. Дифрактометрический способ определения ориентировки монокристаллов / Фомин В. Г., Новиков А. Г., Освенский В. Б., Утенкова О. В. — № 2916621; заявл. 25.04.1980; опубл. 15.12.1981. Бюл. № 46.
6. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. — М.: Наука, 1973. — 720 с.
7. Корн Г., Корн Т. Справочник по математике. — М.: Наука, 1978. — 832 с.
8. Бабичева И. Е., Болдовская Т. Е. Справочник по математике (в формулах, таблицах, рисунках). — Омск: СибАДИ, 2010. — 148 с.
9. Dowty E. Computing and drawing crystal shapes / *The American Mineralogist*. 1980. Vol. 65. N 5. P 465 – 471.

REFERENCES

1. Doherty M., Michl J., Dolde F., et al. Measuring the defect structure orientation of a single NV-centre in diamond / *New J. Phys.* 2014. Vol. 16. P 1 – 20.
2. USSR Inventor's Certificate 949434. Method for determining the crystallographic orientation of internal imperfections of transparent crystals / Belyanin A. F., Bulenkov N. A. — N 2951031; appl. 30.06.1980; publ. 07.08.1982. Byull. N 29 [in Russian].
3. USSR Inventor's Certificate 1000477 USSR. The method for determining the crystallographic orientation of single crystals with a bcc lattice / Izmailov F. I. — N 3271374; appl. 01.04.1981; publ. 28.02.1983. Byull. N 8 [in Russian].
4. USSR Inventor's Certificate 1522027 USSR. Method for determining the orientation of single crystals / Cheredov V. N. — N 4258229; appl. 08.06.1987; publ. 15.11.1989. Bull. N 42 [in Russian].
5. USSR Inventor's Certificate 890179. Diffractometric method for determining the orientation of single crystals / Fomin V. G., Novikov A. G., Osvensky V. B., Utenkova O. V. — N 2916621; appl. 25.04.1980; publ. 15.12.1981. Byull. N 46 [in Russian].
6. Born M., Wolf E. Foundations of Optics. — Moscow: Nauka, 1973. — 720 p. [in Russian].
7. Korn G., Korn T. Handbook of Mathematics. — Moscow: Nauka, 1978. — 832 p. [in Russian].
8. Babicheva I. E., Boldovskaya T. E. Reference book on mathematics (in formulas, tables, figures). — Omsk: SibADI, 2010. — 148 p. [in Russian].
9. Dowty E. Computing and drawing crystal shapes / *The American Mineralogist*. 1980. Vol. 65. N 5. P 465 – 471.