

## DCTA 对 KDP 晶体的快速生长与光学性能的影响

朱胜军, 王圣来, 丁建旭, 程秀凤, 王正平, 许心光

(山东大学 晶体材料国家重点实验室, 济南 250100)

**摘 要:** 环己二胺四乙酸(DCTA)作为一种新型添加剂被加入到 KDP 晶体生长溶液中。采用“点籽晶”快速生长技术, 在掺杂  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 的饱和溶液中, 生长了 KDP 晶体, 生长速度达 20 mm/d。研究了这种新型添加剂 DCTA 对快速生长的 KDP 晶体的生长习性和光学质量的影响, 并与常用添加剂 EDTA 的影响效果进行了对比。研究发现, 在 KDP 晶体生长溶液中添加  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 使生长溶液的亚稳区宽度提高了约  $10^\circ\text{C}$ , 晶体(100)面的生长速度提高了 3~10 倍; 生长出的晶体在紫外波段的透过率上升了 2~8 倍, 晶体内部的光散射大大减轻, 激光损伤阈值也有所提高。添加剂 DCTA 对 KDP 晶体生长及性能的改善作用比同等浓度的 EDTA 更加显著。

**关 键 词:** KDP 晶体; 快速生长; 光学性能; 添加剂

中图分类号: TB34 文献标识码: A

## Effect of DCTA on the Rapid Growth and Optical Characterization of KDP Crystal

ZHU Sheng-Jun, WANG Sheng-Lai, DING Jian-Xu, CHENG Xiu-Feng, WANG Zheng-Ping, XU Xin-Guang

(State Key Laboratory of Crystal Materials and Institute of Crystal Materials, Shandong University, Jinan 250100, China)

**Abstract:** Cyclohexanediaminetetraacetic acid (DCTA) as a new additive was added into the KDP growth solution. The KDP crystal was grown from aqueous solution with  $100 \times 10^{-6}$  DCTA by the “point seed” rapid growth technique, at growth rate of about 20 mm/d. Effects of the new additive DCTA on growth habit and optical quality of the rapidly grown KDP crystal were investigated and compared with those of EDTA which was a common additive used in the rapid growth of KDP crystal. With  $100 \times 10^{-6}$  DCTA added in growth solution, the metastable temperature zone width of solution increased about  $10^\circ\text{C}$  and the growth rate of (100) faces of KDP crystal accelerated by 3–10 times. Furthermore, the optical quality of crystal doped with DCTA was improved significantly: such as 2–8 times rise of UV transmittance, great mitigation of light scattering and a few exaltation of laser damage threshold. Additionally, the beneficial effects of DCTA on growth habit and optical quality of the rapidly grown KDP crystal were more significant than those of EDTA with the same concentration.

**Key words:** KDP crystal; rapid growth; optical characterization; additive

近年来随着高功率激光系统在受控热核反应, 核爆模拟等重大技术上的应用, KDP 晶体作为目前惯性约束核聚变(ICF)工程中唯一可用的非线性光学材料, 其生长和性能的研究再次成为世界各国的研究热点<sup>[1-3]</sup>。传统方法(降温法, 循环流动法)生长

KDP 晶体生长速度很慢, Z 向平均每天只能生长 0.5~1 mm, 导致晶体的生长周期很长, 生产成本很高, 难以满足 ICF 工程快速发展的需要。“点籽晶”全方位快速生长技术实现了 KDP 晶体的三维立体生长, 使晶体的生长速度提高了一个数量级, 大大

收稿日期: 2013-02-01; 收到修改稿日期: 2013-03-14

基金项目: 国家自然科学基金(50721002; 51202131) National Natural Science Foundation of China (50721002; 51202131)

作者简介: 朱胜军(1987-), 男, 博士研究生. E-mail: zhushengjun120623@126.com

通讯作者: 王圣来, 教授. E-mail: slwang67@sdu.edu.cn

缩短了生长周期, 降低了成本<sup>[4-5]</sup>。

但是“点籽晶”快速生长是在高过饱和度溶液中晶体(100)面和(101)面同时生长, 相比于低过饱和度只有(101)面生长的传统生长方式, 溶液中杂质离子对 KDP 晶体的生长和性能的破坏作用变得更为显著<sup>[6-7]</sup>。生长晶体的溶液中不可避免地存在一些来自于试剂原料或水中的杂质金属离子。这些杂质金属离子, 尤其是一些高价离子如  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$  等会改变溶液的成核势垒, 降低生长溶液的亚稳区宽度<sup>[8]</sup>, 并且容易吸附在带有负电荷的 KDP 晶体的(100)面, 阻碍基本台阶的运动, 促进宏台阶的产生<sup>[9]</sup>, 这都会降低生长溶液的稳定性, 诱发溶液中出现杂晶。杂晶的出现严重影响晶体快速生长。另一方面, 在高过饱和度下, 金属离子更容易被包裹进晶体内部, 使得晶体内部位错增多, 从而造成晶体的光学质量下降, 尤其晶体的(100)面生长区质量下降很明显, 例如紫外波段的吸收上升<sup>[10]</sup>、内部光散射加重<sup>[11]</sup>以及激光损伤阈值降低<sup>[12]</sup>等。研究如何消除杂质金属离子的不利影响对于 KDP 晶体快速生长的实现和应用具有重要意义。

在生长溶液中加入某些特定的添加剂可以降低杂质金属离子对 KDP 晶体生长和性能所产生的不利影响<sup>[13-14]</sup>。应用最广的添加剂为乙二胺四乙酸(EDTA), 例如 Srinivasan 等<sup>[15]</sup>利用  $1 \times 10^{-2}$  EDTA 扩展了 KAP/TGS 等晶体的亚稳区宽度<sup>[15]</sup>; Kuznetsov 等<sup>[16]</sup>在晶体生长溶液中添加  $5 \times 10^{-6}$  EDTA 提高了 KDP 晶体的生长速度; 郑国宗等<sup>[17]</sup>利用 EDTA 作为添加剂使得 KDP 晶体在紫外波段的透过率有所提高。目前, 对添加剂的报道主要集中于 EDTA, 而对其他添加剂研究较少, 但 EDTA 对晶体生长和性能的改善作用有限, 因此继续探索新型高效的添加剂很有意义。

本工作研究了一种新型添加剂—环己二胺四乙酸(DCTA)对 KDP 晶体快速生长和光学性能的影响, 并与常用添加剂 EDTA 的影响效果进行对比。

## 1 实验过程

### 1.1 溶液亚稳区宽度测量

实验所用原料为国药集团的分析纯级  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 高纯去离子水, EDTA 与 DCTA 均为阿拉丁试剂公司生产的分析纯级试剂。分别配置掺杂  $100 \times 10^{-6}$  DCTA/EDTA 和不掺杂任何添加剂的 KDP 饱和溶液, 用“吊晶法”将溶液饱和温度标定至  $70.0^\circ\text{C}$ 。搅拌完全溶解后在  $80^\circ\text{C}$  过热 24 h, 然后以  $2.0^\circ\text{C}/\text{h}$  速率降温,

记录溶液中出现第一块微晶时的温度。采用 FP21 温度控制仪控制溶液温度, 控温精度为  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。改变所配溶液的饱和温度( $60.0^\circ\text{C}$ 、 $50.0^\circ\text{C}$ 、 $40.0^\circ\text{C}$ ), 重复上述过程, 即可得到溶液在各个饱和温度下的亚稳区宽度。

### 1.2 (100)面生长速度测量

分别配置掺杂  $100 \times 10^{-6}$  DCTA/EDTA 和不掺杂任何添加剂的 KDP 饱和溶液, 利用激光偏振干涉系统<sup>[18]</sup>测量了 KDP 晶体(100)面在不同溶液中的生长速度。激光源为 532 nm 的 Nd:YAG 激光器, 溶液饱和温度为  $45.1^\circ\text{C}$ 。过饱和度由以下公式得到<sup>[19]</sup>:

$$\sigma = \ln(c/c_0)$$

$$c = 10.68 + 0.3616T \pm 0.04 (\text{g}/100 \text{ g 溶液})$$

### 1.3 晶体生长

在分别掺杂  $100 \times 10^{-6}$  DCTA/EDTA 和不掺杂任何添加剂的 KDP 饱和溶液中, 采用“点籽晶”快速生长法<sup>[4]</sup>生长晶体, 籽晶为  $\phi 4.0 \text{ mm}$  的 Z 切晶片。生长的温度区间为  $50.0 \sim 30.0^\circ\text{C}$ , 降温程序按照  $20 \text{ mm}/\text{d}$  的生长速度设置。

### 1.4 晶体性能表征

将生长的 KDP 晶体 Z 向切割成尺寸为  $3.0 \text{ cm} \times 3.0 \text{ cm} \times 1.0 \text{ cm}$  的晶片, 定向并将通光面抛光。测试所用样品均选自靠近晶体(100)面的部位。在室温下测量样品的透过光谱, 所用仪器为 U-3500 光谱仪(HITACHI), 波长范围  $190 \sim 1900 \text{ nm}$ , 光栅直径为  $4.0 \text{ mm}$ 。利用超显微法<sup>[20]</sup>观察晶体内部的光散射, 所用激光器的输出功率为  $30 \text{ mW}$ , 激光波长为  $532 \text{ nm}$ 。采用 R-on-1 模式(单点提升激光器能量直至晶体损伤)测量晶体的激光损伤阈值, 激光波长为  $1064 \text{ nm}$ , 脉宽  $10 \text{ ns}$ 。利用等离子发射光谱仪(IRIS Intrepid II, America, Thermo)测定晶体中主要杂质金属离子的含量。

## 2 实验结果

### 2.1 DCTA 对 KDP 晶体生长习性的影响

#### 2.1.1 生长溶液的稳定性

亚稳区宽度是衡量溶液稳定性的重要指标, 亚稳区宽度越大, 溶液稳定性越高<sup>[15]</sup>。图 1 展示了在不同添加剂条件下, 不同饱和温度的 KDP 晶体生长溶液的亚稳区宽度。由图 1 可以看出, 随着溶液饱和温度的降低, 溶液的亚稳区宽度增大; 添加  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 有效地扩展了生长溶液在各个饱和温度下的亚稳区宽度, 扩展的幅度接近  $10^\circ\text{C}$ , 添加剂 DCTA 对溶液亚稳区宽度的扩展作用明显大于相同浓度 EDTA 所起的作用。

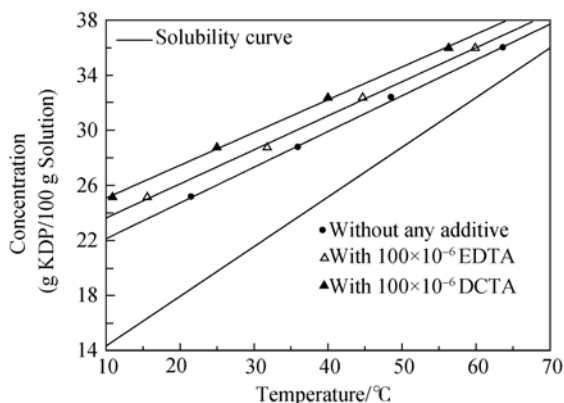


图 1 不同添加剂条件下 KDP 晶体生长溶液的亚稳区宽度图  
Fig. 1 Metastability limit curves of KDP solutions without and with different additives

### 2.1.2 (100)面生长动力学

图 2 展示了不同添加剂条件下 KDP 晶体(100)面生长速度随溶液过饱和度的变化关系。如图 2 所示, 未掺杂任何添加剂的溶液中, 晶体(100)面生长死区约为 2%; 添加  $100 \times 10^{-6}$  EDTA 时生长死区降至 1% 左右; 同等浓度的 DCTA 使生长死区降至 0.5% 以下。相同的溶液过饱和度下, 未掺杂任何添加剂的溶液中晶体(100)面生长速度最慢; 添加  $100 \times 10^{-6}$  EDTA 使生长速度有所提高; 添加同等浓度 DCTA 的溶液中晶体(100)面生长速度最快。

## 2.2 DCTA 对 KDP 晶体光学性能的影响

### 2.2.1 透过光谱

图 3 展示了在掺杂不同添加剂溶液中, 利用“点籽晶”快速生长法获得的 KDP 晶体。生长速度约为 20 mm/d, 生长的晶体均透明无宏观缺陷。图 4 展示了生长的这些晶体的透过光谱。由图 4 可以看出, 快速生长的 KDP 晶体在非紫外波段与文献中报道的传统法生长的晶体的透过率<sup>[10]</sup>相符, 但是紫外区的透过率急剧下降, 最低处的透过率甚至低于 10%; 掺杂  $100 \times 10^{-6}$  EDTA 稍稍减少了晶体在紫外区的吸

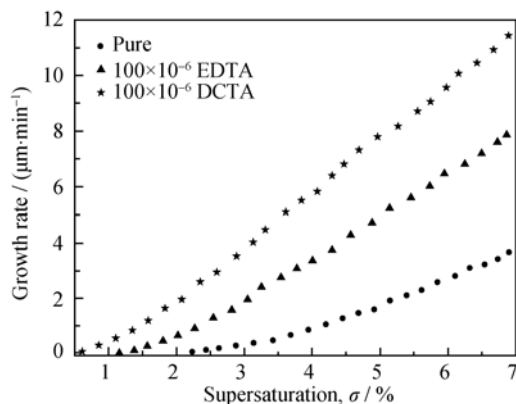


图 2 不同添加剂条件下 KDP 晶体(100)面的生长速度  
Fig. 2 Growth rates for (100) faces of KDP crystals in the absence and presence of different additives

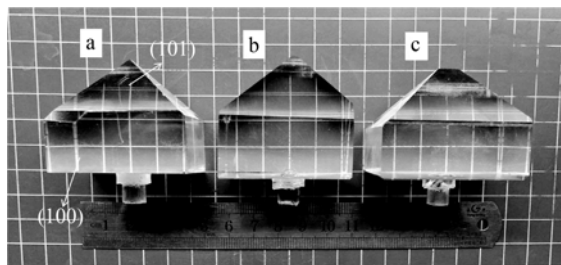


图 3 (a)不含添加剂、(b)添加  $100 \times 10^{-6}$  EDTA 以及(c)添加  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 的溶液中快速生长的 KDP 晶体照片

Fig. 3 Photographs of KDP crystals rapidly grown from pure (a),  $100 \times 10^{-6}$  EDTA (b) and  $100 \times 10^{-6}$  DCTA (c) added solutions

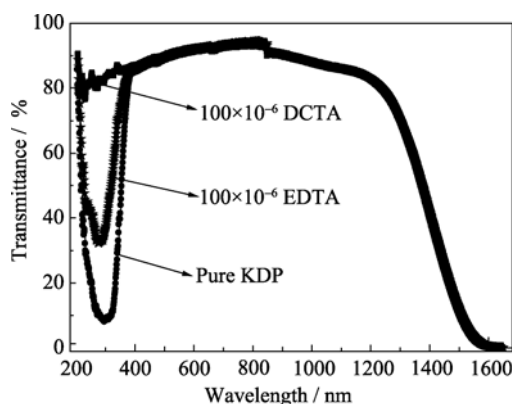


图 4 快速生长的掺杂不同添加剂 KDP 晶体的透过光谱  
Fig. 4 Transmission spectra of KDP crystals rapidly grown from solutions without and with different additives

收; 而  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 则大幅减少了晶体在紫外区的吸收, 其晶体在紫外区的透过率约是未掺杂溶液中生长晶体的 2~8 倍, 使得晶体在紫外区的透过率与可见光区的透过率大致持平。

### 2.2.2 光散射

图 5 展示了快速生长的 KDP 晶体内部的光散射图。在未掺杂溶液中生长的晶体, 内部光散射十分严重; 溶液中掺杂  $100 \times 10^{-6}$  EDTA 时, 生长的晶体内部的光散射有所减轻; 溶液中掺杂  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 时, 生长的晶体内部光散射大大减轻。

### 2.2.3 激光损伤阈值

表 1 展示了快速生长的 KDP 晶体的激光损伤阈值。晶体的损伤阈值测试结果与散射颗粒的结果类似,  $100 \times 10^{-6}$  EDTA 使 KDP 晶体激光损伤阈值有所提高, DCTA 对其提升作用比 EDTA 更加明显。

## 3 讨论

### 3.1 DCTA 对 KDP 晶体生长习性的影响

添加剂 DCTA 对 KDP 晶体生长溶液稳定性和(100)面生长速度的提升作用, 主要是由 DCTA 对溶液中杂质金属离子的螯合作用引起的。KDP 晶体的

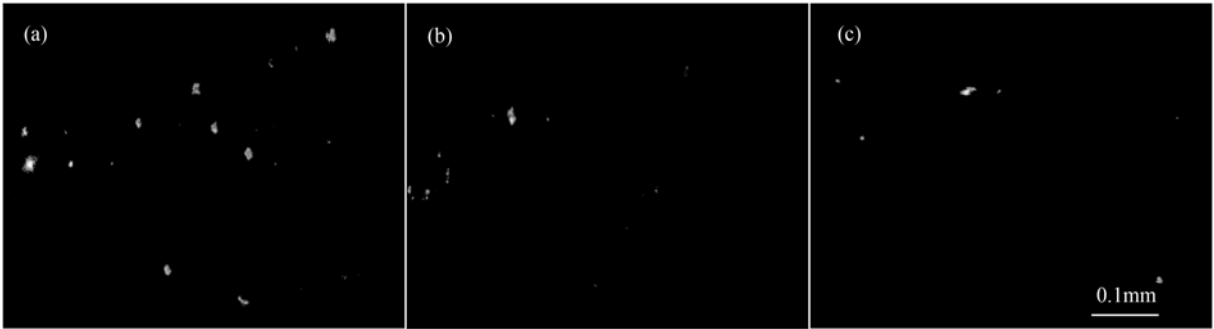


图 5 在(a)不含添加剂、(b)添加  $100\times10^{-6}$  EDTA 以及(c)添加  $100\times10^{-6}$  DCTA 的溶液中快速生长的 KDP 晶体内部的光散射  
Fig. 5 Light scattering in KDP crystals rapidly grown from pure (a),  $100\times10^{-6}$  EDTA (b) and  $100\times10^{-6}$  DCTA (c) added solutions

表 1 快速生长的 KDP 晶体的激光损伤阈值  
Table 1 Laser damage thresholds (LDT) of as-grown KDP crystals ( $\text{J}/\text{cm}^2$ , 10 ns)

	Pure	$100\times10^{-6}$ EDTA	$100\times10^{-6}$ DCTA
LDT	9.98	10.64	12.36

生长习性(主要包括溶液稳定性和生长动力学)与溶液中存在的杂质金属离子有密切关系。配制溶液的 KDP 原料和水中不可避免的存在一些常见的杂质金属离子, 像  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  等。这些杂质金属离子一方面会与溶液中  $[\text{H}_2\text{PO}_4]^-$  结合形成团簇, 降低自发成核势垒, 促进自发成核, 从而降低了生长溶液的稳定性<sup>[14]</sup>。另一方面, 杂质金属离子很容易吸附在带负电荷的 KDP 晶体的(100)面, 阻碍晶体表面的基本台阶的推移, 从而降低晶体(100)面的法向生长速度, 扩大晶体(100)面的生长死区(低过饱和度下晶体不生长)<sup>[9]</sup>。

DCTA 和 EDTA 都是典型的金属螯合剂, 能与溶液中的杂质金属离子形成稳定的螯合物, 从而使溶液中游离的金属离子含量和离子的化学活性都得到降低, 这就减少了自发成核的发生几率, 提高了溶液的稳定性。吸附在晶体表面的金属离子也大大减少, 金属离子对晶体(100)面生长的阻碍作用也得到了抑制, 从而缩减了晶体(100)面的死区, 提高了晶体的生长速度。DCTA 对这些金属离子的螯合能力约是 EDTA 的  $10^2\sim10^4$  倍, 与金属离子形成的螯合物更稳定(如表 2 所示), 因此 DCTA 比 EDTA 能更加有效的抑制杂质金属离子的影响, 这就是 DCTA 对生长溶液稳定性和晶体(100)面生长速度提升作用更加明显的原因。

3.2 DCTA 对 KDP 晶体光学质量的影响

一般认为 KDP 晶体在紫外波段的吸收主要与进入晶体的  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$  等三价金属离子有关, 因为这些离子存在着复杂的能级, 具有丰富的光谱线, 因而容易在紫外波段产生强烈的吸收作用<sup>[21]</sup>。在高

过饱和度( $\sigma>5\%$ )下快速生长, 相比低过饱和度( $\sigma<1\%$ )下的传统生长方式,  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$  等杂质金属离子更容易被包裹进入晶体。而且 KDP 晶体快速生长是(100) 面和(101)面同时生长, 传统生长只有(101)面生长, 由于 KDP 晶体(100)面带负电荷, (101)面带正电荷<sup>[22]</sup>, 因此带正电荷的杂质金属离子更容易进入快速生长的晶体内部。杂质金属离子大量进入晶体内部是导致快速生长的 KDP 晶体在紫外波段透过率急剧降低的原因。DCTA 与 EDTA 与杂质金属离子形成螯合物, 减少了最终进入 KDP 晶格中的杂质金属离子数量, 尤其是对紫外吸收很强的  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$  的数量得到了有效降低(如表 3 所示), 从而提高了 KDP 晶体在紫外波段的透过率。具有更强螯合能力的 DCTA 比 EDTA 更有效地降低进入晶体的杂质金属离子含量(见表 3), 所以添加 DCTA 的溶液中生长出的晶体在紫外波段的透过率更高。

KDP 晶体内部的光散射主要来源于晶体在生长过程中形成的母液包裹体<sup>[20]</sup>。杂质金属离子是导

表 2 配合物稳定常数

Table 2 Stability constants of coordination compounds					
$\lg k_{\text{stable}}$	$\text{Fe}^{3+}$	$\text{Cr}^{3+}$	$\text{Al}^{3+}$	$\text{Ca}^{2+}$	$\text{Mg}^{2+}$
EDTA	25.1	24.0	16.3	10.7	8.7
DCTA	29.3	28.3	—	12.5	10.3

表 3 快速生长的 KDP 晶体内部的主要杂质金属离子含量  
Table 3 Contents of main impurity metal ions incorporated into these as-grown crystals

Dopant	The measure result by ICP ( $\times 10^{-6}$ , g/g KDP)				
	$\text{Fe}^{3+}$	$\text{Cr}^{3+}$	$\text{Al}^{3+}$	$\text{Ca}^{2+}$	$\text{Mg}^{2+}$
Pure KDP	14.026	1.137	8.633	7.536	1.115
$100\times10^{-6}$ EDTA	3.847	0.540	3.780	4.379	1.003
$100\times10^{-6}$ DCTA	0.791	0.326	1.021	3.685	0.892

致晶体产生母液包裹体的重要原因<sup>[11-12]</sup>。在晶体生长过程中,吸附在晶体表面的杂质金属离子会阻碍相邻的基本台阶的推移,促使宏台阶产生。随着快速生长过程继续进行,过饱和度持续快速增加,宏台阶会继续前进,母相溶液就很容易包裹进台阶的内部,形成母液包裹体,造成晶体内部的光散射现象。添加剂对金属离子的螯合作用使得吸附在晶体表面的金属离子数量减少,从而降低了母液包裹体的产生几率,减轻了晶体内部的光散射。DCTA 与金属离子形成的螯合物更稳定,因而添加 DCTA 的溶液中游离的金属离子数量更少,生长的晶体内部光散射现象就更轻。

据报道 KDP 晶体的激光损伤阈值与晶体内部的光散射有关,散射密度越高,晶体的激光损伤阈值越低<sup>[20]</sup>。DCTA 有效减轻了晶体内部的光散射,使得晶体的激光损伤阈值也有所提高。

### 3 结论

实验表明 DCTA 是一种适合于 KDP 晶体快速生长的新型高效的添加剂。在生长溶液中添加  $100 \times 10^{-6}$  DCTA 可以有效地抑制溶液中杂质金属离子对晶体快速生长带来的不利影响,从而增加溶液的稳定性,提高晶体(100)面的生长速度。并且,生长晶体的光学质量也得到了改善,紫外波段透过率大幅上升,内部光散射减轻,激光损伤阈值也有所提高。相比以往报道的常用添加剂 EDTA,添加剂 DCTA 对 KDP 晶体生长和性能的提升效果更加显著。

### 参考文献:

- [1] De Yoreo J J, Burnham A K, Whitman P K. Developing  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  and  $\text{KD}_2\text{PO}_4$  crystals for the world's most power laser. *International Materials Reviews*, 2002, **47**(3): 113–152.
- [2] Salo V I, Voronov A P, Tkachenko V F, *et al.* Growth of KDP single crystal blocks in defined crystallographic direction. *Journal of Crystal Growth*, 2011, **337**(1): 13–19.
- [3] Sun Y, Wang S L, Gu Q T, *et al.* Study of KDP crystal lattice strain and stress by high resolution X-ray diffraction. *Acta Physica Sinica*, 2012, **61**(21): 15–20.
- [4] Zaitseva N, Carman L. Rapid growth of KDP-type crystals. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 2001, **43**(1): 1–118.
- [5] Zhuang X X, Ye L W, Zheng G Z, *et al.* The rapid growth of large-scale KDP single crystal in brief procedure. *Journal of Crystal Growth*, 2011, **318**(1): 700–702.
- [6] Wang S L, Sun X, Tao X T. Growth and Characterization of KDP and Its Analogs. Springer Handbook of Crystal Growth. London: Springer, 2010, Part C: 759–794.
- [7] Xu M X, Wang Z P, Wang B, *et al.* Study on optical property of rapid growth KDP and DKDP crystals. *Chinese Optics Letters*, 2012, **10**(B06): 157–160.
- [8] Li G H, Su G B, Zhuang X X, *et al.* Rapid growth of KDP crystal with new additive. *Journal of Crystal Growth*, 2004, **269**(2/3/4): 443–447.
- [9] Land T A, Martin T L, Potapenko S, *et al.* Recovery of surface from impurity poisoning during crystal growth. *Nature*, 1999, **393**: 442–445.
- [10] MU Xiao-Ming, WANG Sheng-Lai, FANG Chang-Shui, *et al.* Effect of  $\text{Ca}^{2+}$  ions on the growth habit and optical properties of KDP crystal. *Journal of Inorganic Materials*, 2007, **22**(6): 1103–1107.
- [11] Zheng G Z, Su G B, Zhuang X X, *et al.* Effect of  $\text{Nd}^{3+}$  on the growth and quality of KDP crystals. *Crystal Research and Technology*, 2010, **45**(2): 145–148.
- [12] DING Jian-Xu, LIU Bing, Wang Sheng-Lai, *et al.* Effect of  $\text{Cr}^{3+}$  dopant on growth habit and optical properties of rapid grown KDP crystal. *Journal of Inorganic Materials*, 2011, **26**(4): 354–358.
- [13] Wu W J, LI M W, Cheng M, *et al.* Investigation on the solution stability of KDP with EDTA and KCl double doped. *Journal of Synthetic Crystals*, 2011, **40**(3): 616–623.
- [14] ZHU Sheng-Jun, WANG Sheng-Lai, DING Jian-Xu, *et al.* Effect of DTPA on rapid growth and performance of KDP crystal. *Journal of Inorganic Materials*, 2012, **27**(4): 405–410.
- [15] Srinivasan K, Meera K, Ramasamy P. A contemporary method to enhance the metastable zone width for crystal growth from solution. *Materials Science Engineering B*, 2001, **84**(3): 233–236.
- [16] Kuznetsov V A, Okhrimenkoand T M, Miroslawa Rak. Growth promoting effect of organic Impurities on growth kinetics of KAP and KDP crystals. *Journal of Crystal Growth*, 1998, **193**(1/2): 164–173.
- [17] Zheng G Z, Zhang W B, Su G B, *et al.* Effects of organic additives on the growth and optical quality of KDP crystals. *Journal of Synthetic Crystals*, 2008, **37**(3): 519–523.
- [18] LIU Bing, WANG Sheng-Lai, FANG Chang-Shui, *et al.* In situ measurement of the prismatic faces growth rate of KDP crystal. *Journal of Inorganic Materials*, 2006, **21**(1): 22–28.
- [19] Rashkovich L N. KDP-family Single Crystals. Bristol, Adam Hiler, 1991: 19.
- [20] ZHANG Jian-Qin, WANG Sheng-Lai, FANG Chang-Shui, *et al.* Effects of anionic impurities on the light scatter in KDP crystal. *Journal of Inorganic Materials*, 2007, **22**(2): 268–272.
- [21] Garces N Y, Stevens K T, Halliburton L E, *et al.* Optical absorption and electron paramagnetic resonance of Fe ions in KDP crystals. *Journal of Crystal Growth*, 2001, **225**(2/3/4): 435–439.
- [22] DeVries S A, Goedtkindt P, Huisman W J, *et al.* X-ray diffraction studies of potassium dihydrogen phosphate (KDP) crystal surfaces. *Journal of Crystal Growth*, 1999, **205**(1/2): 202–214.