

ДИНАМИКА И ЭЛЕКТРИЧЕСКОЕ ПОЛЕ ДЕФЕКТОВ ПРИ ЛАЗЕРНОМ ПОВРЕЖДЕНИИ ПОВЕРХНОСТИ ИОННЫХ КРИСТАЛЛОВ

Ю. И. Головин, А. В. Горбунов, А. А. Шибков

Зондовым электрическим методом измерялась поляризация кристаллов типа A_1V_7 и A_2V_6 непосредственно в процессе импульсного лазерного повреждения их поверхности. Установлено, что параметры электрического сигнала несут информацию о динамике заряженных дислокаций и полостей микротрещин в зоне повреждения.

Механизмы и кинетика развития повреждения прозрачных кристаллов под действием интенсивного лазерного импульса реконструируются обычно по данным исследования очага разрушения *post factum*. Традиционные способы исследования дефектов структуры (избирательное травление, оптическая и электронная микроскопия, рентгеновские методы и др.) не обладают временным разрешением, достаточным для анализа динамики дефектообразования и эволюции структуры в процессе нагружения короткими импульсами.

С другой стороны, известно, что наиболее интересные структурные дефекты — дислокации, их скопления и трещины — обладают электрической активностью, т. е. способностью создавать электромагнитные поля, параметры которых определяются типом, размером и характером перемещения дефектов в объеме [1-7]. Непрерывная регистрация и анализ электромагнитного поля, сопровождающего зарождение и эволюцию области повреждения, способны дать уникальную информацию как о типе появляющихся дефектов, так и их динамике. В работе сделана попытка определения характера повреждения и исследования динамики дислокационных скоплений в процессе лазерного повреждения поверхности прозрачных кристаллов типа A_1V_7 и A_2V_6 с различной степенью ионности связи.

1. Методика эксперимента

Источником излучения служил импульсный ТЕА CO_2 -лазер (1) (рис. 1), работавший в режиме одиночных импульсов, состоявших из пика $t_p \approx 0.1$ мкс на полувысоте и «хвоста» ~ 1 мкс, при максимальной мощности в импульсе около 0.5 МВт и полной энергии ~ 0.1 Дж. Интенсивность излучения регулировали набором пластин из CaF_2 (2). Затем оно фокусировалось линзой из $ZnSe$ 3 на поверхность образца 4 в пятно с гауссовым радиусом $W_0 = 35$ мкм. С помощью He-Ne-лазера ЛГН-105 5, поляризаторов 6 и микроскопа 7 можно было наблюдать фотоупругую картину в зоне повреждения. Каждый участок облучался однократно. Образцы KCl , $NaCl$ и LiF размерами $5 \times 5 \times 15$ мм предварительно отжигали при предплавиной температуре и охлаждали со скоростью 10 К/ч. Образцы $ZnSe$ и CdS имели размеры $2 \times 6 \times 6$ мм, плоскость базиса составляла угол 45° с гранью 6×6 мм, а лазерный луч направлялся вдоль базиса нормально грани 2×6 мм. Для выявления дислокационной структуры зоны повреждения поверхность образцов протравливалась в стандартных травителях.

Электрическое поле измеряли емкостными зондами 8, размеры которых в несколько раз превышали размеры образца, так что развитие лазерного повреждения заведомо не могло нарушить электронейтральность области чувствительности зондов, а лишь вызывало поляризацию за счет перераспределения зарядов внутри нее. Для измерения составляющей дипольного момента P_n , нормальной к лазерному пучку, два таких зонда устанавливали параллельно лучу на расстоянии 5 мм от противоположных граней образца. С целью увеличения поляризации в этом направлении

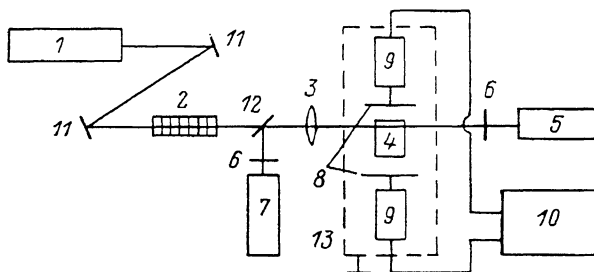


Рис. 1. Схема экспериментального устройства.

1 — TEASO_2 -лазер, 2 — плоскопараллельные ослабители, 3 — линза, 4 — образец, 5 — лазер Н-105, 6 — поляризатор, 7 — микроскоп, 8 — зонд, 9 — предусилитель, 10 — осциллограф, 11 — зеркало, 12 — полупрозрачное зеркало, 13 — экран.

луч лазера фокусировали на поверхность вблизи ребра кристалла, на расстоянии нескольких десятков микрон от него, что вызывало образование асимметричной розетки повреждения. Сигналы с зондов усиливали электрометрическими предусилителями 9 (входной импеданс $R=10^{11}$ Ом, $C=20$ пФ, рабочая полоса частот 1 Гц—2 МГц, приведенный ко входу шум 5 мкВ) и регистрировали осциллографом С8-14 10. Чувствительность к изменению P_n , определенная калибровкой эталонным диполем, составляла $0.5 \cdot 10^{-17}$ Кл·м.

2. Результаты и их обсуждение

Для всей совокупности исследованных образцов характерны три качественно отличающиеся картины повреждения поверхности (рис. 2), которым соответствуют три различные формы импульсов дипольного момента (ИДМ). Повреждение I типа — несимметричная дислокационная розетка вблизи ребра кристалла. Грань, подвергнутая облучению, содержала в основном краевые полосы скольжения (обычно 20—30 полос) длиной 100—300 мкм, исходящие из центральной области радиусом $r_0=20$ —40 мкм, с плотностью дислокаций $> 10^8$ см $^{-2}$, а грань, обращенная к зонду, — приблизительно такое же количество винтовых полос. ИДМ имели форму, близкую к экспоненциальной (рис. 2, а), с амплитудой $(0.3 \div 1) \cdot 10^{-16}$ Кл·м и длительностью фронта t_f от 0.2 до 150 мс для различных кристаллов (см. таблицу). В LiF P_n была всегда направлена к центру укола, а в исследованных кристаллах A_2B_6 — в сторону В-границы. Повреждение II типа (рис. 2, б) — «крест» трещин на фоне области со сложной дислокационной структурой размером около 500 мкм. ИДМ характеризуется быстрым ростом P_n за время $t_f=5 \div 10$ мкс с последующим плавным выходом на уровень $(2 \div 4) \cdot 10^{-16}$ Кл·м за несколько десятков мкс. Повреждение III типа (рис. 2, в) — кратер радиусом ≥ 40 мкм со следами оплавления и множественного разрушения — сопровождалось образованием у поверхности плазменного факела. Для всех кристаллов ИДМ имел колоколообразную форму с амплитудой $P_n=(1 \div 3) \cdot 10^{-14}$ Кл·м и длительностью не менее 1 с. При II и III типах повреждения направление P_n носило случайный характер.

Все три типа повреждения и соответствующих им ИДМ отчетливо наблюдались только на кристаллах LiF при различных уровнях мощности

N лазерного импульса. Облучение поверхности CdS и ZnSe приводило к картинам I и III типов, а кристаллов NaCl и KCl только III типа. Значение $P_n=0$ (при данном уровне чувствительности аппаратуры) гарантировало отсутствие повреждения.

Наблюдаемые различия в повреждении кристаллов импульсом CO₂-лазера связаны с тем, что коэффициент поглощения β на длине волны

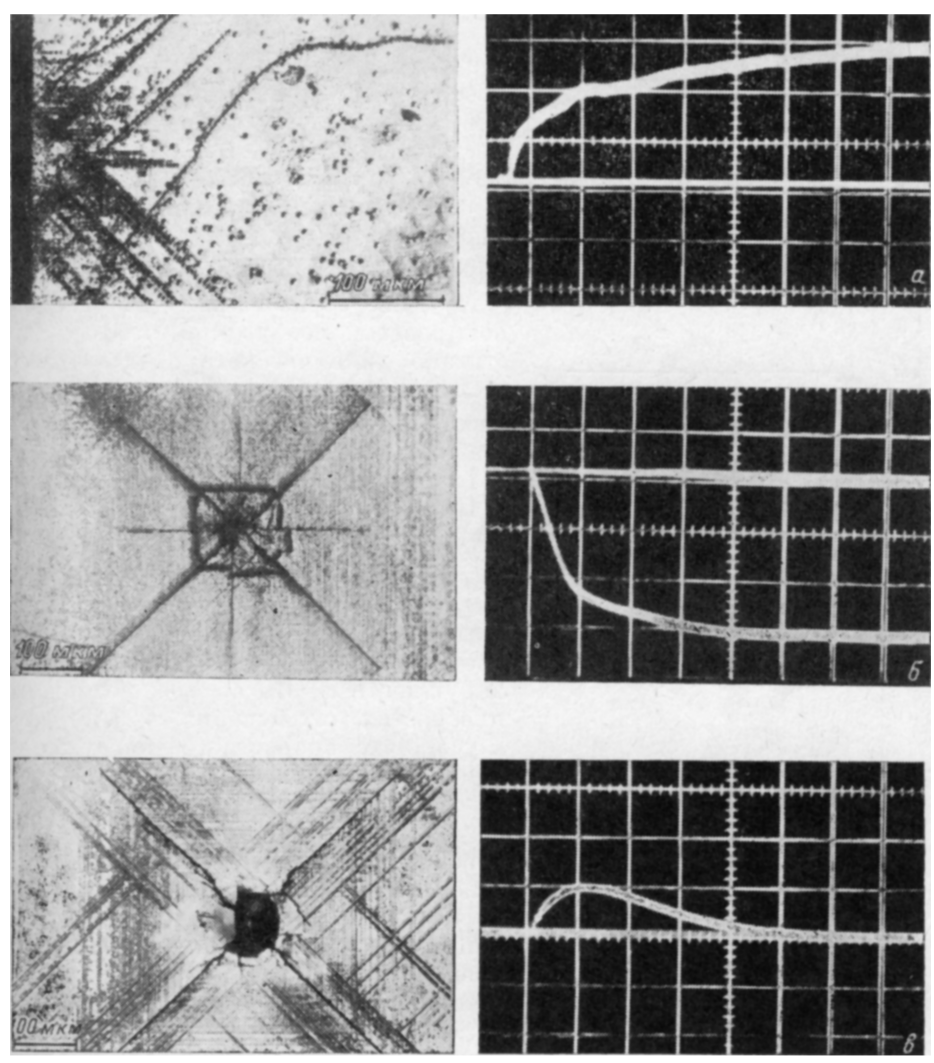


Рис. 2. Типы I (а), II (б), III (в) картин повреждения поверхности лазерным уколком и соответствующие им ИДМ в LiF.

скорость развертки, масштаб по вертикали: а — 100 мкс/дел., $2 \cdot 10^{-17}$ Кл·м/дел.; б — 10 мкс/дел., 10^{-16} Кл·м/дел.; в — 0.5 с/дел., 10^{-14} Кл·м/дел.

10.6 мкм отличается у них на несколько порядков величины (см. таблицу). Повреждения I и II типов в LiF объясняются действием термоупругих напряжений, появляющихся вследствие локального разогрева в приповерхностном слое толщиной β^{-1} . В NaCl и KCl подобным эффектом можно пренебречь. К разрушению III типа приводит, по-видимому, пробой воздуха вблизи поверхности. Анализ напряжений в двух первых случаях соответствует решению термоупругой цилиндрической задачи о прохождении гауссова пучка через полупрозрачную среду [8]. Максимальный нагрев на оси луча в адиабатическом приближении составляет $\Delta T =$

Кристалл	Содержание примесей, вес. %	Предел текучести τ_y , МПа	Коэффициент линейного поглощения β , см ⁻¹	Тип повреждения поверхности															
				I				II				III							
				L , мм	I_s , ГВт/см ²	t_f , мс	ИДМ	L , мм	I_s , ГВт/см ²	t_f , мкс	ИДМ	L , мм	I_s , ГВт/см ²	t_f , мс	ИДМ	L , мм	I_s , ГВт/см ²	t_f , мкс	ИДМ
KI	10 ⁻⁶	1	10 ⁻¹	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—			
NaCl	10 ⁻⁴	1.5	10 ⁻³	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—			
LiF	3 · 10 ⁻³	5	12	0.1	0.3	0.2-0.5	4	0.5	0.6	10	2-4	1-3	1	1-3	1	3			
ZnSe	10 ⁻³	50	10 ⁻²	0.3	0.2	80	10	—	—	—	—	0.8	1	0.8	1	2			
CdS	10 ⁻³	50	10 ⁻¹	0.3	0.3	150	8	—	—	—	—	0.8	1	0.8	1	2			

Примечание. L — габаритный размер области повреждения, ИДМ — импульс дипольного момента.

$= 2\beta I t_p / \rho c$, (где ρ и c — плотность и удельная теплоемкость), а сдвиговые напряжения

$$\tau = \frac{\sigma_0}{2} \frac{W_0^2}{W_{3\phi\phi}^2} \left\{ \frac{W_{3\phi\phi}^2}{2r^2} \left[1 - \exp\left(-\frac{2r^2}{W_{3\phi\phi}^2}\right) \right] - \exp\left(-\frac{2r^2}{W_{3\phi\phi}^2}\right) \right\}, \quad (1)$$

где $\sigma_0 = \alpha E \Delta T$, E — модуль Юнга, α — коэффициент теплового расширения, κ — коэффициент температуропроводности, $W_{3\phi\phi}^2 = W_0^2 + 8\kappa t$. В начальный момент $\tau_{\max} \approx \sigma_0 / 6.7$, $r_{\max} \approx 0.95 W_0$, а в дальнейшем τ_{\max} падает пропорционально $(W_0 / W_{3\phi\phi})^2$, а r_{\max} увеличивается как $\sqrt{W_0^2 + 8\kappa t}$.

1) Для образования дислокационной розетки необходимо, чтобы τ_c достигало динамического предела текучести τ_y^* в конце ее луча, т. е. на расстоянии $r \approx L$ от центра укола. Подставляя для LiF $\rho = 2640$ кг/м³, $c = 1.6$ кДж/кг · К, $L \approx 10^{-4}$ м, $\alpha = 3.5 \times 10^{-5}$ К⁻¹, $\tau_y^* = 7.5$ МПа, $E = 8.5 \cdot 10^4$ МПа, $I = 0.1$ ГВт/см², получим $\Delta T \approx 340$ К, $\beta_{3\phi\phi} \approx 70$ см⁻¹. Максимальное напряжение $\tau_{\max} \approx 150$ МПа оказывается достаточным для срабатывания поверхностных источников дислокаций вблизи окружности $r = W_0$ во всех возможных плоскостях скольжения в LiF даже в условиях скоростного нагружения. Это приводит к образованию густого «леса» дислокаций в центральной зоне $r \leq W_0$. Дислокационные полосы могут зародиться в области максимальных τ вблизи полусферы $r \geq W_0$, образуя характерную розетку (рис. 2, а). Ее динамика должна контролироваться временем релаксации термических напряжений $t_r \approx L^2 / 8\kappa \sim 10^{-4}$ с для всех исследованных кристаллов (в частности, для LiF $\kappa = 2.9 \cdot 10^{-2}$ см²/с и $t_r \approx 4 \cdot 10^{-4}$ с). Соизмеримость t_r с t_f ИДМ I типа, а также направленность P_n к центру укола в LiF позволяют предположить, что природа импульсов связана с движением отрицательно заряженных дислокаций в зоне повреждения. Поскольку дислокации разных механических знаков, сосредоточенные в центральной зоне, не могут создавать дальнедействующего электрического поля, то кристалл поляризуется преимущественно за счет движения избытка заряженных краевых дислокаций одного механического знака в головных частях лучей несимметричной розетки (рис. 2, а и 3).

В предположении, что все дислокационные полосы розетки состоят из сегментов, эллиптических петель (рис. 3), оценим амплитуду ИДМ I типа, согласно [4],

$$P_n = |q| S / 2 \sqrt{2} = \frac{\pi |q|}{2 \sqrt{2}} \sum_{i=1}^m \xi_i \int_{r_0}^{L_{ei}} x^2 \gamma_i(x) dx, \quad (2)$$

где S — площадь, заматаемая всеми дислокациями; γ_i — линейная плотность дислокаций в i -й полосе; x — координата дислокаций в полосе; q — ее линейный заряд; $\xi_i = L_{si}/L_{ei}$; L_{ei} , L_{si} — длины пробегов лидирующих дислокаций в i -й краевой и винтовой полосе соответственно, а суммирование ведется по всем m полосам скольжения в розетке. Полагая полосы идентичными и аппроксимируя по результатам травления $\gamma(x) = \gamma_0 (1 - x/L_e)$, получим

$$P_n = \pi \xi \gamma_0 m L_e^3 |q| / 24 \sqrt{2}. \quad (3)$$

Подставляя для LiF $m=20$, $\gamma_0 = 3 \cdot 10^5 \text{ м}^{-1}$, $L_e = 2 \cdot 10^{-4} \text{ м}$, $\xi \approx 1$ и $q = -6 \cdot 10^{-12} \text{ Кл/м}$ [9], получим $P_n = 3 \cdot 10^{-17} \text{ Кл.м}$, близкую к реально наблюдаемой (см. таблицу).

Другим аргументом в пользу дислокационного происхождения ИДМ I типа является сходство его типичной формы в LiF с ИДМ на стадии незавершенного скольжения в этих кристаллах, деформируемых одиночным

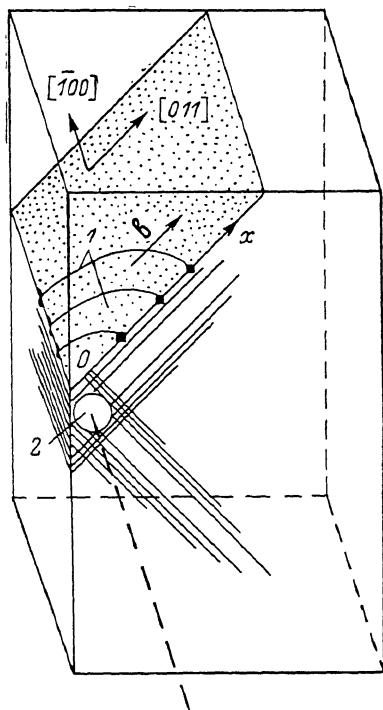


Рис. 3. Структура полосы скольжения в лучах розетки при лазерном уколе поверхности LiF вблизи ребра.

1 — сегменты эллиптических петель лидирующих дислокаций, 2 — полусферовидная область с большой плотностью дислокаций. Антенна расположена параллельно плоскости (010).

скольжением [3] и временной зависимостью $P(t)$, рассчитанной по модели зарождения и распространения полосы скольжения от источника типа концентратора напряжения [10, 11] (рис. 4, а). Полярность импульсов I типа в ZnSe и CdS также согласуется с дислокационной природой ИДМ, но $t_f \gg t_r$, что связано, по-видимому, с низкой подвижностью дислокаций в этих кристаллах. В результате значительную часть времени они движутся только под действием внутренних напряжений. Действительно, форма ИДМ в этих кристаллах при $t < t_f$ коррелирует с зависимостью $P(t)$ (рис. 4, б) в модели свободного расширения скопления, локализованного в точке при $t=0$ [12]

$$P(t) = t^{1/2} n^{3/2} [\pi B (1 - \nu) / G]^{-1/2} |q| b D / 12 \sqrt{2} \pi, \quad (4)$$

где ν — коэффициент Пуассона; G — модуль сдвига; n , D , B , b — число дислокаций, их длина, коэффициент вязкости и вектор Бюргера дислокаций соответственно. Отношение L/t_f дает оценку средней скорости дислокаций в розетке \bar{v} (для LiF $\bar{v} = 40 \div 70 \text{ см/с}$, для ZnSe и CdS $\bar{v} \leq 10^{-1} \text{ см/с}$), а наклон осциллограмм в первой фазе роста сигнала — их начальные скорости (для LiF $v_0 = (3 \div 5) \cdot 10^2 \text{ см/с}$, для ZnSe и CdS $v_0 \approx 0.2 \div 0.3 \text{ см/с}$).

2) С увеличением N , ΔT и τ растет число и скорость дислокаций в полосах скольжения розетки укола. Взаимодействие этих полос в кристал-

лах LiF в плоскостях скольжения $\{110\}$ приводит к образованию микро-трещин в $\{100\}$ по механизму Петча—Стро, а далее в $\{100\}$ — к образованию микротрещин в $\{110\}$, развивающихся далее хрупко под действием растягивающих напряжений до визуально наблюдаемых трещин. Их вклад в P_n , оцененный по приближенному соотношению $P_n = S_c \delta \sigma_s$ (где S_c — площадь трещины, δ — ее раскрытие, σ_s — плотность поверхностных зарядов на свежей поверхности скола), согласуется с реально измеренной величиной сигнала. Так, для LiF $\sigma_s = 3 \cdot 10^{-4}$ Кл/м² [5], $\sigma \approx 10^{-5}$ м, $S_c \approx 10^{-7}$ м² получим значение $P_n \approx 3 \cdot 10^{-16}$ Кл·м (ср. таблицу). По времени нарастания ИДМ и размеру креста трещин можно оценить их среднюю скорость $\bar{v}_c = L_c/t_f \sim 10^4$ см/с, что также находится в разумных пределах.

3) Объяснение ИДМ при повреждении III типа весьма затруднительно из-за большого числа одновременно действующих причин появления

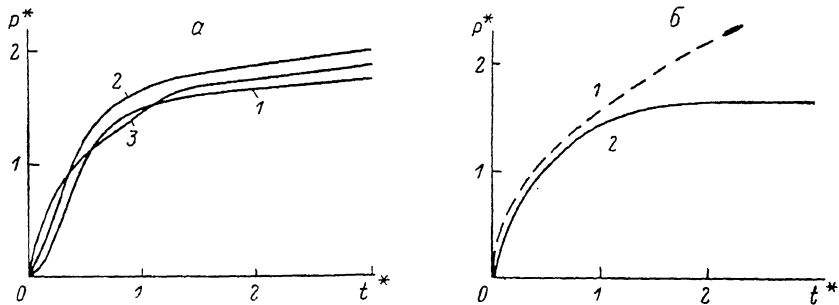


Рис. 4. Временные зависимости дипольного момента P^* (t^*) (в безразмерных единицах), полученные из теоретических моделей динамики дислокационных скоплений и из осциллограмм ИДМ.

а: 1 — модель зарождения линии скольжения; 2 — ИДМ на начальной стадии сжатия LiF, деформируемого одиночным скольжением, $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ с⁻¹; 3 — ИДМ, сопровождающий образование дислокационной розетки в LiF в результате лазерного укола; б: 1 — модель свободного расширения дислокационного скопления, 2 — ИДМ, сопровождающий лазерное повреждение первого типа в ZnSe.

нестационарного электрического поля (электронной эмиссии, испарения, горения, множественного разрушения, сложной дислокационной структуры) и не являлось целью настоящей работы. Отметим лишь, что ввиду большой амплитуды и длительности ИДМ III типа (см. таблицу) и слабой зависимости от природы кристалла их происхождение трудно связать с процессами пластической деформации и разрушения. Скорее они обусловлены образованием плазменного факела и процессами рекомбинации аэроионов вблизи и на поверхности зоны повреждения.

Таким образом, на основе анализа фигур травления, термоупругого и электрического полей зоны лазерного повреждения прозрачных кристаллов в работе описаны основные черты его эволюции. Показано, что использование широкополосного электрометрического канала регистрации электрического поля дает возможность получать информацию о характерных временах развития структуры электрически активных дефектов зоны (дислокаций, трещин) и совместно с результатами травления делать оценки их скоростей. Установленная корреляция различных картин повреждения и ИДМ позволяет надежно идентифицировать их по электрическому сигналу. Полученные в работе результаты дают возможность исследования динамики дислокации in situ в условиях очень коротких импульсов нагружения, а также развивать дефектоскопические методы контроля качества оптики импульсных лазеров.

Л и т е р а т у р а

- [1] Whitworth R. W. Adv. Phys., 1975, vol. 24, N 2, p. 203—204.
- [2] Головин Ю. И., Дьячек Т. П., Усков В. И., Шибков А. А. ФТТ, 1985, т. 27, № 2, с. 555—557.
- [3] Головин Ю. И., Шибков А. А. ФТТ, 1986, т. 28, № 9, с. 2894—2896.
- [4] Головин Ю. И., Шибков А. А. ФТТ, 1986, т. 28, № 11, с. 3492—3499.

- [5] Головин Ю. И., Дьячек Т. П., Орлов В. И., Тялин Ю. И. ФТТ, 1985, т. 27, № 4, с. 1110—1115.
- [6] Полетаев В. А., Шмурак С. З. ФТТ, 1984, т. 26, № 12, с. 3567—3475.
- [7] Галушташвили М. В., Дрияев Д. Г. ФТТ, 1983, т. 25, № 6, с. 1904—1906.
- [8] Gorbinov A. V., Nadgornyi E. M., Valkovskii S. N. Phys. St. Sol. (a), 1981, vol. 66, N 1, p. 53—63.
- [9] Golovin Yu. L., Diachek T. P. Phys. St. Sol. (a), 1985, vol. 92, N 1, p. K61—K65.
- [10] Zaitzev S. I., Nadgornyi E. M. Phys. St. Sol. (a), 1975, vol. 28, N 1, p. 49—59.
- [11] Зайцев С. И., Надгорный Э. М. ФТТ, 1979, т. 21, № 5, с. 1392—1398.
- [12] Косевич А. М. Дислокации в теории упругости. Киев: Наукова думка, 1973. 219 с.

Институт физики твердого тела АН СССР
Черноголовка
Московская область

Поступило в Редакцию
12 февраля 1987 г.
В окончательной редакции
12 ноября 1987 г.