

Письма в ЖЭТФ, том 16, вып. 6, стр. 336 – 339

20 сентября 1972 г.

**К МЕХАНИЗМУ РАЗРУШЕНИЯ
КРИСТАЛЛОВ РУБИНА ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ**

*E. M. Акуленок, Ю. К. Данилайко, А. А. Маненков,
В. С. Нечитайло, А. Д. Пискун, В. Я. Хаимов-Мальков.*

К настоящему времени опубликовано большое число работ, посвященных исследованию разрушения кристаллов рубина лазерным излучением. Однако вопрос об определяющем механизме объемного разрушения оставался дискуссионным. В частности, объяснение разрушения механизмом лавинной ионизации кристаллической матрицы [1, 2] вряд ли можно считать вполне адекватным, поскольку имеется значительный (до 100 раз) разброс в экспериментальных значениях величины порога [3]. Такой разброс, по-видимому, указывает на существенную роль примесей или структурных дефектов в механизме лазерного разрушения рубина, на что в литературе до сир пор не обращалось серьезного внимания.

В связи с этим мы поставили целью изучить влияние различных примесей на порог объемного разрушения кристаллов рубина в режиме ги-

гантских лазерных импульсов. В результате было установлено, что порог разрушения существенно зависит от состояния примесей в кристаллической решетке и наиболее вредное влияние оказывают примеси, находящиеся в кристалле в виде включений инородной фазы. Наличие последних в лазерных кристаллах рубина в основном и определяет порог объемного разрушения.

В работе изучались образцы кристаллов рубина и сапфира, выращенные методом Вернейля, с введенными в них примесями титана, ванадия, железа, кобальта, никеля и магния. Концентрация примесей в образцах составляла $10^{-3} - 10^{-4}\%$ ¹⁾. Указанные элементы были выбраны потому, что они обычно присутствуют в лазерных кристаллах рубина в качестве сопутствующих примесей. В зависимости от условий роста и последующего нагрева кристаллов эти примеси могут изменять валентность и образовывать инородную фазу (включения).

Изменение валентного состояния примесей производилось методом высокотемпературного нагрева (до $T \approx 1800^{\circ}\text{C}$) кристаллов. Валентное состояние примесей, изоморфно входящих в решетку, устанавливалось по оптическим спектрам поглощения и люминесценции. Применился также метод ультрамикроскопии в рассеянном свете для определения наличия инородных фаз (включений), которые могли образовываться введенные в кристалл примеси. Такой метод позволял фиксировать наличие в кристаллах отдельных частиц размером $\sigma \gtrsim 3 \cdot 10^{-6}\text{ см.}$

Было обнаружено, что в образцах сапфира после нагрева в вакууме примесь титана находится в состоянии Ti^{3+} , изоморфно замещая ионы Al^{3+} . При нагреве в атмосфере кислорода титан переходит в состояние Ti^{4+} , при этом часть ионов образует инородную фазу (включения), скорость выпадения которой резко возрастает при повышении температуры. Структура этой фазы остается неясной, можно только предполагать, что она представляет собой включения либо TiO_2 , либо титана-алюминия.

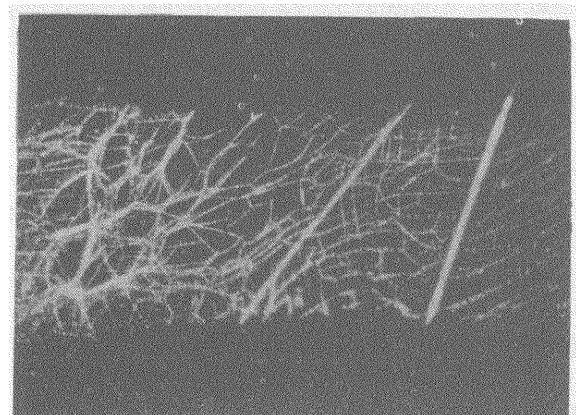
Примеси никеля, кобальта и железа после нагрева образцов сапфира в атмосфере кислорода образуют трехвалентные ионы, изоморфно замещающие Al^{3+} . Нагрев этих же образцов в вакууме приводит к трансформации ионов в двухвалентное состояние, при этом часть ионов входит изоморфно в решетку сапфира, а часть выпадает в инородную фазу. Исследования распределения этой фазы методом ультрамикроскопии показали, что выпадение включений в основном происходит на границах блоков, дислокациях и скоплениях вакансий (рисунок). Микроскопический рентгено-фазовый анализ выпадающих частиц показал, что восстановление примесей Ni, Co, Fe может идти до металлического состояния.

¹⁾ Отметим, что такие концентрации примесей не более чем на порядок превышают содержание неконтролируемых примесей и выбраны были лишь для того, чтобы четко выявить влияние конкретных примесей в механизме разрушения.

В образцах с примесью магния при нагреве в атмосфере кислорода происходит образование инородной фазы в форме мелких включений, исчезающих при последующем нагреве в вакууме.

В кристаллах сапфира с примесью ванадия не образуется включений инородной фазы, а происходят лишь валентные переходы $V^{2+} \rightarrow V^{3+}$ при измненении атмосферы отжига вакуум \rightarrow кислород.

Заметим, что валентные переходы примесей и выпадение инородной фазы полностью обратимы при смене атмосферы отжига.



Распределение включений никеля в кристалле сапфира, наблюдаемое в ультрамикроскопе

Объемное разрушение образцов сапфира и рубина с указанными выше примесями изучалось под действием излучения рубинового лазера в режиме гигантских импульсов ($t \sim 40$ нсек). Измерения порогов разрушения P_d образцов с различными примесями производились относительно порога $P_d^{(o)}$ контрольного беспримесного образца сапфира (см. таблицу), при этом лазер работал в многомодовом режиме. Оценка порога разрушения контрольного образца под действием излучения одномодового лазера дала величину $\sim 2 \cdot 10^{10}$ эм/см². Отметим, что аналогичные результаты получаются и для кристаллов рубина, содержащих те же примеси.

**Относительные пороги разрушения ($P_d / P_d^{(o)}$)
образцов сапфира с различными примесями
при разных атмосферах отжига**

Примесь Атмос- фера отжига	Ti	V	Co	Ni	Fe	Mg
Кислород	$3 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	0,5	0,6	0,6	$6 \cdot 10^{-2}$
Вакуум	0,8	$7 \cdot 10^{-2}$	10^{-2}	$2 \cdot 10^{-2}$	10^{-2}	0,9

Анализ результатов показывает, что в тех случаях, когда в кристаллах сапфира происходит выпадение инородной фазы, наблюдается резкое снижение порогов объемного разрушения (до 50 раз), в отсутствие же инородных включений все исследованные образцы как сапфира,

так и рубина не имеют существенной разницы в величинах P_d , несмотря на различие вводимых примесей и их валентного состояния. Последний факт, по-видимому, связан с тем, что в кристаллах имеются малые ($a < 3 \cdot 10^{-6}$ см) включения инородной фазы, образованные неконтролируемыми или введенными примесями, неразрешаемые использованным нами ультрамикроскопом. О присутствии подобного рода включений свидетельствует заметное релеевское рассеяние, интенсивность которого в исследованных нами образцах значительно превышала интенсивность компонент теплового рассеяния Мандельштама – Бриллюэна.

Приведенные данные указывают на существенную роль включений в механизме лазерного разрушения кристаллов рубина. С наличием поглощающих включений, по-видимому, связан определяющий механизм разрушения реальных кристаллов. Следует подчеркнуть, что проблема включений в кристаллах является более серьезной, чем в стеклах, в связи с низкой растворимостью многих примесей в кристаллах и наличием в них структурных дефектов, облегчающих образование включений инородной фазы.

Институт кристаллографии
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
10 августа 1972 г.

Физический институт
им. П.Н.Лебедева
Академии наук СССР

Литература

- [1] В.А.Пашков, Т.М.Зверев. ЖЭТФ, 51, 777, 1966.
- [2] Т.П.Беликова, А.И.Савченко, Э.А.Свириденков. ЖЭТФ, 54, 37, 1968.
- [3] C. R. Giuliano, L. D. Hess. Nat. Bur. Stand. (U.S.), Spec. Publ., 341, 76, 1970.