

József Attila Tudományegyetem

Kísérleti Fizikai Tanszék

Az optikai roncsolódási küszöbérték és a diszlokáció-
sűrűség közötti kapcsolat vanádiumpentoxid
egykristályok esetében

Doktori értekezés

Tubak István
középiskolai tanár

S z e g e d
1982.



T a r t a l o m j e g y z é k

	oldal
I. Bevezetés	2
II. Irodalmi áttekintés:	4
1. Ideális és reális kristályok	4
2. A maratás, mint felületdiagnosztikai módszer ...	7
3. A V_2O_5 egykristály szerkezete, hibaszerkezete ..	9
4. A lézerek	11
5. A lézerfény-szilárdtest kölcsönhatás	24
a/ A sugárzás roncsolás szempontjából fontos tulajdonságai	24
b/ Nem-lineáris optikai jelenségek	27
c/ Szilárd anyagok optikai roncsolódása	29
III. Kísérleti eredmények:	35
1. A V_2O_5 egykristályok előállítása	35
2. A V_2O_5 egykristályok maratása és felületi vizs- gálata	38
3. Kísérleti elrendezés	42
4. A minta előkészítése	49
5. Mérési eredmények	51
a/ A roncsolt tartományok morfológiája	54
b/ Az optikai roncsolódási küszöbérték kü- lönböző hullámhosszakon és különböző diszlokációsűrűségű helyeken való megha- tározása	59
c/ A roncsolódás mechanizmusa	71
6. Összefoglalás	76



B e v e z e t é s

A lézerek létrejöttével szinte egyidőben jelentek meg azok a publikációk, amelyek az újból előtérbe került fény és anyag kölcsönhatás vizsgálatával foglalkoztak. Az ilyen irányú kutatások ma is indokoltak. Gondoljunk például csak az információ-tárolásra vagy a lézer építésre.

A nagyteljesítményű lézerek építése és ipari, illetve laboratóriumi alkalmazása szükségessé tette az anyagok optikai tartósságának vizsgálatát. A kísérletek különböző roncsolódási mechanizmusok felismeréséhez vezettek, s egyuttal lehetővé tették egy olyan teljesítményküszöbnek a meghatározását, amelynél a besugárzott anyagban éppen valamilyen irreverzibilis változás jön létre. E vizsgálatokban szinte észrevétlenül helyet kaptak az átmeneti fémek oxidjai is. Az irántuk való korábbi érdeklődés elsősorban az iparban jól kamatoztatható mágneses, optikai és elektromos tulajdonságaikkal kapcsolatos. Több ilyen oxid félvezető tulajdonságokkal is rendelkezik, így az elektrotechnikában is alkalmazásra kerül.

Az általunk vizsgált anyagot a vanádiumpentoxidot sikeresen alkalmazzák a kémiai heterogénkatalízisben, elsősorban az oxidációs folyamatok katalizálására. /Pl. a szénhidrogének katalízisének/

Ismeretes olyan közlés is, amely a V_2O_5 egykristályt perspektivikusan, mint lézer-kalorimétert említi.

Olyan kalorimétert már készítettek is, amely a 0,02 mJ-20 mJ tartományban gyakorlatilag hullámhosszfüggetlen kaloriméterként használatos, melynek érzékenysége nagyobb, mint 1 mV/mJ. [1]

Jelen dolgozatban a V_2O_5 egykristályok lézerfényvel való kölcsönhatását vizsgáltuk, különös tekintettel az ismert diszlokációsűrűségű felületi tartományok roncsolódására. Célul tűztük ki a roncsolódási teljesítmény-küszöb diszlokációsűrűségtől való függésének feltárását és a roncsolódási mechanizmusok különböző hullámhosszokon történő vizsgálatát.

A disszertáció felépítése a következő:

A II. fejezetben a bemutatásra kerülő kísérleti eredmények kiértékeléséhez szükséges irodalmi eredményeket ismertetjük, kitérve az alkalmazott lézerek roncsolás szempontjából fontosabb paramétereire is.

A III. fejezetben részletesen ismertetjük a kísérleti munkákat és azok értelmezését. Különös figyelmet fordítunk a (010) felületek roncsolás utáni morfológiájára és a roncsolt tartományok maratás utáni képre

A IV. fejezet a kísérleti eredményeink rövid összefoglalását tartalmazza.

II. IRODALMI ÁTTEKINTÉS

1. Az ideális és reális kristályok

A szilárd testek - eltekintve az amorf anyagoktól - kristályos szerkezetűek. Nagyobb méretű egykristályok általában ritkán fordulnak elő, illetve csak különleges technikai eljárásokkal lehet létrehozni ilyeneket. A természetben előforduló szilárd anyagok tulnyomó része apró mikrokristályokból épül fel.

A szilárd anyag kristályos szerkezete az anyagot felépítő atomok legkedvezőbb elrendeződéséből adódik. Szabályos kristályelrendeződésre van szükség ahhoz, hogy a bonyolultabb atomi egységek jól kapcsolódhassanak egymáshoz, hogy a kémiai kötések megfelelő irányban és távolságban legyenek. Ma már teljes bizonyossággal ismert, hogy a kristály atomok, ionok, molekulák vagy gyökök olyan halmaza, melyben ezek az egységek csaknem teljesen szabályos rendet képeznek és a kristályok szabályos alakja és szimmetriája ennek a belső rendnek a visszatükröződése, amely rend magában hordozza a felismerhető szimmetriát is.

A kristályszerkezet szabályos felépítésének, periodicitásának a leírásához a pontrács, vagy térrács /röviden a rács/ fogalmát használjuk fel. Rácsnak nevezzük a pontoknak olyan párhuzamos hálószerű elrendeződését a térben, amelyben minden pont /rácspont/ környezete minden szem-

pontból azonos akármelyik rácspont környezetével. [2]

A kristályrácsok elmélete a definíció alapján szigorú geometriai szabatsósággal megkonstruált rácsoakat vesz alapul, s ezektől vezet le elméleti úton a lehetséges kristályosztályokat és tércsoportokat. A tapasztalatok szerint a természetben a szimmetriának csak azok a kombinációi lépnek fel, amelyeket a rácselmélet tárgyal. [3, 4]

Az elmélet szerint feltételezett ideális kristályok és a valódi vagy reális kristályok között lényeges különbség van. Az ideális kristály az azonos szerkezeti elemeknek a térben szabályosan ismétlődő végtelen sorozata. Az ilyen kristály mentes mindenféle szennyezéstől és rácshibától, az alkotóelemek szabályszerűen, geometriailag meghatározott pontokban helyezkednek el, a kristály tökéletesen teljesíti a szimmetria követelményeit.

A természetben ilyen kristályokat nem találunk, már csak a véges méretek miatt sem.

A reális szilárd test igen sok fizikai tulajdonságának megértése az ideális kristály, illetve a különböző okok miatt megzavart periodicitású, perturbált ideális kristály tulajdonságainak tárgyalása útján lehetséges.

A reális kristályok azon túlmenően, hogy véges méretekkel rendelkeznek, mindig tartalmazznak kristályhibákat is, amelyek az adott célt tekintve jelentősen befolyásolhatják a kristály tulajdonságait. [5] E fizikai jellemzők egyrésze /pl.: fajhő, képződéshő, diszperzió, stb./ csak kevéssé vagy lényegében véve nem függ a kristályhibáktól, míg más fizikai

jellemzőket /pl.: az anyag képlékenységet, viszkozitását, optikai jellemzőit, hő- és elektromos vezetőképességét stb./ éppen a kristály szerkezeti torzulásai, szennyezettsége, a sztöchiometriai összetételétől való eltérése stb. határozzák meg.

A reális kristályokban előforduló hibák különböző szempontok szerint csoportosíthatók. Az osztályozás alapjául a hibák geometriai jellegét tekintve, pont-, vonal-, felületi- és térfogati hibákról szokás beszélni. [2]

E hibák kimutatására ma már több jól bevált módszer ismert. [6] Már az 1950-es években felfedezték és kidolgozták a "dekorálás"-nak nevezett eljárást, amely a szennyező atomok diszlokációk közvetlen környezetében való felhalmozódásán alapul. Elég nagy szennyezéskonzentráció esetén a feloldulást a szennyező atomok kiválása követi. A "dekorált" diszlokációvonalak mikroszkópon keresztül láthatóvá válnak. Az eljárás alapvető hátránya, hogy stabilizálja a kialakult szerkezetet, s így a diszlokációk mozgása nem tanulmányozható. A "dekorálást" ma már szinte teljesen felváltották az elektronmikroszkópos és a röntgendiffrakciós módszerek, melyek nagy előnye, hogy teljesen roncsolásmentesek, különleges preparálást nem igényelnek, és vastag mintákhoz is alkalmazhatók stb. Még több más vizsgálati módszer is ismert, mint pl.: a neutroindiffrakció, ionsugaras mikroanalízis... [7]

2. Maratás, mint felületdiagnosztikai módszer

A legegyszerűbb kristályhibák az üres rácshelyek /vakanciák/ és a rácsközi /intersticiális/ atomok. E ponthibákon kívül rendkívül fontos szerepe van a vonalhibáknak, vagyis a diszlokációknak.

A diszlokációk megfigyelésére alkalmas módszerek közül a legegyszerűbb, a leggyorsabb és a legrégebben használt kémiai reakción alapszik. Mint minden módszernél, úgy itt is a diszlokáció feszültségterét indikáljuk.

F. L. Vogel és munkatársai[8] voltak az elsők, akik bebizonyították, hogy a maratószer hatására keletkező gödrök és a diszlokációk felületre való kibukkanási helyei között kapcsolat van, ugyanis ezekben a pontokban a kristály gyorsabban maródik, mint a felület többi része.

A maratás eredményeképpen a maratott felületen az oldószer-től és a kristályos anyagtól függően különböző kristálylapkák jelennek meg, amelyek elrendeződéséből alakjából, sűrűségéből az anyag minőségére lehet következtetni. A különböző alakzatok létrejötte a maratási sebesség irányfüggőségével magyarázható. Megjegyezzük, hogy maratási gödör minden olyan maratási helyen is kialakulhat, ahol a rács deformált, vagy a vizsgált felület a kristályrács síkjával néhány fokos szöget zár be. Ezen a felületen így sok megkezdett rácssík található, amelyek széléről könnyen távolítható el

egy-egy atom oldás, vagy valamilyen kémiai reakció útján. Ezek a helyeken szintén maratási gödrök keletkeznek, amelyek az eredményt meghamisítják. A felület tisztaságának igen nagy szerepe van a maratási kép alakulásában.

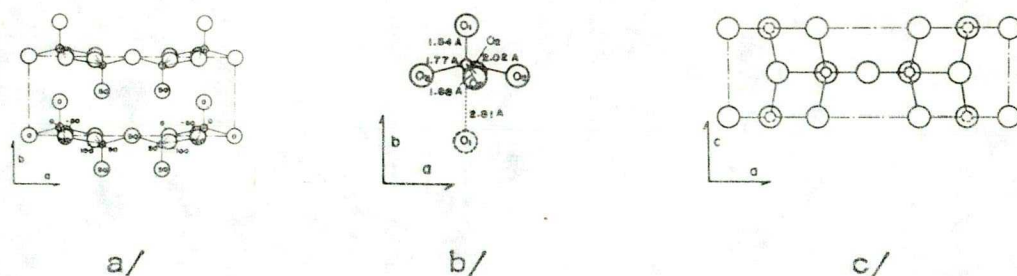
A tapasztalati tények azt mutatják, hogy az egyes maratószer-összetételüktől és koncentrációjuktól függő specifikus maratási képet adnak, ugyanis az oldódási sebesség pl.: vanádiumpentoxid (O10) felületén az a és c kristálytani tengelyek irányában ugyanazon reagens esetében is a maratószer koncentrációjának függvénye. A maratási gödrök alakja több esetben nemcsak a maratószerrel függött, hanem a maratási időtől is. [9]

A kísérleteinkben használt kristályok felületre kibukkanó diszlokációit is e kémiai módszer alkalmazásával tettük láthatóvá. A maratott felületet mindig a vizsgálati céloknak legmegfelelőbb nagyítású mikroszkóppal, általában visszavert fényben figyeltük meg.

3. A vanádiumpentoxid egykristály szerkezete

A V_2O_5 kristályai a rombos rendszerbe tartoznak, tehát optikailag anizotróp, kettősen törő, kéttengelyű kristályok, és a $[010]$ irányban réteges szerkezettel rendelkeznek. Ezekben a (010) síku rétegekben a vanádium és az oxigén atomok között igen erős a kötés, míg az egyes rétegeket csak a gyenge Van der Waals-féle erők kapcsolják egymáshoz.

A jelenlegi álláspont alapján [10-13] a vanádiumpentoxid egykristályt szerkezeti szimmetriája szerint a P_{nm}/D_{2h}^{13} térceportba sorolhatjuk. Egy kiválasztott V^{5+} vanádium iont körülvevő szerkezeti poliéder, mint torzult trigonális bipiramis képzelhető el, amely az oxigén ionoknak a V^{5+} ion körüli ötös konfigurációjaként áll elő.



1. ábra

Az 1.a/ ábrán a V_2O_5 szerkezetének (001) síku vetülete látható. A nagy körök az oxigén ionokat, a kis körök pedig a vanádium ionokat jelölik.

Az 1.b/ ábrán a V^{5+} ion környezete látható. A számok a

kötési távolságokat jelölik Å-ben.

Az 1.c/ ábrán a V_2O_5 strukturájának (010) síku vetülete látható.

A V_2O_5 elemi cellájának méretei Kera Y. és Hizota K. [14] adatai szerint

$$a=11,519 \text{ Å}; \quad b=4,373 \text{ Å}; \quad c=3,564 \text{ Å}.$$

Abdullajev A. A. és munkatársai [15, 16] vizsgálták a V_2O_5 egykristályt a szennyezés és a diszlokációs struktúra szempontjából. Vizsgálataik eredménye azt mutatja, hogy a V_2O_5 viszonylag sok Fe, Sn és Pt szennyeződést tartalmaz. A maratási vizsgálatok pedig arra utalnak, hogy a kialakuló rácshibák a kristálynövekedés irányában elnyultak. A diszlokációs vonalak különböző szögek alatt lépnek ki a kristályfelületre, ahol a diszlokációsűrűség eléri a 10^7 cm^{-2} -t.

A vanádiumpentoxid viszonylag nagy termoelektromotoros erővel rendelkező, negatív hőmérsékleti tényezőjű, n-típusú félvezető anyag.

A kristály ellenállását vizsgálva megállapíthatjuk, hogy a félvezető anyagokra jellemző negatív hőmérsékleti tényezővel rendelkezik. Az EPR vizsgálatok alapján [17,18] tisztázottnak tekinthető, hogy a V_2O_5 egykristály egészen az olvadáspontig nem mutat intrinszc vezetést, s a töltéshordozók keletkezésében az alapvegyértéktől eltérő /alacsonyabb/ vegyértékű vanádium ionok vagy oxigén vakancia helyek játszanak szerepet, amelyek donor centrumként hatnak.

4. A lézerek

E rövid ismertetés nem ad lehetőséget arra, hogy a kísérletekben felhasznált lézerek részletes szerkezetével, működésével, és valamennyi lényeges tulajdonságával megismerkedhessünk. A lézer számunkra elsősorban mint fényforrás érdekes. Csak arra van módunk, hogy a továbbiakban előforduló lézerfizikai szakkifejezések, valamint a különböző lézerek működési elvének tömör ismertetését adjuk meg.

Ma már nagyon sok lézeraktív anyagot ismerünk, melyek alapján megkülönböztethetünk:

- szilárdtest
- festék és
- gázlézereket.

A működésük alapján pedig:

- folyamatos üzemű és
- impulzus üzemű lézerekről beszélhetünk.

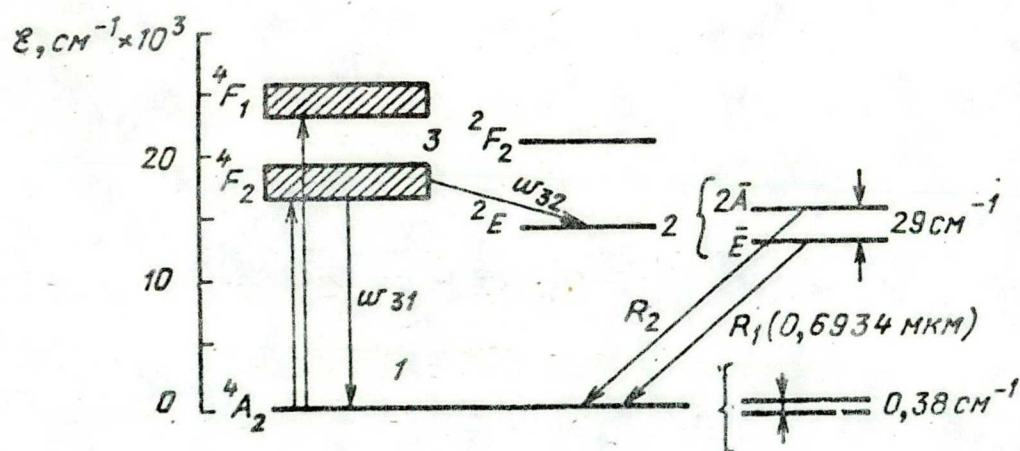
A lézer olyan fényforrás, amely monokromatikus /egyszínű/, koherens /interferenciára képes/, kis divergenciájú, nagy intenzitású fényt, elektromágneses sugárzást bocsát ki.

Működésének alapvető feltétele az adott közegben az ugynevezett inverz populáció létrehozása. Az inverz populáció azt jelenti, hogy a lézeraktív közeg egy magasabb energiaszintje jobban betöltött, mint az alapállapoté. A lézerátmenetekhez szükséges energia szinteket tekintve megkülönböztethetünk három és négy állapotú rendszereket. Ezeknél a populáció inverzió létrehozható pl.: olymódon, hogy az atomi rendszert alapállapotából olyan gerjesztett állapotba hozzuk, amelyből harmadik /közbenső/ állapotba menve jön létre a sugárzásos

rekombináció, s amely nivóról az alapállapotba a visszatérés igen gyors. Így a magasabb nivóju állapotban könnyen elérhetjük a populáció inverziót.

Két gáz keverékében /pl.: He-Ne/négy szinten hasonló lézerátmenet megvalósulást tapasztalhatunk. Ebben a rendszerben az egyik atomfajta a gerjesztett állapotban adhatja át energiáját a másiknak. Az inverziót szilárdtest-lézereknél általában optikai pumpálással érik el. A legnagyobb multtal rendelkező szilárdtest lézerben krómmal szennyezett rubint használnak aktiv anyagként. / $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{+++}$ /.

A lézereffektus keletkezését speciálisan a rubinlézerben a 2. ábra segítségével tehetjük érthetőbbé. Az optikai pumpálással betáplált energia hatására a krómion a $^4\text{A}_2$ alapnivóról a $^4\text{F}_2$ és $^4\text{F}_1$ nivókra kerül.



2. ábra

/A lézerfolyamatban csak a krómionok vesznek részt, az alumíniumoxid-rács csupán a krómatomok beépítésére szolgál./ A két felpumpált sávból a krómionok igen rövid időn belül a 2E szintre kerülnek, amely a $2A$ és az E nivókból áll.

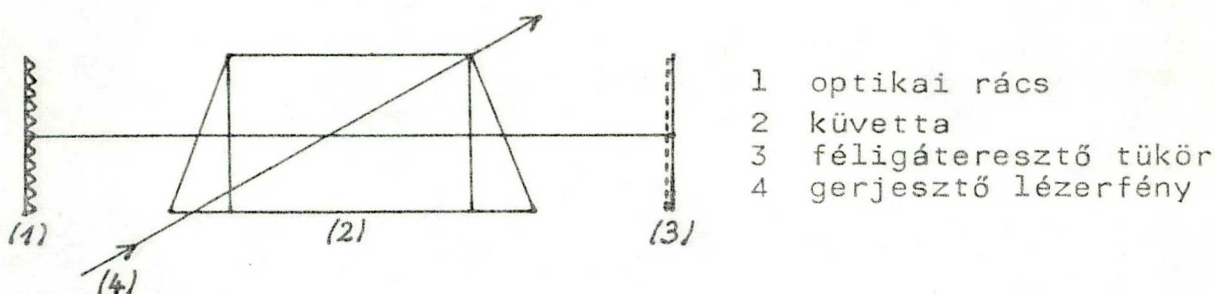
/A $^4F_2 \rightarrow ^4A_2$ spontán átmenet valószínűsége $3 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$, a $^4F_2 \rightarrow ^2E$ átmeneté pedig $2 \cdot 10^7 \frac{1}{s}$ [19]./

A $2A$ és az E szint betöltési sűrűsége termikus eloszlású a két szint közötti nagyon gyors relaxáció miatt. Így az alsó állapot betöltöttségi foka mindig nagyobb, mint a felső állapoté, ezért a rubinlézer gyakorlatilag csak a $\lambda = 694,3$ nm hullámhosszúságú fényt R_2 sugározza ki.

Optikai pumpálással folyadékokban is létrehoztak lézereffektusokat. Eleinte a ritka földfémek ionjait /eurórium, samárrium, terbium/ használták a lézer aktív anyagául, de később sikerült lézerátmenetet különböző szerves anyagokban is megfigyelni. Így létrejöttek /pontosabb névvel illetve/ a festéklézerek, amelyek aktív közege valamilyen folyadékban oldott szerves festék. Az elektronátmenetek pontos meghatározása pl.: egy ötven atomot tartalmazó molekula legalább százötven normál rezgése mellett reménytelen. Az atomi vagy molekuláris átmeneteknél lényegesen szélesebb spektrumok a normál rezgések perturbációinak, illetve az oldószerrel való ütközéseknek az eredménye.

A gyakorlatban a festéklézer működése a következőképpen jelentkezik. Fényimpulzussal megvilágítjuk a festéklézer küvetájában elhelyezett organikus festékkoldatot, amely fluo-

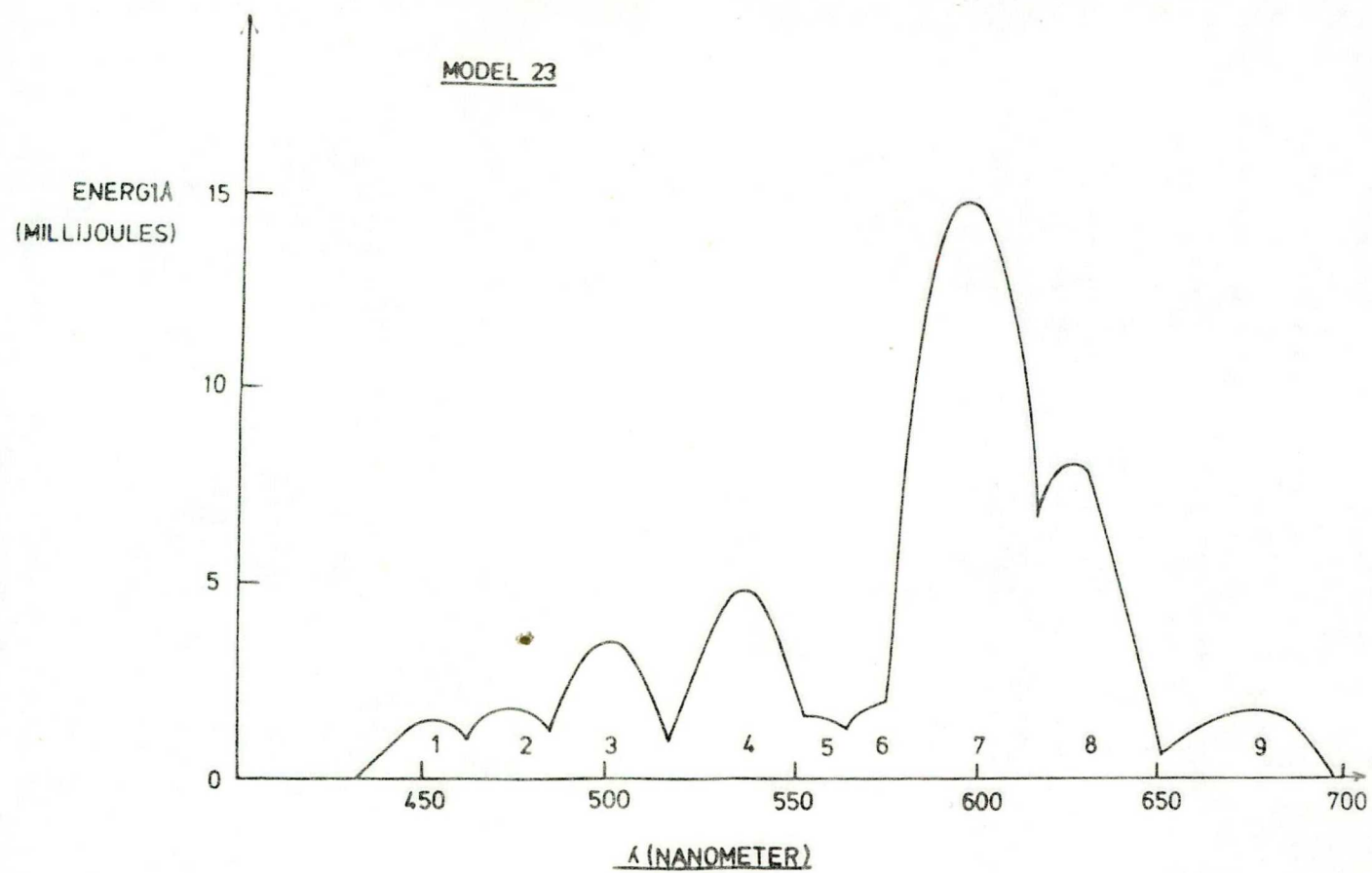
reszkálni kezd. A fluoreszcencia általában széles hullámhossz tartományban történik. Ebből a széles hullámhossztartományból választ ki egy keskeny sávot az optikai rács / 3. számú ábra/



3. ábra

Ez a rács egyúttal a festéklézer egyik tükré is. A festéklézer sugárzása a félig áteresztő tükrön lép ki. Hullámhossza a rács forgatásával a fluoreszcencia-sávon belül változtatható. Különböző festékeknek a fluoreszcencia sávja más és más hullámhossztartományban helyezkedik el. A festékkoldat cseréje igen széles tartományban dolgozó, hangolható, kis vonalszélességű $< 1 \text{ Å}$, nagy teljesítményű /2-10 MW/ festéklézer készítését teszi lehetővé.

Az általunk használt festéklézer aktív anyaga a Rhodamin 6G melyet metilalkoholban oldottunk fel. A kilépő energia nagyságát a hullámhossz függvényében a 4. ábra mutatja. 1-9-ig a számok a különböző festékkoldatokat jelzik, közöttük a 7-es szám a Rhodamin 6G-t.



A legtöbb gáz, főleg valamennyi nemesgáz, alkalmas lézeranyagnak. Természetesen a gázlézerek az aktív anyagként alkalmazott gáztól függően különböző hullámhosszakon sugároznak. Attól függően, hogy atomokat, vagy molekulákat gerjesztettünk-e megkülönböztethetünk ionlézereket és molekulalézereket. A molekuláknak az atomokhoz képest több szabadsági fokuk van és különféle rotációs lehetőségük következtében is különböző energiaállapotok adódnak. Ezen átmenetek hullámhossza azonban nagyobb az atomi gáz, vagy ionlézerek hullámhosszánál. Így ezek a lézerek az infravörös tartományban sugároznak. Egyik legjellemzőbb képviselőjük a széndioxidlézer. E lézer nagy előnye a rendkívül jó hatásfok és az igen nagy kimenő teljesítmény, illetve az igen nagy impulzusenergia.

A lézer felépítése alkalmazkodik a sugárzás különleges követelményeihez. A lézercső nincs gázzal megtöltve és leforrasztva, hanem a lézer folytonos gázáramlással működik. Ehhez háromfajta gázra van szükség. A széndioxidra és két puffer-gázra: nitrogénre és héliumra. A keverési arány szabályozható. A gázáramlás előnye, hogy mindig friss gáz áll rendelkezésre. Az optimális kimenő teljesítmény beállítása így egyszerűbb feladat és kedvező esetben nagyon nagy teljesítmény érhető el.

A tulajdonképpeni lézerátmenet a 001 asszimmetrikus rezgésalakból az 100 szimmetrikus rezgésalapba való átmenet, amely energia különbsége a $10,6 \mu\text{m}$ hullámhossznak felel meg. A

001 szint populációját a N-N nitrogén molekula segítségével tehát csak közvetett úton tudjuk megnövelni. A nitrogén 1 szintje és a széndioxid 001 szintje energia szempontjából egybeesik, úgy, hogy az energia másodfajú ütközéssel átvihető a széndioxidra. [20]

A sugárzás észlelése a fotonok kis energiája miatt nagy nehézségekkel jár. Méréshez általában a sugárzás termikus hatását használják fel.

A gázlézerek másik perspektivikus képviselője a nitrogén-lézer. Megjelenésekor nagynyomású nitrogéngázzal működött, ma már azonban atmoszférikus nyomású is létezik. [21]

Paraméterei technikai egyszerűsége, viszonylagos olcsósága alapján kitüntetett szerepet kapott. Az 1 ns-os impulzusidőből és a 100-200 μJ kimenő energiából következően nagy teljesítményű, 337 nm hullámhosszúságú ideális gerjesztő fényforrás. Alkalmazási körét kiszélesítve mi V_2O_5 egykristály felületi roncsolására is felhasználtuk.

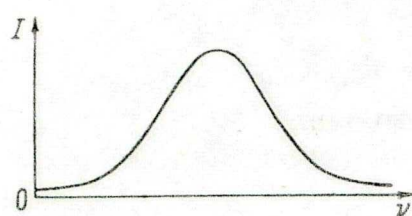
A N_2 lézer működése alapvetően nem különbözik a többi gázlézer működésétől. Az N_2 molekulák gerjesztése két lépésben történik. Először a nagy térerősség ionizálja a molekulák egyrészét, majd az így létrejött elektronok bizonyos energiaeloszlású árama ütközéssel gerjeszti a még alapállapotban levő N_2 molekulákat. Ahhoz, hogy intenzív lézerfényt kapjunk, néhány ns alatt nagy $/2-5 \text{ kA/cm}^2/$ áramlökést kell a gázban létrehozni. Rezonátort általában nem alkalmaznak, mivel a fény egyszeri áthaladási ideje az aktív közegen 2-3 ns, s

így hatása a kilépő energiára a kisszámu áthaladás miatt nem jelentős. A leggyakrabban használt elrendezésben, rezonátor nélkül a lézer divergenciáját az aktiv közeg geometriai átlói által bezárt szög adja. Tipikus érték a 3 mrad függőleges, 15 mrad vízszintes /a lézernyomok a kristály felületén ezt jól mutatják (31. ábra)/. Természetesen a divergencia csökkenthető, azonban ez a lézer teljesítményét rontja.

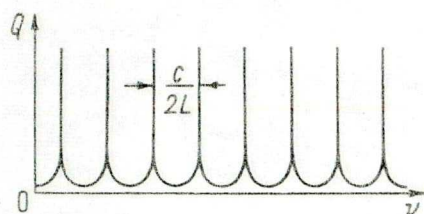
Az adott konstrukcióju N_2 lézerből kilépő energia nagyságát számos tényező befolyásolja. Az energia-nyomásfüggvénynek maximuma van, mégpedig mindig olyan nyomáson, hogy az $\frac{E}{p}$ hányados a feszültséget változtatva változatlan marad. A betáplált energia növekedésével szintén nő a kijövő energia úgy, hogy a hatásfok állandó marad.

A lézerfény-szilárdtest kölcsönhatás vizsgálatakor a lézerek alaplómodusban kibocsátott fényét használják fel, amelynek keresztmetszetét tekintve Gaus-féle intenzitás eloszlással találkozunk.

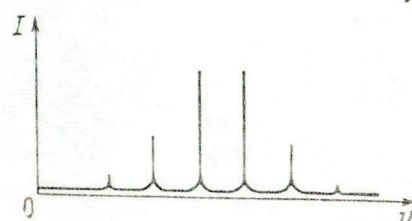
A rezonátorban, amely két egymással szemben elhelyezett tükröből áll, és méretei a hullámhosszhoz képest nagyok, több különböző hullámhosszuságu állóhullámok alakulhatnak ki. Az aktiv közeg azonban véges szélességű spektrumvonalat /vagy sávot/ sugároz, így a lehetséges módusok közül csak azok erősödnek a rezonátorban, amelyek a sugárzás spektrumába esnek /lásd az 5. ábrát/. [20, 22]



Lézer-átmenet



A rezonátor módusai



Lézer-sugárzás

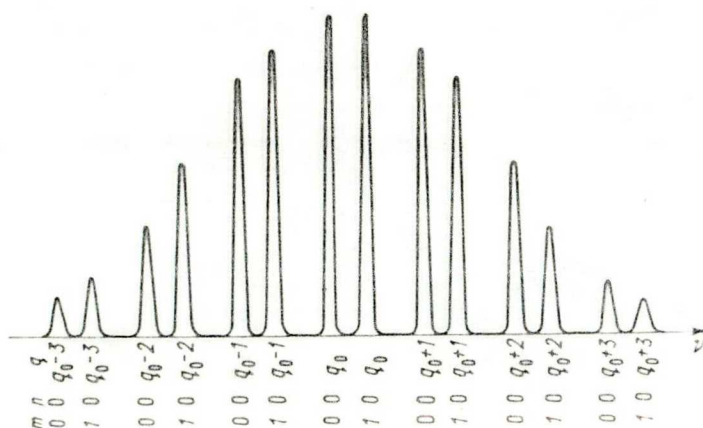
5. ábra

A lézerfény energiája az egyes kisugárzott módusok között oszlik meg, s ezek a különböző módusok a lézertükör azonos helyén, a rezonátor tengelyének irányában lépnek ki. Így ezeket az axiális módusokat csak bonyolult módszerekkel lehet szétválasztani, illetve a lézert egy módusban sugárzóvá tenni.

A tükör síkja mentén kialakuló rezgési állapotokat keresztirányú vagy transzverzális módusoknak nevezzük, amelyeket a tükör síkjában kialakuló bonyolult interferencia hoz létre. Az interferenciát az okozza, hogy a rezonátorban nem síkhullám alakul ki, s így a rezonátor tükre nem a kialakult állóhullám csomósíkjában fekszik. [22]

A rezonátor módusainak jellemzésére a TEM_{mnq} jelölésmódot használjuk, ahol m és n indexek a transzverzális módusokat jellemzik úgy, hogy megadják a zérushelyek számát az x - és y -irányban, illetve az r - és φ -irányban. A q index az axiá-

lis módusok számát mutatja. [20] /6. ábra/



6. ábra

Minden transzverzális módus több axiális módusban is oscillálhat. A rezonátor alaplómódusa a TEM_{00q} , amely eléréséhez mindig kör alakú fényrekeszt használnak. A lézerefényszilárdtest kölcsönhatás vizsgálatában mi is az alaplómódust használtuk.

Egyes lézerek folytonos működésre nem alkalmasak. A bennük lezajló lézerfizikai folyamatok olyanok, hogy csak rövid időre teljesülnek a lézerműködés feltételei, azaz csak impulzuslézerefény kibocsátására alkalmasak. Pl.: hiába világítjuk meg a Nd-üveg rudat folytonos lámpával az csak lézerefényimpulzusokat szolgáltatna. Emiatt gerjesztésére villanófénylámát használnak, amelynek technikai paraméterei sokkal kedvezőbbek, rövid idő alatt igen nagy fényenergia kibocsátására alkalmasak.

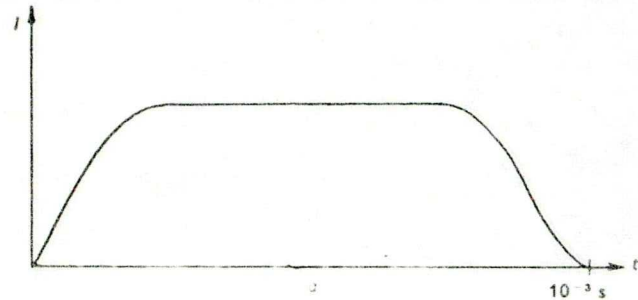
Lézerlövésnek nevezzük egy ilyen villanófénylámpa hatására bekövetkező lézerfényimpulzus megjelenését. Az impulzuslámpa fénykibocsátásának időtartama még így is hosszabb, mint amit a lézer valójában igényelne. Nézzük az időbeli folyamatokat! A 7. ábrán egymás alá rajzoltuk a villanófénylámpa fényének, valamint a különböző lézerüzem módban nyerhető lézerimpulzusok fényének időbeli lefutását. A gerjesztő fényforrás kb. ezred másodpercig világít. A lézerünk azonban csak 1-30 μ s-os fényimpulzusok kibocsátására alkalmas. Ennek megfelelően a magára hagyott lézerben szabad generációs vagy normál üzemmódban 1-30 μ s-ig tartó statisztikusan változó helyű és amplitudójú lézerfelvillanások sorozatát nyerjük. A normál üzemben tehát gyakorlatilag ellenőrizhetetlen módon sok apró fényimpulzusban folyik el a lézer energiája.

Az óriás impulzusu üzemmód ennek megelőzésére szolgál.

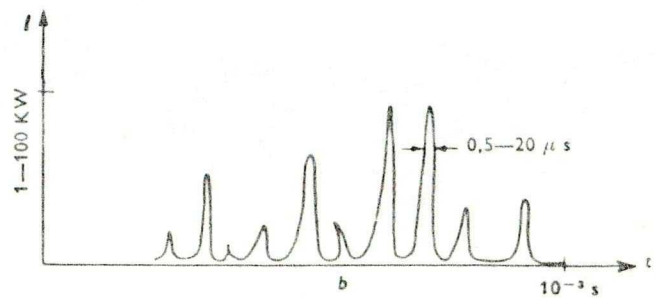
Ekkor a lézerezonátor belső részében az egyik tükröt nagyon gyorsan kapcsoló fényzárral eltakarják. /Q-kapcsoló/ Így a lézer az energiáját a fényzár kinyitásáig gyűjtögeti, és akkor egyetlen sokkal nagyobb csúcsteljesítményű impulzusban bocsátja ki. Így már 10-100 MW is elérhető, míg normál üzemmódban csak néhány kW.

Módusszinkronizációs lézerüzem módnál már 10-100 GW fény-

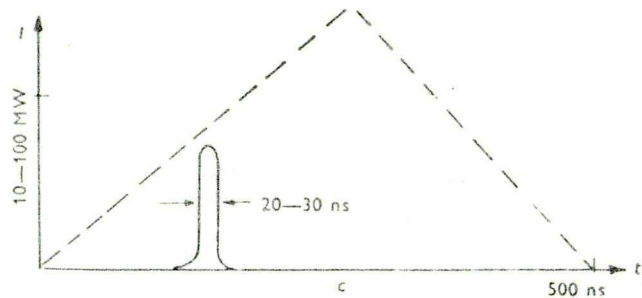
a/ villanófénylámpa
fénye



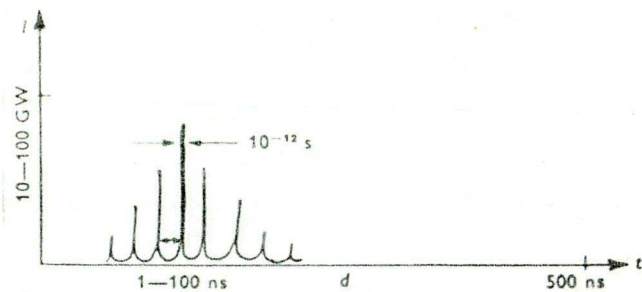
b/ normál lézer
üzemmod



c/ óriás impulzusu és



d/ módusszinkronizá-
ciós lézerjel



7. ábra

Az impulzuslézerek fényjelének időbeli lefolyása

teljesítményeket is elérhetnek. Ekkor már 10^{-11} - 10^{-12} s-os fényimpulzusokban nyerjük az energiát. Fel kell azonban figyelni arra, hogy a fénytéljesítmény növelését nem a fényenergia növelésével értük el, hanem a fénykibocsátás idejének csökkentésével. [23]

A roncsolódás mechanizmusának vizsgálatánál mindhárom üzemmód alkalmazható.

5. A lézerfény - szilárdtest kölcsönhatás

a./ A sugárzás roncsolás szempontjából fontos tulajdonságai

Ha a lézersugárzás roncsoló hatását vizsgáljuk, akkor a vizsgált anyag tulajdonságain kívül feltétlen figyelembe kell vennünk a fénynyaláb tulajdonságait is. A lézerfény ugyanolyan elektromágneses hullám, mint amit a hagyományos fényforrásaink szolgáltatnak, azonban több kedvező tulajdonsággal is rendelkezik.

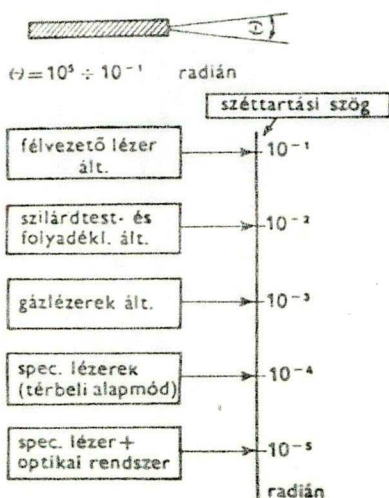
Az első sajátossága, hogy míg a közönséges fényforrások a tér minden irányába sugároznak, a lézer fénye irányított, a lézernyaláb széttartása /divergenciája/ igen kicsi. A kilépő sugárzás térszögtartománya tipikusan milliradián nagyságrendű. A gázlézereknél 0,5-10 mrad, szilárdtest-lézereknél 1-10 mrad. Így a fény fókuszálása aránylag kevés optikai elemet kíván, aminek nagy előnye az, hogy így kicsi az intenzitásveszteség, valamint lehetségessé válik a lézerfény viszonylag kis foltban való fókuszálása.

A második sajátossága, hogy - szemben hagyományos fényforrásainkkal, melyek széles szinképtartományban sugároznak - a lézerfény általában nagymértékben monokromatikus, igen kis sáv szélességű.

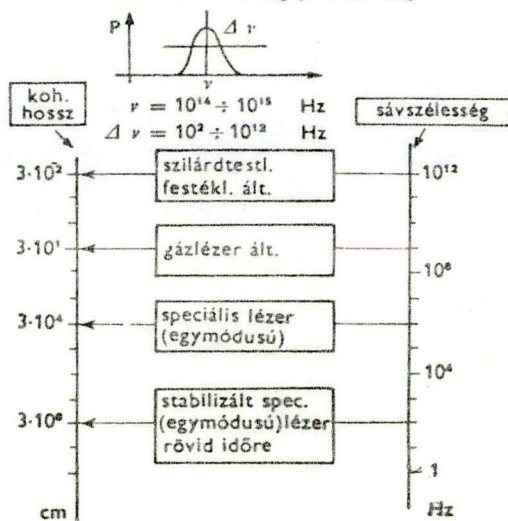
A monokromatikusság lehetővé teszi az alkalmazott optikai elemek kromatikus aberrációjának elhanyagolását, ami azt jelenti, hogy a fény jobban fókuszálható.

A harmadik sajátság, hogy ezen irányított és kis sávszélességű lézernyalábba viszonylag nagy fényteljesítmény koncentrálható. Nagyobb, mint bármely más fényforrás által kibocsájtott nyalámban.

1. irányítottság

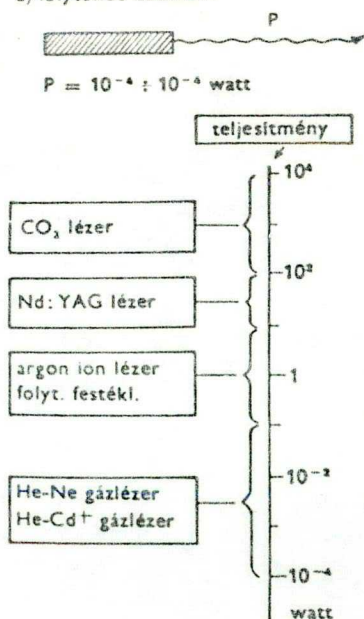


2. monokromatikusság (koherencia)

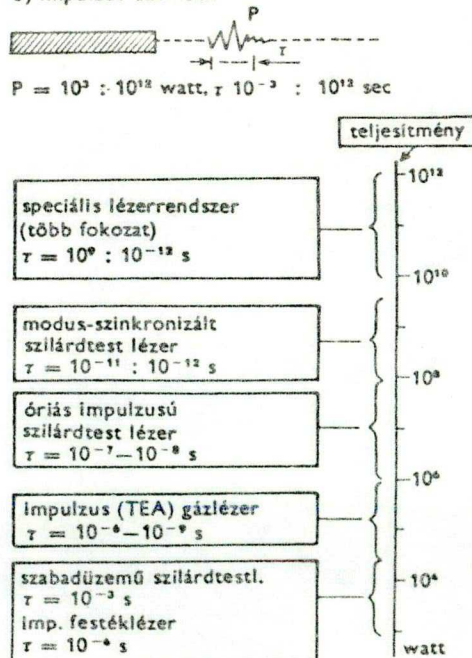


3. fényteljesítmények

a) folytonos üzemen



b) impulzus üzemen



A 8. ábrán a lézerek főbb tulajdonságainak összefoglalását tanulmányozhatjuk. [24]

A roncsolódás vizsgálatához a lézersugárzás teljesítményének ismerete még nem elég. Számunkra az anyag felületén létrejövő teljesítmény-sűrűség, vagyis a felületegységre jutó fénytelsítmény a leglényegesebb paraméter. Nagy energiakonzentrációt tesz lehetővé a fény párhuzamossága, monokromatikussága, ami miatt a fókuszáló lencse gyakorlatilag csak egyetlen pontban koncentrálna a fényt. Ezek a lehetőségek ma már 10^{14} - $10^{16} \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$ fénytelsítmény-sűrűségeket eredményeznek. Wcm^{-2} -ben megadott teljesítménysűrűséget nevezzük intenzitásnak. Így roncsolódási küszöb alatt azt a maximális intenzitásértéket értjük, amelynél még éppen nem következik be maradandó strukturaváltozás.

A továbbiakban energiaáramon az egységnyi felületre jutó fényenergiát $[\text{Jcm}^{-2}]$ fogjuk érteni.

Szokásos még a térerősség $[\text{Vcm}^{-1}]$ és az energiaáramsűrűség $[\text{foton cm}^{-2}\text{s}^{-1}]$ használata is.

Meg kell még említenünk a fényhullámok rendezettségét leíró koherenciát is. Hagyományos fényforrásainknál a sok, egymástól függetlenül sugárzó atom vagy molekula sugárzásából időben és térben szabálytalanul változó "zajos" hullám adódik. A térbeli koherenciát fényrekesssel /"pontoszerű fényforrás"/, az időbeli koherenciát fény-szűrővel javíthatjuk /"monokromatikus fényforrás"/.

Mindkettő az intenzitás rohamos csökkenéséhez vezet. A koherencia a fényhullámok interferencia képességének mértéke, s így érthető, hogy az optikai mérés technikában - elsősorban az interferencián alapuló hossz mérésben kiemelkedő jelentősége van. Azt a hosszat, amelyen belül a fényhullám fázisa kötöttnek vehető, koherenciahossznak, az ehhez tartozó időt koherencia időnek nevezik. A monokromatikusság növekedésével az időbeli koherencia, a divergencia csökkenésével pedig a térbeli koherencia nő. [25]

A sugárzás koherenciája a roncsolódás mechanizmusában nem játszik szerepet. A nagy koherenciafokú sugárzásra pusztán azért van szükségünk, mert az ilyen fénysugarat kis veszteséggel lehet fókuszálni, míg a nem koherens fénysugárnál ez éppen fordítva van.

b./ Nemlineáris optikai jelenségek

A klasszikus optikában a vizsgált anyag válasza, azaz tulajdonságainak megváltozása, mindig a rá eső fényhullám intenzitásával arányos. Pl.: az anyagban abszorbeált energia a fényintenzitástól lineárisan függ, vagy az anyag fluoreszcencia fényének intenzitása lineárisan függ a gerjesztő fény intenzitásától.

Más a helyzet ha a nagy intenzitású lézerefénnyel vizsgáljuk az anyagot. Ezek a sugarak rendkívül nagy elektromos térerősséggel rendelkeznek. $E=10^8-10^9$ V/m/. A klasszikus fényforrásoknál $E=10^2-10^3$ V/m. Így a külső tér összemérhetővé válik az atomok belső terével $E=10^{10}-10^{11}$ V/m/.

Az anyagok lézerfény hatására nem lineárisan viselkednek. Pl.: mennél nagyobb a fény intenzitása, annál kisebb az anyag abszorpciós együtthatója. A nemlinearitás elsősorban a $\underline{P}$ polarizációban jelentkezik. A nagyintenzitású lézerfény hatására izotrop közeg esetén a lineáris polarizáció $\underline{P} = \chi \underline{E}$ további tagokkal egészül ki, azaz a $\underline{P}$ polarizáció sorbafejthető az $\underline{E}$ térerősség függvényében:

$$\underline{P} = \chi^{(1)} \underline{E} + \chi^{(2)} \underline{E}^2 + \chi^{(3)} \underline{E}^3 + \dots,$$

ahol: $\chi^{(1)}$ a lineáris elektromos szuszceptibilitás

$\chi^{(2)}$ a kvadratikus szuszceptibilitás stb.

A közeg nem lineáris viselkedését a polarizáció ezen kifejezésével jól tudjuk jellemezni. Pl.: kimutatható, hogy a nem lineáris közeg törésmutatója függ a fényhullám intenzitásától. [26] A fénynyaláb közepén általában nagyobb a fény intenzitása, mint a széleken, így a közeg a fénynyaláb középső részén optikailag sűrűbb lesz, azaz a fénysugarak a nagyobb törésmutatójú rész felé haladva egy bizonyos pontban fókuszálódnak: un. önfókuszálódás jelensége figyelhető meg. A fókuszpont után viszont általában nem következik be széttartás, hanem a fénysugár egyenes vonalban halad tovább /3-5 μm átmérőjű fényfonalban/. Mivel a fókuszfonalban az egységnyi felületre jutó fényenergia nagyobb, mint a kilépő lézernyalábban, ezért az önfókuszálódás elősegítheti a roncsolódás kialakulását.

A klasszikus optikában, ha abszorpciós és emissziós folyamatokat vizsgálunk látjuk, hogy egy-egy átmenetben esupán egy fénykvantum vesz részt. Éppen ezért a gerjesztett

állapotban levő atomok száma lineáris függvénye az anyagra eső fény intenzitásának. Energia átmenet pedig csak a fény jól meghatározott frekvenciája mellett történik.

Nagy fényintenzitás esetén azonban akkor is történik energia átmenet, ha a fény frekvenciája az energiaátmenetnek megfelelő frekvencia fele, harmada, negyede és így tovább. /alharmonikusok/ Ilyenkor egy átmenetben egyszerre két, három, négy stb. fénykvantum nyelődik el. /Többfotonos jelenségek/ A gerjesztett állapotban levő atomok száma ennek megfelelően a fény intenzitásának második, harmadik, negyedik hatványával arányos.

A sokfotonos jelenségeket általában aszerint különböztetjük meg, hogy az energiaátmenetben hány foton játszik szerepet, s ezek közül is hány abszorbeálódik és hány emittálódik.[27]

c./ Szilárd anyagok optikai roncsolódása

Ha tetszőleges összetételű szilárd anyagot kis intenzitású lézerfényvel világítunk meg, akkor szerkezetkárosodást nem észlelünk. Azonban, ha az intenzitást fokozatosan növeljük a következőket tapasztalhatjuk.

Ha a lézerfény kvantumenergiája összemérhető a tetszőleges anyag kilépési munkájával, akkor emissziós folyamatok lépnek fel:

a/ fotoemisszió

b/ termikus emisszió

A lézerfény energiájának növelésekor az utóbbi folyamat válik uralkodóvá. Melegítés hatására elektronok, semleges a-

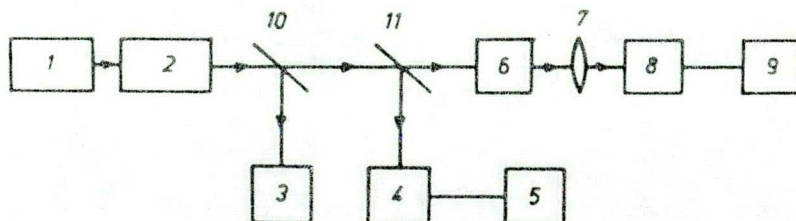
tomok, majd ionok hagyják el az anyag felületét. Végül pedig ezen részecskék nagy távolságból semlegesnek ható keveréke, az ugynevezett lézerplazma alakul ki. A roncsolódás szempontjából ez a folyamat magába foglal néhány elméletileg jól elkülöníthető részfolyamatot. [28]

Kísérleteknél, az anyagra eső sugárzás megfelelően nagy intenzitásánál egy sor jól detektálható jelenség lép fel:

repedések, hasadékok keletkezése; lemezfelválás;
az anyag olvadása, elpárolgása; anyag kicsapódás
a felületre, kráter keletkezése; a roncsolt tartomány elszíneződése.

Általában a roncsolódási vizsgálatokban a roncsolódást kiváltó energiasűrűséget, a roncsoló impulzus alakját és a roncsolt tartomány mikroszkópikus képét vizsgálják. Attól függően, hogy a roncsoló fényt a kristály felületére vagy térfogatába fókuszáljuk, megkülönböztetünk felületi és térfogati roncsolódást.

A roncsolódás vizsgálatára alkalmas kísérleti elrendezés sémáját a 9. ábra mutatja.



9. ábra

1. beállító gázlézer; 2. impulzuslézer; 3. kaloriméter;
4. fotoelektronsokszorozó; 5. szélessávu oszcilloszkóp;
6. szürke szűrők; 7. fókuszáló lencse; 8. minta; 9. mikroszkóp; 10-11. kicsatoló lemezek.

A lézersugárzás hatására létrejövő roncsolódási formák számos különböző, sokszor ellenőrizhetetlen feltételektől függenek. A roncsolódás szempontjából a különböző anyagok, struktúrájuknak megfelelően különbözőképpen viselkednek. Röviden áttekintjük az átlátszó dielektrikumok, félvezetők roncsolódására vonatkozó irodalmi eredményeket.



Átlátszó dielektrikumok roncsolódása

Volkova N. V. és munkatársai [29] a LIF - egykristály térfogati roncsolódását vizsgálva megfigyelték, hogy a roncsolt tartományok alakja kis energiáknál virágsziromra emlékeztet, s az energia növelésével a roncsolt rétegek száma nő, valamint bizonyos energiasűrűségnél bekövetkezik a roncsolt tartományok egybeolvadása. A roncsolódás kezdetben a fókuszpontban alakul ki, majd a roncsolt tartomány a fényforrás felé haladva fejlődik tovább. Ezt a jelenséget a kialakuló roncsolódás erős árnyékoló hatásával magyarázzák.

H. Blombergen nagyszámu kísérletei [30] arra utalnak, hogy a roncsolódás mechanizmusában a lavinaionizáció játszik nagy szerepet, mégpedig úgy, hogy a fényabszorpcióban résztvevő szabad töltéshordozók többsége többfotonos abszorpció útján jut a vezetési sávba /A jelenséget többször az alagut-effektus is kíséri/. E kölcsönhatások lévén létrejövő szabad elektronok felesleges energiáikat a rácsnak leadják, kiváltva ezzel a lavinaionizációt, amely plazmafelvillanáshoz vezet, s amelyet intenzív lökéshullám követ.

Askinadze B. M. és munkatársai [31] jól használható empirikus kapcsolatot találtak a roncsolt tartomány mérete h és a fénysugárzás energiája között.

$$h = A \cdot f \sqrt{E - E_k}$$

ahol f a lencse fókusztávolsága, A a vizsgált mintától és a sugárzás paramétereitől függő állandó, E_k a roncsolódás energiaküszöbe.

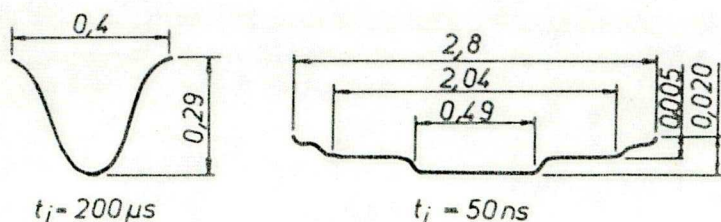
Volkova N. V. [32] az alkáli-halogenid kristályok roncsolódását vizsgálva megállapította, hogy a szennyezés mértékének növekedésével a kristály roncsolódási küszöbének értéke csökken. A vizsgálatok általában azt mutatták, hogy alkáli-halogenid egykristályok felületi roncsolódásának küszöbertéke kisebb, mint a térfogati roncsolódás küszöbertéke. Elméletileg kimutatták [30], hogy a két küszöberték megegyezik.

A felületi roncsolódás kísérletileg nyert küszöbertékének kisebb volta a felületeken levő törésekkel, repedésekkel, hibákkal kapcsolatos.

A polimerek és üvegek roncsolódási formái a fentiektől teljesen eltérő képet mutatnak. Szempontunkból itt csak annyit érdemes megjegyezni, hogy az üvegek roncsolódási küszöbertékét nagyon befolyásolja a felület minősége.

Félvezető anyagok roncsolódása

A félvezető anyagok roncsolódása nagymértékben függ a félvezető típusától, szennyezettségének mértékétől, vezetőképségének nagyságától és a kristálytani orientációtól. Vasziljevskaja B. I. és munkatársai [33] Ge, Si és GaAs egykristályok roncsolódását vizsgálták. Megállapították, hogy a keletkezett kráter méretét a roncsoló sugár keresztmetszete és energiája határozza meg. A 10. rajzon a Germánium egykristály felületén kialakult kráter profilja látható.



10. ábra

A félvezető anyagok roncsolódásánál a roncsolt tartomány kémiai összetételének megváltozásával is találkozhatunk.

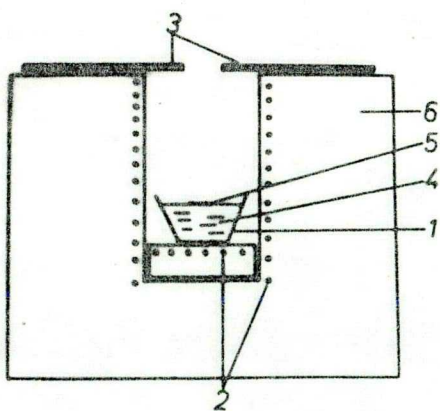
Birnbaum M.[34,35], aki Si és Ge egykristályok roncsolódását tanulmányozta, a szabad töltéshordozók okozta abszorpció jelentőségére utal. Kimutatta, hogy az alapabszorpció következtében keletkező szabad töltéshordozók további abszorpcióra képesek, így a félvezetőben nagyon sűrű, 10^8 - 10^9 cm^{-3} elektron-lyuk plazma keletkezhet, s az ezt követő hőrobbanás az, ami a minta mechanikai roncsolódását okozza.

A félvezető anyagok és a lézerfény kölcsönhatásának vizsgálata azért időszerű, mert az infravörösben sugárzó lézerfényforrások optikai elemeit félvezető anyagokból készítik.

III. Kísérleti eredmények és értékelésük

1. A V_2O_5 egykristályok előállítása

A tervezett kísérletek szükségessé tették több jó minőségű és viszonylag nagy méretű vanádiumpentoxid egykristályok előállítását. Ezen kívül szükségünk volt egy olyan eljárásra is, amelynek segítségével a kristályok minőségét meg lehet állapítani. Ezen problémák egy részét intézetünkben sikeresen megoldották: [9]. Az egykristálynövesztés egyik előfeltétele a kiindulási anyag megfelelő tisztasága. A 99,99 %-os tisztaságú poralaku vanádiumpentoxid, amely kereskedelmi uton beszerezhető, ennek a követelménynek nem tesz eleget. Ezért zónás tisztítással készítik elő a port kristálynövesztéshez. Az egykristályokat az így nyert alapanyag olvadékának lassu hűtésével növesztettük. A használt berendezés sematikus rajzát mutatja a 11. ábra.



11. ábra

A tiszta alapanyagot tartalmazó platinacsészét /1/ egy jól hőszigetelt függőleges helyzetű csőkályhába helyeztük. A fűtést két egymástól függetlenül szabályozható elektromos fűtőtest /2/ segítségével végeztük. A V_2O_5 olvadáspontjának elérése után a hőmérsékletet még tovább emeltük és kb. 800°C -on, egy-két óráig állandó értéken tartottuk azért, hogy még véletlenül se maradjon kristálycsira az olvadékban. Később az olvadékban a növesztéshez szükséges optimális hőmérsékleti gradienst a fűtőtestek fűtőáramának és a kályhablendének /3/ a megfelelő szabályozásával értük el. A lassan hűlő olvadék felszínére közvetlenül az olvadáspont elérése előtt egy kristálymagot helyeztünk, majd a blende szabályozásával annyira beolvasztottuk, hogy szabadszemmel még éppen látható legyen.

A blendenyílás újabb - tapasztalati úton szerzett - megfelelő beállításával megkezdődött a kristálynövekedés. A növekedő kristály az olvadék felszínén uszott, s kvarc-
rudak segítségével könnyen kiemelhető volt.

A kristály felső (010) felülete fényes és a c kristálytani tengely irányában megnyuló hatszög alakú. A kristály mélységében, azaz a b kristálytani tengely irányában rétegesen növekszik. Az ilyen kristálynövesztésnek nagy hátránya az, hogy gyakorlatilag lehetetlen ugyanolyan kristályt növesztetni. A tisztaságára pontos adatot nem tudunk mondani, csak becslésekre szorítkozhatunk.

A kristály szennyezettségi fokára csak kémiai analízis útján lehet megbízható értéket mondani, de ezután a kristály kísérletekhez már nem használható.

A kísérleteinkben felhasznált egykristály mintát az olvadékból növesztett kristályból úgy kaptuk, hogy a b tengely irányában azaz mélységében kuposan növekedett kristály alsó részét lehasítottuk. Így kaptunk egy viszonylag nagy területű "közbenső" felületet, amely a "felső" felülettel párhuzamos. A vanádiumpentoxid kristály jó hasíthatóságát szerkezetének köszönheti. Ugyanis a $[010]$ irányban csak a gyenge, Van der Waals- féle kötőerők kapcsolják össze a rétegeket. A kristályok hasíthatóságát nagy mértékben megkönnyíthetjük, ha hasítás előtt hőkezelésnek vetjük alá, ugyanis így a kristály hibaszerkezetének új elrendezése energetikailag kedvezőbb lesz.

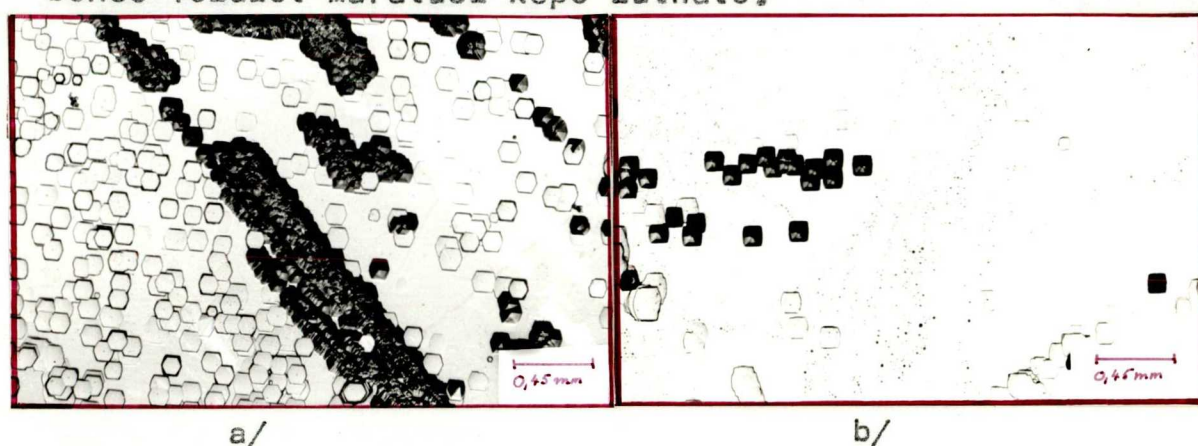
Kísérleteinkben használtunk olyan mintát is, amelyet még hasítás előtt intézetünkben 600°C -on, oxigén atmoszférában, 5 órán keresztül hőkezelték, majd $5^{\circ}\text{C}/\text{perc}$ sebességgel szobahőmérsékletűre hűtötték.

2. V_2O_5 egykristályok maratása és felületi vizsgálata

A félvezető anyagok fizikai tulajdonságait minőségük jelentősen befolyásolja. Szükségünk volt a kísérleteinkben felhasznált kristályok gyors minősítésére. Ehhez az intézetünkben kidolgozott, jól reprodukálható maratási eljárást választottuk [9]. Ennek eredményeként a diszlokáció sűrűség megadásával tudjuk jellemezni kristályainkat. A kristály minőségének ilyen jellemzését az indokolja, hogy a kristályok számos tulajdonsága és a diszlokációk száma között szoros kapcsolat van. A módszer előnye, hogy egyszerű, gyors és különösebb felszerelést nem igényel. A kristályt egészében nem roncsolja, így a diszlokációk mozgását is követni lehet egymás utáni maratásokkal. Hátránya, hogy csak felületi képet ad. Az eljárást 10^5 - 10^6 cm^{-2} diszlokáció sűrűségen túl nem ajánlatos alkalmazni, mert a diszlokációk gyakorlatilag már nem különíthetők el egymástól. A felület minőségének, elsősorban tisztaságának jelentős szerepe van a maratási kép alakításában. A V_2O_5 egykristályok diszlokációs sűrűségére a legpontosabban 5n H_2SO_4 reagenssel lehet következtetni. A maratást forrásponton 4 perces maratási idővel végeztük.

A felületek maratás hatására bekövetkező változását mikrofotografáló feltétellel ellátott Zeiss gyártmányú POLMI-A típusu polarizációs mikroszkóp segítségével végeztük fehér fényben.

A 12/a. ábrán a kísérleteinkben használt egykristály min-tának a levegővel közvetlenül érintkező, azaz felső (010) lapjának maratás utáni képe látható. A b./ ábrán egy köz-benső felület maratási képe látható.



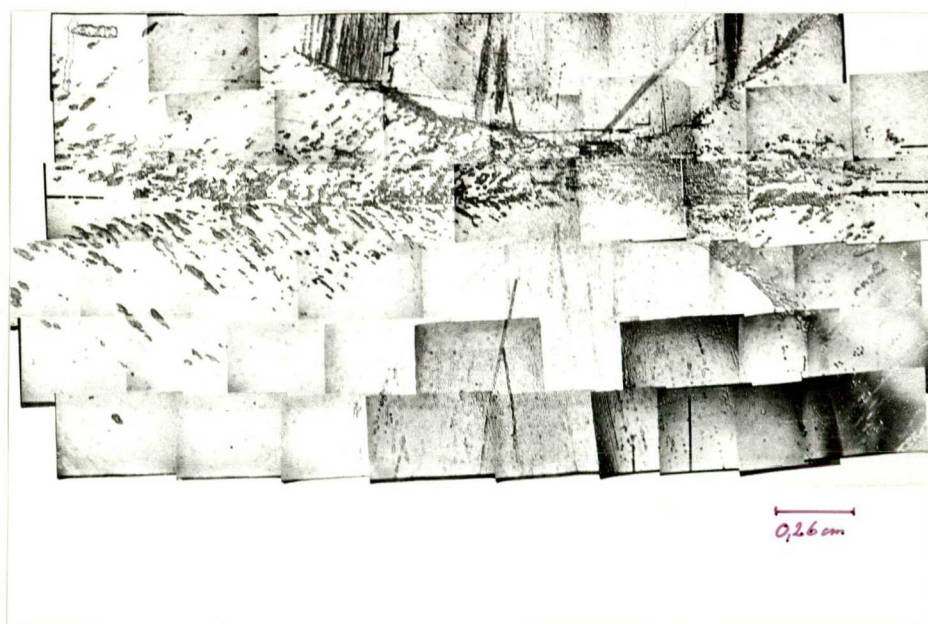
12. ábra

Mivel a közbenső felületet hasítás eredményeként kaptuk, így olyan felülettel állunk szemben, amely a kristálynö-vekedés közben a környező atmoszférával közvetlenül nem érintkezett. A 12/a. és b./ ábrán látható felvételeken megkülönböztethetünk sötét, mikroszkóppal megvizsgálva mély, és határvonalaival jelentkező világos, azaz sekély maratási gödröket. E gödrök, mint látható, alakjukban megegyeznek.

A sekély maratási gödrök kialakulása a réteg oxigén-hiányával hozható kapcsolatba, míg a mélységgel rendelke-zőkről egyértelműen bebizonyosodott, hogy diszlokációk jelenlétére utalnak. [9]

Roncsolás előtt a kristály felületét a következő módon térképeztük fel:

A felületen egy célszerűen választott helyen, tüvel, szabadszemmel is jól látható mértékben megkarcoltuk a kristályt. E sérülést kiindulási pontként választva a felületet 2 mm x 3 mm-es tartományonként mikroszkópon keresztül lefényképeztük. A kinagyított képeket egymás mellé illesztve megkaptuk a kristály felületének "térképét". E térkép kicsinyített mását mutatja a 13. ábra.



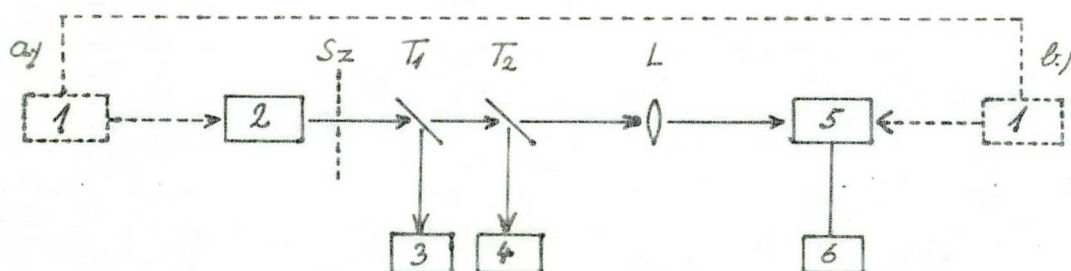
13. ábra

A képen jól látható a kristálynövesztés körülményeiből adódó jellegzetes felületi konfiguráció, melyet a felületre kibukkanó diszlokációk mély maratási gödrei, illetve a ferdén elhelyezkedő síkok törésvonalainál keletkezett mély maratási gödrök alkotnak. Az így feltérképezett kristályfelületen a későbbi lézerlövések találati helyei nagy pontossággal azonosíthatók.

3. Kísérleti elrendezés

Kísérleteinkkel a vanádiumpentoxid egykristályok felületi roncsolódását vizsgáltuk. Fényforrásként rubin-, nitrogén-, széndioxid- és folyadék lézert használtunk. Mind a négy esetben megvizsgáltuk a roncsolódás mechanizmusát. Megnéztük, hogy hogyan változik a roncsolt tartomány területe vagy a "kráter" más jellemző adata a beeső energia függvényében, valamint a roncsolódási energiaküszöbnek mennyire meghatározója a kristály minősége. Vizsgáltuk a fókuszolt geometriáját is és felvettük /ahol ez lehetséges volt/ a kráter mélységének energiafüggését mutató grafikont. A kristályok minőségét maratás útján megállapított diszlokációsűrűséggel jellemezzük.

Az alkalmazott kísérleti elrendezés vázlatos képe a 14. ábrán látható.



14. ábra

1. He-Ne gázlézer; 2. Roncsoló fénysugarat kibocsátó lézer; 3. Fotoelektronsokszorozó oszcilloszkóppal összekapcsolva; 4. Termoelem energiamérővel összekapcsolva; 5. Minta; 6. Mikroszkóp; T_1 és T_2 kicsatoló lemezek; Sz szürke szűrők; L fókuszáló lencse /természetesen egyidejűleg nincs minden elemre szükség/.

A folytonos üzemű 0,5 mW teljesítményű TEM_{00} mó-
dusban sugárzó He-Ne gázlézer / $\lambda=632,8$ nm/ a megfelelő
fényt beállítására szolgál. Ha a használt nagyobb tel-
jesítményű lézer /2/ nem átvilágítható, akkor a beállí-
tó gázlézert a b./ helyzetben használjuk. Ezen elrende-
zés hátránya, hogy előre nem lehet pontosan meghatároz-
ni a roncsolás helyét. Nagy számu, a felületen egymást
általában 2 mm-enként követő lövésekkel a hátrány azon-
ban kiküszöbölhető.

A roncsoló fénysugarat első esetben az intézetünk-
ben készült rubin lézerrel /továbbiakban Rubin I./ [36]
és egy OGM-20 típusu a Szovjetunióban gyártott rubin lé-
zerrel /továbbiakban Rubin II./ állítottuk elő.

A lézerek jellemző adatai:

	<u>Rubin I.</u>	<u>Rubin II.</u>
Hullámhossza:	694,3 nm	694,3 nm
energiája:	20 mJ	0,4 J
Impulzus időtartama:	120 μ s-140 μ s	40 ns
csúcsteljesítménye:	$\approx 0,15$ KW	10 MW
A nyaláb mérete /átmérő/:	3 mm	6 mm

<u>Nitrogénlézer:</u>	Hullámhossza:	337,1 nm
	energiája:	0,3 mJ
	Impulzus időtartama:	1,25 ns
	csúcsteljesítménye:	300 KW
	Nyaláb mérete:	2,5x0,3 mm
<u>CO₂-lézer:</u>	Hullámhossza:	10,6 μ m
	energiája	2 J
	Impulzus időtartama:	2 μ s
	csúcsteljesítménye:	1 MW
	Nyaláb mérete:	3 mm
<u>Festéklézer:</u>	Hullámhossza:	597 nm
	energiája:	1 mJ
	Impulzus időtartama:	450 ns
	csúcsteljesítménye:	2,2 KW
	Nyaláb mérete:	3 mm

Az energia méréséhez, az impulzus alak felvételéhez szükségünk volt a fény-nyaláb egy részének kicsatolására. A problémát a T_1 és T_2 plánparalell üveglemezek segítségével oldottuk meg. A kicsatoló üveglemezeket a fénysugárhoz képest 45° -os szög alatt állítottuk be. Az üveglemez megfelelően kicsiny vastagsága miatt az abszorpciótól eltekinthettünk. Minden lézernél külön-külön a reflexiót a kicsatolt és az eredeti irányban haladó fénysugár energiájának egyidejű mérésével állapítottuk meg. /A reflexió mért értéke Rubin II. esetében

2,4 %/ A kicsatolt fénysugárzás a Th 0714NO jelű kompenzált vákum termoelem érzékelő felületére jutott. A termoelem termofeszültségét a KIPP end ZONEN gyártmányu BD-5 típusu nagy érzékenységű kompenzográfal regisztráltuk vagy a termoelemhez kifejlesztett Laser Instrumentation energiamérővel mértük. A lézernyaláb fókuszálására az $L/f=5$ cm/ üveglencsét használtuk. A fókuszfolt átmérőjét az első diffrakciós minimumra vonatkozó

$$d_{\min} = 2,44 \lambda \frac{f}{D}$$

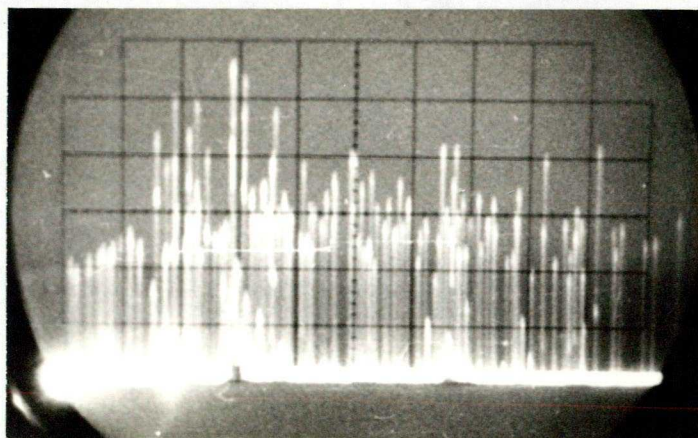
formula alapján számítottuk ki [25] ; illetve fotografi-
kus uton rögzítettük, majd mikroszkóppal mértük. A ron-
csolt tartomány vizsgálatakor egyértelműen bebizonyoso-
dott, hogy az első diffrakciós minimum figyelembevétele
nem elegendő. A fókuszfolt keresztmetszetét mindig foto-
grafikus uton kell megállapítanunk.

A fókuszfolt keresztmetszetére a képlet alapján

Rubin I. esetén	$6,26 \cdot 10^{-6}$ cm ²	kísérle-
ti uton Rubin II. esetén	$1,59 \cdot 10^{-2}$ cm ²	
Nitrogénlézer esetén	$1,4 \cdot 10^{-3}$ cm ²	
CO ₂ -lézer esetén	$4 \cdot 10^{-4}$ cm ²	
Festéklézer esetén	$1,25 \cdot 10^{-3}$ cm ²	adódott.

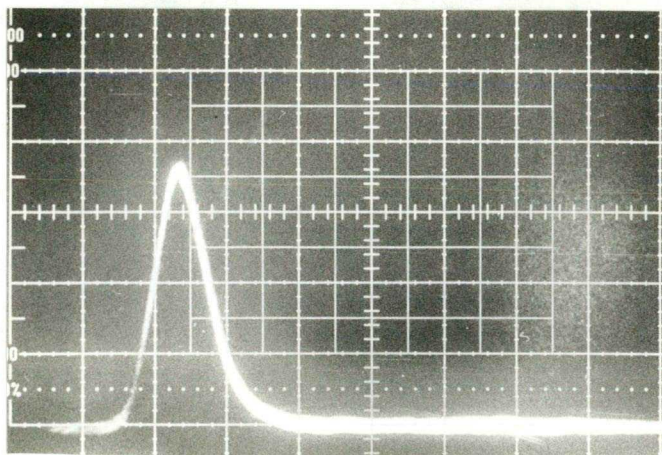
A lézerimpulzus átlagos időtartamát HSD 1850 típusu ITL gyártmányu gyors fotodióda és TEKTRONIX 466 oszcilloszkóp segítségével határoztuk meg. A mérési eredmények alapján az impulzus időtartamára Rubin I. esetén

szabadgenerálású üzemmódban átlag $130\ \mu\text{s}$ -ot kaptunk. Az impulzus alakja a 15. ábrán látható.



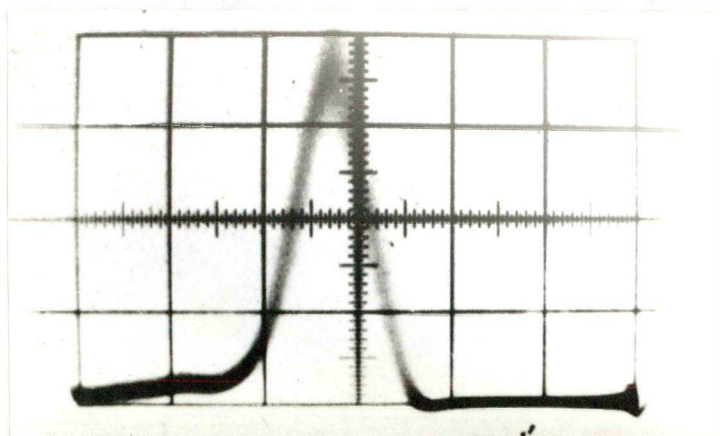
15. ábra

A Rubin II. impulzus időtartamára $40\ \text{ns}$ -ot kaptunk. Az impulzus alakja a 16. ábrán látható



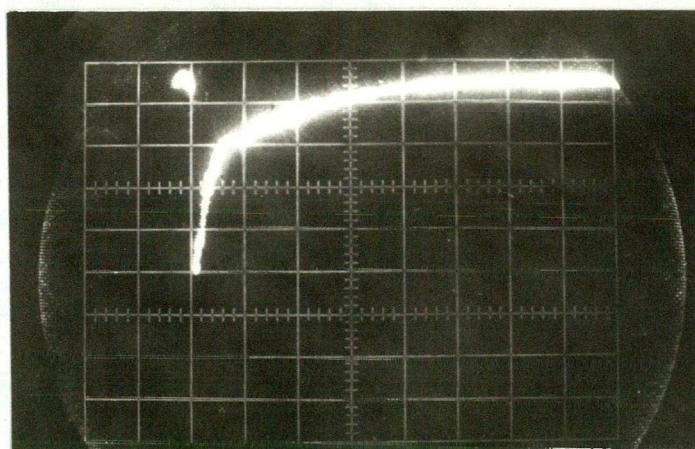
16. ábra

A nitrogénlézer impulzusidőtartamára 1 ns-ot kaptunk. Az impulzus alakja 17. ábrán látható.



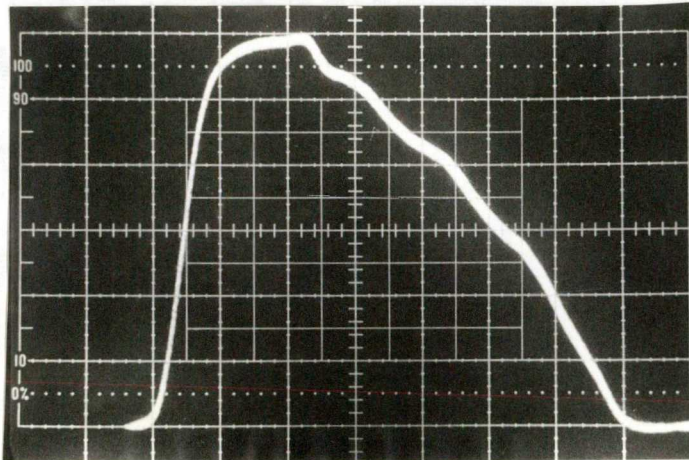
17. ábra

A CO_2 -lézer impulzus időtartamára 2 μs -ot kaptunk. Az impulzus alakja a 18. ábrán látható.



18. ábra

Festéklézer impulzusidőtartamára 450 ns-ot kaptunk. Az impulzus alakja a 19. ábrán látható.



19. ábra

4. A minta előkészítése

A V_2O_5 egykristályok a b tengely irányában lemezes szerkezetűek, s a lemezekkel práhuzamosan főleg a hőkezelt kristályok jól hasithatók. Ez a tulajdonság az optikai mérések szempontjából nagyon kedvező.

Hőkezelt V_2O_5 egykristályokból sikerült néhány mikron vastagságu mintákat is előállítani. [37] Az ilyen minták roncsolási célokra nem alkalmasak mert már viszonylag kis energiájú lézerimpulzus hatására is törnek, átllyukadnak. A néhány tized milliméter vastagságu hasított minták már roncsolási célokra is alkalmasak. Ezeket a mintákat fényes [010] orientációju plánparalell lapok határolják. A vékonyabb lapok áttetszőek, vörösesbarna színűek, s rajtuk szabadszemmel is láthatók a növesztés közben keletkezett inhomogenitások.

Kísérleteinkhez azonban ilyen minták előállítása nem lett volna célszerű. A növesztett egykristályt egészben használtuk fel. Így a viszonylag nagy felületű homogén tartományokkal rendelkező elülső lapot nem sértettük meg. Hasításra csak annyiban volt szükségünk, hogy a felső felülettel práhuzamosan egy közbenső felületet is kialakítottunk. A minta kihasználhatósága így fokozódott. Egy közepes méretű kristályon /3 cm x 5 cm/ így kb. 200 jól értékelhető lövés osztható el.

A kész mintát egy olyan mintatartóra helyeztük el, amely az optikai tengely irányában és arra merőlegesen is

mozgatható, valamint a tengelye körül 360° -kal elforgatható. A minta helyzete a tárgyasztal mikrométercsavarának állításával változtatható. Így vízszintesen a minta helyzetének tizedmilliméter pontosságú reprodukálhatósága vált lehetővé. A mintát dönthető tárgyasztal segítségével az optikai fényutra merőlegesen helyeztük el. Ezt úgy tudtuk megvalósítani, hogy a beállító lézerfényt a mintáról önmagába verettük vissza.

A minta átlátszatlansága miatt a mikroszkópikus vizsgálatokat csak visszavert fényben végezhattük. Ekkor azonban nagyon kellett ügyelnünk arra, hogy a minta felülete pontosan merőleges legyen a beeső fénysugárra. Ezt akkor értük el, ha a mikroszkóp látómezejében közel egyenletes fényeloszlást észleltünk. Így megfelelően kontrasztos, azaz jól értékelhető mikrofotókat tudtunk készíteni.

5. Mérési eredmények

Kísérletünk fő célja a vanádiumpentoxid egykristályok optikai tartósságának vizsgálata volt. Az optikai tartósságra a lézersugárzás hatására létrejött felületi roncsolódásból lehet következtetni.

Roncsolás alatt, mint már említettük is, tágabb értelemben az anyag strukturájának irreverzibilis megváltozását értjük. Ez a meghatározás szempontunkból csak akkor használható, ha az irreverzibilis megváltozásnak bekövetkezését detektálni tudjuk, illetve ha a roncsolt tartomány méretéből, a roncsolást létrehozó energiasűrűség ismerete mellett következtetni tudunk a roncsolást okozó energia küszöbre. Az irodalomban a roncsolódás kritériumára még nincs egységes értelmezés. Roncsoltnak tekintenek egy mintát akkor, ha az említett irreverzibilis elváltozás

a/ szabad szemmel

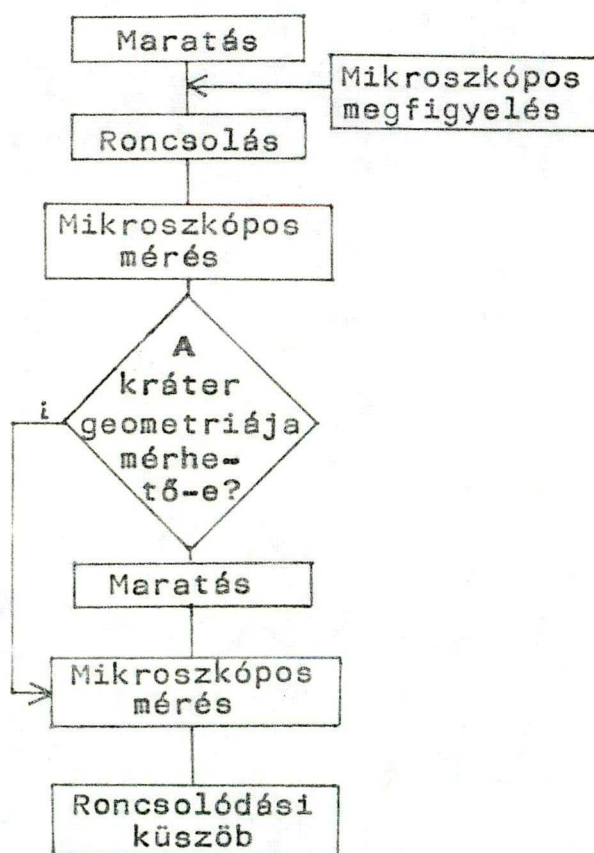
b/ adott nagyításu mikroszkóppal vagy

c/ elektronmikroszkóppal észlelhető, illetve

d/ ha a fénynyaláb becsapódásának pillanatában fénykísülés /szikra/ keletkezik.

A roncsolás ilyen módszerekkel való észlelése nehéz, és sok szubjektív elemet tartalmazó folyamat. Szükséges a roncsolódási küszöb meghatározásának a finomítása.

Ezt elsősorban a kémiai és az optikai vizsgálati módszerek együttes alkalmazásával sikerült elérni. E módszer folyamatábráját láthatjuk a 20. ábrán.



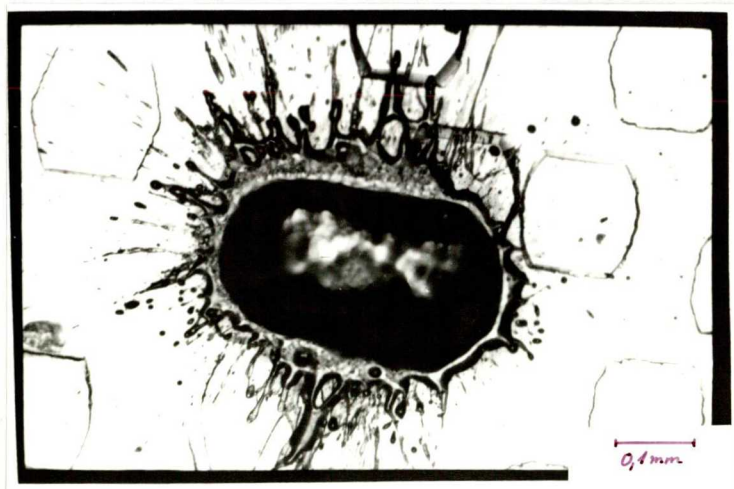
20. ábra

A roncsolás utáni maratásra leginkább akkor van szükség, ha a roncsolt tartomány méretének meghatározása a minimális elváltozás miatt bizonytalanná válik. Maratással a roncsolt vagy átstrukturálódott anyag gyorsan eltávolítható, s így egy olyan "kráter" marad vissza, amelynek már határozott alakja, jól mérhető mély-

sége van. A kristály roncsolt tartományainak vizsgálatát 4-szeres, 10-szeres, 25-szörös és 65-szörös nagyítású objektívvel ellátott Zeiss gyártmányú POLMI-A típusú, fotografáló feltétellel ellátott polarizációs mikroszkóppal végeztük.

a/ A roncsolt tartományok morfológiája

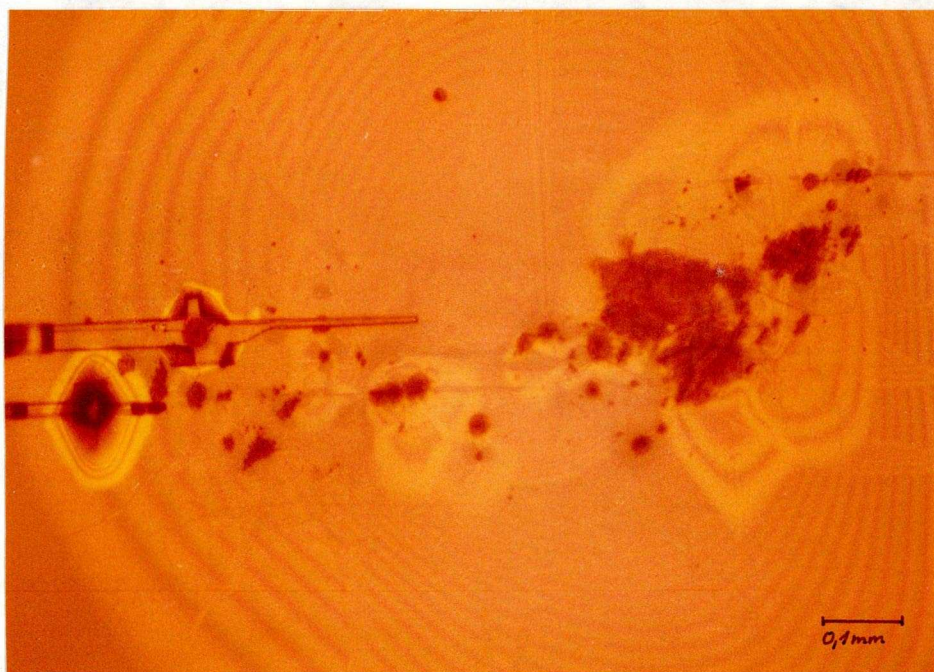
A besugárzott mintákat reflektált fényben vizsgáltuk. Megfelelően nagy energiasűrűségek esetén jól megfigyelhető volt a felület jellegzetes elváltozása. A 21. ábrán a Rubin I. lézer $1,67 \text{ MWcm}^{-2}$ beeső intenzitása hatására keletkezett kráter mikroszkópikus képe látható.



21. ábra

Jól megfigyelhető a kráter peremére kidobódott és ott megdermedt anyag nyoma. A kráter ellipszis alakja a sugárnyaláb térfogatba való fókuszálásának és inhomogén intenzitás eloszlásának a következménye. Erről úgy győződünk meg, hogy egy-egy lövés után a mintát az optikai tengely körül adott szöggel elforgattuk, s újabb lövést adtunk le rá. Megfigyeltük, hogy a kráterek legnagyobb átmérőjének a kristálytani c iránnyal bezárt szöge az elforgatás mértékének megfelelően rendre változott.

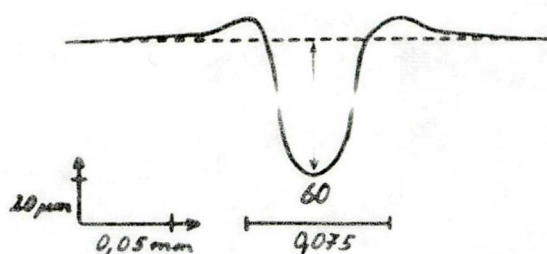
Kialakuló kráterek geometriáját nagymértékben meghatározza az abszorbeáló zárványok jelenléte. A 22. ábrán jól látható a besugárzott területen belüli szétszórt lemezfelhasadás.



22. ábra

A közbenső lapon a roncsolt tartományok alakja lényegesen eltér az elülső lapon látottaktól. A lézerfényt ebben az esetben pontosan a felületre fókuszáltuk, és így a sugárnyaláb inhomogen intenzitás eloszlása nem annyira zavaró, mivel az a fókuszfoltban a leghomogénebb. Megközelítően követi a Gauss eloszlást, amelyet a roncsolt tartományok energiával egyenes arányban való növekedése a kráter geometriája is bizonyít. Mikroszkópunk lehetővé tette a kráter mélységének mérését is. Így a kristály b irányu metszetéről hű képet tudtunk adni.

23. ábra

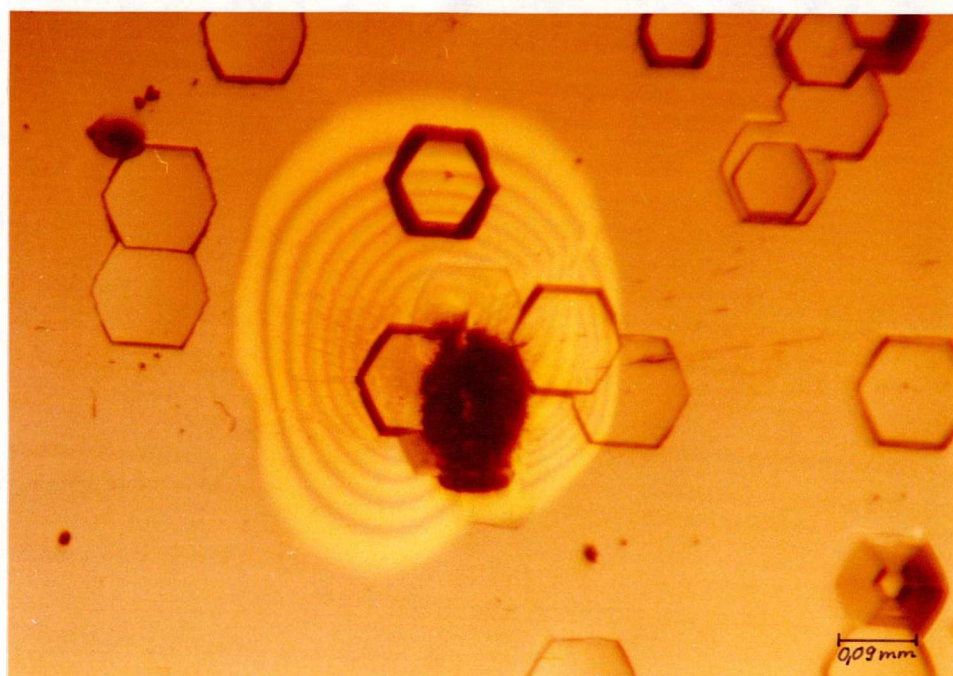


23. ábra

Az itt keletkező kráterek, ha megfelelően kis diszlokációs-sűrűségű felületet roncsoltunk, enyhén ellipszis alakúak. Szabad szemmel szinte alig észrevehető a irányu megnyulást mutatnak. A szabadgenerálású üzemmód viszonylag nagy impulzusideje $/130 \mu s/$ és a kráteralaknak a minta elforgatásától való függetlensége a roncsolódás hővezetés miatt létrejövő irányfüggőségének kézenfekvő lehetőségét kínálja.

A minta roncsolódás szempontjából anizotrop viselkedését mind az elülső, mind a közbenső felületen egyértelműen a következő jelenség támasztja alá. A reflektált fényben készült mikrofotóknál jól láthatók a krátert övező interferenciagyűrűk, amelyek a lemezfelválás miatt jönnek létre. Így az egyenlő vastagság görbéinek tekinthetők.

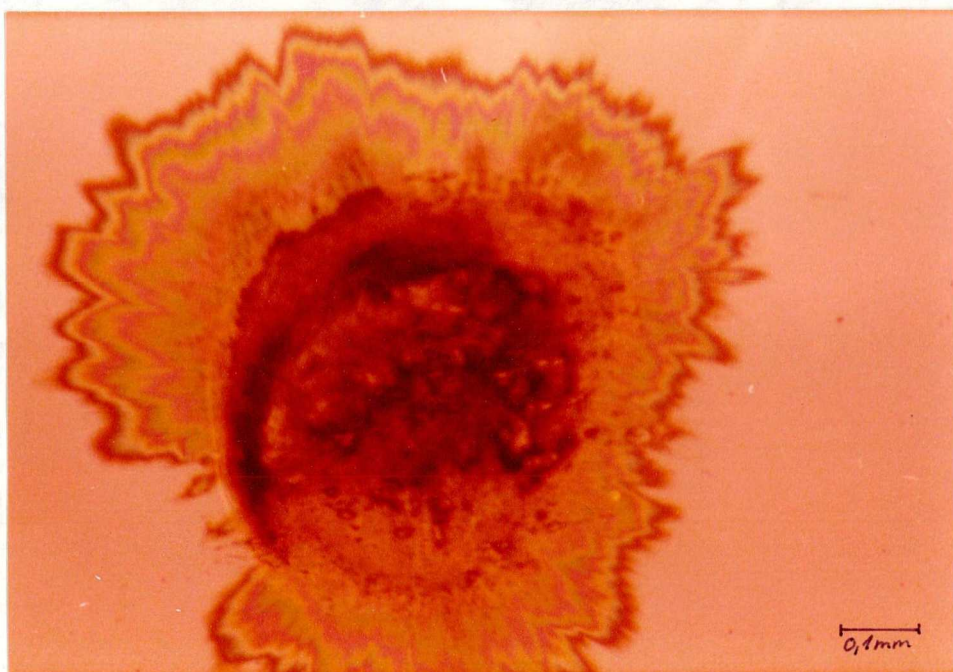
24. ábra.



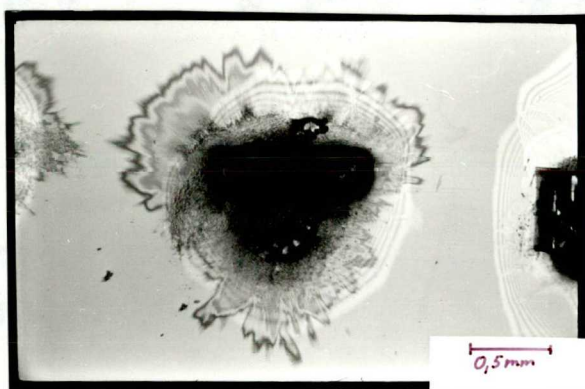
24. ábra

A lemezemelkedés körülbelül $2-4\ \mu\text{m}$ -nek adódott. Az interferenciagyűrűk az a kristálytani tengely irányában elnyúlt ellipszis alakúak. Az intenzív fényabszorpció miatt az adott tartományban megnő a nyomás és ez lemezfelváláshoz vezet. A jellegzetes interferenciagyűrűk a nyomáshullám terjedésének irányfüggését bizonyítják.

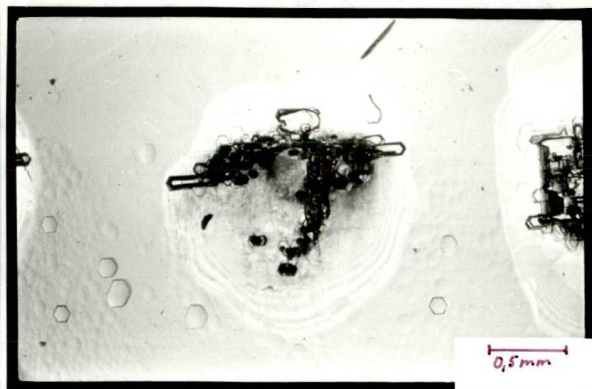
A nagy teljesítményű Rubin II. lézer használatakor azt tapasztaltuk, hogy a kidobódott anyag egy része vékony réteg /valószínűleg fémréteg/ formátumban dermedt meg. Erre utalnak az interferenciagörbék, /25. a/ b/ ábra/ és a maratás utáni felületek, /25. c/ ábra/ amelyekről már eltűntek e vékony rétegek.



a/



b/



c/

25. ábra

b/ Az optikai roncsolódási küszöbérték különböző hullámhosszakon és különböző diszlokációsűrű helyeken való meghatározása

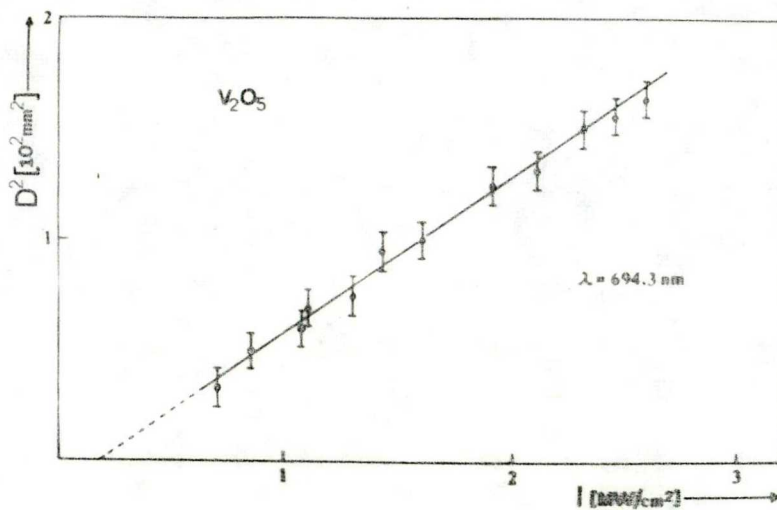
Az optikai tartósságról információt nyújtó értéket, a roncsolódási küszöböt, a mérési eredményektől alapján a legkisebb négyzetek módszerének felhasználásával határoztuk meg. A módszer azon a kísérleti tényen alapul, hogy a beeső energia és a roncsolt tartomány keresztmetszete, adott esetben térfogata, között nem túl nagy energiájú beeső fény esetében, lineáris kapcsolat van. A kritikus energiaérték ilyen meghatározása kiküszöböli a roncsolódás szubjektív megfigyelési elemeinek nagy részét, s lehetővé teszi az energiaküszöb viszonylag pontos meghatározását.

A mérési eredmények alapján a módszer felhasználásával felrajzoljuk a $d^2 = mE + b$ egyenlettel leírható egyenest, s az egyenesnek az E tengellyel való metszése $/d^2 = 0/$ szolgáltatja az egyes anyagokra vonatkozó roncsolódási energiaküszöb értékét. /a d kráterátmérő helyett használhatjuk a kráter felületének illetve térfogatának a mérőszámát is./

Az energiaküszöb hullámhosszonként és a különböző diszlokációsűrűségű tartományonként változik.

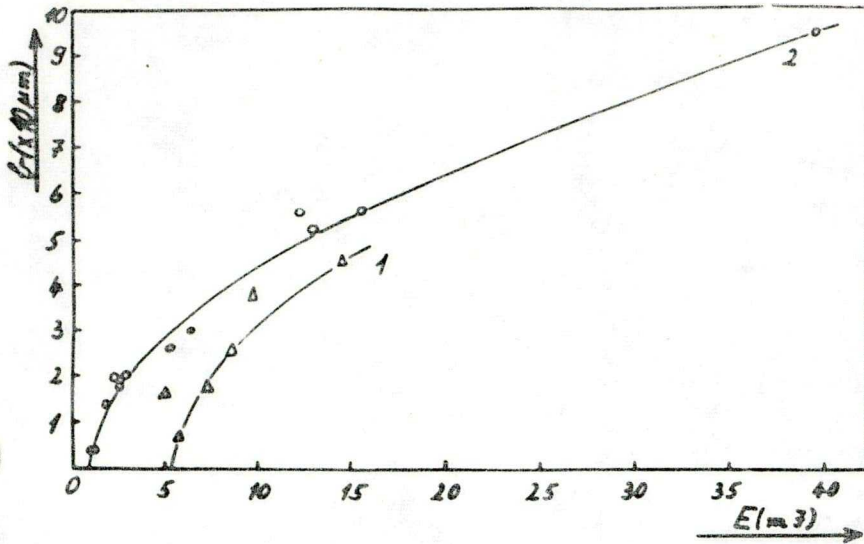
Bevezetésül tekintsük a Rubin I. lézerrel végzett vizsgálatainkat. Energiaküszöbre a kristály viszonylag diszlokációmentes tartományában $0,12 \text{ MWcm}^{-2}$ adódott.

/26. ábra/



26. ábra

A besugárzott tartományok morfológiájának vizsgálatakor arra a következtetésre jutottunk, hogy μs -os üzemmód mellett és erős lemezfelhasadás esetén a kráterek átmérője nem jelzi egyértelműen azt, hogy milyen diszlokációsűrűségű helyen történt a roncsolás. Ilyen szempontból pontosabb képet kapunk, ha a kráterek mélységét vizsgáljuk. A 27. ábrán a krátermélység energiafüggését jelző grafikont mutatjuk be.



27. ábra

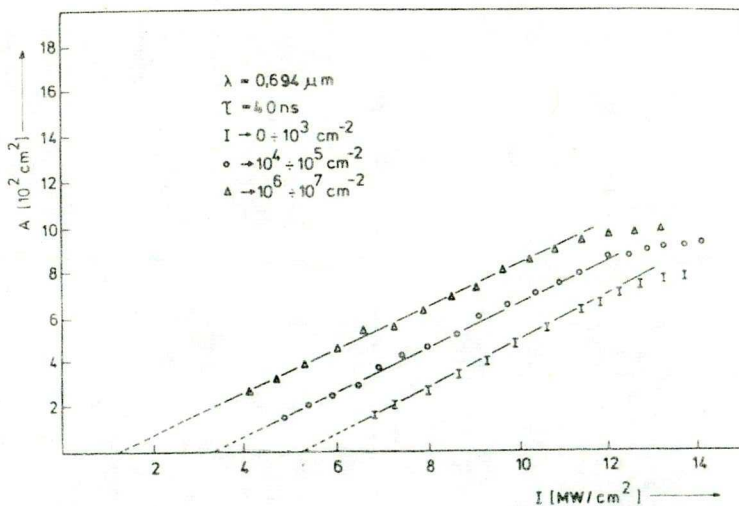
Az első görbe az elülső felületen keletkezett kráterek mélységéről ad hű képet, míg a második a közbenső felületen kialakult kráterekről ad információt. Látható, hogy a kristály elülső felülete optikailag gyengébb, mint a közbenső felület. Nagyobb energiák felé haladva azonban a nagymértékű térfogati roncsolódás miatt a két görbe közelít egymáshoz. Ha a lézerlövés a kristályt a felületre kibukkanó diszlokációban /mély maratási gödörben/ találja el, észrevehetően mélyebb kráter keletkezik. A grafikonon az ilyen krátereket a görbe fölé eső pontok jelzik. A függelék 1.2-es ábráin egy olyan krátert mutatunk be, amely egy felületre kibukkanó diszlokációt érintve keletkezett. Jól látható a kráter diszlokációt érintő szélének kiszélesedése, még mélységében is.

A Rubin II. lézer kilépő energiáját, és szürke szűrőkkel a mintára beeső fény energiáját is széles tartományban változtathattuk. Általában két percenként adtunk le egy

lövést a mintára. E viszonylag nagy időtartam lehetővé tette a lézer és a detektáló elemek beállítását a kezdeti értékre. Így elértük, hogy az egymás utáni lövések kibocsátott energiája közel állandó volt, s lehetővé vált a kristály különböző tartományainak statisztikusan értékelhető módon való roncsolódási vizsgálata.

A maratott kristály felületén megjelenő konfiguráció segítségével három tartományt különböztettünk meg. A gyakorlatilag zérus diszlokációsűrűségű 1-gyel jelölt, a $10^4 - 10^5 \text{ cm}^{-2}$ diszlokációsűrűségű 2-vel jelölt, és a $10^6 - 10^7 \text{ cm}^{-2}$ diszlokációsűrűségű 3-mal jelölt tartományt.

A három tartomány roncsolódási küszöbét meghatározó grafikonokat látjuk a 28. ábrán.



28. ábra

P_{ki} : az i. tartományhoz tartozó roncsolódási küszöb/

$$P_{k1}: 3,9 \text{ MW cm}^{-2} - 5,3 \text{ MWcm}^{-2}$$

$$P_{k2}: 2,55 \text{ MWcm}^{-2} - 3,4 \text{ MWcm}^{-2}$$

$$P_{k3}: 0,9 \text{ MWcm}^{-2} - 1,2 \text{ MWcm}^{-2}$$

A roncsolódási küszöbökre a mérési hibák és a különböző kristályokon végzett kísérletek eredményének figyelembe vételével egy intervallumot adtunk meg.

A roncsolódási küszöbök összehasonlításakor egyértelműen megállapíthatjuk azt, hogy a diszlokációsűrű tartomány optikai szempontból kevésbé ellenálló.

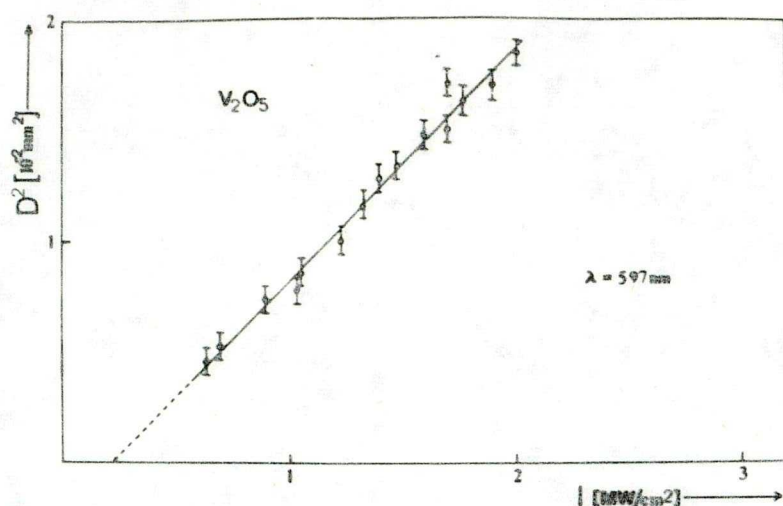
Egy adott kristályon belül általában a következő arányt lehet megállapítani

$$P_{k2} = 2,8 P_{k3}$$

$$P_{k1} = 4,4 P_{k3}$$

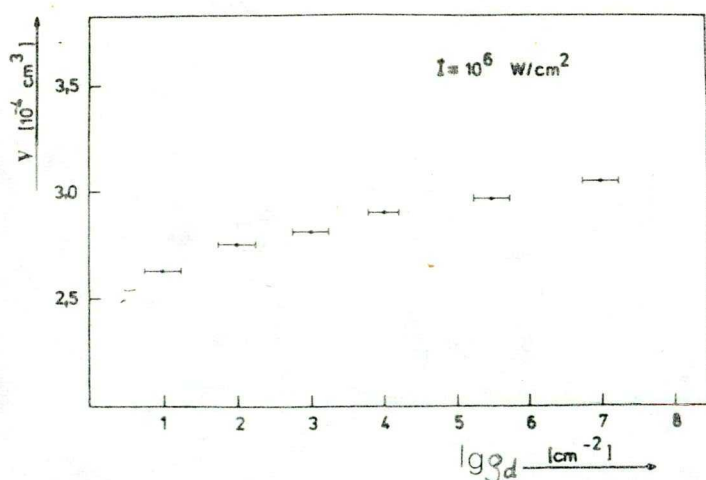
A görbéknek csak a kezdeti szakasza egyenes, amely azt jelenti, hogy a felületre fókuszált lézerfény nagy energiákon már nem képes lineárisan nagyobb térfogati roncsolódást létrehozni. Energiájának ekkor nagy részét a plazma "melegen" tartása illetve elpárologtatása, valamint az erőteljes lemezfelhasadás emészti fel. Körülbelül ekkor jelenik meg a felületre kidobódott feltehetően fém vékonyréteg is. /25. ábra/

Kísérleteinket festéklézer impulzusokkal is elvégeztük. A roncsolódási küszöböt meghatározó grafikont a viszonylag diszlokáció mentes tartományban a 29. ábra mutatja.



29. ábra

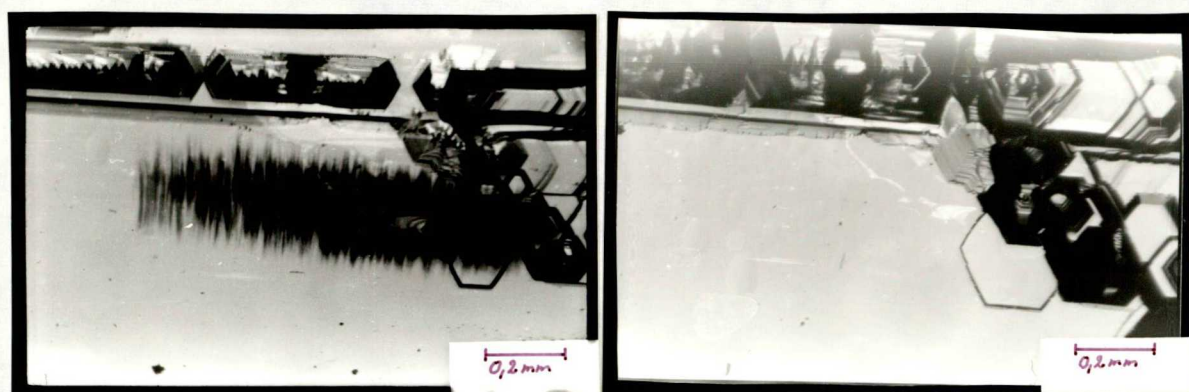
A roncsolódási küszöb értéke ekkor átlag $0,24 \text{ MWcm}^{-2}$. A kidobódott anyag térfogata és a diszlokációsűrűség közötti kapcsolatról tájékoztat a 30. ábra.



30. ábra

Tendenciáját tekintve a $V = f(I_d)$ függvény menete a gyökfüggvény menetére emlékeztet.

Nitrogénlézer esetében a felület csak egynehány rétegének átkristályosodását tapasztaltuk /31. ábra/.



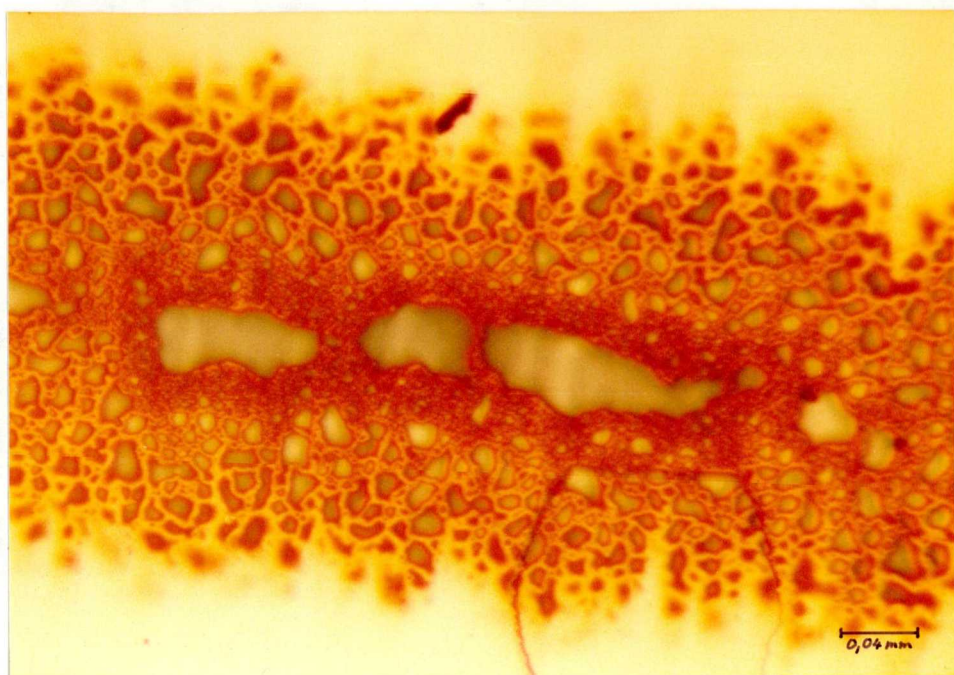
a/

b/

31. ábra

Erre utalnak maratási kísérleteink is. A 31.a/ ábrán 57 MW cm^{-2} intenzitással létrehozott lézernyom, míg a 31.b/ ábrán ennek a roncsolt területnek maratás utáni képe látható.

A lézer ekkor "szupersugárzás" üzemmódban működött, s a sugárnyaláb elektródokon történő interferenciája miatt /specple jelenség/ a felületen egy inhomogén intenzitáselosztású folt jelenik meg, amely az ábrákon is jól látható rászteres, vonalas szerkezetet hoz létre /32. ábra/.



32. ábra

A V_2O_5 ismert kémiai átalakulásai és az átkristályosodott rész égszínkék színe arra enged következtetni, hogy a jelen esetben VO_2 keletkezett. [41]

A feltételezett reakcióegyenlet a következő:



Mindenképpen az alacsonyabb oxid létrejöttét támasztja alá az a tény, hogy a hőkezelt kristályok felületén oxigénhiány lép fel. [9]

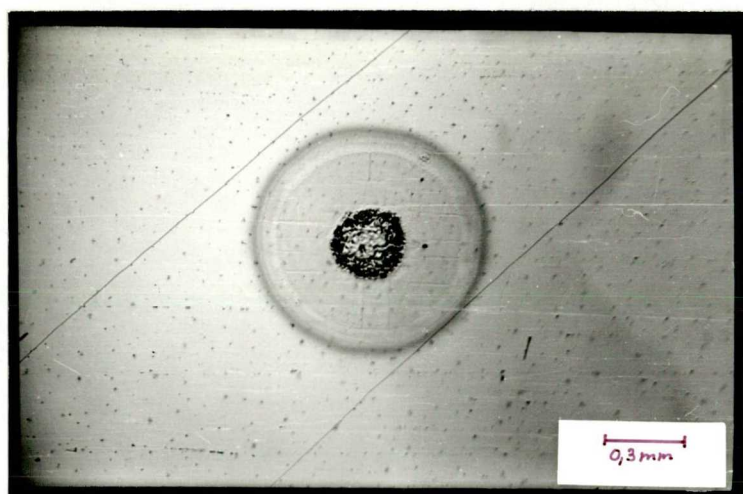
A VO_2 -on kívül más oxid nem is jöhet számításba, mert azoknak nagyon nagy az olvadáspontjuk, a képződéshőjük, s a párolgási küszöbük is.

Tehát a felületen létrejött intenzív, de igen rövid ideig tartó felmelegedés az amugy is oxigénhiányos felületet VO_2 -á kristályosította át. /E jelenség további kutatásokra érdemes. Lézersugaras kristályosodási folyamatok modelljeiről az irodalomban olvashatunk [42-44]./

Az így roncsolt rész területét pontosan mérni nem lehetett, ezért itt a roncsolódási küszöbre csak közelítő értéket tudunk adni. A roncsolódási küszöb 10^5 - 10^6 Wcm^{-2} tartományban található.

A TEA CO_2 lézer alkalmazásakor a roncsolódási küszöböt a kráterátmérő négyzetének intenzitásfüggése alapján határoztuk meg. Az átmérő pontos mérését a besugárzott tartományok szabályos kör alakja tette lehetővé. A tapasztalatunk szerint a $D^2 = f(\lg I)$ függvény ad egyenest, amely az intenzitás tengelyén meghatározza a roncsolódási küszöböt.

A roncsolt tartományok mikrofotóiról megállapítható, hogy két jellegzetes kráterméret, egy belső átmérő $/D_B/$ és egy külső átmérő $/D_K/$ határozható meg. /33. ábra/



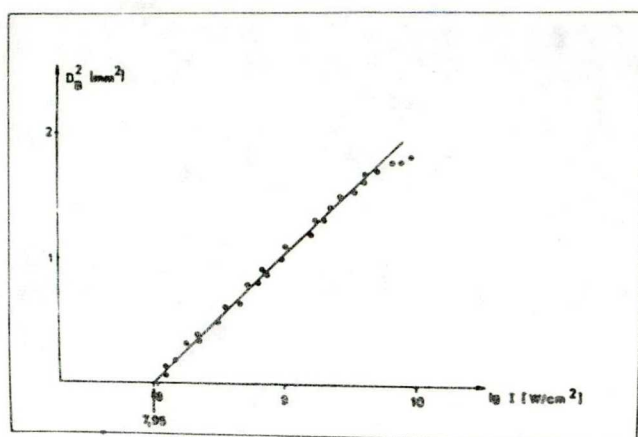
33. ábra

A lézerfény intenzitásának csökkenésével mindkét átmérő csökken, s egy bizonyos intenzitásnál a belső átmérő - amely a megolvadt és visszakristályosodott polikristályos tartományt jellemzi - nullává válik. Az így meghatározható intenzitásküszöb un. olvadási küszöbnek is nevezhető. Az intenzitás további csökkenésével olvadáskor nélküli roncsolódási kép figyelhető meg /34. ábra/, s az ehhez tartozó küszöbértéket nevezhetjük a V_2O_5 valódi roncsolódási küszöbértékének.

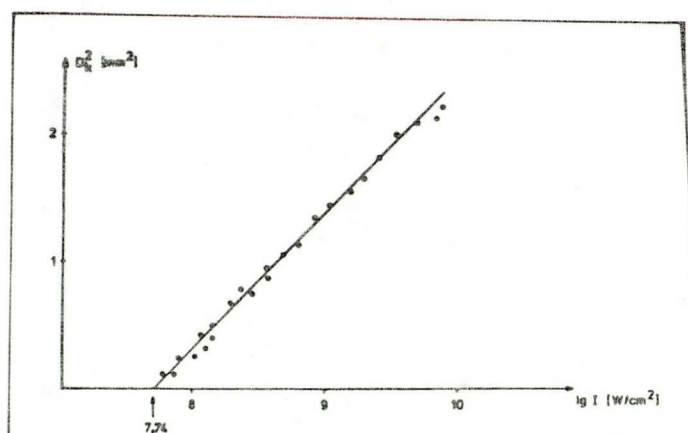


34. ábra

A mérési eredmények statisztikai analizise mindkét küszöbértékre a 35. a/ és b/ ábráról leolvasható értéket adja, azaz TEA CO_2 lézer alkalmazásakor a V_2O_5 olvadási küszöbértékére $I_B = 87 \text{ MWcm}^{-2}$, roncsolódási küszöbértékére $I_K = 58 \text{ MWcm}^{-2}$ -t kaptunk.



a/



b/

35. ábra

Maratás útján megállapítottuk, hogy a roncsolt tartományok mélysége csak néhány mikron /36. ábra/. Ez arra utal, hogy a lézerfény abszorpciója közvetlenül a felületmenti rétegekben történik.



36. ábra

Mint már említettük, a többfotonos abszorpciónak jelentős szerepe lehet a roncsolódási mechanizmusok alakulásában. Így arra gondolhatunk, hogy a roncsolódási küszöb hullámhosszfüggő. Mivel kísérleteinket különböző hullámhosszokon végeztük, így módunkban állt az alábbi táblázattal egy kvalitatív összefüggést megadni.

λ (μm)	10,6	1,06	0,694	0,597	0,337
P_{kl} (MWcm^{-2})	58	1,6	5,3	0,24	0,1

c/ A roncsolódás mechanizmusa

Az optikai roncsolódás értelmezése az irodalomban ma még nem egységes. A kísérleti eredményeket magyarázó roncsolódási modellek gyakran egymásnak ellentmondóak.

Egyes roncsolódási modellek alapján végzett számítások legtöbbször nem, vagy csak részleteiben egyeznek meg a kísérleti eredményekkel. Ez utóbbi szerint fel kell tételeznünk, hogy a roncsolódás kialakulásának különböző szakaszaiban más és más roncsolódási mechanizmus játszik szerepet. A kísérleti eredmények kiértékelését megnehezíti az a tény, hogy a különböző roncsolódási formák sohasem tisztán jelentkeznek, hanem több roncsoló-mechanizmus együttes hatása hozza létre az adott roncsolódási képet.

A modellek kvantitativ két csoportba sorolhatók: mechanikai és termikus roncsolódási modellek.

Kísérleti eredményeink alapján megállapíthatjuk, hogy a vanádiumpentoxid egykristályoknál levegőben végzett kísérleteknél a termikus roncsolódási formáknak van döntő szerepük.

A termikus roncsolódási mechanizmusok közül legfontosabbak /ahol $h\nu < E$ / a sokfotonos abszorpció jelenségén alapulnak. A sokfotonos abszorpció következtében megnő a vezetési sávban a szabad elektronok száma. Ezek az elektronok a lézerfény elektromos terében felgyorsulva ioni-

zálhatják a rács atomjait /lökésionizáció vagy lavina-ionizáció/, ezáltal megnövelik az abszorpcióban résztvevő töltéshordozók számát. Az így megnövekedett intenzív abszorpció következtében robbanásszerűen mikroplazma keletkezik, melynek hatására létrejön az anyag roncsolódása.

Egyes esetekben sávon belüli egyfotonos abszorpció útján is elérhető a lavinaionizációhoz szükséges szabad töltéshordozó koncentráció. [30]

Az intézetünkben növesztett V_2O_5 egykristályok különböző mértékben tartalmazznak vasat, platínát és egyéb fém nyomelemeket. A kristályok diszlokációsűrűségére $/3-8/ \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$ érték adódott. Így arra gondolhatunk, hogy az inhomogenitásokon és a szabad töltéshordozókon való fényabszorpció legalábbis a roncsolódás kezdeti szakaszában elsődleges lehet. Ez az elgondolás a roncsolt tartományok morfológiájának vizsgálatánál igazolódni látszott. A függelék 3. ábráin a 65-szörös objektívű mikroszkóppal még megfigyelhető, egészen kis energiával létrehozott roncsolt tartományokat láthatjuk. A felületen csak anyag megolvadás jelentkezik. A rekristallizálódott anyag deformált alakja, felületi egyenetlensége a roncsoló sugárnyaláb nem homogén intenzitás-eloszlásával hozható kapcsolatba.

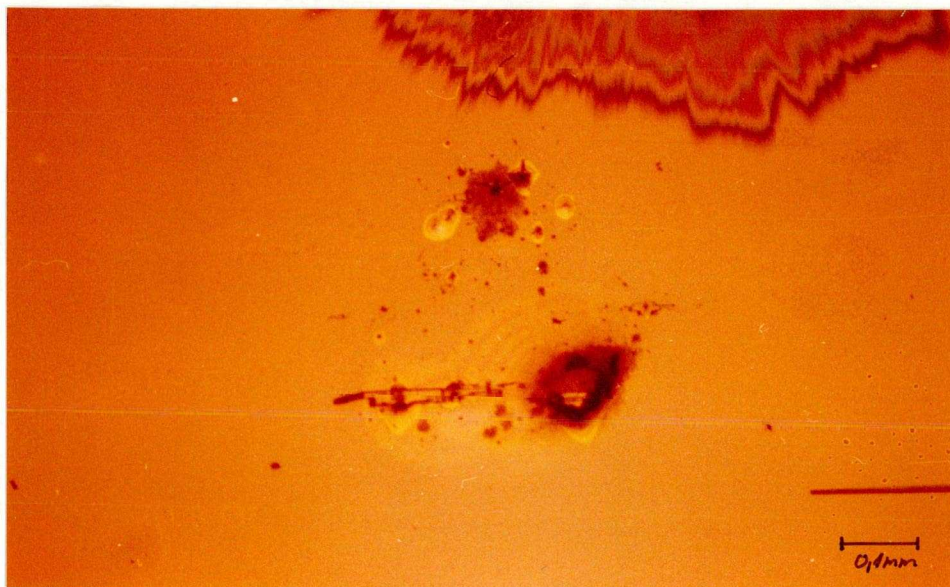
Nagyobb energiasűrűségeknél megjelenik a plazmakisülés, amelyet mint kék fényt szabad szemmel vagy megfelelő nagyítású lencsével észlelni lehet.

A plazmakisülés robbanásszerűen megy végbe, s erőteljes lökéshullámot indít. A megdermedt anyag viszonylag szabályosan "hullámos" felületének kialakulása feltehetően a lökéshullám jelenlétével magyarázható. A "befagyott" lökéshullám a függelék 3. ábráján tanulmányozható.

A hőrobbanásra a kráter szélére, valamint a kráter köré sugárszerűen kidobódott és ott megdermedt anyag jelenlétéből következtethetünk.

Általában a mély kráterek, a több réteg felhasadására utaló interferenciagyűrűk arra utalnak, hogy a defektusokon, zárványokon, fémszennyezőkön létrejött fényabszorpció viszonylag nagy mélységben valósulhat meg. A kristály "mélyében" /6-12 μm mélységben/ a lokális felmelegedés olyan nagy termikus feszültséget okoz, amely a lökéshullám segítségével létrehozza a mechanikai roncslódást. A legfelső kristálylemezek összetörését is e lökéshullám okozza.

A defektusok, zárványok szerepére utal a 37. ábra.



37. ábra



Az ábra felső részén egy másik lézernyom peremére kibódott vékony fémrétegen létrejött interferencia görbék láthatók.

Az eddig leírt roncsolódási mechanizmust elsősorban a Rubin I. Rubin II. és festéklézernél tapasztaltuk.

Az N_2 lézer fényével létrehozott roncsolódást a következőképpen értelmezhetjük.

Az N_2 lézerfény kvantumenergiája nagyobb a tiltott sáv szélességénél [38], így direkt sáv-sáv átmenet miatt szinte tiszta optikai folyamat jöhet létre, amit később "termikus" roncsolódásként észlelhetünk. Ugyanis az abszorbeált kvantum és a tiltott sáv szélesség energiakülönbségét a gerjesztett részecske feltehetően termikus relaxáció útján adja le, majd sugárzásos átmenettel alapállapotba kerül. Ekkor viszont a tiltott sáv szélességének megfelelő hullámhosszu lumineszcenciasugárzást kellene észlelnünk /2,3 eV, $\lambda = 537$ nm/.

E mechanizmusra utalnak a roncsolt területek sekély "kráterei" is. Maratás útján ezek mélysége 1-2 μm -nek adódott.

A fázisátmenet létrejöttét a nagyon rövid impulzus okozhatja, amelynek felfutása kisebb, mint 0,4 ns és a lefutása is igen gyors. Az elpárolgott és a megolvadt disszociált anyag így nem képes telített oxiddá / V_2O_5 -á/ válni. VO_2 is csak a folt középső részén a viszonylag homogénebb intenzitáseloszlású helyeken keletkezik /32. ábra/.

A CO_2 lézerrel végzett kísérleteink a következő roncsolódási mechanizmushoz vezettek.

A V_2O_5 roncsolódása tisztán termikus jellegű. A V_2O_5 a CO_2 lézerfény hullámhossza közelében $\lambda = 10,2 \mu\text{m}$ -nél széles abszorpciós sávval rendelkezik. [39-40] A lézerfény abszorpciója következtében a V_2O_5 felületmenti rétegében lokális hőmérsékletnövekedés jön létre. A fénysugár keresztmetszetének közepén, ahol az intenzitás a legnagyobb az anyag megolvad és párolog. E tartomány környezete a nagy termikus gradiens miatt fellépő termikus feszültségek következtében csekély mértékben létrejövő lemezemelkedést is mutat.

Összefoglalás

- 1./ Különböző lézerfényhullámhosszokon, különböző impulzusidőtartamok mellett meghatároztuk a V_2O_5 egykristály roncsolódási küszöbértékét a kristály felületének különböző diszlokációsűrűségű helyein.
- 2./ Gyors és effektív maratásos módszert alkalmaztunk a kristályfelület különböző tartományainak minősítésére. /Maratás 5n H_2SO_4 -gyel forrásponton 4 percig/
- 3./ Egyértelműen kimutatható kvalitatív összefüggést találtunk a diszlokációsűrűség és a roncsolódási küszöb között. Megállapítottuk, hogy a diszlokációsűrű tartományok optikai roncsolódási küszöbe a tiszta tartományok roncsolódási küszöbénél kisebb.
- 4./ Nagyon rövid impulzusok és a tiltott sáv szélességénél nagyobb kvantumenergiájú lézerfény alkalmazásakor a V_2O_5 -nél eddig még nem tapasztalt, feltehetően tisztán optikai jellegű roncsolódási formát észleltünk, amely lehetővé teszi mikron vastagságú rétegek átkristályosítását VO_2 -vé. E jelenség további kutatását javasoljuk.
- 5./ A különböző hullámhosszúságú fényt kibocsátó lézerek alkalmazásával olyan eredményekhez jutottunk, amelyek alapján az irodalmi adatok ismeretében a V_2O_5 -re egy roncsolódási mechanizmust javasolunk.

Köszönetnyilvánítás

Ez az értekezés a JATE Kisérleti Fizikai Tanszékén készült, s kapcsolódik az MTA Lumineszcencia és Félvezető Tanszéki Kutató Csoport tudományos témájához.

Ezúton mondok köszönetet:

Dr. Ketskeméty István egyetemi tanárnak, a tanszék igazgatójának, a kutató csoport vezetőjének, amiért lehetővé tette, hogy ezen a témán és ebben a csoportban dolgozzak.

Dr. Hevesi Imre egyetemi docensnek, nélkülözhetetlen szakmai tanácsaiért, munkám iránt tanusított érdeklődéséért.

Dr. Michailovits Lehel és Dr. Nánai László adjunktusoknak munkám közvetlen irányítóinak a kísérleti és elméleti téren nyújtott sokoldalú segítségükért, a dolgozat átnézéséért.

Köszönet illeti még Borné Dr. Bali Katalin tudományos munkatársat, Dr. Szil Elemér adjunktust, Dr. Kovács József tanársegédet a kísérleti munka során nyújtott hasznos gyakorlati tanácsaikért, segítségükért.

Külön köszönöm a Szegedi Akadémiai Bizottság Matematikai és Fizikai Szakbizottságának erkölcsi és anyagi támogatását.

- [1] Koren G.; Y. Yacoby; H. Lotem; M. Kosower; G Greenwald;
Appl. Phys. Lett. 23 /2/, 73 /1974/
- [2] Hevesi I.: Anyagszerkezet I. Szeged 1979. Kézirat
- [3] Náray Szabó: Kristálykémia Bp. 1965. Akadémia Kiadó
- [4] Kittel C.: Bevezetés a szilárdtest-fizikába
Budapest 1981. Műszaki Kiadó
- [5] P. Sz. Kirijev: Fizika poluprovodnyikov,
Izdat. "Vűszsaja Skola", 1975.
- [6] Kovács I.; Zsoldos L.: Diszlokációk és a képlékeny
alakváltozás, Bp. 1973. Akadémia Kiadó
- [7] Kormány T.; Pungor E.: A szilárdtest kutatás újabb
eredményei 9, 162 Akadémia Kiadó Bp. 1980.
- [8] Vogel F.L.; W. G. Pfann, H. E. Corey; E. E. Thomas:
Phys. Rev. 90, 489 /1953/
- [9] Bali K.: Doktori Értekezés, Szeged /1977/
- [10] Bachmann H. G.; F. R. Achmed; W. H. Barness:
Zeitschr. für kristall, 115, 110 /1961/
- [11] Byström A.; K. A. Wilhelmi; O. Brotzen: Acta Chem.
Scand. 4, 119 /1950/
- [12] Fotiev A. A.; B. V. Sulgin; A. C. Moszkvin; F. F.
Gavrilov: Vanadijevije krisztalofoszfori
Nauka, M. 1976.
- [13] Curelaru I. M.: Sol. State Comm. 34, 729 /1980/
- [14] Kera Y.; K. Hizota: I. at Phys. Chem. 73, 3973 /1969/
- [15] Abdullaev A. A.; L. M. Beljajev; G. F. Dobrzsanszkij:
Krisztallográfia 14, 473 /1969/

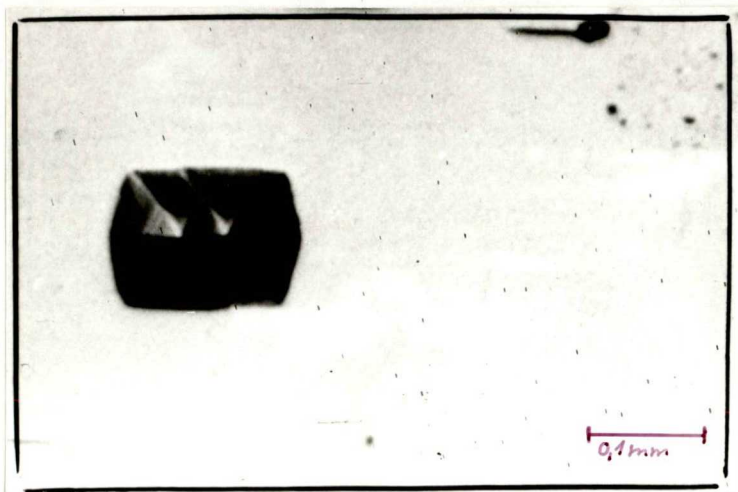
- [16] Abdullaev A. A.; L. M. Beljajev; G. F. Dobrzsanszkij:
Krisztallográfia 14, 1095 /1969/
- [17] Joffe V. A.; I. B. Patrina: FTT 6, 3045 /1964/
- [18] Gillis E.; E. Boesman: Phys Stat. Sol. 14, 337 /1966/
- [19] Iariv A.: Kvant. elektr. i nelinejnaja optika
Szov. rad. Moszkva 1973.
- [20] D. O'sia; P. Kollen; U. Rodsz: Lazernaja technika
Moszkva Atomizdat 1980.
- [21] Sánta I.: Doktori értekezés, Szeged 1979.
- [22] Kozma L.: Festéklézerek, Szeged 1978. Kézirat
- [23] Farkas Gy.: Fizika 1976. 31.o. Gondolat Bp. 1976.
- [24] Csillag L.: Fizika 79/80. 11.o. Gondolat Bp. 1980.
- [25] Budó Á.; Mátrai T.: Kisérleti fizika III. Tk.Bp.1977.
- [26] N. M. Godzsarev: Optika, Moszkva "Vűszsaja Skola" 1977.
- [27] Nánai L.: Doktori értekezés, Szeged 1975
- [28] Redi D.: Dejsztviye mocsnovo lazernovo izlucsenija
izd. Nauka 1975.
- [29] Volkova N. V.; V. A. Lihacsov; Sz. M. Rűvkin; V. M.
Szalmanov; I.R. Jaroseckij: FTT 8, 2668 /1966/
- [30] Blombergen N.: Kvant. elektr. 1, 786 /1974/
- [31] Askinadze B. M.; V. I. Vlagyimirov; V. A. Lihacsov;
Sz. M. Rűvkin; V. M. Szalmanov; I. D.
Jarosevszkij: DAN SzSzsZR 169, 1041/1966/
- [32] Volkova N. V.: FTT 12, 616 /1970/
- [33] Vasziljevszkaja V. I.; K.D. Glunsik; I. F. Minik;
N. M. Litavcsenko; O. I. Ljadszkaja: Poluprov.
tech. i mikroelektr. 8, 44 /1972/

- [34] Mirkin L. I.: Neorganicseszkije mat. 9, 125 /1973/
- [35] Birnbaum M.; C. L. Fincher; T. L. Stocker: Appl. Phys. Lett. 10, 227 /1967/
- [36] Pap K.: Doktori Értekezés, Szeged 1978.
- [37] Hevesi I.: Kandidátusi értekezés, Szeged 1967.
- [38] Tubak I.: Szakdolgozat, Szeged 1978.
- [39] Abdullaev A. A.: Kandidátusi értekezés, Moszkva 1971.
- [40] Hevesi I.; Abdullaev A. A.; Lebegyev P. Sz.:
Krisztallográfia 16, 334 /1971/
- [41] J. Bénéard: Oxydation des métaux red. Ganthier Villars
Párizs 1964.
- [42] Tsu R.; Baglin J.E.: Appl. Phys Lett. 34, 2 /1979/
- [43] Lücsev A. P.; Cseremiszin A.I.: Izv. Vuz. Fiz.
2 /1979/
- [44] Lovato M.; Wautelet M.; Lavde L. D.: Appl.Phys. Lett.
34, 2 /1979/

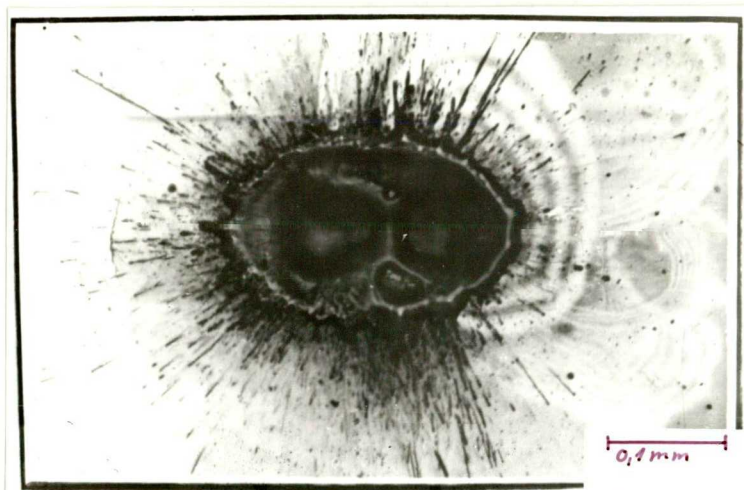
F ü g g e l é k

/Az ábrák leírása a 61. és a 73. oldalon található/

F 1. ábra



A maratott V_2O_5 kristályfelület
besugárzás előtt



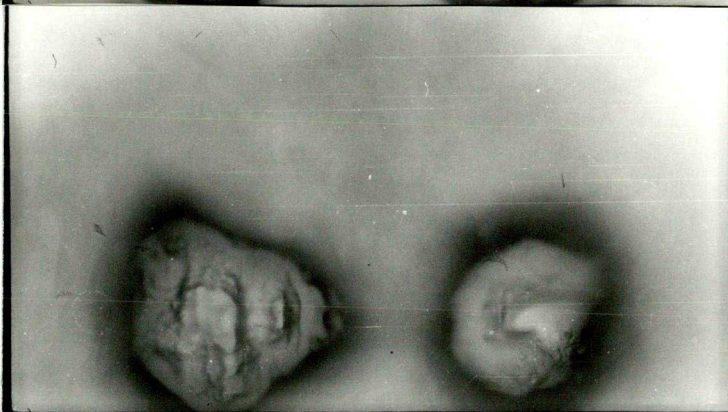
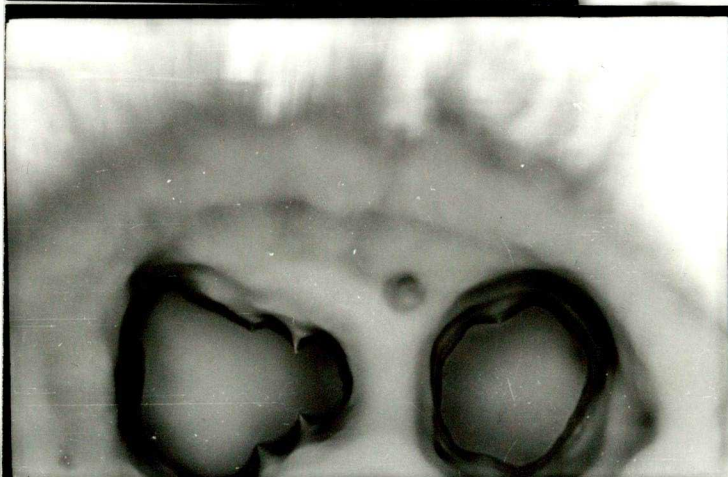
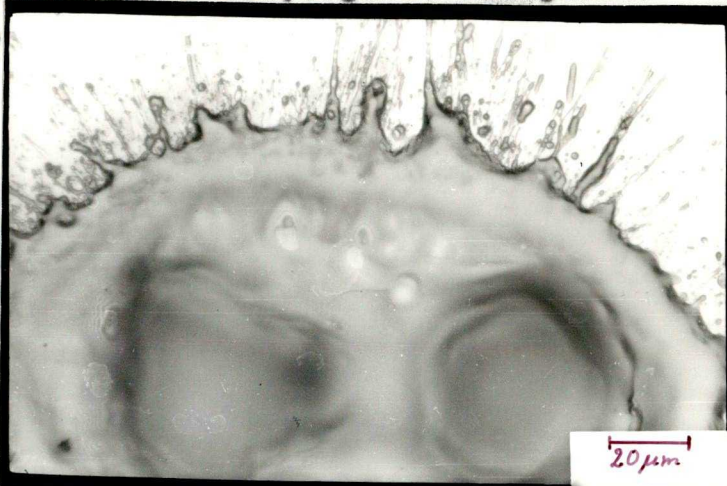
és besugárzás után [38]

$$I = 1,3 \text{ MWcm}^{-2}$$

F 2. ábra

Az F 1. ábrán látható kráter mélységének vizsgálata

/b irányban 20 m/



F 3. ábra



A "befagyott" lökeshullám képe közbenső felületen

/Rubin I./

$$I = 0,71 \text{ MWcm}^{-2}$$