

## ОБРАЗОВАНИЕ АМОРФНОГО УГЛЕРОДА ПРИ ПЛАВЛЕНИИ МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГРАФИТА ПОД ДЕЙСТВИЕМ ПИКОСЕКУНДНЫХ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ

*М.Б.Агранат<sup>1)</sup>, С.И.Анисимов\*, С.И.Ашитков, А.В.Кириллин,  
П.С.Кондратенко<sup>□</sup>, А.В.Костановский, В.Е.Фортвов*

*Научно-исследовательский центр теплофизики импульсных воздействий объединенного  
института высоких температур РАН  
127412 Москва, Россия*

*\* Институт теоретической физики им.Л.Д.Ландау РАН  
142432 Черногловка, Московская обл., Россия*

*□ Институт проблем безопасного развития атомной энергетики РАН  
113191 Москва, Россия*

Поступила в редакцию 23 октября 1997 г.

При воздействии на микрокристаллический графит пикосекундных лазерных импульсов обнаружено образование жидкой фазы с переходом при затвердевании поверхностного слоя в однородное аморфное состояние. Данное явление наблюдалось на определенном типе графита при падении излучения на плоскость, параллельную оси симметрии 6-го порядка, и только при определенных параметрах лазерного импульса. Структурный анализ аморфной фазы производился с помощью электронной микроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния. В области нагрева образуется периодическая поверхностная структура с периодом порядка длины волны нагревающего импульса, направление штрихов которой следит за направлением поляризации этого импульса. Изучение кинетики отражения зондирующего лазерного импульса показало, что характерное время существования жидкой фазы и затвердевания составляет  $\sim 10^{-10}$  с.

PACS: 78.90.+t, 63.90.+t

В настоящее время имеется значительное количество не во всем согласующихся друг с другом работ (например, [1–3]), посвященных образованию жидкой фазы углерода при воздействии фемто- и пикосекундных лазерных импульсов на графит. Разногласия в подходах к решению этой проблемы обусловлены трудностью однозначной интерпретации результатов и несовершенством методов обнаружения жидкого углерода, а также тем, что при остывании происходит кристаллизация поверхностного слоя – наблюдаются лишь следы аморфного графита, которые, однако, могут присутствовать и в исходном образце. В обзорной работе [2] утверждается, например, что наблюдение жидкого углерода при внешнем атмосферном давлении возможно лишь в субпикосекундном диапазоне времен, когда отсутствуют гидродинамическое возбуждение нагретого слоя и разлет испаренного вещества.

В настоящей работе сообщается о наблюдении жидкой фазы углерода, возникающей при воздействии пикосекундных лазерных импульсов на определенный тип графита в определенных условиях эксперимента, и об образовании полностью аморфного поверхностного слоя углерода при затвердевании расплава.

<sup>1)</sup> e-mail: agranat@tiv.phys.msu.su

Экспериментальные исследования проводились с помощью лазерного комплекса, основанного на многокаскадной ВРМБ и ВКР компрессии исходного наносекундного импульса Nd : YAG-лазера, генерировавшего одновременно несколько импульсов различной длительности в фемто- и пикосекундном временном диапазоне с частотой повторения до 10 Гц. Контроль параметров осуществлялся с помощью измерительной системы комплекса, включающей фотодатчики энергии импульсов, ЭОК с временным разрешением  $\sim 3$  пс, автокоррелятора с разрешением  $\sim 50$  фс, системы измерений спектра импульса. Все измерения, в том числе и диагностические, поступали на многоканальный цифровой блок считывания и обработки информации, состоящий из нескольких высокочувствительных цифровых CCD – видеокамер и входов аналоговых сигналов, блока синхронизации считывания информации, блока управления лазерной установкой и компьютера, позволяющего управлять установкой по заданной программе, снимать и обрабатывать одновременно информацию с выхода ЭОК, осциллографа, автокоррелятора, датчиков энергии, фотодатчиков, спектральных приборов.

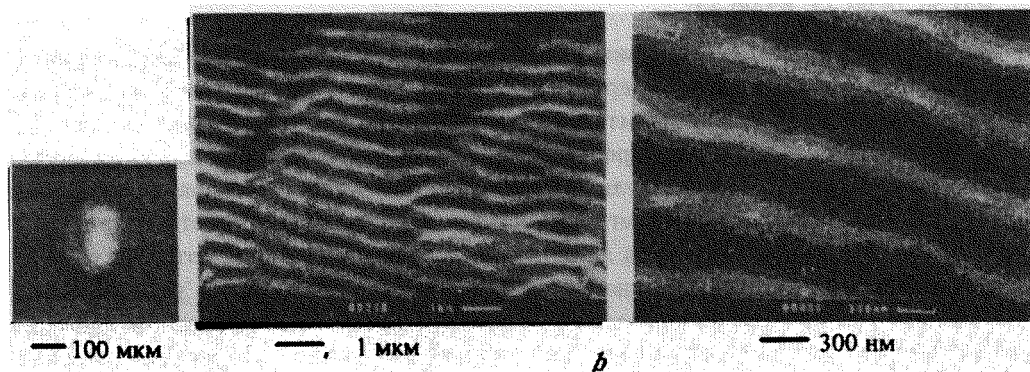
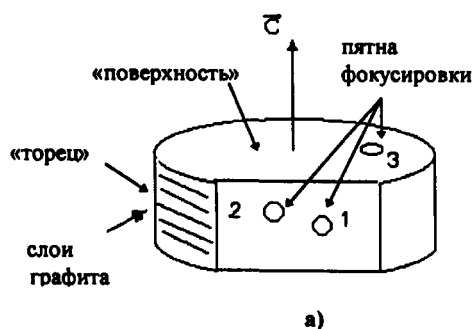


Рис.1. Образование периодической структуры: а) расположение пятен фокусировки нагревающего импульса на образце графита; б) вид периодической структуры при различном увеличении

Исследование исходного образца методами просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и спектроскопии КР показало, что исходный материал представляет собой микрокристаллический графит с размерами зерен 10

– 30 нм. Образец графита был изготовлен в форме таблетки (рис.1а), плоская поверхность которой (именуемая в дальнейшем "поверхность") перпендикулярна оси симметрии *C*. Соответственно торец таблетки (в дальнейшем – "торец") параллелен оси симметрии. Дифракционная картина для "поверхности" образца напоминает картину дифракции в случае, когда кристаллиты имеют выделенную преимущественную ориентацию. Слои графита расположены параллельно друг другу, но расстояние между ними не фиксировано. Наблюдается явно выраженная текстура, то есть микрокристаллы слегка разориентированы по отношению друг к другу. По результатам этих исследований можно сделать вывод о сильной анизотропии свойств данного образца (в частности, теплопроводности).

Нагревающий лазерный импульс фокусировался в пятно диаметром ~ 200 мкм в "торец" и "поверхность" графита (рис.1а). Причем на "торце" в пятне 1 плоскость поляризации нагревающего импульса была направлена под углом 45° относительно направления поляризации в пятне 2. При многократном воздействии лазерными импульсами с частотой повторения 10 Гц в центре пятна фокусировки на "торце" возникает сильноотражающая (отражение в 3 ÷ 4 раза выше начального) микрообласть, увеличивающаяся до размера пятна фокусировки. В плоскости "поверхности" отражение увеличивается слабо. На рис.1б приведено изображение области нагрева на "торце" при воздействии ~ 150 лазерных импульсов, полученное с помощью ССД-камеры. Электронная микроскопия показала, что во всех пятнах имеет место периодический поверхностный рельеф с периодом ~ 0,6 мкм на торцевых пятнах и с периодом ~ 1 мкм в пятне на поверхности образца. В пятне 2 штрихи расположены параллельно графитовым слоям, а в пятне 1 под углом 45°. На "поверхности" образца структура менее четкая, чем на торце.

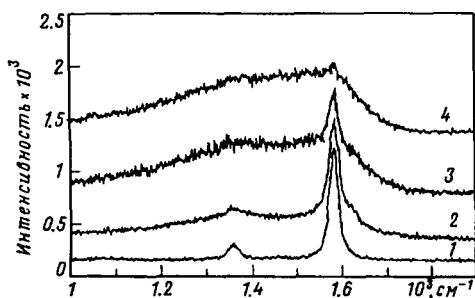


Рис.2. Спектры комбинационного рассеяния: 1 – исходный образец; 2 – пятно 3 ("поверхность"), периферия; 3 – пятно 3, центр; 4 – пятно 1,2 ("торец"), периферия, центр

Рамановские спектры (рис.2) показали, что для кратера, расположенного на "поверхности" образца, наличие аморфной фазы углерода идентифицируется как в центре кратера, так и на его периферийной части. При этом доля аморфной фазы больше в центре кратера. Одновременно с аморфной фазой в этих же точках наблюдаются рефлексы, соответствующие микрокристаллической фазе графита. В то же время в обоих пятнах, расположенных на "торце" образца, рамановские измерения дают присутствие только фазы аморфного углерода без каких-либо следов микрокристаллического графита.

Изучение динамики отражения проводилось с помощью ЭОК "Агат" с временным разрешением 3 пс. Зондирующий лазерный импульс длительностью ~ 500 пс и длиной волны 530 нм, поляризованный в плоскости падения (*p*-волна), фокусировался в

пятно 50 мкм. Угол падения составлял величину не более  $15^\circ$ . Контроль совмещения пятен греющего и зондирующего импульсов осуществлялся с помощью CCD-камеры через микроскоп с увеличением  $70\times$ . На входную щель ЭОК направлялся отраженный зондирующий импульс, пропущенный через скрещенный анализатор ( $s$ -волна), падающий зондирующий импульс ( $p$ -волна) и нагревающий импульс, служивший в качестве временного репера. Измерения проводились на "торце" в кратере, возникшем при многократном воздействии лазерных импульсов, то есть при наличии аморфной фазы и периодической поверхностной структуры. На рис.3 представлены характерные фотохронограммы (с обработкой, учитывающей временную форму лазерного импульса) зондирующего импульса, которые показывают, что с приходом нагревающего импульса интенсивность  $s$ -компоненты отраженного зондирующего импульса резко (с характерным временем  $< 3$  пс) падает и спустя 100 – 150 пс начинает расти. (Для того, чтобы проследить временную форму отраженного импульса в субнаносекундном диапазоне и далее, необходимо увеличить длительность зондирующего импульса, что является предметом дальнейших исследований.)

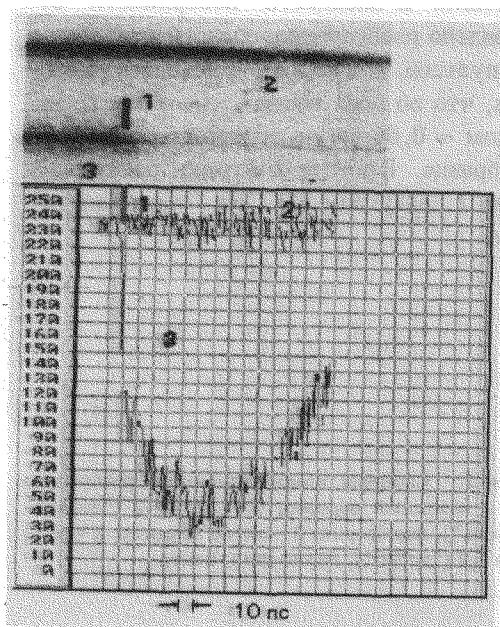


Рис.3. Характерные фотохронограммы  $p$ -компоненты зондирующего лазерного импульса (2) и  $s$ -компоненты отраженного зондирующего импульса (3), 1 – нагревающий лазерный импульс

Таким образом, анализ результатов проведенных исследований позволяет сделать следующие выводы. Возникновение периодических поверхностных структур обусловлено процессами резонансного возбуждения поверхностных электромагнитных волн [4]. Изучение этого явления на графите представляет самостоятельный интерес. В нашем случае периодические структуры играют роль искусственной анизотропии, наличие или исчезновение которых можно контролировать с помощью частичного преобразования  $p$ -волны в  $s$ -волну при отражении [5]. Зависимость направления штрихов периодической структуры от направления поляризации нагревающего импульса свидетельствует о том, что ее образование не подвержено влиянию слоистой структуры графита и происходит, скорее всего, в расплаве нагретого слоя. На основании результатов измерения кинетики отражения можно представить сле-

дующую картину. Под действием нагревающего импульса приповерхностный слой графита испытывает плавление с характерным временем меньше 3 пс. Малость последнего свидетельствует о том, что плавление происходит путем гомогенного зародышеобразования, то есть носит объемный характер. Переход при затвердевании нагретого слоя в однородное аморфное состояние в "торце" образца может быть объяснен значительно более быстрым его остыванием, по сравнению с "поверхностью", обусловленным анизотропией теплопроводности.

Авторы считают своим долгом выразить благодарность руководителю Санкт-Петербургского объединенного исследовательского центра (Центра коллективного пользования) С.Г.Конникову и сотрудникам Центра за помощь в проведении исследований по анализу структуры образцов графита.

Данная работа проведена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, гранты 96-02-18494/а и 96-02-18495/а.

- 
1. A.M.Malvezzi, N.Bloembergen, and C.Y.Huang, Phys. Rev. Lett. **57**, 146 (1986).
  2. D.H.Reitze, H.Ahn, and M.C.Downer, Phys. Rev. B **5**, 2677 (1992).
  3. X.Y.Wang and M.C.Downer, Opt. Lett. **17**, 1450 (1992).
  4. A.M.Bonch-Bruevich, M.N.Libenson, V.S.Makin, and V.V.Trubaev, Opt. Engineering **31**, 718 (1992).
  5. М.Б.Агранат, С.И.Анисимов, С.И.Ашитков и др., ЖЭТФ (в печати).