

## КР-микроспектроскопия напряжений, возникающих при фемтосекундном лазерном микропробое алмаза

© Д.А. Помазкин<sup>1</sup>, П.А. Данилов<sup>1</sup>, С.И. Кудряшов<sup>1</sup>, В.П. Мартовицкий<sup>1</sup>, И.Д. Матяев<sup>2</sup>, Е.А. Васильев<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Физический институт им. П.Н. Лебедева,  
119991 Москва, Россия

<sup>2</sup> Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана,  
105005 Москва, Россия

<sup>3</sup> Национальный минерально-сырьевой университет „Горный“,  
199106 Санкт-Петербург, Россия

e-mail: d.pomazkin@lebedev.ru

Поступила в редакцию 11.12.2023 г.

В окончательной редакции 09.01.2024 г.

Принята к публикации 16.01.2024 г.

Изучены индуцированные напряжения, вызванные лазерным оптическим пробоем в объеме природного алмаза, полированного по плоскости (331), фемтосекундными (300 fs) лазерными импульсами с различной энергией. С помощью скрещенных поляризационных фильтров визуализированы зоны сжатия и растяжения в областях воздействия. Получены профили напряжений методом спектроскопии комбинационного рассеяния, а также зависимости напряжений от энергии лазерного импульса в ключевых точках профилей. Результаты профилирования показали, что рост напряжений растяжения происходит быстрее, чем сжатия с увеличением энергии накачки.

**Ключевые слова:** оптический пробой алмаза, фемтосекундные лазерные импульсы, спектроскопия комбинационного рассеяния, напряжения растяжения, напряжения сжатия.

DOI: 10.61011/OS.2024.01.57553.2-24

### Введение

Внутренние напряжения кристаллической решетки алмаза условно можно разделить на естественные, возникшие в процессе роста кристалла, и наведенные, являющиеся следствием того или иного воздействия на алмаз. Значительной особенностью последних является локальность, приводящая к изменению характеристик кристаллической решетки только в обрабатываемой области. Согласно [1], такие напряжения оказывают влияние на множество параметров, включая подвижность носителей заряда и оптические и прочностные свойства материала. Так, в исследовании [2] проводилась ионная бомбардировка алмазов с последующим изучением наведенных напряжений. Размеры этих напряжений позволяют определить степень имплантации и повреждения кристаллической решетки. В работе [3] было исследовано влияние данного напряжения на работу датчиков электромагнитного поля на основе NV-центров алмаза. Эти напряжения вызывают сдвиг резонансной частоты основного состояния NV и ухудшают время дефазировки спина NV. Данное явление крайне важно, поскольку NV представляет собой радиационный дефект, и его формирование в кристаллической решетке само по себе может вызвать дополнительные напряжения.

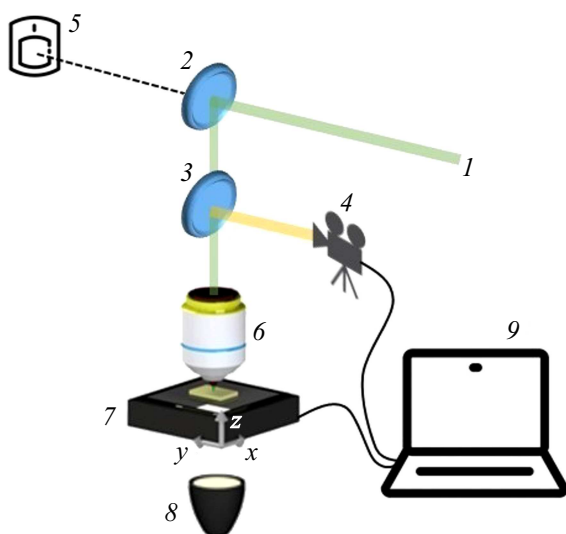
В современных научных и технических исследованиях алмаз находит применение в качестве материала для создания датчиков излучения и заряда. Для создания зарядового датчика на алмазе используется метод опти-

ческого пробоя лазером с последующей графитизацией, что позволяет формировать трехмерные проводящие каналы [4–6]. Несмотря на то, что исследования [7,8] указывают на негативное влияние наведенных напряжений на свойства датчиков, изучение данной проблемы не является приоритетным. В частности, в литературе не уделяется внимание исследованию зависимости наведенных напряжений от энергии лазерных импульсов.

В настоящей работе исследованы наведенные напряжения после оптического пробоя ультракороткими лазерными импульсами с различной энергией в объеме природного алмаза. Для классического анализа напряжений [9–13] применяется метод спектроскопии комбинационного рассеяния (КР). Смещение пика КР алмаза сигнализирует о наличии напряжений. Путем картирования по направлениям напряжений сжатия и растяжения были получены профили наведенных напряжений и зависимости наведенных напряжений от энергии фемтосекундных лазерных импульсов.

### Описание экспериментальной установки

На рис. 1 изображена схема эксперимента. Излучение лазера Satsuma (длительность импульса 300 fs, длина волны 515 nm, частота следования импульса 20 kHz) фокусировалось в объеме алмаза с двумя полированными вдоль плоскости (331) гранями для проведения



**Рис. 1.** Схема экспериментальной установки: 1 — излучение лазера с длиной волны 515 nm, 2 — откидное зеркало, 3 — дихроичное зеркало, 4 — CCD-камера, 5 — измеритель энергии OphirPD10-C, 6 — объектив  $NA = 0.65$ ,  $10\times$ , Levenhuk, 7 —  $xyz$ -стол с образцом алмаза, 8 — нижняя подсветка, 9 — компьютер для управления столом и подачи лазерного излучения.

оптического пробоя при помощи объектива  $NA = 0.65$ ,  $10\times$ , Levenhuk. Для перемещения алмаза использовался  $xyz$ -стол, подключенный к персональному компьютеру, который также осуществлял управление параметрами лазерной системы. Кристаллографическая ориентация плоскостей образца определена методом дифракции рентгеновских лучей на установке X'PertPro MRD Extended.

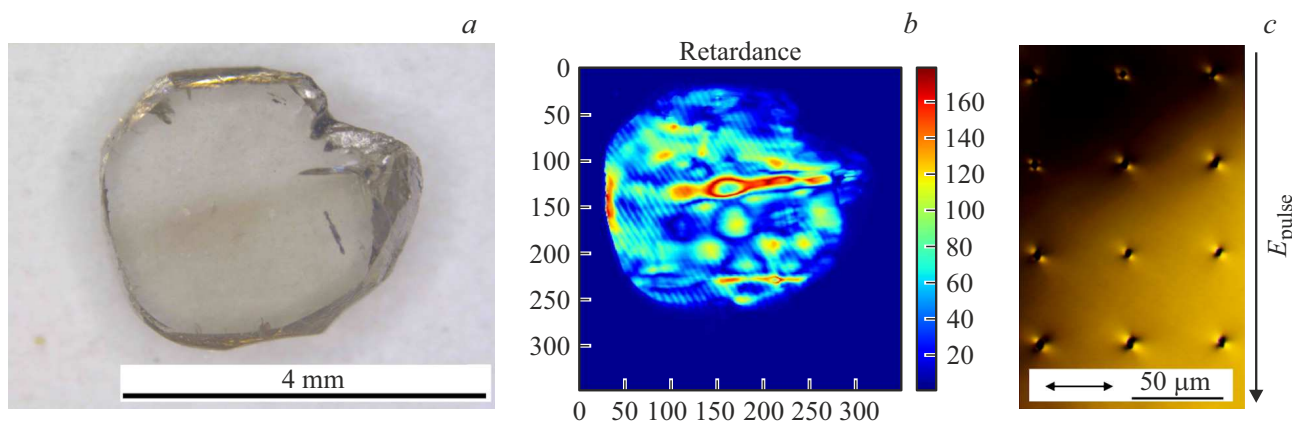
В эксперименте использовался образец природного алмаза (рис. 2, *a*), который до модификации содержал собственные внутренние напряжения (рис. 2, *b*). В объеме алмаза на глубине  $50\ \mu\text{m}$  от поверхности была

записана матрица, содержащая оптические микропробой с шагом  $50\ \mu\text{m}$  между точками, энергиями лазерных импульсов от 43.5 до  $64.9\ \text{nJ}$  (рис. 2, *c*) и временем экспозиции 1 s в каждой точке. В скрещенных поляризационных фильтрах (рис. 2, *c*) видны возникшие в результате пробоя напряжения. Фон изображения неравномерный ввиду наличия собственных напряжений алмаза до лазерной записи. Наведенные напряжения формируют двухлистную картину напряжений сжатия (светлые области) и растяжения (темные области) относительно микропробоя. Для анализа наведенных напряжений использовались точки, расположенные в зоне равномерного распределения исходного фонового сигнала [14].

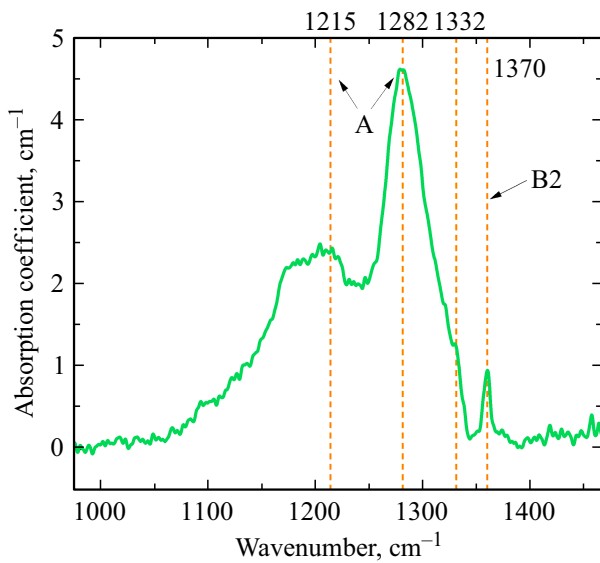
Образец алмаза соответствует типу IaA на основании предварительной характеристики методом инфракрасной (ИК) фурье-спектроскопии. Спектры поглощения (рис. 3) были получены с использованием ИК фурье-микроскопа-спектрометра Микран-3 через квадратную диафрагму размером  $28 \times 28\ \mu\text{m}$ .

## Результаты экспериментов

В настоящей работе проводилось картирование области сжатия и растяжения (рис. 4, *a*) по положению пика КР-линии (напряжения пересчитаны в GPa согласно [13]) на конфокальном микроскопе Confotec MR520 после лазерного микропробоя. Полученные профили вдоль выделенных направлений напряжений изображены на рис. 4, *a*. Для анализа были взяты три ключевые точки (отмечены вертикальными пунктирными линиями и номерами 1, 2 и 3). Точка 1 соответствует центру модифицированной зоны, точка 2 соответствует границе области микропробоя, точка 3 соответствует области минимальных напряжений. Из оптических изображений следует, что диаметр области микропробоя составляет  $\sim 8\ \mu\text{m}$  (выделен двумя фиолетовыми пунктирными вертикальными линиями). Общая картина профилей имеет



**Рис. 2.** Образец алмаза, использованного в исследованиях: (а) фотография образца, (b) изображение образца в двулучепреломлении, (с) матрица записанных меток в скрещенных поляризационных фильтрах, стрелками возле масштабной метки показано направление поляризации лазерного излучения при записи.



**Рис. 3.** ИК спектр поглощения образца алмаза, соответствующего типу IaA. Вертикальными штриховыми линиями обозначены характерные пики поглощения для A- и B2-дефектов, представленных в образце алмаза.

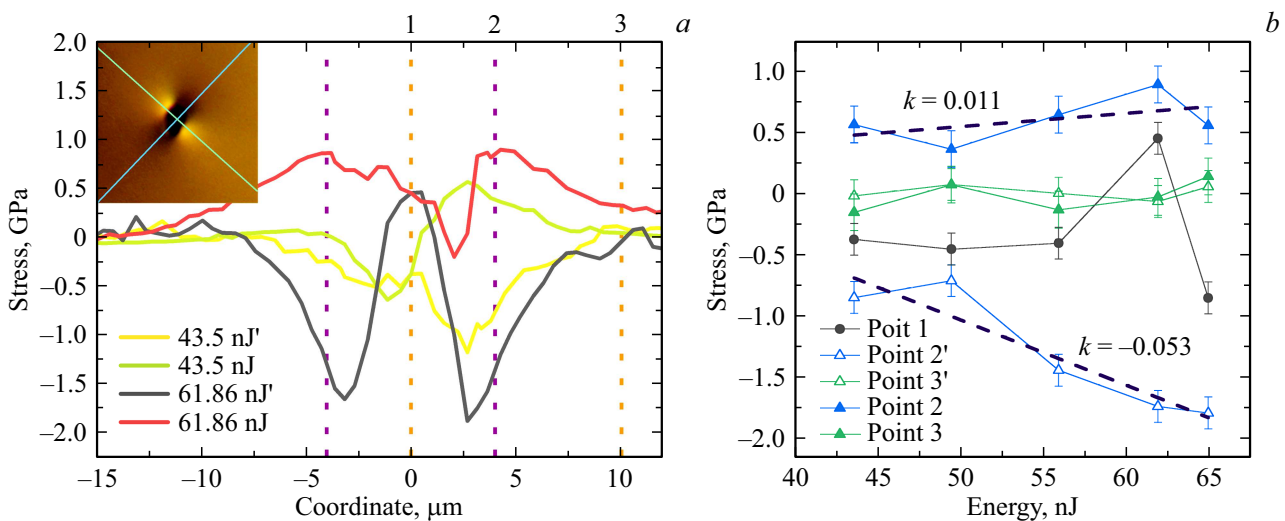
W-образную форму для растяжения и M-образную для сжатия с провалами и подъемами соответственно. Хотя картина профилей (рис. 4, *a*) изображена только для двух значений энергии лазерного импульса во избежание загромождения рисунка, для построения зависимостей напряжений от энергии лазерных импульсов (рис. 4, *b*) использованы пять значений энергии.

Рисунок 4, *b* отображает зависимость напряжений от энергии лазерных импульсов вдоль направлений растя-

жения (треугольники без заливки) и сжатия (треугольники с заливкой). Точка 1 (черные кружки), выбранная в центре области микропробоя, находится в области легкого растяжения ( $\sim -0.5$  GPa) и является общей для профилей. Точка 3 (зеленый цвет) располагается на расстоянии  $10 \mu\text{m}$  от центра микропробоя и демонстрирует отсутствие или минимальное значение напряжений. Точка 2 (синий цвет) располагается в области наибольших напряжений и отражает искомую зависимость наведенных напряжений от энергии лазерного излучения. Сопоставление линейной аппроксимации (темно-синие штриховые прямые линии) сжатия и растяжения говорит о кратно более быстром росте растяжения по сравнению со сжатием — коэффициент наклона прямой для сжатия составляет  $\sim 0.011$  GPa/nJ, а для растяжения  $\sim -0.053$  GPa/nJ. Максимальное значение напряжения в точке 2 для растяжения 1.87 GPa, а для сжатия — 0.89 GPa.

### Заключение

Исследованы наведенные напряжения, возникающие после оптического микропробоя природного алмаза фемтосекундными лазерными импульсами варьруемой энергии. Эксперимент показал, что после модификации формируются двухлистные узоры наведенных напряжений растяжения и сжатия, для анализа и профилирования которых использовался метод КР-спектроскопии. Полученные зависимости демонстрируют рост напряжений растяжения и сжатия при увеличении энергии лазерных импульсов. Однако коэффициент наклона для линейной аппроксимации напряжений сжатия по модулю меньше, чем для растяжения, как и максимальные значе-



**Рис. 4.** Исследование наведенных напряжений методом КР-спектроскопии. (*a*) Профили по направлениям растяжения (значения энергии лазерного импульса в левом нижнем углу рисунка отмечены штрихом) и сжатия (штрих отсутствует), на вставке выделены направления профилирования области микропробоя: зеленый — сжатие, синий — растяжение. (*b*) Зависимость наведенных напряжений от энергии лазерных импульсов в ключевых точках: точка 1 — центр поврежденной области (черные кружки), точки 2, 3 — граница области повреждений (треугольники без заливки — для растяжения и с заливкой — для сжатия).

ния напряжений. Установлено, что наведенные напряжения явно выражены в области границы поврежденной зоны, распространяются за пределы видимой области микропробоя и уменьшаются до нуля на расстоянии около 10  $\mu\text{m}$ .

### Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 21-79-30063), <https://rscf.ru/en/project/21-79-30063/>.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] D.A. Broadway, B.C. Johnson, M.S.J. Barson, S.E. Lillie, N. Dontschuk, D.J. McCloskey, A. Tsai, T. Teraji, D.A. Simpson, A. Stacey, J.C. McCallum, J.E. Bradby, M.W. Doherty, L.C.L. Hollenberg, J.P. Tetienne. *Nano Lett.*, **19** (7), 4543 (2019). DOI: 10.1021/acs.nanolett.9b01402
- [2] R.A. Khmel'nitsky, V.A. Dravin, A.A. Tal, M.I. Latushko, A.A. Khomich, A.V. Khomich, A.S. Trushin, A.A. Alekseev, S.A. Terentiev. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B*, **304**, 5 (2013). DOI: 10.1016/j.nimb.2013.03.030
- [3] M.J. Turner, R. Trubko, J.M. Schloss, C.A. Hart, M. Wesson, D.R. Glenn, R.L. Walsworth. *Phys. Rev. B*, **100** (17), 174103 (2019). DOI: 10.1103/PhysRevB.100.174103
- [4] A.A. Khomich, K.K. Ashikkalieva, A.P. Bolshakov, T.V. Kononenko, V.G. Ralchenko, V.I. Konov, P. Oliva, G. Conte, S. Salvatori. *Diamond and Related Materials*, **90**, 84 (2018). DOI: 10.1016/j.diamond.2018.10.006
- [5] M. Girolami, A. Bellucci, P. Calvani, S. Orlando, V. Valentini, D.M. Trucchi. *Appl. Phys. A*, **117** (1), 143 (2014). DOI: 10.1007/s00339-014-8310-x
- [6] T.V. Kononenko, E.V. Zavedeev, V.V. Kononenko, K.K. Ashikkalieva, V.I. Konov. *Appl. Phys. A*, **119** (2), 405 (2015). DOI: 10.1007/s00339-015-9109-0
- [7] S.S. Salvator, C.R. M.C. Ross, C.G. Cont, K.T. Kononenko, K.M. Komleno, K.A. Khomic, R.V. Ralchenk, K.V. Kono, P.G. Provata, J.M. Jaksi. *IEEE Sensors J.*, **19** (24), 11908 (2019). DOI: 10.1109/JSEN.2019.2939618
- [8] M.C. Rossi, S. Salvatori, G. Conte, T. Kononenko, V. Valentini. *Opt. Mater.*, **96**, 109214 (2019). DOI: 10.1016/j.optmat.2019.109214
- [9] K.H. Chen, Y.L. Lai, J.C. Lin, K.J. Song, L.C. Chen, C.Y. Huang. *Diamond and Related Materials*, **4** (4), 460 (1995). DOI: 10.1016/0925-9635(94)05319-7
- [10] E. Anastassakis. *J. Appl. Phys.*, **86** (1), 249 (1999). DOI: 10.1063/1.370723
- [11] A. C. Ferrari, J. Robertson. *Phys. Rev. B*, **61** (20), 14095 (1999). DOI: 10.1103/PhysRevB.61.14095
- [12] A.C. Ferrari, J. Robertson. *Phil. Trans. Roy. Soc. London A*, **362** (1824), 2477 (2004). DOI: 10.1098/rsta.2004.1452
- [13] H. Voppart, J.I. Silvera. *Phys. Rev. B*, **32**, 1423 (1985). DOI: 10.1103/PhysRevB.32.1423
- [14] Г.К. Красин, Н.Г. Спепуро, В.П. Мартовицкий, М.С. Ковалев. *Опт. и спектр.*, **130** (4), 507 (2022). DOI: 10.61011/OS.2024.01.57553.2-24