

Исследование генерационных характеристик отечественной лазерной Yb:YAG-керамики

И.Л.Снетков, О.В.Палашов, В.В.Осипов, И.Б.Мухин,
Р.Н.Максимов, В.А.Шитов, К.Е.Лукьяшин

Сообщается о синтезе оптической керамики из алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$, активированного иттербием Yb^{3+} , и приводятся результаты исследований её генерационных характеристик в геометрии тонкого диска. Керамика была получена методом твердофазного реакционного спекания нанопорошков Yb (5 ат.%): Y_2O_3 и Al_2O_3 , синтезированных методом лазерной абляции, с применением дополнительного обжига смеси перед компактированием. Получена мультиваттная лазерная генерация (5.2 Вт) на длине волны 1030 нм с дифференциальной эффективностью 37.0% при скважности импульсов накачки 5.72.

Ключевые слова: нанопорошок, оптическая керамика, алюмоиттриевый гранат, иттербий, тонкий диск, лазерная генерация, дифференциальная эффективность.

1. Введение

Прозрачные поликристаллические материалы на основе алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG), активированного редкоземельными ионами (например, Nd^{3+} , Yb^{3+} , Ho^{3+}), привлекли значительное внимание после того, как группе японских учёных удалось синтезировать Nd:YAG-керамику с высоким оптическим качеством и получить в ней эффективную лазерную генерацию [1, 2]. Лазерная керамика обладает следующими преимуществами перед монокристаллами: меньшей температурой синтеза, возможностями получения образцов с большими поперечными размерами и обеспечения композитной структуры, а также заданного профиля распределения активатора с целью подавления паразитных тепловых эффектов [3–5].

Благодаря особым свойствам, таким как высокая квантовая эффективность, широкая полоса усиления и отсутствие концентрационного тушения, активные элементы из Yb:YAG-керамики являются перспективными для использования в твердотельных лазерах с высокой средней и пиковой мощностью [6–8]. В последние годы несколькими научными группами реализована генерация лазерного излучения на Yb:YAG-керамике, синтезированной с использованием коммерческих порошков отдельных оксидов [9, 10] или наночастиц непосредственно в стехиометрии $Yb_{3x}Y_{3-3x}Al_5O_{12}$ [11, 12].

И.Л.Снетков, О.В.Палашов, И.Б.Мухин. Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики РАН, Россия, 603950 Н.Новгород, ул. Ульянова, 46; e-mail: snetkov@appl.sci-nnov.ru, palashov@appl.sci-nnov.ru, mib_1982@mail.ru

В.В.Осипов, В.А.Шитов, К.Е.Лукьяшин. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амурдсена, 106; e-mail: osipov@ier.uran.ru

Р.Н.Максимов. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амурдсена, 106; Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н.Ельцина, 620002 Екатеринбург, ул. Мира, 19; e-mail: romanmaksimov@el.ru

Однако сведения об изготовлении лазерной Yb:YAG-керамики из нанопорошков, полученных методом лазерной абляции, в современной литературе отсутствуют. Поскольку характерные особенности таких наночастиц (средний размер 10–15 нм, метастабильная кристаллическая фаза, высокое содержание летучих компонентов, слабая агломерация) создают определённые трудности для получения беспористой микроструктуры, то важно показать технологические приёмы, которые могут быть использованы для синтеза керамики лазерного качества. Целью настоящей работы является синтез и исследование генерационных характеристик первых отечественных образцов Yb:YAG-керамики.

2. Получение лазерной Yb:YAG-керамики методом твердофазного синтеза

Наночастицы $Yb(5 \text{ ат.}\%):Y_2O_3$ и Al_2O_3 , требуемые для синтеза Yb:YAG-керамики, производились в Институте электрофизики УрО РАН (Екатеринбург) при испарении материала мишени излучением импульсно-периодического CO_2 -лазера [13, 14]. Для удаления избыточных летучих соединений и достижения точного стехиометрического соотношения $(Yb + Y)/Al = 3/5$ полученные порошки переводились в основную кубическую фазу путём атмосферного обжига при температуре 900–1200 °С в течение 3 ч. После взвешивания прокаленные порошки подвергались помолу шарами из YSZ (диоксид циркония, стабилизированный иттрием) в этиловом спирте с использованием барабанного смесителя с наклонной осью вращения и при добавлении тетраэтоксисилана (0.5 мас.%) в качестве спекающей добавки.

Для осуществления частичного фазового преобразования частиц в структуру Yb:YAG высушенная смесь порошков дополнительно обжигалась на воздухе при температуре 1200 °С в течение 3 ч с целью выравнивания скоростей фазовых превращений и усадки, что обеспечивает однородность уплотнения. Затем смесь повторно подвергалась помолу и прессовалась в компакт методом одноосного статического прессования при давлении 200 МПа.

Керамика Yb:YAG синтезировалась в процессе спекания порошковой прессовки в вакуумной печи с графитовыми нагревателями при температуре 1780 °C в течение 20 ч. После спекания образец обжигался на воздухе (1300 °C, 10 ч) и полировался с обеих сторон до зеркального блеска с использованием алмазных паст.

3. Оптические и генерационные характеристики Yb:YAG-керамики

Спектр пропускания Yb (5 ат. %):YAG-керамики толщиной 2 мм, измеренный с помощью спектрофотометра Shimadzu UV-1700, а также теоретическая кривая пропускания для YAG, рассчитанная по известным значениям показателя преломления [15], представлены на рис.1. Коэффициент пропускания исследуемого образца керамики в ИК области достигает 81.8%, что на 2% меньше расчетного значения. Полосы поглощения в диапазоне длин волн 900–1040 нм обусловлены оптическими переходами в ионе иттербия.

Для выявления основных дефектов микроструктуры, ограничивающих прозрачность материала, проводилось исследование керамики с использованием оптического микроскопа Olympus BX51TRF. Согласно полученным данным, структура образца представляет собой плотноупакованные кристаллиты со средним размером 15 мкм. Кроме того, обнаружены сферические поры диаметром до 6 мкм, локализованные, в основном, на межкристаллитных границах. При этом среднее содержание пор, установленное методом прямого подсчёта, составляет 29 ppm (вставка на рис.1) Причиной формирования пор может быть неоднородная укладка порошка в процессе его компактирования ввиду наличия жёстких агломератов, образующихся в процессе атмосферного обжига наночастиц. Наличие остаточной пористости приводит к возникновению рассеяния проходящего излучения и, как следствие, к увеличению потерь в керамическом элементе. Оценка уровня рассеянного излучения проводилась аналогично работам [16–18] и для исследуемого образца составила 2.3% от мощности проходящего излучения, что соответствует потерям на рассеяние 0.12 см^{-1} .

При изготовлении активного элемента для дискового лазера толщина керамического образца Yb:YAG была уменьшена до 300 мкм, а на торцы образца были нанесены диэлектрические покрытия (просветляющее с одной стороны и зеркальное с другой на длины волн излучения накачки (940 нм) и генерации (1030 нм)). Для осуществле-

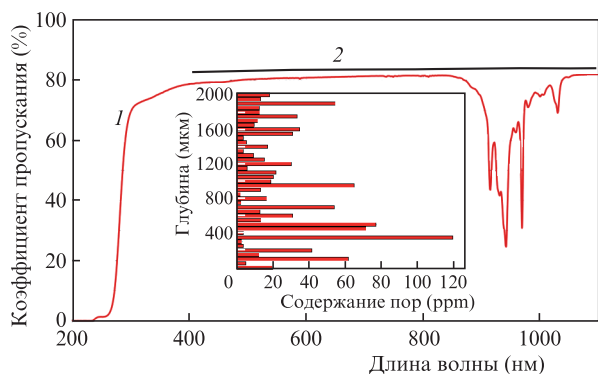


Рис.1. Спектр пропускания Yb:YAG-керамики толщиной 2 мм (1) и теоретическая кривая пропускания для YAG (2). На вставке приведено распределение пор по глубине керамического образца.

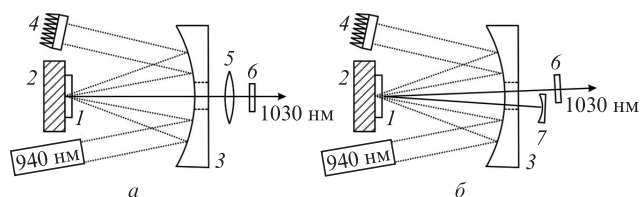


Рис.2. Схема линейного (а) и V-образного (б) резонаторов лазера на тонком диске:

1 – исследуемый элемент; 2 – теплоотвод квантрона; 3 – сферическое зеркало ($R \sim 100\%$ на $\lambda = 940 \text{ нм}$); 4 – поглотитель; 5 – линза с диэлектрическим просветлением на $\lambda = 1030 \text{ нм}$; 6 – плоское выходное зеркало; 7 – сферическое зеркало ($R \sim 100\%$ на $\lambda = 1030 \text{ нм}$).

ния эффективного охлаждения активный элемент с диэлектрическими покрытиями монтировался на охлаждаемый водой медный теплоотвод квантрона с помощью индиевого припоя. Квантрон помещался в лазерный резонатор. Были реализованы два типа резонаторов – линейный, образованный задним торцом активного элемента и диэлектрическим выходным зеркалом б (рис.2,а), и V-образный, образованный задним торцом активного элемента и двумя диэлектрическими зеркалами: сферическим зеркалом 7 с радиусом 30 мм и отражением $R \sim 100\%$ на длине волны 1030 нм и выходным зеркалом б (рис.2,б). Выходным зеркалом служили плоские диэлектрические зеркала с отражением 90%, 95% и 98% на длине волны 1030 нм. Длина плеча резонатора составляла около 5 см.

Накачка осуществлялась диодным лазером с волоконным выходом (Laserline LDM 2000), излучающим на длине волны 940 нм. Его излучение собиралось сферическим зеркалом 3 на исследуемом образце в пятно диаметром 2 мм и после одного V-образного прохода через образец отводилось на поглотитель; при этом поглощалось $\sim 22\%$ мощности излучения. Для каждой геометрии резонатора в квазинепрерывном режиме при накачке импульсами длительностью 3.25 мс с периодом следования 148 мс наблюдалось излучение в режиме свободной генерации (рис.3,а). Мощность генерируемого излучения регистрировалась приборами Orphir 3A и Orphir 10A. В случае линейного резонатора максимальная дифференциальная эффективность ($\eta = 22.9\%$) наблюдалась при выходном зеркале с отражением $R = 95\%$, а в случае V-образного прохода ($\eta = 32.9\%$) – при зеркале с пропусканием $T = 90\%$. Различие в значениях η можно объяснить дополнительными потерями на фокусирующей линзе, используемой в линейном резонаторе. В отсутствие линзы 5 генерации получить не удалось.

В случае V-образного резонатора и зеркала с $T = 90\%$ были измерены зависимости мощности генерируемого излучения от поглощенной мощности при разных периодах следования импульсов накачки (рис.3,б). Максимальная дифференциальная эффективность $\eta = 37\%$ наблюдалась при периоде следования 18.6 мс, что соответствует скважности 5.72. С увеличением частоты следования импульсов накачки дифференциальная эффективность падала из-за возникающих тепловых эффектов и в случае непрерывной накачки снижалась до 14.5%. Наличие лазерной генерации при непрерывной накачке свидетельствует о высоком качестве керамического материала и о возможности его применения для изготовления активных элементов. Однако оно еще отстает от качества коммерчески доступных монокристаллов, на которых в аналогичных условиях продемонстрирована лазерная генера-

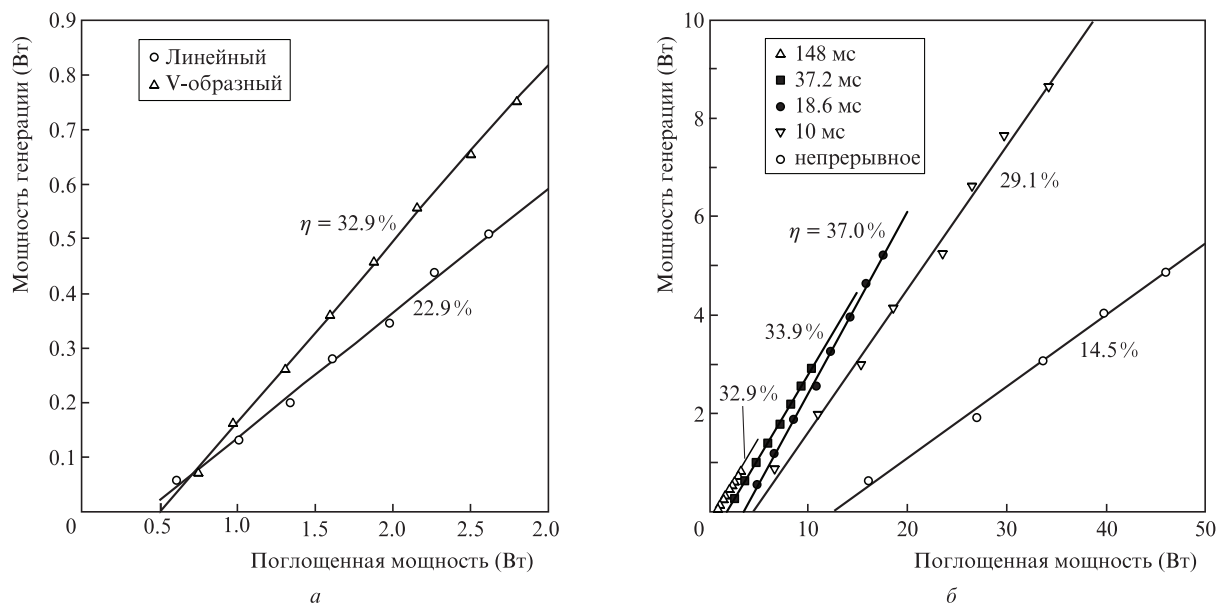


Рис.3. Зависимости средней мощности генерации от средней поглощенной мощности в случае линейного и V-образного резонаторов при периоде следования импульсов накачки 148 мс (а), а также в случае V-образного резонатора при разных периодах следования (б).

ция со средней мощностью в сотни ватт и эффективностью более 40% [19, 20].

Таким образом, нами изготовлен керамический образец $\text{Yb}(5 \text{ ат. \%}): \text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, исходные нанопорошки для которого получены методом лазерного испарения. Исследовано его оптическое качество и продемонстрирована лазерная генерация в импульсно-периодическом режиме с дифференциальной эффективностью 37%. Получена генерация с дифференциальной эффективностью 14.5% при непрерывной накачке лазерными диодами.

Авторы приносят благодарность проф. Кен-ичи-Уэде за его вклад в анализ результатов и в обсуждение статьи. Работа по синтезу керамики выполнена в рамках темы государственного задания № 0389-2014-0027, а также при финансовой поддержке Постановления № 211 Правительства РФ (контракт № 02.А03.21.0006). Исследование оптического качества выполнено в рамках государственного задания Института прикладной физики РАН (проект № 0035-2014-0107). Исследование лазерных свойств поддержано мега-грантом Правительства РФ № 14.В25.31.0024, выполняемым на базе Института прикладной физики РАН.

1. Ikesue A., Furusato I., Kamata K. *J. Amer. Cer. Soc.*, **78**, 225 (1995).
2. Ikesue A., Kinoshita T., Kamata K., Yoshida K. *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 1033 (1995).
3. Ikesue A., Aung Y.L. *Nat. Photon.*, **2**, 721 (2008).
4. Liu W., Li J., Jiang B., et al. *J. Alloys Compd.*, **538**, 258 (2012).
5. Osipov V.V., Shitov V.A., Solomonov V.I., Lukyashin K.E., Spirina A.V., Maksimov R.N. *Ceram. Int.*, **41**, 13277 (2015).
6. Latham W.P., Lobad A., Newell T.C., Stalnaker D. *Proc. AIP Conf.*, **1278**, 758 (2010).
7. Banerjee S., Ertel K., Mason P.D., Phillips P.J., De Vido M., Smith J.M., Butcher T.J., Hernandez-Gomez C., Greenhalgh R.J.S., Collier J.L. *Opt. Express*, **23**, 19542 (2015).
8. Albach D., Chanteloup J.-C. *Opt. Express*, **23**, 570 (2015).
9. Wu Y., Li J., Pan Y., Guo J., Jiang B., Xu Y., Xu J. *J. Am. Ceram. Soc.*, **90**, 3334 (2007).
10. Luo D., Zhang J., Xu C., Qin X., Tang D., Ma J. *Opt. Mater.*, **34**, 936 (2012).
11. Takaichi K., Yagi H., Lu J., Shirakawa A., Ueda K., Yanagitani T., Kaminskii A.A. *Phys. Stat. Sol. A*, **200**, R5 (2003).
12. Dong J., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Kaminskii A.A. *Appl. Phys. Lett.*, **89**, 091114 (2006).
13. Osipov V.V., Kotov Y.A., Ivanov M.G., Samatov O.M., Lisenkov V.V., Platonov V.V., Murzakayev A.M., Medvedev A.I., Azarkevich E.I. *Laser Phys.*, **16**, 116 (2006).
14. Osipov V.V., Platonov V.V., Lisenkov V.V., Podkin A.V., Zakharova E.E. *Phys. Stat. Sol. C*, **10**, 926 (2013).
15. Kaminskii A.A., Ueda K., Konstantinova A.F., Yagi H., Yanagitani T., Butashin A.V., Orekhova V.P., Lu J., Takaichi K., Uematsu T., Musha M., Shirokava A. *Crystallogr. Rep.*, **48**, 868 (2003).
16. Balabanov S.S., Bykov Y.V., Egorov S.V., Ereemeev A.G., Gavriushchuk E.M., Khazanov E.A., Mukhin I.B., Palashov O.V., Permin D.A., Zelenogorsky V.V. *Opt. Mater.*, **35**, 727 (2013).
17. Снетков И.Л., Мухин И.Б., Балабанов С.С., Пермин Д.А., Палашов О.В. *Квантовая электроника*, **45**, 95 (2015).
18. Снетков И.Л., Мухин И.Б., Палашов О.В. *Квантовая электроника*, **46**, 193 (2016).
19. Кузнецов И.И., Мухин И.Б., Вадимова О.Л., Палашов О.В. *Квантовая электроника*, **45**, 207 (2015).
20. Kuznetsov I.I., Mukhin I.B., Palashov O.V. *Laser Phys.*, **26**, 045004 (2016).