

Определение удельных потерь в высокопрозрачных Nd:YAG-керамиках методом лазерной калориметрии

С.М.Ватник, И.А.Ведин, Ю.Л.Копылов, В.В.Осипов

Методом лазерной калориметрии измерены удельные потери на поглощение в пяти образцах оптических керамик из (1%–4%) Nd:YAG. По результатам измерений сделан вывод о росте удельных потерь при увеличении концентрации неодима свыше 2 ат. %, от 7×10^{-3} до $13 \times 10^{-3} \text{ см}^{-1}$. Показана принципиальная возможность раздельного определения потерь на рассеяние и поглощение при условии проведения дополнительных измерений полных потерь в керамическом материале.

Ключевые слова: лазерная керамика, удельные потери, лазерная калориметрия, оптическая однородность.

1. Введение

За последние годы достигнут значительный прогресс в технологиях синтеза лазерных оксидных керамик, позволивший, в частности, получить крупногабаритные образцы Nd:YAG-керамик (до 50 мм в диаметре) со сравнительно малыми «внутренними» потерями и остаточной пористостью [1, 2] на базе отечественных технологий прессования и спекания [3, 4]. Дифференциальная эффективность лазерной генерации в отечественных Nd:YAG-керамиках возросла в несколько раз: от 20% [5] до 36% [6] и 60% [7]. В работе [8] в условиях внутрирезонаторной накачки получена генерация в 1%Nd:YAG-керамике на длине волны $\lambda = 2090$ нм с дифференциальной эффективностью 40%. На основе комплексного анализа спектрально-генерационных характеристик сделан вывод о том, что удельные потери излучения в исследованных керамиках составляют $(1-5) \times 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ [6, 8].

В целом достигнутый на сегодняшний день уровень микроструктурной однородности отечественных керамик до некоторой степени уступает таковому для лучших зарубежных образцов, что неизбежно сказывается на параметрах генерации, в том числе на дифференциальной эффективности и пороговой мощности накачки [5, 6, 8, 9]. В связи с этим значительный интерес имеют сравнительные исследования удельных потерь в керамиках, от величины которых существенно зависят как параметры генерации, так и эффективность оптических усилителей. В настоящей работе представлены первые результаты систематических исследований удельных потерь на поглощение в отечественных лазерных Nd:YAG-керамиках (ФирЭ РАН) методом лазерной калориметрии [10–12] в

зависимости от концентрации неодима, а также выполнены оценки потерь на поглощение и рассеяние в лазерной 1%Nd:YAG-керамике, синтезированной в ИЭФ УрО РАН (Екатеринбург).

2. Метод лазерной калориметрии

Калориметрическая техника измерений является простым и надежным методом определения малых поглощений в оптически прозрачных средах [10–12]. Этот метод основан на измерении температуры изучаемого образца в течение некоторого промежутка времени до воздействия лазерного излучения, во время воздействия и по его окончании.

Базовые уравнения, описывающие изменение температуры образца во времени, имеют следующий вид [12]:

$$C \frac{dT}{dt} = \alpha LP - \beta(T - T_0), \quad (1)$$

$$P(t_1 \leq t \leq t_2) = P, \quad P(t < t_1, t > t_2) = 0, \quad (2)$$

где α – удельное поглощение (в см^{-1}); L – размер образца (в см) в продольном направлении (вдоль оси лазерного пучка); P – мощность зондирующего излучения (в Вт); C – теплоемкость образца (в Дж/К); β – коэффициент теплоотдачи образца в окружающую среду (в Вт/К); T и T_0 – температуры образца и окружающей среды соответственно (в К или в °C); $t_1 - t_2$ – интервал времени лазерного воздействия (время нагрева образца).

Уравнения (1) и (2) справедливы при следующих условиях: время измерений в режиме нагрев–охлаждение значительно превышает время установления температуры в объеме образца, т.е. в каждый момент времени образец находится в квазистационарных условиях; перегрев образца $T - T_0$ незначителен, что позволяет считать коэффициент теплоотдачи β постоянной величиной; температура окружающей среды T_0 неизменна (не дрейфует).

Если в момент времени t_1 температура исследуемого образца совпадает с температурой окружающей среды, то решение уравнений (1), (2) описывается следующими выражениями:

С.М.Ватник, И.А.Ведин. Институт лазерной физики СО РАН, Россия, 630090 Новосибирск, просп. Акад. Лаврентьева, 13/3; e-mail: vatnik@laser.nsc.ru

Ю.Л.Копылов. Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН, Россия, Московская обл., 141190 Фрязино, пл. Акад. Введенского, 1

В.В.Осипов. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амундсена, 106

Поступила в редакцию 19 февраля 2019 г.

$$T(t) = T_0, \quad t \leq t_1, \quad (3)$$

$$T(t) - T_0 = \frac{\alpha LP}{\beta} \left\{ 1 - \exp\left[-\frac{\beta(t-t_1)}{C}\right] \right\}, \quad t_1 \leq t \leq t_2, \quad (4)$$

$$T(t) - T_0 = [T(t_2) - T_0] \exp\left[-\frac{\beta(t-t_2)}{C}\right], \quad t \geq t_2. \quad (5)$$

Параметр C/β определяет характерное время нагрева образца, при котором точность измерения удельного поглощения α максимальна. Действительно, при малых временах нагрева ($t_2 - t_1 \ll C/\beta$) величина $T - T_0$ будет значительно меньше максимально возможной ($\alpha LP/\beta$), что приведет к ухудшению «контраста» измерений, т.е. к уменьшению величины полезного сигнала относительно уровня шумов. С другой стороны, при длительном нагреве ($t_2 - t_1 \gg C/\beta$) можно достичь предельного перегрева образца ($T - T_0 = \alpha LP/\beta$), но при этом увеличится погрешность измерений за счет возможного дрейфа температуры окружающей среды T_0 . Отметим также, что в типичных ситуациях, при объеме образца $\sim 0.1 \text{ см}^3$, параметр C/β составляет $\sim 100 \text{ с}$ (см. также табл.1).

3. Эксперимент

Измерения удельного поглощения проводились для пяти образцов высокопрозрачной лазерной керамики из (1%–4%) Nd:YAG, имеющих форму дисков. Четыре образца диаметром 7.3 мм и толщиной 1 мм синтезированы в ФИРЭ [13], а пятый образец диаметром 11 мм и толщиной 1 мм синтезирован в ИЭФ [3,4]. Керамики производства ФИРЭ были отполированы «на плоскость» с двух сторон и не имели оптических покрытий в отличие от керамики производства ИЭФ, на которую наносились просветляющие и отражающие покрытия на длину волны зондирующего излучения 1064 нм.

Для экспериментальной реализации калориметрической методики была разработана малоинерционная измерительная ячейка на основе двух последовательно соединенных хромель-копелевых термопар с общей термоЭДС 125 мкВ/К, смонтированных на медном основании с теплоемкостью 50 Дж/К. Конструкция ячейки предусматривает измерение температур как дисковых, так и цилиндрических оптических элементов. В качестве источника зондирующего излучения использовался высокостабильный непрерывный Nd:YAG-лазер с выходной мощностью до 2 Вт на $\lambda = 1064 \text{ нм}$. Дрейф выходной мощности данного лазера не превышал 0.2% в час. Температура исследуемого образца измерялась с помощью прецизионного преусилителя с промежуточным усреднением, данные считывались и записывались в компьютер с частотой 1 Гц. Аппаратное разрешение по температуре, включая собственные шумы преусилителя, находилось на уровне $\pm 0.5 \text{ мК}$. При такой точности предельное разрешение калориметрического метода измерения α , без учета стабильности лазерного источника, составляет $\sim 10^{-4} \text{ см}^{-1}$ при мощности зондирующего излучения 1 Вт.

Процедура измерений во всех случаях была одинаковой и заключалась в следующем. Излучение Nd:YAG-лазера фокусировалось в середину образца в пятно диаметром 300 мкм, далее лазерный пучок перекрывался и температура образца приближалась к температуре медного основания до тех пор, пока величина дрейфа не становилась меньше 5 мК/мин. В первую минуту после нача-

ла измерений излучение на образец не воздействовало, со второй по четвертую минуту он нагревался лазерным излучением мощностью $\sim 2 \text{ Вт}$, начиная с четвертой минуты лазерный пучок перекрывался, и следующие две минуты образец остывал. Далее в течение примерно получаса температура образца приближалась к температуре основания, после чего проводилось повторное измерение. Во всех случаях результат повторного измерения совпадал с исходным в пределах одного-двух процентов, что свидетельствует о хорошей воспроизводимости и соответствующей достоверности полученных данных. При обработке результатов измерений были учтены френелевские потери излучения для керамик производства ФИРЭ, а также то, что зондирующее излучение проходит через 1%Nd:YAG-керамику производства ИЭФ дважды.

4. Результаты и их обсуждение

На рис.1 приведена типичная экспериментальная кривая для одной из керамик производства ФИРЭ, сплошные серые линии являются ее аппроксимацией зависимостями (4) и (5).

Основные результаты измерений для всех керамик представлены в табл.1. В целом экспоненциальные зависимости (4) и (5) описывают результаты эксперимента с погрешностью не более 1%–2%, что является следствием выполнения указанных в разд.2 условий для исходных уравнений (1) и (2), а также подтверждает приведенную выше оценку разрешения калориметрической методики ($(1\%–2\%)\alpha \approx 10^{-4} \text{ см}^{-1}$). Учет погрешностей калибровки термоЭДС, определения теплоемкости образцов по их геометрическим размерам и измерения мощности зондирующего излучения болометрической головкой OPHIR L30A позволяет дать оценку абсолютной точности определения удельного поглощения α в пределах $\pm 5\%$ от измеренной величины. Отметим также практически полное совпадение значений коэффициентов теплоотдачи β на участках нагрева и охлаждения, что свидетельствует об отсутствии заметного дрейфа температуры медного основания.

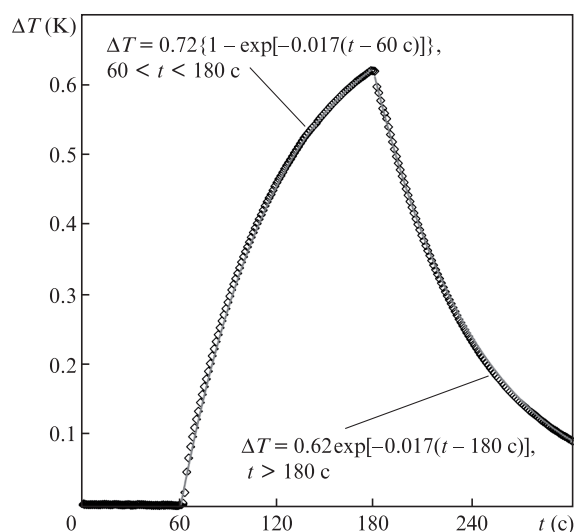


Рис.1. Зависимость перегрева образца $\Delta T = T - T_0$ от времени (точки) и ее аппроксимация по формулами (4) и (5) (серые кривые). Керамика производства ФИРЭ, $C_{\text{YAG}} = 0.1126 \text{ Дж/К}$, $P = 1.71 \text{ Вт}$. Параметры аппроксимации: мощность тепловыделения $\alpha LP = 1.38 \text{ мВт}$. $\alpha = 8.1 \times 10^{-3} \text{ см}^{-1}$.

Табл.1. Основные результаты обработки калориметрических данных для исследованных Nd:YAG-керамик.

Номер образца	Образец	α (см ⁻¹)	β_{\uparrow}/C (с ⁻¹)	β_{\downarrow}/C (с ⁻¹)
1547	1%Nd:YAG (ФИРЭ)	8.1×10^{-3}	0.0170	0.0170
1546	2%Nd:YAG (ФИРЭ)	7.0×10^{-3}	0.0161	0.0161
1545	3%Nd:YAG (ФИРЭ)	1.14×10^{-2}	0.0167	0.0169
1544	4%Nd:YAG (ФИРЭ)	1.29×10^{-2}	0.0169	0.0168
1570	1%Nd:YAG (ИЭФ)	8.9×10^{-3}	0.00997	0.00998

Примечание. Индекс \uparrow относится к режиму нагрева, индекс \downarrow – к режиму охлаждения.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что при концентрациях неодима в керамиках производства ФИРЭ, превышающих 2 ат.%, их удельное поглощение возрастает примерно в полтора раза, при этом удельное поглощение 1%Nd:YAG-керамик производства ИЭФ и ФИРЭ практически одинаково. Следует отметить, что для керамики 1570, синтезированной в ИЭФ, известна величина суммарных удельных потерь $\alpha_{\Sigma} = 1.6 \times 10^{-2}$ см⁻¹, которая была определена ранее из лазерных экспериментов [8]. Таким образом, для данной керамики можно оценить удельные потери на рассеяние как 7.1×10^{-3} см⁻¹, что несколько меньше удельных потерь на поглощение (8.9×10^{-3} см⁻¹). Эта оценка проведена без учета неоднородностей керамического материала, наличие которых может оказать существенное влияние на итоговый результат.

Необходимо отметить, что во всех случаях измерение удельного поглощения проводилось в центральной части керамических дисков, при этом диаметр зондирующего пучка 300 мкм существенно превышал характерный размер гранул, который обычно был менее 10 мкм [5]. Для более подробного исследования возможных крупномасштабных неоднородностей керамик нужно проводить сканирование зондирующего излучения по поперечному сечению образца. Особый интерес представляет сравнение полученных данных по удельному поглощению с локальными генерационными характеристиками, что позволяет полностью охарактеризовать керамику как материал для активных элементов мощных твердотельных лазеров.

5. Выводы

Метод лазерной калориметрии является простым и надежным способом определения удельного поглощения высокопрозрачных керамических материалов. В рамках существующих экспериментальных возможностей его разрешение составляет 10^{-4} – 10^{-5} см⁻¹ при мощности источника зондирующего излучения 1–10 Вт, что вполне достаточно для тестирования лучших отечественных и зарубежных образцов. Несмотря на то что в настоящее время величина удельных потерь в отечественных лазерных керамиках примерно на порядок выше, чем в лучших зарубежных образцах, наблюдается устойчивая тенденция к ее уменьшению до значений 10^{-3} см⁻¹ и менее [7]. Такая величина потерь будет приемлема для создания крупногабаритных активных элементов мультикиловаттных лазерных систем, включая многокаскадные оптические усилители мощности.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы фундаментальных исследований Президиума РАН «Экстремальные световые поля и их взаимодействие с веществом».

- Осипов В.В., Хасанов О.Л., Шитов В.А. и др. *Российские нанотехнологии*, **3**, 98 (2008).
- Bagayev S.N., Osipov V.V., Solomonov V.I., et al. *Opt. Mater.*, **34**, 1482 (2012).
- Bagayev S.N., Osipov V.V., Shitov V.A., et al. *Atmos. Oceanic Opt.*, **25**, 292 (2012).
- Багаев С.Н., Осипов В.В., Соломонов В.И. и др. *Перспективные материалы*, **4**, 18 (2012).
- Твердохлеб П.Е., Щепеткин Ю.А., Штейнберг И.Ш. и др. *Квантовая электроника*, **44**, 588 (2014) [*Quantum Electron.*, **44**, 588 (2014)].
- Багаев С.Н., Осипов В.В., Ватник С.М. и др. *Квантовая электроника*, **45**, 23 (2015) [*Quantum Electron.*, **45**, 23 (2015)].
- Безотосный В.В., Балашов В.В., Булаев В.Д. и др. *Квантовая электроника*, **48**, 802 (2018) [*Quantum Electron.*, **48**, 802 (2018)].
- Багаев С.Н., Осипов В.В., Ватник С.М. и др. *Квантовая электроника*, **45**, 492 (2015) [*Quantum Electron.*, **45**, 492 (2015)].
- Cheng X.J., Xu J.Q., Wang M.J., et al. *Laser Phys. Lett.*, **7**, 351 (2010).
- Rosenstock H.V. *J. Appl. Phys.*, **50**, 102 (1979).
- Saenger K.L. *J. Appl. Phys.*, **63**, 2522 (1988).
- Willamowski U., Ristau D., Welsch E. *Appl. Opt.*, **37**, 8362 (1998).
- Иванов М.Г., Копылов Ю.Л., Кравченко В.Б. и др. *Неорганические материалы*, **50**, 1028 (2014).