

# Эффективная генерация на лазерной керамике $\text{Yb}:(\text{YLa})_2\text{O}_3$

И.Л.Снетков, И.Б.Мухин, С.С.Балабанов, Д.А.Пермин, О.В.Палашов

*Используя разработанную методику самораспространяющегося высокотемпературного синтеза нанопорошка оксида иттрия, легированного ионами редкоземельных элементов, из ацетатонитратов металлов, изготовлен образец керамики состава  $\text{Yb}_{0.1}\text{Y}_{1.7}\text{La}_{0.2}\text{O}_3$  высокого оптического качества. Исследованы его оптические и спектральные характеристики, получена лазерная генерация в квазинепрерывном режиме мощностью 7 Вт на длине волны 1033 нм с дифференциальной эффективностью 25%.*

**Ключевые слова:** лазерная керамика, оксид иттрия, лантаноиды, дисковый лазер.

## 1. Введение

В последнее время средние мощности высокоэффективных твердотельных лазеров существенно возросли. В подобных системах имеют место жесткие ограничения на выбор материала активных элементов (АЭ), поскольку из-за высокой средней мощности в них выделяется тепло, приводящее к возникновению паразитных тепловых эффектов – тепловой линзы и термонаведенного двулучепреломления – и при превышении определенного порога способное вызвать разрушение АЭ. Тепловые эффекты, в свою очередь, приводят к снижению качества генерируемого излучения и ограничивают дальнейший рост лазерной мощности.

Для генерации и усиления коротких импульсов спектр люминесценции активных ионов в материале должен быть достаточно широким, а сам материал (с целью уменьшения влияния нелинейных эффектов) должен годиться для изготовления элементов большой апертуры при сохранении высокого оптического качества. В результате, в лазерах, использующих такие традиционные среды, как YLF, YAG и др., практически достигнут предел средней мощности. Одними из перспективных материалов для изготовления АЭ высокоэффективных лазеров являются полупрозрачные оксиды редкоземельных металлов с кубической симметрией  $\text{R}_2\text{O}_3$  ( $\text{R} = \text{Sc}, \text{Y}, \text{Lu}$  и др.), активированные ионом  $\text{Yb}^{3+}$ . Использование иона  $\text{Yb}^{3+}$ , в котором отсутствуют процессы поглощения с возбужденного уровня, кросс-релаксации и концентрационного тушения, при лазерной накачке позволяет в 3 раза уменьшить тепловыделение, связанное с дефектом кванта по сравнению с ионом  $\text{Nd}^{3+}$  [1, 2]. Полупрозрачные оксиды редкоземельных металлов характеризуются большим коэф-

фициентом теплопроводности [3–6], лучшими термооптическими свойствами, ответственными за тепловую линзу и термонаведенную деполяризацию [7, 8], а также более широким спектром усиления [9, 10], чем у широко используемого  $\text{Yb}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  ( $\text{Yb}:\text{YAG}$ ). В лазерах с АЭ на основе полупрозрачных оксидов получены как высокие мощности непрерывного излучения с высокой дифференциальной эффективностью ( $\text{Yb}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3 - P = 670$  Вт,  $\eta_{\text{slope}} = 80\%$  [11],  $\text{Yb}^{3+}:\text{Sc}_2\text{O}_3 - 264$  Вт, 70% [5],  $\text{Yb}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3 - 70$  Вт, 70% [12]), так и короткие импульсы в режиме синхронизации мод ( $\text{Yb}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3 - P = 7$  Вт при  $\tau_p = 142$  фс, 25 Вт при 185 фс [13], 1.09 Вт при 71 фс [14],  $\text{Yb}^{3+}:\text{Sc}_2\text{O}_3 - 840$  мВт при 81 фс [14],  $\text{Yb}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3 - 7.4$  Вт при 547 фс [12], 540 мВт при 68 фс [15]). Отметим, что основные результаты достигнуты с использованием монокристаллических АЭ и только в работе [12] получены высокие средняя и пиковая мощности при использовании керамических АЭ.

Для получения излучения с высокими средней и пиковой мощностями перспективна технология дискового лазера [16]. Большинство из представленных выше результатов получено с использованием дисковой геометрии АЭ. Так, с одного дискового АЭ было получено 5.3 кВт средней мощности при хорошем качестве пучка [17].

Важным обстоятельством является возможность масштабирования АЭ. При масштабировании элементов из монокристаллов полупрозрачных оксидов возникает ряд проблем, связанных с высокой температурой их плавления и наличием фазовых переходов, что существенно сказывается на максимально возможном размере АЭ и его оптическом качестве. В то же время современные технологии производства керамик позволяют изготавливать элементы высокого оптического качества из широкого спектра материалов, в том числе и из полупрозрачных оксидов, с апертурами, существенно превышающими максимально возможные для монокристаллов при сохранении высокого оптического качества. Освоение технологий изготовления керамик лазерного качества из перспективных оптических материалов, а также сопутствующих технологий при построении дискового лазера является важным и актуальным для решения задачи получения лазерного излучения с одновременно высокими средней и пиковой мощностями.

И.Л.Снетков, И.Б.Мухин, О.В.Палашов. Институт прикладной физики РАН, Россия, 603950 Н.Новгород, ул. Ульянова, 46; e-mail: snetkov@appl.sci-nnov.ru, mib\_1982@mail.ru, palashov@appl.sci-nnov.ru

С.С.Балабанов, Д.А.Пермин. Институт химии высокочистых веществ РАН, Россия, 603950 Н.Новгород, ул. Тропинина, 49; e-mail: balabanov@ihps.nnov.ru, permin@ihps.nnov.ru

Поступила в редакцию 11 августа 2014 г.

Целью настоящей работы является демонстрация существенного прогресса в области производства отечественной керамики  $Y_2O_3$  лазерного качества, активированной ионом  $Yb^{3+}$ . С помощью метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [18], используя найденные ранее оптимальные параметры [19], в Институте химии высокочистых веществ РАН был изготовлен керамический образец. Экспериментально исследовано его качество, и получена эффективная лазерная генерация при использовании АЭ дисковой геометрии.

## 2. Изготовление активного элемента

Порошки для спекания образца керамики состава  $Yb_{0.1}Y_{1.7}La_{0.2}O_3$  были получены методом СВС с использованием ацетатонитратных комплексов металлов [19]. В качестве исходных веществ использовались оксид иттрия (99.99%), оксид лантана (99.99%), оксид иттербия (99.99%), азотная кислота (99.9999%) и уксусная кислота (99.9999%). Указанный метод СВС наилучшим образом подходит для синтеза нанопорошков, поскольку исходные соединения (уксусную и азотную кислоты, воду) легко очистить традиционными методами, получающиеся нанопорошки слабоагломерированы (агломераты разрушаются при прессовании) и не требуют удаления вспомогательных веществ (например, маточного раствора, как в методах осаждения из раствора). Дополнительной обработки порошков (размол или гранулирование) не проводилось. Хотя эти процедуры могут улучшить прессуемость порошков и повысить однородность компакта, более важным является сохранение высокой чистоты порошков. Материалы мелющих тел, растворители, пластификаторы вносят дополнительный загрязняющий эффект и существенно ухудшают спекаемость нанопорошков оксида иттрия.

Для получения компактов порошки были одноосно спрессованы под давлением 500 МПа в диски диаметром 15 и толщиной 2 мм. Поскольку отношение толщины к диаметру образцов много меньше единицы, условия прессования приближены к изостатическим, что позволяет получить достаточно высокую однородность распределения плотности компактов.

Спекание осуществлялось в вакуумной печи (СНВЭ 1.3.1) с вольфрамовыми нагревателями (остаточное давление  $\sim 10^{-3}$  Па) и экранной теплоизоляцией. На первой стадии образцы нагревались со скоростью 10 К/мин до 1850 °С. Затем температура в течение 5 мин была снижена до 1800 °С, и при этой температуре образцы выдерживались 2 ч. После этого температура снижалась до комнатной также со скоростью 10 К/мин. Указанный режим спекания обеспечивает более высокое качество оптических элементов, чем спекание при одной температуре.

После спекания и обработки диаметр и толщина образца составили 11.5 и 0.7 мм, полученный АЭ был отполирован с обеих сторон. Измерения его пропускания и рассеяния проводились по методике [19] с использованием источника коллимированного лазерного излучения (длина волны 1075 нм, мощность 10 мВт) и измерителя мощности Ophir PD300. Излучение пропускалось через исследуемый образец, мощность прошедшего сигнала регистрировалась сразу после образца (на расстоянии меньше 5 мм) и на расстоянии 5 м после него. В этих же положениях измерялась мощность излучения в отсутствие исследуемого образца. Исходя из данных эксперимента,

было оценено пропускание и рассеяние исследуемого образца на  $\lambda = 1075$  нм. Пропускание составило 82.6%, что с экспериментальной точностью совпадает с теоретическим значением пропускания для данного материала и соответствует потерям на поглощение на уровне менее  $0.01 \text{ см}^{-1}$ . Рассеяние составило 1.8%, что соответствует потерям на рассеяние  $0.26 \text{ см}^{-1}$ . Для сравнения в работе [19] потери на рассеяние в лучшем из исследованных образцов составили  $4.78 \text{ см}^{-1}$ , т. е. были в 18 раз больше. Для получения генерации на торцы АЭ были нанесены диэлектрические покрытия на длины волн  $\lambda_p = 940$  нм и  $\lambda_{gen} = 1030$  нм. На одну сторону АЭ наносилось отражающее покрытие, а на другую – просветляющее.

## 3. Исследование генерационных свойств

Оптическая схема созданного лазера изображена на рис.1. В качестве источника накачки АЭ использовался диодный лазер с волоконным выходом Laserline LDM 2000, излучающий на  $\lambda_p = 940$  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 50% мощности излучения. Дисковый элемент с помощью термопасты монтировался на охлаждаемый водой медный теплоотвод и помещался в резонатор, образованный двумя зеркалами 5 (сферическое с радиусом кривизны 30 мм и отражением  $\sim 100\%$  на  $\lambda_{gen} = 1030$  нм) и 6 (плоское выходное с отражением 96%) и задней зеркальной поверхностью АЭ. Длина одного плеча резонатора составляла 40 мм.

В квазинепрерывном режиме при накачке импульсами длительностью 3 мс с периодом повторения 32 мс на выходе резонатора наблюдалось излучение в режиме свободной генерации, мощность которого определялась измерителем мощности Ophir 10A. Спектр люминесценции в отсутствие генерации измерялся с помощью спектрометра SOLAR TII S150-2. Приемное волокно спектрометра подносилось сбоку на расстоянии 2–3 мм к накачиваемой области АЭ. Спектр попадающего в волокно излучения представлен на рис.2,а сплошной кривой. Аналогично был измерен спектр генерируемого излучения (рис.2,а, пунктирная кривая), которое было ослаблено и направлено в приемное волокно спектрометра. Зависимость мощности генерации от поглощенной мощности накачки показана на рис.2,б. Генерация возникала с максимумом на длине волны 1033 нм при превышении пороговой поглощенной мощности накачки 6.1 Вт. Дифференциальная эффективность составила 25%. При поглощенной мощ-

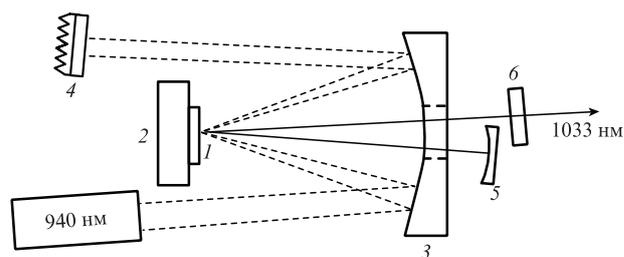


Рис.1. Схема генератора: 1 – образец лазерной керамики; 2 – медный теплоотвод; 3 – сферическое зеркало ( $R = 100\%$  на  $\lambda_p = 940$  нм); 4 – поглотитель; 5 – сферическое зеркало ( $R = 100\%$  на  $\lambda_{gen} = 1030$  нм); 6 – плоское выходное зеркало ( $R = 96\%$  на  $\lambda_{gen} = 1030$  нм).

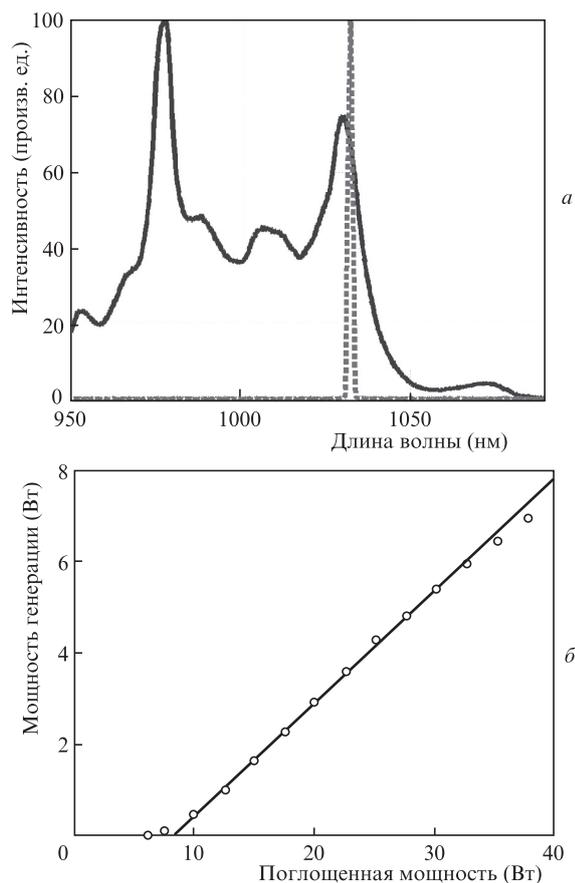


Рис.2. Спектры люминесценции (сплошная кривая) и спектр генерации (пунктирная кривая) (а), а также зависимость мощности генерации от поглощенной мощности накачки (б).

ности накачки 39 Вт в квазинепрерывном режиме получена мощность генерации 7 Вт. Отметим, что выходная мощность практически не менялась при сканировании излучением накачки по апертуре АЭ, что свидетельствует о его высокой однородности.

Измерения при больших мощностях накачки не проводились из-за теплового нагрева АЭ, обусловленного как его неоптимальной геометрией, так и неэффективностью использованной схемы его охлаждения. Продemonстрированная эффективность лазера ограничена не только качеством кристалла, но и неоптимальной схемой резонатора. В частности, не было установлено оптимальное пропускание выходного зеркала.

В дальнейшем мы планируем оптимизировать толщину АЭ и организовать многопроходную систему накачки, установить АЭ в квантрон, предназначенный для дискового АЭ [20], и получить эффективную непрерывную генерацию на образце керамики  $\text{Yb}_{0.1}\text{Y}_{1.7}\text{La}_{0.2}\text{O}_3$ .

#### 4. Заключение

Оптимизация режимов СВС, обеспечение необходимой концентрации оксида лантана в качестве спекающей

добавки, а также условий прессования и спекания позволили разработать методику получения керамики состава  $\text{Yb}_{0.1}\text{Y}_{1.7}\text{La}_{0.2}\text{O}_3$  высокого оптического качества с уменьшенными оптическими потерями на рассеяние. Удалось уменьшить потери на рассеяние с 4.78 [19] до  $0.26 \text{ см}^{-1}$ , что свидетельствует о значительном повышении качества изготовленной керамики. При поглощенной мощности накачки 39 Вт на длине волны 940 нм получена генерация в квазинепрерывном режиме мощностью 7 Вт на длине 1033 нм с дифференциальной эффективностью 25%.

Работа выполнена при поддержке мегагранта Правительства РФ № 14.В25.31.0024 (на базе Института прикладной физики РАН).

1. Fan T.Y. *IEEE J. Quantum Electron.*, **29**, 1457 (1993).
2. Krupke W.F. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, **6**, 1287 (2000).
3. Klein P., Croft W. *J. Appl. Phys.*, **38**, 1603 (1967).
4. Fan T.Y., Ripin D.J., Aggarwal R.L., Ochoa J.R., Chann B., Tilleman M., Spitzberg J. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, **13**, 448 (2007).
5. Peters R., Kränkel C., Friedrich-Thornton S.T., Beil K., Petermann K., Huber G., Heckl O.H., Baer C.R.E., Saraceno C.J., Südmeyer T., Keller U. *Appl. Phys. B*, **102**, 509 (2011).
6. Südmeyer T., Kränkel C., Baer C.R.E., Heckl O.H., Saraceno C.J., Golling M., Peters R., Petermann K., Huber G., Keller U. *Appl. Phys. B*, **97**, 281 (2009).
7. Cardinali V., Marmois E., Garrec B.L., Bourdet G. *Opt. Mater.*, **34**, 990 (2012).
8. Snetkov I.L., Silin D.E., Palashov O.V., Khazanov E.A., Yagi H., Yanagitani T., Yoneda H., Shirakawa A., Ueda K., Kaminskii A.A. *Opt. Express*, **21**, 21254 (2013).
9. Marchese S.V., Baer C.R.E., Peters R., Kränkel C., Engqvist A.G., Golling M., Maas D.J.H.C., Petermann K., Südmeyer T., Huber G., Keller U. *Opt. Express*, **15**, 16966 (2007).
10. Tokurakawa M., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Kaminskii A.A. *Opt. Lett.*, **32**, 3382 (2007).
11. Weichelt B., Wentsch K.S., Voss A., Ahmed M.A., Graf T. *Laser Phys. Lett.*, **9**, 110 (2012).
12. Tokurakawa M., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Kaminskii A.A., Beil K., Kränkel C., Huber G. *Opt. Express*, **20**, 10847 (2012).
13. Beil K., Saraceno C., Schriber C., Emaury F., Heckl O., Baer C.E., Golling M., Südmeyer T., Keller U., Kränkel C., Huber G. *Appl. Phys. B*, **113**, 13 (2013).
14. Tokurakawa M., Shirakawa A., Ueda K., Peters R., Friedrich-Thornton S.T., Petermann K., Huber G. *Opt. Express*, **19**, 2904 (2011).
15. Tokurakawa M., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Noriyuki M., Yanagitani T., Kaminskii A.A. *Opt. Express*, **17**, 3353 (2009).
16. Giesen A., Hugel H., Voss A., Witting K., Brauch U., OPOWER H. *Appl. Phys. B*, **58**, 365 (1994).
17. Giesen A., Speiser J. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, **13**, 598 (2007).
18. Balabanov S.S., Gavrishchuk E.M., Kut'in A.M., Permin D.A. *Inorg. Mater.*, **47**, 484 (2011).
19. Balabanov S.S., Bykov Y.V., Egorov S.V., Ereemeev A.G., Gavrishchuk E.M., Khazanov E.A., Mukhin I.B., Palashov O.V., Permin D.A., Zelenogorsky V.V. *Opt. Mater.*, **35**, 727 (2013).
20. Kuznetsov I.I., Mukhin I.B., Silin D.E., Vyatkin A.G., Vadimova O.L., Palashov O.V. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, **50**, 133 (2014).