

PACS 42.55.Rz; 42.60.Jf; 42.60.Lh; 81.05.Je; 81.05.Mh

# Лазерные $\text{Re}^{3+}$ : YAG-керамики: получение, оптические свойства и генерационные характеристики

С.Н.Багаев, В.В.Осипов, С.М.Ватник, В.А.Шитов, И.Ш.Штейнберг, И.А.Ведин, П.Ф.Курбатов, К.Е.Лукияшин, Р.Н.Максимов, В.И.Соломонов, П.Е.Твердохлеб

*Сообщается о создании высокопрозрачных керамик из иттрий-алюминиевого граната, активированного гольмием либо иттербием или неодимом. Керамики получены из смеси нанопорошков, синтезированных методом лазерной абляции. Представлены результаты исследований их структурных и спектральных характеристик. В исследуемых образцах, содержащих ионы гольмия  $\text{Ho}^{3+}$  и неодима  $\text{Nd}^{3+}$ , достигнута лазерная генерация с дифференциальной эффективностью от 40% и 35.3% соответственно; максимальная мощность генерации составила более 4 Вт. Согласно оценке внутренние потери на поглощение и рассеяние для 1% Nd:YAG-керамики составили  $1.6 \times 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ .*

**Ключевые слова:** иттрий-алюминиевый гранат, гольмий, иттербий, неодим, нанопорошок, керамика, спектр пропускания, лазерная генерация.

## 1. Введение

Впервые высокопрозрачная лазерная Nd:YAG-керамика синтезирована в 1995 г. группой японских учёных во главе с Икесью [1], причём полученная удельная мощность лазерной генерации в этой керамике не уступала реализуемой в монокристаллах. Высокопрозрачная керамика на основе YAG оказалась крайне привлекательным материалом для активных элементов лазеров, что обусловлено относительной простотой изготовления, низкой стоимостью, отсутствием ограничений на размеры, возможностью создания многослойных структур. Было установлено, что для достижения высокой прозрачности керамики необходимо выполнить ряд обязательных требований – это малая толщина межзёрненных границ ( $\sim 1$  нм) и отсутствие пор и вторых фаз (менее 1–10 ppm) [2, 3].

В ходе исследований сложились два метода изготовления керамики, позволяющих выполнить эти требования. В первом методе, подробно изложенном в [2] и получившем название метода твёрдофазных реакций [3] или метода реакционного спекания [4], используются коммерческие порошки оксидов, которые после длительного размла смешиваются, компактируются и спекаются. При этом фазовые превращения  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в  $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  (Nd:YAG) происходят в процессе вакуумного спекания керамики. Согласно второму методу [5, 6] синтез керамик производится из нанопорошков Nd:YAG.

Оба метода имеют ряд разновидностей, отличающихся способом получения нанопорошков, их смешиванием, введением в них связующих и спекающих добавок, способами компактирования нанопорошков и режимами спекания керамики [1, 2, 7, 8]. Наличие этих технологических особенностей приводит к тому, что число научных групп, в которых создаваемые образцы керамик имеют теоретическую прозрачность ( $\sim 84\%$ ), по-прежнему невелико. Одной из причин этого факта, на наш взгляд, является недостаточная точность обеспечения стехиометрического состава иттрий-алюминиевого граната.

Ранее [9] нами было показано, что с необходимой точностью стехиометрию YAG можно обеспечить при использовании смеси нанопорошков  $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Для этого достаточно правильно взвесить необходимые ингредиенты. По существу, предложенный нами метод синтеза высокопрозрачной Nd:YAG-керамики является аналогом метода реакционного спекания с той лишь разницей, что Nd уже находится в решётке  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Цель настоящей работы – исследование возможности этого метода для приготовления высокопрозрачной керамики YAG, активированной разными редкоземельными элементами ( $\text{Re} = \text{Nd}, \text{Yb}, \text{Ho}$ ), из смесевых нанопорошков ( $\text{Re}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), полученных методом лазерной абляции, без применения поверхностно-активных веществ, но с использованием тетраэтилортосиликата (ТЭОС) в качестве спекающей добавки.

## 2. Объекты исследования

Грубые коммерческие порошки  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  чистотой не менее 99.99% использовались для приготовления лазерных мишеней четырёх составов ( $\text{Ho}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) с последующим их испарением излучением  $\text{CO}_2$ -лазера. Содержание редкоземельных ионов Ho, Yb, Nd в трёх первых составах составило примерно 1 ат.%. При конденсации пара в потоке воздуха образовывались наночастицы со средним размером 12–15 нм. Более подробно технология лазерного синтеза оксидных нанопорошков описана в [9].

С.Н.Багаев, С.М.Ватник, И.А.Ведин, П.Ф.Курбатов. Институт лазерной физики СО РАН, Россия, 630090 Новосибирск, просп. Акад. Лаврентьева, 13/3; e-mail: vatnik@laser.nsc.ru  
В.В.Осипов, В.А.Шитов, К.Е.Лукияшин, Р.Н.Максимов, В.И.Соломонов. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амурдсена, 106; e-mail: osipov@iep.uran.ru, vlad@iep.uran.ru  
И.Ш.Штейнберг, П.Е.Твердохлеб. Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090 Россия, Новосибирск, просп. Акад. Коптюга, 1

Поступила в редакцию 29 января 2015 г., после доработки – 6 февраля 2015 г.

Далее нанопорошки оксидов  $\text{Re}^{3+}$ :  $\text{Y}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в соотношении  $(\text{Re} + \text{Y})_2\text{O}_3$ :  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 3:5$  смешивались в течение 48 ч в этиловом спирте с шарами из оксида циркония. На стадии смешивания в качестве спекающей добавки использовался ТЭОС в количестве 0.5 мас.%. Соотношение масс нанопорошка, шаров и спирта было 1:4:8 соответственно. Затем смесь выпаривалась в вакуумном ротационном испарителе и отжигалась на воздухе при температуре 600 °С в течение 3 ч для удаления органических примесей. При этом агломерации нанопорошков не наблюдалось.

Из сухой отожжённой смеси нанопорошков компактировались брикеты с относительной плотностью 20%, которые прокаливались в атмосферной печи при температуре 1200 °С в течение 3 ч. Затем эти брикеты размалывались в среде этилового спирта шарами из оксида циркония, стабилизированного иттрием (YSZ), в течение 48 ч, после чего размолы выпаривались и высушивались.

Компактирование полученных размолов в диски диаметром 15 мм и толщиной 2–4 мм осуществлялось методом сухого одноосного статического прессования под давлением 200 МПа. Плотность компактов  $\text{Re}:\text{YAG}$  составляла ~50% относительно рентгеновской плотности данного вещества. Затем компакты спекались в вакуумной печи при температуре 1780 °С в течение 20 ч. В дальнейшем полученные образцы керамики подвергались просветляющему отжигу и механической полировке. По данным рентгенофазового анализа, проведенного на дифрактометре D8 Discover, керамические образцы имели основную кристаллическую структуру иттрий-алюминиевого граната. Дополнительно проводился анализ на наличие вторых фаз люминесцентным методом [10], позволяющий обнаруживать присутствие вторых фаз с содержанием менее 1%. В случае их обнаружения выполнялась коррекция соотношения смеси нанопорошков. В результате были получены образцы керамики, представляющие собой практически совершенные поликристаллы.

### 3. Результаты и их обсуждение

На рис.1 представлена фотография образцов спечённой  $\text{Re}:\text{YAG}$ -керамики после просветления и полировки.

**Структурные характеристики.** С помощью оптического микроскопа OLYMPUS BX51TRF-5 был оценен средний размер кристаллитов, составивший 14, 15 и 17 мкм в образцах  $\text{Ho}:\text{YAG}$ -,  $\text{Yb}:\text{YAG}$ - и  $\text{Nd}:\text{YAG}$ -керамик соответственно; доля рассеивающих центров в этих керамиках не превышала 30 ppm.

Для исследования распределения неоднородностей оптической керамики по глубине применялся метод коллинеарного гетеродинного детектирования (рис.2), в котором используются два когерентных сфокусированных световых пучка: опорный 1 и гетеродинный 2. Частота гетеродинного пучка сдвинута на  $\Delta F = 88$  МГц относительно

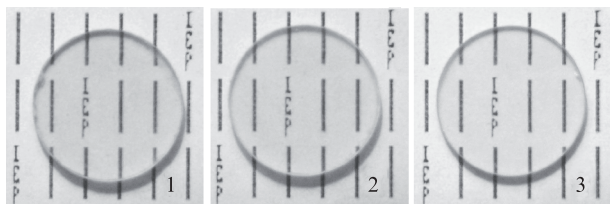


Рис.1. Фотографии  $\text{Ho}:\text{YAG}$ - (1),  $\text{Yb}:\text{YAG}$ - (2) и  $\text{Nd}:\text{YAG}$ -керамик (3).

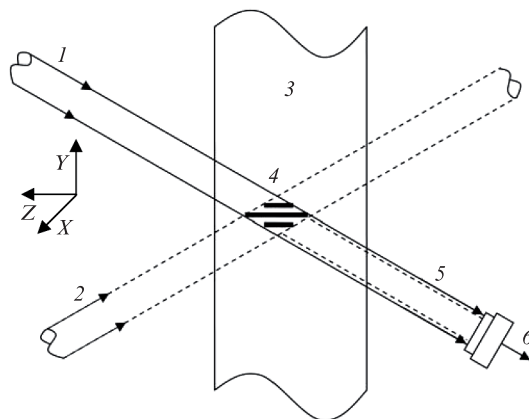


Рис.2. Схема, иллюстрирующая метод исследования пространственного распределения оптической неоднородности в объёмном материале с помощью коллинеарного гетеродинного детектирования.

но частоты опорного пучка. В области пересечения этих сфокусированных пучков формируется бегущая интерференционная микрорешётка, совмещённая с шумовой решёткой 4, расположенной в глубине лазерной керамики 3. Световой пучок 5 образуется в результате дифракции гетеродинного пучка 2 на шумовой решётке. Если пространственная частота шумовой решётки равна или близка к пространственной частоте бегущей микрорешётки, то пучок 5 будет распространяться в том же направлении (коллинеарно), что и опорный пучок 1. Взаимодействие двух коллинеарных пучков с разными частотами света приводит к возникновению фототока с разностной частотой  $\Delta F$  на выходе фотодиода 6. Этот сигнал несёт информацию об амплитуде шумовой решётки.

В качестве источника излучения использовался полупроводниковый лазер с длиной волны 660 нм, а в качестве фокусирующего объектива – микрообъектив с рабочим отрезком 2 мм и числовой апертурой  $\text{NA} = 0.6$ . В фокальной плоскости микрообъектива формировалась микрорешётка размером  $\Delta x \times \Delta y = 0.8 \times 1.3$  мкм. Размер микрорешётки по толщине среды (по уровню 1/2) для дифракционно-ограниченных пучков  $\Delta z = 6.8$  мкм. Следует отметить, что гетеродинное детектирование происходит только в области пересечения пучков 1 и 2, где формируется микрорешётка. Подробное описание метода приведено в [11].

Перемещая образец по оси  $Z$  (по глубине), можно получить одномерную картину распределения оптических неоднородностей. Однако более полное представление о распределении неоднородностей даёт двумерная картина, полученная в результате проведения цикла сканирования по глубине и последовательного сдвига в поперечном направлении (вдоль оси  $Y$ ). Так, на рис.3,а приведен пример синтезированного изображения распределения оптических неоднородностей (топограмма), полученного в результате такого двумерного сканирования в  $\text{Ho}:\text{YAG}$ -керамике. Из рис.3 следует, что количество неоднородностей в керамике, по крайней мере в этой области сканирования, мало, а их размер не превышает 1–2 мкм, поскольку на соседних сканах они не отслеживаются. В предположении фазового характера неоднородностей изменение показателя преломления за счёт их присутствия составляет  $\sim 10^{-4}$ .

На рис.4 представлены результаты аналогичного исследования образца  $\text{Nd}:\text{YAG}$  № 1570 (содержание неодима составляло 1 ат. %). Видно, что шум рассеяния в объёме

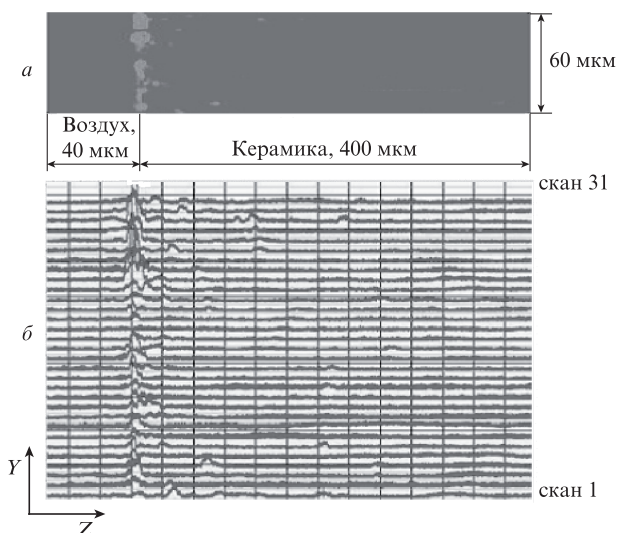


Рис.3. Графическое представление результатов двумерного сканирования Ho:YAG-керамики: топограмма сигнала считывания области  $Y \times Z = 60 \times 400$  мкм (а) и амплитуды сигналов считывания, полученные во всех циклах считывания (с 1-го по 31-й) (б).

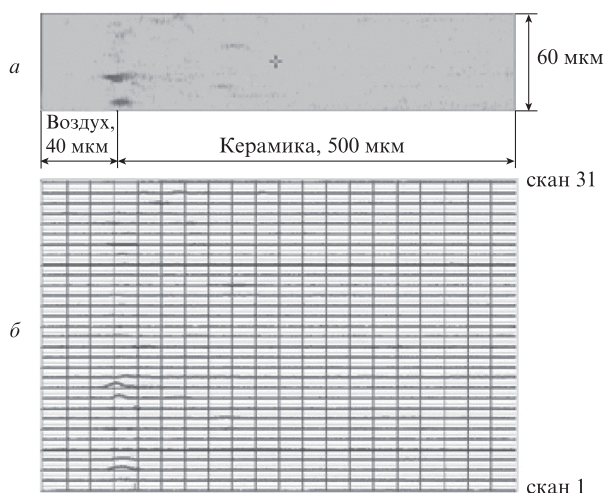


Рис.4. Графическое представление результатов двумерного сканирования лазерной Nd:YAG-керамики: топограмма сигнала считывания области  $Y \times Z = 60 \times 500$  мкм (а) и амплитуды сигналов считывания, полученные во всех (31) циклах сканирования (б).

ёме данного образца керамики весьма мал. Для примера проанализируем более детально скан 1 (рис.4,б). Учитывая, что гетеродинное детектирование даёт информацию не только об амплитуде сигнала, но и о его фазе, на рис.5 приведены распределения амплитуды и фазы сигнала на выходе фотоприёмника, полученные при сканировании.

Среднеквадратичное значение шумов в воздухе составляет 5 мВ и определяется шумами усилителя фототока и наводками на элементы электронных схем. Среднеквадратичное значение напряжения шума в керамике (область 50–540 мкм) составляет 6.4 мВ и лишь незначительно превышает шум рассеяния в воздухе. Распределение амплитуды сигнала считывания в этом случае не позволяет выделить информацию о рассеивающих центрах в области сканирования. В то же время картина распределения фазы является более информативной. В тех областях, где рассеяние мало, фаза распределена случайным образом от  $-\pi$  до  $\pi$ , однако при прохождении рассеивающего

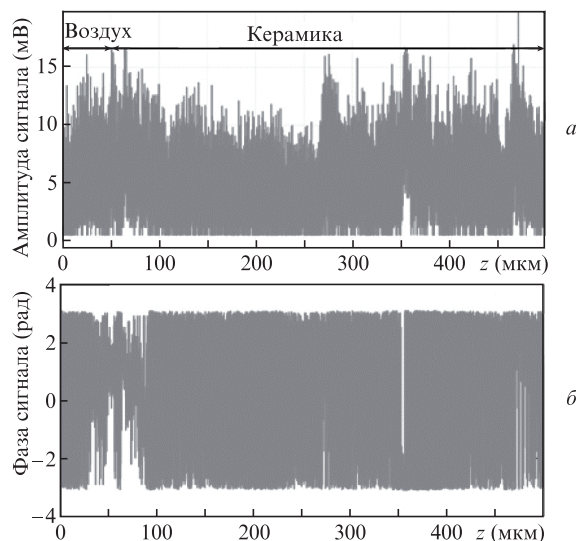


Рис.5. Распределения амплитуды (а) и фазы сигнала считывания (б), полученные при проведении сканирования Nd:YAG-керамики по глубине (скан 1 на рис.4,б)

центра она меняется незначительно. Так, по картине распределения фазы, представленной на рис.5,б, можно легко выделить границу керамики (область от 40 до 60 мкм), а также небольшие рассеивающие центры, находящиеся вдоль линии сканирования на глубинах 270, 360 и 470 мкм. Размер области слабо изменяющейся фазы вблизи 360 мкм составляет 6–7 мкм, что соответствует размеру аппаратной функции метода по глубине. Отсюда можно сделать вывод, что размер неоднородности не превышает 1 мкм. Более точные данные о размерах неоднородности можно получить, имея априорную информацию о его природе.

**Спектральные характеристики.** На рис.6 представлены спектры пропускания образцов керамик всех трёх составов. Спектры сняты на спектрофотометре Shimadzu UV-1700 в диапазоне 200–1100 нм при комнатной температуре. Видно, что пропускание Nd:YAG-керамики в окрестности длины волны 1 мкм достигает практически предельного значения (~84%), реализуемого в лучших лазерных монокристаллах.

**Генерационные характеристики.** Исследовались генерационные свойства Ho:YAG- и Nd:YAG-керамик. Первая керамика выбрана потому, что трёхвалентный ион гольмия излучает в области 1.8–2.1 мкм. Лазерные источ-

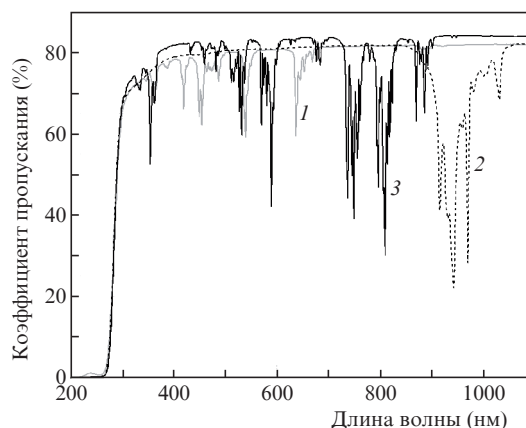


Рис.6. Спектры пропускания Ho:YAG- (1), Yb:YAG- (2) и Nd:YAG-керамик (3).

ники такого диапазона длин волн представляют значительный интерес для целого ряда приложений, включая дистанционное зондирование атмосферы [12, 13], дальнометрию [14], экологический мониторинг [15, 16], а также накачку оптических параметрических преобразователей [17–19]. Использование в качестве активных элементов высокопрозрачных лазерных керамик существенно расширяет возможности таких лазерных систем, прежде всего за счёт повышения удельного энергоёмкости и улучшения КПД генерации [20, 21]. К тому же в работах [22–24] исследованы генерационные характеристики  $\text{Ho}:\text{YAG}$ -керамик. При накачке в максимум поглощения на длине волны 1.907 мкм получены выходная мощность генерации свыше 20 Вт и дифференциальная эффективность (ДЭ)  $\eta$  более 60%, что вплотную приближается к аналогичным параметрам для кристаллических активных элементов [19]. Керамика  $\text{Nd}:\text{YAG}$  выбрана по той причине, что она является наиболее перспективной для создания мощных лазеров [2, 5, 6]. В обоих случаях использовались образцы керамики в виде дисков  $\varnothing 11 \times 1$  мм.

**Ho:YAG-керамика.** Для накачки керамики применялся дисковый тулиевый лазер с длиной волны 1.85 мкм (кристалл двойного калий-лютециевого вольфрамата 5%  $\text{Tm}:\text{KLuW}$  толщиной 250 мкм). В связи с тем, что оптическая плотность керамики даже в максимуме поглощения на  $\lambda = 1.907$  мкм сравнительно невелика (около 15%), для накачки образца керамики использовалась внутрирезонаторная схема. В данном случае резонатор был образован плотным зеркалом на поверхности кристалла 5%  $\text{Tm}:\text{KLuW}$  и частично пропускающим зеркалом ( $T_{\text{oc}} = 0.6\%$ ) на внешней поверхности образца керамики. Все оптические поверхности внутри резонатора были просветлены на спектральный диапазон 1.85–2.1 мкм, с остаточными потерями для каждого покрытия не более 0.1% в области 1.85 мкм и  $\sim 0.5\%$  в области 2.1 мкм. Излучение тулиевого лазера фокусировалось на образец керамики линзой из плавленого кварца КИ с фокусным расстоянием 18 мм, установленной на одинаковом расстоянии от образца и дискового элемента тулиевого лазера. Физическая длина резонатора составила 50 мм. Накачка дискового активного элемента 5%  $\text{Tm}:\text{KLuW}$  осуществлялась коллимированным излучением двух линеек лазерных диодов ( $\lambda_{\text{ex}} = 806$  нм), диаметр пятна накачки был равен 0.95 мм. Для уменьшения тепловых потоков все измерения проводились в квазинепрерывном режиме со скважностью 14%, длительность импульсов тока на линейках составила 7 мс, период повторения – 50 мс. Во всех случаях поглощённая мощность накачки определялась как разность между прошедшей и падающей оптическими мощностями световых потоков (накачка, генерация) и регистрировалась измерителем мощности Ophir L30A. Спектры генерации измерялись с помощью монохроматора МДР-204, фотоспротивления ФР-185 и селективного нановольтметра Upiran-233; спектральное разрешение (FWHM) составило  $\sim 0.5$  нм.

Зависимости средней выходной мощности генерации от средней поглощённой мощности накачки приведены на рис. 7. Кривая 2 получена для  $\text{Ho}:\text{YAG}$ -керамики с диэлектрическими покрытиями и соответствует суммарной выходной мощности генерации тулиевого лазера ( $\lambda = 1.85$  мкм) и керамики на  $\lambda = 2.09$  мкм. Кривая 1 соответствует мощности излучения тулиевого лазера с  $\lambda = 1.85$  мкм при замене керамики на плоское диэлектрическое зеркало с пропусканием 0.6%, а кривые 3 и 4 – мощностям на

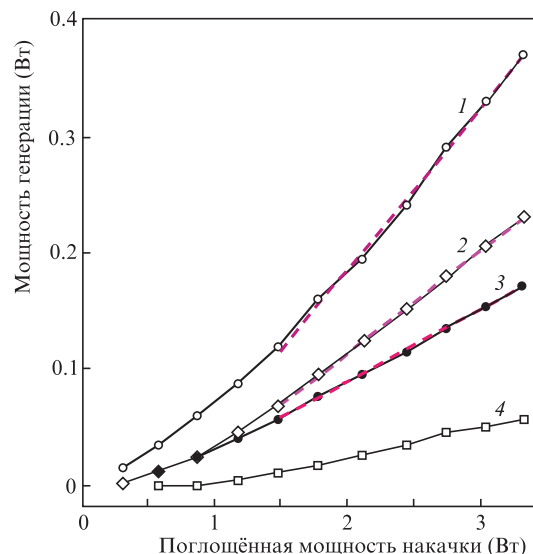


Рис. 7. Зависимости средней мощности генерации от поглощённой мощности накачки. Штриховые кривые – линейные аппроксимации соответствующих зависимостей для определения дифференциальной эффективности  $\eta_{\text{exp}}$ .

длинах волн 1.85 и 2.09 мкм, полученным пересчётом относительных интенсивностей спектров генерации.

Начиная с пороговой мощности накачки  $\sim 1.0$  Вт (см. рис. 7), в резонаторе одновременно возбуждаются два световых поля, соответствующих переходам  ${}^3\text{F}_4 \rightarrow {}^3\text{H}_6$  ионов  $\text{Tm}^{3+}$  в матрице  $\text{KLuW}$  ( $\lambda = 1.85$  мкм) и  ${}^5\text{I}_7 \rightarrow {}^5\text{I}_8$  ионов  $\text{Ho}^{3+}$  в матрице  $\text{YAG}$  ( $\lambda = 2.09$  мкм). Поглощение керамики  $\text{Ho}:\text{YAG}$  (за два прохода) на  $\lambda = 1.85$  мкм ( $T_{\text{abs}}$ ) в режиме ненасыщенного поглощения составляло 3.0%, а с учетом 20%-ной инверсии [24] в режиме генерации – 2.4%. Таким образом, совокупные потери в резонаторе с керамикой  $\text{Ho}:\text{YAG}$  определялись как  $T_{\text{abs}} + T_{\text{oc}} + T_{\text{loss}}$  (где  $T_{\text{loss}}$  – паразитные потери в резонаторе (за обход) на поглощение и рассеяние), отнесённые к длине волны 1.85 мкм. При замене керамики на выходное зеркало с пропусканием  $T_{\text{oc}}$  поглощение отсутствовало, т. е.  $T_{\text{abs}} = 0$ . В соответствии с общими соотношениями [25] экспериментально определяемая ДЭ может быть записана как

$$\eta_{\text{exp}} = \eta T_{\text{oc}} / (T_{\text{abs}} + T_{\text{oc}} + T_{\text{loss}}), \quad (1)$$

где  $\eta$  – предельная ДЭ генерации для идеального резонатора без потерь. Применяя (1) к зависимостям, которые описываются кривыми 1 и 3, получаем соотношение

$$(0.6\% + T_{\text{loss}}) / (3.0\% + T_{\text{loss}}) = (6.2\%) / (14.0\%) = 0.44, \quad (2)$$

где 14.0% и 6.2% соответствуют ДЭ генерации для кривых 1 и 3. Таким образом, соотношения (1), (2) позволяют оценить потери  $T_{\text{loss}}$ , которые равны  $\sim 1.2\%$  при  $\eta = 45\%$ , что находится в хорошем согласии с результатами работ [26, 27]. Оценка  $T_{\text{loss}} \approx 1.2\%$  выглядит вполне правдоподобной в силу большого числа оптических поверхностей внутри резонатора. В соответствии с этими оценками поглощённая керамикой световая мощность в пять раз превышает выходную мощность генерации относительно кривой 3 (см. рис. 7).

С другой стороны, на длине волны 2.09 мкм потери в резонаторе увеличиваются как минимум до  $T_{\text{loss}}(2.09) \approx 3.0\%$ , прежде всего за счёт увеличения остаточного отра-

жения от поверхностей линзы, т.е. внутрирезонаторные потери минимум в пять раз превышают коэффициент пропускания выходного зеркала  $T_{oc}(2.09)$ , равный 0.6%. Таким образом, из сравнения кривых 3 и 4 с учётом (1) можно оценить предельную ДЭ генерации Ho:YAG-керамики на переходе  $^5I_7 \rightarrow ^5I_8$  при внутрирезонаторной накачке по отношению к поглощённой мощности на длине волны 1.85 мкм:  $\eta \approx 40\%$ . Это примерно вдвое меньше аналогичного параметра для кристаллов Ho:YAG [18, 24], что можно объяснить наличием возможных структурных микродефектов в керамике.

**Nd:YAG-керамика.** Исследования генерационных характеристик лазерных 1% Nd:YAG-керамик были проведены на образце № 1570, синтезированном в ИЭФ УрО РАН, и «реперном» образце R10097, синтезированном в Baikowski Ltd. (Konoshima Chem.). Образцы имели форму дисков с плоскими полированными поверхностями и размерами  $\varnothing 11 \times 15$  мм и  $\varnothing 10 \times 2.2$  мм соответственно. Для сравнения были дополнительно измерены коэффициенты пропускания обоих образцов на спектрофотометре Shimadzu UV-3101PC в спектральном диапазоне 800–1100 нм (рис.8).

В обоих образцах максимумы поглощения в ближней ИК области спектра центрированы на длине волны 808 нм. Важно отметить, что пропускание обеих керамик в области прозрачности (1000–1100 нм) одинаково в пределах погрешности измерений ( $\pm 0.5\%$ , определяется долговременной стабильностью спектрофотометра) и соответствует расчётному пропусканию  $T_c = 83.9\%$  оптического материала с показателем преломления  $n = 1.815$  (случай «идеальной» однородной керамики, учтены только френелевские потери на отражение).

Затем на поверхности дисков были нанесены диэлектрические покрытия: на одну – широкополосное просветляющее с остаточным отражением  $R < 0.15\%$  на длинах волн накачки (808 нм) и генерации (1064 нм); на вторую – комбинированное отражающее, состоящее из диэлектрического плотного зеркала ( $R > 99.8\%$  при  $\lambda = 1064$  и 808 нм) и дополнительного слоя металлизации, уменьшающего остаточные потери на пропускание до уровня  $\sim 0.05\%$  для обеих длин волн. Для эффективного отвода тепла керамические диски устанавливались на медные те-

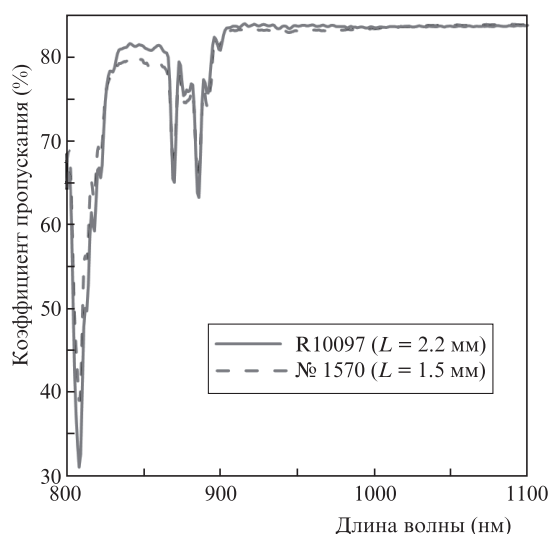


Рис.8. Спектры пропускания образцов 1% Nd:YAG-керамики – R10097 (сплошная кривая) и № 1570 (штриховая кривая).

плоотводы через промежуточный слой индиевой фольги толщиной 100 мкм с использованием различных методов пайки и обжима.

Накачка образцов керамик 1% Nd:YAG № 1570 и R10097 осуществлялась двумя диодными линейками, излучение которых фокусировалось при помощи двухзеркальных коллиматоров и вспомогательной оптики в пятно круглой формы с диаметром в фокусе 1.2 мм. Совокупная оптическая мощность накачки достигала 50 Вт, излучение линеек имело спектральную ширину  $\sim 4$  нм и было центрировано на длине волны 808 нм за счёт соответствующей термостабилизации корпусов линеек.

В ходе предварительных исследований генерационных характеристик образцов было установлено, что изменение физической длины резонатора  $L$  в диапазоне 20–100 мм незначительно (в пределах  $\sim 5\%$ ) влияет на выходную мощность генерации, а при  $L > 100$  мм начинается резкое уменьшение мощности, обусловленное выходом из зоны устойчивости. В связи с этим все генерационные эксперименты проводились при  $L = 20$  мм, для которой выходная мощность генерации имела наибольшее значение ( $L = 20$  мм является минимальной длиной, при которой пучок накачки не перекрывается выходным зеркалом). В качестве выходных использовались два вогнутых сферических зеркала с радиусом кривизны  $r = 100$  мм и коэффициентами пропускания  $T = 2.6\%$  и  $10.5\%$  на  $\lambda = 1064$  нм. Для резонатора с такими параметрами диаметр гауссова пучка составлял 0.23 мм. Поскольку размер пятна накачки был значительно больше (1.2 мм), сравнение лазерных керамик проводилось по критерию максимальной выходной мощности и КПД генерации, при этом модовый состав излучения не контролировался. Для измерения оптической мощности накачки и генерации использовался Ophir L30A.

На рис.9 представлены результаты измерения генерационных характеристик образцов 1% Nd:YAG-керамик №1570 и R10097 для двухпроходной схемы накачки, где поглощённая мощность рассчитывалась как разность между падающей и прошедшей. Согласно представленным результатам пороги генерации обоих образцов практически совпадают, при этом ДЭ генерации керамики R10097

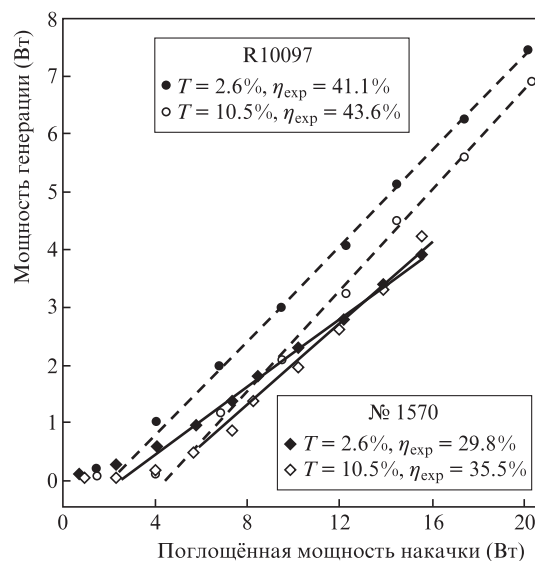


Рис.9. Зависимости выходной мощности генерации от поглощённой мощности накачки для образцов лазерных керамик 1% Nd:YAG № 1570 (ромбы) и R10097 (кружки).

составила 41.1% ( $T = 2.6\%$ ) и 43.6% ( $T = 10.5\%$ ), а для керамики № 1570 – 29.8% ( $T = 2.6\%$ ) и 35.5% ( $T = 10.5\%$ ). Из сравнения ДЭ при различном пропускании выходного зеркала можно оценить внутрирезонаторные потери (за два прохода), которые составили 0.2% для керамики R10097 и 0.7% для керамики № 1570. Если предположить, что потери на поглощение и рассеяние в объёме «реперного» образца R10097 значительно меньше, чем потери на оптических поверхностях (просветляющие покрытия и зеркала, включая выходное), то потери в исследуемом образце № 1570 оцениваются как  $\sim 0.5\%$  на длине волны генерации (два прохода), т. е. величина удельных потерь составляет  $\sim 1.6 \times 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ . При таких потерях ДЭ керамики № 1570 (35.5%) достигает 80% от аналогичной величины для «реперного» образца R10097 (43.6%).

#### 4. Заключение

В работе дано описание технологии синтеза высокопрозрачных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната, активированного редкоземельными ионами гольмия, иттербия и неодима. Получены образцы керамик с прозрачностью, близкой к теоретическому пропусканию. В керамиках  $\text{Ho:YAG}$  и  $\text{Nd:YAG}$  параметры генерации близки по порогам и дифференциальной эффективности к лучшим зарубежным образцам. Однако достигнутые дифференциальные эффективности 40% ( $\text{Ho:YAG}$ ) и 36% ( $\text{Nd:YAG}$ ) уступают лучшим мировым показателям. Возможно, это связано со снижением прозрачности в коротковолновой области спектра, вызванным скорее всего наличием неоднородностей малого размера. В этой связи, дальнейшее улучшение оптической однородности лазерных керамик остается актуальной научно-технической задачей, имеющей приоритетное значение для разработки современных твердотельных лазерных систем мульткиловаттного класса.

Работа выполнена в рамках Программы президиума РАН «Экстремальные световые поля и их приложения», а также при поддержке РФФИ (гранты № 14-08-00181 и 14-02-00732-а).

1. Ikesue A., Kinoshita T., Kamata K., Yoshida K. *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 1033 (1995).
2. Ikesue A., Aung Y.L., Taira T., Kamimura T., Yoshida K., Messing G.L. *Annu. Rev. Mater. Res.*, **36**, 397 (2006).
3. Kochawattana S., Stevenson A., Lee S.-H., Ramirez M., Gopalan V., Dumm J., Castillo V.K., Quarles G.J., Messing G.L. *J. Eur. Ceram. Soc.*, **28**, 1527 (2008).
4. Byer R.L. *Proc. 3rd Laser Ceramics Symposium: International Symposium on Transparent Ceramics for Photonic Applications* (Paris, CNRS, 2007, IO-G-1).
5. Lu J., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Akiyama Y., Kaminskii A.A. *J. Alloy. Compd.*, **341**, 220 (2002).
6. Lu J., Yagi H., Takaichi K., Uematsu T., Bison J.-F., Feng Y., Shirakawa A., Ueda K.-I., Yanagitani T., Kaminskii A.A. *Appl. Phys. B*, **79**, 25 (2004).
7. Бакунов В.С., Беляков А.В., Лукин Е.С., Шаяхметов У.Ш. *Оксидная керамика: спекание и ползучесть* (М.: изд-е РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2007).
8. Bagaev S.N., Osipov V.V., Solomonov V.I., Shitov V.A., Maksimov R.N., Lukyashin K.E., Vatnik S.M., Vedin I.A. *Opt. Mater.*, **34**, 1482 (2012).
9. Osipov V.V., Kotov Yu. A., Ivanov M.G., Samatov O.M., Lisenkov V.V., Platonov V.V., Murzakaev A.M., Medvedev A.I., Azarkevich E.I. *Laser Phys.*, **16**, 116 (2006).
10. Осипов В.В., Соломонов В.И., Спирина А.В. *Оптический журнал*, **78** (6), 81 (2011).
11. Твердохлеб П.Е., Щепеткин Ю.А., Штейнберг И.Ш., Ватник С.М., Беликов А.Ю., Ведин И.А., Курбатов П.Ф. *Квантовая электроника*, **44**, 588 (2014).
12. Fischer C., Sorokin E., Sorokina I.T., Sigrist M.W. *Opt. Lasers Eng.*, **43**, 573 (2005).
13. Wang L., Gao C., Gao M., Li Y., Yue F., Liu L. *Opt. Eng.*, **53**, 061603 (2013).
14. Mizutani K., Itabe T., Ishii Sh., Aoki T., Asai K., Sato A., Fukuoka H., Ishikawa T. *Proc. SPIE Int. Opt. Soc. Eng.*, **7153**, 71530J (2008).
15. Godart A. *Physique*, **8**, 1100 (2007).
16. Gibert F., Flamant P.H., Bruneau D., Loth C. *Appl. Opt.*, **45**, 4448 (2006).
17. Budni P.A., Pomeranz L.A., Lemons M.L., Miller C.A., Mosto J.R., Chicklis E.P. *J. Opt. Soc. Am. B*, **17**, 723 (2000).
18. Lippert E., Fonnum H., Arisholm G., Stenersen K. *Opt. Express*, **18**, 26475 (2010).
19. Haakestad M. W., Fonnum H., Arisholm G., Lippert E., Stenersen K. *Opt. Express*, **18**, 25379 (2010).
20. Qi Y., Zhu X., Lou Q., Ji J., Dong J., Wei R. *Opt. Express*, **13**, 8725 (2005).
21. Taira T. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, **13**, 798 (2007).
22. Cheng X.J., Xu J.Q., Wang M.J., Jiang B. X., Zhang W. X., Pan Y. B. *Laser Phys. Lett.*, **7**, 351 (2010).
23. Yang H., Zhang J., Qin X., Luo D., Ma J., Tang D., Chen H., Shen D., Zhang Q. *J. Am. Ceram. Soc.*, **95**, 52 (2012).
24. Wang L., Gao C., Gao M., Li Y., Yue F., Zhang J., Tang D. *Opt. Express*, **22**, 254 (2014).
25. Lippert E., Nicolas S., Arisholm G., Stenersen K., Rustad G. *Appl. Opt.*, **45**, 3839 (2006).
26. Svelto O. *Principles of Lasers* (Heidelberg: Springer, 2010).
27. Vatik S.M., Vedin I.A., Pujol M.-C., Mateos X., Carvajal J.J., Aguiló M., Díaz F., Griebner U., Petrov V. *Laser Phys. Lett.*, **7**, 435 (2010).
28. Vatik S.M., Vedin I.A., Segura M., Mateos X. *Opt. Lett.*, **37**, 356 (2012).