

УДК 538.958, 548.313

Исследование рассеяния излучения в лазерных керамиках на основе оксида иттрия

В.В. Осипов¹, А.Н. Орлов¹, В.В. Лисенков^{1,2}, В.Я. Шур³, М.В. Конев^{3*}

¹Институт электрофизики УрО РАН
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106

²Механико-машиностроительный институт, Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19

³Институт естественных наук, Уральский федеральный университет
620000, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51

Поступила в редакцию 11.12.2015 г.

Представлены исследования лазерных керамик из $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$, $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$, $3\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2$, $5\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{HfO}_2$ с характерными проявлениями оптических неоднородностей, названных «апельсиновой коркой». Диаметр и толщина образцов составляли соответственно 11 и 1,7–2,0 мм. Определены характерные размеры оптических неоднородностей, вызывающих эффект «апельсиновой корки», которые находятся в пределах 10–300 мкм.

Ключевые слова: оптическая керамика, рассеяние излучения, профилометр; optical ceramics, radiation scattering, profilometer.

Введение

Известно, что добавки ZrO_2 и HfO_2 в оптическую керамику приводят к увеличению ее прозрачности и уширению линий. Улучшение оптических свойств открывает широкие возможности применения керамики на основе Y_2O_3 с добавками из оксидов циркония и гафния в качестве активных элементов фемтосекундных лазеров. Однако допирование оксидами циркония и гафния приводит к появлению в керамике на основе оксида иттрия оптической неоднородности в виде так называемой «апельсиновой корки», которая вызывает сильное рассеяние излучения [1]. Природа данного нежелательного явления еще до конца не выяснена, так как в оптической керамике присутствует рассеяние излучения и от других неоднородностей [2], которые усложняют изучение данного явления.

Целью данной работы является исследование характеристик оптических неоднородностей, вызывающих эффект «апельсиновой корки» в керамике на основе оксида иттрия, допированной оксидами циркония или гафния.

1. Экспериментальная техника и методика измерений

Для исследования причин рассеяния был выбран метод просвечивания керамических образцов

излучением разных длин волн. В качестве источников излучения использовались гелий-неоновый лазер ЛГН-223-1 с излучением на длине волны 633 нм в одномодовом режиме TEM_{00} и полупроводниковый лазер G20-12V-C с излучением на длине волны 532 нм. Распределение излучения до и после прохождения им сквозь исследуемые образцы регистрировалось профилометром BeamStar FX50 со спектральным диапазоном 350–1320 нм, размером матрицы $6,3 \times 4,7$ мм. Профилометр устанавливался на расстоянии 133 мм от образцов. Распределение мощности излучения по сечению пучка лазерного излучения проводилось методом фокального пятна с использованием измерителя энергии и мощности излучения ИМО-2Н и калиброванных диафрагм. Спектр пропускания образцов оптической керамики измерялся двулучевым спектрофотометром Shimadzu UV-1700.

Были выбраны следующие образцы с характерными проявлениями оптических неоднородностей, названных «апельсиновой коркой»: $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$, $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$, $3\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2$, $5\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{HfO}_2$. Диаметр образцов составлял 11 мм, а толщина от образца к образцу менялась от 1,7 до 2,0 мм. Методика получения нанопорошков лазерным испарением, изготовление таблеток, их прессование и спекание подробно описаны в работах [3, 4].

2. Результаты и их обсуждение

На рис. 1 приведены спектры пропускания четырех исследуемых образцов. Видно, что все образцы, несмотря на имеющиеся в них неоднородности, являются высокопрозрачными образцами оптической керамики и коэффициенты пропускания их на длине волны 1060 нм составляют соответственно 82,3; 79,2; 79,4 и 79,5%.

* Владимир Васильевич Осипов (osipov@ier.uran.ru); Альберт Николаевич Орлов (orlov@ier.uran.ru); Василий Викторович Лисенков (lisenkov@ier.uran.ru); Владимир Яковлевич Шур (vladimir.shur@urfu.ru); Михаил Владимирович Конев.

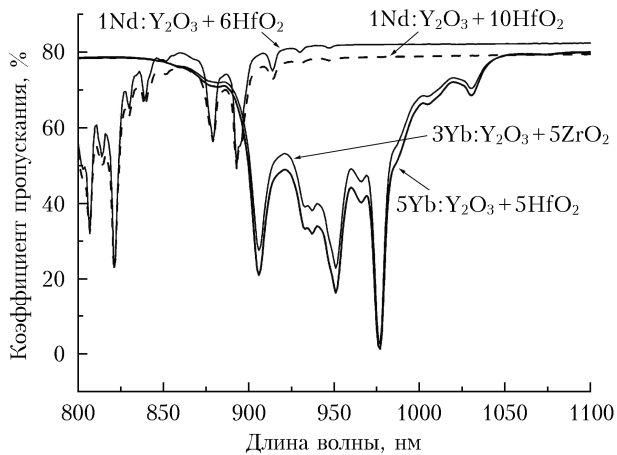


Рис. 1. Спектры пропускания образцов $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$, $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$, $3\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2$, $5\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{HfO}_2$ в диапазоне длин волн 800–1100 нм

Были измерены распределения интенсивности излучения по сечению пучка на длинах волн 532 и 633 нм. Путем сравнения полученных данных установлено, что характер распределения интенсивности пучка при прохождении исследуемых образцов от длины волны излучения не зависит. Поэтому мы в настоящей статье приводим данные в основном для одной длины волны 633 нм. Так, на рис. 2 показано объемное распределение интенсивности излучения образца из $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$.

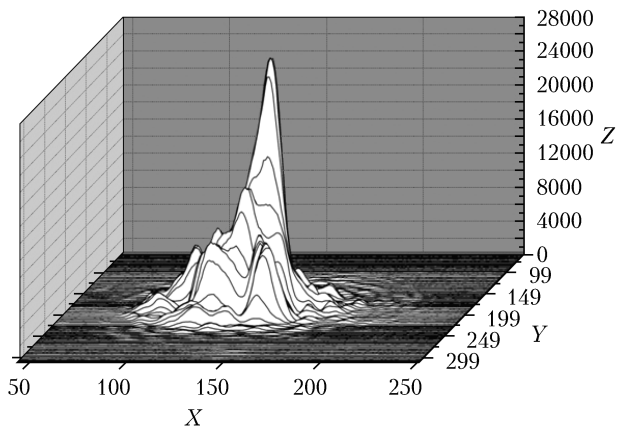


Рис. 2. Распределение интенсивности лазерного излучения по сечению пучка после прохождения его через керамический образец $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$. По оси X и Y цифровые данные представлены в мкм/10. Длина волны излучения $\lambda = 633$ нм. Интенсивность представлена в отн. ед.

Для сравнения на рис. 3 приведено такое же объемное распределение интенсивности лазерного излучения до прохождения его через исследуемый образец.

На рис. 2 четко видны резко выделенные неоднородности размерами от 10 до 250–300 мкм, а на рис. 3 такие неоднородности отсутствуют. Подобные объемные графики получены и для других образцов (рис. 4). Неоднородности в оптической керамике приводят к изменению интенсивности лазерного излучения в самом пучке и появлению неоднородного

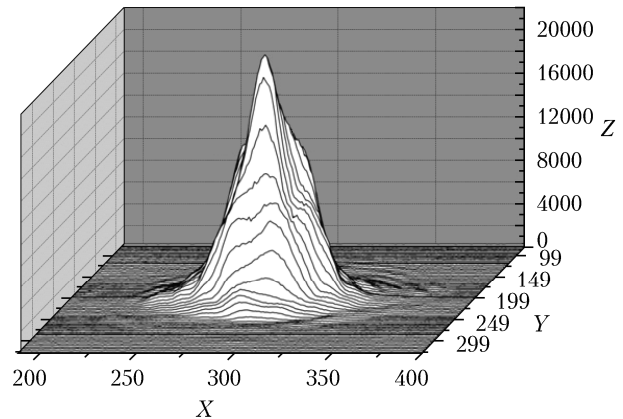


Рис. 3. Распределение интенсивности лазерного излучения по сечению пучка до прохождения через оптическую керамику. По оси X и Y цифровые данные представлены в мкм/10. Длина волны излучения $\lambda = 633$ нм. Интенсивность представлена в отн. ед.

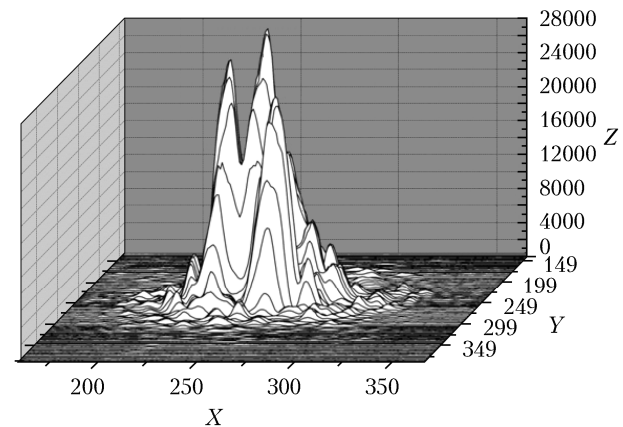


Рис. 4. Распределение интенсивности лазерного излучения по сечению пучка после прохождения его через керамический образец $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$. По оси X и Y цифровые данные представлены в мкм/10. Длина волны излучения $\lambda = 633$ нм. Интенсивность представлена в отн. ед.

рассеянного излучения за его пределами. Размеры неоднородностей в этих областях также составляют 10–300 мкм. Данный факт является дополнительным подтверждением положения о нерелевской природе рассеяния, вызывающей эффект «апельсиновой корки». Для экспериментального определения степени рассеяния были проведены исследования распределения излучения по сечению пучка методом фокального пятна с использованием измерителя энергии и мощности излучения ИМО-2Н и калиброванных диафрагм. Результаты измерений представлены на рис. 5.

Лазерное излучение по сечению пучка до прохождения через оптическую керамику концентрировано в окружности диаметром 3 мм. После прохождения лазерного пучка через образцы характер распределения мощности излучения по сечению пучка значительно меняется. Заметные расхождения в численных значениях максимальной мощности для кривых 1 и 2–5 вызваны тем, что коэффициенты пропускания образцов из $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$,

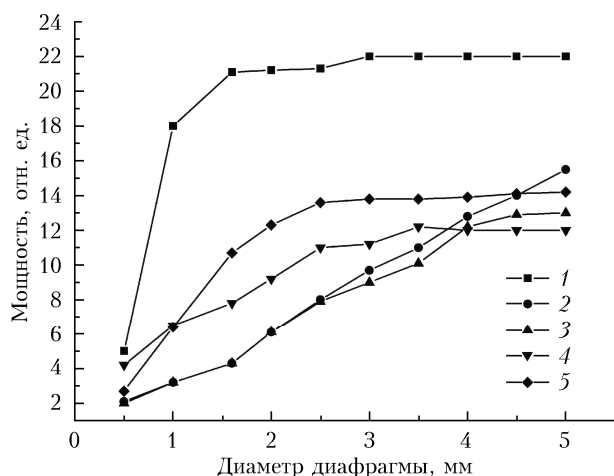


Рис. 5. Мощность излучения в зависимости от диаметра диафрагмы: 1 – лазерный луч до прохождения через образец оптической керамики; 2, 3, 4, 5 – лазерный луч после прохождения через образцы оптической керамики соответственно из $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$, $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$, $3\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2$, $5\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{HfO}_2$

$1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$, $3\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2$, $5\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{HfO}_2$ на длине волны 633 нм составляют соответственно 76,3; 78,8; 76,5 и 73,8%. Второй причиной уменьшения мощности излучения после прохождения через образцы керамики является незначительное рассеяние лазерного луча, распространяющееся за пределами диафрагмы максимального диаметра.

Наихудшее распределение мощности излучения по сечению пучка зафиксировано для образца из $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$ с максимальным проявлением эффекта «апельсиновой корки», график зависимости мощности излучения от диаметра диафрагмы которого почти линейно растет до 5 мм. У остальных образцов рост общей мощности наблюдается, хотя и медленно, до диафрагмы диаметром 13,5 мм (на рис. 5 не показано). Исходя из приведенных данных, можно сделать лишь неутешительный вывод: получение лазерной генерации на образцах с «апельсиновой коркой» весьма затруднено из-за расхождения формирующего пучка в резонаторе, что приведет к значительным уменьшениям интенсивности выходного излучения.

Распределение интенсивности излучения лазерного пучка после прохождения образцов с неоднородностями сильно меняется, что также видно на измеренных профилях лучей.

На рис. 6 представлены распределения интенсивности лазерного излучения с длиной волны $\lambda = 532$ нм, прошедшего через образцы, в которых почти отсутствует (кривая 2) и присутствует (кривые 3, 4, 5) эффект «апельсиновой корки». Для сравнения показано соответствующее распределение исходного луча (кривая 1). Данные распределения построены вдоль выделенного направления на приемной плоскости рассмотренного выше профилометра.

Видно, что луч проходит с видимыми искажениями через все образцы. Однако величина этих искажений сильно различается. Если в образце со слабовыраженной «апельсиновой коркой» эти иска-

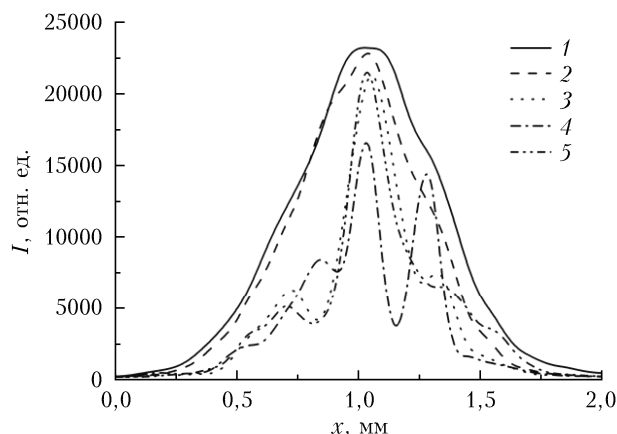


Рис. 6. Профили интенсивности пятна излучения лазера на длине волны $\lambda = 532$ нм: 1 – исходный луч; 2 – луч, прошедший через образец оптической керамики со слабо выраженной «апельсиновой коркой» из $3\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2$; 3–5 – луч, прошедший через образцы оптической керамики с «апельсиновой коркой» соответственно из $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 6\text{HfO}_2$, $1\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 10\text{HfO}_2$, $5\text{Yb}:\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{HfO}_2$

жения не очень большие и форма распределения интенсивности по сечению луча изменяется незначительно, то в образцах с «апельсиновой коркой» форма распределения изменяется существенно и появляются дополнительные пики.

По нашему мнению, изменение профиля лазерного излучения в обоих случаях объясняется рассеянием на макроскопических неоднородностях кристаллической структуры. Все образцы являются поликристаллами с характерным размером кристаллитов порядка 10 мкм. В них могут присутствовать различные дефекты, такие как поры, вторые фазы и т.п. Кроме того, вследствие неоднородного распределения примесных ионов могут быть разными оптические свойства отдельных кристаллитов, например их показатель преломления. По нашему мнению, комбинация различий оптических свойств кристаллитов и дефектов может привести к видимым искажениям профиля лазерного излучения, которые были зафиксированы профилометром (рис. 6, кривые 3, 4, 5). Визуально такие искажения дают эффект «апельсиновой корки». Если оптические свойства кристаллитов одинаковы, то рассеяние происходит только на дефектах и не является столь значительным, чтобы существенно исказить форму лазерного излучения (рис. 6, кривая 2). У таких образцов эффект «апельсиновой корки» наблюдается незначительно.

Заключение

Обнаружено, что внутри образцов с добавками циркония или гафния образуются неоднородности с характерными размерами от десяти до нескольких сотен микрон. В пределах чувствительности профилометра и методики измерений рэлеевское рассеяние не выявлено. Вследствие наличия макрооптических неоднородностей лазерная генерация

на образцах с добавками из оксидов циркония и гафния весьма затруднительна из-за расширения лазерного луча при прохождении через образец.

Работа выполнена в рамках государственного задания № 0389-2014-003, а также при поддержке проектов РФФИ № 13-00-00001, 14-08-00181 и проекта Президиума УрО РАН № 15-17-2-19. Измерения распределения интенсивности лазерного излучения по сечению пучка были проведены с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ при финансовой поддержке Правительства Российской Федерации (постановление № 211, контракт № 02.А03.21.0006).

1. *Bagayev S.N., Osipov V.V., Kuznetsov V.L., Solomonov V.L., Shitov V.A., Maksimov R.N., Orlov A.N., Komarskiy A.A.* Ceramics with disordered structure of the

crystal field // *Rus. Phys. J.* 2014. V. 56, N 11. P. 1219–1229.

2. *Твердохлеб П.Е., Щепеткин Ю.А., Штейнберг И.Ш., Ватник С.М., Беликов А.Ю., Ведин И.А., Курбатов П.Ф.* Измерение энергетических спектров малоуглового рассеяния и распределения оптических микронеоднородностей лазерной керамики // *Квант. электрон.* 2014. Т. 44, № 6. С. 588–593.

3. *Osipov V.V., Hasanov O.L., Solomono V.I., Shitov V.A., Orlov A.N., Platonov V.B., Styrina A.V., Lukyashin K.E., Dvilis E.S.* Высокопрозрачные керамики с разупорядоченной кристаллической структурой // *Изв. вузов. Физ.* 2010. Т. 53, № 3. С. 48–53.

4. *Bagayev S.N., Osipov V.V., Shitov V.A., Pestryakov E.V., Kijko V.S., Maksimov R.N., Lukyashin K.E., Orlov A.N., Polyakov K.V., Petrov V.V.* Fabrication and optical properties of Y₂O₃-based ceramics with broad emission bandwidth // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2012. V. 32, N 16. P. 4257–4262.

V.V. Osipov, A.N. Orlov, V.V. Lisenkov, V.Ya. Shur, M.V. Konev. **The study of scattered radiation in laser ceramics based on yttrium oxide.**

Investigations of 1Nd:Y₂O₃ + 6HfO₂, 1Nd:Y₂O₃ + 10HfO₂, 3Yb:Y₂O₃ + 5ZrO₂, and 5Yb:Y₂O₃ + 5HfO₂ laser ceramics with typical optical inhomogeneities called "orange peel" are presented. The diameter and thickness of samples were, respectively, 11 and 1.7–2.0 mm. Characteristic sizes of optical inhomogeneities causing the effect of "orange peel" were in a range from 10 to 300 μm.