

РОСТ И СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ $\text{Er:KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ ДЛЯ ЛАЗЕРНЫХ ПРИМЕНЕНИЙ

¹Гурецкий С.А., ¹Колесова И.М., ¹Труханова Е.Л., ²Курильчик С.В., ²Дернович О.П.,
²Кисель В.Э., ²Кулешов Н.В.

¹ГНПО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», Минск, Беларусь

²НИЦ оптических материалов и технологий БНТУ, Минск, Беларусь

E-mail: crystal2@iftt.bas-net.by; skurilchik@bntu.by

В данной работе были разработаны теплофизические условия получения на подложках монокристаллов $\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ методом жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ) монокристаллических пленочных структур $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$. Задача получения монокристаллических структур данного состава решалась за счет оптимизации тепломассопереноса в растворе-расплаве. С этой целью были определены температурно-временные динамические параметры кристаллизации, включающие в себя исследования влияния тепловых полей на динамику конвективных потоков в системе $\text{K}_2\text{W}_2\text{O}_7\text{--KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$.

Оптимальная гидродинамика является решающим фактором, определяющим качество выращиваемых монокристаллических структур [1]. Оптимизация и стабилизация тепловых условий в объеме кристаллизатора необходимо для обеспечения тепломассопереноса в растворе – расплаве, характеризующегося ламинарным характером конвекционных потоков. Отклонение гидродинамических параметров от оптимальных приводит к захватам микровключений, формированию мозаичной структуры и т.д. [2]. В результате существенно ограничивается использование этих материалов в случаях, требующих их высокой оптической однородности, в частности, в лазерной технике.

Исследование стационарного термогидродинамического массообмена в растворе-расплаве проводилось на лабораторном макете термоустановки с использованием платиновых тиглей $\varnothing 40\div 70$ мм в температурном диапазоне 950-990 $^\circ\text{C}$. Высота раствора-расплава изменялась в пределах 40-50 мм. Двухсекционный контур нагрева состоял из проволочных нагревательных элементов, изготовленных из сплава ОХ27Ю5, диаметром 1.2 и 1.6 мм. Использование двухзонных нагревателей позволяло изменять температурный перепад по высоте раствора-расплава для обеспечения эффективного конвекционного перемешивания. Температурный осевой градиент над поверхностью раствора-расплава формировался за счет изменения толщины и профиля верхней части термоустановки – контура охлаждения.

Результаты измерений температурных градиентов сопоставлялись с качеством эпитаксиальных структур, выращенных при соответствующих показаниях контрольных термопар. Качество пленок оценивалось как по внешней морфологии и наличию включений растворителя, так и рентгеноструктурными методами.

При сравнении качества монокристаллических $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ пленок, выращенных при различных градиентах, установлено, что температурные градиенты в растворе-расплаве должны обеспечивать сохранение стабильных условий тепломассопереноса в процессе выращивания. В результате формировались симметричные ламинарные потоки требуемой скорости при достижении вертикального $\Delta T_1=8\text{--}10\text{ мкВ/см}$ на первых 4 см над поверхностью расплава и дальнейшем его увеличении до 130-180 мкВ/см на 7 см выше поверхности расплава. При этом достигаются максимально возможные значения градиентов $\Delta T_2=80\text{--}120$ мкВ на глубине первых 2 см расплава и радиальный градиент $\Delta T_3=12\text{--}16$ мкВ/см. Скорость движения конвекционных ламинарных потоков при такой картине на поверхности раствора-расплава составляет 0.02-0.03 м/сек.

Рост монокристаллического слоя $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ на подложке $\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ производился методом жидкофазной эпитаксии следующим образом. Раствор-расплав готовился в отдельной термоустановке последовательным наплавлением компонент при температурах 960-1000 $^\circ\text{C}$ в следующем порядке: $\text{K}_2\text{CO}_3(\text{K}_2\text{O})\rightarrow\text{WO}_3\rightarrow\text{Gd}_2\text{O}_3\rightarrow\text{Yb}_2\text{O}_3\rightarrow\text{Y}_2\text{O}_3\rightarrow\text{Er}_2\text{O}_3$). Использовался цилиндрический Pt-й тигель объемом 100-250 см² в зависимости от размера подложки. Температура насыщения ($T^0_{\text{нас}}$) раствора-расплава находилась в диапазоне 880-900 $^\circ\text{C}$.

Гомогенизация проводилась в течение 20-30 часов с применением принудительного перемешивания. Температура насыщения определялась методом пробных затравочных кристаллов, погружаемых в приповерхностный слой. После определения температуры насыщения и последующей 6 часовой гомогенизации при $T=940-960^{\circ}\text{C}$ кристаллодержатель с подложкой медленно вводился в кристаллизационную камеру и размещался на расстоянии 0.5-1.0 см над поверхностью раствора-расплава. Температура понижается до температуры роста, которая находится на $2-4^{\circ}\text{C}$ ниже температуры насыщения, монокристаллическая подложка нижней плоскостью на 0,2-0,5 мм заглубляется в раствор-расплав и приводится во вращение со скоростью 2,0–5,0 об/мин. Процесс роста происходил при постоянной температуре. По завершению подложка извлекалась из раствора-расплава и на 2-3 мин приводилась во вращение со скоростью 250-300 об/мин и далее включался режим охлаждения до комнатной температуры со скоростью $30-40^{\circ}\text{C}/\text{час}$.

С помощью разработанной математической модели были рассчитаны параметры кристаллической ячейки и показатель преломления слоя $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ при различном соотношении ионов Gd и Yb. По результатам выполненных расчетов выбран химический состав экспериментального образца слоя $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$, удовлетворяющий условию получения пленок без появления трещин [3] и обеспечивающий разность показателя преломления слоя и подложки $\sim 4 \times 10^{-3}$.

В результате был получен эпитаксиальный монокристаллический слой $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$ высокого качества толщиной 180 мкм на подложке $\text{KY}(\text{WO}_4)_2$. Вдоль оси оптической индикатрисы N_g был вырезан образец длиной 9 мм. На рисунке 1 приведена фотография торца изготовленного слоя, сделанная через микроскоп Полам РП-1 (ЛОМО).

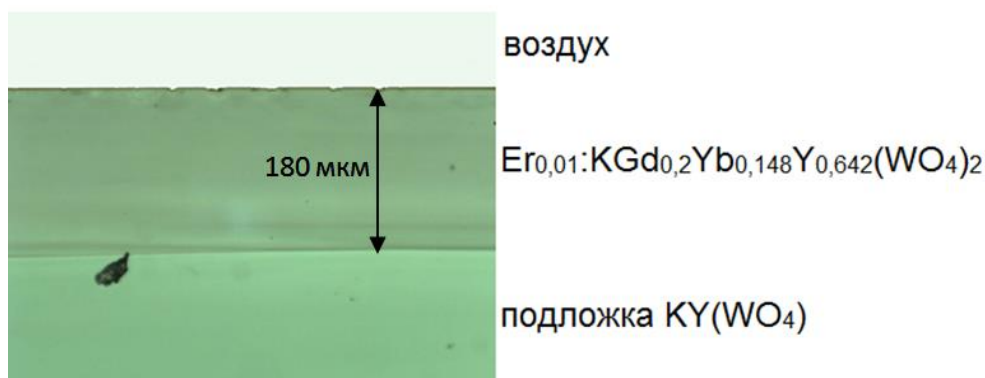


Рисунок 1 – Фотография торца монокристаллического слоя $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$, полученного методом ЖФЭ

Рассогласование размеров кристаллической решетки слоя и подложки по трем кристаллографическим осям составило $\Delta a=0.01\%$, $\Delta b=-0.03\%$, $\Delta c=-0.01\%$.

Спектр поглощения эпитаксиального слоя был зарегистрирован при комнатной температуре в направлении, перпендикулярном поверхности слоя на спектрофотометре Cary 5000 (Varian). Спектр поглощения образца в спектральном диапазоне 1,45-1,65 мкм (рис.2а) идентичен спектру объемного кристалла $\text{Er}:\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ [4]. На основании анализа спектров коэффициента поглощения слоя в сравнении с литературными данными, было установлено, что концентрация ионов Er^{3+} в образце составляет $9,15 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$, что соответствует 1,4 ат.%. Кинетика затухания люминесценции монокристаллического слоя, с целью изучения динамики возбужденного состояния $^4I_{13/2}$ ионов эрбия, измерялась на длине волны 1570 нм при возбуждении импульсами длительностью 20 нс на длине волны 975 нм, соответствующей полосе поглощения ионов Yb^{3+} . Затухание люминесценции носило моноэкспоненциальный характер (рис.2,б), измеренное время жизни составило 3.4 мс, что хорошо согласуется с данными для объемного кристалла $\text{Er}(0.5\text{ат}\%):\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ [4].

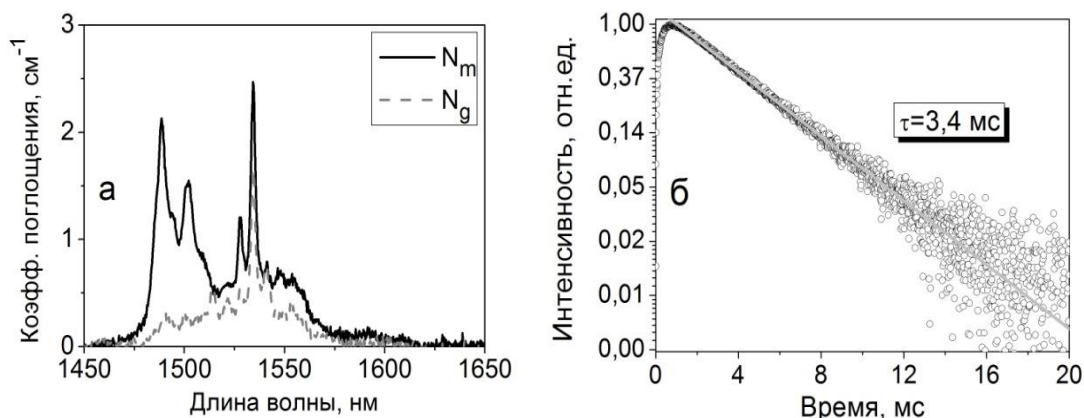


Рисунок 2 – Спектр поглощения (а) и кинетика затухания люминесценции (б) монокристаллического слоя $\text{Er}_{0,01}\text{:KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$, полученного методом ЖФЭ

Таким образом, полученный методом жидкофазной эпитаксии образец слоя $\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$ с содержанием ионов Er^{3+} 1,4 ат.% может использоваться в качестве активного элемента планарных волноводных лазеров, излучающих в спектральной диапозоне около 1,5 мкм.

Список литературы:

1. Тимофеева В.А. Рост кристаллов из раствор-расплавов.-М.: Наука, 1978. -265с.
2. С.Острач. Влияние гидродинамики на рост кристаллов. Фримановская лекция» Теоретические основы, 1983. - Т.105, №1.
3. Engineering lattice matching, doping level, and optical properties of $\text{KY}(\text{WO}_4)_2\text{:Gd, Lu, Yb}$ layers for a cladding-side-pumped channel waveguide laser / S. Aravazhi [et.al.] // Appl. Phys. B. – 2013. – Vol. 111. – P. 433-446.
4. In-band pumped room-temperature $\text{Er:KY}(\text{WO}_4)_2$ laser emitting around 1.6 μm / K. Gorbachenya [et.al.] // Laser Physics. – 2013. – Vol.23. – P. 125005.