



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212183

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 05 12 80
(21) (PV 8531-80)

(51) Int. Cl.³
C 30 B 29/28

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 02 84

(75)
Autor vynálezu

KVAPIL JIŘÍ ing. CSc., KVAPIL JOSEF ing. CSc, TURNOV, PERNER BOHUMIL
ing. CSc., OHRAZENICE

(54) Způsob přípravy monokrystalů yttritohlinitého granátu se zvýšenou
luminiscencí

Způsob přípravy monokrystalů yttritohlinitého granátu se zvýšenou luminiscencí, vhodných jako aktivní laserový materiál zejména pro pulsní laserový provoz, čehož se dosáhne tím, že monokrystal se pěstují z taveniny, obsahující příměs iontů neodymu a iontů titanu, v ochranné atmosféře složené ze vzácných plynů a vodíku a po vypěstování se temperují ve vakuu při teplotách 1 200 až 1 900 °C půl až dvacet hodin.

Vynález se týká způsobu přípravy monokrystalů yttritohlinitého granátu s mimořádně intenzivní luminiscencí na vlnové délce 1 064 nm při buzení ve viditelné části spektra.

Yttritohlinitý granát s příměsí iontů neodymu je v současné době nejvýhodnější laserový aktivní materiál. Ionty neodymu vykazují luminiscenci na čáře 1 064 nm. Příznivá doba života této luminiscence, vysoká hodnota průřezů laserového přechodu a malé ztráty na vlnové délce emise umožňují zásadně dosáhnout vysoké účinnosti laseru s tímto aktivním materiálem. Relativním nedostatkem je však malá účinnost čerpání, způsobená tím, že neodymité ionty vykazují jen úzké absorpční linie, které většinou ani nezasahují do emisních linií obvyklých výbojek, používaných pro čerpání. Z tohoto důvodu se někdy používá yttritohlinitý granát s příměsí iontů neodymu a dalších iontů, které mají široké absorpční pásy a přitom jsou schopné předat absorbovanou energii iontům neodymu.

Obvyklou další příměsí jsou ionty chromité. Vyšší luminiscenční účinnost je však zpravidla vyvážena zhoršenou optickou strukturou takového aktivního materiálu, takže účinnost laseru například v kontinuálním nebo aktivním klíčovaném provozu je stejná jako u materiálu bez iontů chromitých, případně se zhorší struktura emitovaného světelného svazku natolik, že podíl využitelné energie svazku je nízký. Proto se kodotace yttritového granátu s obsahem iontů neodymu dalšími ionty téměř neužívá.

Výhodné spektrální a optické vlastnosti mají monokrystaly yttritohlinitého granátu s příměsí iontů neodymu, připravené způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že monokrystaly se pěstují z taveniny, obsahující příměs 3 až 7 % hmot iontů neodymu a $5 \cdot 10^{-4}$ až $5 \cdot 10^{-2}$ % hmot. iontů titanu pod ochrannou atmosférou, složenou z 90 až 99 % obj. vzácného plynu, jako je argon nebo helium, případně jejich směsi a 10 až 1 % obj. vodíku, načež se temperují ve vakuu za tlaku menšího než 10^{-2} Pa při teplotě 1 200 až 1 900 °C po dobu 30 min až 20 hodin.

Pěstováním monokrystalů v uvedené ochranné atmosféře dojde k úplné redukci i stopových množství iontů železa, pravidelně přítomných ve výchozích surovinách. V nepřítomnosti iontů železa vyvolají ionty titanu za přítomnosti iontů neodymu při současném nadbytku kovových iontů ve vypěstovaných monokrystalech širokopásmovou absorpci s maximem v oblasti 500 až 600 nm, která je aktivní, tj. světlo absorbované v tomto nově vzniklém pásmu přispívá k luminiscenci iontů neodymu a tím i k vyšší účinnosti laseru, využívajícímu tohoto krystalu jako aktivního laserového materiálu. Zároveň se vzrůstem absorpce ve viditelné a s ní těsně sousedící infračervené oblasti vzrůstá mírně absorpce na vlnové délce 1 064 nm, což zvyšuje poněkud ztráty v aktivním laserovém materiálu.

Ukázalo se však, že minimální ztráty při maximálním zisku vykazují monokrystaly, ve kterých nežádoucí barevná centra vzniklá v růstových podmínkách byla odstraněna temperací ve vakuu. Použitá malá příměs iontů titanu nezpůsobí zhoršení optické jakosti monokrystalů.

Způsobem podle vynálezu lze připravit aktivní laserový materiál, který oproti běžně připravovanému yttritohlinitému granátu s příměsí iontů neodymu vykazuje podstatné zvýšení zisku oproti mírně zvýšeným ztrátám a zachované optické homogenitě a je proto vhodný zejména pro pulsní laserový provoz.

P ř í k l a d y

1. Monokrystaly yttritohlinitého granátu o délce 70 mm a průměru 20 mm byly pěstovány z taveniny metodou Czochralského za použití molybdenových kelímků a ochranné atmosféry složené z 50 % obj. helia, 45 % obj. argonu a 5 % obj. vodíku. Tavenina obsahovala 6,5 % hmot. iontů neodymu a $8 \cdot 10^{-4}$ % hmot. iontů titanu. Monokrystaly byly rozřezány na hranolky o rozměrech 7 x 7 x 65 mm, které byly temperovány 18 hodin při teplotě 1 450 °C za tlaku 10^{-3} Pa.

Poté byly opracovány na laserové tyče o průměru 6 mm a délce 60 mm, které byly opatřeny na čelních plochách antireflexními vrstvami a porovnány se stejně zpracovanými, případně v oxidační nebo redukční atmosféře temperovanými tyčemi, připravenými z monokrystalů yttritohlinitého granátu se stejnou příměsí iontů neodymu, ale bez příměsí iontů titanu. V pulsním laserovém provozu s použitím 30% výstupního zrcadla byly tyče připravené způsobem podle vynálezu v průměru o 30 % lepší co do účinnosti než tyče ostatní; v kontinuálním provozu za použití 95% výstupního zrcadla byla jejich účinnost o 8 % horší.

2. Monokrystaly yttritohlinitého granátu byly pěstovány stejným způsobem jako v předchozím příkladu s tím rozdílem, že ochranná atmosféra sestávala z 98 % obj. argonu a 2 % obj. vodíku a tavenina obsahovala 4,3 % hmot. iontů neodymu a $2 \cdot 10^{-2}$ % hmot. iontů titanu. Temperace byla prováděna na nezpracovaných vypěstovaných monokrystalech při teplotě 1 800 °C po dobu 6 hodin ve vodíku. Z monokrystalů byly zhotoveny laserové tyče o průměru 6 mm a délce 60 mm, jejichž čela byla opatřena antireflexními vrstvami a byly porovnány s tyčemi stejných rozměrů zhotovenými z monokrystalů bez příměsí iontů titanu.

V pulsním provozu s 30% výstupním zrcadlem vykazovaly laserové tyče zhotovené z monokrystalů s příměsí iontů titanu podle vynálezu v průměru o 10 % menší prahovou energii a při desítnásobném převýšení čerpací prahové energie dvojnásobnou účinnost proti tyčím z monokrystalů, které ionty titanu neobsahovaly. V kontinuálním provozu s 95% výstupním zrcadlem byla účinnost o 35 % horší.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy monokrystalů yttritohlinitého granátu se zvýšenou luminiscencí přítomných iontů neodymu, vyznačený tím, že monokrystaly se pěstují z taveniny, obsahující příměs 3 až 7 % hmot. iontů neodymu a $5 \cdot 10^{-4}$ až $5 \cdot 10^{-2}$ % hmot. iontů titanu pod ochrannou atmosférou, složenou z 90 až 99 % obj. vzácného plynu nebo jejich směsí, jako jsou argon, helium, a 10 až 1 % obj. vodíku, načež se temperují ve vakuu za tlaku menším než 10^{-2} Pa při teplotě 1 200 až 1 900 °C po dobu 30 minut až 20 hodin.