

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ

ИНСТИТУТ ОПТИКИ АТМОСФЕРЫ ИМ. В.Е. ЗУЕВА

СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

ЮДИН НИКОЛАЙ НИКОЛАЕВИЧ

**ОПТИЧЕСКИЙ ПРОБОЙ МОНОКРИСТАЛЛА $ZnGeP_2$ И ГЕНЕРАЦИЯ ИК, ТГц
ИЗЛУЧЕНИЯ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ С
ДЛИНОЙ ВОЛНЫ $\sim 2,1$ МКМ**

1.3.19 — Лазерная физика

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

Кандидата-физико-математических наук

Научный руководитель:

Кандидат физико-математических наук

Грибенюков Александр Иванович

Томск -2022

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	4
ГЛАВА I	15
АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	
1.1. Физические, химические и оптические свойства нелинейного кристалла	15
1.2. Синтез, рост тройного соединения $ZnGeP_2$	16
1.3. Типы дефектов кристаллической структуры $ZnGeP_2$ и методы их исследования	19
1.4. Оптический пробой монокристаллов $ZnGeP_2$	26
1.4.1. Поверхностные механизмы оптического пробоя кристаллов	26
1.4.2. Механизмы оптического пробоя в объеме кристаллов	27
1.4.3. Механизмы оптического пробоя $ZnGeP_2$	28
1.5. Параметрические генераторы света среднего ИК диапазона	34
1.5.1. Генерация излучения в нелинейном кристалле $ZnGeP_2$ в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм	37
1.6. Генерация ТГц излучения на разностной частоте в нелинейно-оптических кристаллах	40
1.6.1. Генерация терагерцового излучения в двулучеприломляющих кристаллах	42
1.7. Выводы к главе I	47
ГЛАВА II	50
ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ОБЪЕМНЫХ ДЕФЕКТОВ $ZnGeP_2$ И ДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ВО ВРЕМЯ ОПТИЧЕСКОГО ПРОБОЯ МОНОКРИСТАЛЛА $ZnGeP_2$	
2.1. Визуализация объемных дефектов теневым методом при использовании излучения лазера на парах стронция	50
2.2. Обработка теневых изображений методом цифровой голографии	55
2.3. Методы визуализации оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$	65
2.3.1. Оптический проекционный дефектоскоп на базе системы «генератор-усилитель» на парах стронция	66
2.3.2. Исследование оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$ методом цифровой голографии при его облучении излучением Ho:YAG-лазера ~ 2 мкм	67
2.4. Выводы к главе II	80
ГЛАВА III	82
ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ И СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПАРАМЕТРИЧЕСКОГО ГЕНЕРАТОРА СВЕТА НА БАЗЕ НЕЛИНЕЙНОГО КРИСТАЛЛА $ZnGeP_2$ С НАКАЧКОЙ ИЗЛУЧЕНИЕМ Ho:YAG-ЛАЗЕРА	
3.1. Экспериментальный стенд для исследования ПГС	82
3.2. Результаты экспериментальных исследований	83

3.3.	Обсуждение полученных экспериментальных результатов	87
3.4.	Выводы к главе III	89
ГЛАВА IV		89
ГЕНЕРАЦИЯ ТГц ИЗЛУЧЕНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛЕ ZnGeP₂ НА РАЗНОСТНОЙ ЧАСТОТЕ		
4.1.	Генерация ТГц излучения на разностной частоте в монокристалле ZnGeP ₂ при накачке двухчастотным излучением внутррезонаторного параметрического генератора света на базе нелинейного кристалла КТР	89
4.2.	Моделирование процесса генерации ТГц излучения	92
4.3.	Экспериментальные результаты и их обсуждение	94
4.4.	Оценка энергетических характеристик ТГц-излучения, генерируемого на разностной частоте в монокристалле ZnGeP ₂ при накачке излучением системы “генератор-усилитель” на парах стронция	96
4.5.	Выводы к главе IV	107
Заключение		108
Список литературы		111
Приложения		123
Приложение 1. Акт об использовании нелинейно-оптических элементов, изготовленных из ZnGeP ₂		124
Приложение 2. Акт о внедрении в производство источника когерентного излучения в диапазоне длин волн 3,5-4,8 мкм – параметрического генератора света (ПГ 3-5) совместной разработки ООО «ЛОК» и НИ ТГУ		125
Приложение 3. Акт о внедрении технологических процессов		126

ВВЕДЕНИЕ

Импульсно-периодические источники мощного когерентного излучения среднего ИК диапазона), с дискретным набором длин волн и/или плавной перестройкой по спектральному диапазону, имеют целый ряд применений во многих областях науки и техники, таких как: обработка материалов (стекло, керамика и полупроводников) с помощью технологий термораскола и скрайбирования [1]; зондирование атмосферы, дистанционное определение состава веществ и экологический мониторинг [2-4]; медицина, включая диагностику заболеваний с помощью газоанализа и резонансную абляцию биологических тканей [5-6].

Наиболее мощные параметрические генераторы света в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм со средней мощностью генерируемого излучения ~ 100 Вт, энергией в импульсе ~ 200 мДж и длительности импульсов $\sim 15-30$ нс при частоте следования импульсов ~ 100 Гц-100 кГц созданы на основе монокристалла $ZnGeP_2$ [7-10]. Однако дальнейшее увеличение частотно-энергетических характеристик генерации параметрических генераторов света (ПГС) на основе монокристалла $ZnGeP_2$ ограничивается эффектом оптического пробоя. Оптический пробой монокристалла $ZnGeP_2$ при облучении импульсным наносекундным излучением $\sim 2,1$ мкм происходит по неустановленным на сегодняшний день причинам. Соответственно выяснение физических причин, служащих инициаторами начала оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$ является актуальной задачей.

Достижения в области лазерной физики, нелинейной оптики, полупроводниковой физики и СВЧ электроники, стимулировали всплеск интереса исследователей к области спектра терагерцового диапазона ($\sim 0,3 - 30$ ТГц). Создание импульсных источников когерентного терагерцового излучения с возможностью перестройки по спектру, повышенной проникающей способностью и селективным взаимодействием с газами, жидкостями, твердыми телами и сложными органическими веществами, актуально для разработки целого ряда перспективных прикладных устройств, в частности, для создания дистанционных систем контроля взрывчатых и наркотических веществ. В настоящее время получен существенный прогресс в получении ТГц-излучения электровакуумными источниками (лампы обратной волны, лампы бегущей волны, гиротроны и т.д.) [11] и различными оптическими методами [12-13]. Одним из довольно эффективных способов получения ТГц-излучения в диапазоне длин волн 90-1000 мкм является генерация на разностной частоте в нелинейных кристаллах [14]. К преимуществам данного способа

генерации ТГц излучения можно отнести возможность широкой перестройки по спектру ~ 2 -3 ТГц, генерацию спектрально узких линий излучения со средней ~ 1 мВт и пиковой мощностью ~ 10 Вт ТГц излучения при комнатной температуре [14].

Эффективность генерации на разностной частоте требует использования нелинейных кристаллов с высокой оптической прозрачностью в рабочем диапазоне частот на всех длинах волн – накачки (сигнальной и холостой волн), с большим значением квадратичной нелинейной восприимчивостью, с высоким порогом оптического пробоя и пространственной однородностью. Наиболее оптимальным для генерации ТГц излучения по своим характеристикам (из большого многообразия нелинейно-оптических кристаллов) является соединение ZnGeP_2 [14-17].

В настоящее время в монокристалле ZnGeP_2 реализована генерация ТГц-излучения со средней мощностью излучения ~ 2 мВт на разностной частоте при накачке двухчастотным излучением на длинах волн $\sim 1,064$ мкм [18]. Однако практическую значимость могут иметь лишь источники ТГц-излучения с более высокими энергетическими характеристиками выходного излучения (~ 10 мВт средней мощности). Очевидно, что для увеличения эффективности генерации и повышения энергетических характеристик выходного излучения необходимо осуществлять накачку монокристалла двух частотным излучением в области максимальной прозрачности кристалла ZnGeP_2 ~ 2 -6 мкм. Следовательно, требуются источники накачки способные генерировать в среднем ИК диапазоне (~ 2 -6 мкм) спектрально узкое излучение на двух близко расположенных по спектру длинах волн с ортогональной поляризацией, синхронизованных во времени.

Цели диссертации:

1. Определение физических механизмов, приводящих к оптическому пробояю монокристалла ZnGeP_2 при воздействии лазерного излучения в области длин волн $\sim 2,1$ мкм.
2. Получение генерации ТГц излучения на разностной частоте в нелинейном кристалле ZnGeP_2 при накачке двухчастотным излучением в диапазоне длин волн ~ 2 -3 мкм;

В соответствии с поставленными целями решались следующие задачи:

1. Визуализация внутренних неоднородностей монокристалла ZnGeP_2 .
2. Визуализация процесса формирования оптического пробоя в монокристалле ZnGeP_2 с использованием метода цифровой голографии.

3. Описание физических механизмов, происходящих в момент пробоя в монокристалле ZnGeP_2 .

4. Увеличение времени непрерывной работы параметрического генератора света на базе нелинейного кристалла ZnGeP_2 , генерирующего когерентное излучение в диапазоне длин волн 3,3-4,8 мкм, с 3-10 секунд до 10 минут.

5. Расчет углов синхронизма, эффективности преобразования, средней и импульсной мощности ТГц излучения генерируемого в ZnGeP_2 при его накачке двухчастотным излучением в диапазоне длин волн ~ 2 -3 мкм.

6. Получение ТГц излучения в монокристалле ZnGeP_2 при накачке двухчастотным излучением с длинами волн $\sim 2,1$ мкм от параметрического генератора света (далее ПГС) на базе кристалла КТР.

Объект исследования: объемные дефекты ZnGeP_2 и взаимодействие лазерного излучения с монокристаллом ZnGeP_2 .

Методы исследования: Визуализация оптического пробоя и объемных дефектов монокристалла ZnGeP_2 методом цифровой голографии, использование метода двухчастотной накачки монокристалла ZnGeP_2 для получения ТГц излучения на разностной частоте, теневой метод исследования дефектов в монокристаллах, методы нелинейной оптики.

Специальные термины: ZnGeP_2 , оптический пробой, объемные дефекты, полосы роста, ТГц излучение, параметрическая генерация, излучения разностной частоты, трек оптического пробоя.

Предмет исследования:

1. Процесс формирования оптического пробоя в монокристалле ZnGeP_2 под действием импульсного лазерного излучения на длине волны $\sim 2,1$ мкм, описанный на языке функциональных зависимостей.

2. Генерация ТГц излучения на разностной частоте в кристалле ZnGeP_2 при накачке двухчастотным излучением на длинах волн $\sim 2,1$ мкм, описанная на языке нелинейной оптики анизотропных сред.

Научные положения, выносимые на защиту

1. Оптический пробой монокристалла ZnGeP_2 инициируется за счет термических эффектов. Локальное плавление за счет резкого повышения температуры приводит к формированию вдоль лазерного луча трека оптического пробоя. Процесс закалки, образовавшегося расплава, приводит к диффузии свободных носителей заряда от разогретой области кристалла в перпендикулярном к лазерному лучу направлению и сопровождается появлением светящейся области у выходной оптической поверхности в объеме кристалла за счет рекомбинации, образовавшихся неравновесных носителей заряда, и

последующим движением данной светящейся области в сторону входной оптической поверхности, т.е. в направлении противоположном распространению излучения лазера.

2. Воздействие импульсного излучения на монокристалл $ZnGeP_2$, с интенсивностью большей либо равной порогу оптического пробоя кристалла, влечет в момент формирования трека пробоя упругие деформации кристалла в продольном направлении за счет термического расширения материала в области пробойного трека, вызванного резким повышением локальной температуры вдоль лазерного луча до значений, превысивших температуру плавления кристалла.

3. Накачка ПГС на основе монокристалла $ZnGeP_2$ импульсным излучением Ho:YAG лазера, с интенсивностью в два раза меньшей порогового значения при котором достигается оптический пробой кристалла, позволяет получить максимальную эффективность параметрического преобразования. Дальнейшее увеличение интенсивности излучения накачки не приводит к увеличению эффективности параметрического преобразования. Данные условия накачки позволяют увеличить время непрерывной работы ПГС с 3-10 с до 10 минут.

4. При накачке когерентным двухчастотным излучением в диапазоне длин волн 1,9-2,4 мкм в монокристалле $ZnGeP_2$, при выполнении условий фазового синхронизма, генерируется ТГц-излучение на разностной частоте e-o-o типа. Реализована перестройка ТГц-излучения в диапазоне длин волн $\sim 120-270$ мкм с эффективностью преобразования не менее $0,4 \cdot 10^{-6} \%$.

Достоверность результатов обеспечивается тем, что:

1. Производилась калибровка используемой в работе цифровой голографической системы с помощью кратеров, сформированных лазерным пучком, сфокусированным на поверхность кристалла. Данные о диаметрах этих кратеров, полученные методом цифровой голографии, были привязаны к результатам измерений, выполненных с использованием оптического микроскопа и метрической сетки в окуляре. Систематическая погрешность измерения диаметра кратера оптического пробоя на поверхности кристалла, при использовании оптического микроскопа, составляла ± 10 мкм. Результаты измерений диаметра кратера пробоя на поверхности монокристалла $ZnGeP_2$, полученные двумя указанными выше методами, совпали с точностью до погрешности измерения цифрового голографического метода ± 15 мкм.

2. Использовались таймлапсы - ряды восстановленных изображений, следующих друг за другом в хронологической последовательности, что позволяло однозначно определить характер изменений, происходящих в кристалле под действием оптического пучка высокой мощности и оценить мгновенную скорость процесса в привязке к длине кристалла.

3. Производилась совместная регистрация энергетических характеристик (длительность импульсов, частота следования импульсов, средняя мощность излучения накачки и генерируемого ПГС излучения) и спектральных характеристик излучения. Для определения энергетических и спектральных характеристик излучения накачки Но:YAG лазера и излучения ПГС использовалось паспортизованное оборудование. При этом случайная погрешность измерения средней мощности излучения накачки и излучения ПГС по пяти измерениям (при доверительной вероятности 0,9) на частоте следования импульсов излучения 10 кГц составила $\sim 9,3\%$.

4. Использовались методики регистрации ТГц излучения, используемые ранее в ИОФ РАН. Погрешность измерения средней мощности ТГц излучения по пяти измерениям (при доверительной вероятности 0,9) составила 18%. Наблюдалось Уменьшение средней мощности генерации пропорционально уменьшению частоты следования импульсов накачки от 100 до 800 Гц. Использовалось калиброванное и паспортизованное оборудование для регистрации ТГц излучения (ячейка Голея производства фирмы «Tidex», фильтр отсекающий ИК, видимое и УФ излучение производства фирмы «Tidex»). Наблюдалось совпадение расчетного значения угла синхронизма с экспериментально полученным значением для генерации ТГц излучения на длине волны 181 мкм с точностью 30''.

Научная новизна работы:

1. Впервые с использованием метода цифровой голографии был визуализирован процесс формирования пробойного канала в объеме монокристалла, а также зафиксировано свечение, вызванное рекомбинацией неравновесных носителей заряда, возникающих в следствии оптического пробоя и локального повышения температуры кристалла выше температуры плавления.

2. Впервые с использованием метода цифровой голографии визуализированы и охарактеризованы такие дефекты кристаллической структуры $ZnGeP_2$ как: полосы роста, иглообразные включения бинарных фосфидов, ряды дислокаций, полученные результаты были верифицированы при помощи метода рентгеновской топографии и химического травления поверхности кристалла.

3. Впервые предложено в качестве накачки монокристалла $ZnGeP_2$ использовать эффективный двухчастотный источник с длиной волны излучения $\sim 2,1$ мкм. Монокристалл $ZnGeP_2$ имеет малое поглощение на данной длине волны ~ 0.04 см⁻¹, что позволяет повысить эффективную длину кристалла и эффективность нелинейного взаимодействия.

Научная ценность работы:

1. Заключается в том, что формирование светящейся области в объеме кристалла в процессе оптического пробоя позволяет выдвинуть гипотезу о природе данного явления: резкое повышение температуры кристалла и его локальное плавление приводит к последующей закалке расплава, формирующей вдоль лазерного луча трек оптического пробоя, и диффузию свободных носителей от разогретой области кристалла в перпендикулярном к лазерному лучу направлении. Эта гипотеза в свою очередь побуждает к постановке новой задачи, к выявлению и верифицированию механизмов и факторов, служащих причиной инициирования оптического пробоя и возникновения светящейся области в объеме кристалла при воздействии импульсного лазерного излучения в диапазоне длин волн 2,1 мкм.

2. Заключается в том, что наличие упругих деформаций в процессе пробоя за счет термического расширения материала указывает на возможность разработки и верификации методики определения температуры и временной зависимости ее изменения в объеме монокристаллических соединений по упругим деформациям кристалла в процессе оптического пробоя. Такая методика имела бы следующие преимущества: неинвазивность, способность регистрации быстропротекающих процессов, сопровождающихся изменением температуры с предельным временным разрешением, ограниченным лишь быстродействием ПЗС приемника.

Практическая значимость работы:

1. Из результатов работы вытекает, что возможно получить предельно эффективную параметрическую генерацию в среднем ИК диапазоне при интенсивности излучения накачки в два раза ниже порога разрушения монокристалла ZnGeP_2 . Отработанные режимы накачки кристалла ZnGeP_2 позволяют повысить время непрерывной работы ПГС с 1-10 с до 10 мин. При этом лимитирование времени непрерывной работы ПГС связано не с процессом оптического пробоя самого кристалла, а с тепловым режимом работы источника накачки.

2. Показаны технические решения способные реализовать генерацию ТГц излучения в монокристалле ZnGeP_2 с накачкой на разностной частоте в спектральной области наименьшего поглощения, что позволит увеличить эффективность генерации ТГц излучения и уменьшить потери мощности излучения накачки на поглощение в кристалле.

Кроме того, практическая значимость работы в целом состоит в том, что проведенные исследования позволили повысить порог оптического пробоя нелинейных кристаллов отечественного производства (параметр, критически влияющий на энергетические характеристики, генерируемого кристаллом параметрического излучения), создать неразрушающую бесконтактную методику визуализации объемных дефектов ZnGeP_2 , позволяющую определять характерные размеры и местоположение дефектов в кристал-

ле произвольной толщины. Результаты исследований, повлекшие увеличение порога оптического пробоя нелинейных кристаллов $ZnGeP_2$, были внедрены в производство.

Внедрение результатов

Методика Фурье-анализа голографических изображений квазипериодических объемных дефектов была внедрена в производственный процесс ООО «ЛОК» г. Томск.

Нелинейно-оптические элементы из кристаллов $ZnGeP_2$ с повышенным порогом пробоя, изготовленные в ООО «ЛОК», используются Российскими научными учреждениями для проведения прикладных и фундаментальных исследований, помимо этого данные кристаллы применяются в промышленно выпускаемых параметрических генераторах света.

Результаты представленные в данной диссертации являются актуальными для дальнейших фундаментальных и прикладных исследований в лазерной физике и относятся к таким областям исследований как: физика взаимодействия когерентного оптического излучения с веществом; процессы генерации и преобразования когерентного оптического излучения, физические методы управления свойствами и параметрами лазерного излучения, включая разработку источников излучения с неклассическими свойствами; исследование фундаментальных свойств вещества с помощью когерентного излучения методами нелинейной оптики и лазерной спектроскопии.

Апробация работы и публикации:

Результаты диссертационной работы в полном объеме представлены в рецензируемых статьях и докладах на научных конференциях. Список работ состоит из 16 публикаций в научных журналах, включенных в перечень ВАК и входящих в базы данных WoS и Scopus. Материалы научной работы соискателя представлены на 8 международных конференциях. Получено 3 свидетельства Роспатента о государственной регистрации программ для ЭВМ и три акта о внедрении в производство.

Основные положения работы, а также научные и практические результаты, изложены в следующих публикациях:

Статьи в журналах ВАК:

1. Грибенюков А. И., Ватник С. М., Демин В. В., Подзывалов С. Н., Половцев И. Г., Юдин Н. Н. Энергетические и спектральные характеристики параметрического генератора на базе нелинейного кристалла $ZnGeP_2$ с накачкой излучением Ho:YAG-лазера // Квантовая электроника. 2018. Т.48, №7. С. 603–606.
2. Грибенюков А.И., Подзывалов С.Н., Солдатов А.Н., Шумейко А.С., Юдин Н.А., Юдин Н.Н., Юрин В.Ю. Дефектоскопия монокристаллов $ZnGeP_2$ излучением лазера на парах стронция // Квантовая электроника. 2018. Т. 48, № 5. С. 491-494.

3. Грибенюков А.И., Дёмин В.В., Половцев И.Г., Юдин Н.Н. Физические подходы к разработке двухкаскадного терагерцового лазера с генерацией излучения разностной частоты в нелинейно-оптическом кристалле $ZnGeP_2$ // Известия ВУЗов. Физика. 2017.Т.60, №11, С. 116-121.
4. Грибенюков А.И., Дёмин В.В., Половцев И.Г., Юдин Н.Н. Принципы создания перестраиваемого терагерцового лазера с генерацией излучения на разностной частоте в нелинейно-оптическом кристалле $ZnGeP_2$ // Оптический журнал. 2018.Т. 85, №6, С. 12-16.
5. Грибенюков А.И., Дёмин В.В., Ольшук А.С., Подзывалов С.Н., Половцев И.Г., Юдин Н.Н. Исследования процесса оптического пробоя кристалла $ZnGeP_2$ посредством цифровой голографии// Известия ВУЗов. Физика. 2018.Т.61, №11, С. 89-98.
6. Dyomin V.V., Gribenyukov A.I., Podzyvalov S.N., Yudin N.N., Zinoviev M.M., I.G. Polovtsev, Davydova A.S., Olshukov A.S. Application of Infrared digital holography for characterization of inhomogeneities and voluminous defects of single crystals on the example of $ZnGeP_2$ // Applied Sciences. 2020. V. 10, P.442.
7. Dyomin V.V., Gribenyukov A.I., Davydova A.S., Zinoviev M.M., Olshukov A.S., Podzyvalov S.N., Polovtsev I.G., Yudin N.N. Holography of particles for diagnostics tasks [Invited] // Applied Optics. 2019. Vol. 58, No. 34. P.G300-G309.
8. Sirotkin A.A., Yudin N.N., Dyomin V.V., Gribenyukov A.I. Tunable THz-radiation in a $ZnGeP_2$ single crystal pumped by dual-wavelength degenerate optical parametric oscillator// Laser Phys. Lett.2020, V.17,P. 035402 (5pp).
9. Юдин Н.Н., Дёмин В.В., Солдатов А.Н., Шумейко А.С., Юдин Н.А. О возможности генерации ТГц- излучения на разностной частоте в монокристалле $ZnGeP_2$ при накачке излучением лазера на парах стронция // Оптика атмосферы и океана. 2020. Т.33. №3, С.192-198.
10. A. I. Gribenyukov, N. N. Yudin, S. N. Podzyvalov, M. M. Zinoviev, A. S. Olshukov, A. S. Shumeiko, A. N. Soldatov, N. A. Yudin Visualization of Volumetric Defects in a $ZnGeP_2$ Single-Crystal by Digital Holography Method Using Strontium Vapor Laser Radiation// Optical Memory and Neural Networks. 2020. V. 29. P.147–156.
11. Dyomin V. V., Gribenyukov A. I. , Davydova A. Y. , Olshukov A. S. , Polovtsev I. G. , Podzyvalov S. N. , Yudin N. N. , Zinovev M. M. Visualization of volumetric defects and dynamic processes in crystals by digital IR-holography // Applied Optics.2021.V. 60, N. 4, P. A296-A305.
12. Zinoviev M., Yudin N., Gribenyukov A., Podzyvalov S., Dyomin V., Polovtsev I., Suslyayev V., Zhuravlyova Y. The effect of volume inclusions of the $ZnGeP_2$ single-crystal on the

dispersion of the refraction index and the absorption coefficient in mid-IR and terahertz ranges of wavelengths // *Optical Materials*. 2021. V.111,P.110662.

13. Юдин Н.Н., Антипов О.Л., Грибенюков А.И., Еранов И.Д., Подзывалов С.Н., Зиновьев М.М., Воронин Л.А., Журавлева Е.В., Зыкова М.П. Влияние технологии постростовой обработки и параметров лазерного излучения на длинах волн 2091 и 1064 нм на порог оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$ // *Квантовая электроника*. 2021. Т.51, №4, С. 306-316.

14. N.N. Yudin, M. Zinoviev, V. Gladkiy, E. Moskvichev, I. Kinyaevsky, S. Podzyvalov, E. Slyunko, E. Zhuravleva, A.Pfaf, N. A.Yudin, M.Kulesh Influence of the characteristics of multilayer interference antireflection coatings based on Nb, Si, and Al oxides on the laser induced damage threshold of $ZnGeP_2$ Single Crystal // *Crystals*. 2021. V.11, P.1549.

15. Юдин Н.Н., Антипов О.Л., Грибенюков А.И., Дёмин В.В. , Зиновьев М.М., Подзывалов С.Н., Слюнько Е.С., Журавлёва Е.В., Пфайф А.А., Юдин Н.А., Кулеш М.М., Москвичев Е.Н. Влияние технологии постростовой обработки на порог оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$ // *Известия ВУЗов. Физика*. 2021. Т.64, №11, С. 102-107.

16. Yudin N., Khudoley A., Zinoviev M., Podzvalov S., Slyunko E., Zhuravleva E., Kulesh M., Gorodkin G., Kumeysya P., Antipov O. The influence of angstrom-scale roughness on the laser-induced damage threshold of single-crystal $ZnGeP_2$ // *Crystals*. 2022. V. 12, P. 83.

Представлены на следующих международных конференциях: XXV Международная конференция Лазерно-информационные технологии в медицине, биологии, геоэкологии и транспорте, Россия, г. Новороссийск, 4-9 сентября 2017; XXVI Международная конференция Лазерно-информационные технологии в медицине, биологии, геоэкологии и на транспорте, Россия, г. Новороссийск, 10-15 сентября 2018; 6th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2018), Russia, Tomsk, 16-22 сентября; 3-я международная конференция «Terahertz and Microwave Radiation: Generation, Detection and Applications – TERRA -2018», Россия, г. Нижний Новгород, 22-25 октября 2018; XIV Международная школа-конференция студентов, аспирантов и молодых ученых Инноватика - 2018, Россия, г. Томск, 26-27 апреля 2018; XIV Международная конференция по импульсным лазерам и применением лазеров - "AMPL-2019", Россия, г. Томск, 15-20 сентября 2019; 8-ая Международная научно-практической конференция Актуальные проблемы радиофизики АПР-2019, Россия, г. Томск, 1-4 октября, 2019; Международная школа-симпозиум по голографии, когерентной оптике и фотонике., Россия, г. Екатеринбург, 30 сентября. – 4 октября, 2019; 4-я международная конференция «Terahertz and

Microwave Radiation: Generation, Detection and Applications – TERA -2020», Россия, г. Томск, 24-26 августа 2020; Международная конференция OSA Digital Holography and Three-dimensional Imaging, Канада, Ванкувер, 22-26 июня, 2020.

Диссертация выполнена в Научном Исследовательском Томском государственном университете и в Институте Оптики атмосферы СО РАН им. акад. Зуева В.Е.

Автор выражает благодарность всем сотрудникам, принимавшим участие в проведении исследований.

Личный вклад автора

Все результаты получены автором лично или при его непосредственном участии. Автор принимал участие в постановке задачи, проведении экспериментов, обработке и анализе результатов, подготовке текстов статей и докладов на конференциях, лично выступал с устными и стендовыми докладами. Непосредственно Автором были выполнены следующие работы:

1. Экспериментальные исследования по визуализации объемных дефектов монокристалла $ZnGeP_2$ теневым оптическим методом с использованием излучения лазера на парах стронция (данный лазер имеет дискретный набор длин волн в среднем ИК диапазоне спектра: 1,03 мкм; 1,09 мкм; 2,6 мкм; 3,06 мкм; 2,69 мкм; 3,01 мкм; 2,92 мкм; 6,45 мкм).

2. Экспериментальные исследования по визуализации объемных дефектов монокристалла $ZnGeP_2$ методом цифровой голографии с использованием излучения лазера на парах стронция.

3. Разработка методики Фурье-анализа голографических изображений квазипериодических объемных дефектов, позволяющая определять механизмы ответственные за инициирование данных дефектов в процессе роста монокристалла.

4. Проведение цикла исследований по визуализации процесса формирования оптического пробоя в монокристалле $ZnGeP_2$ при облучении импульсным излучением $Ho:YAG$ лазера с использованием методов цифровой ИК голографии. Физическая интерпретация полученных результатов.

5. При непосредственном участии Автора были проведены исследования энергетических и спектральных характеристик параметрической генерации в монокристалле $ZnGeP_2$, а также пространственного распределения генерируемого излучения в дальней зоне при накачке излучением $Ho:YAG$ лазера.

6.Автором были проведены расчеты условий синхронизма и энергетических характеристик генерации ТГц излучения на разностной частоте в нелинейном кристалле ZnGeP_2 при накачке излучением среднего ИК диапазона $\sim 2\text{-}5$ мкм.

7.Проведение экспериментов по генерации ТГц излучения в нелинейном кристалле ZnGeP_2 при накачке двухчастотным излучением вырожденного параметрического генератора на основе нелинейного кристалла КТР.

Автор выражает благодарность А.И. Грибенюкову за научное руководство, В.В. Дёмину и И.Г. Половцеву за поддержку, проведение совместных исследований и обсуждение научных результатов в области визуализации объемных дефектов методами цифровой голографии, А.А. Сироткину за проведение совместных исследований в области генерации ТГц излучения, С.М. Ватнику за консультации и помощь при проведении работ по исследованию параметрической генерации света в нелинейном кристалле ZnGeP_2 .

ГЛАВА I

АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1. Физические, химические и оптические свойства нелинейного кристалла $ZnGeP_2$

Кристалл $ZnGeP_2$ является нелинейным положительным ($n_e > n_o$) одноосным кристаллом с точечной группой $42m$, кристаллической решёткой типа Халькопирит (рис.1.1), плотностью массы $4,12 \text{ г/см}^3$. Твёрдость $ZnGeP_2$ по Моосу составляет 5.5. Монокристаллы $ZnGeP_2$ имеют высокое значение нелинейной восприимчивости $d = 70 \cdot 10^{-12} - 85,4 \cdot 10^{-12} \text{ м/В}$ и теплопроводность (коэффициент теплопроводности $36 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$) [19]. Диапазон пропускания излучения кристалла: $0,74-12 \text{ мкм}$ [17]. Однако рабочий спектральный интервал пропускания $ZnGeP_2$ по уровню коэффициента поглощения, не превышающему значения $\sim 1 \text{ см}^{-1}$, определяется длинами волн в диапазоне $0,9 \div 8,3 \text{ мкм}$. В спектральном диапазоне $2,05-8,3 \text{ мкм}$ $ZnGeP_2$ имеет коэффициент поглощения $\sim 0,02 \text{ см}^{-1}$. Так же данный кристалл имеет окно прозрачности в терагерцовом диапазоне [20].

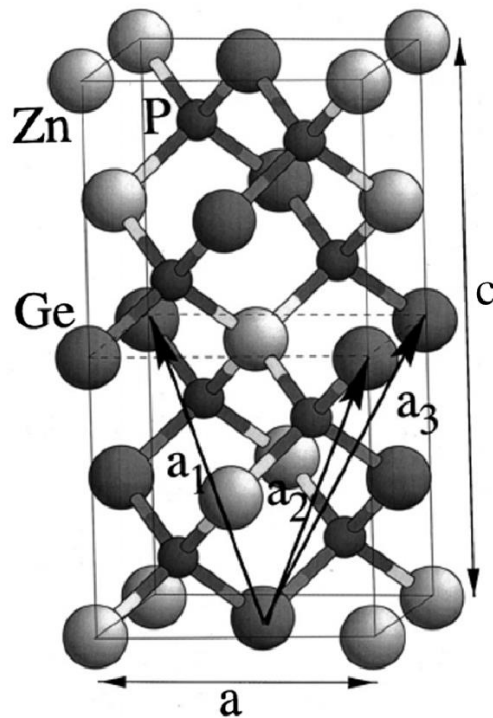


Рисунок 1.1– Кристаллическая структура $ZnGeP_2$ типа халькопирит [7]

Лучевая стойкость ZnGeP_2 на длине волны 1,06 мкм при длительности импульса излучения ~ 30 нс и частоте следования импульсов 12,5 Гц составляет $\sim 0,003$ ГВт/см² [21], на длине волны 2,05 мкм при длительности импульса излучения ~ 10 нс и частоте следования импульсов 10 кГц $\sim 0,074$ ГВт/см² [22], а на длине волны 2,94 мкм и длительности импульса излучения $\sim 0,11$ нс лучевая стойкость составила 30 ГВт/см². Оптические элементы из монокристалла ZnGeP_2 представляют собой нелинейную среду для параметрического преобразования частоты оптического излучения в среднем ИК диапазоне. На базе данных нелинейных элементов созданы параметрические генераторы света, генерирующие излучение в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм со средней мощностью ~ 100 Вт и импульсной энергией 200 мДж при частотах следования импульсов ~ 100 Гц-100 кГц и длительности импульсов излучения ~ 10 -30 нс с КПД преобразования свет в свет на уровне 50 % [8-10].

Также монокристаллы ZnGeP_2 используются для генерации суммарной и разностной частоты и второй гармоники излучения СО и СО₂ лазеров [23-26] в среднем ИК и ТГц диапазонах. Перспективным направлением является создание на базе элемента ZnGeP_2 когерентных источников ТГц излучения мощностью в несколько мВт посредством генерации излучения разностной частоты лазеров ИК диапазона [18]. Поскольку ZnGeP_2 используется для нелинейного преобразования лазерного излучения высокой интенсивности, требуется оптимизация процессов синтеза и роста и постростовых обработок с целью получения кристаллов с высоким порогом пробоя и малым поглощением на длинах волн накачки и генерации, свободных от наличия объемных дефектов.

1.2. Синтез, рост тройного соединения ZnGeP_2

Рост нелинейного кристалла ZnGeP_2 можно условно разделить на два этапа: синтез самого соединения из исходных веществ и выращивание монокристалла из синтезированного материала.

На данный момент наиболее распространённой методикой синтеза ZnGeP_2 является модифицированный двух температурный метод синтеза с повышением температуры холодной зоны после реакции [27]. В горячей зоне располагается Zn и Ge, а в холодной зоне P. Температура горячей зоны в процессе синтеза составляет $\sim 1000^\circ\text{C}$, а температура холодной зоны составляет $\sim 500^\circ\text{C}$ [27]. На заключительной стадии синтеза температура холодной зоны повышается и сравнивается с температурой горячей зоны чтобы избежать конденсации летучих бинарных фосфидов. Данный метод позволяет синте-

зирать довольно большой объем материала за один процесс до 500 г), в то время как одно-температурный метод синтеза $ZnGeP_2$ позволяет синтезировать за один процесс не более 25 г тройного соединения [21]. Причем одно-температурный метод синтеза часто сопровождается взрывами ампул из-за высокого давления фосфора при повышенных температурах. Синтез кристаллического соединения $ZnGeP_2$, в любом его варианте (горизонтальном одно-температурном или двух-температурном [28-29]), хотя и предполагает разные технические аранжировки и режимы, но реакции, протекающие при синтезе $ZnGeP_2$ и их последовательность одни и те же для всех реализаций. Синтез соединения $ZnGeP_2$ проходит через стадию формирования бинарных фосфидов, формирующихся в разных температурных интервалах: в интервале $480 \div 550^\circ C$ расплавленный цинк, реагирует с паром фосфора. При этом образуется соединение с низким содержанием фосфора [27]:



где S, L и P – обозначения относятся к твердой, жидкой и паровой фазам, соответственно.

При повышении температуры и давления фосфора, в интервале $\sim 550-850^\circ C$, фосфид цинка с низким содержанием фосфора превращается в соединение ZnP_2

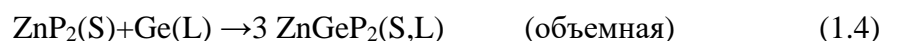


Скорость диффузии атомов фосфора в твердый фосфид не может быть высокой, поэтому за время разогрева синтез-реактора до температур, при которых реакция образования тройного фосфида возможна, фосфид цинка с низким содержанием фосфора Zn_3P_2 превращается в ZnP_2 лишь частично.

При температуре $\sim 750^\circ C$ возможно образование фосфида германия



Синтез тройного соединения начинается при температурах, превышающих $\sim 900^\circ C$ [30] и осуществляется посредством двух реакций



Последующий рост монокристалла ZnGeP_2 осуществляется методом Бриджмена на ориентированную затравку; рост производится из расплавленного поликристаллического соединения, предварительно синтезированного. На данный момент широкое распространение получили как горизонтальный, так и вертикальный метод роста ZnGeP_2 .

Вертикальный метод роста нелинейного кристалла ZnGeP_2 реализован в ростовых печах производства ООО «ЛОК» (г. Томск, Россия) [31-32]. Ростовая печь для вертикального роста ZnGeP_2 состоит из кольцеобразных нагревательных модулей и теплоизолирующих прокладок, установленных поочередно друг на друга и скрепленных внешним каркасом. Каждый модуль оснащен резистивным нагревательным элементом и датчиками температуры. В рабочем объеме установки, представляющем собою полый цилиндр диаметром ~6 см и высотой, равной высоте установки, реализовано осевое распределение температуры, состоящее из трех зон: низкотемпературной (M18–M23), высокотемпературной (M1–M10) и градиентной (M11–M17) (рис.1.2). Физико–химические свойства ZnGeP_2 , в частности его диссоциация при высоких температурах ($>1300^\circ\text{K}$), обуславливают использование герметичных ростовых контейнеров для выращивания кристаллов [32]. В высокотемпературной зоне происходит плавление поликристаллического предварительно синтезированного соединения и частичное подплавление ориентированной затравки. В режиме кристаллизации ростовой контейнер, в котором расположено расплавленное рабочее вещество медленно (~0,5—1 мм/ч) перемещается из высокотемпературной зоны в низкотемпературную. Расплав, проходя через точку кристаллизации, превращается в кристалл.

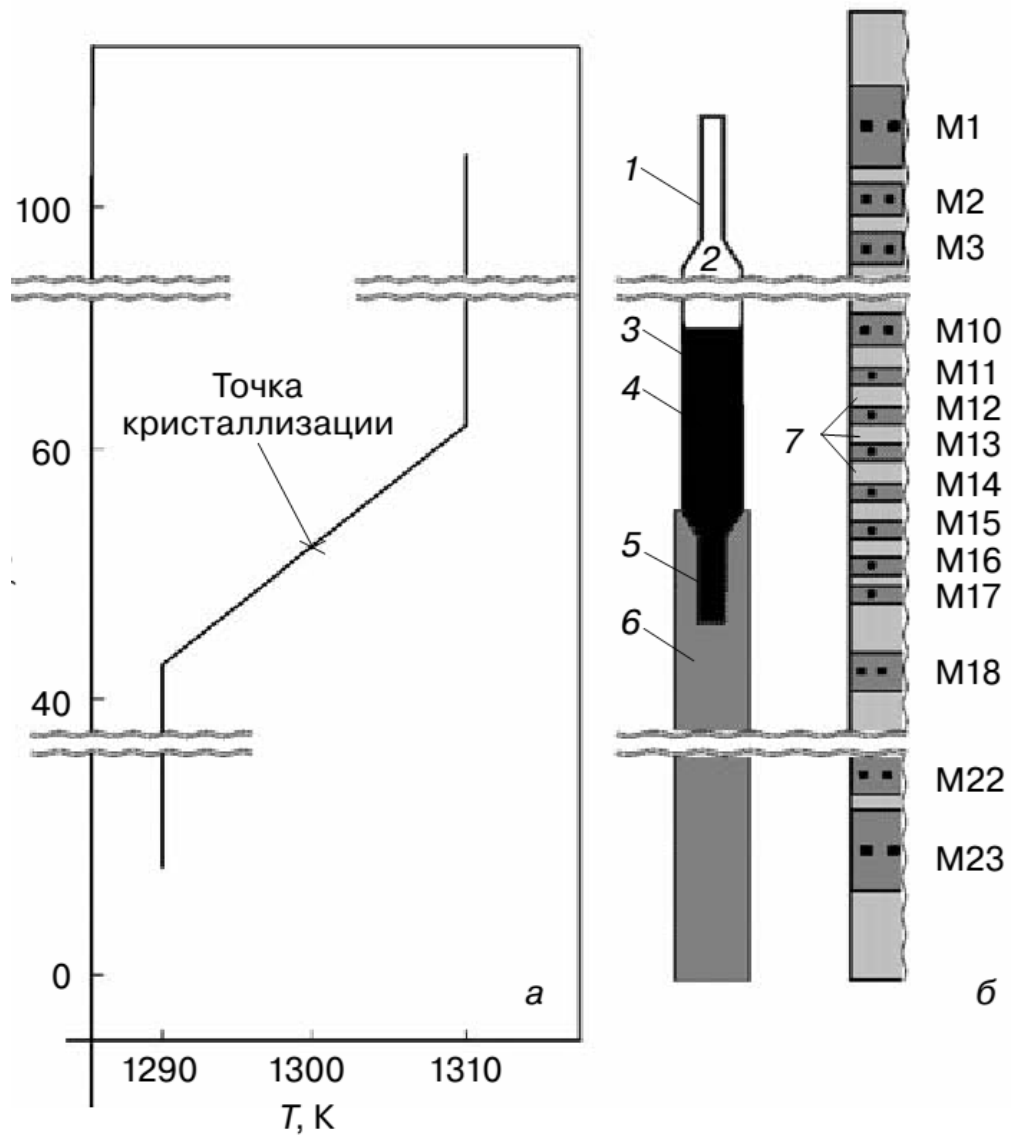


Рисунок 1.2 – Схема осевого распределения температуры (а) и фрагмент рабочего объема термической установки вертикального метода Бриджмена (б): 1 – ампула; 2 – паровая фаза над расплавом кристаллизуемого вещества; 3 – тигель; 4 – рабочее вещество (расплав); 5 – затравочный кристалл; 6 – подставка ростового контейнера; 7 – теплоизолятор; M1–M23 – нагревательные модули [31]

1.3. Типы дефектов кристаллической структуры $ZnGeP_2$ и методы их исследования

Реальные монокристаллы отличаются от идеальных тем, что содержат различные нарушения структуры. Нарушения идеальной трансляционной симметрии кристалла называется структурными дефектами. Дефекты оказывают существенное влияние на многие параметры материала, в том числе на оптические и нелинейные характеристики нелинейных оптических кристаллов. Дефекты могут быть разделены на две основные

группы: собственные дефекты и примеси [33]. Если за основу классификации принять размеры и протяженность областей решетки кристалла, на которые распространяется действие дефектов, то все дефекты можно разделить на [33]:

1. Точечные дефекты - нарушение кристаллической структуры, размеры которого во всех трех измерениях сравнимы с одним или несколькими межатомными расстояниями. К точечным дефектам относятся вакансии (свободный узел решетки, который должен быть занят атомом или ионом в совершенном кристалле), междоузельные атомы основного вещества, дефекты замещения (взаимный обмен местами атомов элементов, образующих соединение), примесные атомы в узлах и междоузлиях решетки, комплексы из простых точечных дефектов;
2. Линейные дефекты: дислокации (локальное нарушение периодического чередования атомных плоскостей в кристаллах, образующееся в процессе их роста или пластической деформации);
3. Двумерные дефекты: малоугловые границы, границы зерен и блоков, двойниковые границы, дефекты упаковки;
4. Объемные дефекты: зональные напряжения, поры, включения второй фазы.

Основное отличие точечных дефектов от линейных, двумерных и объемных дефектов состоит в том, что они могут существовать в кристалле как в термодинамически равновесном, так и в метастабильном состояниях при конечной температуре. Линейные, двумерные и объемные дефекты являются метастабильными образованиями, возникающими при росте, механической деформации или при термической обработке кристалла [33]. Таким образом, теоретически можно получить кристалл, содержащий только точечные дефекты.

Получение монокристалла (особенно многокомпонентного соединения) обладающего идеальным структурным совершенством является сложной и нетривиальной задачей. В монокристаллах ZnGeP_2 , как и во многих других кристаллах, встречаются все перечисленные ранее типы дефектов кристаллической структуры.

Особо критичным оказывается влияние объемных и линейных дефектов на рабочие характеристики нелинейных преобразователей, в том числе и монокристаллов ZnGeP_2 . ZnGeP_2 используется для реализации параметрической генерации мощного излучения в среднем ИК диапазоне (3-5 мкм). Создаваемая при оптической накачке плотность мощности излучения на торцах и внутри кристалла достигает значений ~ 100

МВт. Подобные критические условия требуют особого подхода к оптическому качеству материала в процессе его раскроя на рабочие элементы и последующей аттестации.

Согласно химическим формулам (1.4) и (1.5), синтез $ZnGeP_2$ осуществляется посредством поверхностной и объемной реакций, соответственно. В отличие от объемной (двухкомпонентной) реакции, протекание поверхностной (трехкомпонентной) реакции требует контакта конденсированных реагентов с паровой фазой, доступ к которой лимитируется самой поверхностью раздела «конденсат-пар». Поэтому ее скорость значительно уступает скорости объемной реакции и в финишном продукте процесса синтеза $ZnGeP_2$ возможно присутствие остаточных (не вступивших в реакцию) конденсированных фаз - фосфида цинка с низким содержанием фосфора и германия. Эти остаточные фазы встречаются преимущественно в той части синтезированного слитка, которая слабо контактирует (или совсем не контактирует) с паровой фазой. Эти «примеси» из собственных компонент соединения проявляются в виде объемных дефектов с типичным поперечным размером $\sim 1-10$ мкм и длиной, достигающей иногда нескольких мм [34]. Наличие линейных дефектов (дислокаций) в $ZnGeP_2$ определяется наличием локальных механических и температурных напряжений в процессе роста монокристалла. В [35] в качестве причины образования сильно дислокационных областей рассматривается затекание расплава $ZnGeP_2$ в щель между тиглем и затравкой.

Получение образцов $ZnGeP_2$, имеющих малую концентрацию объемных и линейных дефектов, ограничено рядом технологических трудностей, связанных с синтезом и процессом выращивания монокристаллов $ZnGeP_2$. Выращенные монокристаллы отличаются наличием структурных дефектов, которые, очевидно, оказывают влияние на физические (оптические) свойства монокристаллов. Однако, до сих пор имеются разночтения в вопросе о природе возникновения данных дефектов. Литературные данные о дефектах структуры и их связи с условиями роста $ZnGeP_2$ ограничены. Следовательно, вопрос об исследовании структурного совершенства кристаллов данного материала является открытым. Также открытым остается вопрос поиска быстрых, бесконтактных и неразрушающих методов выявления объемных и линейных дефектов, которые можно применять как при исследовании физических свойств данных монокристаллов, так и при производстве для контроля качества, изготавливаемых оптических нелинейных элементов.

Для исследования объемных дефектов использовался метод рентгеновской топографии [36-38]. Однако из всех методов рентгеновской топографии наибольшей эффективностью при анализе образцов ZnGeP_2 обладает метод на основе явления аномального прохождения рентгеновских лучей (эффект Бормана). Обладая высокой чувствительностью и информативностью, метод рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (метод РТБ) позволяет выявлять все основные типы дефектов кристаллической решетки и по изображениям в виде розеток контраста достоверно определять их основные характеристики [37]. Теоретический расчет изображений дефектов в методе РТБ возможен как по полуфеноменологической теории контраста на основе модифицированных уравнений Инденбома - Чамрова, так и путем прямого расчета изображений дефектов контраста по уравнениям Такаги - Топена. Наиболее эффективен метод РТБ при исследовании сильно поглощающих достаточно совершенных кристаллов (с плотностью дислокаций $N_d < 10^3 \text{ см}^{-2}$), к которым можно отнести ZnGeP_2 . Разрешающая способность метода рентгеновской топографии составляет ~ 10 нм, однако для исследования требуется подготовка образцов в виде тонких полированных пластинок толщиной $\sim 1-2$ мм. К недостаткам метода относятся: большие экспозиции при съемке (достигающие десятков часов); использование фотопроцесса (регистрация проводится на рентгеновские пленки и фотопластинки высокого разрешения) и потенциально опасное для здоровья человека рентгеновское излучение; возможность получения только ограниченного набора изображений дефектов на наиболее «сильных» рефлексах. Метод рентгеновской топографии позволяет идентифицировать такие объемные дефекты как: полосы роста, микродефекты (включения вторых фаз), ряды дислокаций. Пример регистрируемых дефектов представлен на рис.1.3 [35].

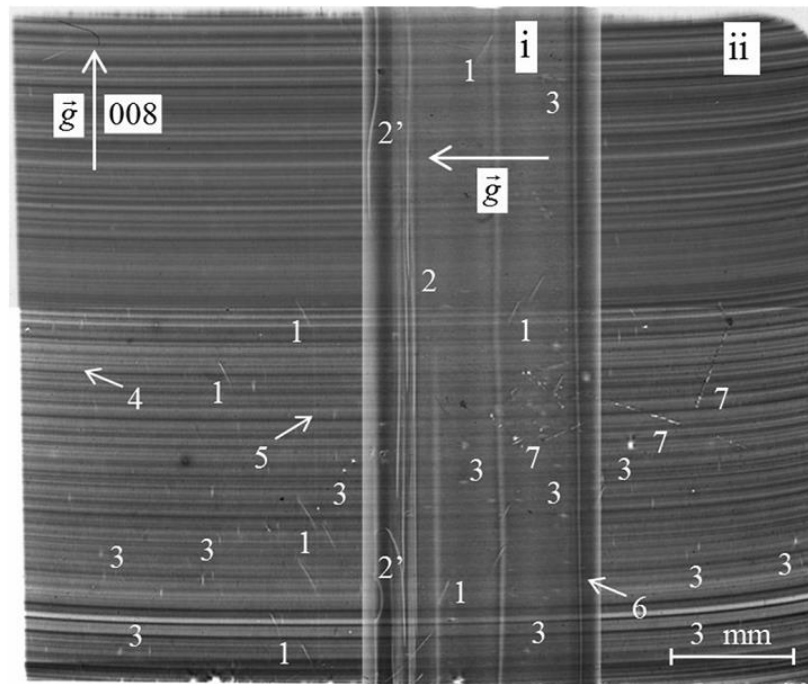


Рисунок 1.3 – Изображение двух наложенных топограмм одного и того же продольного среза, полученных при использовании взаимно перпендикулярных систем отражающих плоскостей [35]

Другим методом, в котором дефекты структуры формируют изображения в виде розеток контраста, является поляризационно-оптический метод (метод фотоупругости) – оптический метод исследования напряжений, основанный на явлении индуцированного двойного лучепреломления (пьезооптическом эффекте) [39]. В прозрачных конструкционных материалах метод фотоупругости позволяет обнаружить и количественно измерить как напряжения, возникающие под воздействием внешних сил, так и внутренние напряжения, существующие в теле в отсутствие внешних сил. Исследования [40] показали, что методом фотоупругости выявляются не только макроскопические, но и микроскопические напряжения в монокристаллах, связанные с отдельными дислокациями. В оптически изотропных кубических кристаллах дислокации, обладающие отличной от нуля краевой компонентой вектора Бюргерса, формируют картину характеристических напряжений, имеющую вид розетки контраста. Исследуя поле двойного лучепреломления вокруг краевой или смешанной дислокации, параллельной оси наблюдения, можно определить положение плоскости скольжения, знак и величину вектора Бюргерса [41]. Метод продемонстрировал свои большие возможности при исследовании отдельных дислокаций в кремнии [41-42], кристаллах гранатов, GaAs и GaP [43] и при исследовании монокристаллов ZnGeP₂[44-45]. К особенностям метода фотоупругости относится

то, что он требует определенного типа дислокационной структуры – наличия протяженных участков дислокаций, параллельных направлению просвечивания, и выявляет преимущественно дислокации с большой краевой компонентой вектора Бюргерса. Для оптических исследований в [44] использовался микроскоп МИН-8 с переходной оптической системой и цифровой фотоаппарат «Olympus C-5060 WZ». При анализе пластин ZnGeP_2 , вырезанных вдоль плоскости (001), являющейся плоскостью оптической изотропии, были зарегистрированы поляризационно-оптические изображения, предположительно, от дислокационных рядов и полос скольжения. Фиксировались также розетки фотоупругости от отдельных дислокаций в малоугловых границах (врезка на рис.1.4) [44]. Поляризационно оптическое изображение всего объема образца, составленное из отдельных фотографий, приведено на рис.1.4 .

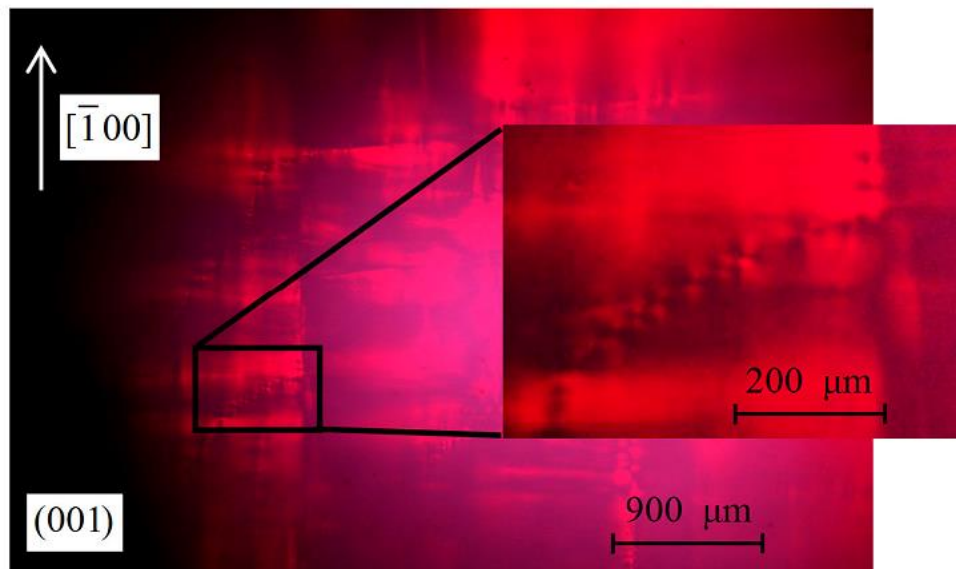
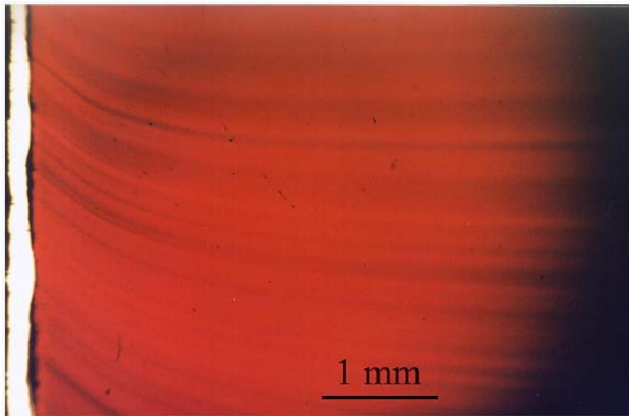


Рисунок 1.4 – Поляризационно-оптическое изображение части пластины ZnGeP_2 с дислокационными рядами [44]

Еще одним методом исследования объемных дефектов ZnGeP_2 является просвечивающая оптическая микроскопия [46]. Данный метод позволяет идентифицировать такие объемные дефекты как полосы роста и иглообразные включения вторых фаз. К преимуществам данного метода можно отнести дешевизну используемого оборудования. Однако данный метод также требует специальной подготовки тонких пластинок толщиной менее 1 мм. На рис.1.5 приведены примеры выявления по средствам просвечивающей оптической микроскопии: а) полос роста в монокристалле ZnGeP_2 и б) иглообразных включений вторых фаз.

А)



Б)



Рисунок 1.5 – Оптическая просвечивающая микроскопия тонкого среза ZnGeP_2 , разрезанного вдоль оси роста. Ось роста направлена вверх [46]

Также известным методом, применяемым технологами на практике, является химическое травление поверхности монокристалла [43]. Несмотря на свою простоту данный метод имеет ограниченное разрешение и не позволяет получить распределение дефектов по всему объему монокристалла.

В [47] применялся теневой оптический метод с использованием излучения лазерного диода на длине волны 1,064 мкм для визуализации объемных дефектов ZnGeP_2 . Данный метод позволяет визуализировать объемные дефекты в образцах ZnGeP_2 практически произвольной толщины (толщина исследуемого образца ограничивалась мощностью лазерного излучения, поглощением исследуемого материала на длине волны тестирования и чувствительностью фотоприемника), но не позволяет определить точное местоположение дефекта в образце.

Таким образом все перечисленные методы имеют ряд недостатков, которые не позволяют их массово применять при исследовании на наличие объемных и линейных дефектов и при производстве нелинейных кристаллов ZnGeP_2 . Почти все перечисленные методы требуют специально подготовленных тонких образцов ZnGeP_2 и не позволяют определить распределение объемных и линейных дефектов во всем объеме исследуемого образцов.

В [48] был использован метод цифровой голографии для визуализации объемных дефектов монокристаллов ZnGeP_2 . Основными преимуществами данного метода визуа-

лизации объемных дефектов в нелинейно оптических материалах является возможность определения характерных геометрических размеров объемных дефектов и их местоположение в объеме кристалла с заданной точностью в реальных заготовках нелинейных элементов, имеющих толщину $\sim 20\text{-}50$ мм.

1.4. Оптический пробой монокристаллов ZnGeP_2

Принципиальное ограничение для достижения высокой импульсной энергии и средней мощности параметрических генераторов света (ПГС) и генераторов разностной и суммарной частоты на основе кристалла ZnGeP_2 связано с оптическим пробоем поверхности и приповерхностного слоя нелинейно-оптических кристаллов. Несмотря на значительные усилия, направленные на исследование свойств кристалла ZnGeP_2 проблема увеличения его оптической стойкости (повышения порога оптического пробоя) остаётся далекой от решения.

1.4.1. Поверхностные механизмы оптического пробоя кристаллов

Порог оптического пробоя нелинейных кристаллов является важным вопросом для приложений в области мощной лазерной техники. Однако сложные и частично взаимодействующие механизмы, а также основные причины лазерного повреждения целого ряда оптических материалов еще полностью не изучены. Оптический пробой может инициироваться как на поверхности кристалла, так и в объеме. От того с каким типом оптического пробоя мы имеем дело с объемным или поверхностным зависят как сами механизмы пробоя, так и пороговые значения интенсивности воздействующего излучения. Как правило оптический пробой, инициируемый на поверхности, имеет меньший порог по интенсивности воздействующего излучения по сравнению с объемным пробоем.

Стандартная технология оптической полировки включает в себя грубое шлифование, тонкое шлифование и полировку поверхности. Удаление материала достигается применением различных абразивов, где механическое воздействие таких абразивов на поверхность оптического материала сопровождается образованием либо открытой, либо закрытой трещиноватой подповерхности. Глубина трещин примерно в 0,3-0,4 раза превышает средний диаметр используемых абразивных зерен и составляет от 1 до 20 мкм для полированных поверхностей [49]. Было установлено, что данный приповерхностный трещиноватый слой играет ключевую роль в лазерном повреждении из-за образования интерференционных эффектов, повышенного поглощения и снижения механической

прочности поверхности стекла [50,51]. Кроме того, остатки материалов, используемых в процессе полировки, могут скапливаться в данных микротрещинах [52]. Это приводит к сложному загрязнению приповерхностного трещиноватого слоя, состоящего из смазочно-охлаждающих жидкостей, содержащих минеральное масло, используемых во время грубого шлифования, частиц износа от абразивных зерен, например, карбида кремния или алмаза и.т.д.

Чтобы увеличить порог оптического пробоя поверхностей, используются различные подходы и методы для удаления поверхностных загрязнений [53,54]. Это включает в себя различные этапы постобработки после классической полировки, такой как закалка поверхности излучением CO_2 лазера [55], химическое травление кислотами [49], ионно-лучевое травление [56], травление поверхности плазмой [57]. Лазерная закалка поверхности приводит к увеличению порога оптического пробоя поверхности за счет релаксации механических напряжений и микротрещин посредством лазерного плавления. Применение методов химического травления позволяет удалять полировальные составы, металлические примеси и подповерхностные повреждения [58]. Травление Ионным пучком, также способствует стравливанию приповерхностного трещиноватого слоя и удаления органических загрязнителей поверхности. Также удаление органических загрязнителей и углерода можно эффективно производить при помощи плазменного травления [58].

1.4.2. Механизмы оптического пробоя в объеме кристаллов

Стоит отметить, что при воздействии импульсного лазерного излучения механизмы оптического пробоя в объеме материала значительно различаются в зависимости от длительности лазерных импульсов. Повреждение от наносекундных лазерных импульсов обычно происходит из-за диэлектрического пробоя материала в результате воздействия интенсивных электромагнитных полей в лазерном луче [59]. Для наносекундных лазерных систем с высокой частотой повторения ~ 10 кГц и выше, лазерное повреждение может быть вызвано сочетанием термически индуцированного повреждения и диэлектрического пробоя. Это происходит потому, что длительность импульса на порядок больше инерционности электронной решетки, которая отвечает за термически индуцированное повреждение. В дополнение к тепловому механизму и диэлектрическому пробоя, оптический пробой может быть вызвано взаимодействием лазера с некоторыми типами дефектов кристаллической решетки, в частности за счет термического нагрева

материала при поглощении лазерного излучения объемными дефектами. В [60] было выявлено влияние концентрации дислокаций на порог оптического пробоя для таких материалов как KDP и DKDP. Механизм оптического пробоя, связанный с наличием дислокаций, заключается в том, что нарушения в кристаллической структуре усиливают кластеризацию точечных дефектов (собственных или связанных с примесями), которые не вызывали бы оптического повреждения, если бы были изолированы [60]. Структурные нарушения, такие как дислокации, также могут вызывать локальную компенсацию заряда, тем самым стабилизируя точечные дефекты, которые обычно наблюдаются только при низкой температуре. Наличие примесей важно для порога оптического пробоя, если они вызывают сильное поглощение, но как только процедура выращивания или последующей обработки кристаллов оптимизирована, примеси обычно не являются ограничивающим фактором порога оптического пробоя кристаллов.

1.4.3. Механизмы оптического пробоя ZnGeP_2

Оптический пробой монокристалла ZnGeP_2 при облучении импульсным наносекундным излучением ~ 2 мкм происходит по неустановленным на данный момент причинам. Также в ходе проведения работ по получению параметрической генерации рядом исследователей отмечается «эффект накопления» [10] приводящий к повреждению кристалла при продолжительной оптической нагрузке, природа которого также не ясна. На данный момент публикаций, посвященных исследованию процесса оптического пробоя и влияния технологических факторов на порог оптического пробоя не так уж и много. Были проведены работы по определению порога оптического пробоя при облучении монокристаллов ZnGeP_2 лазерным излучением на длинах волн $\sim 1,064$ мкм; 2,1 и 9,5 мкм [61-65]. В [61] исследования порога оптического пробоя ZnGeP_2 проводились с использованием излучения с длиной волны 2,08 мкм при частоте следования импульсов 1 Гц и длительности импульсов ~ 70 -75 нс. Было показано, что повреждение ZnGeP_2 посредством оптического пробоя обусловлено плотностью энергии ($\text{Дж}/\text{см}^2$), а не плотностью мощности ($\text{МВт}/\text{см}^2$) [61]. В ходе исследований не было выявлено корреляции между порогом пробоя и поляризацией тестирующего излучения, из чего можно сделать предположение, что порог оптического пробоя на длине волны $\lambda \sim 2,1$ мкм не зависит от объемного поглощения, поскольку поглощение излучения с необыкновенной поляризацией больше чем излучения с обыкновенной поляризацией. Было зарегистрировано две группы пробоев: при плотности энергии менее $10 \text{ Дж}/\text{см}^2$, пробой локализовался на пе-

редней поверхности кристалла, а при плотности энергии более 10 Дж/см^2 порог пробоя начинался на задней поверхности [61]. В [62] показано, что улучшение полировки рабочих поверхностей и уменьшение или полное удаление подповерхностного трещиноватого слоя приводит к повышению порога оптического пробоя. Также показано что среднеквадратичное отклонение оцениваемого профиля шероховатости (rms) и максимальная глубина неоднородностей на поверхности (PV) являются информативными маркерами влияния качества полировки на порог оптического пробоя. В [62] показано, что при уменьшении параметра rms в два раза и при уменьшении параметра PV более чем в 5 раз порог оптического пробоя возрастает в два раза. В [63] была определена лучевая стойкость на длине волны $2,09 \text{ мкм}$ и $1,064 \text{ мкм}$, и показано значительное различие в значениях порога пробоя, что свидетельствует о различных механизмах пробоя на данных длинах волн. Экспериментально подтверждено соответствие результатов измерения порога оптического пробоя по методике R-on-1 и S-on-1 [63]. В [64] был определен порог оптического пробоя элементов ZnGeP_2 на длине волны лазерного излучения $9,55 \text{ мкм}$, который после пересчета экспериментальных данных составил $\sim 9,5 \text{ Дж/см}^2$ при длительности импульсов 85 нс и частоте их следования 1 Гц , что сопоставимо с результатами, полученными ранее в работе [62] примерно при тех же энергетических параметрах излучения, но на длине волны $2,08 \text{ мкм}$. Данные о повышении порога пробоя ZnGeP_2 с уменьшением длительности импульсов излучения накачки [65], свидетельствует в пользу термической природы разрушения материала, преобладающей в аналогичных ковалентных кристаллах, прозрачных в ИК диапазоне.

Таким образом вышесказанное не позволяет объяснить механизм оптического пробоя и дать рекомендации для улучшения технологического процесса роста ZnGeP_2 с целью повышения оптической стойкости материала. В связи с чем остро встает вопрос выявления физических механизмов способных привести к данным последствиям.

На данный момент известно несколько механизмов оптического пробоя кристаллических прозрачных материалов имеющих термическую природу:

- 1) За счет термического нагрева материала при поглощении лазерного излучения объемными дефектами.

На данный момент технологии роста монокристаллов ZnGeP_2 и пост ростовой обработки материала позволяют создавать нелинейные кристаллы с коэффициентом поглощения на длине волны $2,1 \text{ мкм}$ $\sim 0,02 \text{ см}^{-1}$. При этом монокристалл ZnGeP_2 обладает

высокой теплопроводностью $\sim 0.18 \text{ Вт}\cdot\text{см}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$, в связи с чем нагрев (за счет поглощения на точечных дефектах лазерного излучения) матричной среды до температур способных привести к деградации материала является маловероятным. Однако объемные дефекты, а также граница раздела дефект- матричная среда могут иметь коэффициент поглощения значительно больший чем матричная среда и могут выступать причиной оптического пробоя, нагреваясь при поглощении лазерного излучения до температуры плавления. Следовательно, нагрев за счет поглощения может превосходить теплоотвод от дефекта за счет теплопроводности материала и вызывать «эффект накопления» приводящий к пробую материала при высокой частоте следования импульсов лазерного излучения.

Общий и/или локальный нагрев кристалла при поглощении излучения накачки или генерации ПГС может приводить к термонаведённым изменениям показателя преломления нелинейно-оптического элемента. В частности, возможно формирование термолинзы в кристалле ZnGeP_2 , которая влияет на пространственный профиль пучков накачки и генерации ПГС (фокусируя их с увеличением плотности энергии до критического значения). Другим проявлением локального тепловыделения и нагрева нелинейного элемента является формирование в объёме кристалла механически напряженных областей, служащих источниками свободных электронов [66].

При наличии теплового механизма пробоя должен существовать оптимальный режим по частоте следования и длительности импульсов, а также плотности мощности лазерного излучения при котором устанавливается равновесный режим, когда теплоотвод от дефектов равен нагреву за счет поглощения лазерного излучения.

2) За счет повышения уровня поглощения точечными дефектами, что может приводить к нелинейному поглощению и к разогреву материала в канале распространения лазерного излучения до температур выше температуры плавления и, как следствие, к оптическому пробую материала. Точечные дефекты, вызванные встраиванием в кристаллическую решётку посторонних атомов или за счет формирования вакансий и замещения атомов исходных компонентов монокристалла, приводят к возникновению дополнительных примесных уровней в запрещенной зоне полупроводника. В моделях точечных дефектов ZnGeP_2 в качестве дефектов рассматривают вакансии, прежде всего V_{Zn} и V_{P} , а также дефекты разупорядочения Ge_{Zn} и Zn_{Ge} . В таблице 1.1 и рис.1.6 перечислены точечные дефекты, наблюдаемые в ZnGeP_2 [67].

Таблица 1.1 – Энергии глубоких уровней нейтральных и заряженных дефектов в ZnGeP_2 в окрестности запрещенной зоны (относительно потолка валентной зоны $04v$ идеального кристалла) (eV) [67]

V_{P}^0	V_{P}^{-1}	V_{Zn}^0	V_{Zn}^{-1}	V_{Zn}^{-2}	V_{Ge}^0	V_{Ge}^{-3}	V_{Ge}^{-4}	Ge_{Zn}^0	$\text{Ge}_{\text{Zn}}^{+1}$	$\text{Ge}_{\text{Zn}}^{+2}$	P_{Ge}^0	$\text{P}_{\text{Ge}}^{+1}$	P_{Zn}^0	$\text{P}_{\text{Zn}}^{+2}$	$\text{P}_{\text{Zn}}^{+3}$	Zn_{Ge}^0	$\text{Zn}_{\text{Ge}}^{-1}$	$\text{Zn}_{\text{Ge}}^{-2}$	Zn_{P}^0	$\text{Zn}_{\text{P}}^{+1}$	Ge_{P}^0	$\text{Ge}_{\text{P}}^{-1}$
0.27	0.51	0.05	0.19	0.39	-0.12	0.44	0.17	2.17	2.12	2.02	1.87	1.64	1.90	1.59	1.40	-0.15	0.01	0.10	0.27	0.15	-1.52	-1.48
1.33	1.72	0.14	0.35	0.59	0.02	0.69	0.18							1.68	1.86		0.06	0.12	1.44	1.11	0.11	0.36
1.85	2.12						0.71							2.12	2.03				1.98	1.69	0.65	1.06
							0.96								2.16							

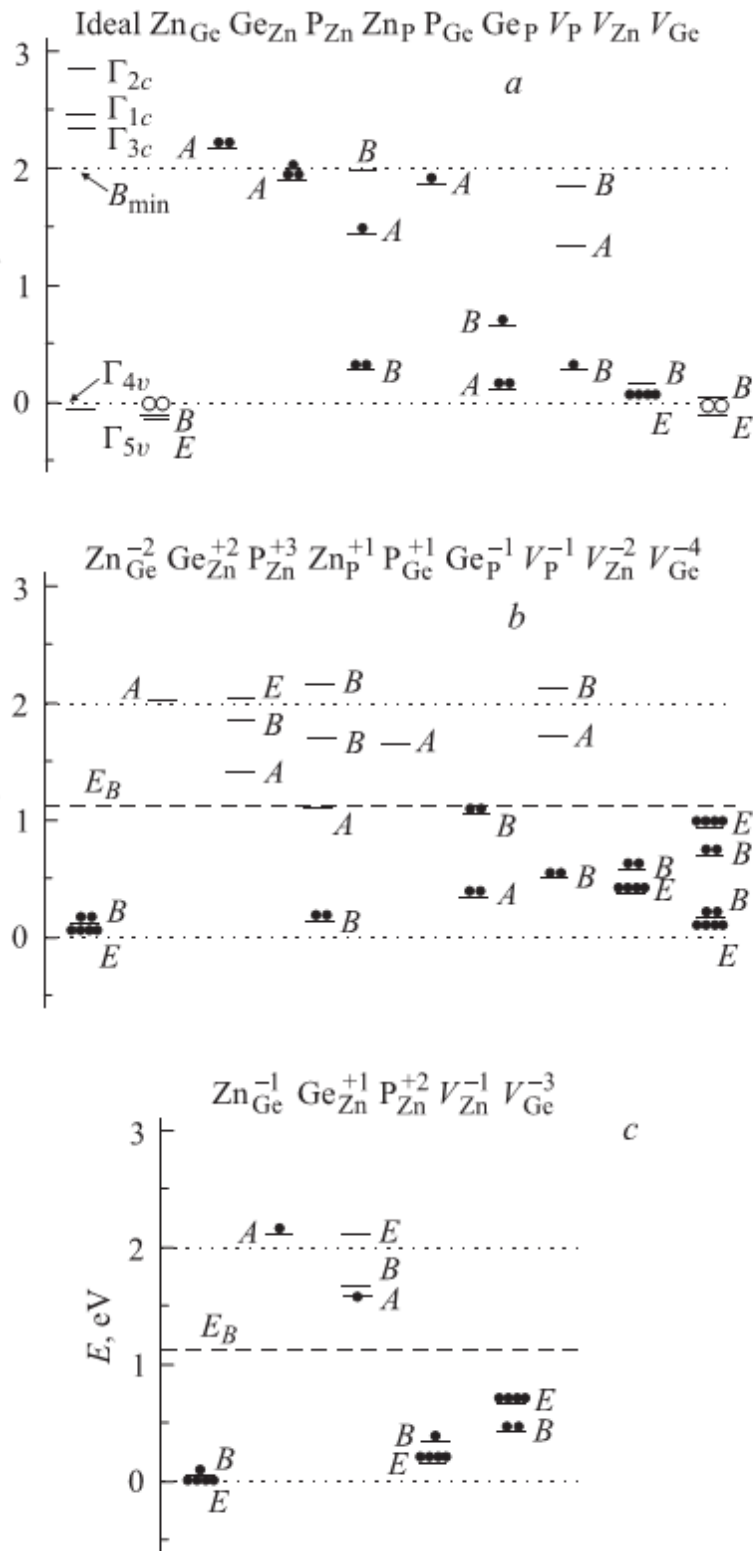


Рисунок 1.6 – Глубокие уровни нейтральных (a) и заряженных (b, c) точечных дефектов в ZnGeP₂. Пунктирными горизонтальными линиями обозначены края запрещенной зоны, темными кружками показано заполнение уровней электронами, светлыми кружками — заполнение дырками. Положение уровня Ферми (E_F) в кристалле соответствует $E_F = E_B = 1.19$ eV [67]

Необходимо отметить что $ZnGeP_2$ является высокоомным полупроводником с дырочной проводимостью. Концентрация свободных дырок в $ZnGeP_2$ $\sim 2,5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ [68]. В связи с чем пробой, вызванный формированием лавины свободных носителей собственной проводимости, является маловероятным.

Известно, что при температурах $\sim 1000^\circ \text{C}$ концентрация точечных дефектов становится значительной рис.1.7. Рост концентрации точечных дефектов при повышении температуры может приводить к нелинейной зависимости поглощению света от плотности мощности и длительности воздействия на кристалл лазерного излучения и, как следствие, к «эффекту накопления» и пробую монокристалла за счет локального термического нагрева.

Из приведенного выше анализа ясно, что существует два предположительных механизма оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$. Первый, за счет нагрева объемных дефектов при поглощении ими лазерного излучения. Второй механизм пробоя связан с нелинейным поглощением при повышении уровня поглощения точечными дефектами. Следовательно, необходимо определение доминирующего физического механизма приводящего к инициированию оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$, чтобы разработать технологические рекомендации для роста монокристалла и пост ростовой обработки с целью повышения оптической стойкости материала. Из выше приведенного анализа следует, что источником инициирования оптического пробоя могут выступать либо объемные дефекты, либо точечные.

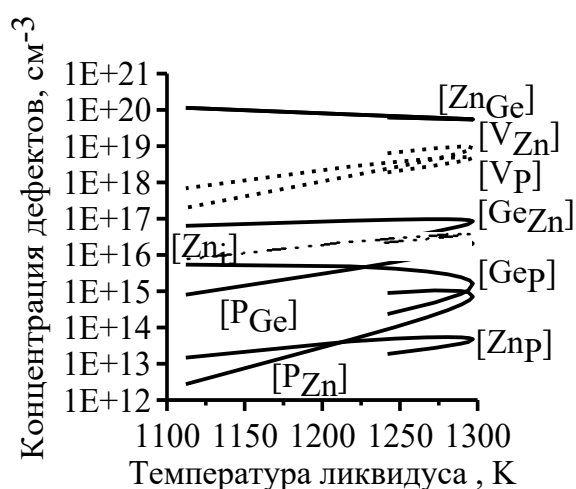


Рисунок 1.7 – Концентрации наиболее значимых точечных дефектов в кристаллах

$A^2B^4C_2^5$ в зависимости от температуры ликвидуса; разрез $B^4 - A^2C_2^5$ [69]

1.5. Параметрические генераторы света среднего ИК диапазона

Параметрическое усиление является одним из основных нелинейных оптических эффектов, открытых на зоре нелинейной оптики [70]. С развитием лазерной техники этот процесс стал одним из наиболее полезных оптических эффектов, поскольку он позволяет получить перестраиваемое по длине волны излучение в тех областях оптического диапазона в которых нет лазерных активных сред, позволяющих генерировать данное излучение.

Физическая интерпретация явления параметрического усиления заключается в следующем. Лазерный пучок с частотой ω_1 взаимодействуя с нелинейным кристаллом, генерирует нелинейную поляризацию $P^{(2)}(\omega_1 = \omega_2 - \omega_3)$. Последняя являясь результатом вклада осциллирующих диполей, служит источником излучения на частотах ω_2 и ω_3 . В общем случае параметрическое излучение может происходить во всех направлениях. Поле излучения зависит от коррелированного по фазе пространственного распределения $P^{(2)}(\omega_1)$. Выбором геометрии эксперимента можно сформировать острый пик излучения в определенном направлении. Это определяется условием фазового синхронизма. $k_1 = k_2 - k_3$ (где k_1, k_2, k_3 – волновые вектора).

Условие фазового синхронизма можно также записать как

$$\frac{n_2(\lambda_2)}{\lambda_2} - \frac{n_3(\lambda_3)}{\lambda_3} = \frac{n_1(\lambda_1)}{\lambda_1}, \quad (1.6)$$

где n_1, n_2, n_3 – показатели преломления волны накачки, сигнальной и холостой волн.

Изменяя направление распространения волны накачки по отношению к оптической оси кристалла, например, путем изменения угла (θ) между направлением излучения и оптической осью кристалла, можно изменять усиление сигнальной и холостой волны, в соответствии с условием фазового синхронизма. Зависимость показателя преломления необыкновенной волны от угла θ определяется следующим соотношением [70].

$$n_e(\lambda, \theta) = n_0(\lambda) \sqrt{\frac{1 + \tan^2(\theta)}{1 + \left(\frac{n_0(\lambda)}{n_e(\lambda)}\right)^2 \tan^2(\theta)}}. \quad (1.7)$$

Для увеличения коэффициента усиления при параметрическом усилении можно использовать оптический резонатор, при этом появляется параметрическая генерация. В двух резонаторном параметрическом генераторе зеркала имеют высокий коэффициент

отражения одновременно на частотах ω_2 и ω_3 , а в однорезонаторном только на одной из частот. Как правило оба зеркала резонатора прозрачны для волны накачки.

Для эффективной работы ПГС необходимо использовать кристаллы с высокой оптической прозрачностью в заданном диапазоне длин волн, с большим значением квадратичной нелинейной восприимчивости, высоким порогом оптического пробоя и хорошей пространственной однородностью.

По всей совокупности характеристик, одним из наиболее эффективных для параметрической генерации излучения в среднем ИК диапазоне длин волн (3,5-8 мкм) (из большого многообразия нелинейно-оптических кристаллов) является монокристалл ZnGeP_2 [17,71,72]. В настоящее время хорошо изучена и реализована на практике параметрическая генерация света на длинах волн 3-5 мкм; 6-8 мкм в нелинейных кристаллах ZnGeP_2 с накачкой лазерными источниками на длинах волн $\sim 2,1$ мкм [7-10]. В схемах с компенсацией сноса достигнуты предельные энергетические характеристики: КПД преобразования $\sim 50\%$, средняя выходная мощность генерируемого излучения ~ 100 Вт, частота следования ~ 10 -100 кГц, и энергия в импульсе ~ 200 мДж [8-10]. Данные исследования указывают на перспективность использования параметрических генераторов на базе ZnGeP_2 в качестве перестраиваемых источников среднего ИК диапазона. Также следует отметить работы по накачке ZnGeP_2 излучением тулиевого волоконного лазера на длине волны ~ 2 мкм. Были получены высокие энергетические характеристики генерируемого излучения при КПД преобразования $\sim 35\%$ [73].

1.5.1. Генерация излучения в нелинейном кристалле ZnGeP_2 в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм

Одними из определяющих параметров нелинейных кристаллов, влияющих на выбор источника накачки и эффективность параметрической генерации, наряду с условиями синхронизма, является диапазон прозрачности и абсолютные значения поглощения на длинах волн накачки и генерации, определяемые шириной запрещенной зоны и величиной остаточного поглощения при энергиях кванта меньше ширины запрещенной зоны. Ширина запрещенной зоны монокристалла ZnGeP_2 ~ 2 эВ что в пересчете на длину волны фотона с данной энергетикой составляет $\sim 0,63$ мкм. Однако несмотря на это, аномальная полоса поглощения распространяется до 1,5-2 мкм. Поглощение в нелинейном кристалле ZnGeP_2 на длинах волн ~ 1 мкм составляет $\sim 1,5$ см⁻¹, а на длине волны $\sim 2,1$ мкм поглощение падает до 0,02 см⁻¹ после пост ростовых обработок кристалла (низ-

котемпературные отжиги и облучение потоком быстрых электронов) [74]. В связи с чем накачка ПГС среднего ИК диапазона на основе кристалла ZnGeP_2 относительно дешевыми и распространёнными лазерными источниками, генерирующими излучение на длинах волн $\sim 1-1,5$ мкм таких как Nd:YAG-лазер и т.д., является не эффективной. Поэтому накачку ПГС (на основе кристалла ZnGeP_2) осуществляют при помощи когерентных источников генерирующих излучение на длине волны $\sim 2-2,1$ мкм, таких как ПГС на основе нелинейного кристалла КТР [71], Ho:YAG-лазера [75-78], Эрбиевого лазера [79-80], Тулиевого лазера [73,81], Tm, Ho:GdVO₄-лазера [82], Ho:YLF-лазера [9].

Максимальные энергетические характеристики генерируемого в ZnGeP_2 параметрического излучения в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм на данный момент получены при использовании в качестве накачки Ho:YAG лазеров [10]. В [83-84] была достигнута средняя выходная мощность $\sim 40-100$ Вт излучения на длине волны $\sim 2,1$ мкм Ho:YAG-лазера в режиме активной модуляции добротности с типичной длительностью импульсов $\sim 15-35$ нс, при частотах следования импульсов $\sim 10-100$ кГц, КПД преобразования излучения свет в свет при этом составлял $\sim 70\%$. Амплитуда наносекундных импульсов, их длительность и энергия, диаметр пучка в таких системах стабильны при постоянной накачке (случайные вариации амплитуды импульсов не превышают 5%) в гауссовом пучке высокого качества (параметр $M_2 \leq 2$) [83-84]. В [85] при использовании системы генератор-усилитель на основе Ho:YAG лазеров среднюю мощность генерируемого излучения на длине волны $\sim 2,1$ мкм удалось повысить до 231 Вт при частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульсов 22,9 нс.

На данный момент созданы компактные, надежные, мощные источники среднего ИК диапазона 3-5 мкм на базе параметрического генератора на основе нелинейного кристалла ZnGeP_2 с накачкой излучением Ho:YAG-лазера. Такой источник является ключевым компонентом системы противодействия (DIRCM) инфракрасным сенсорам, кроме того, он имеет важное значение для систем контроля и дистанционного мониторинга экологической обстановки. Лазеры накачки имеют двухступенчатую конфигурацию, где кристалл Ho:YAG накачивается внутри резонатора с помощью излучения кристалла Tm:YAG [86] или Tm:YLF [87], или вне резонатора с помощью Tm:YLF-лазера [88]. Кристаллы, легированные Tm, имеют серьезные тепловые проблемы из-за относительно большого уровня дефектов и потерь преобразования, которые ограничивают уровень выходной мощности. Таким образом ясно, что наиболее критическим элементом, кото-

рый ограничивает мощность в диапазоне 3-5 мкм является Tm-лазер. Оптимальной схемой накачки Ho:YAG лазера является накачка с помощью волоконного тулиевого лазера [89-90]. Волоконный лазер испытывает тепловые нагрузки на значительно большей длине, чем аналогичный кристалл, легированный Tm, при этом отвод тепла становится значительно менее критичным (обычно достаточно воздушного охлаждения). Кроме того, можно получить отличное качество излучения даже при большой выходной мощности при использовании одномодового волокна. Такие волоконные лазеры коммерчески доступны и являются идеальным источником накачки Ho:YAG-лазера. Длина волны излучения таких лазеров перестраивается в пределах спектра поглощения гольмия в диапазоне длин волн $\sim 1,9$ мкм и в сочетании с ее малой шириной (< 3 нм) дает возможность точного задания рабочей длины волны, чтобы оптимизировать поглощение в Ho:YAG и избежать поглощения парами воды в атмосфере. Низкий уровень дефектов в Ho:YAG делает очень малыми тепловые потери и дает возможность поднять уровень выходной мощности до значений средней мощности генерируемого излучения на уровне ~ 230 Вт.

На рис.1.8 представлена типичная схема накачки ПГС на основе нелинейного кристалла $ZnGeP_2$ при генерации излучения в диапазоне от 3 до 5 мкм с накачкой импульсным излучением Ho:YAG-лазера накачиваемого излучением тулиевого волоконного лазера. Модуляция добротности излучения Ho:YAG-лазера производится акустооптическим модулятором внутри резонатора.

Выходное излучение Ho:YAG-лазера фокусировалось и использовалось для накачки ПГС. ПГС на базе $ZnGeP_2$ состоит из двух кристаллов, расположенных в геометрии компенсации сноса. Кристаллы $ZnGeP_2$ вырезались под углом $\theta \sim 53^{\circ}-54,5^{\circ}$ для фазового синхронизма первого типа и просветлялись на длине волны накачки $\sim 2,1$ мкм и в диапазоне длин волн генерации 3,5-5 мкм. Резонатор состоял из двух плоских зеркал, одно с отражающим покрытием на длинах волн 3.5-5 мкм, а другое с 50% пропусканием на длинах волн 3-5 мкм. Оба зеркала резонатора ПГС полностью пропускали излучение накачки. Таким образом ПГС имел двухзеркальный резонатор с однопроходной накачкой. В [76] показано, что ПГС с двухзеркальным резонатором и многомодовой накачкой имеет максимальную выходную мощность если оптические длины путей в резонаторе лазера накачки и ПГС согласованы. Выходной спектр ПГС на базе

ZnGeP₂ как правило состоит из нескольких линий шириной около 50 нм в рамках групп с шириной ~250 нм с центрами групп 3.83 мкм и 4.63 мкм, как показано на рисунке 1.9.

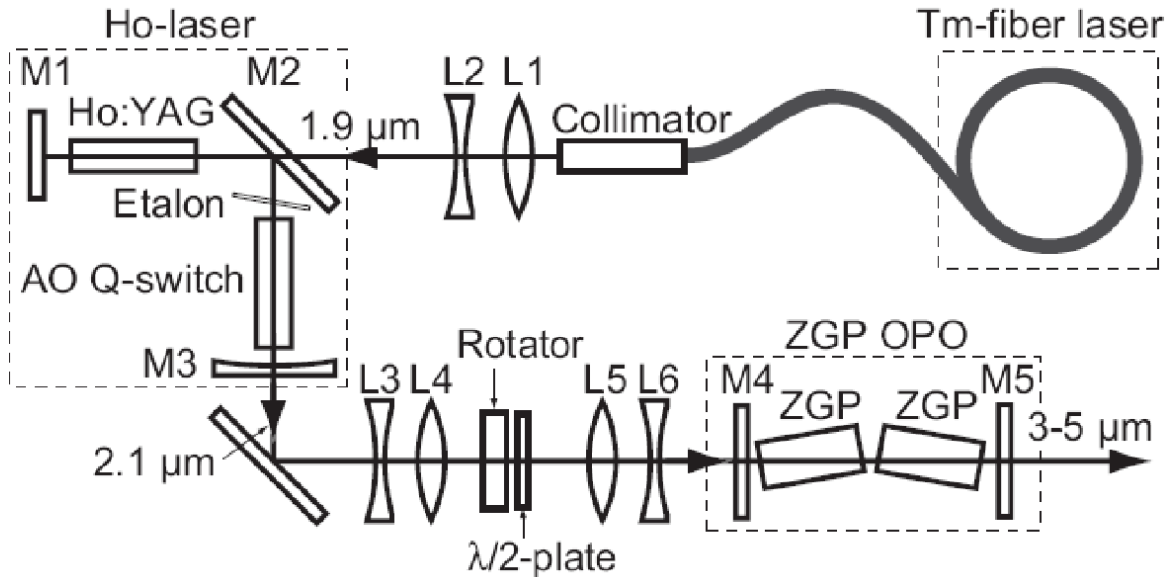


Рисунок 1.8 – Блок-схема типичного варианта накачки Ho:YAG лазером ПГС на базе нелинейного кристалла ZnGeP₂. L1,L2 – линзы фокусирующие излучение тулиевого волоконного лазера внутрь стержня Ho:YAG; M2 – плоское зеркало с 99% пропусканием на длине волны накачки 1.9 мкм и высоким отражением на длине волны генерации - 2.1 мкм при угле падения излучения 45 градусов; M1 – плоское зеркало с высоким отражением в диапазоне длин волн 1.9...2.1 мкм, обеспечивает двух-проходную накачку; M3-зеркало с 70% отражением на длине волны 2,1 мкм и радиусом кривизны 100 мм; AO Q-switch- акустооптический модулятор; Etalon - спектральный фильтр; L3,L4 – линзы фокусирующие излучение генерируемое Ho:YAG-лазером на входную апертуру нелинейного кристалла ZnGeP₂; M4,M5 –зеркала резонатора ПГС; ZGP –нелинейные кристаллы ZnGeP₂ [76]

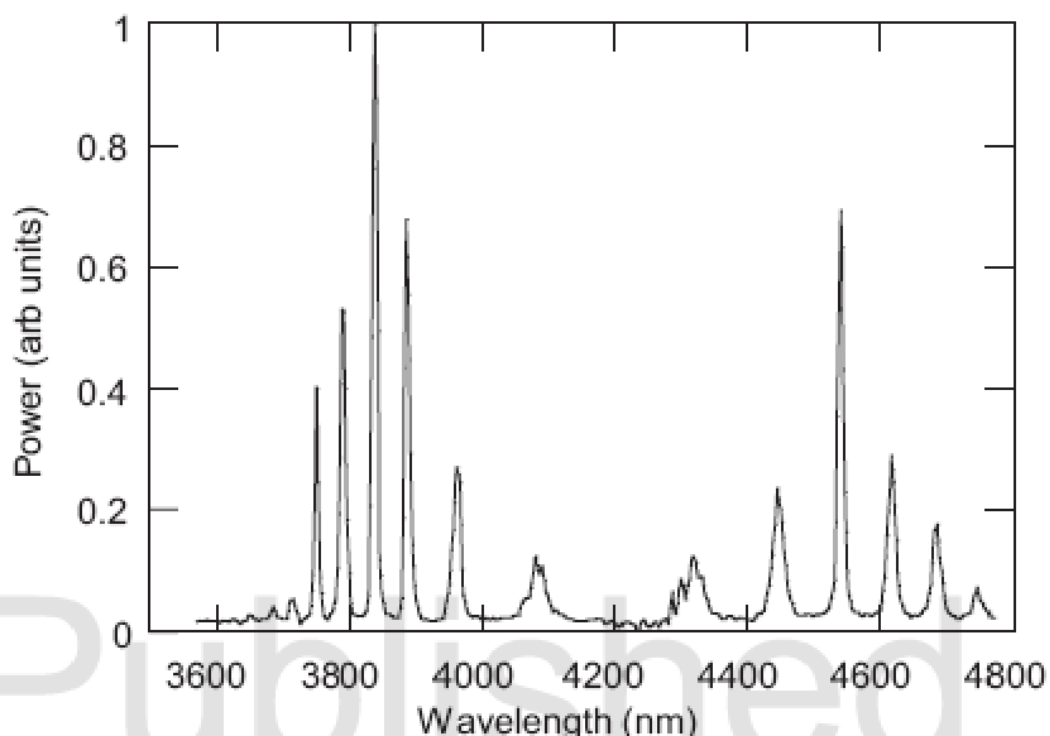


Рисунок 1.9 – Выходной спектр генерируемого ПГС излучения [76]

Таким образом в [76] удалось реализовать параметрическую генерацию в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм в ПГС на базе $ZnGeP_2$ со средней мощностью генерируемого излучения 5,1 Вт на частотах следования импульсов 20 кГц и длительности импульсов 25 нс при эффективности параметрического преобразования излучения накачки 59%.

В [8] для накачки ПГС на основе $ZnGeP_2$ применялась система генератор-усилитель на основе активных элементов $Ho:YAG$ с накачкой излучением волоконного тулиевого лазера. Излучение задающего генератора модулировалось электрооптическим затвором, создавая цуги импульсов с заполнением $1/4$ с частотой следования импульсов в цуге 140 кГц, средняя мощность на длине волны 2,09 мкм в цуге при этом составляла 162 Вт. Средняя мощность излучения, генерируемого в ПГС в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм в одном цуге составила 99 Вт при эффективности преобразования излучения накачки $\sim 60\%$. Данная работа продемонстрировала возможность повышения средней мощности параметрической генерации в $ZnGeP_2$ за счет повышения частоты следования импульсов (даже с учетом уменьшения эффективности нелинейного преобразования из-за уменьшения импульсной энергии при увеличении частоты следования импульсов).

В системе задающий генератор-усилитель на базе нелинейных кристаллов $ZnGeP_2$ при накачке импульсным излучением $Ho:YLF$ -лазера при частоте следования импульсов

1 Гц и длительности импульсов 15 нс было получено излучение в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм с импульсной мощностью 212 мДж [76].

В [77] благодаря использованию системы генератор-усилитель на базе активных элементов Ho:YAG с накачкой непрерывным излучением тулиевого волоконного лазера на длине волны 1,908 мкм было получено излучение на длине волны 2,0907 мкм с средней мощностью 231 Вт, импульсной энергией 23,1 мДж и пиковой мощностью 1 МВт при частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульсов 22,9 нс. Модуляция добротности излучения Ho:YAG-генератора осуществлялась при помощи акустооптического затвора. Общая эффективность системы генератор-усилитель составила 60%, при этом качество генерируемого пучка соответствовало параметру $M^2 \sim 1,05$. Применение данной системы (задающий генератор-усилитель) в качестве источника накачки ПГС с кольцевым резонатором на основе ZnGeP₂, позволило генерировать излучение в диапазоне длин волн 3,5-5 мкм со средней мощностью 110 Вт при эффективности преобразования излучения накачки 62%. Схема установки представлена на рис.1.10.

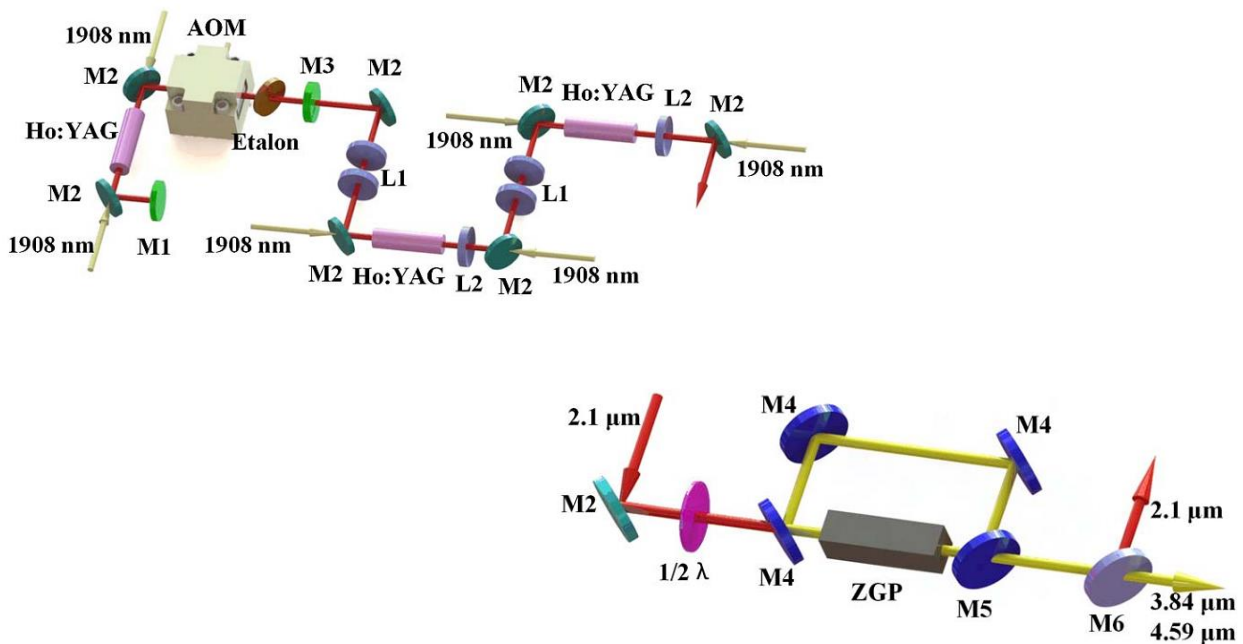


Рисунок 1.10 – Схема экспериментальной установки [77]

1.6. Генерация ТГц излучения на разностной частоте в нелинейно-оптических кристаллах

Терагерцовый диапазон спектра электромагнитного излучения (ТГц-диапазон) лежит между областью миллиметровых длин волн и инфракрасным диапазоном. В наиболее широкой интерпретации ТГц-диапазон занимает область частот от 100 ГГц до

10 ТГц (диапазон длин волн от 3 мм до 30 мкм). С другой стороны, в соответствии с ГОСТ 24375–80 и рекомендациями Международного союза электросвязи, ТГц-диапазон можно определить, как диапазон частот от 300 ГГц до 3 ТГц (диапазон длин волн от 1 до 0,1 мм). Вместе с тем, если следовать стандартам Международной организации по стандартизации (ISO), ТГц-диапазон лежит в области дальнего инфракрасного спектра, границы которого лежат в интервале 300 ГГц и 6 ТГц. Поэтому, для границ ТГц-диапазона как со стороны нижних, так и со стороны верхних частот, а также границ лежащего рядом дальнего инфракрасного диапазона имеется неоднозначность.

Достижения в области лазерной физики, нелинейной оптики, полупроводниковой физики и СВЧ электроники, стимулировали всплеск интереса исследователей к области спектра $\sim 0,2$ -2 ТГц. Создание импульсных источников когерентного терагерцового излучения, обладающих повышенной проникающей способностью, узкой диаграммой направленности и селективным взаимодействием с газами, жидкостями, твердыми телами и сложными органическими веществами, актуально для разработки целого ряда перспективных прикладных устройств, в частности, для создания дистанционных систем контроля взрывчатых и наркотических веществ. Именно селективное взаимодействие порошкообразных и твердых органических веществ с излучением ТГц диапазона позволяет создавать системы дистанционного квазиоптического контроля их химического состава. Благодаря высокой отражательной способности металлов, излучение субмиллиметрового (ТГц) диапазона можно использовать для дистанционного поиска мелкогабаритных металлических предметов, всего в несколько раз больших (~ 1 мм) длины волны излучения, а также металлических объектов, удаленных на большие расстояния, при достаточной мощности источника. При этом может быть обеспечена высокая точность определения их пространственного положения, как по дальности, так и по направлению. Системы селективного воздействия на молекулы могут обеспечить контроль синтеза лекарственных препаратов, диагностику злокачественных опухолей и высокотемпературной плазмы с высоким временным разрешением, а также решение других задач медицины, биологии и физики.

На сегодняшний день изучены различные физические принципы получения терагерцового излучения, разработаны стенды по отработке получения излучения данного диапазона, а также промышленно выпускаются готовые промышленные образцы источников терагерцового излучения.

Одним из способов получения мощного излучения терагерцового диапазона является генерация в нелинейных кристаллах на разностной частоте.

Общий принцип действия генератора разностной частоты терагерцового излучения аналогичен принципу действия параметрического генератора и основан на трехволновом взаимодействии. Физической причиной смещения волн является квадратичная нелинейность поляризации среды, проявляющаяся при высоких уровнях накачки ($P = \alpha E + \chi^{(2)} E^2 + \dots$, где α – линейная диэлектрическая восприимчивость, χ – квадратичная нелинейная восприимчивость, E – напряженность электрического поля световой волны). Усиление генерируемой волны происходит при выполнении условия фазового синхронизма $k_p = k_s + k_i$ (где k_p , k_s , k_i – волновые вектора) которое также можно записать через выражение (1.11).

Зависимость показателя преломления необыкновенной волны от угла θ при этом определяется соотношением (1.12). Синхронизм в коллинеарной геометрии можно получить только: 1) при использовании аномальной дисперсии; 2) в двулучеприломляющих кристаллах. В данном случае среда должна быть отрицательным одноосным кристаллом, в котором $n_e(\omega_i) < n_o(\omega_i)$. Обычно используют два типа коллинеарного синхронизма. При первом типе $n(\omega_1)$ и $n(\omega_2)$ одновременно являются обыкновенными или необыкновенными лучами, при втором типе синхронизма либо $n(\omega_1)$, либо $n(\omega_2)$ является обыкновенным лучом.

Для эффективной генерации на разностной частоте требуется использование кристаллов с высокой пространственной однородностью, оптически прозрачных в рабочем диапазоне частот, с большим значением квадратичной нелинейной восприимчивости и высоким порогом разрушения.

1.6.1. Генерация терагерцового излучения в двулучеприломляющих кристаллах

Нелинейный кристалл GaSe в диапазоне от 0,65 мкм до 18 мкм имеет коэффициент поглощения $< 1 \text{ см}^{-1}$ [91], а на длине волны 1,06 мкм $\sim 0,45 \text{ см}^{-1}$. Это дает возможность выбирать источник накачки данного кристалла из довольно широкого набора источников ИК лазерного излучения, а также использовать для накачки хорошо отработанные и распространенные лазеры 1 мкм диапазона, такие как Nd:YAG-лазера. Данный кристалл на длине волны 1,06 мкм и при длительности импульса порядка 20 нс обладает лучевой стойкостью $\sim 0,01 \text{ ГВт/ см}^2$ [91], а на длине волны $\sim 3 \text{ мкм}$ и при длительности импульса 0,11 нс лучевая стойкость составляет 30 ГВт/ см^2 [92-93]. Данный кристалл

имеет нелинейную восприимчивость $d = 23\text{-}86 \cdot 10^{-12}$ м/В [17]. Данные характеристики делают GaSe одной из лучших нелинейных сред пригодных для получения терагерцового излучения при генерации ТГц излучения на разностной частоте. Также данный кристалл обладает сравнительно не большим поглощением в терагерцовой области на уровне 10^{-1} см⁻¹ (см. рис.1.11.). В кристалле GaSe было получено перестраиваемое когерентное излучение в широком диапазоне длин волн 58,6-198 мкм (0,18-5,27 ТГц), основанное на генерации разностной частоты при коллинеарном фазовом синхронизме. Пиковая выходная мощность для терагерцового излучения достигала 69,4 Вт на длине волны 196 мкм (1,53 ТГц), что соответствовало эффективности преобразования фотонов 3,3 %. В качестве накачки использовался импульсный Nd:YAG-лазер (длительность импульса 10 нс; энергия в импульсе 6 мДж; частота следования импульсов 10 Гц). В качестве второго, перестраиваемого, источника, применялся ПГС, накачиваемый импульсами третьей гармоники этого же лазера (рис.1.12) со следующими параметрами: длительность импульсов генерации 5 нс, энергия в импульсе 3 мДж, частота следования 10 Гц [94]. В [95] была получена пиковая мощность 2364 Вт на 5,87 мкм с диапазоном перестройки 2,7-38,4 мкм и 58,2-354 мкм для первого и второго типов фазового синхронизма, соответственно.

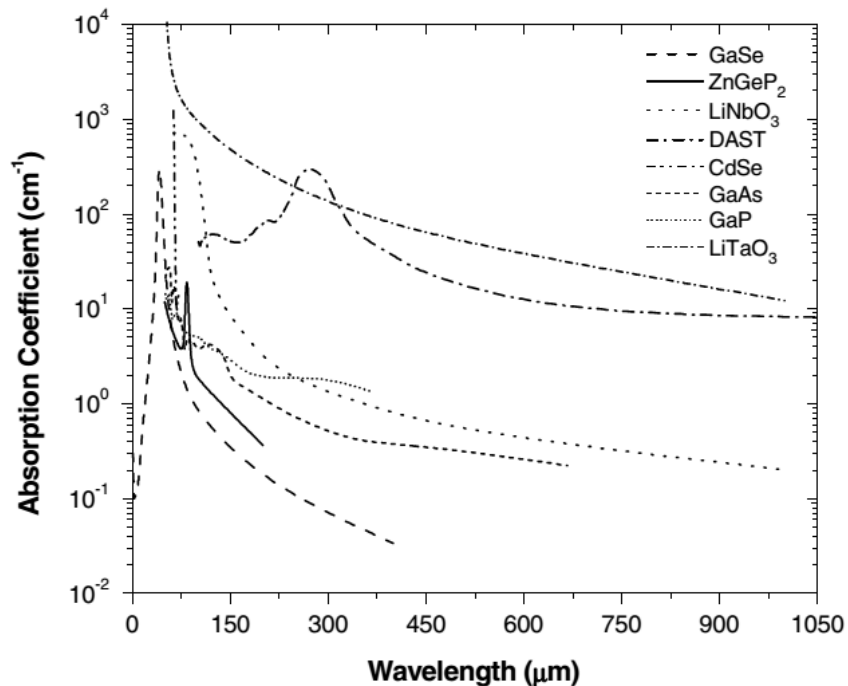


Рисунок 1.11 –Спектры поглощения в терагерцовом диапазоне нелинейных кристаллов [96]

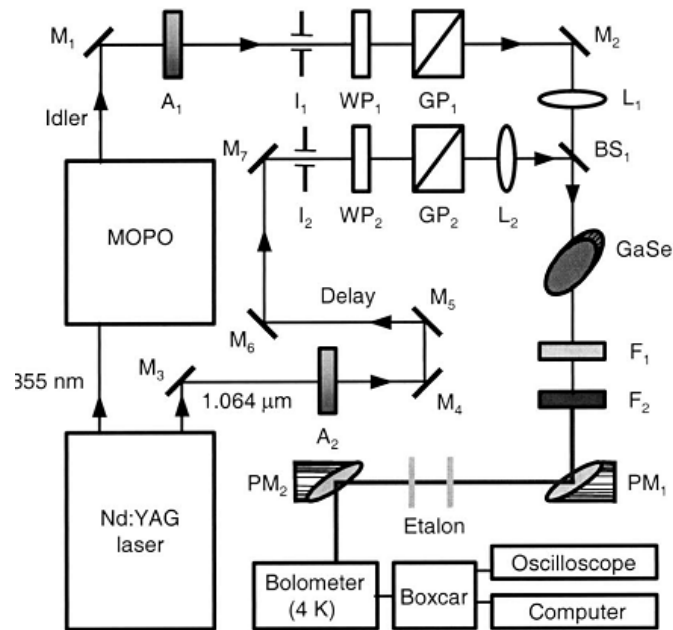


Рисунок 1.12 –Схема установки для генерации терагерцового излучения, использованная в работе [94]

Одним из наиболее эффективных, с прикладной точки зрения, направлений получения мощного перестраиваемого ТГц излучения на разностной частоте в нелинейных кристаллах (в том числе и GaSe) является использование в качестве источника накачки двухчастотного вырожденного параметрического генератора света на базе нелинейного кристалла КТР с внутриврезонаторной накачкой излучением Nd:YAG-лазера [97]. Данные источники способны генерировать мощное перестраиваемое двухчастотное излучение с ортогональной поляризацией вблизи точки вырождения 2,12 мкм со средней мощностью ~ 10 Вт и импульсной мощностью ~ 100 КВт при частотах следования импульсов $\sim 1-10$ кГц и длительностях импульсов $\sim 10-20$ нс [98-99]. Наиболее эффективные нелинейные кристаллы для генерации ТГц излучения, такие как GaSe и ZnGeP₂, имеют минимальное поглощение в данной области длин волн, что выгодно отличает данный источник накачки от двухчастотных перестраиваемых систем, работающих в области длин волн ~ 1 мкм. Также накачка нелинейного кристалла в двух микронной области спектра позволяет получить больший квантовый КПД по сравнению с накачкой в области длин волн 1 мкм. В [99] при накачке кристалла GaSe длиной 8 мм двухчастотным излучением вырожденного параметрического генератора на основе кристалла КТР была получена максимальная средняя мощность генерируемого ТГц излучения (1,48 ТГц)

1,66 мкВт. Энергия одиночного импульса составила 166 пДж, а эффективность преобразования составляла $1,68 \times 10^{-6}$. При максимальной средней мощности двухчастотного источника лазерного излучения 12,33 Вт, частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульсов 10 нс. Диапазоны непрерывной перестройки излучения накачки составляли 1988,0 – 2196,2 нм / 2278,4 – 2065,6 нм для сигнальной и холостой волн соответственно. Диапазон перестройки генерируемого ТГц излучения составил от 0,21 до 3 ТГц. Схема экспериментального стенда представлена на рис.1.13.

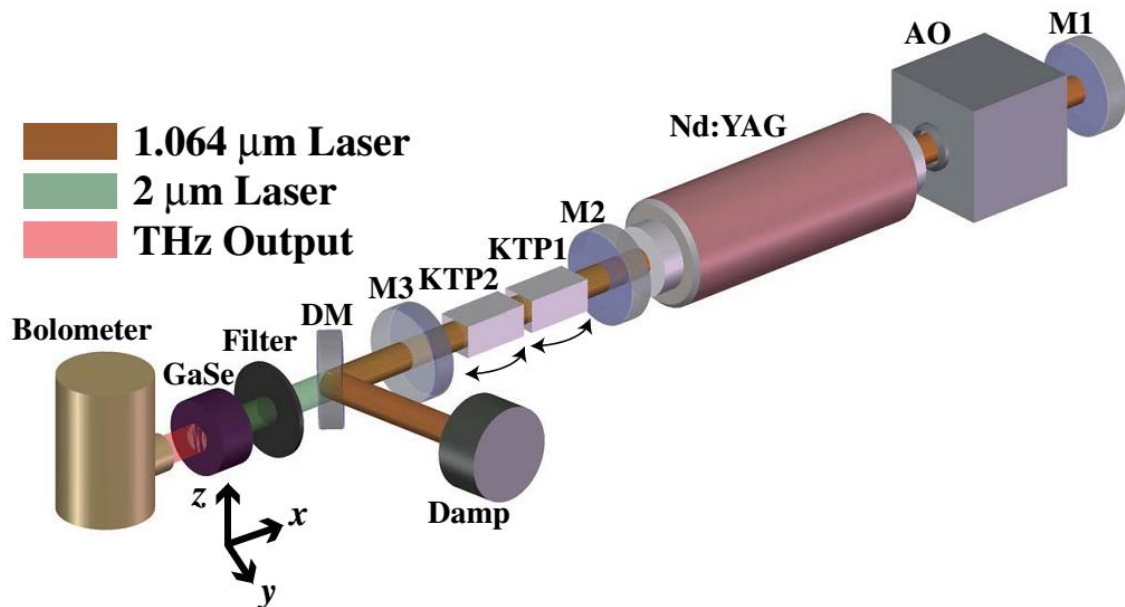


Рисунок 1.13 – Схема экспериментальной установки [99]

В [100-101] было получено непрерывное перестраиваемое, когерентное излучение в ZnGeP_2 в области 66,5-300 мкм и 72,7-237 мкм для I-типа (о-о-е) и II-типа (о-е-о) взаимодействия, соответственно, при фазосогласованной генерации разностной частоты. Наибольшая выходная пиковая мощность достигала значений 36 Вт и 19 Вт для данных взаимодействий, соответственно. При использовании кристалла ZnGeP_2 облученного потоком быстрых электронов была осуществлена перестройка излучения в области 83,1-1642 мкм с пиковой мощностью 134 Вт. Данные исследования проводились с использованием излучения Nd:YAG-лазера на длине волны 1,064 мкм в качестве источника излучения накачки, в качестве второго, перестраиваемого, источника, применялся ПГС, накачиваемый импульсами третьей гармоники этого же лазера (диапазон спектральной перестройки ПГС составлял 0,73-1,8 мкм). Частота следования импульсов излучения Nd:YAG-лазера и перестраиваемого ПГС составляла 10 Гц, длительность импульсов

Nd:YAG лазера и перестраиваемого ПГС составляла 10 нс и 5 нс, соответственно. Максимальная интенсивность излучения Nd:YAG-лазера составляла 17 МВт/см^2 , а импульсная энергия излучения перестраиваемого ПГС 0,25 мДж. Энергетические характеристики излучения накачки ограничивались процессом оптического пробоя нелинейного кристалла ZnGeP_2 .

Максимальные энергетические характеристики ТГц излучения при генерации на разностной частоте в нелинейных кристаллах были получены в [18]. В частности, максимальное значение средней мощности генерируемого ТГц излучения составило 2 мВт (20 Вт пиковой мощности и 20 нДж импульсной энергии) на длине волны 122 мкм (2,45 ТГц). Эффективность преобразования излучения накачки в ТГц излучение составила 0,137 %. В качестве источника накачки использовалась система генератор-усилитель на базе волоконного лазера. В качестве источников затравочного излучения использовались инжекционные лазерные диоды, генерирующие излучение на длинах волн 1064,2 нм и 1059 нм. Каждый из затравочных сигналов предварительно усиливался в отдельных ветвях одномодового волоконного усилителя, легированного Yb. Излучение объединялось в одно волокно после предварительных усилителей, так что пучки на длинах волн 1064,2 нм и 1059 нм были ортогонально поляризованы друг относительно друга. Эти ортогональные сигналы затем одновременно усиливались в серии волоконных усилителей. Конфигурация источника накачки генератора разностной частоты на базе нелинейного кристалла представлена на рис.1.14. Таким образом длительность излучения и частота следования импульсов двухчастотного излучения накачки составило 1 нс и 100 кГц соответственно, максимальная пиковая мощность излучения накачки составляла 300 МВт/см^2 .

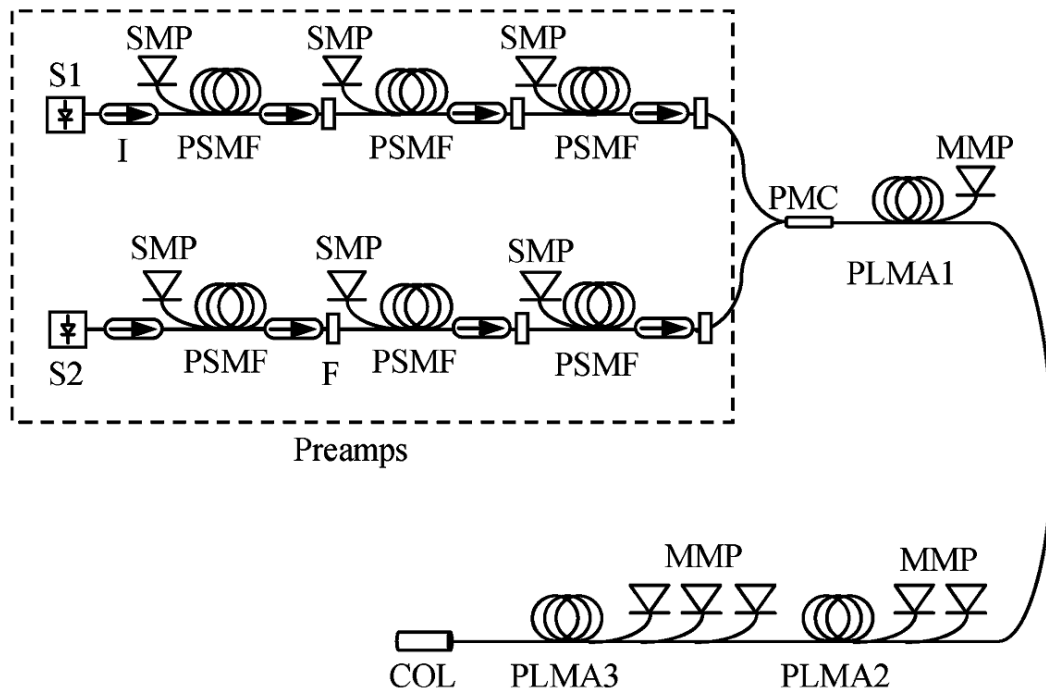


Рисунок 1.14 –Блок схема источника накачки терагерцового излучателя: S1- лазерный диод затравочного излучения на длине волны 1064,2 нм; S2- лазерный диод затравочного излучения на длине волны 1059 нм; I- оптический изолятор; F-поляризационный фильтр; PSMF- одномодовое волокно, легированное Yb; SMP – инжекционные диоды накачки; PMC – поляризационный объединитель пучков; MMP- многомодовый инжекционный диод накачки; PLMA1, PLMA2, PLMA3 – волоконные усилители мощности [18]

Генерация ТГц излучения в диапазоне длин волн 102-110 мкм с импульсной энергией 3,6 мкДж и импульсной мощностью 1 Вт в нелинейном кристалле ZnGeP_2 на разностной частоте была также получена при накачке излучением CO_2 лазера в диапазоне длин волн $\sim 9,5$ мкм[25]. Накачка в данном спектральном диапазоне позволяет повысить квантовый КПД по сравнению с накачкой в диапазоне длин волн ~ 1 мкм. Однако к недостаткам данной реализации генератора разностной частоты следует отнести не возможность плавной перестройки в ТГц диапазоне из-за дискретного набора длин волн генерации CO_2 лазера, а также накачка монокристалла излучением, не лежащим в области максимального пропускания ZnGeP_2 .

1.7. Выводы к главе

1) Современные методы синтеза, роста и постростовых обработок позволяют создавать нелинейные кристаллы ZnGeP_2 обладающие низким поглощением $\sim 0,01 \text{ см}^{-1}$ на

длинах волн накачки ~ 2 мкм. Однако в процессе синтеза и роста в монокристалле могут образовываться объемные дефекты, за счет неполного протекания реакции синтеза тройного соединения из бинарных фосфидов, данные дефекты могут достигать размеров ~ 1-10 мкм и могут являться причиной срыва генерации в нелинейном кристалле за счет срыва фазового синхронизма, а также могут являться «затравочными» неоднородностями для начала процесса формирования оптического пробоя. На данный момент не существует отработанной бесконтактной и неразрушающей методики визуализации объемных дефектов (в образцах монокристалла $ZnGeP_2$ толщиной ~ 20-50 мм), способной с заданной точностью определять местоположение объемных дефектов, за исключением метода цифровой ИК голографии. Однако необходимо провести апробацию метода цифровой ИК голографии на образцах $ZnGeP_2$ (содержащих различные объемные дефекты) и верификацию полученных данных с результатами, полученными при помощи уже известных методик.

2) Основным фактором, сдерживающим дальнейшее повышение частотно-энергетических характеристик источников когерентного ИК и ТГц излучения на основе нелинейного кристалла $ZnGeP_2$, является оптический пробой данного монокристалла при воздействии лазерного излучения накачки на длинах волн ~ 2,1 мкм. Проблеме оптического пробоя $ZnGeP_2$ лазерным излучением на длинах волн ~ 2,1 мкм посвящён целый ряд публикаций. Однако большой разброс значений порога оптического пробоя кристалла $ZnGeP_2$ и различие интерпретаций результатов исследований, приведённых в опубликованных работах, указывают на то, что физические механизмы этого негативного эффекта, его зависимость от технологических факторов и параметров лазерного излучения остаются не вполне выясненными.

3) ПГС на базе нелинейного кристалла $ZnGeP_2$ с накачкой излучением $No:YAG$ -лазеров позволяют с эффективностью ~ 60% генерировать излучение в среднем ИК диапазоне (3,5-5 мкм) со средней мощностью ~ 100 Вт и импульсной энергией ~ 200 мДж при частотах следования импульсов от 100 Гц до 100 кГц и длительности импульсов ~ 15-30 нс. Однако время непрерывной работы данных ПГС составляет ~ 1-10 с и ограничивается процессами оптического пробоя монокристалла. Порог оптического пробоя также препятствует дальнейшему увеличению частотно-энергетических характеристик ПГС на основе $ZnGeP_2$. В связи с чем актуальным является отработка режимов накачки

ПГС на основе ZnGeP_2 с целью получения непрерывного режима работы данных систем на отказ (неограниченного эффектом оптического пробоя).

4) В Настоящее время активно исследуются различные пути создания перестраиваемых, узкополосных, когерентных источников терагерцового излучения, работающих при комнатной температуре. Генерация разностной частоты в терагерцовом диапазоне обеспечивает возможность получения достаточно узкополосного и перестраиваемого в широких пределах излучения. Среди нелинейных кристаллов наиболее подходящими характеристиками для получения терагерцового излучения обладают двулучепреломляющие кристаллы ZnGeP_2 и GaSe . Необходимо проводить накачку на разностной частоте на длинах волн $\sim 2\text{-}3$ мкм для реализации предельных характеристик мощности генерируемого терагерцового излучения в ZnGeP_2 , поскольку данный кристалл имеет значительно большую лучевую стойкость и меньшее поглощение на указанных длинах волн, чем в диапазоне длин волн ~ 1 мкм и ~ 10 мкм.

ГЛАВА II

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ВИЗУАЛИЗАЦИИ И ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ОБЪЕМНЫХ ДЕФЕКТОВ ZnGeP_2 И ДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ВО ВРЕМЯ ОПТИЧЕСКОГО ПРОБОЯ МОНОКРИСТАЛЛА ZnGeP_2

Почти все дефекты кристаллической структуры нелинейного кристалла приводят к нарушению условий фазового синхронизма. Наибольший вред для условий фазового синхронизма, что исключает использование нелинейного элемента по прямому назначению, приносят объемные включения, свойства которых отличаются от свойств кристаллической матрицы. Они разрушают синхронность распространения взаимодействующих оптических волн и уменьшают практически до нуля эффективность нелинейного преобразования частоты излучения накачки. Границы дефектов с матричной средой могут вызывать механические напряжения, которые могут приводить к оптическому пробоя материала, при высоких плотностях излучения. Очевидно, что масштаб и реализация различных прикладных приборов, в которых используются нелинейно-оптические элементы из монокристаллов ZnGeP_2 , зависят от уровня воспроизводимости свойств получаемого материала, следовательно, от развития не только средств контроля и управления технологическими процессами, но и методов обнаружения объемных дефектов и их идентификации на всех этапах технологического процесса. Контроль размеров дефектов, их геометрии и положения в кристалле играют особо важную роль при раскройке заготовок на рабочие элементы, а также могут помочь при выборе методов и режимов модификации свойств материала при пост-ростовой обработке. Очевидно, что методы контроля должны быть быстрыми, бесконтактными и неразрушающими. Наиболее подходящими для решения данной задачи являются оптические методы дефектоскопии. Обнаружение и визуализацию внутренних дефектов, возникающих в процессе производства нелинейных элементов разного назначения, следует проводить с использованием ИК-излучения, поскольку окно прозрачности ZnGeP_2 лежит в ИК области спектра.

В данной главе представлены результаты исследований объемных дефектов в монокристаллах ZnGeP_2 путем регистрации и компьютерной обработки ИК-изображений, получаемых на просвет с использованием излучения лазера на парах стронция.

2.1. Визуализация объемных дефектов теневым методом при использовании излучения лазера на парах стронция

В лазере на парах стронция реализуется генерация в ИК-области спектра на восьми лазерных переходах с длинами волн генерации: $\lambda \sim 1,03$ мкм; 1,09 мкм; 2,6 мкм; 3,06 мкм; 2,69 мкм; 3,01 мкм; 2,92 мкм; 6,45 мкм [103]. Все перечисленные лазерные линии лежат в области прозрачности монокристалла $ZnGeP_2$ (см. рис.2.1).

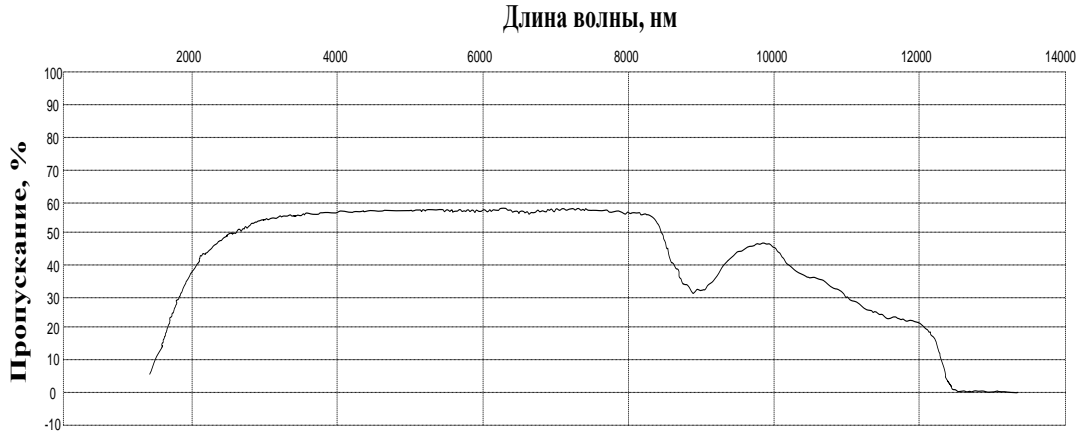


Рисунок 2.1 – Спектр пропускания пластины $ZnGeP_2$ измеренный на Фурье спектрофотометре FT-801 фирмы «Simex»

Были проведены измерения пропускания пластины монокристалла $ZnGeP_2$, по схеме, представленной на рис.2.2, и рассчитано поглощение с учетом многократного отражения от плоскопараллельных граней пластины на длинах волн $\sim 6,45$ мкм и в области ~ 1 мкм по формулам

$$\alpha^{e,o} = -\frac{1}{d} \ln(\sqrt{(A^2 + (R^{e,o})^{-2})} - A), \quad (2.1)$$

$$R^{e,o} = \frac{(n^{e,o} - 1)^2}{(n^{e,o} + 1)^2}, \quad (2.2)$$

$$T^{e,o} = \frac{I^{e,o}}{I_o} = \frac{(1 - R^{e,o})^2 e^{-\alpha^{e,o} d}}{(1 - R^{e,o})^2 e^{-2\alpha^{e,o} d}}, \quad (2.3)$$

$$T = \frac{I}{I^o} = \frac{T^o}{2} [1 + \cos^2(\theta)] + \frac{T^e}{2} \cos^2(\theta), \quad (2.4)$$

где $A = (1 - R^{e,o})^2 / 2T(R^{e,o})^2$; $\alpha^{e,o}$ – коэффициент поглощения для обыкновенной и необыкновенной волн соответственно; d – толщина пластины; $R^{e,o}$ – коэффициент отражения для обыкновенной и необыкновенной волны, соответственно; $n^{e,o}$ – показатель преломления для обыкновенной и необыкновенной волны, соответственно; θ – угол между направлением излучения (или волновым вектором) и оптической осью кристал-

ла; $T^{e,o}$ – пропускание для обыкновенного и необыкновенного луча, соответственно; $I^{e,o}$ – интенсивность для обыкновенного и необыкновенного луча, соответственно; I_0 – интенсивность падающего на монокристалл излучения; T – пропускание образца.

Решение системы уравнений (2.1) – (2.4), в которой независимых уравнений только три, а неизвестных – четыре, требует дополнения. Таким дополнением служит отношение коэффициентов поглощения. По результатам аппроксимации экспериментальных значений ориентированных кристаллов $ZnGeP_2$ (измерения кристаллов $ZnGeP_2$, изготовленных в ИМКЭС СО РАН, проводились независимо в ИМКЭС СО РАН, в фирме INRAD Co (США) и Cleveland Crystals Co (США)) была получена расчетная формула (2.5).

$$K = \frac{\alpha^e}{\alpha^o} = 1.08 + 1.83e^{\left(\frac{-(\lambda-2.26)^2}{0.29}\right)} \quad (2.5)$$

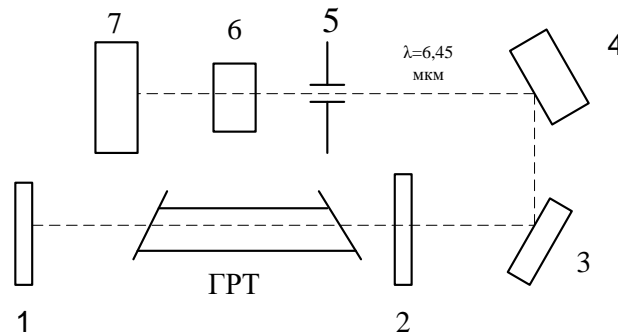


Рисунок 2.2 – Схема эксперимента по измерению пропускания излучения на длинах волн $\lambda \sim 6,45$ мкм и $\lambda \sim 1,03, 1,09$ мкм монокристаллом $ZnGeP_2$: 1 и 2 – зеркала резонатора, с помещенной между ними газоразрядной трубкой (ГРТ) лазера на парах стронция; 3 – поворотное алюминиевое зеркало; 4 – дифракционная решетка; 5 – диафрагма; 6 – исследуемая пластина монокристалла $ZnGeP_2$; 7 – измеритель мощности фирмы «Ophir»

Пропускание излучения Sr-ого лазера на длине волны $\lambda \sim 6,45$ мкм при диаметре лазерного пучка $\varnothing = 12,5$ мм и средней мощности излучения ~ 485 мВт составило $\sim 55\%$ для пластины монокристалла $ZnGeP_2$ толщиной 6 мм (не подвергавшейся пост-ростовым обработкам), коэффициент поглощения при этом $\alpha \sim 0,08$ см $^{-1}$. Для сравнения, пропускание излучения Sr-ого лазера на длинах волн $\lambda \sim 1,03$ и $1,06$ мкм при прочих равных условиях составило $\sim 1\%$, а коэффициент поглощения составил $\alpha \sim 6,3$ см $^{-1}$. В кристаллах сложного состава всегда имеются локальные вариации состава, представля-

ющие собой неоднородности, достигающие макроскопических размеров $\sim 1\text{-}50$ мкм, с показателем преломления, и коэффициентом поглощения, отличающимся от средних значений указанных величин самой среды [103].

Проводя регистрацию дефектов излучением с длиной волны ~ 1 мкм имеется возможность регистрации малых дефектов с размерами $\sim 0,5$ мкм. Однако проникающая способность излучения будет слабой на длине волны, лежащей вблизи края фундаментального поглощения, и в «толстых» образцах дефекты будут неразличимы из-за больших потерь на поглощение самим материалом. С другой стороны, излучение с длиной волны $\lambda \sim 6,45$ мкм представляет интерес, из-за минимального поглощения самим материалом и минимального влияния рассеяния, т.к. эффективность рассеяния пропорциональна параметру $(a/\lambda)^n$, где показатель степени n может изменяться от 1 (когда размер неоднородности $a \approx \lambda$) до 4 (когда размер неоднородности $a \ll \lambda$). Соответственно, теневое изображение дефектов на длине волны $\lambda \sim 6,45$ мкм должно иметь более высокую контрастность и разрешение, а также появляется возможность проводить дефектоскопию в «толстых» образцах. Однако минимальные размеры ~ 3 мкм регистрируемых объектов ограничены длиной волны регистрирующего излучения ($\lambda \sim 6,45$ мкм). При этом для визуализации дефектов ($\lambda \sim 6,45$ мкм) необходимо использовать приемники, способные работать в данном диапазоне длин волн, например, тепловизоры. Таким образом стронциевый лазер, благодаря уникальному сочетанию генерируемых длин волн, может применяться для выявления крупных дефектов ≥ 3 мкм в заготовках большого размера без раскройки на пластины и обнаружения дефектов ~ 1 мкм в тонких пластинах.

Были проведены исследования по выявлению внутренних дефектов монокристалла ZnGeP_2 за счет визуализации теневого инфракрасного изображения, получаемого благодаря проходу через монокристалл излучения лазера на парах SrI на длинах волн $\lambda \sim 1,03$ и $1,09$ мкм, подобно тому, как это было сделано в [47]. Выбор указанных длин волн излучения лазера на парах SrI (для выявления внутренних дефектов монокристалла ZnGeP_2) обусловлен тем, что приемники излучения, работающие в диапазоне длин волн до $1,1$ мкм, распространены и доступны.

Визуализация дефектов пластины ($23 \times 17 \times 6$ мм) монокристалла ZnGeP_2 осуществлялась по схеме, представленной на рис.2.3. В качестве фотоприемника использовался анализатор профиля лазерного излучения “BeamCube” фирмы “Ophir”.

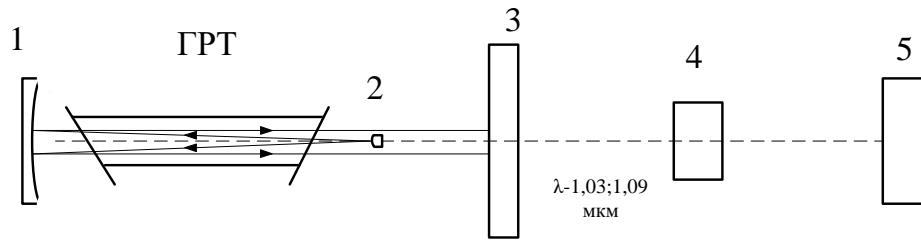


Рисунок 2.3 – Схема экспериментальной установки для дефектоскопии монокристалла $ZnGeP_2$: 1,2 – зеркала резонатора; ГРТ – газоразрядная трубка лазера на парах стронция; 3– оптический фильтр ИКС-1; 4 – пластина монокристалла $ZnGeP_2$; 5 – Фото приёмная матрица.

В экспериментах использовался лазер на парах стронция с диаметром разрядного ВеО-керамического канала – 2,6 см и длиной – 80 см газоразрядной трубки (ГРТ) помещенной в неустойчивый резонатор телескопического типа, образованный глухим алюминиевым сферическим зеркалом 1 с радиусом кривизны R – 300 мм и выходным сферическим выпуклым зеркалом 2 с радиусом кривизны R – 10 мм с мнимым фокусом, формирующим плоскопараллельный лазерный пучок. Средняя мощность генерации лазера на парах стронция (после фильтра ИКС -1) составляла ~ 500 мВт на $\lambda \sim 1,03$ и $1,09$ мкм.

Примеры теневых картин внутренних дефектов, полученных при помощи анализатора лазерного луча “BeamCube” приведены на рис. 2.4 и рис. 2.5. На рис. 2.4 представлена теневая картина части трещины, которая расположена внутри пластины монокристалла $ZnGeP_2$ и не видна при визуальном осмотре. Также на рис. 2.5 приведено полное изображение внутренней трещины. Изображение получено путем «склейки» изображений, получаемых при перемещении матрицы приемника на расстояние равное ее размеру, в итоге получается изображение необходимой площади, содержащее всю информацию о внутренних дефектах кристалла.

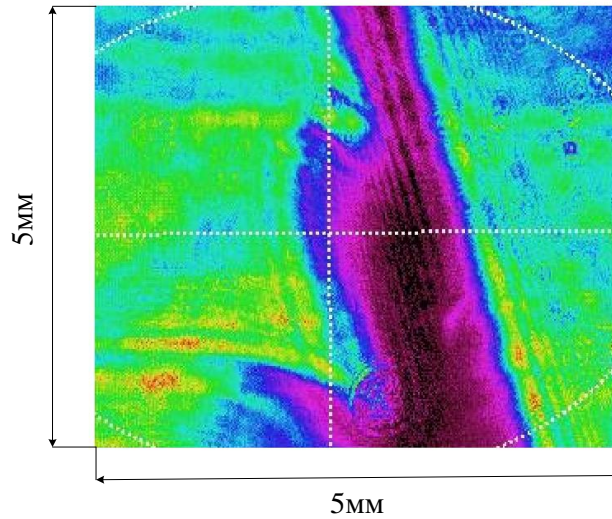


Рисунок 2.4 – Пример теневого изображения части внутреннего дефекта пластины ZnGeP_2 полученного с помощью излучения на длинах волн $\lambda \sim 1,03$ и $1,09$ мкм лазера на парах стронция

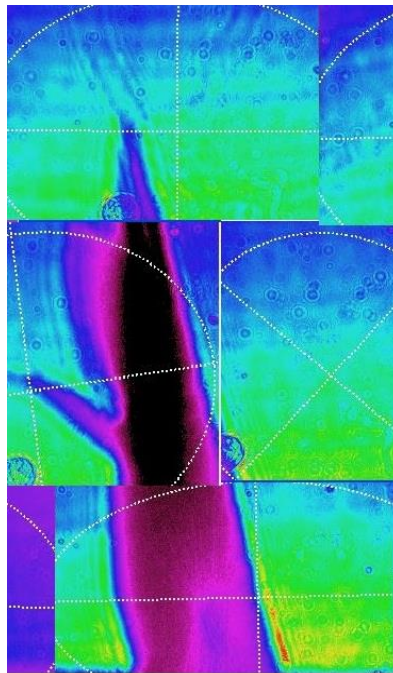


Рисунок 2.5 – Пример «склейки» изображений дефекта, получаемых с помощью анализатора “BeamCube” фирмы “Orhir”, линейные размеры которого превосходят размеры матрицы анализатора

2.2. Обработка теневого изображения методом цифровой голографии

Способ визуализации, представленный на рис. 2.3, представляет собой типичную осевую схему записи цифровых голограмм Габора при использовании компьютерной обработки полученных теневого изображений. Плоскопараллельный пучок света от ГРТ,

проходит через оптический фильтр 3 для выделения требуемой длины волны (1,06; 1,09 мкм) и исследуемый образец 4. В результате прохождения излучения через исследуемый образец формируется картина интерференции опорной волны (часть излучения, которая прошла через однородную часть образца, без рассеяния на дефектах) и предметной волны (часть излучения, рассеянная на дефектах и примесях). Камера 5 регистрирует эту интерференционную картину (голограмму) и передает её в память компьютера 6. Таким образом, цифровая голограмма представляет собой дискретный двумерный массив оцифрованных значений интенсивности картины интерференции опорной и предметной волн [105]. Этот массив принимается за распределение (с точностью до константы) поля в плоскости голограммы ($U(x_1, y_1)$). Это распределение используется в качестве исходного, а численный расчет [106] дифракционного интеграла (2.6) позволяет рассчитать распределение поля (а затем интенсивности) в плоскости на заданном расстоянии от плоскости голограммы $U(x_2, y_2)$ (то есть в соответствующем поперечном сечении исследуемого объема).

$$U(x_2, y_2) = \frac{1}{i\lambda z} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} U(x_1, y_1) e^{i\frac{2\pi}{\lambda}z} e^{\frac{i\pi}{z\lambda}((x_1-x_2)^2+(y_1-y_2)^2)} dx_1 dy_1, \quad (2.6)$$

где λ – длина волны, z – расстояние между плоскостью голограммы и плоскостью восстановления.

Соответственно, слой за слоем можно формировать изображение исследуемого объема образца. При этом в каждом восстановленном изображении поперечного сечения монокристалла визуализируются дефекты (неоднородности) и появляется возможность определить их размеры, форму, ориентацию, расположение в монокристалле. Для получения цифровых голограмм в качестве регистрирующей камеры 5 использовалась CCD-камера с матрицей 1600×1200 пикселей, размером пикселя $\sim 7,4 \times 7,4$ мкм. Длинноволновая граница спектральной чувствительности используемой CCD-камеры соответствует длине волны $\sim 1,1$ мкм, что определило используемый диапазон длин волн лазера на парах стронция.

Была выполнена оценка размеров дефектов, которые данная голографическая система способна зарегистрировать на длине волны визуализации ~ 1 мкм. Была проведена оценка погрешности определения поперечных размеров дефекта радиусом x , расположенного на расстоянии z от плоскости записи голограммы. В случае регистрации в дальней зоне дифракции, картина интерференции опорной и предметной волн представляет собой картину Эйри, промоделированную синусоидой [106]. Для регистрации ин-

формации о форме дефекта без искажений необходимо зарегистрировать центральный и три боковых максимума картины Эйри. Соответственно, радиус голограммы одиночной частицы равен $2\lambda z/x$ (λ -длина волны излучения), период интерференционной картины на краю голограммы частицы $-x/2$ [106], а размер пикселя ПЗС матрицы должен быть меньше либо равен периоду интерференционной картины. Из этого следует, что минимально регистрируемые размеры дефектов составляют ~ 15 мкм при размере пикселя матрицы 7,4 мкм. При этом предельная толщина исследуемого образца ограничивается чувствительностью приемника, средней мощностью источника излучения и поглощением исследуемого образца на длине волны визуализации.

Используемая в работе цифровая голографическая система была калибрована при помощи пробойных кратеров на поверхности кристалла, диаметр которых помимо метода цифровой голографии измерялся еще двумя методами: 1) с использованием оптического микроскопа и метрической сетки в окуляре (систематическая погрешность измерения диаметра кратера пробоя составила ± 10 мкм; используемый оптический микроскоп был калиброван с использованием эталонных стальных концевых мер); 2) диаметр пучка лазерного излучения воздействующего на кристалл и приведшего к повреждению поверхности измерялся методом ножа ФУКО (диаметр повреждения на поверхности \sim равен диаметру лазерного пучка измеренного по уровню $1/e^2$; погрешность измерения диаметра лазерного пучка составила ± 10 мкм). На рис. 2.6 показана голограмма пластинки, подвергшейся воздействию импульсного излучения Ho:YAG-лазера, которое вызвало оптический пробой на поверхности образца. При записи цифровой голограммы, поверхность исследуемой пластинки, содержащей пробойные кратеры, располагалась к лазеру на парах стронция, а поверхностью, не содержащей повреждений к регистрирующей CCD камере. На рис. 2.7. показано восстановленное изображение в плоскости наилучшей фокусировки голограммы (на поверхности пластинки монокристалла $ZnGeP_2$) (см. рис. 2.6). На рис. 2.7а показано восстановленное изображение в полном размере, а рис. 2.7б-2.7ж демонстрируют увеличенные изображения оптического пробоя на исследуемом образце. По ним можно оценить диаметр пятна пробоя, а также его форму. Среднее значение диаметра пятна пробоя на поверхности пластинки по данным полученным из восстановленного изображения составляет $\sim 250 \pm 15$ мкм. Более подробные результаты измерений по представленным выше трем методикам приведены в табл.2.1.

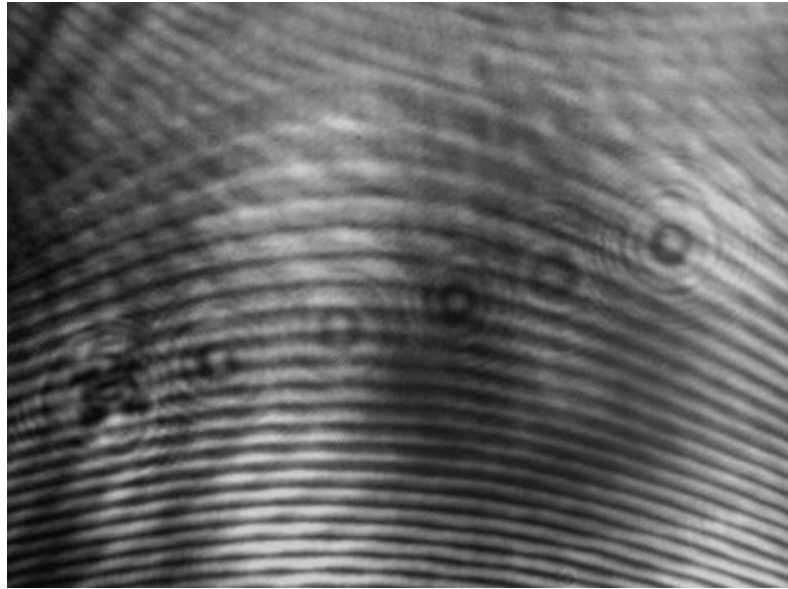


Рисунок 2.6 – Голограмма оптического пробоя на поверхности пластины

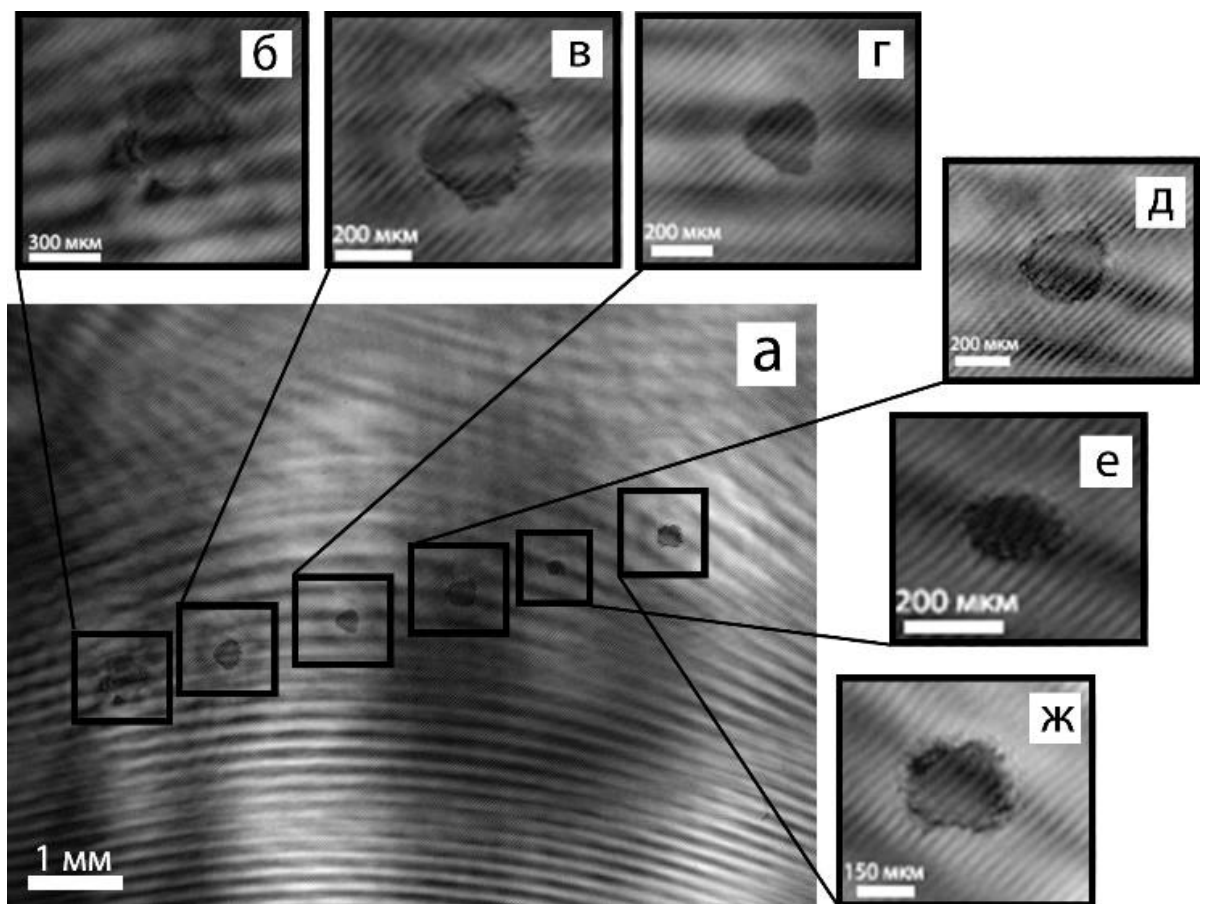


Рисунок 2.7 – Восстановленное изображение точек пробоя – а; б-ж – увеличенные фрагменты точек пробоя с нанесенным масштабом

Таблица 2.1 – Результаты измерения диаметра пробойных кратеров с использованием метода цифровой голографии, оптического микроскопа и результаты измерения диаметра пучка лазерного излучения методом «Ножа Фуко».

Восстановленное изображение пробойных кратеров	Диаметр пробойного кратера на поверхности монокристалла ZnGeP ₂ измеренный с использованием голографических данных (мкм)	Диаметр пробойного кратера на поверхности монокристалла ZnGeP ₂ измеренный с использованием оптического микроскопа и метрической сетки в окуляре (мкм)	Результаты измерений диаметра пучка лазерного излучения методом ножа ФУКО
Рис.2.9 б	(372±15) мкм	(370±10) мкм	(260±10)
Рис.2.9 в	(244±15) мкм	(260±10) мкм	(240±10)
Рис.2.9 г	(210±15) мкм	(210±10) мкм	(260±10)
Рис.2.9 д	(266±15) мкм	(270±10) мкм	(250±10)
Рис.2.9 е	(205±15) мкм	(210±10) мкм	(240±10)
Рис.2.9 ж	(250±15) мкм	(240±10) мкм	(250±10)
Среднее значение диаметра по серии измерений	257 мкм	260 мкм	250 мкм

Диаметр пучка излучения Но:YAG-лазера, при помощи которого был произведен пробой поверхности, также составлял $\sim 250 \pm 10$ мкм по уровню $1/e^2$ (измерение производилось с использованием метода «ножа Фуко») (табл.2.1). Суть метода «Ножа Фуко» заключается в том, что мощность лазерного излучения измеряется в зависимости от положения резкого края ножа. Экспериментально полученная зависимость мощности излучения от положения ножа аппроксимируется сигмоидальной функцией (рис.2.8), а затем дифференцируется. После дифференцирования кривая аппроксимируется гауссовым распределением (рис.2.9). Профиль интенсивности гауссова пучка определяется через функцию нормального распределения со стандартным отклонением $\sigma = \omega/2$ [108].

Измеренный таким образом диаметр пучка излучения в плоскости ножа (установки образца) составил 250 ± 10 мкм по уровню $1/e^2$ на графике рис.2.9а. Среднее значение диаметра пятна пробоя на поверхности пластинки измеренное при помощи оптического микроскопа составило $\sim 260 \pm 10$ мкм. Таким образом результаты измерений всех трех методик совпали с точностью до погрешности. Данные результаты подтверждают возможность используемой в экспериментах цифровой голографической камеры определять размеры объемных дефектов в ZnGeP₂ с точностью $\sim \pm 15$ мкм.

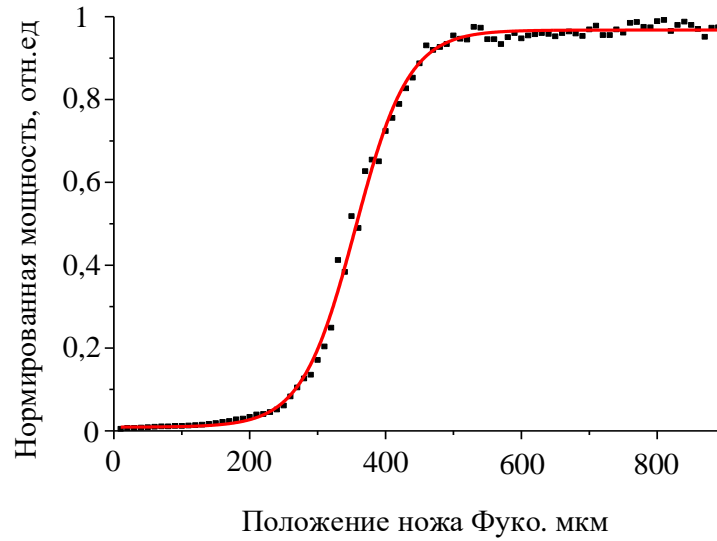


Рисунок 2.8 – Зависимость нормированной на максимум мощности излучения от положения ножа Фуко

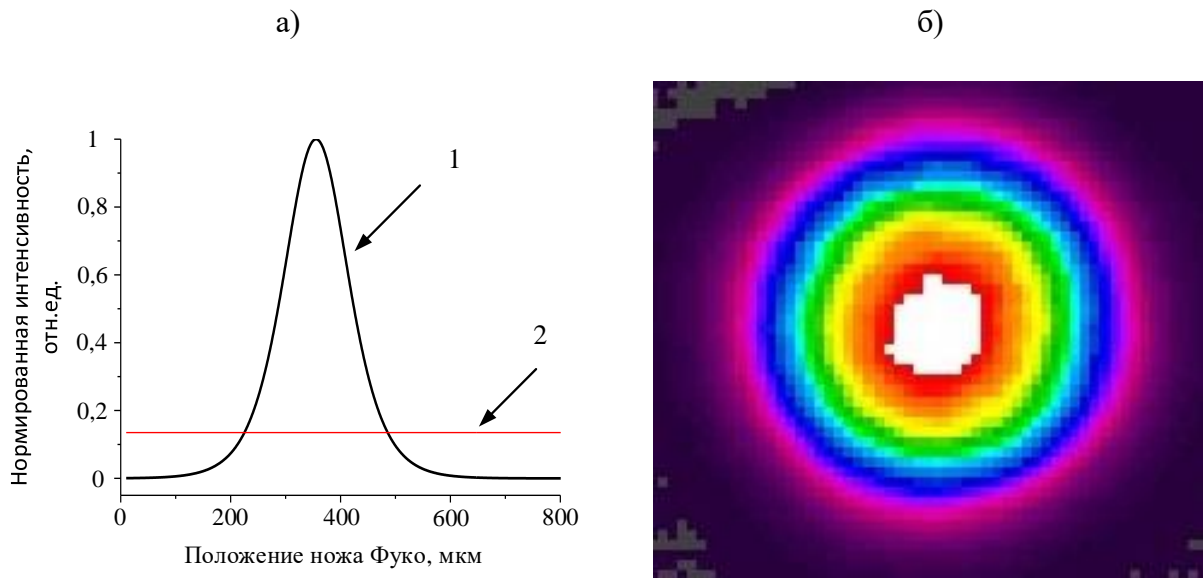


Рисунок 2.9 – Распределение интенсивности лазерного излучения по диаметру пучка; а) 1 – гаусово распределение интенсивности лазерного излучения, 2 – уровень $1/e^2$; б) распределение интенсивности лазерного пучка за фокусом линзы измеренное при помощи Rigosam III.

После проведенной «калибровки» цифровой голографической камеры были визуализированы и идентифицированы типичные объемные дефекты в монокристалле $ZnGeP_2$. Полосы роста являются одним из типичных видов объемных неоднородностей

монокристаллической структуры ZnGeP_2 . Причинами их появления могут быть колебания температуры в системе регулирования или вибрация механической части термической ростовой установки. В случае вертикального метода Бриджмена с размещением заправки внизу, конвекция возникает за счет горизонтального (радиального) градиента температур вблизи фронта кристаллизации [46]. Указанные причины нестационарного движения фронта кристаллизации приводят к формированию монокристаллического материала с различной концентрацией точечных дефектов и, как следствие, приводит к формированию полос роста и модуляции поглощения по длине кристалла [46]. На рис. 2.10 представлена голограмма образца, содержащего полосы роста. На голограмме видна квазипериодическая структура темно-светлых полос.

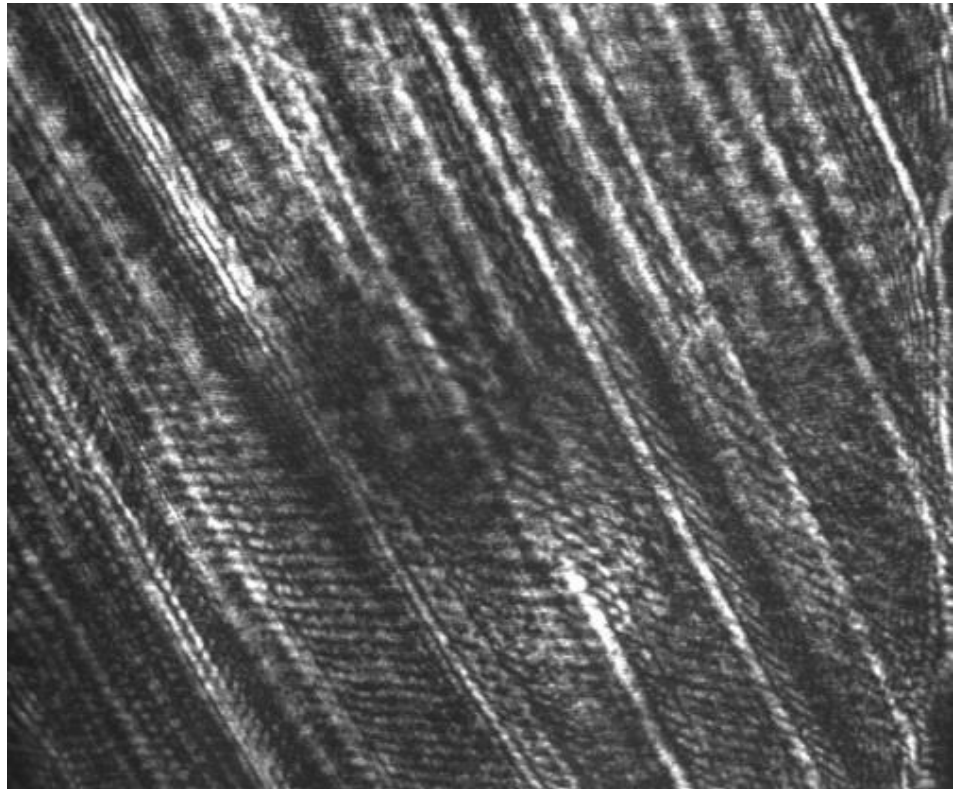


Рисунок 2.10 – Голограмма образца с ярко выраженными полосами роста

На рис. 2.11 представлено восстановленное изображение голограммы (рис. 2.10). Восстановленное изображение отчетливо показывает структуру данных неоднородностей.

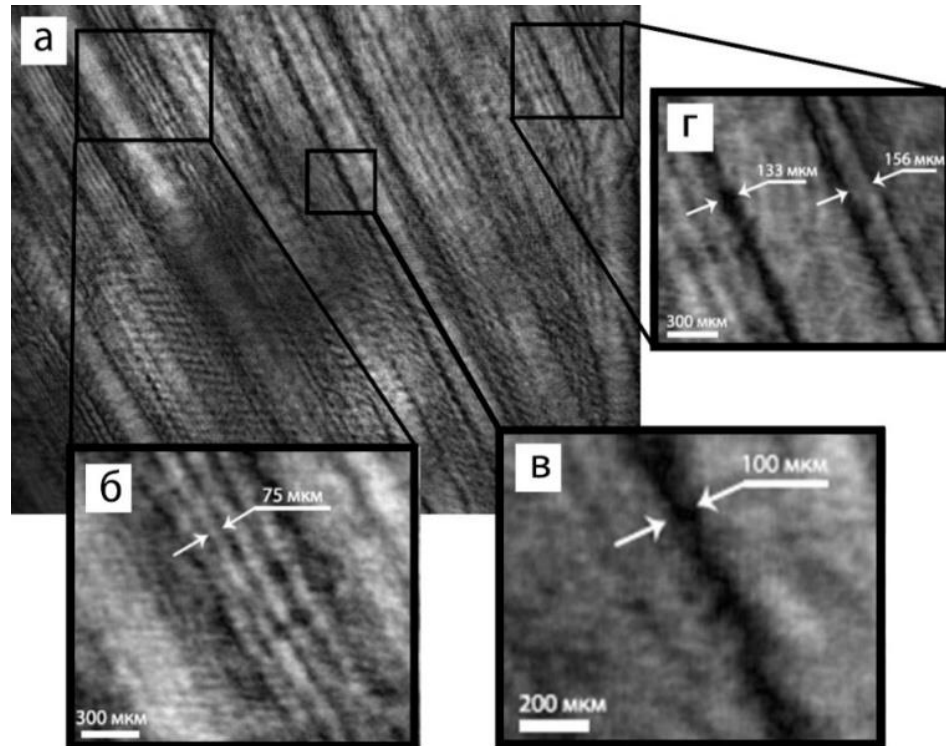


Рисунок 2.11 – Восстановленное изображение голограммы образца с полосами роста - а; б - увеличение области, показана полоса роста толщиной 75 мкм; в - полоса роста толщиной 100 мкм; г - полосы роста толщиной 133 мкм и 156 мкм

С целью проведения анализа влияния температурных флуктуаций в процессе роста монокристалла и их влияния на структуру монокристалла было получено распределение интенсивности $I(\rho_{ix})$ на восстановленном изображении (см. рис. 2.12а), содержащем полосы роста, вдоль направления роста кристалла. Далее от полученного распределения было взято Фурье - преобразование

$$\hat{I}(1/\rho_{ix}) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} I(\rho_{ix}) e^{-i\omega(\rho_{ix})} d(\rho_{ix}). \quad (2.7)$$

Результаты Фурье разложения интенсивности на восстановленном изображении представлены на рис. 2.12б (по оси X указан пространственный период повторяемости полос роста в мкм, а по оси Y интенсивность в относительных единицах). Таким образом был получен спектр периодов полос роста.

Рассмотрим механизм формирования полос роста в исследуемом образце исходя из данных полученного спектра. Появление структуры с периодом 10-20 мкм связано с образованием гравитационно-неустойчивых слоев расплава или так называемых «термокапель» в процессе роста монокристалла. Оценку временного периода этого процесса можно провести по формуле [109]

$$\tau_{tk} = 32 \left[\left(\frac{\nu}{g\alpha\Delta T} \right)^2 K^{-1} \right]^{1/3}, \quad (2.8)$$

где ν – кинематическая вязкость расплава, g – ускорение свободного падения, α – коэффициент термического расширения, ΔT – разность температур между горизонтальными границами расплава, $K = \frac{\alpha}{\rho C_v}$ – коэффициент тепловой диффузии, α – теплопроводность, ρ – плотность, C_v – удельная теплоёмкость при постоянном объеме.

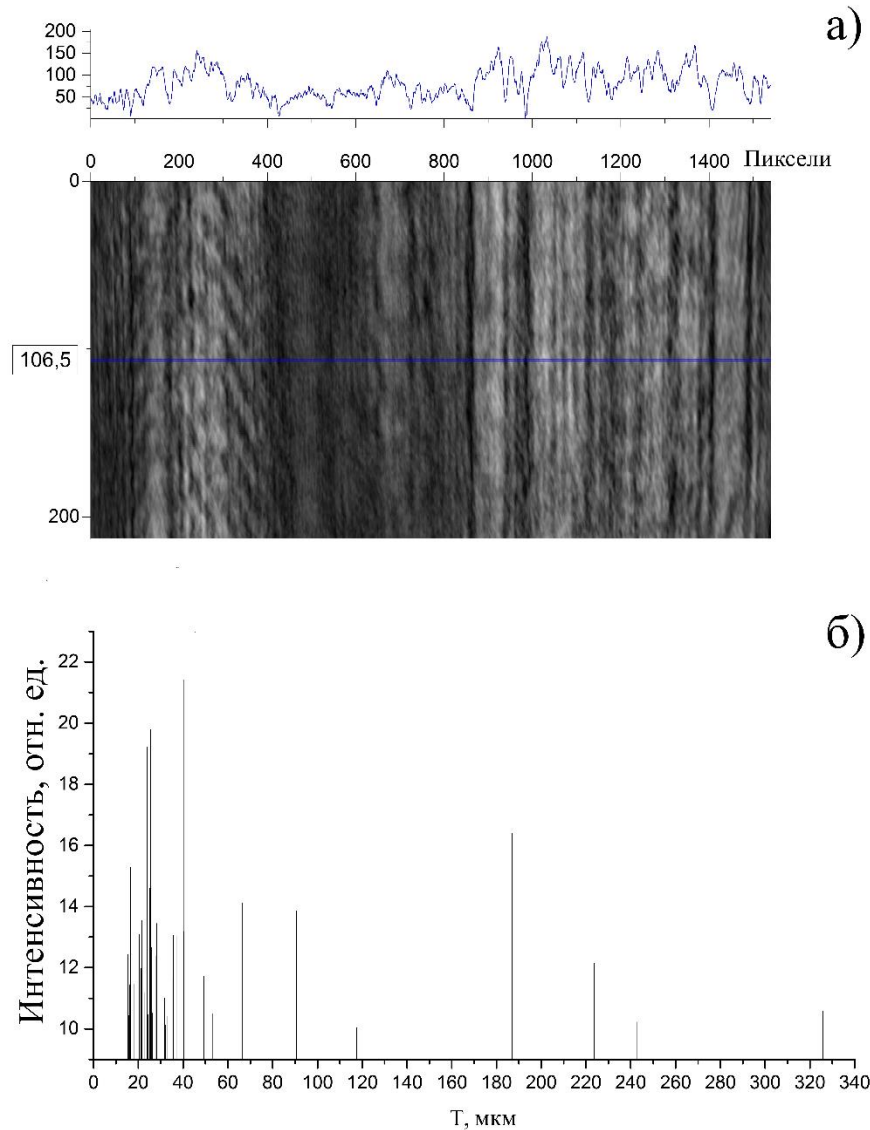


Рисунок 2.12 – Распределение интенсивности по пикселям в восстановленном изображении полос роста монокристалла $ZnGeP_2$ – а); Спектр периода повторения полос роста и распределения интенсивности восстановленного изображения – б)

Подставляя в (2.8) экспериментальные значения $\Delta T = 10^0 C$, известные для $ZnGeP_2$ значения α_{ZnGeP_2} , ρ_{ZnGeP_2} , C_v [19], $\alpha = 9.1 \cdot 10^6 K^{-1}$ и принимая $\nu = 2,5 \cdot 10^{-3} cm^2/сек$ (величина типичная для расплавов металлов, полупроводников и окислов), в качестве оценки получаем значение $\tau_{tk} \sim 10$ сек, что при скорости кристаллизации исследуемого

монокристалла в процессе роста ~ 10 мм/сутки соответствует периоду полос роста ~ 10 мкм.

Периодические колебания температуры в расплаве могут появляться также за счет конвекции, создаваемой радиальным градиентом температуры. Период такой неустойчивости гидродинамического слоя у нагреваемой или охлаждаемой вертикальной границы $\tau_{гд} = 3,6 \cdot N_{п}^{-1/3}$, где $N_{п}$ – число Прандтля (число $N_{п} = 0.1$ для монокристалла $ZnGeP_2$). Поэтому $\tau_{гд} \sim \tau_{tk}$ и появление полос роста в $ZnGeP_2$ с периодом $T_2 \sim 25-90$ мкм можно отнести на счет неустойчивости гидродинамического слоя у вертикальных стенок тигля при наличии радиального градиента температуры в расплаве. Периоды полос роста $\sim 100-400$ мкм и более возникают за счет медленного «концентрационно-капельного» механизма [28], когда оттеснение какого-либо компонента может привести к гравитационной неустойчивости слоя у границы расплав-кристалл. Оценка периода слоев, возникающих за счет концентрационно-капельного механизма, проводилась по формуле

$$\tau = 4 \left[\frac{\nu D^3}{g \beta C k (1-k) v_{фр}^7} \right]^{1/5}, \quad (2.9)$$

где D – коэффициент диффузии растворенного вещества, β – коэффициент «концентрационного» расширения, C – концентрация растворенного вещества, K – коэффициент сегрегации, $v_{фр}$ – скорость кристаллизации. Расчетное значение пространственного периода составило $T_3 = \tau v_{фр} \sim 1$ мм (при расчетах полагалось, что $\beta C = 0,1$; $D = 10^{-4}$ см²/сек; $k = 0.1$), что по порядку величины совпадает с экспериментальными значениями для больших периодов полос роста ~ 200 мкм в монокристалле $ZnGeP_2$.

Начальный этап синтеза соединения проходит путем формирования промежуточных бинарных фаз из-за присутствия в составе монокристалла $ZnGeP_2$ двух легко летучих компонентов (Zn и P), способных формировать устойчивые бинарные фазы [28-30], а последующая реакция приводит к образованию тройного соединения. Поскольку синтез реализуется в условиях ограниченного (конечного) времени взаимодействия промежуточных фаз, то какая-то часть промежуточных фаз не успевает превратиться в тройное соединение, что вызывает неконтролируемые вариации состава синтезированного материала от стехиометрического соотношения. Вариации состава поликристаллической загрузки при последующем выращивании монокристалла из расплава предварительно синтезированного соединения и дополнительные потери летучих компонент в

неизотермических условиях роста приводят к неконтролируемому «легированию» кристаллов $ZnGeP_2$ собственным нелетучим компонентом – Ge и/или бинарными соединениями металлических компонент с фосфором – GeP и/или Zn_3P_2). Эти «примеси» из собственных компонент соединения проявляются в виде объемных включений игольчатой формы [34] с типичным поперечным размером ~ 10 мкм и длиной, достигающей иногда нескольких мм. На рис. 2.13а приведена голограмма образца, содержащая фосфидные включения. Они имеют игольчатый вид и расположены вдоль оси роста кристалла, с поперечными характерными размерами $\sim 10 - 50$ мкм и характерными продольными размерами ~ 500 мкм. На рис. 2.13б показано восстановленное изображение голограммы, где можно видеть игольчатые включения фосфидов. Фрагменты на рис. 2.13в-2.13г показывают отдельные увеличенные области. При помощи метода цифровой голографии можно оценить их размер, а также проследить изменение толщины включения. Характерные размеры фосфидных включений изменяются от 22 до 30 мкм (см. рис. 2.13г).

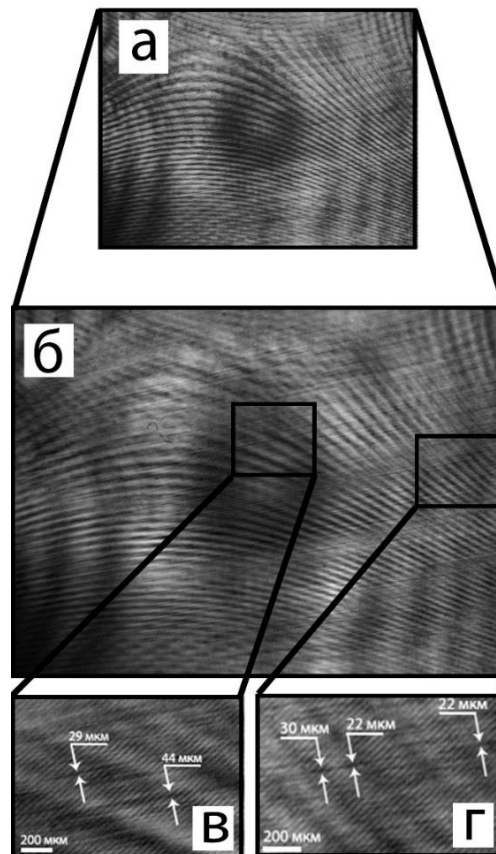


Рисунок 2.13 – Голограмма образца, содержащего объемные дефекты в виде «игл» фосфида цинка – а; восстановленное изображение – б; увеличенные фрагменты, восстановленного изображения с нанесенными характерными размерами включений – в,

2.3. Методы визуализации оптического пробоя монокристалла ZnGeP_2

Оптический пробой монокристалла ZnGeP_2 при облучении импульсным наносекундным излучением ~ 2 мкм происходит по неустановленным на данный момент причинам, что обуславливает необходимость выяснить физические механизмы, служащие инициаторами начала оптического пробоя монокристалла ZnGeP_2 . Для решения данной задачи необходимо разработать методы визуализации динамических процессов, происходящих внутри кристалла.

2.3.1. Оптический проекционный дефектоскоп на базе системы «генератор-усилитель» на парах стронция

Предложено для визуализации динамических процессов, происходящих внутри кристалла, повысить чувствительность метода теневой визуализации, рассмотренной в разделе 2.1. и получить возможность использовать фотоприемники с дешевыми матрицами, а именно, усовершенствовать данный метод дефектоскопии и создать лазерный проекционный дефектоскоп на базе системы «генератор-усилитель» на парах стронция по схеме, представленной на рис. 2.14.

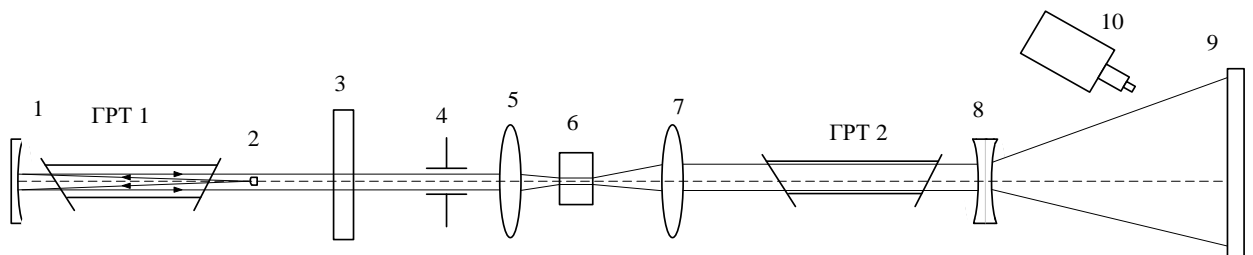


Рисунок 2.14 – Схема лазерного проекционного дефектоскопа: 1, 2 – зеркала резонатора; ГРТ1, ГРТ2- газоразрядные трубки лазеров на парах стронция (генератора и усилителя, соответственно); 3- узкополосный оптический фильтр; 4 – диафрагма; 5, 7, 8 – линзы, 6 – исследуемый монокристалл ZnGeP_2 , 9 – экран, 10 – камера (тепловизор)

Принцип работы данного проекционного дефектоскопа заключается в том, что излучения от генератора (ГРТ1), проходящего через узкополосный оптический фильтр 3, выделяется излучение с необходимой длиной волны, а далее излучение с выбранной длиной волны фокусируется линзой 5 в исследуемую область, монокристалла. Поскольку показатель преломления (n) монокристалла ZnGeP_2 в ближнем и среднем ИК диапазоне излучения $n \sim 3$ [109], то пучок излучения в монокристалле практически не расширяется. Излучение, вышедшее из монокристалла, попадает на линзу 7 которая формиру-

ет плоскопараллельный пучок, содержащий информацию о внутренних дефектах монокристалла. Данный пучок при проходе через ГРТ2 (усилителя) усиливается и попадает на линзу 8, с помощью которой происходит увеличение изображения и проецирование его на экран 9. На рис. 2.14 представлена схема, которую предполагается использовать для визуализации дефектов в монокристалле на длине волны $\lambda \sim 6,45$ мкм, где в качестве приемника используется тепловизор 10, который снимает температурную картину с экрана. Также данный проекционный дефектоскоп можно использовать для визуализации дефектов с помощью излучения с длинами волн $\lambda \sim 1$ и 3 мкм. В данном случае экран можно заменить матрицей фотоприемника, работающего в данном спектральном диапазоне. Регистрацию изображения можно производить путем сканирования плоскости изображения при помощи фотоприемника и «склейки» изображения. Минимальные линейные размеры регистрируемых дефектов данным дефектоскопом ограничены длиной волны регистрирующего излучения и составляют $\sim 0,5-3$ мкм в зависимости от выбора длины волны. Также данный метод может найти применение для регистрации быстропротекающих процессов внутри монокристалла, например, в момент оптического пробоя или предпробойного состояния, благодаря возможности достижения высокой частоты следования импульсов генерации ~ 1 МГц лазера на парах стронция [111]. Для регистрации данных процессов потребуются синхронизация импульсного источника накачки лазера с приемным устройством, подобно тому, как это было сделано в [112].

2.3.2. Исследование оптического пробоя монокристалла $ZnGeP_2$ методом цифровой голографии при его облучении излучением Ho:YAG-лазера ~ 2 мкм

Эффективность процессов нелинейного параметрического преобразования излучения, как известно, пропорциональна плотности мощности преобразуемого излучения, которая ограничивается максимально допустимым уровнем плотности мощности, не вызывающим разрушение нелинейного материала – порогом оптического пробоя P_{DT} .

Разрушение кристаллов (пробой) при взаимодействии с импульсным наносекундным излучением высокой плотности мощности может происходить двумя путями: изменения структуры и механические повреждения, возникающие при лавинной ионизации атомов в электрическом поле высокой напряженности; трещинообразование в результате термомеханических напряжений в кристалле, развивающихся за счет быстрого нагрева, создающего области с высоким градиентом температуры.

Оптический пробой (в интервале длин волн $2,1 \text{ мкм} < \lambda < 8 \text{ мкм}$) в кристаллах ZnGeP_2 происходит по неустановленному к настоящему времени механизму и создает области с разрушенной кристаллической решеткой как на поверхности, так и в объеме. Очевидно, что объемные и поверхностные дефекты могут лишь понизить порог оптического пробоя. Поэтому вопрос повышения лучевой стойкости материала связан с возможностями управления ансамблем дефектов в кристаллах за счет изменения технологических условий получения – режимов операций синтеза, выращивания и послеростовой термобработки материала.

Для определения механизмов, приводящих к оптическому пробую монокристаллов ZnGeP_2 при облучении излучением с длиной волны в диапазоне 2-8 мкм, необходимы методы визуализации динамических процессов, происходящих в материале в момент пробоя, позволяющие отслеживать процесс формирования пробоя. В дальнейшем данные знания могут быть полезны для выработки технологических рекомендаций, позволяющих увеличить порог оптического пробоя. Разработка метода визуализации быстропротекающих процессов, происходящих внутри образцов толщиной $\sim 5\text{-}20$ мм при больших показателях преломления исследуемых материалов (~ 3) и, тем более, в случае ИК-кристаллов, непрозрачных в видимом диапазоне, превращается в существенную техническую проблему. Ясно, что метод визуализации должен быть быстрым, бесконтактным и неразрушающим. Для реализации данной задачи был использован метод цифровой инфракрасной голографии.

Поскольку схема Габора допускает пониженные требования к пространственной и временной когерентности источника света [106], использовался полупроводниковый лазерный диод с длиной волны излучения 1,064 мкм (поз. 9 на Рис. 2.15), мощностью излучения ~ 100 мВт. В качестве регистрирующей камеры (поз. 4 на Рис. 2.15) применялась ПЗС-камера с матрицей 1600×1200 пикселей, размером пикселя $7,4 \text{ мкм} \times 7,4 \text{ мкм}$, с частотой следования кадров 7 Гц (0,15 с.). Голографическая камера была использована для исследования процесса оптического пробоя в кристаллах ZnGeP_2 , предназначенных для создания накачиваемых лазерами, излучающими в диапазоне длин волн около 2 мкм, параметрических преобразователей излучения, перестраиваемых в диапазоне 3-8 мкм. Для определения порога оптического пробоя использовалась методика «R-on-1» [113] на стенде, схема которого представлена на рис. 2.16. Импульсное излучение Ho:YAG-лазера с частотой следования импульсов ~ 10 кГц, длительностью импульса \sim

25 нс и средней мощностью, варьируемой в диапазоне от 500 мВт до 9 Вт, направлялось на короткофокусную линзу Л, которая фокусировала излучение на входную грань монокристалла $ZnGeP_2$. Временной интервал воздействия излучения на кристалл составлял 30 с. Далее, если оптического пробоя и повреждения материала не наблюдалось, мощность лазерного излучения увеличивалась, и процесс облучения повторялся. Диаметр пучка на передней грани монокристалла составлял ~ 200 мкм по уровню $1/e^2$. Боковые грани кристалла были полированы. Кристалл помещался в цифровую голографическую камеру, при помощи которой производилась запись голограмм внутреннего объема монокристалла (в направлении, перпендикулярном направлению воздействующего излучения) с частотой следования кадров ~ 7 Гц.

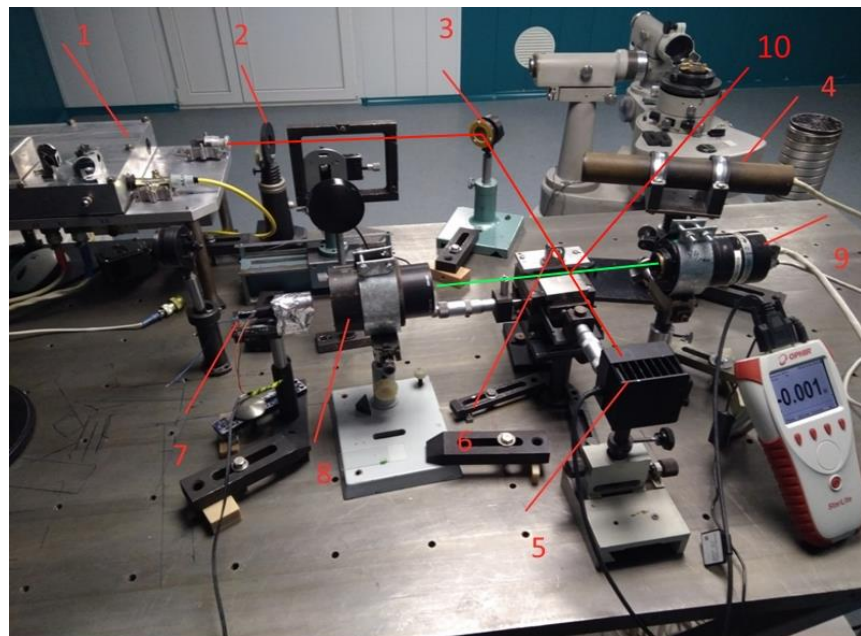


Рисунок 2.15 – Фотография стенда для исследования оптического пробоя сред: 1 – Ho:YAG лазер (воздействующее излучение); 2 – юстированная пластина; 3 – поворотное зеркало; 4 – юстированный He-Ne лазер; 5 – измеритель мощности; 6 – короткофокусная линза; 7 – лазерный диод (просвечивающее излучение для регистрации голограмм); 8 – коллиматор; 9 – ПЗС камера; 10 – исследуемый монокристалл; красная линия - путь воздействующего излучения, зеленая линия – путь излучения, регистрирующего голограмму

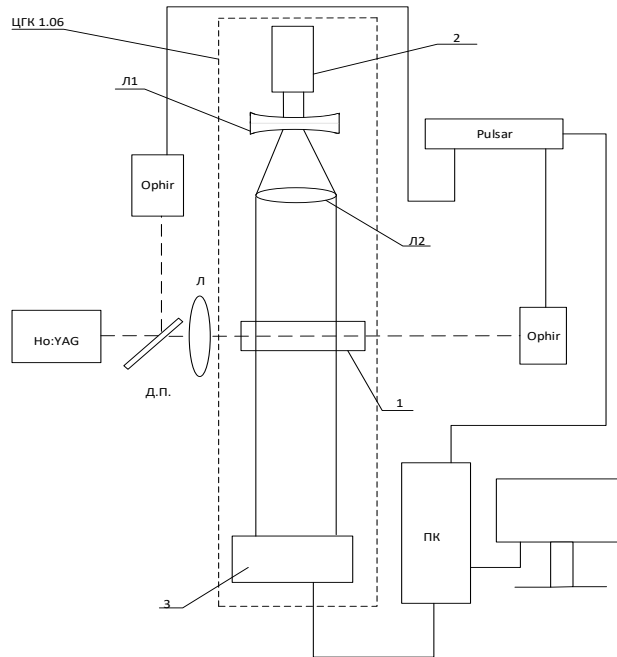


Рисунок 2.16 – Схема стенда лучевой нагрузки по исследованию лучевой стойкости монокристалла $ZnGeP_2$: Ho:YAG – гольмиевый лазер; ДП – делительная пластина; Ophir – приемник для измерения мощности фирмы «Ophir»; синхронизация – блок синхронизации устройств; ЦГК 1.06 – цифровая голографическая камера, ПК – персональный компьютер; 1 – монокристалл $ZnGeP_2$; 2 – лазерный модуль МЛ 150-1053-100-ТТЛ; Л – короткофокусная линза; 3 – матричный фотоприемник; ПК – персональный компьютер.

На рис. 2.17 представлены восстановленные изображения, полученные при исследовании оптического пробоя на установке, схема которой представлена на рис. 2.16. На рис. 2.17: а – представлено восстановленное изображение области монокристалла в плоскости наилучшей фокусировки, где развивается пробой, до начала образования трека повреждений и формирования области свечения (красная стрелка показывает направление падения излучения); б – склейка кадров восстановленного изображения плоскости наилучшей фокусировки, на которых зафиксирован процесс развития оптического пробоя и распространения в монокристалле области свечения с привязкой к длине кристалла и времени (красная стрелка показывает направление падения излучения, жёлтая стрелка показывает направление движения области, в которой формируется оптический пробой); в – восстановленное изображение области монокристалла с характерным треком повреждений после оптического пробоя в плоскости наилучшей фокусировки.

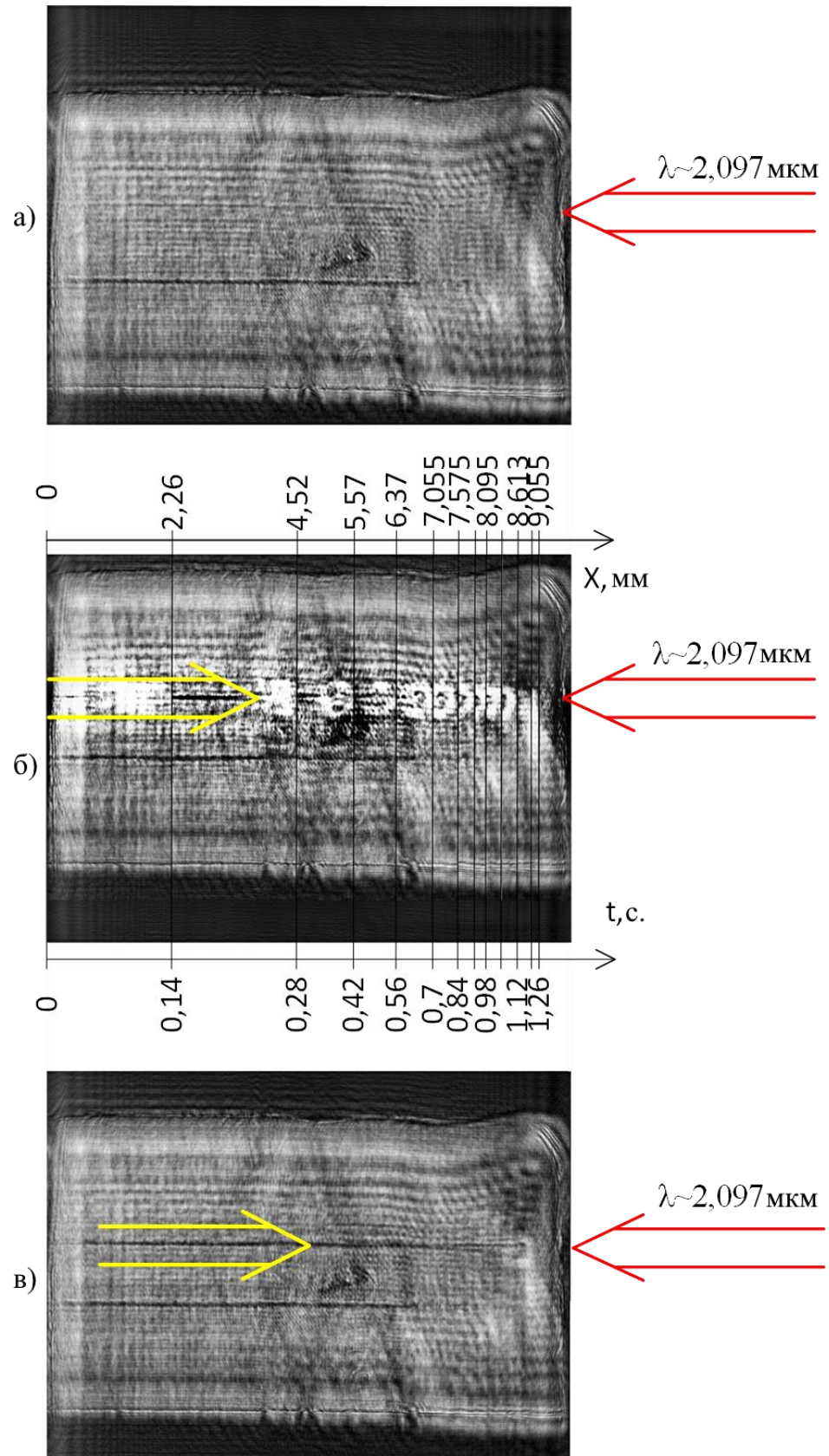


Рисунок 2.17 – Результаты обработки цифровых голограмм при пробое монокристалла ZnGeP_2 лазерным излучением

Воздействие импульсов излучения Ho:YAG-лазера на кристалл $ZnGeP_2$ вызывает появление светящейся области с поперечным размером 0,7-1 мм на выходной оптической поверхности кристалла и последующее ее движение в кристалле в сторону входной оптической поверхности, т.е. в направлении противоположном распространению излучения Ho:YAG лазера. Возникшее светящееся пятно можно связать с люминесценцией, возникающей при рекомбинации неравновесных носителей через уровни точечных дефектов [68]. Движение люминесцирующего «облака» сопровождается формированием канала оптического пробоя (трека) диаметром 70-75 мкм. Динамика развития оптического пробоя, при средней плотности энергии лазерных импульсов $0,3 \text{ Дж/см}^2$, показана на рис. 2.17b, который получен путем склейки восстановленных из серии голограмм кадров, полученных с интервалом 0,143 сек, и демонстрирует процесс развития пробоя в кристалле с привязкой по длине и времени. Кадры отделены друг от друга черными линиями, каждому кадру соответствует путь, пройденный светящейся областью, фиксируемой при образовании трека пробоя внутри кристалла.

Полное время формирования оптического пробоя кристалла длиной 10 мм составило $\sim 1,3$ сек. Мгновенная скорость движения области пробоя - $V \text{ (мм/с)} = dX/dt$ - в начальный период, как оказалось, значительно выше скорости его продвижения во второй половине кристалла. Так, если первые 4.5 мм пробиваются со скоростью $V_{in} = 4,52/0,28 \approx 16 \text{ мм/с}$, то на финальной стадии пробоя скорость формирования трека составляет $V_{fin} = (9,055-8,095)/0,14 \approx 3 \text{ мм/с}$. Пробой заканчивается разрушением передней грани кристалла, на которую падает излучение лазера.

Используя имеющиеся экспериментальные данные и математическое обеспечение ORIGIN LAB, была получена логарифмическая зависимость длины трека от времени воздействия лазерным лучом (см. Рис. 2.18). Полученная методом наименьших квадратов зависимость скорости распространения трека оптического пробоя в кристалле $ZnGeP_2$ представляет гладкую монотонную функцию от текущего времени при интенсивности излучения $0,3 \text{ Дж/см}^2$:

$$V(\text{мм/сек}) = dX/dt = 4,62/(t + 0,32)$$

Согласно аппроксимации, $V_{in} = 14,4 \text{ мм/с}$, $V_{fin} = 3,5 \text{ мм/с}$.

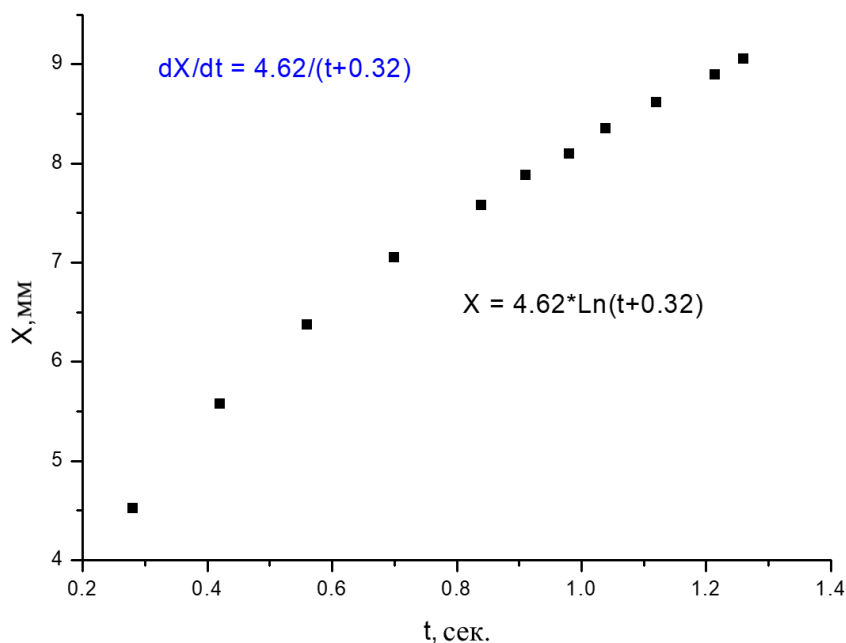


Рисунок 2.18 – Зависимость длины трека x оптического пробоя от времени t при средней плотности энергии лазерных импульсов $0,3 \text{ Дж/см}^2$, диаметре пучка излучения Ho:YAG лазера на передней грани монокристалла $\sim 200 \text{ мкм}$ по уровню $1/e^2$, на частоте следования импульсов $\sim 10 \text{ кГц}$ и длительности импульса $\sim 25 \text{ нс}$

Замедление развития процесса формирования трека оптического пробоя не согласуется с моделью ударной ионизации со степенной зависимостью лавинообразной генерации электронно-дырочной плазмы. В то же время положительная обратная связь температуры и коэффициента поглощения может быть альтернативой ударной ионизации и может обеспечить появление высокой концентрации неравновесных носителей за счет резкого скачка температуры при поглощении излучения накачки в объеме кристалла. Тогда временную задержку начала формирования трека можно отнести на счет затрат времени на разогрев лазерным излучением объема кристалла до высоких температур.

Генерация носителей при повышении температуры не создает неравновесных носителей, способных к рекомбинации, сопровождаемой люминесценцией. Поэтому, для того, чтобы объяснить появление светящейся в кристалле области, возбуждаемой интенсивным лазерным пучком, оказалось необходимым принять во внимание размерные факторы, а именно: соотношение диаметров лазерного пучка (200 мкм) и люминесцирующего «облака», у которого наиболее яркое свечение регистрируется на расстоянии

250-400 мкм (Рис. 2.17 b) от формирующегося «темного» трека оптического пробоя. Изменение структуры под действием излучения свидетельствует о повышении мгновенной эффективной температуры до значений, превышающих температуру плавления соединения $ZnGeP_2$ - 1025° С [29]. Более низкотемпературный фазовый переход $ZnGeP_2(\text{sph}) \rightarrow ZnGeP_2(\text{halc})$ вблизи 950° С можно исключить из рассмотрения, т.к. он наблюдается только при понижении температуры и связывается с упорядочением атомов в катионной подрешетке. Резкое повышение температуры кристалла и его локальное плавление приводит к последующей закалке расплава, формирующей вдоль лазерного луча трек оптического пробоя и диффузию свободных носителей от разогретой области кристалла в перпендикулярном к лазерному лучу направлении. Концентрация носителей при температуре пробоя - T_{DT} в центральной области луча будет определяться соотношением [114]

$$n(T_{DT}) \cdot p(T_{DT}) = n_i^2(T_{DT}) \cdot \exp\{-E_g / (T_{DT})\} / (kT_{DT}), \quad (2.10)$$

где $n(T_{DT})$ и $p(T_{DT})$ – равновесные концентрации электронов и дырок при температуре порога пробоя T_{DT} , $n_i(T_{DT})$ – концентрация собственных носителей при температуре T_{DT} , $E_g / (T_{DT})$ – ширина запрещенной зоны при температуре T_{DT} и k – постоянная Больцмана. Поперечный градиент температуры, перпендикулярный к направлению распространения лазерного излучения, заставляет свободные носители диффундировать из высокотемпературной зоны генерации (в которой они являются равновесными и в люминесценции проявиться не могут) в не нагретые области кристалла, в которой они становятся неравновесными и рекомбинируют, по крайней мере частично, на люминесцентных переходах (уровнях точечных дефектов), создавая тороидальное распределение интенсивности свечения.

Удельное мгновенное тепловыделение ΔQ за счет оптических потерь ΔP можно оценить по формуле:

$$\Delta Q(x) = -\Delta P(x) = P_0 \cdot \alpha \cdot \exp(-\alpha x), \quad (2.11)$$

где P_0 – плотность мощности лазерного излучения в кристалле на его входной апертуре, α – коэффициент поглощения, x – текущая координата, отсчитываемая от входной апертуры. Полагая постоянство коэффициента поглощения и преломления (отражения) от координаты (однородность кристалла) для плоскопараллельных образцов можно оценить:

тепловыделение у входной поверхности ($x=0$)

$$\Delta Q(0) = \alpha \cdot P_0, \quad (2.12)$$

тепловыделение частично поглощенного излучения, падающего на выходную поверхность ($x = L$)

$$\Delta Q(L) = \alpha \cdot P_0 \cdot \exp(-\alpha L), \quad (2.13)$$

тепловыделение для излучения, отраженного от выходной поверхности ($x = L$)

$$\Delta Q(L) = R \cdot \alpha \cdot P_0 \cdot \exp(-\alpha L), \quad (2.14)$$

суммарное тепловыделение падающего и отраженного излучений у выходной поверхности ($x = L$)

$$\Delta Q(L) = (1 + R) \cdot \alpha \cdot P_0 \cdot \exp(-\alpha L). \quad (2.15)$$

Кристаллы ZnGeP_2 имеют показатель преломления $n_{o,e} \sim 3$ [19], следовательно, коэффициент отражения оптического излучения $R \approx 0.25$. Это указывает на то, что последующие переотражения не могут превышать 6% уровня плотности мощности излучения в кристалле на его входной поверхности даже при отсутствующем поглощении в кристалле и этой добавкой можно пренебречь. Из (2.12) и (2.15) следует, что если

$$(1 + R) \cdot \exp(-\alpha L) > 1, \quad (2.16)$$

то тепловыделение на выходной поверхности окажется более сильным, чем у входной. Полагая поглощение слабым, и ограничиваясь в разложении экспоненты двумя слагаемыми, в качестве критерия инициализации оптического пробоя на выходной поверхности имеем неравенство:

$$\alpha < R/L \text{ или } R > \alpha \cdot L. \quad (2.17)$$

При длине кристалла $L = 1$ см и коэффициенте поглощения $\alpha < 0,05 \text{ см}^{-1}$ сценарий с инициацией оптического пробоя вблизи выходной поверхности представляется вполне закономерным.

Проведем замену пространственной координаты: $X = 1 - x$ и изменим направление оси абсцисс навстречу лазерному лучу. В этом случае начало координат будет привязано к выходной поверхности. Энергию суммарного тепловыделения ΔQ_Σ за счет проходящего через кристалл излучения и излучения отраженного от выходной поверхности можно рассчитать по формуле:

$$\Delta Q_\Sigma(X) = \Delta Q_{\text{in}}(X) + \Delta Q_{\text{OU}}(X) = \alpha \cdot P_0 \cdot \exp[-\alpha \cdot (1-X)] + R \cdot \alpha \cdot P_0 \cdot \exp[-\alpha \cdot (1 + X)], \quad (2.18)$$

которое путем преобразований

$$Q\Sigma(X) = \alpha \cdot P_0 \cdot \exp(-\alpha) \cdot [\exp(\alpha \cdot X) + R \cdot \exp(-\alpha \cdot X)], \quad (2.19)$$

$$\Delta Q\Sigma(X) = \alpha \cdot P_0 \cdot R0,5 \cdot \exp(-\alpha) \cdot [R - 0,5 \cdot \exp(\alpha X) + R0,5 \cdot \exp(-\alpha X)], \quad (2.20)$$

Можно привести к виду:

$$\Delta Q\Sigma(X) = \alpha \cdot P_0 \cdot R0,5 \cdot \exp(-\alpha) \cdot \text{ch}[\alpha \cdot X - 0,5 \cdot \ln(R)]. \quad (2.21)$$

При малых (см. неравенство (2.17)) значениях коэффициента поглощения: $\alpha \leq 0,1 \text{ см}^{-1}$ и значениях X , заключенных в интервале $0 \leq X \leq 1$, интервал изменения (возрастания) аргумента гиперболического косинуса в правой части равенства (2.21) не превышает 8 %, что не может обеспечить изменение скорости движения трека оптического пробоя в несколько раз. Следовательно, необходимо предполагать зависимость оптических констант от координат и/или времени, включая учет возможных изменений свойств кристалла с ростом температуры. В полупроводниках (и диэлектриках), из-за положительной обратной связи коэффициента поглощения α с температурой, следует ожидать лавинообразный рост температуры в области пучка излучения и (при достижении достаточно высокой температуры) концентрация свободных носителей может стать настолько высокой, что коэффициент отражения, типичный для полупроводников, может скачком возрасти до значений, характерных для металлов ≈ 1 .

Чтобы объяснить снижение скорости формирования трека пробоя от координаты (от времени) было сделано предположение о ее связи с диаметром трека, т.е. с объемом разогреваемого лазерным лучом материала. Как оказалось, (см. Рис 2.19), действительно, диаметр трека увеличивается от $\approx 40 \text{ мкм}$ на начальном участке трека до $\approx 100 \text{ мкм}$ на входной апертуре кристалла. Соответственно, поперечное сечение изменяется приблизительно в 3-4 раза, что близко к отношению скоростей формирования трека на входной и выходной поверхности кристалла. Но кроме выраженной тенденции к увеличению диаметра трека с координатой, имеются квазипериодические вариации диаметра трека пробоя с максимумами при $\approx 3 \text{ мм}$, 5 мм и 7 мм (Рис. 2.19, кр.4), которые можно сопоставить с областями вблизи точек пересечения трека оптического пробоя с «темными» полосами роста, т.е. в местах с повышенным, относительно среднего значения, коэффициентом поглощения.

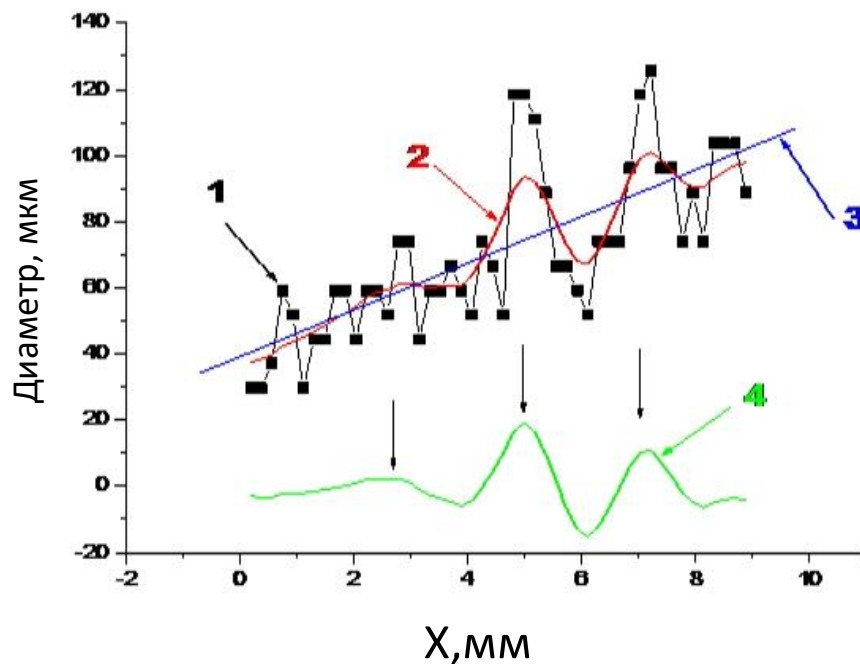


Рисунок 2.19 – Зависимость диаметра трека оптического пробоя от расстояния X , мм, отсчитываемого от выходной поверхности навстречу падающему лазерному лучу. 1 – Данные, полученные из измерений; 2 – данные после двойного сглаживания по 5 точкам; 3 – Линейная регрессия; 4 – Отклонение сглаженных значений от линии регрессии.

На рис. 2.20 представлен пробой в другой точке того же кристалла при воздействии более мощного лазерного излучения – $0,6 \text{ Дж/см}^2$. В этом случае пробой также возник вблизи задней поверхности, но процесс формирования трека протекает значительно (в 2 раза) быстрее, что, в принципе, согласуется с двукратным увеличением плотности энергии луча накачки и тепловым механизмом пробоя. Обработка голографических данных показывает, что время формирования трека пробоя составила $\sim 0,67$ сек.

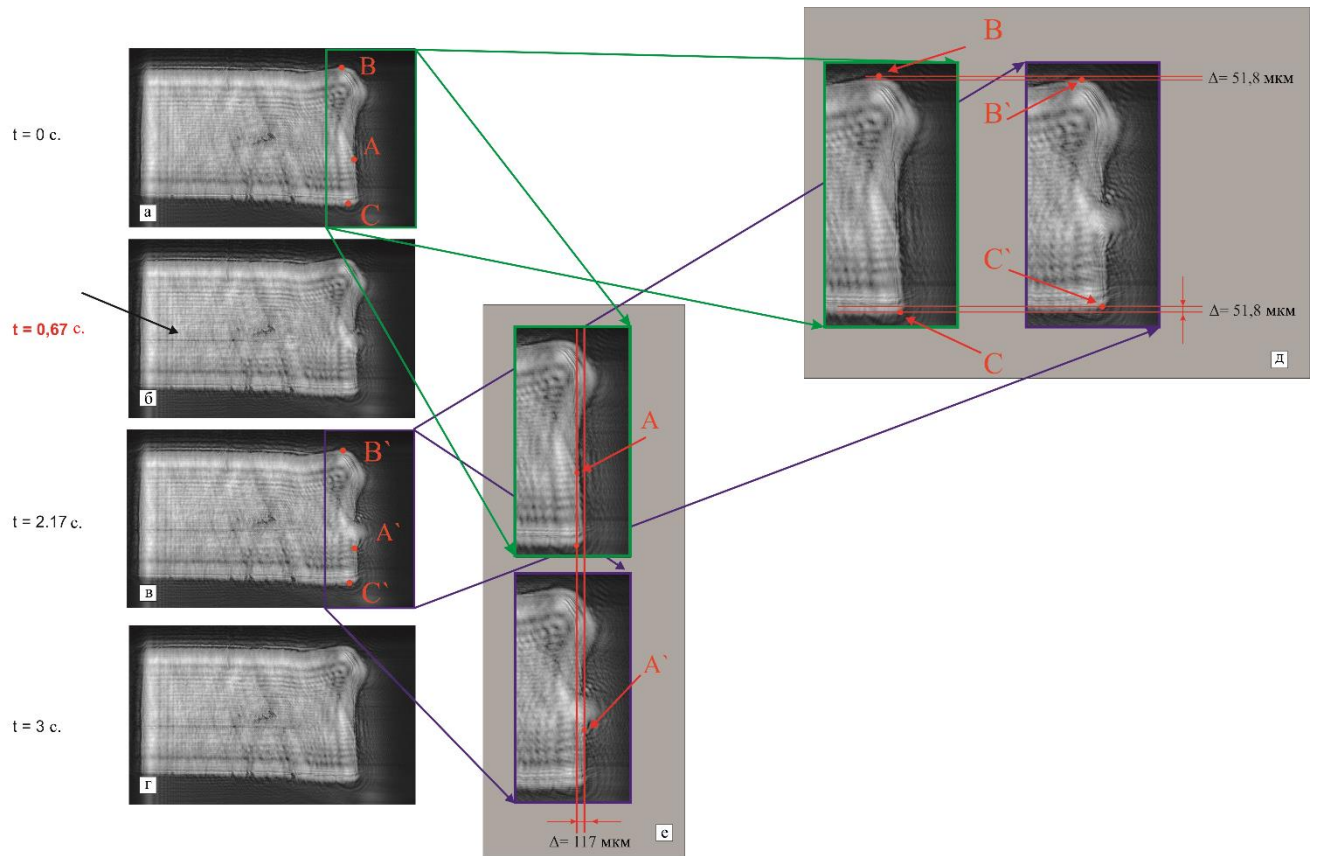


Рисунок 2.20 – Результаты обработки цифровых голограмм при пробое монокристалла ZnGeP_2 лазерным излучением с плотностью энергии $0,6 \text{ Дж/см}^2$: а – монокристалл до воздействия излучения; б – пробой материала; с – термическим расширением кристалла вблизи места локализации трека оптического пробоя; д – релаксация размеров монокристалла после воздействия излучения; е – изменение поперечных размеров элемента в момент оптического пробоя относительно размеров элемента в момент отсутствия воздействия лазерного излучения; ф – изменение продольных размеров в восстановленном изображении элемента в момент оптического пробоя относительно размеров элемента в момент отсутствия воздействия лазерного излучения.

На фотографиях Рис. 2.20f и Рис. 2.20е показаны восстановленные изображения кристалла до лазерного воздействия и в момент, когда светящаяся (люминесцирующая) область пробоя достигает переднюю поверхность кристалла. При сопоставлении геометрических (размерных) параметров изображений было обнаружено, что на финальной стадии оптического пробоя, когда завершается формирование трека, длина кристалла в продольном направлении в месте выхода трека на поверхность увеличивается на ~ 117 мкм (Рис. 2.20f), а в поперечном уменьшается на величину ~ 103 мкм (Рис. 2.20е).

Грубую оценку температуры, развивающейся в центральной части трека под действием оптического луча высокой интенсивности, вызывающего оптический пробой (нижнее фото на рис. 2.20), можно провести по относительной продольной деформации кристалла $dL/L = 0,0117$. Используя среднеарифметические значения известных [19, 115] коэффициентов термического расширения (β_{av}) $ZnGeP_2$:

в интервале температур $\sim 293^\circ K - 573^\circ K$ $\beta_{av}(293K - 573K) = 16,7 \cdot 10^{-6} K^{-1}$

и более высоких температурах $> 573^\circ K$ $\beta_{av>(> 573K) = 8,59 \cdot 10^{-6} K^{-1}$

были получены следующие данные:

Удлинение 10-мм кристалла $ZnGeP_2$ кристалла при его нагреве до $573^\circ K$ составило

$$dL(293K - 573K) \approx 47 \text{ мкм}$$

Последующее удлинение исследованного кристалла при температурах $T > 573^\circ K$ составило

$$dL(573K) \approx 117 - 47 \approx 70 \text{ мкм.}$$

Температурный интервал, необходимый для дополнительного удлинения кристалла на 70 мкм составляет

$$dT(> 573K) = (dL/L)/\beta_{av>(> 573K) = (70 \text{ мкм}/10000 \text{ мкм})/(8,59 \cdot 10^{-6}) \approx 815K$$

Следовательно, для изменения длины кристалла на 117 мкм, согласно оценке, потребуется повышение его температуры до величины $\sim T_{TP} = 573K + 815K = 1388K (1115^\circ C)$.

Полученное значение температуры в треке пробоя выше точки плавления соединения приблизительно на $\approx 90^\circ K$ и, в принципе, согласуется с выводом о термической природе происхождения трека пробоя. Однако, принимая во внимание уменьшение β_{av} с ростом температуры, полученное значение является завышенным. При использованных уровнях плотности мощности лазерного луча, в отличие от деградации оптических свойств в области пробоя, механическая деформация кристалла является упругой, и после завершения процесса формирования трека пробоя по всей длине кристалла происходит быстрая релаксация решетки (рис. 2.21).

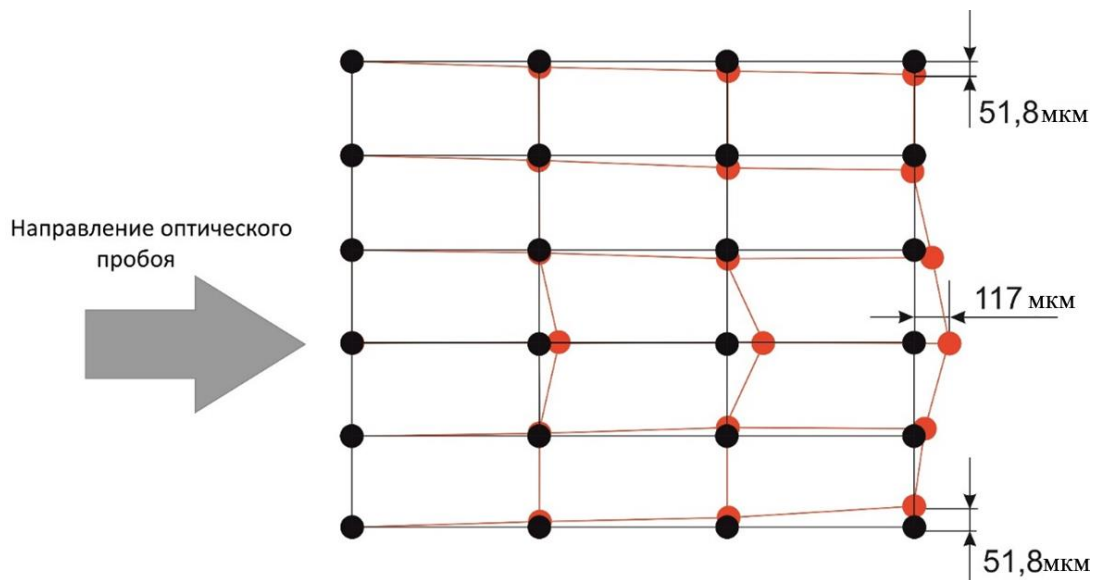


Рисунок 2.21 – Схема деформации решетки монокристалла при оптическом пробое, представленном на рис.6. Черными точками изображено положение атомов в решетке до пробоя монокристалла, красным - после

2.4. Выводы к главе

1) Исследования подтверждают перспективность использования ИК-излучения лазера на парах стронция в теновом методе и методе цифровой голографии для визуализации объемных дефектов, и неоднородностей монокристаллов ZnGeP_2 .

2) Голографический метод позволяет с заданной точностью определять размеры дефектов и неоднородностей внутренней структуры кристаллов. Проведенный анализ и экспериментальные данные показали возможность идентификации объемных дефектов с размерами $\geq 15\text{-}20$ мкм.

3) Метод цифровой голографии при использовании излучения лазера на парах стронция позволил идентифицировать такие объемные дефекты в монокристалле ZnGeP_2 как полосы роста и игольчатые включения фосфидов цинка. В результате обработки голографических данных определены периодичность образования полос роста и физические причины, приводящие к появлению полос роста с периодом 10-20 мкм; 25-90 мкм и ~ 200 мкм.

4) Апробирован способ визуализации оптического пробоя монокристалла ZnGeP_2 методом цифровой ИК голографии.

5) Проведенные исследования позволили визуализировать процесс формирования пробоя монокристалла ZnGeP_2 при плотности энергии на входной грани монокристалла $\sim 0,3\text{-}0,6$ Дж/см².

6) Полученные в ходе работы зависимости показали, что пробой происходит за счет лавиноподобного роста температуры в формирующемся треке (механизм формирования пробоя имеет тепловую природу) при облучении нелинейного элемента ZnGeP_2 лазерным излучением на длине волны $\sim 2,1$ мкм. Воздействие импульсов излучения Ho:YAG-лазера на кристалл ZnGeP_2 вызывает появление светящейся области с поперечным размером 0,7-1 мм на выходной оптической поверхности кристалла и последующее ее движение в кристалле в сторону входной оптической поверхности, т.е. в направлении противоположном распространению излучения Ho:YAG-лазера.

7) Высказано предположение о том, что возникновение светящегося пятна связано с люминесценцией через уровни точечных дефектов. Движение люминесцирующего «облака», коррелирует с движением формирующегося трека пробоя.

8) Выявлено снижение скорости формирования трека пробоя по мере распространения в глубь материала (скорость формирования у выходной грани элемента при плотности энергии пробоя $0,3 \text{ Дж/см}^2 \sim 16 \text{ мм/с}$, а у входной грани $\sim 3 \text{ мм/с}$). Снижение скорости формирования трека пробоя от координаты (от времени) объясняется связью скорости формирования трека пробоя с объемом разогреваемого лазерным лучом материала. Диаметр трека увеличивается от ≈ 40 мкм на начальном участке трека до ≈ 100 мкм на входной апертуре кристалла.

9) Квазипериодические вариации диаметра трека пробоя, выявленные численными методами обработки результатов измерений, связываются с наличием в материале «темных» полос роста, т.е. местами с повышенным, относительно среднего значения, коэффициентом поглощения.

10) Экспериментально обнаружены упругие деформации кристалла в момент завершения формирования трека пробоя ~ 100 мкм (относительное удлинение $\sim 1 \cdot 10^{-4}$). Оценочное значение температуры в центральной части трека, рассчитанное по относительной продольной деформации кристалла, составило $\sim 1388^\circ \text{ K}$ (1115° C).

ГЛАВА III.

ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ И СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПАРАМЕТРИЧЕСКОГО ГЕНЕРАТОРА СВЕТА НА БАЗЕ НЕЛИНЕЙНОГО КРИСТАЛЛА $ZnGeP_2$ С НАКАЧКОЙ ИЗЛУЧЕНИЕМ Но:YAG-ЛАЗЕРА

3.1. Экспериментальный стенд для исследования ПГС

Схема экспериментальной установки представлена на рис. 3.1. В качестве источника накачки ПГС на основе монокристалла $ZnGeP_2$ использовался импульсно-периодический Но:YAG-лазер, накачка которого осуществляется излучением Tm:YLF-лазера ($\lambda = 1,908$ мкм) сфокусированным линзой Л1 в кристалл Но:YAG. Резонатор Но:YAG-лазера был образован дихроичным зеркалом М1 с отражением $\sim 99\%$ на длине волны генерации и пропусканием $\sim 99\%$ на длине волны накачки (1,908 мкм), глухим зеркалом М2, выходным сферическим зеркалом М3 с радиусом кривизны ~ 300 мм и светоделительным покрытием на длине волны генерации с отражением $\sim 80\%$. Сужение спектра генерации Но:YAG-лазера осуществляется интерференционно-поляризационным фильтром ИПФ, помещенным в резонатор между выходным М3 и дихроичным М1 зеркалами, при этом режим активной модуляции добротности осуществляется с помощью акустооптического затвора АОМ. Оптическая развязка между резонатором параметрического генератора и резонатором Но:YAG-лазера осуществляется оптическим изолятором ОИ (см. рис. 3.1). Но:YAG-лазер, используемый для проведения экспериментов, обладал следующими энергетическими характеристиками: максимальная средняя мощность излучения в импульсном режиме – 15 Вт, частота следования импульсов – 10 кГц, длительность импульсов по полувысоте – 26 нс. Резонатор параметрического генератора был образован зеркалом М4 с пропусканием $\sim 99\%$ на длине волны излучения накачки и отражением $\sim 99\%$ на длине волны генерируемого излучения. Зеркало М5 имело просветляющее покрытие с пропусканием $\sim 99\%$ на длине волны накачки со светоделительным покрытием с 50% отражением на длине волны генерации, что позволяло реализовать однопроходную накачку. В резонатор, образованный зеркалами М4 и М5, помещался монокристалл $ZnGeP_2$ длиной 20 мм с нанесенными на рабочие торцы просветляющими покрытиями на длинах волн $\lambda = 2,097$ мкм и $\lambda = 3,5-4$ мкм (производство фирмы ООО «ЛОК» г. Томск, Россия).

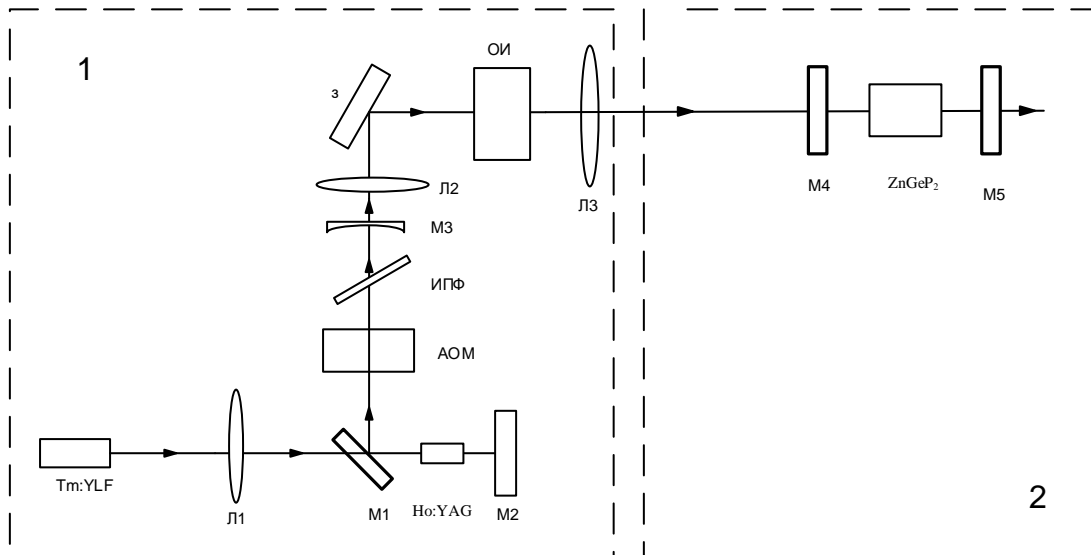


Рисунок 3.1 – Схема установки параметрического генератора на базе монокристалла $ZnGeP_2$ с оптической накачкой Ho:YAG лазером, 1-ая часть установки: Tm:YLF лазер; Л1, Л2, Л3 – линзы; М1 - дихроичное зеркало; М2 - глухое зеркало резонатора; М3 -выходное зеркало резонатора; АОМ- акустооптический модулятор; ИПФ интерференционно-поляризационный фильтр; З - глухое зеркало; ОИ - оптический изолятор; 2-ая часть установки: М4 - входное зеркало резонатора; М5 -выходное зеркало резонатора; монокристалл $ZnGeP_2$

3.2. Результаты экспериментальных исследований

В ходе экспериментальных исследований были проведены измерения средней мощности излучения накачки – P_H (на $\lambda = 2,097$ мкм), средней мощности излучения накачки – $P_{2,097}$, вышедшего из резонатора ПГС (не поглощённой в кристалле $ZnGeP_2$) и суммарной мощности излучения на выходе из резонатора ПГС – $P_{сум}$, что позволило определить среднюю мощность излучения ПГС ($P_{пгс} = P_{сум} - P_{2,097}$) в диапазоне $\lambda \sim 3,5-4,8$ мкм. На основе полученных данных были рассчитаны КПД генерации ПГС от полной мощности накачки ($\frac{P_{пгс}}{P_H} \cdot 100\%$), в зависимости от мощности накачки и плотности энергии накачки. Основные экспериментальные результаты представлены на рис. 3.2.

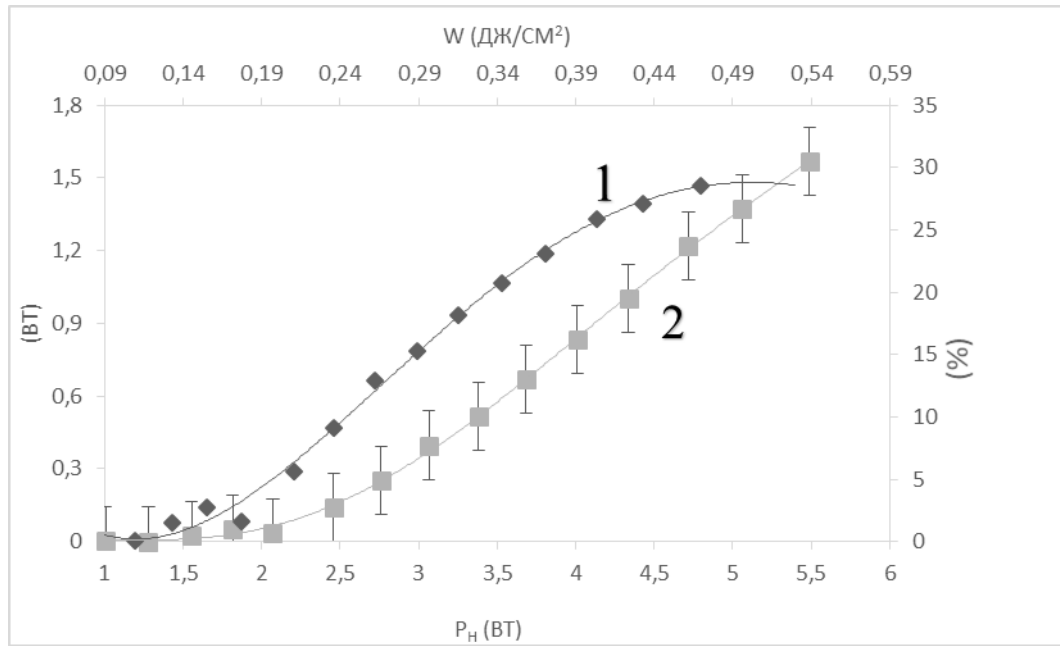


Рисунок 3.2 – Зависимости мощности ПГС – 1; КПД параметрического генератора – 2

Существенный рост средней мощности и КПД параметрической генерации наблюдается (см. рис. 3.2.) при значении средней мощности накачки ≥ 2 Вт и плотности энергии излучения накачки на торце нелинейного кристалла $\geq 0,16$ Дж/см². Зависимость средней мощности генерируемого излучения монокристаллом от средней мощности излучения накачки указывает на наличие пороговых условий генерации (см. рис. 3.2). Дифференциальный КПД ПГС составляет $\sim 3,9\%$ при значениях средней мощности накачки $< 2,0$ Вт и $\sim 49,8\%$ при более высоких значениях средней мощности накачки. Максимальное значение средней мощности излучения ПГС, достигнутое в эксперименте, составило $\sim 1,5$ Вт и КПД $\sim 28,6\%$ при средней мощности излучения накачки $\sim 5,5$ Вт и плотности энергии накачки $\sim 0,47$ Дж/см², а КПД по поглощенной мощности составил $\sim 56,5\%$. Измерения проводились при диаметре пучка накачки 385 мкм на уровне $1/e^2$ на торце монокристалла.

Измерение распределения интенсивности по диаметру пучка (Рис. 3.3.), расходимости излучения ПГ, а также излучения накачки проводились по методике, описанной в [116], с использованием камеры PIROCAM III и интерференционного фильтра, который отражал $\sim 99\%$ излучения накачки и пропускал $\sim 40-60\%$ излучения ПГ. Первоначально проводилось измерение диаметра излучения – d_1 в поперечном сечении дальней зоны пучка, затем Pirocam III отодвигался на расстояние – L и измерение диаметра излучения – d_2 ПГС повторялось. Угол расходимости вычислялся по формуле $\theta = \text{arctg}(d_2 - d_1)/L$.

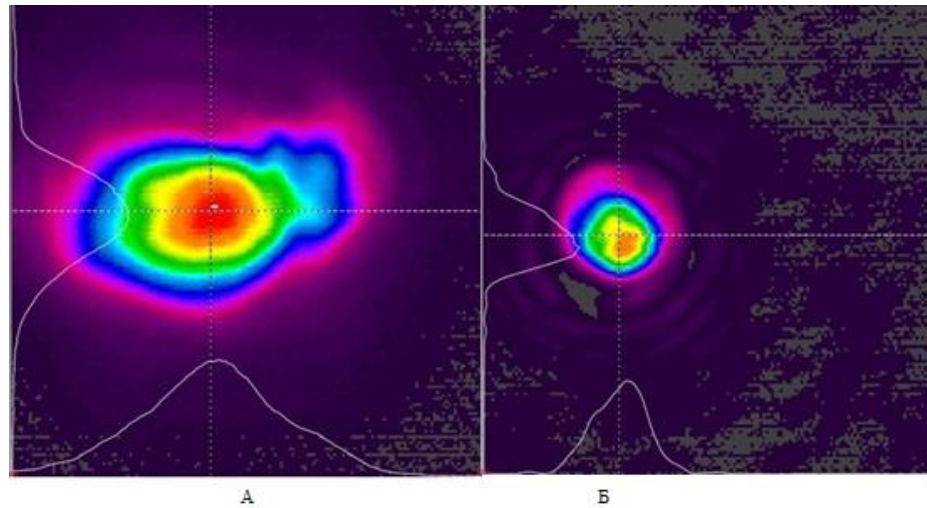


Рисунок 3.3 – Распределение интенсивности излучения ПГС – А; распределение интенсивности накачки при убранном элементе (монокристалл ZnGeP_2) из резонатора – Б

Угол расходимости излучения накачки составил ~ 9 мрад. Угол расходимости излучения ПГС по оси X составил 20 мрад и 16 мрад по оси Y. Параметр $M^2_{X,Y}$ для пучка излучения накачки составил ~ 2.6 , а для излучения ПГ параметр $M^2_X \sim 3.5$, $M^2_Y \sim 2.8$.

Измерение спектра излучения ПГ проводились в схеме, представленной на рис. 3.4, при мощности излучения накачки ~ 4 Вт, ширине входной и выходной щели ~ 100 мкм монохроматора МДР-204 с использованием дифракционной решетки 300 штрихов. В качестве фотоприемника на выходной щели монохроматора использовалось фотосопротивление PbS, с диапазоном спектральной чувствительности $\sim 0.8-3.9$ мкм. В связи с этим спектральные измерения в данной работе приведены только для сигнальной волны генерируемого излучения. Остаточное излучение накачки Но:YAG-лазера и излучение ПГ, отраженные от алюминиевого сферического зеркала СЗ с радиусом кривизны 20 см направлялись на германиевый фильтр Φ_{Ge} зеркалом З. Входная щель монохроматора располагалась в фокальной плоскости алюминиевого сферического зеркала, что позволило оптимизировать геометрию производимых измерений. Фокусировка излучения ПГС на входную щель монохроматора позволила существенно увеличить сигнал, проходящий на фотоприемник, а также увеличить площадь заполнения дифракционной решетки, что повысило разрешающую способность спектральных измерений. Фильтрация излучения ПГС от остаточного излучения накачки ($\lambda = 2.097$ мкм) осуществлялось за счет расположения Φ_{Ge} под углом Брюстера, т.к. поляризации этих световых волн взаимно перпендикулярны. В итоге, мощность остаточного излучения с длиной волны $\lambda =$

2,097 мкм за германиевой пластиной не превышала 200 мВт при средней мощности излучения ПГ ~ 400мВт. Дополнительный диэлектрический фильтр Φ полностью отражал остаточное излучение накачки и пропускал порядка 70% излучения ПГС (см. рис. 3. 4).

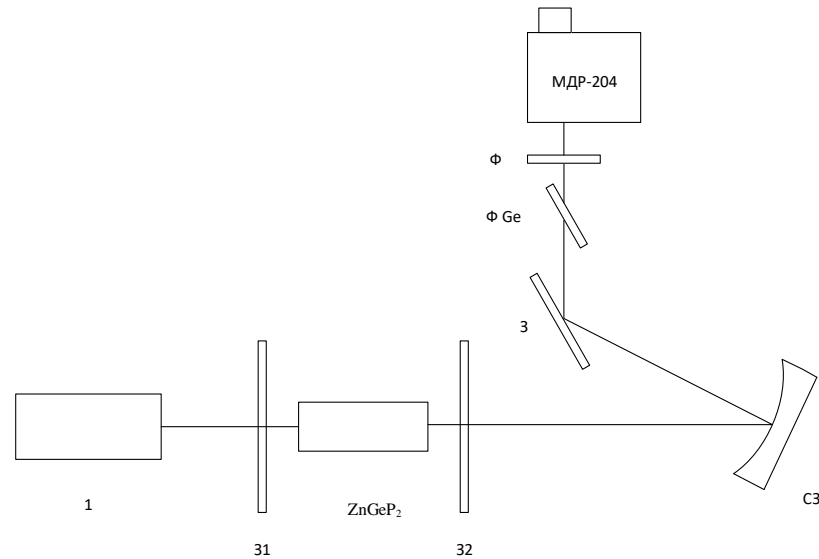


Рисунок 3.4 – Схема стенда для измерений спектра излучения ПГС: 1- Но:YAG лазер; 31,32- Зеркала резонатора; монокристалл ZnGeP₂; C3-сферическое зеркало;3-алюминиевое зеркало; Φ_{Ge} - германиевый фильтр, расположенный под углом Брюстера к направлению излучения; Φ - диэлектрический фильтр; МДР-204 – монохроматор МДР-204 с фотоприемником ФС-ХМ0009

На рис. 3.5 представлен спектр генерируемой в ПГС сигнальной волны излучения при угле θ между кристаллографической осью С монокристалла ZnGeP₂ и направлением излучения накачки ~ 53,35°.

Выходной спектр сигнальной волны представлял собой несколько линий шириной около 20-30 нм в рамках групп с шириной ~ 200 нм с центрами групп 3.43 мкм и 3.765 мкм, как показано на рис. 3.5.

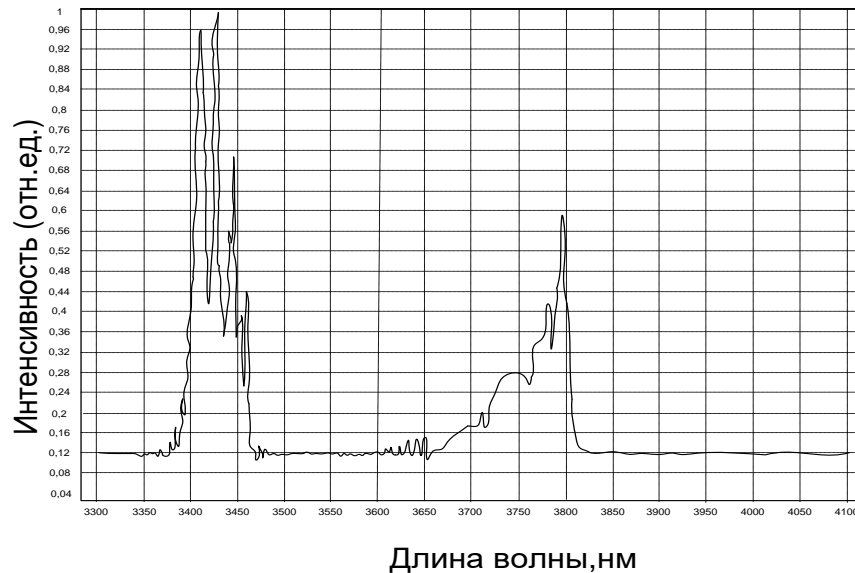


Рисунок 3.5 – Спектр излучения ПГС измеренный с шагом 1 нм

3.3. Обсуждение полученных экспериментальных результатов

В работе [72] была приведена зависимость КПД параметрической генерации, полученной на одном элементе длиной 18 мм и на тандеме из двух элементов длиной 18 мм каждый, собранных по схеме с компенсацией сноса излучения от мощности излучения накачки при диаметре излучения накачки по уровню $1/e^2 \sim 900$ мкм, что позволяет получить зависимость КПД от плотности энергии накачки. В [76] была приведена зависимость мощности излучения, генерируемого ПГС, состоящего из двух элементов $ZnGeP_2$ длиной 14 мм каждый, собранного по схеме с компенсацией сноса излучения, от мощности излучения накачки при диаметре пучка накачки по уровню $1/e^2 \sim 400$ мкм, что также позволяет получить зависимость КПД генерации от плотности энергии накачки. Из представленной на рис. 3.2 зависимости КПД от плотности энергии накачки и результатов, полученных в работах [72, 76], видно, что дальнейшее увеличение плотности энергии накачки (свыше $\sim 0,4$ Дж/см²) не приводит к росту эффективности генерации, а выходная мощность растет за счет уменьшения порога параметрической генерации. Соответственно, увеличение средней мощности и импульсной энергии генерации можно осуществлять за счет увеличения мощности накачки, сохраняя плотность энергии накачки на уровне $\sim 0,4$ Дж/см² при соответствующем увеличении диаметра пучка излучения накачки. Это может привести к уменьшению расходимости пучка излучения, но ухудшить его модовый состав. Данный подход позволяет использовать более дешёвый материал с меньшей лучевой стойкостью для параметрической генерации излучения

ПГС, обеспечивая предельные эффективность и выходные энергетические характеристики, однако ухудшает качество генерируемого пучка. Увеличение средней мощности можно осуществить за счет увеличения плотности накачки выше $0,4 \text{ Дж/см}^2$, не ухудшая качества генерируемого пучка.

В научно исследовательских и прикладных исследованиях довольно часто используются оптоволоконные каналы. Астигматизм пучка существенно влияет на эффективность ввода излучения в многомодовые оптоволоконные каналы, в то время как коэффициент распространения пучков M^2 не оказывает существенного влияния на этот параметр. Значение коэффициента распространения M^2 оказалось достаточным для эффективного ввода излучения в оптоволоконные каналы. Пучок генерируемого излучения, как видно из рис. 3.4, обладает значительным астигматизмом, что может быть связано с погрешностями при обработке рабочих поверхностей элемента (клиновидностью и астигматизмом поверхности) влияние которых усиливается высоким значением показателя преломления ~ 3 . Это предъявляет жесткие требования к обработке поверхности монокристалла, чтобы обеспечить высокую эффективность ввода излучения в оптоволоконные каналы. Помимо этого, возможно возникновение астигматизма в результате использования двухзеркального резонатора [71]. Одним из возможных решений данной проблемы может быть использование кольцевого резонатора [71].

3.4. Выводы к главе

- 1) Экспериментально реализовано 1,5 Вт средней мощности генерации ПГС в спектральной области излучения $\lambda \sim 3,5\text{-}4,8 \text{ мкм}$ при накачке излучением Ho:YAG-лазера с частотой следования импульсов накачки 10 кГц и длительности импульса генерации $\sim 26 \text{ нс}$ при импульсной энергии генерации $\sim 0,15 \text{ мДж}$.
- 2) Проведенные исследования показали, что возможно получение высокого КПД преобразования ($\sim 50\text{-}60\%$) излучения накачки Ho:YAG лазера в параметрическую генерацию при плотности мощности накачки $\sim 0,4 \text{ Дж/см}^2$, что позволяет получать эффективную генерацию при плотности энергии накачки ниже порога разрушения ZnGeP_2 .
- 3) Спектральные измерения показали, что на базе монокристалла ZnGeP_2 возможно реализовать перестройку излучения в ПГС, используя интерференционные фильтры совместно с фильтрами Лио [30]. Это позволяет создавать перестраиваемые двухчастотные источники накачки монокристаллов ZnGeP_2 для генерации ТГц-излучения на разностной частоте с перестройкой излучения в диапазоне $\sim 0,1\text{-}2 \text{ ТГц}$.

ГЛАВА IV.

ГЕНЕРАЦИЯ ТГц ИЗЛУЧЕНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛЕ $ZnGeP_2$ НА РАЗНОСТНОЙ ЧАСТОТЕ

В настоящее время в монокристалле $ZnGeP_2$ реализована генерация ТГц-излучения со средней мощностью излучения ~ 2 мВт на разностной частоте при накачке двухчастотным излучением на длинах волн $\sim 1,064$ мкм [18]. Однако практическую значимость могут иметь лишь источники ТГц-излучения с более высокими энергетическими характеристиками выходного излучения. Очевидно, что для увеличения эффективности генерации и повышения энергетических характеристик выходного излучения необходимо осуществлять накачку монокристалла двух частотным излучением в области максимальной прозрачности кристалла $ZnGeP_2$ $\sim 2-6$ мкм. Соответственно требуются источники накачки способные генерировать в среднем ИК диапазоне ($\sim 2-6$ мкм) спектрально узкое излучение на двух близко расположенных по спектру длинах волн с ортогональной поляризацией, синхронизованных во времени.

В данной главе представлены результаты экспериментальных исследований энергетических характеристик генерации ТГц-излучения в монокристалле $ZnGeP_2$ с накачкой двухчастотным излучением внутрирезонаторного параметрического генератора света (ПГС) на базе нелинейного кристалла КТР, накачиваемого излучением Nd:YAG-лазера ($\lambda = 1,064$ мкм) в режиме Q-switch, а также результаты расчетов влияния энергетических характеристик излучения накачки на эффективность генерации ТГц излучения в монокристалле $ZnGeP_2$ на примере излучения лазера на парах стронция.

4.1 Генерация ТГц излучения на разностной частоте в монокристалле $ZnGeP_2$ при накачке двухчастотным излучением внутрирезонаторного параметрического генератора света на базе нелинейного кристалла КТР

Схема экспериментального стенда по генерации ТГц-излучения в монокристалле $ZnGeP_2$ с накачкой двухчастотным излучением внутрирезонаторного параметрического генератора света (ПГС) на базе нелинейного кристалла КТР, накачиваемого излучением Nd:YAG-лазера ($\lambda = 1,064$ мкм) в режиме Q-switch представлена на рис. 4.1. В качестве источника двухчастотного излучения для накачки монокристалла $ZnGeP_2$ использовался внутрирезонаторный параметрический генератор света, работающий по II типу синхро-

низма вблизи точки вырождения, на базе нелинейного кристалла КТР с размерами $7 \times 5 \times 10$ мм, вырезанного под углом $\theta \sim 51.5^\circ$ относительно оси Z в плоскости XZ.

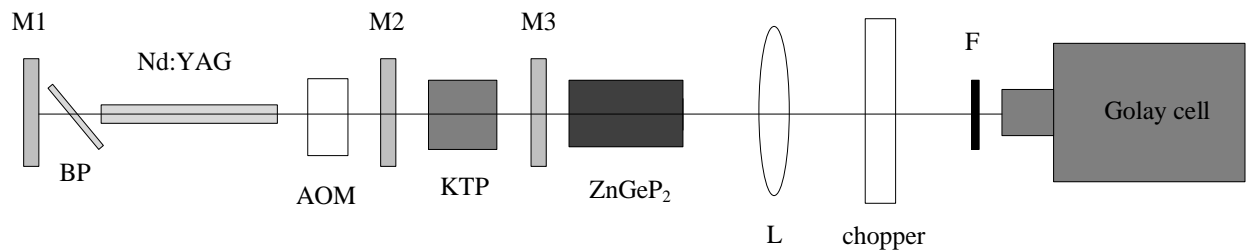


Рисунок 4.1 – Схема экспериментального стенда: M1, M2, M3 – зеркала; BP – брюстеровская пластинка; АОМ – акустооптический модулятор; КТР – кристалл; ZnGeP₂ – монокристалл; L – ТГц-линза; Chopper – модулятор излучения; F – ТГц-фильтр

Внутрирезонаторная накачка ПГС осуществлялась Nd:YAG-лазером ($\lambda = 1,064$ мкм), работающим в Q-switch режиме с модуляцией излучения акустооптическим модулятором. Зеркала M1 и M3 являются зеркалами резонатора Nd:YAG лазера, а M2 и M3 являются зеркалами ПГС. Зеркало M1 имеет отражение $\sim 99,9\%$ на $\lambda = 1,064$ мкм, зеркало M2 имеет пропускание $\sim 99,9\%$ на $\lambda = 1,064$ мкм и отражение $\sim 99,9\%$ в диапазоне длин волн 1,9-2,5 мкм. Зеркало M3 имеет отражение на $\lambda = 1,064$ мкм $\sim 99,9\%$ и $\sim 50\%$ в диапазоне длин волн 1,9-2,5 мкм. Угол перестройки ПГС на базе нелинейного кристалла КТР рассчитывался с использованием уравнений Зельмеера в программе SNLO. Результаты расчетов приведены на рис. 4.2.

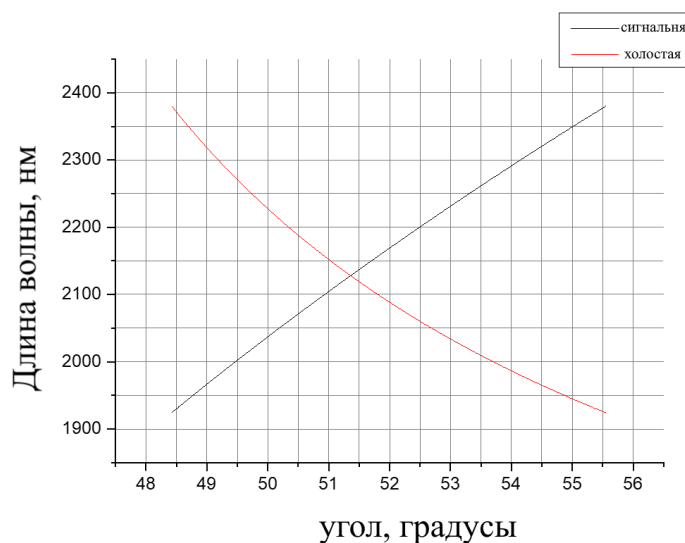


Рисунок 4.2 – Перестроечные кривые сигнальной (синяя кривая) и холостой (красная кривая) волн в зависимости от угла синхронизма θ

Перестроечная кривая сигнальной и холостой волн в плоскости XZ при $\theta \sim 51.5^\circ$ пересекаются таким образом, что возможно осуществлять перестройку сигнальной и холостой волны поворачивая кристалл в небольших пределах. При этом меняя спектральный интервал между сигнальной и холостой волной можно осуществлять плавную перестройку длины волны ТГц-излучения, получаемого в нелинейном кристалле на разностной частоте. Во время проведения экспериментальных работ проводились прямые измерения длин волн и спектральной ширины излучения рис. 4.3, генерируемого ПГС, а также фиксировались осциллограммы длительности импульса накачки $\lambda = 1,064$ мкм и генерируемого ПГС излучения в области $\lambda \sim 2.12$ мкм (рис. 4.4.).

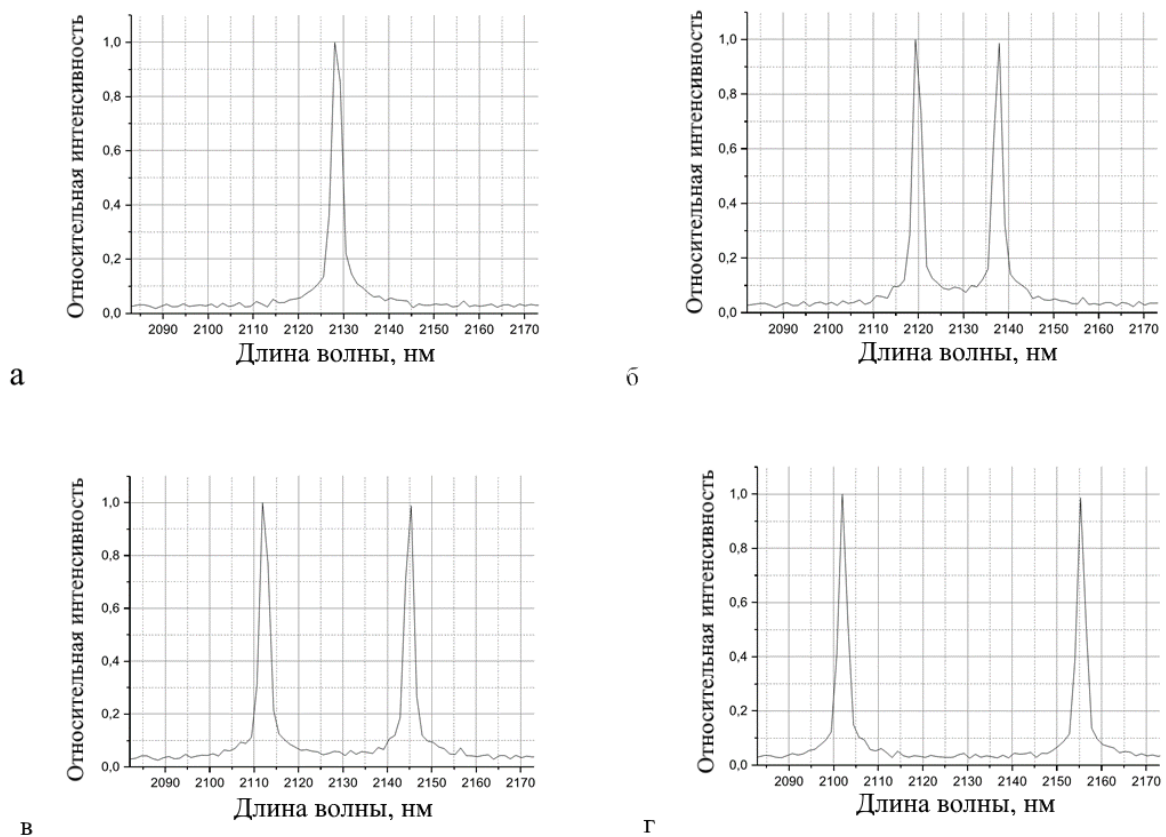


Рисунок 4.3 – Двухчастотные спектры генерируемого излучения для различных углов поворота КТР. а) случай вырожденной параметрической генерации при угле синхронизма $51,5$ град; (б), (с), (д) спектр генерируемого излучения сигнальной и холостой волны при увеличении угла поворота кристалла КТР

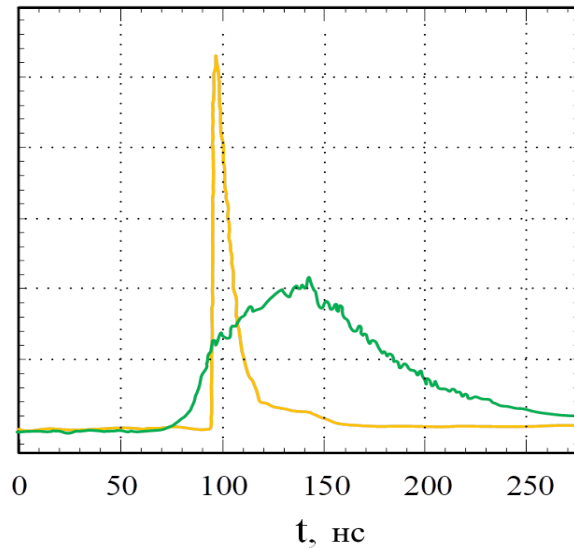


Рисунок 4.4 – Осциллограммы импульсов излучения накачки с $\lambda = 1,064$ мкм (зелёная) и генерируемого КТР излучения – желтая

Спектральная ширина линий ПГС составила ~ 0.7 нм. При этом энергия генерируемого излучения распределялась равномерно по двум спектральным линиям. Длительность импульсов генерации по полувысоте составила ~ 10 нс. Максимальная частота следования, достигнутая в эксперименте, составила ~ 800 Гц. Максимальная средняя мощность генерации составила ~ 600 мВт, а суммарная энергия излучения в импульсе на обеих длинах волн ~ 1 мДж. Максимальный диапазон перестройки в ИК диапазоне составлял 1,9-2,4 мкм, а максимальный диапазон перестройки в ТГц диапазоне при накачке двухчастотным излучением нелинейного кристалла ZnGeP_2 составлял от 0,5 до 2,7 ТГц.

4.2. Моделирование процесса генерации ТГц излучения

Для расчета углов синхронизма в монокристалле ZnGeP_2 при накачке двухчастотным излучением с длинами волн $\sim 2,12$ мкм использовались уравнения Зельмеера для излучения среднего ИК диапазона (4.1), (4.2) [19] и уравнение Зельмеера для ТГц-излучения (4.3) [117], а также формулы (1.11) и (1.12). Результаты расчетов приведены на рис. 4.5. Условия синхронизма в монокристалле выполнялись при е-о-о типе взаимодействия.

$$n_o^2(\lambda) = 4.47330 + \frac{5.26576\lambda^2}{\lambda^2 - 0.13381} + \frac{1.49085\lambda^2}{\lambda^2 - 662.55} \quad (4.1)$$

$$n_e^2(\lambda) = 4.63318 + \frac{5.34215\lambda^2}{\lambda^2 - 0.14255} + \frac{1.45795\lambda^2}{\lambda^2 - 662.55} \quad (4.2)$$

$$n_o^2(\lambda) = 10.93904 + \frac{0.60675\lambda^2}{\lambda^2 - 1600} \quad (4.3)$$

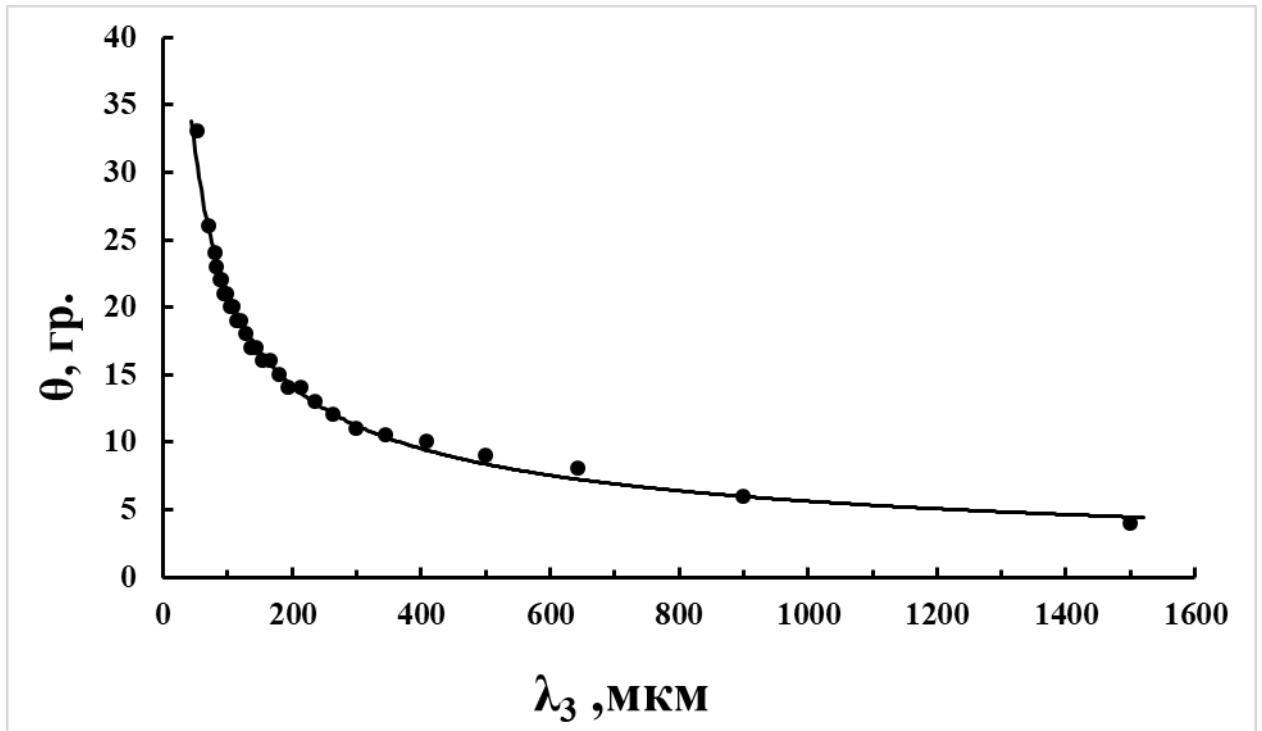


Рисунок 4.5 – Зависимость длины волны генерируемого ТГц-излучения от угла синхронизма при е-о-о типе взаимодействия

Для рассчитанных значений углов θ и типа синхронизма можно определить значения эффективного нелинейного коэффициента - d_{eff} при $\varphi = 45^\circ$, когда d_{eff} достигает максимального значения

$$d_{eff} = d_{36} \sin(2\theta) \sin(2\varphi). \quad (4.4)$$

Импульсная мощность ТГц-излучения, генерируемого на разностной частоте в приближении медленно меняющихся амплитуд и приближении заданного поля, без учета влияния поглощения определяется соотношением

$$P_{thz} = \frac{2\omega_i^2 d_{eff}^2 L^2 P_p P_s}{\varepsilon_0 c^3 n_p n_s n_i} \text{sinc}^2\left(\frac{|\Delta k|L}{2}\right), \quad (4.5)$$

где ω_i – частота генерируемого излучения; d_{eff} – коэффициент нелинейной восприимчивости второго порядка, L – длина кристалла; P_p , P_s – импульсная мощность излучения накачки и излучения сигнальной волны соответственно; ε_0 – диэлектрическая проницаемость в вакууме; c – скорость света; n_p , n_s , n_i – показатели преломления для излучения накачки, сигнальной и холостой волн, соответственно. Средняя мощность ТГц излучения рассчитывалась по формуле

$$P = P_{thz} \cdot f \cdot \tau, \quad (4.6)$$

где f – частота следования импульсов лазерного излучения, τ – длительность импульсов.

На рис. 4.6 представлены результаты расчета средней мощности генерации ТГц-излучения в зависимости от частоты следования импульсов накачки. Расчеты проводились при условии, что длительность импульсов волны накачки и сигнальной волны ПГС ~ 10 нс, энергия в импульсе накачки на каждой из линий 0,5 мДж (длины волн накачки и сигнальной волны 2,1078 мкм и 2,133 мкм, соответственно), а диаметр луча излучения накачки на входной апертуре кристалла ZnGeP_2 составляет ~ 900 мкм.

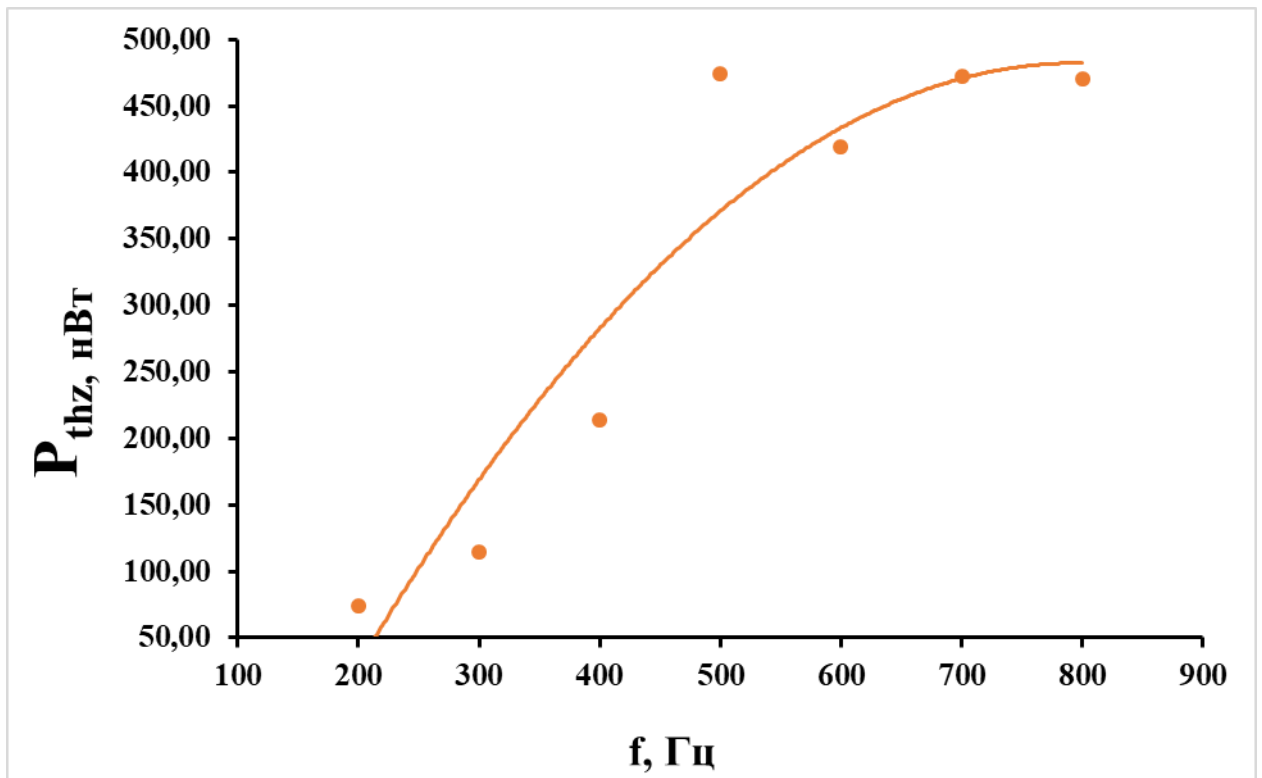


Рисунок 4.6 – Зависимость средней мощности ТГц излучения от частоты следования импульсов накачки

4.3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

В ходе эксперимента использовался кристалл ZnGeP_2 с линейными размерами $5 \times 6 \times 10$ мм вырезанный под углом $\theta = 15^\circ$ и углом $\varphi = 0$. Поглощение монокристалла на $\lambda = 2,097$ мкм составляло $\sim 0,04 \text{ см}^{-1}$ после облучения быстрыми электронами.

Накачка монокристалла ZnGeP_2 осуществлялась по схеме, представленной на рис. 4.1, при диаметре пучка двухчастотного излучения накачки ~ 900 мкм по уровню $1/e^2$ и плотности энергии излучения накачки $\sim 0,2 \text{ Дж/см}^2$. Регистрация ТГц-излучения осуществлялась при помощи ячейки Галея и чёпера модулирующего ТГц сигнал с частотой ~ 20 Гц (оптимальная частота регистрации излучения ячейкой Галея). На рис. 4.7 приведена зависимость средней мощности генерации ТГц-излучения ($\lambda = 181$ мкм) от частоты

следования импульсов накачки ПГС (е поляризация $-\lambda = 2,1078$ мкм и 0-поляризация $-\lambda = 2,133$ мкм) при суммарной импульсной энергией излучения ~ 1 мДж.

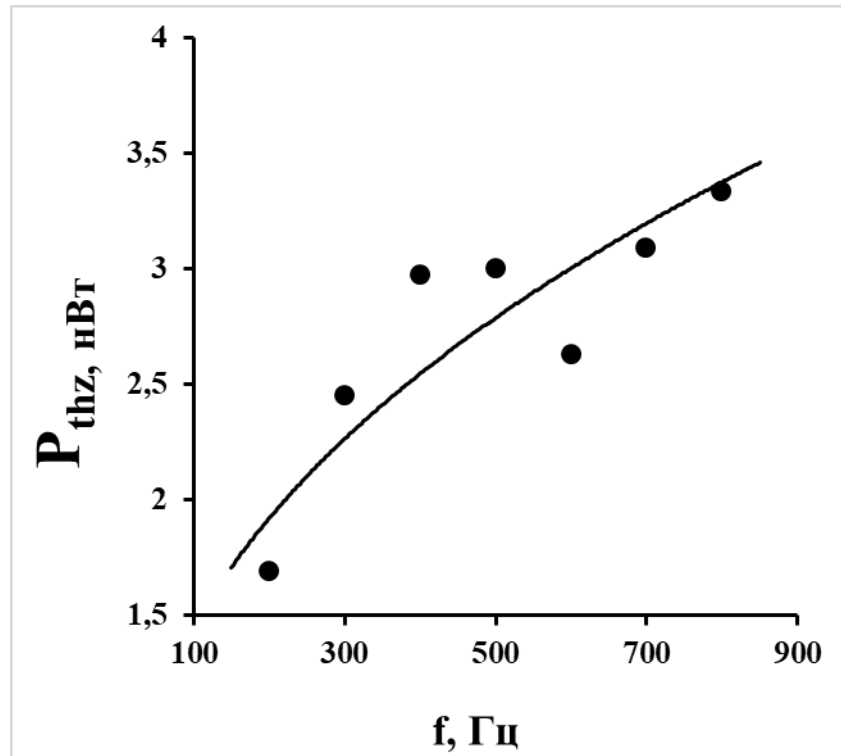


Рисунок 4.7 – Зависимость средней мощности ТГц-излучения (1,65 ТГц) от частоты следования импульсов накачки (плотность энергии излучения накачки $0,2$ Дж/см²)

Максимально достигнутое значение средней мощности ТГц излучения в эксперименте составило $3,3$ нВт, импульсная мощность генерации ТГц излучения составила $\sim 0,4$ мВт, а КПД преобразования излучения накачки в излучение ТГц диапазона составило $\sim 0,4 \cdot 10^{-6} \%$.

На рис. 4.8 представлены результаты измерения средней мощности генерации ТГц-излучения при перестройке излучения на длинах волн от 120 мкм до 270 мкм. В данном эксперименте максимальный диапазон перестройки ТГц-излучения был ограничен апертурой нелинейного кристалла $ZnGeP_2$. Как видно из рис. 4.6 и рис. 4.7 экспериментально полученная мощность ТГц излучения отличается от расчетного значения на два порядка. Данное несоответствие полученных результатов с расчетными значениями объясняется использованием кристалла, вырезанного под неоптимальным значением угла φ , что приводило к значительному уменьшению величины d_{eff} и, как следствие, к уменьшению эффективности преобразования излучения среднего ИК диапазона в ТГц излучение в данном нелинейном кристалле. Монокристалл, использованный в данном

эксперименте, не позволял повысить плотность энергии излучения накачки выше 0,2 Дж/см², что также ограничивало реализуемые энергетические характеристики ТГц-излучения. При превышении указанного значения наблюдался пробой на поверхности монокристалла. Использование образцов ZnGeP₂ обладающих более высоким порогом оптического пробоя позволит повысить КПД преобразования и среднюю мощность ТГц-излучения с используемым в данной работе источником накачки.

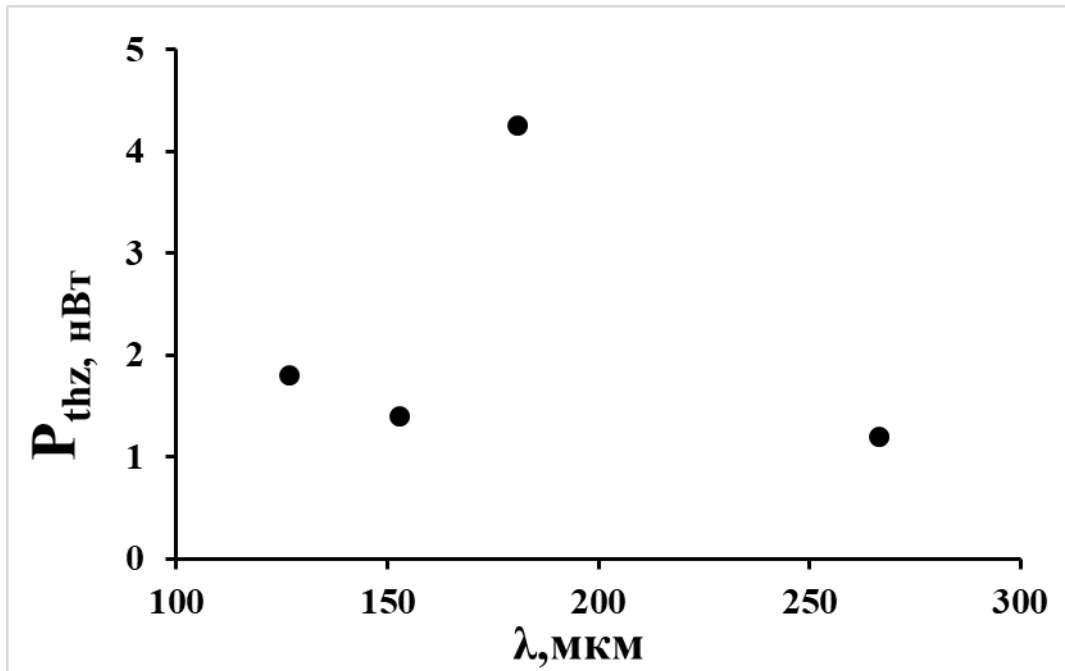


Рисунок 4.8 – Средняя мощность ТГц-излучения в зависимости от перестройки длины волны излучения (плотность энергии излучения накачки 0,2 Дж/см²)

4.4. Оценка энергетических характеристик ТГц-излучения, генерируемого на разностной частоте в монокристалле ZnGeP₂ при накачке излучением системы “генератор-усилитель” на парах стронция

Генерация в лазере на парах стронция реализуется в ближнем и среднем ИК-диапазоне в импульсно-периодическом режиме на длинах волн: 6,456 мкм; 1,09 мкм; 1,03 мкм; 3,06 мкм; $\lambda = 3,01$ мкм; 2,60 мкм; 2,69 мкм; 2,92 мкм. Типичное распределение энергии излучения лазера на парах стронция: ~ 70% - генерация на $\lambda = 6,456$ мкм, ~ 20% - на переходах триплетной группы уровней SrI (λ : 3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665 мкм) и ~ 10% - на самоограниченных переходах SrII (λ : 1,0917, 1,0330 мкм) [103]. Однако для генерации ТГц излучения на разностной частоте в нелинейном кристалле ZnGeP₂ наибольший интерес представляют линии генерации на переходах триплетной

группы уровней (λ : 3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665 мкм) и самоограниченных переходах (λ : 1,0917, 1,0330 мкм). В связи с чем встаёт необходимость повышения средней мощности и энергии в импульсе излучения на длинах волн $\lambda = 3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665; 1,0917; 1,0330$ мкм. Повысить среднюю мощность генерации на указанных длинах волн возможно за счет усиления данного излучения при использовании системы «задающий генератор» - усилитель на парах стронция.

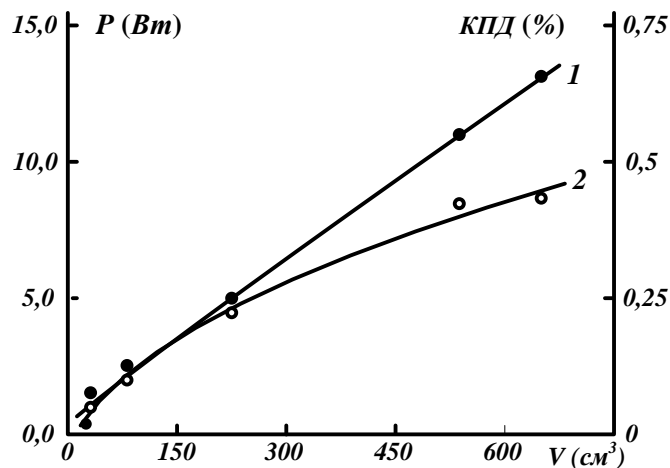


Рисунок 4.9 – Зависимость средней мощности генерации (1) и КПД (2) лазера на парах стронция от величины объема активной среды [103]

Исследования [103, 118] показали, что средняя мощность излучения лазера на парах стронция линейно растет с увеличением объема активной среды (рис.4.9). Таким образом при увеличении объема активной среды усилителя возможно увеличение средней мощности генерации до требуемых значений. В [119] демонстрируется ГРТ на парах меди способные генерировать ~ 100 Вт средней мощности, физика разряда, технология изготовления трубок, и кинетика процессов в ГРТ на парах меди и стронция почти что идентичны, что указывает на принципиальную возможность создания ГРТ на парах стронция способных генерировать сотни Вт средней мощности. Применение данных ГРТ в качестве усилителя излучения на длинах волн (λ : 3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665; 1,0917, 1,0330 мкм) позволяет создавать источник накачки для получения ТГц излучения в нелинейных кристаллах с требуемыми энергетическими характеристиками.

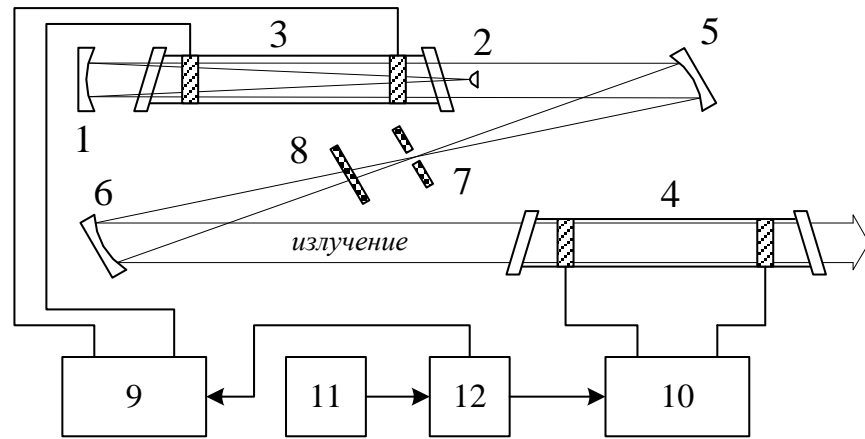


Рисунок 4.10 – Схема экспериментальной установки: 1, 2 – зеркала неустойчивого резонатора; 3 – ГРТ задающего генератора; 4 – ГРТ усилителя; 5, 6 – зеркала телескопа; 7 – диафрагма; 8 – фильтр; 9, 10 – источники накачки; 11 – задающий генератор; 12 – линия задержки

Усиление излучения производилось на стенде, схема которого представлена на рис. 4.10. Теплоизолированная газоразрядная трубка (ГРТ) 3 “задающего генератора” с разрядным каналом из BeO-керамической трубки диаметром 24 мм и длиной 800 мм была помещена в неустойчивый резонатор, образованный зеркалами 1 и 2 (см. рис. 4.10). В качестве активного элемента “усилителя” использовалась теплоизолированная ГРТ 4 с разрядным каналом из BeO-керамической трубки диаметром 35 мм и длиной 1000 мм. Газоразрядные трубки заполнялись смесью буферных газов: ~ 10 Тор неона и 100 Тор гелия. Излучение от “задающего генератора” поступало на вход “усилителя” через телескоп, образованный зеркалами 5 и 6, обеспечивающий согласование излучателей 3 и 4 по диаметру лазерного излучения. В перетяжке излучения зеркального телескопа располагалась диафрагма 7, обеспечивающая фильтрацию фонового излучения. Накачка активной среды “задающего генератора” и “усилителя” осуществлялась от идентичных источников накачки 9 и 10, за счет разрядки накопительного конденсатора на ГРТ. В качестве коммутаторов использовались тиратроны ТГИ1-1000/25. Запуск источников накачки осуществлялся от задающего генератора 11 через регулируемую линию задержки 12. Контроль импульсов напряжения осуществлялся осциллографом “Tektronix DPO-4034B”. Измерение средней мощности генерации производилось измерителем мощности “OPHIR-NOVA”. Контроль спектра генерации на длинах волн 3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665 мкм осуществлялся монохроматором “SOLAR – MSDD-1000”. В спектре излучения “задающего генератора” на переходах триплетной

группы уровней SrI наблюдались (см. рис. 4.11) четыре линии генерации при указанных условиях накачки активной среды.

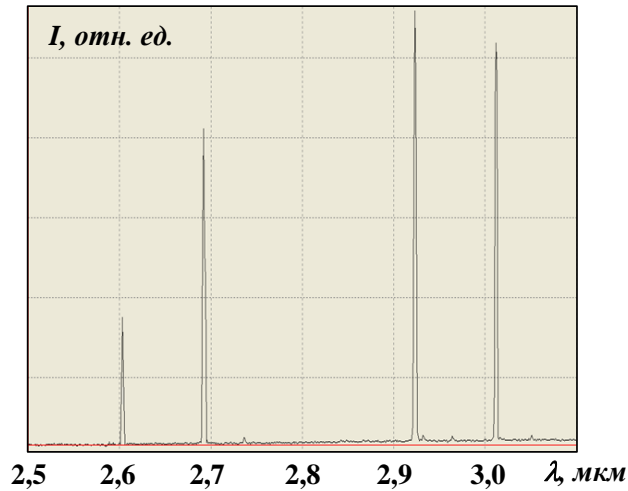


Рисунок 4.11 – Спектр генерации “задающего генератора” на переходах триплетной группы уровней SrI

Следующим шагом экспериментальных исследований являлась оптимизация параметров накачки активной среды “усилителя” с целью реализации максимальной суммарной средней мощности генерации комплекса “задающий генератор-усилитель” на заданной частоте следования импульсов генерации ~ 17 кГц. На рис. 4.12 (кривая 1) приведена зависимость суммарной средней мощности генерации комплекса “задающий генератор-усилитель” от величины задержки между импульсами возбуждения активных сред “задающего генератора” и “усилителя”.

Отсчет нулевого значения задержки между импульсами накачки “задающего генератора” и “усилителя” производился с момента, когда совмещались максимумы амплитуды импульсов напряжения на ГРТ 3 и ГРТ 4 (см. рис. 4.10). Отрицательные значения задержки определяют опережающую накачку активной среды “усилителя” относительно “задающего генератора”. Максимальная средняя мощность генерации комплекса “задающий генератор-усилитель” на парах стронция в указанных условиях эксперимента составляла ~ 16 Вт. Для измерения средней мощности генерации на длинах волн λ : 3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665 мкм, 1,0917, 1,0330 мкм использовались светофильтры с пропусканием излучения на соответствующую область спектра из комплекта фильтров от монохроматора МДР-204. Размещая соответствующий фильтр непосредственно на выходе излучения комплекса “задающий генератор усилитель” производилось измерение суммарной средней мощности на самоограниченных переходах SrII (1,0917, 1,0330 мкм) (см. рис. 4.12, кривая 3) либо на переходах триплетной группы

уровней SrI (3,0665; 3,0111; 2,60; 2,69; 2,92; 3,0665 мкм) (рис. 4.12, кривая 2). Значения средней мощности генерации указаны с учетом пропуска соответствующих фильтров. Продемонстрированный подход позволяет генерировать излучение с требуемой средней мощностью при подборе ГРТ усилителя необходимого объема.

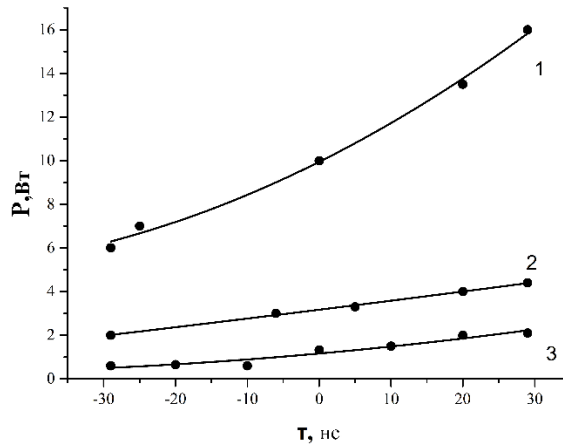


Рисунок 4.12 – Зависимость средней мощности генерации комплекса “задающий генератор-усилитель” от величины задержки между импульсами возбуждения активных сред “задающего генератора” и “усилителя”: 1, 2, 3 – суммарная средняя мощность генерации, генерация на самоограниченных переходах SrII и генерация на переходах триплетной группы уровней SrI, соответственно (без селекции лазерного излучения); 4, 5 – генерация на самоограниченных переходах SrII и генерация на переходах триплетной группы уровней SrI, соответственно (с использованием селективных фильтров)

Очевидно, что для увеличения эффективности генерации ТГц излучения на разностной частоте, необходимо повышать не только среднюю мощность генерации, но и импульсную мощность, что требует уменьшения длительности импульса генерируемого излучения комплексом “задающий генератор-усилитель” до значений ~ 1 нс и меньше. При этом возникает сопутствующая взаимосвязанная проблема – формирование пучка излучения с дифракционной расходимостью, чтобы обеспечить эффективное усиление излучения “задающего генератора” в “усилителе” с последующей фокусировкой излучения в монокристалл. Взаимосвязь проявляется в том, что формирование пучка с дифракционной расходимостью излучения в лазерах на парах металлов осуществляется в неустойчивом резонаторе. Время формирования излучения с дифракционной расходимостью в неустойчивом резонаторе (с увеличением $M = 30$) составляет ~ 40 нс [120-121],

что превышает или соизмеримо с типичной длительностью (10-40 нс) импульсов генерации. При этом в неустойчивом резонаторе формируется ядро излучения (~ 20-30% от общего излучения лазера) с дифракционной расходимостью при высокой фоновой засветке. Выделение дифракционной составляющей осуществляется за счет пространственной фильтрации излучения, используя диафрагмы. Очевидно, что доля излучения с дифракционной расходимостью будет сокращаться с укорочением импульса генерации и при длительности импульсов генерации ~ 1 нс она будет пренебрежимо малой или полностью отсутствовать.

В [190] была исследована зависимость длительности импульса генерации в лазерах на парах металлов как функция расстояния l между “глухим” зеркалом резонатора и газоразрядной трубкой (ГРТ) при работе без выходного зеркала. В этом случае импульс генерации формируется при однократном проходе через активную среду части сверхизлучения, отраженного от “глухого” зеркала. Увеличение l приводит к уменьшению длительности импульса генерации и существенному понижению средней мощности генерации. Количественное соотношение между временем задержки фронта генерации относительно сверхизлучения и временем двойного прохода излучения до “глухого” зеркала описывается формулой $t = 2l/c$, где t – время задержки, c – скорость света. Укорочение длительности генерации по мере возрастания l происходит из-за перемещения переднего фронта импульса в сторону окончания импульса сверхизлучения. Определяется моментом срыва инверсной населенности и является фиксированной величиной при постоянных условиях возбуждения. Сочетание длинного резонатора с “перегретным” режимом возбуждения позволило получить длительность импульса генерации ~ 1,5 нс при $l \sim 10$ м. Однако данное техническое решение не позволяет формировать в “задающем генераторе” излучение с дифракционной расходимостью. Для решения данной проблемы предлагается использовать метод двух-импульсного возбуждения. Возможность формирования приведенного выше режима с помощью комбинации двух независимых импульсов возбуждения продемонстрирована в [122], где первым – слаботочным импульсом возбуждения формировался низкоэнергетичный длинный импульс генерации, а вторым – сильноточным импульсом осуществлялось усиление импульса генерации. С уменьшением задержки между импульсами возбуждения наблюдалось усиление той части импульса генерации, которая совпадала с фронтом сильноточного импульса возбуждения. Исходя из вышесказанного, предлагается первым импульсом формировать им-

пульсы генерации длительностью ~ 100 нс. Второй импульс необходимо накладывать с задержкой ≥ 40 нс относительно начала импульса генерации, когда в неустойчивом резонаторе сформировано излучение с дифракционной расходимостью. Соответственно, вторым импульсом будет осуществляться усиление дифракционной составляющей излучения, формируемого первым импульсом возбуждения. Обеспечить длительность импульса генерации ~ 1 нс, согласно [123], можно при условии формирования второго импульса возбуждения с фронтом $\sim 1-4$ нс. В этих условиях в активной среде должна формироваться высокоскоростная волна ионизации (ВВИ), на фронте которой реализуется накачка активной среды. Фазовая скорость распространения ВВИ соизмерима со скоростью света при концентрации электронов в плазме $n_e > 10^{12}$ см $^{-3}$ [193], что характерно для активных сред лазеров на парах металлов. Следовательно, в данных условиях накачки можно реализовать длительность импульса генерации ~ 1 нс, используя ГРТ с длиной разрядного канала $\sim 25-30$ см. При длительностях импульсов генерации ~ 1 нс во втором импульсе появляется возможность осуществлять попарную селекцию линий генерации в лазере на парах стронция, изменяя задержку между импульсами накачки. Данное утверждение обусловлено тем, что существует временная задержка между импульсами генерации (см. рис.4.13) на линиях: 6,456 мкм, SrI в области 3 мкм и SrII в области 1 мкм. Осциллограммы импульсов генерации на линиях SrII в области 1 мкм получены при помощи осциллографа Tektronix DPO-4034B” и фотоэлектронного умножителя, а осциллограмма импульсов генерации SrI на длине волны 6,45 мкм получены при помощи фотодиода на базе гетеро структуры InAs. В [103,118] показана временная задержка между импульсами генерации SrI в области 3 мкм и излучением на длинах волн в области 1 мкм и на длине волны 6,45 мкм.

Для генерации в нелинейных кристаллах ТГц-излучения на разностной частоте требуется излучение на двух близких частотах с ортогональной поляризацией. При генерации излучения в лазере на парах стронция с ГРТ, имеющей выходные окна, расположенные под углом Брюстера, все линии поляризованы в одной плоскости. Для того чтобы в кристалле получить ортогональную поляризацию предлагается поворачивать ГРТ вокруг своей оси пока плоскость поляризации не повернется на угол 45 градусов относительно плоскости, в которой расположена оптическая ось кристалла. Соответственно в кристалле будут распространяться обыкновенный и необыкновенный луч (имеющие перпендикулярные поляризации) каждой волны.

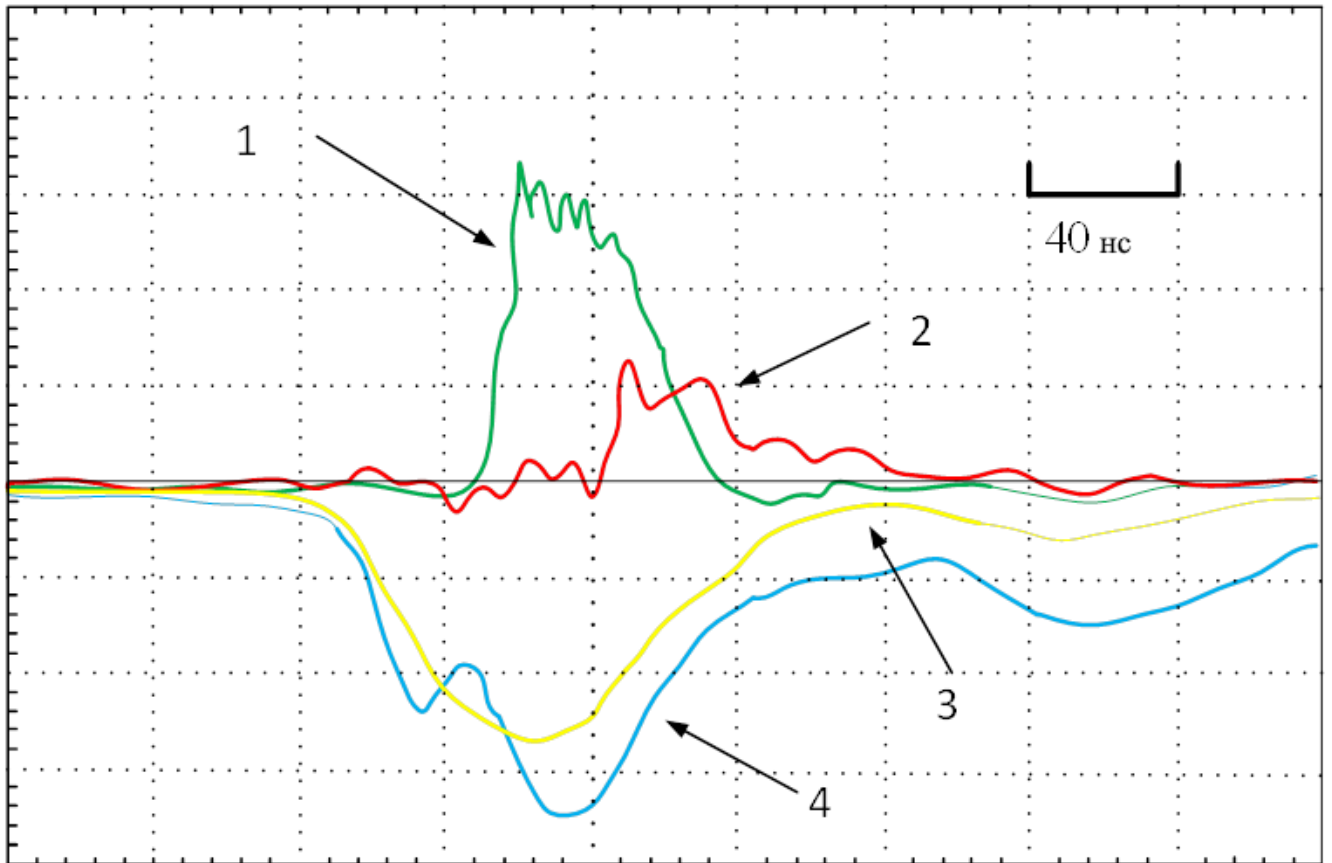


Рисунок 4.13 – Форма импульсов генерации лазера на парах стронция: 1 – импульс генерации на длине волны 6,45 мкм; 2 – импульс генерации на переходах SrII в области 1 мкм; 3 – импульс напряжения на ГРТ; 5 – импульс тока, проходящего через ГРТ

Однако данное решение приведет к потере энергии излучения, идущего на преобразование в кристалле примерно на 50%, но позволит получить ортогональные поляризации нужных пар длин волн лазера на парах стронция. Альтернативным решением может быть использование ячейки Фарадея поворачивающей на нужный угол линейно поляризованное излучение, вышедшее из лазера.

Для расчета углов синхронизма в монокристалле $ZnGeP_2$ при накачке излучением лазера на парах стронция с длинами волн $\sim 1; 3$ мкм использовались уравнения Зельмеера для излучения среднего ИК диапазона (4.1), (4.2) и уравнение Зельмеера для ТГц-излучения (4.3), а также формулы (1.11) и (1.12). Результаты расчетов приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Результаты расчетов углов синхронизма для различных длин волн стронциевого лазера

Тип синхронизма	λ_1 , мкм	λ_2 , мкм	λ_3 , мкм	ω , ТГц	Угол синхронизма
о-е-о	1,03	1,09	18,7	16	64
е-о-о	2,6	2,69	77,7	3,9	29
е-о-о	2,92	3,01	97,65	3	27
-	2,69	2,92	34,15	8,78	-
-	2,6	2,92	23,7	12,6	-
-	2,69	3,01	25,3	11,8	-
-	2,6	3,01	19,088	15,7	-
е-о-о	3,01	3,06	184,212	1,6	19
-	2,6	3,06	17,296	17,35	-
е-о-о	2,92	3,06	63,823	4,7	37
-	2,69	3,06	22,247	13,48	-

Импульсная мощность ТГц-излучения, генерируемого на разностной частоте в приближении медленно меняющихся амплитуд и приближении заданного поля, без учета влияния поглощения определяется соотношением (4.5). В связи с чем расчетное значение импульсной мощности, получено по формуле (4.5). Средняя мощность генерируемого ТГц-излучения рассчитывается по формуле (4.6)

Соотношение (4.5) указывает на то, что необходимо повышать среднюю мощность излучения накачки и сигнальной волны и уменьшать длительность их импульсов излучения для увеличения средней мощности ТГц-излучения. При этом необходимо подбирать длину нелинейного элемента с учетом поглощения на всех трех длинах волн взаимодействия и с учетом сноса излучения, чтобы выходная мощность терагерцового излучения достигала максимального значения. Оценим угол сноса по формуле $\beta_{max} \approx \arctg\left(\frac{n_e}{n_o} - 1\right)$ [126]. Угол сноса составляет $\sim 42'$ при значениях показателя преломления монокристалла $ZnGeP_2$, рассчитанного по формуле Зельмеера [19] для длин волн излучения стронциевого лазера. Диаметр пучка накачки (при накачке излучением со средней мощностью ~ 10 Вт) должен составить в этих условиях ~ 350 мкм с учетом того, что порог оптического пробоя $ZnGeP_2$ в среднем ИК диапазоне составляет ~ 2 Дж/см². Следовательно, расстояние, на котором пучки накачки различных поляризаций начнут перекрываться только на половину целесообразно принять за длину нелинейного элемента – $L = 350\text{мкм}/2tg\beta$, которая составит ~ 15 мм. Возьмем частную производную $\left(\frac{dP}{dL}\right)$ от выражения (3) (при $\Delta k = 0$) и приравняем к нулю. Получим $(\Delta\alpha + \alpha_3)e^{-\frac{1}{2}\Delta\alpha L} = 0$ с экс-

тремумом $L_f = L = -\frac{2}{\Delta\alpha} \ln \frac{\alpha_3}{\Delta\alpha + \alpha_3}$, что позволяет оценить эффективную длину нелинейного элемента. Проведем оценку эффективной длины кристалла для генерации ТГц-излучения в нелинейном кристалле ZnGeP_2 на $\lambda_3 \sim 97$ мкм, 184 мкм, 77,7 мкм, 63,823 мкм. При расчетах значение поглощения на длинах волн накачки были взяты в [35] – $\alpha_{1,2} \sim 0,05 \text{ см}^{-1}$, на $\lambda_3 \sim 97$ мкм – $\alpha_3 \sim 2 \text{ см}^{-1}$ [126]. На $\lambda_3 \sim 184$ мкм – $\alpha_3 \sim 0,5 \text{ см}^{-1}$ [126], на $\lambda_3 \sim 77,7$ мкм и $\lambda_3 \sim 63,823$ мкм – $\alpha_3 \sim 8 \text{ см}^{-1}$ [127]. При расчете с вышеуказанными значениями поглощения были получены значения эффективной длины кристалла в зависимости от длины волны ТГц излучения, результаты приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Значения эффективной длины кристалла в зависимости от длины волны ТГц излучения

λ_1 , мкм	λ_2 , мкм	λ_3 , мкм	α_1 , см^{-1}	α_2 , см^{-1}	α_3 , см^{-1}	L_f , мм
2,92	3,01	97	0,05	0,05	2	7
3,01	3,06	184	0,05	0,05	0,5	29
2,69	2,69	77,7	0,05	0,05	8	1,7
2,92	3,06	63,823	0,05	0,05	8	1,7

Из выше приведенных расчетов следует, что длина нелинейного кристалла для генерации ТГц-излучения составляет $L_f (97 \text{ мкм}) \sim 7 \text{ мм}$, $L_f (77,7 \text{ мкм})$ и $L_f (63,823 \text{ мкм}) \sim 1,7 \text{ мм}$ и ограничены поглощением в кристалле. Длина кристалла $L_f (184 \text{ мкм})$ ограничена сносом излучения и соответственно должна быть не более 15 мм.

На рис. 4.14 и рис. 4.15 проведены результаты расчета, по формуле (4.5), средней мощности ТГц-излучения ($\lambda_3 \sim 63$ мкм; 77 мкм; 97 мкм; 184 мкм) в зависимости от длительности импульсов и средней мощности генерации лазера на парах стронция (частота следования импульсов ~ 10 кГц). Расчеты проводились при оптимальной длине монокристалла ZnGeP_2 соответствующей наиболее эффективной генерации для каждой из вышеуказанных линий. На рис. 4.14 приведена зависимость средней мощности ТГц-излучения от длительности импульсов накачки при средней мощности излучения ~ 2 Вт в волне накачки (λ_1) и сигнальной волне (λ_2), соответственно. На рис. 4.15 приведена зависимость средней мощности ТГц-излучения (λ_3) от средней мощности излучения вышеуказанных линий (λ_1, λ_2) накачки с длительностью импульсов ~ 1 нс.

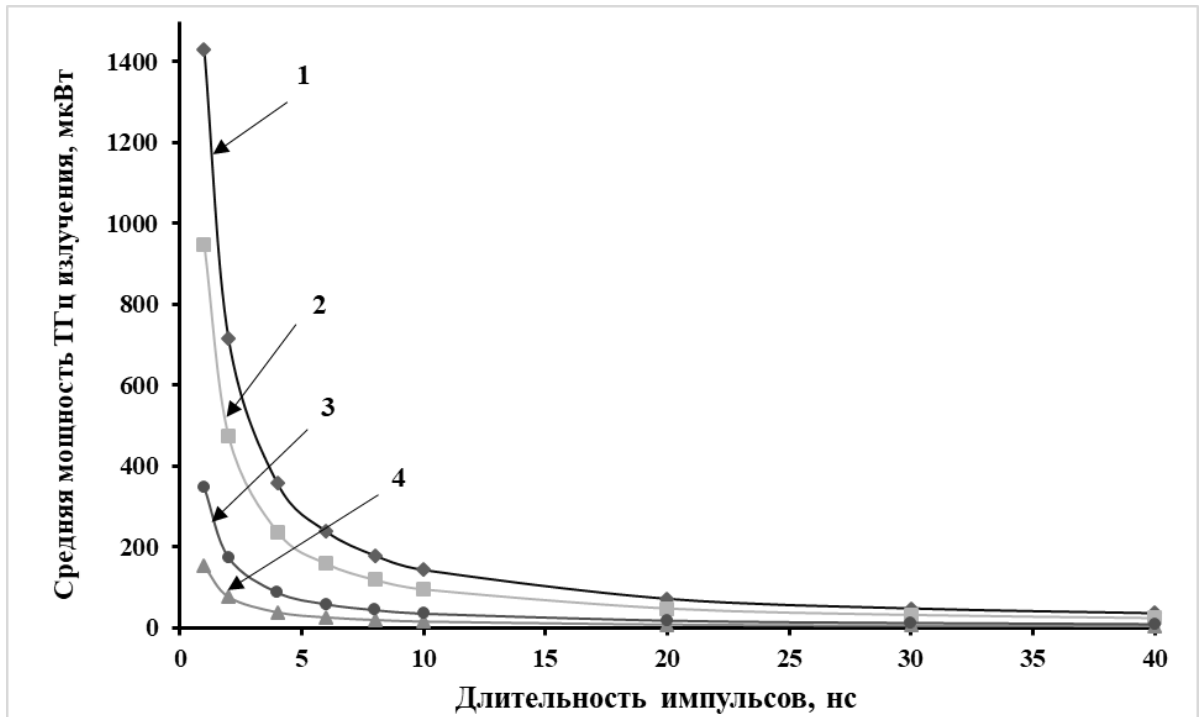


Рисунок 4.14 – Зависимость средней мощности ТГц-излучения (λ_3) от длительности импульсов волны накачки (λ_1) и сигнальной волны (λ_2): 1 – ($\lambda_1 = 2,92$ мкм; $\lambda_2 = 3,01$ мкм; $\lambda_3 = 97,65$ мкм); 2 – ($\lambda_1 = 3,01$ мкм; $\lambda_2 = 3,06$ мкм; $\lambda_3 = 184$ мкм); 3 – ($\lambda_1 = 2,92$ мкм; $\lambda_2 = 3,06$ мкм; $\lambda_3 = 63,823$ мкм); 4 – ($\lambda_1 = 2,6$ мкм; $\lambda_2 = 2,69$ мкм; $\lambda_3 = 77,7$ мкм)

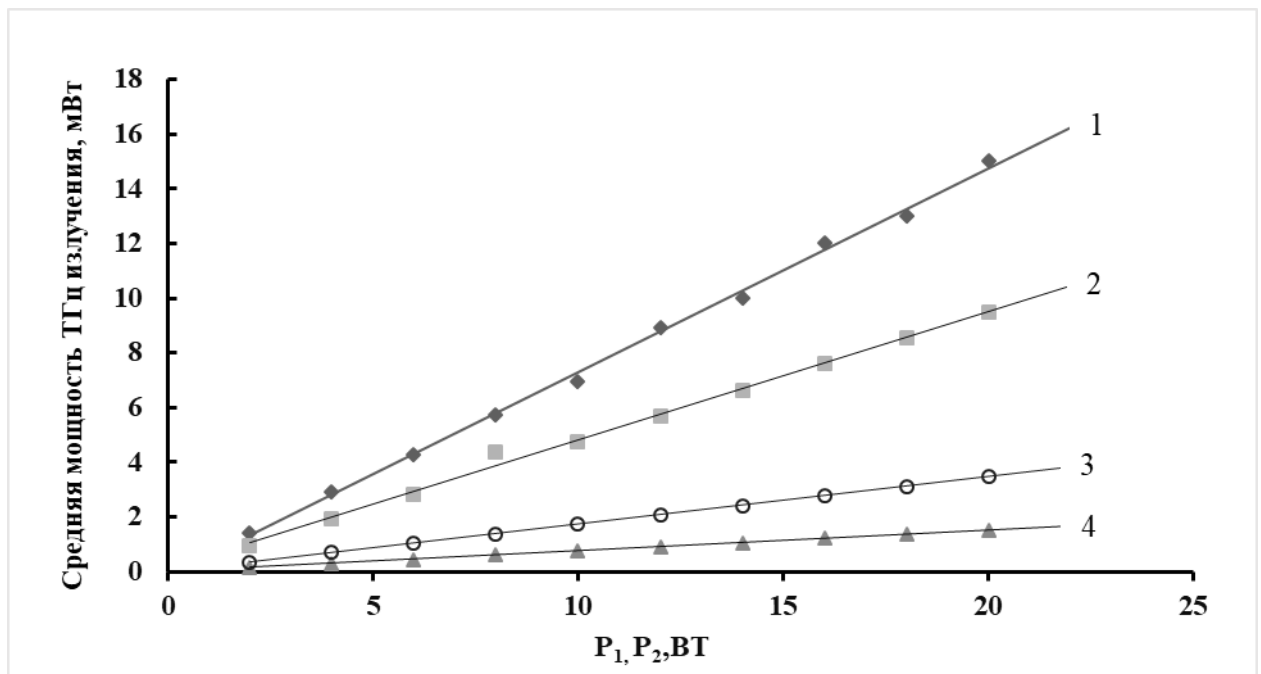


Рисунок 4.15 – Зависимость средней мощности ТГц-излучения (λ_3) от средней мощности волны накачки (λ_1) и сигнальной волны (λ_2) при длительности импульсов ~ 1 нс: 1 – ($\lambda_1 = 2,92$ мкм; $\lambda_2 = 3,01$ мкм; $\lambda_3 = 97,65$ мкм); 2 – ($\lambda_1 = 3,01$ мкм; $\lambda_2 = 3,06$ мкм;

$\lambda_3 = 184$ мкм); 3 – ($\lambda_1 = 2,92$ мкм; $\lambda_2 = 3,06$ мкм; $\lambda_3 = 63,823$ мкм); 4 – ($\lambda_1 = 2,6$ мкм; $\lambda_2 = 2,69$ мкм; $\lambda_3 = 77,7$ мкм)

Как показали расчеты, уровень средней мощности ТГц-генерации в монокристалле ZnGeP_2 может составлять ~ 10 мВт при накачке на разностной частоте при уровне средней мощности ~ 16 Вт в каждой линии и длительности импульсов ~ 1 нс. При этом реализуется линейная зависимость нарастания средней мощности ТГц-генерации с увеличением средней мощности генерации лазера на парах стронция.

4.5. Выводы к главе

1) Реализовано ТГц-излучение на разностной частоте е-о-о типа в монокристалле ZnGeP_2 с накачкой двухчастотным излучением ПГС на базе кристалла КТР в области длин волн $\sim 2,12$ мкм. Максимальная средняя мощность ТГц-излучения, достигнутая в эксперименте, составила $\sim 3,3$ нВт ($\lambda = 181$ мкм) (частота следования импульсов накачки 800 Гц, длительность импульсов 10 нс, энергия излучения в импульсе 1 мДж).

2) Была реализована перестройка ТГц-излучения в диапазоне длин волн ~ 120 -270 мкм. При этом диапазон перестройки был ограничен лишь апертурой монокристалла ZnGeP_2 .

3) Показана перспективность использования лазера на парах стронция как источника накачки нелинейных сред для генерации ТГц-излучения на разностной частоте. Предлагаемые технические решения позволяют реализовать уровень средней мощности ТГц-излучения ~ 10 мВт при накачке нелинейных сред ИК-излучением (на переходах SrI в области 3 мкм и SrII в области 1 мкм) системы “генератор – усилитель” лазера на парах стронция. При этом возможно кратное число “усилителей” для увеличения средней мощности ТГц-излучения.

4) Показана большая эффективность накачки монокристалла ZnGeP_2 в диапазоне длин волн 2-5 мкм перед накачкой излучением с длинами волн ~ 1 мкм и ~ 10 мкм при реализации ТГц излучения за счет увеличения эффективной длины кристалла (за счет снижения поглощения в данном диапазоне).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации исследованы объемные дефекты и динамические процессы, происходящие в процессе оптического пробоя монокристалла ZnGeP_2 при воздействии импульсного излучения на длине волны 2,097 мкм с использованием методов цифровой голографии. Определены плотность энергии и средняя мощность излучения накачки ПГС на базе нелинейного кристалла, после которых эффективность параметрического преобразования перестает расти. С целью определения оптимальной плотности энергии излучения накачки при которой реализуется предельная эффективность параметрического преобразования и не достигается порог оптического пробоя монокристалла ZnGeP_2 . Получена генерация ТГц излучения в монокристалле ZnGeP_2 на разностной частоте при накачке излучением в диапазоне длин волн $\sim 2,12$ мкм вырожденного двухчастотного ПГС на основе кристалла КТР. Также проведены расчеты зависимости энергетических характеристик генерируемого в ZnGeP_2 ТГц излучения от энергетических характеристик излучения накачки на примере систем генератор-усилитель на основе лазера на парах стронция. Получены следующие основные результаты:

1. С использованием метода цифровой голографии визуализированы основные типы объемных дефектов монокристалла ZnGeP_2 : полосы роста и иглообразные включения вторых фаз. При использовании Фурье анализа, полученных цифровых голографических изображений объема монокристалла выявлены основные физические факторы, влияющие на образование полос роста в процессе роста монокристалла из предварительно синтезированного материала.

На основе проведенных исследований была разработана методика диагностики заготовок нелинейных элементов на наличие или отсутствие объемных дефектов на основе метода цифровой голографии и внедрена в технологический процесс производства монокристалла ZnGeP_2 . Внедрена в производства методика Фурье анализа голографических изображений объема монокристалла содержащего полосы роста, позволяющая идентифицировать процессы, приводящие к их появлению и на основе полученной информации корректировать режимы работы ростовых термических печей.

2. С использованием метода цифровой голографии визуализирован процесс формирования оптического пробоя монокристалла ZnGeP_2 при воздействии импульсного излучения Ho:YAG лазера. Установлена тепловая природа оптического пробоя при

воздействии лазерного излучения на длине волны $\sim 2,1$ мкм. Разработана неразрушающая, безконтактная методика определения температуры в формирующемся пробойном треке монокристалла по упругим деформациям кристалла в процессе оптического пробоя на основе методов цифровой голографии. Установлено, что в монокристалле ZnGeP_2 вырезанного под углом $\theta=54,5^\circ$ и $\varphi=0^\circ$ с линейными размерами $5 \times 6 \times 10$ мм, при воздействии импульсного излучения Ho:YAG лазера на длине волны 2,1 мкм при частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульсов 25 нс и при плотности энергии на входной грани кристалла $0,3 \text{ Дж/см}^2$, наблюдается оптический пробой материала и появление светящейся области с поперечным размером 0,7-1 мм у выходной оптической поверхности в объеме кристалла и последующее ее движение в кристалле в сторону входной оптической поверхности, т.е. в направлении противоположном распространению излучения Ho:YAG лазера. Мгновенная скорость движения светящейся области в начальный период времени составляет - $V_{\text{in}} \approx 16 \text{ мм/с}$, а на финальной стадии пробоя скорость движения светящейся области составляет $V_{\text{fin}} \approx 3 \text{ мм/с}$. Скорость движения светящейся области представляет гладкую монотонную функцию от текущего времени: $V(\text{мм/сек}) = dx/dt = 4,62/(t + 0,32)$. Распространение светящейся области влечет необратимое разрушение регулярной кристаллической структуры в объеме занятым лазерным излучением, образуя в кристалле «пробойный трек». Изменение длины трека пробоя от времени воздействия лазерным лучом имеет логарифмическую зависимость $X = 4.62 * \ln(t+0.32)$. Диаметр трека увеличивается от ~ 40 мкм на начальном участке трека до ~ 100 мкм на входной апертуре кристалла. Поперечное сечение трека изменяется в 3 раза, что соизмеримо с отношением скоростей формирования трека на входной и выходной поверхности кристалла.

3. Показано что при параметрической генерации в монокристалле ZnGeP_2 с накачкой излучением Ho:YAG лазера работающего при частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульсов 25 нс имеются пороговые условия по средней мощности накачки ~ 2 Вт и плотности энергии излучения накачки на входной грани монокристалла $\sim 0,16 \text{ Дж/см}^2$. Дифференциальный КПД ПГС составляет $\sim 3.9 \%$ при средней мощности излучения накачки Ho:YAG лазера < 2.0 Вт и плотности энергии излучения накачки $\sim 0.16 \text{ Дж/см}^2$, а при больших значениях средней мощности и плотности энергии излучения накачки дифференциальный КПД ПГС составляет $\sim 49.8\%$. Рост эффек-

тивности генерации наблюдается с увеличением плотности энергии излучения накачки до ~ 0.4 Дж/см².

4. Исследован процесс генерации ТГц излучения в монокристалле ZnGeP_2 на разностной частоте при накачке излучением в диапазоне длин волн 2-3 мкм. Показана возможность повышения эффективности генерации ТГц излучения за счет уменьшения поглощения излучения накачки в данном спектральном диапазоне по сравнению с диапазонами длин волн в области 1 и 10 мкм, а также за счет увеличения эффективной длины кристалла.

5. В монокристалле ZnGeP_2 с линейными размерами 5x6x10 мм вырезанного под углом θ - 15° и φ - 0° получена генерация ТГц-излучения на разностной частоте e-o-o типа с средней мощностью $(3,24 \pm 0,59)$ нВт на длине волны $\lambda = 181$ мкм. Реализована перестройка ТГц-излучения в диапазоне длин волн ~ 120 -270 мкм при накачке излучением двухчастотного параметрического генератора света на базе кристалла KTiOPO_4 с линейными размерами 7x5x10 мм вырезанного под углами θ - $51,5^\circ$ и φ - 0° с импульсной энергии на каждой из линий 0,5 мДж и плотности энергии излучения накачки $\sim 0,2$ Дж/см² при частоте следования импульсов накачки 800 Гц и длительности импульсов 10 нс

6. Расчеты условий генерации ТГц излучения на разностной частоте в нелинейном кристалле ZnGeP_2 при накачке излучением стронциевого лазера показали, что, уровень средней мощности генерируемого ТГц-излучения может составлять ~ 10 мВт при уровне средней мощности накачки ~ 16 Вт в каждой линии и длительности импульсов ~ 1 нс. При этом реализуется линейная зависимость нарастания средней мощности ТГц-генерации с увеличением средней мощности генерации лазера на парах стронция.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Парфенов В. А. Лазерная микрообработка материалов.С.: СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2011. 59 с.
2. Бобровников С. М., Матвиенко Г. Г., Романовский О. А., Сериков И. Б., Суханов А. Я. Лидарный спектроскопический газоанализ атмосферы. Томск: ИОА СО РАН, 2014. 510 с.
3. Romanovskii O.A., Sadovnikov S.A., Kharchenko O.V., Yakovlev S.V. Development of NEAR/MID IR differential absorption OPO LIDAR system for sensing of atmospheric // Optics and Laser Technology. 2019. V. 116. P. 43-47.
4. Bochkovskii D.A., Matvienko G.G., Romanovskii O.A., Kharchenko O.V., Yakovlev S.V., Vasil'eva A.V., Polunin Y.P., Soldatov A.N., Yudin N.A. Application of a strontium vapor laser to laser remote sounding of atmospheric composition // Atmospheric and Oceanic Optics. 2012. V.25, N 2. P.166-170.
5. Солдатов А.Н., Васильева А.В., Полунин Ю.П., Куксгаузен Д.А., Костыря И.Д. Система генератор-усилитель на парах стронция для абляции костных тканей // Биотехносфера. 2012. № 3-4. С. 47-51.
6. Kozub J., Ivanov B., Jayasinghe A., Prasad R., Shen J., Klosner M., Heller D., Mendenhall M., Piston D. W., Joos K., Hutson M. S. Raman-shifted alexandrite laser for soft tissue ablation in the 6- to 7- μm wavelength range // Biomedical Optics Express. 2011. V.2, N 5. P.1275-1281.
7. Schunemann P.G., Zawilski K.T., Pomeranz L.A., Creedon D.J., Budni P.A. Advances in nonlinear optical crystals for mid-infrared coherent sources // Journal of the Optical Society of America B. 2016. V 33, N 11. P. D36-D43.
8. Hemming A., Richards J., Davidson A. A., Carmody N., Bennetts S., Simakov N., Haub J. 99 W mid-IR operation of a ZGP OPO at 25% duty cycle // Optics Express. 2013. V. 21, N 8. P.1062-10069.
9. Haakestad M.W., Fonnum H., Lippert E. Mid-infrared source with 0.2 J pulse energy based on nonlinear conversion of Q-switched pulses in ZnGeP_2 // Optics Express. 2014. V. 22, N 7.P. 8556-8564.

10. Qian C., Yao B., Zhao B., Liu G., Duan X., Ju Y., Wang Y. High-speed robust polarization modulation for quantum key distribution // *Optics Letters*. 2019. V 44, N 21, P. 5262-5265.
11. Booske J.H., Dobbs R.J., Vacuum electronic high power terahertz sources // *IEEE Transactions On Terahertz Science And Technology*. 2011. V. 1, N 1. P. 54–75.
12. Liu J., Dai J., Chin S.L., Zhang X.C. Broadband terahertz wave remote sensing using coherent manipulation of fluorescence from asymmetrically ionized gases // *Nature Photonics*. 2010. V. 4, N 9. P. 627–631.
13. Geng L.J., Qu Y.C., Zhao W.J., Du J. Highly efficient and compact cavity pumped gas terahertz laser // *Optics Letters*. 2013. V. 38, N 22. P. 4793–4796.
14. Kitaeva G.Kh. Terahertz generation by means of optical lasers // *Laser Physics Letters*. 2008. V. 5, N 8. P. 559–576.
15. Shi W., Ding Y.J. Continuously tunable and coherent terahertz radiation by means of phase-matched difference-frequency generation in zinc germanium phosphide. // *Applied Physics Letters*. 2003. V. 83. P. 848-850.
16. Ding Y.J., Zotova I.B. Coherent and tunable terahertz oscillators, generators, and amplifiers // *Journal of Nonlinear Optical Physics & Materials*. 2002. V. 11, N 1. P. 75-97.
17. Dmitriev V.G., Gurzadyan G.G., Nikogosyan D.N. *Handbook of Nonlinear Optical Crystals*. Berlin, New York: Springer, 1999. 413 p.
18. Creeden D., McCarthy J.C., Ketteridge P.A., Southward T., Schunemann P.G., Komiak J.J., Dove W., Hicklis E.P. Compact fiber-pumped terahertz source based on difference frequency mixing in ZGP // *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*. 2007. V. 13, N 3. P. 732–736.
19. Nikogosyan D. *Nonlinear Optical Crystals: A Complete Survey*. New York: Springer, 2005. 440 p.
20. Shi W., Ding Y.J., Schunemann P.G. Coherent terahertz waves based on difference-frequency generation in an annealed zinc-germanium phosphide crystal: Improvements on tuning ranges and peak powers // *Optics Communications*. 2004. V. 233, P. 183-189.
21. Schunemann P. G., Pollak T. M. Ultralow gradient HGF-Grown ZnGeP₂ and CdSiP₂ and Their Optical Properties // *MRS Bulletin*. 1998. V. 23, N 7. P. 23–27.

22. Budni P. A., Pomeranz L. A., Lemons M. L., Schunemann P. G., Pollak T. M., Chicklis E. P. 10 W mid-IR Holmium pumped ZnGeP₂ OPO // *Advanced Solid State Lasers* 19.1998. P.226–229.
23. Ionin A.A., Kinyaevskiy I.O., Sagitova A.M., Andreev Y. M. Verification of an integral figure of merit for mid-IR nonlinear crystals // *Applied Optics*. 2019. V. 58, N 10. P. 2485–2489.
24. Андреев Ю.М., Ионин И.О., Киняевский Ю.М., Климачев А.Ю., Козлов А.А., Котков Г. В., Ланский А.В. Широкополосная лазерная система на монооксиде углерода, действующая в интервале длин волн 2.5 – 8.3 мкм // *Квантовая электроника*. 2013. Т.43, №2. С. 139–143.
25. Аполлонов В. В, Грибенюков А.И., Короткова В.В., Суздальцев А.Г., Шакир Ю.А. Вычитание частот излучения СО₂-лазеров в кристалле ZnGeP₂ // *Квантовая электроника*. 1996. Т.23, №6. С. 483–484.
26. Андреев Ю.М., Быканов А.Н., Грибенюков А.И., Зуев В.В., Карышев В.Д., Кислицев А.В., Ковалев И.О., Конов В.И., Кузьмин Г.П., Нестеренко А.А., Осоргин А.Е., Ю.М. Стародумов, Н.И. Чаплиёв Преобразование импульсного лазерного излучения диапазона 9,3 – 9,6 мкм во вторую гармонику в кристаллах ZnGeP₂ // *Квантовая электроника*. 1990. Т.17, №4. С. 476–480.
27. Верозубова Г.А., Грибенюков А. И., Миронов Ю.П. Двухтемпературный синтез ZnGeP₂ // *Неорганические материалы*. 2007. Т.43, №10. С.1164-1169.
28. Verozubova G.A.; Gribenyukov A.I.; Korotkova V.V., Ruzaikin M.P. ZnGeP₂ synthesis and growth from melt// *Materials Science and Engineering: B*. 1997. V. B48. P. 191–197.
29. Buehler E., Wernick J.H. Concerning growth of single crystals of the II-IV-V diamond-like compounds ZnSiP₂, CdSiP₂, ZnGeP₂, and CdSnP₂ and standard enthalpies of formation for ZnSiP₂ and CdSiP₂. // *Journal of Crystal Growth*. 1971. V.8. P. 324–332.
30. Sangwal, K. *Etching of Crystals: Theory, Experiment, Application*; New York: North-Holland, 1987. 497 p.
31. Верозубова Г.А., Грибенюков А.И. Рост кристаллов ZnGeP₂ из расплава // *Кристаллография*. 2008. Т.53, №1. С. 160-165.
32. Филиппов М.М., Грибенюков А.И., Гинсар В.Е., Бабушкин Ю.В. Применение математической модели для сопровождения процесса выращивания кристаллов в много-

- зонных термических установках// Материалы электронной техники. 2013. №2.С. 26-31.
33. Случинская А.И. Основы материаловедения и полупроводников. М.: Мир, 2002.376 с.
34. Verozubova G.A., Gribenyukov A.I., Korotkova V.V., Vere A.W., Flinn C.J. ZnGeP₂ growth: Melt nonstoichiometry and defect substructure. Journal of Crystal Growth.V. 2002. 237–239. P. 2000–2004.
35. Верозубова Г.А., Окунев А.О., Стащенко В.А. Выращивание нелинейно-оптического материала ZnGeP₂ и его дефектная структура// Вестник Новгородского Государственного Университета. 2015. №3(86) . С.40-46.
36. Окунев А.О., Верозубова Г.А., Труханов Е.М., Дзюба И.В. Идентификация дефектов структуры монокристаллов моделированием «зашумляющих» факторов // Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия): Собрание материалов Четвертого международного научного семинара. В.Новгород. 2008. С.153-156.
37. Verozubova G.A., Okunev A.O. Growth of ZnGeP₂ Nonlinear Optical Crystals and Their Study by X-Ray Topography // Advanced Science Letters. 2013. V.19. №3. P.967-971(5).
38. Lei Z., Okunev A.O., Zhu C., Verozubova G.A., Yang C. Imaging of microdefects in ZnGeP₂ single crystals by X-ray topography // Journal Of Crystal Growth. 2020. V. 534, P. 125487.
39. Соколовская М.П. Кристаллография. М.: Высшая Школа. 1984. 376 с.
40. Инденбом В.Л., Томиловский Г.Е. Макроскопические краевые дислокации в кристалле // Кристаллография.1957. Т.2. №1. С.190-194.
41. Инденбом В.Л., Никитенко В.И., Милевский Л.С. О дислокационной структуре кремния // Напряжения и дислокации в полупроводниках. М.: институт Кристаллографии АН СССР, 1962. 60 с.
42. Данилюк Л.Н., Никитенко В.И. Прямые наблюдения винтовых дислокаций перпендикулярных поверхности монокристалла кремния // ФТТ. 1967. Т.9. С.2027-2034.
43. Сангвал К. Травление Кристаллов: теория, эксперимент. М.: Мир, 1990.492 с.
44. Окунев А.О., Верозубова Г.А., Стащенко В.А., Янг Ч. Применение поляризационно-оптического метода для исследования структурного совершенства монокристаллов

- ZnGeP₂// Вестник Новгородского Государственного Университета. 2013. Т.1,№75, С. 120-124.
45. Lei Z., Okunev A.O., Zhu C., Verozubova G.A., Ma T., Yang C., Photoelasticity method for study of structural imperfection of ZnGeP₂ crystals, // Journal of Crystal Growth.2016. V. 450, P.34-38.
 46. Verozubova G.A., Okunev A.O., Gribenyukov A.I., Trofimiv A.Yu., Kolesnikov A.V., Trukhanov E.M., Growth and defect structure of ZnGeP₂ crystals// journal of Crystal Growth.2010.V. 312. P. 1122–1126.
 47. Dyomin V. V., Polovtsev I. G., Kamenev D. V. Quality control of ZnGeP₂ single crystals using optical method // Russian Physics Journal. 2016. V. 58, N. 10. P.1479-1481.
 48. Dyomin V.V., Polovtsev I.G., Kamenev D.V. The internal defects detection in crystals by digital holographic methods // Journal of Physics: Conference. 2016. V. 737, N 1. P. 012072.
 49. Suratwala T.I., Miller P.E., Bude J.D., Steele W.A., Shen N., Monticelli M.V., Feit, M.D., Laurence T.A., Norton M.A., Carr C.W., HF-based etching processes for improving laser damage resistance of fused silica optical surfaces // Journal of the American Ceramic Society.2011. V. 94. P. 416–428.
 50. Bloembergen N. Role of cracks, pores, and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at surfaces of transparent dielectrics // Applied Optics.1973.V. 12.P. 661–664.
 51. Feit M.D., Rubenchik A.M. Influence of subsurface cracks on laser-induced surface damage // Proc. SPIE 2004. V. 5273.P. 264–272.
 52. Pfiffer M., Longuet J.L., Labrugère C., Fargin E., Bousquet B., Dussauze M., Lambert S., Cormont P., Néauport J., Characterization of the polishing-induced contamination of fused silica optics // Journal of the American Ceramic Society. 2017. V. 100. P. 96–107.
 53. Giuliano C.R. Laser-induced damage in transparent dielectrics: Ion beam polishing as a means of increasing surface damage thresholds // Applied Physics Letters. 1972. V. 21. P. 39–41.
 54. Cheng X., Miao X., Wang H., Qin L., Ye Y., He Q., Ma Z., Zhao L., He S., Surface contaminant control technologies to improve laser damage resistance of optics // Advances in Condensed Matter Physics. 2014. P. 974245.

55. Temple P.A., Lowdermilk W.H., Milam D., Carbon dioxide laser polishing of fused silica surfaces for increased laser-damage resistance at 1064 nm // *Applied Optics*. 1982. V. 21.P. 3249–3255.
56. Xu S., Zheng W., Yuan X., Lv H., Zu X. Recovery of fused silica surface damage resistance by ion beam etching // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*. 2008. V. 266.P. 3370–3374.
57. Liu H., Ye X., Zhou X., Huang J., Wang F., Zhou X., Wu W., Jiang X., Sui Z., Zheng W. Subsurface defects characterization and laser damage performance of fused silica optics during HF-etched process // *Optical Materials*. 2014. V.36. P. 855–860.
58. Juškevičius K., Buzelis R., Abromavicius G., Samuilovas R., Abbas S., Belosludtsev A., Drazdys R., Kicas, S. Argon plasma etching of fused silica substrates for manufacturing high laser damage resistance optical interference coatings // *Optical Materials Express*. 2017,. V. 7.P. 3598–3607.
59. Wood R.M. Laser induced damage thresholds and laser safety levels. Do the units of measurement matter? // *Optics & Laser Technology*. 1998. V.29, № 8. P.517-522.
60. Demos S.G., DeMange P., Negres R.A., Feit M.D. Investigation of the electronic and physical properties of defect structures responsible for laser-induced damage in DKDP crystals // *Optics Express*. 2010. V. 18, № 13. P.13788–13804.
61. Peterson R. D., Schepler K. L., Brown J. L. Damage properties of ZnGeP₂ at 2 μm // *Journal of the Optical Society of America B*. 1995. V. 12, N 11. P. 2142 -2146.
62. Zawilski K. T., Setzler S. D., Schunemann P. G., Pollak T. M. Increasing the laser-induced damage threshold of single-crystal ZnGeP₂ // *Journal of the Optical Society of America B*.2006. V. 23, N 11. P. 2310-2316.
63. Hildenbrand A., Kieleck C., Tyazhev A., Marchev G., Stöppler G., Eichhorn M., Schunemann P. G., Panyutin V. L., Petrov V. Laser damage of the nonlinear crystals CdSiP₂ and ZnGeP₂ studied with nanosecond pulses at 1064 and 2090 nm *Optical Engineering*.2014. V.53, №12. P.122511.
64. Андреев Ю.М., Бадиков В.В., Воеводин В.Г., Гейко Л.Г., Гейко П.П., Иващенко М.В., Карапузиков А.И., Шерстов И.В. Лучевая стойкость нелинейных кристаллов на длине волны 9.55 мкм // *Квантовая электроника*. 2001. Т. 31, №12. С. 1075-1078.

65. Chumside J.H., Wilson J.J., Gribenyukov A.I., Shubin S.F., Dolgii S.I., Andreev Yu.M., Zuev V.V., Boulder V. Frequency conversion of a CO₂ laser with ZnGeP₂ // Co:NOAA Technical Memorandum ERL.1992. P.18.
66. Ушаков И.В. Влияние макроскопической трещины на величину оптической прочности твердых прозрачных диэлектриков // Оптика атмосферы и океана. 2006. Т.19, №2-3. С.231-237.
67. Брудный В.Н., Воеводин В.Г., Гриняев С.Н. Глубокие уровни собственных точечных дефектов и природа «аномального» оптического поглощения в ZnGeP₂ // Физика твердого тела. 2006. Т 48, №. 11. С. 1949-1961.
68. Halliburton L.E., Giles N.C., Schunemann P.G., Pollak T.M. Electron paramagnetic resonance and photoluminescence studies of point defects in zinc germanium phosphide (ZnGeP₂) // Materials Research Society Symposium Proceedings. 1997. V. 450, P. 327-332.
69. Воеводин В.Г. Элементы оптической электроники на основе соединений A²B⁴C⁵₂: получение, свойства и применение: Дис. докт. физ.-мат. наук: 01.04.05, 01.04.10./ Воеводин, Валерий Георгиевич. Т.:ТГУ, 2003. 395 с.
70. Шен И.Р. Принципы нелинейной оптики. М.:Наука, 1989. 557 с.
71. Stapler G., Thilmann N., Pasiskevicius V., Zukauskas A., Canalias C., Eichhorn M. Tunable Mid-infrared ZnGeP₂ RISTRA OPO pumped by periodically-poled Rb:KTP optical parametric master-oscillator power amplifier // Optical Society of America. 2012. V. 20, N 4. P. 450 - 4517.
72. Антипов О.Л, Еранов И.Д., Косицын Р.И. Параметрические генераторы света среднего ИК диапазона мощностью 10 Вт на основе элементов ZnGeP₂, накачиваемых излучением Ho:YAG-лазера с волоконно-лазерной накачкой. Экспериментальное и численное исследование // Квантовая электроника. 2017. Т. 47, № 7. С. 601 - 606.
73. Creeden D., Ketteridge P. A., Budni P. A., Setzler S. D., Young Y. E., McCarthy J. C., Zawilski K., Peter G. Schunemann, Thomas M. Pollak, Evan P. Chicklis, Jiang M. Mid-infrared ZnGeP₂ parametric oscillator directly pumped by a pulsed 2 μm Tm-doped fiber laser // Optics Letters. 2008. V. 33, № 4. P. 315-317.
74. Gribenyukov A.I., Verozubova G.A., Trofimov A.Yu., Vere A.W., Flynn C. J. Native Point Defect Interactions in ZGP Crystals under Influence of e-Beam Irradiation // Materials Research Society Symposium – Proceedings. 2003. V. 744. P. 315-320.

75. Lippert E., Rustad G., Arisholm G., Stenersen K. High power and efficient long wave IR ZnGeP₂ parametric oscillator // Optics Express. 2008. V. 16, N 18. P. 13878-13884.
76. Lippert E., Nicolas S., Arisholm G., Stenersen K., Rustad G. Mid-infrared laser source with high power and beam quality // Applied Optics. 2006. V. 45, N 16. P. 3839-3845.
77. Qian C., Duan X., Yao B., Shen Y., Zhang Y., Zhao B., Yuan J., Dai T., Ju Y., Wang Y. 11.4 W long-wave infrared source based on ZnGeP₂ optical parametric amplifier // Optics Express. 2018. V. 26, N 23. P. 30195-30201.
78. Yao B., Shen Y., Duan X., Dai T., Ju Y., Wang Y. A 41-W ZnGeP₂ optical parametric oscillator pumped by a Q-switched Ho:YAG laser // Optics Letters. 2014. V. 39, N 23. P. 6589-6592.
79. Водопьянов К.Л., Андреев Ю.А., Бхар Г.Ч. Параметрическая супер люминесценция на кристалле ZnGeP₂ с температурной перестройкой и накачкой эрбиевым лазером // Квантовая электроника. 1993. Т.20, №9. С.879-882.
80. Vodopyanov K. L., Ganikhanov F., Maffetone J. P., Zwieback I., and Ruderman W. ZnGeP₂ optical parametric oscillator with 3.8–12.4-mm tenability // Optics Letters. 2000. V. 25, N 11. P. 841-843.
81. Kieleck C., Berrou A., Donelan B., Cadier B., Robin T., Eichhorn M. 6.5 W ZnGeP₂ OPO directly pumped by a Q-switched Tm³⁺-doped single-oscillator fiber laser // Optics Letters, 2015. V. 40, N 6. P. 1101-1104.
82. Li L., Yang X., Yang Y., Zhou L., Wang W., A high power, Long-wavelength infrared ZnGeP₂ OPO pumped by a Q-Switched Tm,Ho:GdVO₄ Laser // Journal of Russian Laser Research. 2017. V. 38. P. 305-310.
83. Antipov O.L., Kositsyn R.I., Eranov I.D. 36 W Q-switched Ho:YAG Laser at 2097 nm Pumped by a Tm Fiber Laser: Evaluation of Different Ho³⁺ Doping Concentrations // Laser Physics Letters. 2017. V. 14. P. 015002.
84. Shen Y., Yao B., Duan X., Zhu G., Wang W., Ju Y., Wang Y. 103 W in-band dual-end-pumped Ho:YAG laser // Optics Letters. 2012. V. 37, N 17. P. 3558-3560.
85. Zhao B., Yao B., Qian C., Liu G., Chen Y., Wang R., Dai T., Dun X. 231 W dual-end-pumped Ho:YAG MOPA system and its application to a mid-infrared ZGP OPO // Optics Letters. 2018 V. 43, N. 24. P. 5989-5992.

86. Bollig C., Hayward R. A., Clarkson W. A., Hanna D. C., 2-W Ho:YAG laser intracavity pumped by a diode-pumped Tm:YAG laser // *Optics Letters*.1998. V. 23, N 22. P. 1757-1759.
87. Schellhorn M., Hirth A., Kieleck C. Ho:YAG laser intracavity pumped by a diode-pumped Tm:YLF laser // *Optics Letters*.2003.V 28, N 20. P. 1933-1935.
88. Budni P. A., Lemons M. L., Mosto J. R., Chicklis E. P. High-power/highbrightness diode-pumped 1.9- μm Thulium and resonantly pumped 2.1- μm Holmium lasers // *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*.2000.V. 6, N 4. P. 629-635.
89. Lippert E., Arisholm G., Rustad G., Stenersen K. "Fiber laser pumped mid-IR source," in: *Advanced Solid State Photonics // OSA Trends in Optics and Photonics*.2003. V. 83. P. 292-297.
90. Lippert E., Rustad G., Nicolas S., Arisholm G., Stenersen K.." Fibre laser pumped mid-infraredsource," in: *Solid state laser technologies and femtosecond phenomena // Proceedings of SPIE*. 2004. V. 5620 P. 56-62.
91. Abdullaev G.B., Kulevskii L.A., Prokhorov A.M., Saveliev A.D., Salaev E.Y., Smirnov V.V. GaSe, a new effective material for nonlinear optics. // *JETP Lett*.1972. V.16, N 3.P. 90–92.
92. Adduci I.M. ,Catalano A., Minafra A. Direct and indirect two-photon processes in layered semiconductors // *Physical Review B*.1977. V. 15, N 2. P. 926–931.
93. Vodopyanov K.L., Kulevskii L.A., Voevodin V.G., Gribenyukov A.I., Allakhverdiev K.R., Kerimov T.A. High efficiency middle IR parametric superradiance in ZnGeP₂ and GaSe crystals pumped by an erbium laser // *Optics Communications*. 1991. V.83, N 5–6, P. 322–326.
94. Vodopyanov K.L. Parametric generation of tunable infrared radiation in ZnGeP₂ and GaSe pumped at 3 μm // *Journal of the Optical Society of America. B*. 1993. V.10,N 9. P. 1723 - 1729.
95. Shi W., Ding Y.J., Fernelius N., Vodopyanov K. Efficient, tunable and coherent 0.18-5.27 THz source based on GaSe crystal.// *Optics Letters*.2002. V. 27, N 16. P. 1454 - 1456.
96. Shi W., Ding Y.J., Schunemann P.G. Coherent terahertz waves based on difference-frequency generation in an annealed zinc-germanium phosphide crystal: Improvements on tuning ranges and peak powers.// *Optics Communications*. 2004. V. 233.P. 183-189.

97. Shi W., Ding Y.J. A monochromatic and high-power THz source tunable in the ranges of 2.7-38.4 mm and 58.2-3540 mm for variety of potential applications.// *Applied Physics Letters*. 2004. V. 84, N 10. P. 1635-1637.
98. Geng Y., Tan X., Li X., Yao J. Compact and widely tunable terahertz source based on a dual-wavelength intracavity optical parametric oscillation // *Applied Physics B*. 2010. V. 99, N 1. P. 181 – 185.
99. Mei J., Zhong K., Wang M., Liu Y., Xu D., Shi W., Wang Y., Yao J., Norwood R. A., Eyghambarian N. P. Widely-tunable high-repetition-rate terahertz generation in GaSe with a compact dual-wavelength KTP OPO around 2 μm // *Optics Express*. 2016. V. 24, No 20. P. 23368-23375.
100. Yan D., Wang Y., Xu D., Liu P., Yan C., Shi J., Liu H., He Y., Tang L., Feng J., Guo J., Shi W., Hong K., Tsang Y., Yao J. High-average-power, high-repetition-rate tunable terahertz difference frequency generation with GaSe crystal pumped by 2 μm dual-wavelength intracavity KTP optical parametric oscillator // *Photonics Research*. 2017. V. 5, No. 2. P. 82-87.
101. Shi W., Ding Y.J. Continuously tunable and coherent terahertz radiation by means of phase-matched difference-frequency generation in zinc germanium phosphide.// *Applied Physics Letters*. 2003. V. 83, N 5. P. 848 - 850.
102. Алекшин В.Я., Антонов А.А., Гапонов С.В., Дубинов А.А., Красильник З.Ф., Кудрявцев К.Е., Спиваков А.Г., Аблонский А.Н. Перестраиваемый источник терагерцового излучения на основе генерации разностной частоты в кристалле GaP// *Письма в ЖЭТФ*. Т. 88, N 12. С.905-907.
103. Soldatov A. N., Sabotinov N. V., Latush E. L., Chebotarev G. D., Vuchkov N. K., Yudin N. A.. Strontium and calcium vapour lasers. Vol.I. Bulgarian.Sofia: Prof. Marin Drinov Academic Publishing House, 2013.293 p.
104. Либенсон М.Н., Яковлев Е.Б., Шандыбина Г.Д. Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика). Конспект лекций. Часть I. Поглощение лазерного излучения в веществе. СПб: СПб ГУ ИТМО, 2008.141 с.
105. Schnars U. Digital Hologram Recording, Numerical Reconstruction, and Related Techniques. Berlin: Springer, 2005.164 p.
106. Collier R., Burkhart C., Lin L. Optical Holography. N.-Y.: Acad. Press, 1971. 605 p.

107. Thompson B.J. Holographic particlesizing techniques // Journal of Physics E Scientific Instruments. 1974. V. 7, N. 10. P. 781-788.
108. Великанов С.Д., Мухин А.В., Фролов Ю. Н. Эффективная генерация Ho:YAG лазера с дифракционно-ограниченным пучком // Труды РФЯЦ ВНИЭФ. 2015. Т.20. С. 325 - 330.
109. Carruthers J.R. Origins of convective temperature oscillations in crystal growth melts // Journal of Crystals Growth. 1976. V. 32. P. 13-26.
110. Boyd G.D., Buehler E., Storz F.G. Linear and nonlinear optical properties of ZnGeP₂ and CdSe // Applied Physics Letters. 1971. V.18, N7.P. 301 - 303.
111. Солдатова А. Н., Юдин Н. А., Васильева А. В., Колмаков Е. А., Полуин Ю. П., Костыря И. Д. Лазер на парах стронция с частотой следования импульсов генерации до 1 МГц // Квантовая электроника. 2012.Т. 42, N 1. С. 31 – 33.
112. Евтушенко Г.С., Тригуб М. В., Губарев Ф. А., Торгаев С. Н. Лазерный проекционный микроскоп с покадровой регистрацией изображения // Известия Томского Политехнического Университета.2011 Т.319, № 4. С.154 – 158.
113. “The R-on-1 Test,” Lidaris LIDT Service, 2019 <http://lidaris.com/laserdamage-testing/>
114. Киреев П.С. Физика полупроводников, М.: Высшая школа, 1969. 590 с.
115. Кожина И.И., Борщевский А.С., // Вестник Ленинградского Государственного Университета.1971. No. 22. С. 87 - 92.
116. Дёмин В.В., Половцев И.Г., Симонова Г.В. Оптические измерения. Томск: Издательский дом Томского государственного университета, 2014. 578 с.
117. Kumbhakar P., Kobayashi T., Bhar G. Sellmeier dispersion relations for phase-matched terahertz in ZnGeP₂ // Applied Optics. 2004. V. 43, N 16. P. 3324 - 3328.
118. Soldatov A.N., Sabotinov N.V., Latush E.L., Chebotarev G.D., Vuchkov N.K., Yudin N.A. Strontium and Calcium Vapour Lasers V. II. Sofia: Academic Publishing House, 2014. 322 p.
119. Cheng C., He S. Optimal design for a copper vapor laser with a maximum output by using a genetic algorithm // Optical and Quantum Electronics. 2001. V. 33, N 1. P. 83–98.
120. Zemskov K. I., Isaev A.A., Kazaryan M. A., Petrash G. G., Rautian S. G. Use of unstable resonators in achieving the diffraction divergence of the radiation emitted from high-gain pulsed gas lasers // Sov. J. Quantum Electron.1974. V. 4, N 4.P. 474 - 477.

121. Isaev A. A., Kazaryan M. A., Petrash G. G., Rautian S. G. Converging beams in unstable telescopic resonators // *Sov. J. Quantum Electron.* 1974. V.4, N 6. P. 761 - 766.
122. Evtushenko G. S., Kirilov A. E., Kruglyakov V. L., Polunin Yu. P., Soldatov A. N., Filonova N. A. Control of the duration of copper vapor laser generation // *Journal of Applied Spectroscopy.* 1988. V. 49, N 5. P. 745-751.
123. Полуниин Ю. П., Юдин Н. А.. Управление характеристиками излучения лазера на парах меди // *Квантовая электроника.* 2003. Т. 33, № 9. С. 833–835.
124. Юдин Н.А., Юдин Н. Н. Эффективность накачки активной среды лазеров на парах металлов: газоразрядные трубки с электродами в горячей зоне разрядного канала // *Известия Высших Учебных Заведений. Физика.* 2016.Т. 59, № 6.Р. 809-817.
125. Василяк Л. М., Костюченко С. В., Кудрявцев Н. Н., Филюгин И. В. Высокоскоростные волны ионизации при электрическом пробое // *УФН.* 1994. V. 164, N 3. P. 263 – 286.
126. Aggarwal R. L., Lax V. *Nonlinear Infrared Generation* .New York: Academic, 1977. 28 p.
127. Чучупал С.В., Командин Г.А., Жукова Е.С., Прохоров А.С., Породинков О.Е., Спектор И.Е., Шакир Ю.А., Грибенюков А.И Механизмы Формирования Потерь В Нелинейно-Оптических Кристаллах $ZnGeP_2$ В Терагерцевой Области Частот// *Физика Твёрдого Тела.* 2014. V. 56. №7. С.1338-1344.

Приложения

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ

Физический ИНСТИТУТ



имени
П.Н. Лебедева

Российской академии наук

Ф И А Н

119991, Москва, ГСП-1
Ленинский проспект, 53, ФИАН
Телефоны: +7 (499) 135 14 29
 +7 (499) 132 65 54
Телефакс: +7 (499) 135 78 80
E-mail: office@sci.lebedev.ru
www.lebedev.ru

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

Федерального государственного
бюджетного учреждения науки

Физического института

им. П. Н. Лебедева РАН, д.ф.-м.н.

профессор С.Ю. Савинов



29 декабря 2020 г.

АКТ ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ НЕЛИНЕЙНО-ОПТИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ИЗ $ZnGeP_2$

Название: Нелинейно-оптические элементы, изготовленные из монокристалла $ZnGeP_2$ для генерации второй гармоники и суммарных частот излучения СО лазера.

Происхождение: Нелинейно-оптические элементы из монокристалла $ZnGeP_2$ изготовлены в ООО «Лаборатория оптических кристаллов» г. Томск в соответствии с Техническим заданием, утвержденным Договором поставки № ЗКЭФ-223/76-206/2019 от 29 августа 2019г.

Использовано с 1 ноября 2019г. по 30 сентября 2020 г. для проведения экспериментального исследования внутрирезонаторной генерации суммарных частот излучения СО-лазера в нелинейном кристалле $ZnGeP_2$, а также перестройки фазового синхронизма за счет изменения температуры кристалла. Исследования выполнялись в рамках проекта РНФ № 16-19-10619.

Апробация: Результаты исследований были доложены на трех научных конференциях:

1. XXXI международная конференция «Лазеры в науке, технике, медицине» («ЛАЗЕРЫ-2020»), 28 - 30 октября 2020, г. Москва, МИРЭА.
2. Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2020», 10 - 27 ноября 2020, Москва, МГУ.
3. XII конференция «Современные методы диагностики плазмы и их применение», 16-18 декабря 2020 г., Москва, НИЯУ МИФИ.

Публикации:

1. Ионин А.А., Киняевский И.О., Климачев Ю.М., Козлов А.Ю., Котков А.А., Сагитова А.М., Сеницын Д.В. «Широкополосный СО-лазер с внутрирезонаторным преобразованием частоты для диагностики плазмы», Сборник тезисов докладов XII конференции «Современные методы диагностики плазмы и их применение», Москва, НИЯУ МИФИ, с. 41-44, (2020).
2. Сагитова А.М., Ионин А.А., Киняевский И.О., Климачев Ю.М., Козлов А.Ю., Котков А.А., Сеницын Д.В. «Температурная перестройка фазового синхронизма в кристалле $ZnGeP_2$ при внутрирезонаторной генерации суммарных частот излучения СО-лазера», Сборник научных трудов XXXI международной конференции «Лазеры в науке, технике, медицине» («ЛАЗЕРЫ-2020»), Том 31, М.: МНТОРЭС им.А.С.Попова, с. 49-53, (2020).

Председатель комиссии: Рук. ОКРФ ФИАН, д.ф.-м.н.

А.А. Ионин

Члены комиссии:

внс ОКРФ ФИАН, к.ф.-м.н.

Д.В. Сеницын

снс ОКРФ ФИАН, к.ф.-м.н.

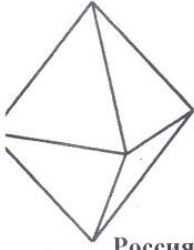
Ю.М. Климачев

снс, ОКРФ ФИАН к.ф.-м.н.

И.О. Киняевский

нс ОКРФ ФИАН, к.ф.-м.н.

А.Ю. Козлов



**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ**
«ЛАБОРАТОРИЯ ОПТИЧЕСКИХ
КРИСТАЛЛОВ»

Россия, 634040, г. Томск, ул. Высоцкого, 28, стр. 7
Тел.: +7-3822-283-123. Факс: +7-3822-283-123
e-mail: loc.ltd@yandex.ru, loc-ltd2@yandex.ru
сайт: loc-ltd.com/ru

ОКПО 42376280, ОГРН 1027000914885,
ИНН/КПП 7017007624 / 701701001

№

/

№

от

13.10.2020

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО «Лаборатория оптических
кристаллов» г. Томск

С.Н. Ульянов



«13» октября

2020 г.

АКТ

**о ВНЕДРЕНИИ В ПРОИЗВОДСТВО источника когерентного излучения в диапазоне
длин волн 3,5-4,8 мкм - параметрического генератора света (ПГ 3-5) совместной
разработки ООО «ЛОК» и НИ ТГУ**

Модуль параметрического генератора света на базе нелинейного кристалла $ZnGeP_2$ способен генерировать когерентное излучение в диапазоне длин волн 3,5-4,8 мкм со средней мощностью 1,5-7 Вт на частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульсов 25-30 нс. Импульсная энергия генерируемого излучения составляет 0,15 – 0,4 Дж. КПД преобразования излучения накачки на длине волны 2,097 мкм составляет 28%. Сменная коллимирующая оптика ИК-диапазона позволяет адаптировать ПГ 3-5 к различным лазерам накачки и обеспечивает модульность конструкции. Сменные зеркала резонатора позволяют дискретно менять длину волны генерации в указанном диапазоне. Имеется два оптических выхода и дихроичная сепарация генерируемого излучения сигнальной и холостой волн. Модуль ПГ 3-5 предусмотрен для использования совместно с Фурье-спектрофотометрами для решения различных спектральных задач. Благодаря использованию монокристаллов $ZnGeP_2$ с повышенной лучевой стойкостью, система обладает повышенными характеристиками непрерывной работы на отказ (время непрерывной работы составляет до 5 минут).

Разработка внедрена в производство в ООО «ЛОК» г. Томск 20 февраля 2018 г.

Члены комиссии:

Руководитель подразделения

Начальник отдела оптических измерений ООО
«ЛОК» С.Н. Подзывалов

Председатель комиссии по

установлению факта использования

главный технолог ООО «ЛОК» А.Ю.Трофимов

Авторы разработки:

Ведущий оптик ООО «ЛОК»

Н.Н. Юдин

Начальник отдела оптических измерений ООО «ЛОК»

С.Н. Подзывалов

