

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Южно-Уральский государственный университет
(национальный исследовательский университет)»**

Кафедра оптоинформатики

Выпускная квалификационная работа

**Исследование микроструктуры лазерной керамики методом
комбинационного рассеяния света**

Выполнил: студент группы Ф-451

Белов К.

Руководитель: Пихуля Денис Григорьевич

Челябинск 2019

Оглавление

Введение	3
1 Лазерная керамика и её спектры комбинационного рассеяния.	
Обзор литературы	4
1.1 Лазерная керамика и её получение	4
1.2 Спектры комбинационного рассеяния лазерных керамик на основе редкоземельных гранатов	10
1.3 Различие в интенсивности рассеяния света на зёрнах лазерной керамики	15
2 Получение и интерпретация спектров комбинационного рассеяния лазерных керамик на основе алюмо-лютециевого граната, легированного различными лантаноидами	18
2.1 Спектрометр комбинационного рассеяния ЗНЛ ИНТЕГРА Спектра (Зондовая НаноЛаборатория ИНТЕГРА Спектра)	18
Экспериментальное получение спектров комбинационного рассеяния лазерных керамик на основе алюмо-лютециевого граната, легированного различными лантаноидами	23
2.3 Получение рамановского изображения поверхности лазерной керамики на основе алюмо-лютециевого граната	24
Заключение	28
Литература	29

Введение

Лазерная керамика — это активная среда твердотельного лазера, которая эффективно исследуются в последнее время. Керамика обладает комплексом свойств, обеспечивающих ее некоторыми преимуществами и конкурентоспособностью по отношению к лазерным стеклам и к лазерным монокристаллам. Это в первую очередь, более дешёвый материал, чем монокристалл.

Современные образцы лазерной керамики позволяют получить выходную мощность излучения лазера выше 100 КВт. Наибольшее развитие в этом направлении получила лазерная керамика на основе алюмо-иттриевого граната, допированная ионами неодима (Nd:YAG).

В последнее время, также идёт развитие технологий получения других лазерных керамик на основе редкоземельных гранатов, например, на основе алюмо-лютециевого граната (LuAG). Именно эта керамика представляет интерес для данной работы, т.к. обладает более высокой теплопроводностью по сравнению с керамиками на основе алюмо-иттриевого граната (YAG).

Один из методов исследования лазерной керамики является метод спектроскопии комбинационного рассеяния, который позволяет судить о качестве керамики: составе, наличии примесей и её микроструктуре. Эти результаты могут помочь улучшить методы изготовления лазерной керамики.

Главная цель данной работы заключается в использовании метода комбинационного рассеяния света для исследования микроструктуры лазерной керамики на основе алюмо-лютециевого граната.

Необходимые задачи, которые нужно выполнить для достижения цели:

1) Получение спектров комбинационного рассеяния лазерных керамик на основе алюмо-лютециевого граната с помощью спектрометра комбинационного рассеяния.

2) Интерпретация спектров комбинационного рассеяния лазерных керамик на основе алюмо-лютециевого граната и сравнение со спектрами комбинационного рассеяния монокристалла алюмо-лютециевого граната.

3) Проведение сканирования образца лазерной керамики на основе алюмо-лютециевого граната методом спектроскопии комбинационного рассеяния.

4) Проанализировать результаты сканирования по необходимым параметрам для обнаружения зерновой структуры керамики и определения среднего размера зерна.

Заключение

Определены оптимальные условия и параметры, необходимые для получения спектров комбинационного рассеяния образцов лазерной керамики на основе редкоземельных гранатов. Источником возбуждающего излучения служил гелий-неоновый лазер с длиной волны 633 нм. Дифракционная решётка - 1800 шт/мм. Время выдержки – более 100 секунд.

Получены спектры комбинационного рассеяния образцов Nd:LuAG, Ce:LuAG и Yb:LuAG и сравнены с аналитическими значениями частот комбинационного рассеяния для монокристалла алюмо-лютециевого граната LuAG. Спектр монокристалла и лазерной керамики практически идентичный за исключением небольших (около $1\text{-}3 \text{ см}^{-1}$) спектральных смещения некоторых пиков. Это связано с присутствием активной примеси в керамике и с зерновой структурой керамики, которая создаёт дополнительные напряжения, сказывающиеся на некоторые колебательные частоты, связанные с определёнными пространственными симметриями.

Было проведено рамановское сканирование образца лазерной керамики 1at%Yb:LuAG.

Получены рамановские изображения на спектральном интервале 364-402 см⁻¹ и 249-274 см⁻¹.

Обнаружено, что лазерная керамика состоит из зёрен со средним размером около 20 мкм.

Литература

- [1] A. A. Kaminskii, “Laser crystals and ceramics: Recent advances,” *Laser and Photonics Reviews*. 2007.
- [2] С. Н. Багаев *et al.*, “Лазерная Nd³⁺:YAG керамика,” *Перспективные материалы*, vol. 4, 2012.
- [3] А. С. Егоров and А. П. Савикин, *Твердотельные лазеры с диодной накачкой на керамике, допированной ионами Nd³⁺ и Yb³⁺.* 2011.
- [4] М. Г. Иванов, Ю. Л. Копылов, В. Б. Кравченко, К. В. Лопухин, and В. В. Шемет, “Лазерная керамика ИАГ и Y₂O₃ из неагломерированных наноразмерных порошков,” *Неорганические Материалы*, vol. 50, no. 9, pp. 1028–1036, 2014.
- [5] D. Yan, P. Liu, X. Xu, J. Zhang, and D. Tang, “The phase, microstructure evolution and the Nd³⁺-function in the fabrication process of LuAG transparent ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 11, pp. 4043–4049, 2018.
- [6] A. Ikesue, T. Kinoshita, K. Kamata, and K. Yoshida, “Fabrication and Optical Properties of High-Performance Polycrystalline Nd:YAG Ceramics for Solid-State Lasers,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 78, no. 4. pp. 1033–1040, 1995.
- [7] Б. . III. С.Н. Багаев, В.В. Осипов, “Синтез керамической активной Nd:YAG лазерной среды,” *Оптика атмосферы и океана*, 2012.
- [8] С. Г. Гаранин; А. В. Дмитрюк; А. А. Жилин; М. Д. Михайлов; Н. Н. Рукавишников;, “Лазерная керамика. 1. Методы получения,” *Оптический журнал*, 2010.
- [9] A. Ikesue, “Optical Scattering Centers in Polycrystalline Nd : YAG Laser,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 22, no. 191734, pp. 1517–1522, 1997.
- [10] S. F. Wang *et al.*, “Transparent ceramics: Processing, materials and applications,” *Prog. Solid State Chem.*, vol. 41, no. 1–2, pp. 20–54, 2013.
- [11] M. Nikl, E. Mihokova, J. Pejchal, A. Vedda, Y. Zorenko, and K. Nejezchleb, “The antisite LuAl defect-related trap in Lu₃Al₅O₁₂:Ce single crystal,” *Phys. Status Solidi Basic Res.*, vol. 242, no. 14, pp. 119–121, 2005.
- [12] D. C. Brown, C. D. McMillen, C. Moore, J. W. Kolis, and V. Envid, “Spectral properties of hydrothermally-grown Nd:LuAG, Yb:LuAG, and Yb:Lu₂O₃ laser materials,” *J. Lumin.*, vol. 148, pp. 26–32, 2014.
- [13] K. Beil *et al.*, “Thermal and laser properties of Yb:LuAG for kW thin disk lasers,” *Opt. Express*, vol. 18, no. 20, pp. 1608–1610, 2010.
- [14] N. Jiang *et al.*, “Fabrication and laser performance of planar waveguide LuAG/Yb:LuAG /LuAG ceramics,” *Opt. Mater. (Amst.).*, vol. 89, no.

January, pp. 149–156, 2019.

- [15] C. Ma *et al.*, “Cation diffusion at the interface of composite YAG/Re:LuAG (Re = Nd or Yb) transparent ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 36, no. 10, pp. 2555–2564, 2016.
- [16] Y. Fu *et al.*, “Fabrication, microstructure and laser performance of Nd³⁺-doped Lu₃Al₅O₁₂ transparent ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 36, no. 3, pp. 655–661, 2016.
- [17] C. Hu *et al.*, “Antisite defects in nonstoichiometric Lu₃Al₅O₁₂:Ce ceramic scintillators,” *Phys. Status Solidi Basic Res.*, vol. 252, no. 9, pp. 1993–1999, 2015.
- [18] S. Qiao *et al.*, “Spectral properties and laser performance of Nd:Lu₃Al₅O₁₂ ceramic,” *Chinese Opt. Lett.*, vol. 13, no. 5, pp. 5–8, 2015.
- [19] C. Ma *et al.*, “Comparative investigation on Yb:YAG and Yb:LuAG transparent laser ceramics,” *Ceram. Int.*, vol. 41, no. 10, pp. 14635–14640, Dec. 2015.
- [20] Z. Hu *et al.*, “Suppression of the slow scintillation component of Pr:Lu₃Al₅O₁₂ transparent ceramics by increasing Pr concentration,” *J. Lumin.*, 2019.
- [21] A. A. Trofimov, M. R. Marchewka, and L. G. Jacobsohn, “Effects of sintering temperature on the microstructure and luminescence of LuAG:Pr ceramics,” *Radiat. Meas.*, vol. 122, pp. 34–39, 2019.
- [22] M. E. Witkowski, D. Zhou, W. Drozdowski, and J. Xu, “Scintillation properties and effect of thermal annealing in Lu₃Al₅O₁₂:Ce and Lu₃Al₅O₁₂:Pr ceramics,” *Opt. Mater. (Amst.)*, vol. 85, no. July, pp. 230–237, 2018.
- [23] I. L. Snetkov *et al.*, “Laser generation on Yb:LuAG ceramics produced by nanocrystalline pressure-less sintering in H₂,” *Laser Phys. Lett.*, vol. 15, 2018.
- [24] F. A. Videla *et al.*, “Quantitative description of yttrium aluminate ceramic composition by means of Er+3 microluminescence spectrum,” *Opt. Mater. (Amst.)*, vol. 79, pp. 78–83, 2018.
- [25] X. Chen *et al.*, “Influence of cerium doping concentration on the optical properties of Ce, Mg:LuAG scintillation ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 9, pp. 3246–3254, 2018.
- [26] C. Ma *et al.*, “CW and tunable performances of Yb:LuAG transparent ceramics with different doping concentrations,” *Opt. Mater. (Amst.)*, vol. 69, pp. 190–195, 2017.
- [27] C. Li *et al.*, “Polycrystalline Ho: LuAG laser ceramics: Fabrication,

- microstructure, and optical characterization," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 100, no. 5, pp. 2081–2087, 2017.
- [28] N. P. Barnes, M. G. Jani, and R. L. Hutcheson, "Diode-pumped , room-temperature Tm : LuAG laser," *Appl. Opt.*, vol. 34, no. 21, pp. 2–6, 1995.
 - [29] X. D. Xu *et al.*, "Crystal growth, spectral and laser properties of Nd:LuAG single crystal," *Laser Phys. Lett.*, vol. 6, no. 9, pp. 678–681, 2009.
 - [30] M. Du Chaoyang Ma, Fei Tang, Jiangfeng Zhu, "Spectral and Laser Properties of Yb:LuAG Transparent Ceramics Fabricated by Tape Casting Method," *Am. Ceram. Soc.*, vol. 6, pp. 1–6, 2016.
 - [31] K. Beil, S. T. Fredrich-thornton, R. Peters, K. Petermann, and G. Huber, "Yb-Doped Thin-Disk Laser Materials: A Comparison between Yb:LuAG and Yb:YAG," *Opt. Soc. Am.*, pp. 1–3, 2009.
 - [32] H. Ogino, A. Yoshikawa, J. H. Lee, M. Nikl, N. Solovieva, and T. Fukuda, "Growth and scintillation properties of Yb-doped Lu₃Al₅O₁₂crystals," *J. Cryst. Growth*, vol. 253, no. 1–4, pp. 314–318, 2003.
 - [33] A. Yoshikawa *et al.*, "Growth and optical properties of Yb doped new scintillator crystals," *Opt. Mater. (Amst.)*, vol. 24, no. 1–2, pp. 275–279, 2003.
 - [34] T. Kasamatsu, H. Sekita, and Y. Kuwano, "Temperature dependence and optimization of 970-nm diode-pumped Yb:YAG and Yb:LuAG lasers," *Appl. Opt.*, vol. 38, no. 24, pp. 5149–5153, 1999.
 - [35] S. Veronesi *et al.*, "Spectroscopy and efficient laser emission of Yb³⁺:LuAG single crystal grown by μ-PD," *Opt. Commun.*, vol. 285, no. 3, pp. 315–321, 2012.
 - [36] J. He *et al.*, "LD pumped Yb:LuAG mode-locked laser with 7.63ps duration," *Opt. Express*, vol. 17, no. 14, pp. 295–297, 2009.
 - [37] X. P. Qin *et al.*, "Diode pumped highly efficient Yb:Lu₃Al₅O₁₂ ceramic laser," *Laser Phys. Lett.*, vol. 9, no. 1, pp. 30–34, 2011.
 - [38] J. Dong, K. Ueda, and A. A. Kaminskii, "Laser-diode pumped efficient Yb:LuAG microchip lasers oscillating at 1030 and 1047 nm," *Laser Phys. Lett.*, vol. 7, no. 10, pp. 726–733, 2010.
 - [39] H. Nakao, A. Shirakawa, K. Ueda, H. Yagi, and T. Yanagitani, "CW and mode-locked operation of Yb³⁺-doped Lu₃Al₅O₁₂ ceramic laser," *Opt. Express*, vol. 20, no. 14, pp. 15385–15391, 2012.
 - [40] J. Körner *et al.*, "Spectroscopic characterization of Yb³⁺-doped laser materials at cryogenic temperatures," *Appl. Phys. B Lasers Opt.*, vol. 116, no. 1, pp. 75–81, 2014.
 - [41] J. Dong, K. I. Ueda, and A. A. Kaminskii, "Efficient passively Q-switched

- Yb:LuAG microchip laser," *Opt. Lett.*, vol. 32, no. 22, pp. 3266–3268, 2007.
- [42] K. Papagelis, G. Kanellis, J. Arvanitidis, G. A. Kourouklis, and S. Ves, "Phonons in Rare-Earth Aluminum Garnets and Their Relation to Lattice Vibration of AlO₄," *Phys. status solidi*, vol. 215, no. 1, pp. 193–198, Sep. 1999.
- [43] K. Papagelis and S. Ves, "Vibrational properties of the rare earth aluminum garnets," *J. Appl. Phys.*, vol. 94, no. 10, pp. 6491–6498, 2003.
- [44] A. A. Kaminskii *et al.*, "Stimulated Raman scattering in 'garnet' Lu₃Al₅O₁₂ ceramics - a novel host-materiel for Ln- and TM-lasant ions," *Laser Phys. Lett.*, 2011.
- [45] J.-J. Song, P. B. Klein, R. L. Wadsack, M. Selders, S. Mroczkowski, and R. K. Chang, "Raman-active phonons in aluminum, gallium, and iron garnets," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 63, no. 9, p. 1135, 1973.
- [46] Y. F. Chen *et al.*, "Raman scattering investigation of Yb: YAG crystals grown by the Czochralski method," *J. Raman Spectrosc.*, vol. 34, no. 11, pp. 882–885, 2003.
- [47] K. Papagelis, G. Kanellis, J. Arvanitidis, and S. Ves, "Phonon Modes in Yb₃Al₅O₁₂ : Pressure Dependence and Model Calculations," *Phys. Status Solidi Basic Res.*, vol. 343, pp. 343–348, 2001.
- [48] A. Lukowiak, R. J. Wiglusz, M. MacZka, P. Gluchowski, and W. Strek, "IR and Raman spectroscopy study of YAG nanoceramics," *Chem. Phys. Lett.*, vol. 494, no. 4–6, pp. 279–283, 2010.
- [49] J. Arvanitidis, K. Papagelis, D. Christofilos, H. Kimura, G. A. Kourouklis, and S. Ves, "High pressure Raman study of Y₃Al₅O₁₂," *Phys. Status Solidi Basic Res.*, vol. 241, no. 14, pp. 3149–3154, 2004.
- [50] K. Papagelis, J. Arvanitidis, G. Kanellis, and G. a Kourouklis, "High Pressure Raman Study of Lu₃Al₅O₁₂," *Phys. Status Solidi Basic Res.*, vol. 301, pp. 301–308, 1999.
- [51] A. A. Kaminskii *et al.*, "Stimulated Raman Scattering in Y₃Al₅O₁₂ Single Crystal," *Phys. Status Solidi*, vol. 181, no. 2, pp. R19–R20, 2000.
- [52] G. Mace, G. Schaack, T. Ng, and J. A. Koningstein, "Optical phonons of terbium-, dysprosium-,and ytterbium-garnet," *Zeitschrift für Phys.*, vol. 230, no. 5, pp. 391–402, 1970.
- [53] M. O. Ramirez *et al.*, "Three-dimensional grain boundary spectroscopy in transparent high power ceramic laser materials," *Opt. Express*, vol. 16, no. 9, p. 5965, Apr. 2008.
- [54] A. R. Thompson, T. C. Adam, K. M. Hultgren, and C. E. Thacker, "Ecology and Evolution Affect Network Structure in an Intimate Marine Mutualism,"

Am. Nat., vol. 182, no. 2, pp. E58–E72, Aug. 2013.

- [55] M. O. Ramirez, A. Stevenson, J. Stitt, G. L. Messing, and V. Gopalan, “Confocal Micro-Fluorescence and Raman Spectroscopy across Grain Boundaries in Transparent Nd³⁺:YAG Ceramic Laser Gain Media,” in *2007 Conference on Lasers and Electro-Optics (CLEO)*, 2007, pp. 1–2.
- [56] U. Aschauer, P. Bowen, and S. C. Parker, “Atomistic modeling study of surface segregation in Nd:YAG,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, no. 12, pp. 3812–3816, 2006.
- [57] U. Aschauer, P. Bowen, and S. C. Parker, “Surface and mirror twin grain boundary segregation in Nd:YAG: An atomistic simulation study,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 91, no. 8, pp. 2698–2705, 2008.