

ИССЛЕДОВАНИЕ СОВЕРШЕНСТВА СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ LiCaAlF₆ МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНОЙ АКУСТИКИ

© 2023 г. Е. Б. Желева^{1,2,*}, В. В. Семашко^{1,2,**}, А. А. Шавельев¹,
О. А. Морозов^{1,2}, В. М. Кяшкин¹, А. А. Карабутов², Ю. П. Бродниковский²

¹ФГАОУ ВО КФУ, Россия 420008 Казань, ул. Кремлевская, 18
²КФТИ ФИЦ КазНЦ РАН, Россия 420029 Казань, ул. Сибирский тракт, 10/7
E-mail: *stillsennin@mail.ru; **ua4psy@mail.ru

Поступила в редакцию 30.05.2023; после доработки 09.06.2023
Принята к публикации 09.06.2023

Исследованы акустические свойства кристаллов LiCaAlF₆ и влияние на них процедуры отжига. Методом лазерной акустики измерены скорости продольных и сдвиговых ультразвуковых волн вдоль направления оптической оси кристаллов, определены механические константы: модули упругости, всестороннего сжатия, сдвига и коэффициент Пуассона. Установлено, коэффициент затухания ультразвуковых колебаний в диапазоне частот 1—15 МГц может служить характеристикой оптического совершенства данных кристаллов. Обнаружен эффект ультразвукового отжига образцов кристаллов LiCaAlF₆ при длительном воздействии импульсного ультразвука.

Ключевые слова: лазерные кристаллы, лазерная акустика, дефектоскопия, коэффициент затухания, ультразвуковой отжиг.

DOI: 10.31857/S0130308223080109, EDN: DZSGPO

ВВЕДЕНИЕ

Кристаллическая матрица LiCaAlF₆ (LiCAF) имеет наибольшую ширину запрещенной зоны (~100000 см⁻¹) среди известных материалов, что позволяет при ее активации ионами Ce³⁺ реализовать УФ перестраиваемый лазер с уникальными характеристиками [1]. Кроме того, благодаря своим спектрально-кинетическим свойствам и относительно узкой ширине фононного спектра (< 600 см⁻¹), кристаллы Cr:LiCAF успешно конкурируют с известными активными средами ближнего ИК-диапазона: Cr³⁺:BeAl₂O₄ и Ti³⁺:Al₂O₃, демонстрируя возможность перестройки частоты, высокую энергетическую эффективность лазерной генерации, пригодность для накачки излучением импульсных Хе-ламп или лазерных диодов с длиной волны ~650 нм в сочетании с удобством технической реализации и эксплуатации [2]. Однако выращивание совершенных кристаллов LiCAF достаточно трудоемко и разработка технологии их синтеза остается актуальной. Традиционно, оптическое совершенство кристаллов оценивается поляризационными и интерферометрическими методами, что, однако, требует значительных усилий и временных затрат на подготовку образцов для исследований, заключающейся в их прецизионной шлифовке и полировке. Кроме того, результаты подобных исследований зачастую носят качественный характер. Целью настоящей работы является оценка возможностей использования лазерно-акустической методики для оперативной и количественной оценки совершенства синтезируемых кристаллов LiCAF и эффективности процедуры их отжига.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ, РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Кристаллы LiCAF были выращены из расплава методом Бриджмена в НИЛ МРС и КЭ им. С.А. Альтшулера КФУ. Было установлено, что по всей их длине наблюдается анизотропное рассеяние света на микроскопических дефектах неизвестной природы, которые успешно устраняются 48-часовым отжигом образцов в атмосфере CF₄ при температуре на 10—15 °С ниже температуры плавления кристалла. Отжиг также значительно улучшил оптическую однородность образцов, измеряемую с помощью интерферометра Жамена ($\Delta n \leq 1,2 \times 10^{-5}$). Рентгеноструктурный анализ с пространственным разрешением показал, что в неотожженных образцах имеет место микроблочность по всему их объему. Размер блоков достигает несколько десятков микрометров, а блоки разориентированы между собой на угол до 0,15°. Отжиг приводит к увеличению размеров блоков до долей миллиметров и уменьшению их взаимной разориентации до 0,03—0,04°.

Образцы кристаллов № 1 и № 2 до и после отжига соответственно также были исследованы методом контактной лазерно-акустической дефектоскопии с использованием дефектоскопа УДЛ-

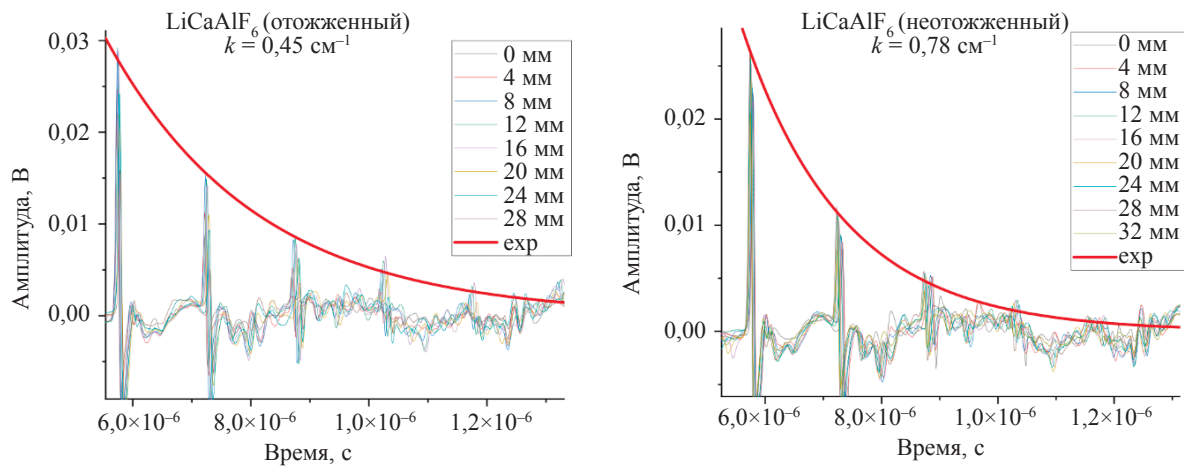
2М. Особенностью данного прибора является генерация пачки коротких импульсов ультразвука длительностью 50—70 нс с пиковым давлением 25 кПа. Частота повторения импульсов до 1 кГц. Прибор позволяет осуществлять прецизионные измерения скоростей продольных и сдвиговых ультразвуковых волн (УЗВ), локально определять механические константы образцов, исследовать частотно-зависимые характеристики затухания ультразвука. Эксперимент проводили по следующей технологии: в качестве иммерсионной жидкости, обеспечивающей акустический контакт датчика прибора УДЛ-2М, использовалась вода. Измерения осуществляли в разных точках образца, располагающихся на расстоянии 4 мм друг от друга. Скорости продольных и сдвиговых волн определяли по времени задержки донных сигналов. Затем на основании измерений скоростей звука вычисляли механические константы. Результаты измерений сведены в табл. 1.

Таблица 1

Механические константы кристаллов LiCAF до и после отжига
(c_L и c_S — скорости продольной и сдвиговой УЗВ, E — модуль упругости, k — модуль всестороннего сжатия, G — модуль сдвига, ν — коэффициент Пуассона)

Образец	c_L , м/с	c_S , м/с	E_1 , ГПа	K_1 , ГПа	G_1 , ГПа	ν_1	c_{S2} , м/с	E_2 , ГПа	K_2 , ГПа	G_2 , ГПа	ν_2
1	6146±8	1706±8	25,4±0,2	101,3±0,3	8,7±0,1	0,46	1552±8	21,1±0,2	103,3±0,4	7,2±0,1	0,47
2	6150±12	1702±14	25,3±0,4	101,5±0,3	8,7±0,1	0,46	1553±3	21,1±0,1	103,4±0,4	7,2±0,1	0,47

Коэффициент затухания в области частот УЗВ 1-15 МГц определяли путем измерения амплитуд донных сигналов и аппроксимации их уменьшения со временем экспоненциальной функцией (рис. 1). Потери энергии УЗВ на отражения от поверхностей образцов рассчитывали согласно рекомендациям работы [5]. Установлено, что коэффициент затухания в неотожженных образцах достигал $0,78 \text{ см}^{-1}$, тогда как в образцах после отжига он составил лишь $0,45 \text{ см}^{-1}$. Полученные результаты укладываются в представления о рассеяния УЗВ на границах микроблоков, что позволяют предположить, что наблюдаемое рассеяние света в неотожженных образцах обусловлено их блочной структурой, а метод лазерно-акустической дефектоскопии может с успехом применяться для локальной оценки и эффективности методов повышения совершенства структуры прозрачных и непрозрачных материалов.

Рис. 1. Зависимости затухания ультразвуковых импульсов в образцах LiCaAlF₆.

ВЫВОДЫ

Отжиг кристалла действительно улучшает оптическое качество кристалла. Ультразвуковые методы могут быть использованы для анализа совершенства кристаллической структуры данного

кристалла (рассматриваем коэффициент затухания). Обнаружено, что длительное воздействие применяемого для исследований ультразвука приводит к постепенному уменьшению коэффициента затухания УЗВ и снижению анизотропного коэффициента рассеяния лазерного излучения в исследованных образцах.

Работа проведена за счет субсидии FZSM-2023-0012, выделенной Казанскому федеральному университету на выполнение государственного задания в сфере научной деятельности, исследование акустических характеристик кристаллов — в рамках государственного задания ФИЦ «Казанский научный центр РАН».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Semashko V.V.* Problems in searching for new solid-state UV-and VUV-active media: The role of photodynamic processes // *Phys. Solid State*. 2005. V. 47. P. 1507—1511.
2. *Demirbas U.* Cr: Colquiriite Lasers: Current Status and Challenges for Further Progress // *Progress in Quantum Electronics*. 2019. V. 68. Art. № 100227.
3. *Shavelev A.A., Shakirov A.A., Lukinova E.V., Aglyamov R.D., Naumov A.K., Semashko V.V., Nizamutdinov A.S., Palianov P.A., Panchenko Yu.N., Bobrovnikov S.M.* Growing LiCAF crystal with 3 at% Cr³⁺ and studying its properties // *Proceedings of SPIE — The International Society for Optical Engineering*. 2019. V. 11322. Art. № 113221L.
4. *Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М.* Теория упругости / Издание 5-е, стереотипное. М.: Физматлит, 2007. 259 с. (Теоретическая физика, т. VII). ISBN 5-9221-0122-6.
5. Справочник по технической акустике. Пер. с нем. / Под ред. М. Хекла и Х.А. Мюллера. Ленинград: Изд-во Судостроение, 1980. 440 с.