

АППАРАТУРА И МЕТОДЫ ОПТИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УДК 539.231

Диэлектрическое поляризационное зеркало для систем ПГС среднего ИК-диапазона

М.М. Зиновьев^{1, 2}✉, В.С. Кузнецов², Н.Н. Юдин^{1, 2},
С.Н. Подзывалов², Е.С. Слюнько², А.Б. Лысенко²,
А.Ю. Кальсин², Д.В. Власов¹, М.А. Черемис^{1*}

¹Институт оптики атмосферы им. В.Е. Зуева СО РАН
634055, г. Томск, пл. Академика Зуева, 1

²Национальный исследовательский Томский государственный университет
634050, г. Томск, пр. Ленина, 36

Поступила в редакцию 14.04.2023 г.;
после доработки 4.07.2023 г.;
принята к печати 27.07.2023 г.

Представлены результаты разработки поляризационного диэлектрического зеркала на подложке ZnSe для лазерных систем среднего ИК-диапазона. Расчет пленочной периодической структуры проводился в программном обеспечении Optilayer. В качестве материалов для создания интерференционного покрытия использовались сульфид цинка (ZnS) и фторид иттербия (YbF₃). Определены оптические параметры этих материалов в широком спектральном диапазоне. Расчет пленочной периодической структуры проводился в программном обеспечении Optilayer, а само покрытие нанесено на подложку методом ионно-лучевого распыления. Порог лазерно-индуцированного пробоя диэлектрического зеркала излучением Ho:YAG-лазера с длиной волны 2,097 мкм составил 4 Дж/см² при частоте следования импульсов 10 кГц и длительности импульса по полувысоте 30 нс. Зеркало апробировано в системе параметрического генератора на основе монокристалла ZnGeP₂ (ZGP). Эффективность параметрического преобразования в резонаторе с кристаллом ZnGeP₂ при использовании данного зеркала достигает 30%.

Ключевые слова: диэлектрическое зеркало, параметрический генератор света, подложка, средний ИК-диапазон, ZnSe, ZnGeP₂; dielectric mirror, optical parametric oscillator, substrate, mid-IR range, ZnSe, ZnGeP₂.

Введение

В настоящее время активно развиваются лазерные системы, основанные на твердотельных излучателях, преобразователях частоты, таких как системы параметрической генерации света (ПГС). Существует ряд нелинейных материалов, пригодных для получения излучения в диапазоне длин волн $\lambda = 2-5$ мкм на основе параметрической генерации – ферроэлектрические оксиды, в частности ниобат лития (LiNbO₃), фосфат титаната калия, арсенат титанила калия [1–4]. Параметрическая генерация в таких материалах достигается за счет квазифазового синхронизма, получаемого благодаря периодически поляризованной структуре данных материалов [5].

В диапазоне 4–12 мкм для генерации излучения используют другие нелинейно-оптические материалы: кристаллы на тройных соединениях с решеткой типа халькопирит: AgGaSe₂, ZnGeP₂ [6, 7]. Они могут быть применены в качестве активного элемента для создания источников с дискретным набором длин волн или плавной перестройкой по спектральному диапазону [8]. Такие системы представляют значительный интерес для зондирования атмосферы и дистанционного определения состава веществ [9, 10], мониторинга экологической обстановки и определения размеров мелкодисперсных объектов [11, 12].

В средней ИК-области спектра ($\lambda = 3-5$ мкм) лежат фундаментальные полосы поглощения многих промышленных и природных газов. Интенсивности полос поглощения в указанной области могут на порядок превосходить интенсивности полос поглощения в других областях спектра. Природный газ на 70–80% состоит из метана, полосы поглощения которого в среднем ИК-диапазоне попадают в окно прозрачности атмосферы, в связи с чем дистанционное определение утечки газа из магистральной газопроводной системы предпочтительнее вести с использованием линий поглощения именно метана.

* Михаил Михайлович Зиновьев (micha9229@gmail.com); Владимир Сергеевич Кузнецов (robert_smith_93@mail.ru); Николай Николаевич Юдин (rash3@yandex.ru); Сергей Николаевич Подзывалов (cginen@yandex.ru); Елена Сергеевна Слюнько (elenohka266@mail.ru); Алексей Борисович Лысенко (festality@yandex.ru); Андрей Юрьевич Кальсин (andreykalsin@gmail.com); Денис Васильевич Власов (dv472@mail.ru); Мария Александровна Черемис (cma0383@gmail.com).

Поэтому указанные в статье ПГС можно использовать, например, для мониторинга экологической обстановки вблизи магистральных газопроводов, с целью предотвращения утечек газа из трубопровода.

Помимо нелинейно-оптических кристаллов не менее важным элементом, позволяющим существенно повысить эффективность преобразования излучения накачки в системах ПГС, являются зеркала резонатора. К ним предъявляются жесткие требования: к отражательной способности ($R, \%$) в определенных спектральных диапазонах, а также к величине порога лазерно-индуцированного пробоя (ПЛИП). Отражательную способность, как правило, можно улучшить путем увеличения числа слоев диэлектрического зеркала и выбором прозрачной в нужном диапазоне подложки. Особенно сложным изготовление зеркального покрытия становится, когда необходимо разделять излучение по поляризации (например, излучение накачки и генерации), а также обеспечить эффективную работу зеркала, расположенного под необходимым углом в системе. Увеличение значений ПЛИП таких зеркал — задача нетривиальная, требующая подбора как подложки, так и пленкообразующих материалов с целью снижения механических напряжений всей структуры, а также адгезии пленки к подложке [13].

На сегодняшний день для получения диэлектрических пленок с высокими значениями ПЛИП на различных подложках наиболее распространены методы электронно-лучевого осаждения (в том числе с ассистированием, IAD — Ion Assist Deposition), ионно-лучевого осаждения (IBS — Ion Beam Sputtering) [14], а также сравнительно новый метод атомно-слоевого осаждения (ALD — Atomic Layer Deposition) [15]. Каждый из методов обладает своими достоинствами и недостатками. В настоящей работе мы использовали метод ионно-лучевого распыления (ИЛР) при напылении зеркала. ИЛР — метод осаждения пленок в вакууме при распылении материалов мишени ионным пучком. Преимущество данного метода — распыление практически всех материалов (включая тугоплавкие), в том числе металлических мишеней, в реактивной среде (например, кислород), оксидных мишеней, а также керамических мишеней фторидов, сульфидов и селенидов. Напыление пленок производится в вакууме с характерным давлением 10^{-4} – 10^{-5} Па. Высокая энергия ионов при распылении методом ИЛР позволяет получать плотные пленки с минимальным количеством пор, что положительно сказывается на значениях их ПЛИП. К недостатку метода ИЛР можно отнести низкую скорость распыления материалов и, как следствие, долгое нанесение покрытий.

Цель данной работы — создать диэлектрическое зеркальное покрытие на подложке из селенида цинка ($ZnSe$) с разделением по поляризациям излучения накачки и генерации для резонатора ПГС на базе монокристалла ZGP ($ZnGeP_2$). Выбор $ZnSe$ в качестве подложки обусловлен его прозрачностью в широком спектральном диапазоне от 0,65 до 12 мкм длин волн. Типичный коэффициент поглощения (α)

$ZnSe$ -окна, полученного методом химического осаждения из газовой фазы (CVD-метод), составляет $\leq 5 \cdot 10^{-4} \text{ см}^{-1}$ [16]. Подложка из $ZnSe$, в отличие от, например, кварца или сапфира (широко используемых в оптике ближнего ИК-диапазона), обладает значительно меньшей твердостью по шкале Мооса. Твердость $ZnSe$ составляет 3–4 ед., в то время как сапфир имеет твердость порядка 9 ед. При этом твердые оксидные покрытия с существенными механическими напряжениями обладают низкой адгезией к подложке из $ZnSe$, а также склонны к растрескиванию [17]. Поэтому для нанесения оптического покрытия на подложки из $ZnSe$ мы использовали материалы с меньшими механическими напряжениями: сульфид цинка (ZnS) и фторид иттербия (YbF_3) как наиболее подходящие для среднего ИК-диапазона. Отметим, что опубликованы работы, в которых широко применяется пара материалов ZnS/YF_3 (фторид иттрия) для создания многослойных интерференционных покрытий на $ZnSe$ -подложках. Однако в работе [18] было указано, что YbF_3 обладает меньшими механическими напряжениями и, следовательно, меньшей вероятностью растрескивания слоя, чем YbF_3 при сравнимой толщине слоя. Поэтому, исходя из результатов ранее проводимых работ, мы выбрали YbF_3 в качестве низкопреломляющего слоя в сочетании с высокопреломляющим ZnS .

1. Требования к зеркалу, подложке и оптические характеристики используемых материалов

Для использования зеркала в лазерных системах, основанных на принципах ПГС, оно должно с минимальными потерями пропускать излучение накачки, чтобы не допускать образования в резонаторе стоячих волн и переотражений от непропретивленных граней, которые могут привести к оптическому пробою как зеркал резонатора, так и самого активного элемента. При этом для создания положительной обратной связи в резонаторе часть генерируемого излучения необходимо возвращать в резонатор. В табл. 1 представлены требования к оптическим характеристикам разрабатываемого зеркала для ПГС на базе кристалла ZGP, генерирующего излучение в диапазоне $\lambda = 3,5$ – $5,0$ мкм, с накачкой излучением Но:YAG-лазера на $\lambda = 2,097$ мкм.

Для расчета структуры оптических покрытий, состоящих из нескольких слоев с параметрами, указанными в табл. 1, сначала необходимо получить оптические характеристики каждого монослоя: дисперсии показателя преломления и коэффициента поглощения в широком спектральном диапазоне. Данную процедуру необходимо выполнять для каждой новой распыляемой мишени (материала), так как эти параметры могут отличаться, что скажется на итоговых характеристиках оптического покрытия.

Таблица 1

Технические требования к разрабатываемому зеркалу

Тип зеркала	Оптическое покрытие		Материалы, используемые для изготовления покрытия	Подложка
	Сторона 1	Сторона 2		
Светоделительное поляризационное диэлектрическое зеркало	<p>Покрытие светоделительное с коэффициентом отражения $R = 45\text{--}55\%$ (<i>s</i>-поляризация) в диапазоне $\lambda = 3,0\text{--}4,0$ и $4,4\text{--}5,0$ мкм.</p> <p>Покрытие просветляющее с $R \leq 1\%$ на $\lambda = 2,097$ мкм (<i>p</i>-поляризация).</p> <p>Угол падения 45°.</p>	<p>Покрытие просветляющее с $R \leq 1\%$ на $\lambda = 2,097$ мкм (<i>p</i>-поляризация) и в диапазоне $\lambda = 3,0\text{--}4,0$ и $4,4\text{--}5,0$ мкм (<i>s</i>-поляризация).</p> <p>Угол падения 45°.</p>	ZnS/YbF ₃	ZnSe

Методика получения дисперсий слоев заключается в том, что необходимо напылять пленки материалов на подложку с известными оптическими характеристиками, а затем определять их пропускание и отражение в видимой и ИК-областях спектра. Для этих целей мы использовали оптически прозрачное стекло K8 (диапазон пропускания 0,4–2,0 мкм), стекло марки Asahi (диапазон пропускания 0,4–1,1 мкм) и подложки из германия, кремния и ZGP для описания слоев в ИК-области спектра. Для низкопреломляющих слоев толщина должна быть выше, чем для высокопреломляющих. Это связано с тем, что у низкопреломляющих слоев и используемых подложек коэффициенты преломления слабо различаются, поэтому, чтобы получить достаточное для описания количество и качество интерференционных пиков, необходимо напылять толстые слои материала, порядка 1 мкм толщиной.

Оптическое пропускание монослоев в видимой и ближней ИК-областях измерялось спектрометром Shimadzu UV-3600Plus, а в ИК-области – Фурьеспектрофотометром Simex FT-801. На рис. 1 показаны спектры пропускания высокопреломляющего монослоя ZnS толщиной ~600 нм и низкопреломляющего монослоя YbF₃ толщиной ~1000 нм на подложке из оптического стекла K8.

Из спектра пропускания монослоя YbF₃ видно, что присутствует расхождение максимумов интерференционных пиков от уровня подложки во всем измеряемом диапазоне спектра. Однако для высокопреломляющего слоя ZnS в области спектра от 0,6 до 2 мкм этого не наблюдается. Такое поведение связано с погрешностью измерений прибора при низком уровне сигнала, разница между уровнем пропускания подложки и максимумами пропускания монослоя составляет менее 0,4%. Поэтому там, где это было возможно, проводились измерения отражения данных слоев от подложек с высоким показателем преломления (кремний, германий, ZGP). Таким образом, комбинируя различные подложки, для исследуемых материалов был получен ряд спектров пропускания и отражения в широком диапазоне: от видимой до ИК-области. На основе этих данных был проведен математический расчет дисперсий показателя преломления и поглощения в программном модуле OptiChar, входящем в состав ПО Optilayer.

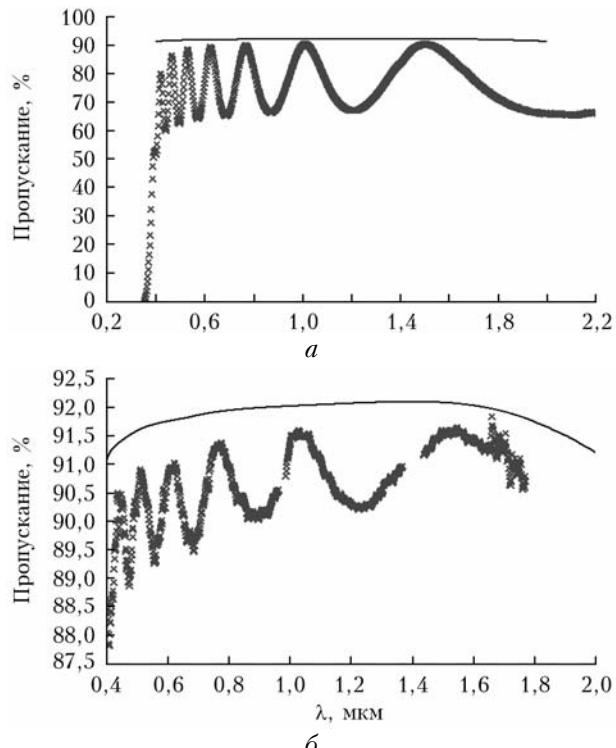


Рис. 1. Спектры пропускания высокопреломляющего монослоя ZnS (а) и низкопреломляющего монослоя YbF₃ (б): черная кривая – уровень пропускания используемой подложки (стекло K8); × – экспериментальные точки пропускания монослоя

На рис. 2 и 3 приведены дисперсии коэффициента преломления и поглощения на $\lambda = 0,4\text{--}10$ мкм для исследуемых материалов ZnS и YbF₃.

Согласно зависимостям на рис. 2 ZnS практически прозрачен в диапазоне от 0,6 до 10 мкм [19]. В области длин волн меньше 0,6 мкм характерно резкое повышение коэффициента поглощения и показателя преломления, а пропускание резко падает. Это связано с шириной запрещенной зоны материала, при которой на $\lambda < 0,6$ мкм наблюдается резонансное поглощение [20]. В диапазоне прозрачности 0,6–10 мкм показатель преломления слабо изменяется ($\Delta n \sim 0,2$), плавно монотонно убывая.

Полученные дисперсии для низкопреломляющего слоя YbF₃ обусловлены широким интервалом прозрачности – от 0,4 до 8,5 мкм ($\alpha \leq 10^{-10}$ см⁻¹),

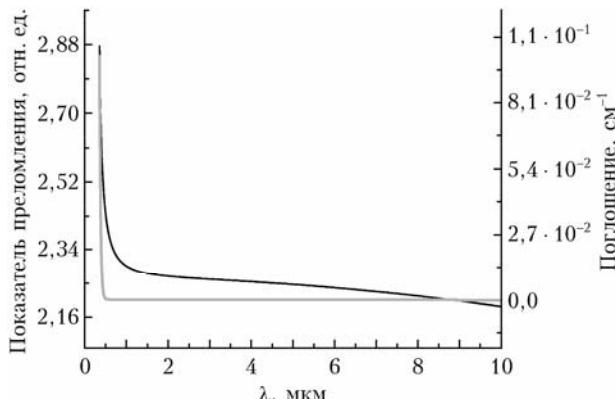


Рис. 2. Дисперсии показателя преломления (черная кривая) и поглощения (серая кривая) ZnS

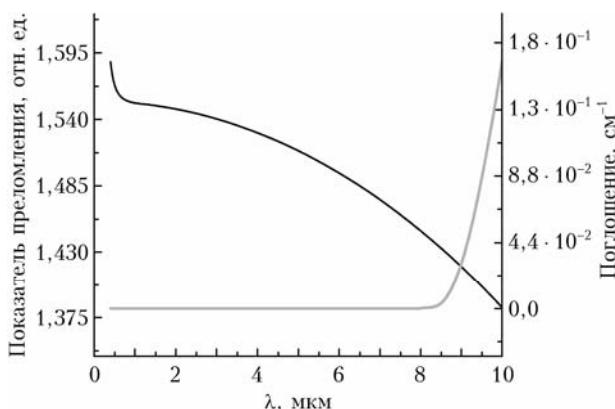


Рис. 3. Дисперсии показателя преломления (черная кривая) и поглощения (серая кривая) YbF_3

а также слабым изменением показателя преломления. Представленные в работе данные хорошо согласуются с открытыми источниками [21, 22].

2. Расчет спектральных характеристик поляризационного зеркала

По оптическим характеристикам было определено, что исследуемые материалы обладали окном прозрачности в требуемом для нанесения оптических покрытий диапазоне 2–5 мкм. Поэтому полученные дисперсии были использованы для расчета структуры оптического покрытия подложки из ZnSe согласно указанным в табл. 1 требованиям с помощью программного обеспечения Optilayer. Разработанное поворотное диэлектрическое зеркало является, по сути, светофильтром с разделением излучения по поляризациям под углом 45° . Для первой стороны было рассчитано диэлектрическое покрытие, согласно которому зеркало должно было отражать 45–55% излучения ПГС в диапазоне 3–5 мкм с *s*-поляризацией и максимально пропускать излучение накачки 2,097 мкм с *p*-поляризацией ($R \leq 1\%$). Смоделированный спектр для первой стороны зеркала приведен на рис. 4, *a*. На длине волны накачки с *p*-поляризацией расчетный спектр отражения составил $R \leq 0,7\%$, а при $\lambda = 3–5$ мкм для *s*-поляризованного излучения $R = 50 \pm 2\%$. Покрытие для

первой стороны состояло из 11 слоев общей толщиной 1851 нм.

Для второй стороны были рассчитаны параметры просветляющего покрытия для требуемых длин волн, спектр которого приведен на рис. 4, *b*. Видно, что на длине волны накачки с *p*-поляризацией теоретическое отражение составляет $R \leq 0,5\%$. Для *s*-поляризованного излучения генерации ПГС $R \leq 1\%$. Так как поглощение в подложке из ZnSe толщиной 2 мм практически отсутствует в целевом диапазоне, то оно не учитывалось.

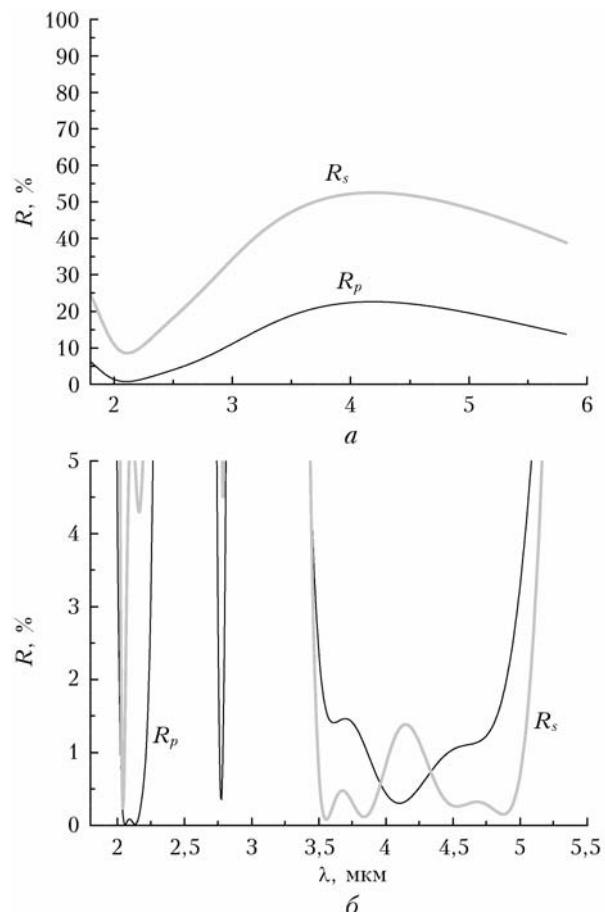


Рис. 4. Расчетный спектр отражения излучения от первой (*a*) и второй сторон зеркала (*b*) с *p*-поляризацией (R_p) (накачка на 2,097 мкм) и *s*-поляризацией (R_s) (в диапазоне генерации ПГС 3–5 мкм)

Таким образом, рассчитанные характеристики зеркала соответствовали требованиям, указанным в табл. 1. Покрытие для второй стороны состояло из 24 слоев общей толщиной ~ 4900 нм.

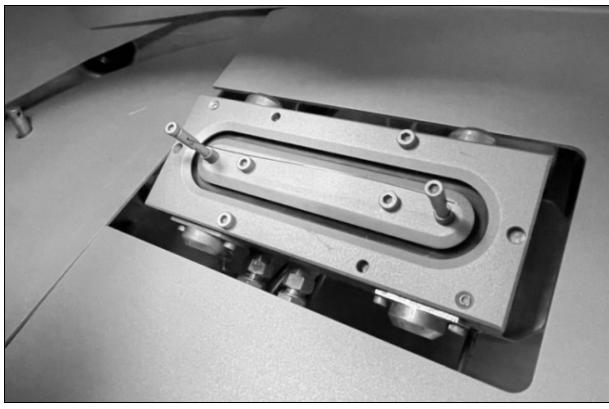
3. Отработка режимов напыления интерференционных зеркал методом ионно-лучевого напыления

Для создания диэлектрического зеркального покрытия на подложке из ZnSe было использовано вакуумно-напылительное оборудование «Аспира-200», в котором установлен кольцевой ионный источник,

работающий по принципу ускорителя с анодным слоем (рис. 5, а). Максимальная энергия ионов достигает 1500 эВ. Напряжение ускорения варьируется в диапазоне от 500 до 4500 В. В установке также предусмотрен отдельный источник ионной очистки подложек непосредственно перед нанесением покрытия (рис. 5, б). Очистка может выполняться с энергией ионов 100–1000 эВ. Компенсация ионного заряда на мишениях и подложках осуществляется отдельным автоматизированным блоком управления с прямонакальных вольфрамовыми катодами по принципу термоэмиссии электронов.



а



б

Рис. 5. Ионный источник распыления с установленными на нем компенсаторами (а) и источник ионной очистки (б)

Используемые в работе мишины представляли собой диски диаметром 101,6 мм и толщиной 6 мм (рис. 6). Мишины закреплялись на водоохлаждаемое основание.

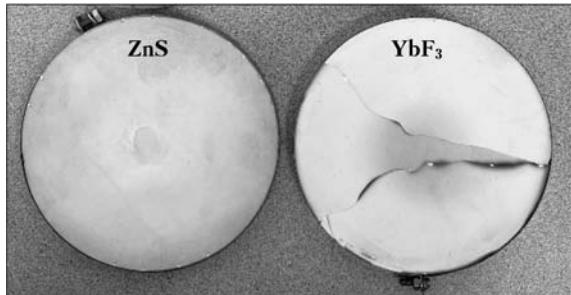


Рис. 6. Мишины материалов, используемые при напылении оптических покрытий

В установке предусмотрены нагрев подложек до 250 °С и поддержание заданной температуры на протяжении всего процесса нанесения покрытий. При помощи этой процедуры также возможен отжиг покрытий в вакуумной камере в течение нескольких часов.

До начала процесса нанесения рассчитанных диэлектрических покрытий на подложку была выполнена отработка технологических режимов напыления используемых материалов методом ионно-лучевого напыления. В качестве мишеней были использованы следующие материалы: ZnS чистотой 99,995% (4N); YbF₃ чистотой 99,95% (3N). Керамические мишины ZnS и YbF₃ распылялись в атмосфере особо чистого аргона (99,999%). Газовые параметры и ускоряющие напряжения ионного источника для распыляемых материалов приведены в табл. 2.

Таблица 2
Режимы распыления используемых материалов мишеней

Напыляемый материал	Проток Ar, см ³ /мин	Ускоряющее напряжение, кВ	Скорость осаждения слоя, нм/с	Остаточное давление в камере перед началом напыления, Па	Рабочее давление в камере при напылении, Па
YbF ₃	15	1,7	0,015	5 · 10 ⁻⁴	5,0 · 10 ⁻²
ZnS	13	2,3	0,030	5 · 10 ⁻⁴	3,3 · 10 ⁻²

При поиске оптимальных режимов распыления материалов было установлено, что при распылении керамических двухкомпонентных мишеней из ZnS и YbF₃ ускоряющие напряжения должны быть существенно ниже, чем, например, при распылении чистых металлов или оксидов. Это связано с тем, что при высокой энергии ионов, действующих на мишень, двухкомпонентное соединение может диссоциировать на исходные компоненты, что неизбежно влечет рост поглощения в пленках и отклонение от стехиометрии состава. Также был установлен факт физического разрушения самой мишени (растрескивание на несколько частей, рис. 6, мишень из YbF₃) при воздействии на нее высокоэнергетического ионного пучка. Таким образом, были отработаны режимы распыления для материалов ZnS и YbF₃, при которых были получены дальнейшие результаты, представленные в данной работе.

4. Исследование созданных зеркал, определение их спектральных характеристик, сравнение с расчетными данными

После напыления зеркало было исследовано на соответствие заявленным параметрам, а также протестировано на адгезию и истирание. Нанесенное на подложку из ZnSe оптическое зеркальное покрытие представлено на рис. 7. Оно успешно прошло тест на адгезию и истирание согласно ГОСТу [23]. Исследования с помощью оптического микроскопа

и цифровой голограммической камеры показали отсутствие дефектов нанесенных пленок.



Рис. 7. Диэлектрическое зеркальное покрытие, нанесенное на подложку из ZnSe

При напылении диэлектрических зеркальных покрытий для оценки параметров покрытия в камеру также загружалась матированная с одной стороны ZnSe-пластина толщиной 1 мм, на которую наносилось покрытие. Это позволяло измерить отражение наносимого покрытия от одной стороны. У спектрофотометра Simex FT-801 был ряд приставок для измерения спектров отражения, в том числе с необходимым углом отражения в 45° , и поляризатор.

На рис. 8 приведены спектры отражения оптического покрытия первой стороны диэлектриче-

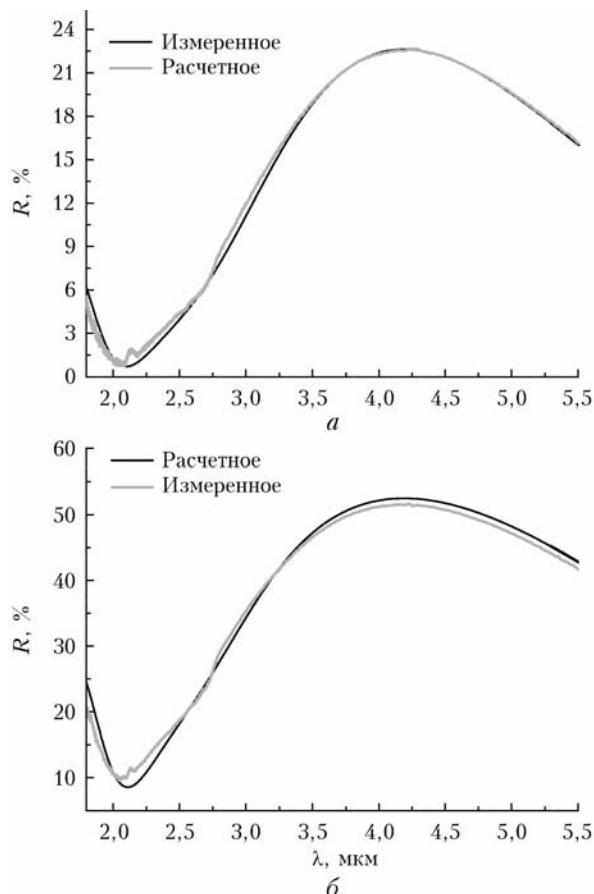


Рис. 8. Спектры отражения оптического покрытия, нанесенного на первую сторону диэлектрического поляризационного зеркала: для накачки в области 2,097 мкм с *p*-поляризацией (*a*); для области генерации ПГС 3–5 мкм с *s*-поляризацией (*b*)

ского поляризационного зеркала для накачки в области 2,097 мкм с *p*-поляризацией и в области генерации ПГС 3–5 мкм с *s*-поляризацией.

На длине волны накачки для *p*-поляризованного света $R = 1\%$, что удовлетворяет требованиям из табл. 1. Эмпирически полученная характеристика отражения находится в согласии с расчетным спектром отражения для первой стороны зеркала, что говорит о точном определении дисперсий показателя преломления и поглощения используемых материалов, а также подложки.

Оптическая характеристика в области 3–5 мкм также хорошо коррелирует с расчетной: $R_s = 45$ –53%, что удовлетворяет требованиям к зеркалу (см. табл. 1).

На рис. 9 представлены спектры отражения оптического просветляющего покрытия второй стороны диэлектрического поляризационного зеркала для накачки в области 2,097 мкм с *p*-поляризацией и в области генерации ПГС 3–5 мкм с *s*-поляризацией. Видны незначительные отклонения спектральных кривых, а величина отражения выше расчетной на $\Delta R = 0,4\%$, что связано, по-видимому, с остаточным отражением от матированной стороны образца.

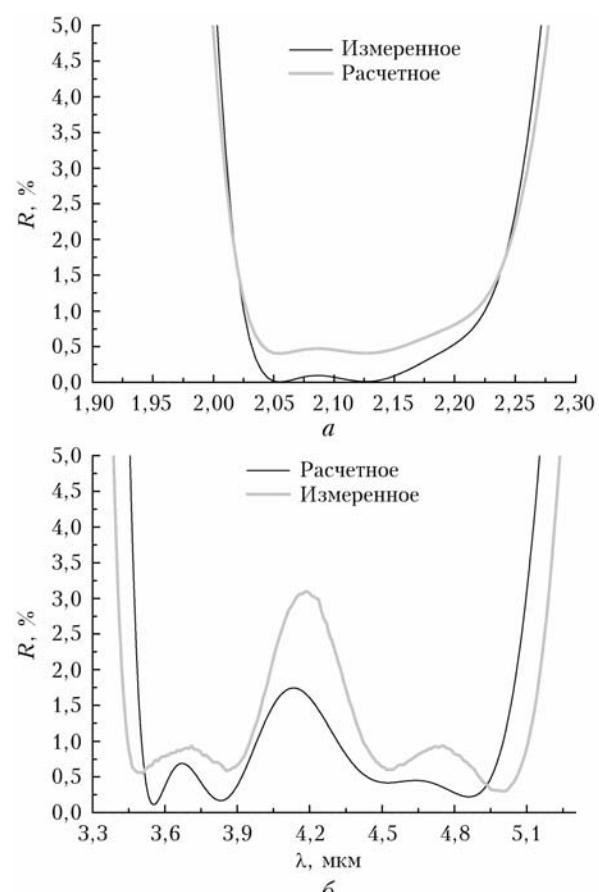


Рис. 9. То же, что на рис. 8, для второй стороны зеркала

Контур измеренного спектра отражения повторяет расчетный, но по абсолютным значениям находится выше, и разница эта составляет $\Delta R \sim 0,5\%$, что мы также связываем с остаточным отражением

от матированной стороны пластины ZnSe. Стоит отметить, что контур несколько уширен по сравнению с расчетным. Причинами этого могут быть как погрешность измерений, так и вклад в спектр отражения от матированной стороны, а также погрешность в измерении показателя преломления. Однако $R \leq 1\%$, а потому полностью удовлетворяет нашим требованиям.

5. Результаты определения ПЛИП зеркала под действием наносекундных импульсов

В качестве источника тестирующего излучения на $\lambda = 2,097$ мкм использовался Ho:YAG-лазер с накачкой непрерывным тулиевым волоконным лазером. Ho:YAG-лазер работал в режиме активной модуляции добротности резонатора с длительностью импульсов 30 нс при частоте следования импульсов 10 кГц. Длительность импульсов, амплитуда, энергия, диаметр пучка были стабильными при постоянной накачке (случайные флуктуации амплитуды импульсов не превышали 5%). Для каждой отдельной серии измерений при одинаковой частоте следования импульсов число импульсов за время экспозиции оставалось неизменным. Для того чтобы избежать изменения длительности импульсов и формы генерируемого пучка Ho:YAG-лазера, средняя мощность излучения тулиевого волоконного лазера накачки во всех экспериментах сохранялась одинаковой (~30 Вт). Максимальная средняя мощность излучения Ho:YAG-лазера составляла 20 Вт в линейно поляризованном гауссовом пучке высокого качества (параметр $M^2 \leq 1,2$). Средняя мощность лазерного излучения (P) перед каждым экспериментом измерялись прибором Ophir, устанавливаемым в плоскости испытываемого образца. Схема установки приведена на рис. 10.

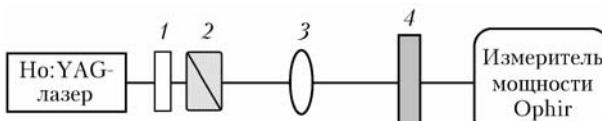


Рис. 10. Блок-схема для определения ПЛИП зеркала: 1 – поляризатор; 2 – светоотводящий куб (призма Грана); 3 – фокусирующая излучение накачки линза с фокусным расстоянием 200 мм; 4 – исследуемый образец (зеркало)

Мощность лазерного излучения регулировалась путем поворота поляризатора. Пучок лазерного излучения контролировался с помощью пирометры Ругосам II (производства Ophir–Spiricon) при частоте дискретизации 100 кадров/с. Изображение пучка (рис. 11) оставалось стабильным за время экспозиции (10 с). Согласно международному стандарту ISO11146 эффективная площадь гауссова пучка вычислялась как $\pi d^2/8$, а плотность энергии лазерного излучения – как

$$E = 8P/(f\pi d^2), \quad (1)$$

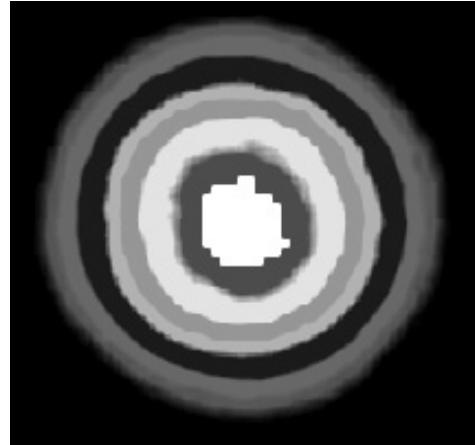


Рис. 11. Распределение интенсивности лазерного пучка за фокусом линзы, полученное при помощи измерителя профиля лазерного пучка Ругосам III

где f – частота следования импульсов; d – диаметр пучка по уровню e^{-2} .

Для определения порога оптического пробоя исследуемых зеркал использовалась стандартная методика «R-on-1»; длительности экспозиции $\tau_{ex} = 10$ с [24]. Суть методики заключается в том, что каждая отдельная область образца облучается лазерным пучком при постепенном повышении интенсивности до тех пор, пока не произойдет оптический пробой или не будет достигнуто заранее заданное значение плотности энергии. Образцы подвергались воздействию пакетов лазерных импульсов с фиксированным уровнем плотности энергии, не вызывающим повреждения поверхности зеркал. Далее уровень плотности энергии увеличивался с шагом ~0,1 Дж/см². При появлении видимого повреждения на одной из поверхностей зеркала эксперимент прекращался. Пробой фиксировался по резкому спаду мощности лазерного излучения на измерителе мощности, образованию светящегося ионизированного облака выбитых с поверхности частиц, а также характерному звуку на частоте 10 кГц. Затем образец перемещался на 0,6 мм по высоте или ширине при помощи микрометрической подвижки; эксперимент повторялся 5 раз с последующей статистической обработкой данных. Порог оптического пробоя был получен путем построения графика кумулятивной вероятности в зависимости от плотности энергии оптического пробоя.

На рис. 12 представлены результаты измерения порога оптического пробоя по методике «R-on-1». По оси ординат отложена вероятность оптического пробоя, нормированная на единицу (т.е. 100%-я вероятность соответствует 1). По описанной выше методике и с использованием экспериментального стенда был исследован ПЛИП дихроичного зеркала на подложке из ZnSe. Результаты показали, что со статистической вероятностью по уровню 0,2 ПЛИП зеркала составляет $4 \pm 0,1$ Дж/см², с 50%-й вероятностью $4,3 \pm 0,1$ Дж/см². Полученные характеристики зеркала полностью удовлетворяют нашим

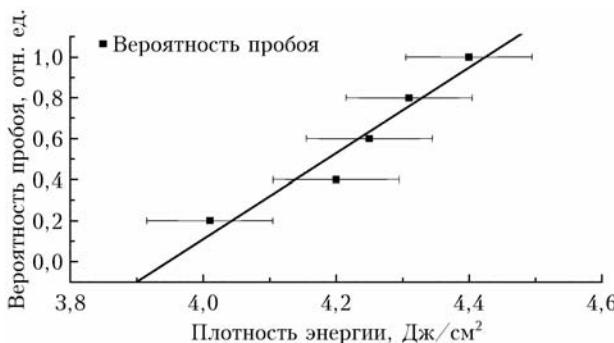


Рис. 12. Зависимость ПЛИП от плотности энергии для исследуемого зеркала

требованиям, поэтому оно было использовано в резонаторе для получения генерации излучения среднего ИК-диапазона в монокристалле ZnGeP₂.

6. Апробация полученных экспериментальных образцов в лазерных системах среднего ИК-диапазона

Апробация полученных зеркал проводилась с использованием параметрического генератора света на базе монокристалла ZnGeP₂. Эти ПГС являются наиболее эффективными источниками когерентного излучения в диапазоне длин волн 3–5 мкм (спектральный диапазон, в котором расположены наиболее интенсивные полосы поглощения целого ряда парниковых газов) [25].

Для тестирования полученного зеркала был собран Г-образный резонатор, схема которого представлена на рис. 13. В качестве источника накачки ПГС на основе монокристалла ZnGeP₂ использовался тот же импульсно-периодический Ho:YAG-лазер, что и для определения ПЛИП зеркала. Оптическая связь между резонатором параметрического генератора и резонатором Ho:YAG-лазера осуществляется оптическим изолятором.

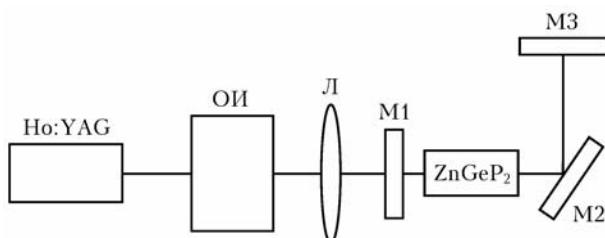


Рис. 13. Схема ПГС на базе монокристалла ZnGeP₂ с оптической накачкой Ho:YAG-лазером: ОИ – оптический изолятор; Л – линза; М1 – входное зеркало резонатора; М2 – изготовленное поворотное зеркало; М3 – глухое зеркало резонатора

Кристалл ZnGeP₂ (производства ООО «ЛОК», г. Томск) имел линейные размеры 20 × 6 × 6 мм и был вырезан под углами $\theta = 54,5^\circ$ и $\phi = 0^\circ$.

Поглощение излучения на $\lambda = 2,097$ мкм составило $0,029 \text{ см}^{-1}$. Порог оптического пробоя исследуемого кристалла после напыления – 3 Дж/см² при частоте следования импульсов накачки 10 кГц, длительности импульсов 30 нс и диаметре лазерного пучка 400 мкм по уровню $1/e^2$.

Зависимость КПД генерации системы ПГС от плотности энергии накачки системы, а также зависимость средней мощности генерируемого излучения от мощности излучения накачки показаны на рис. 14.

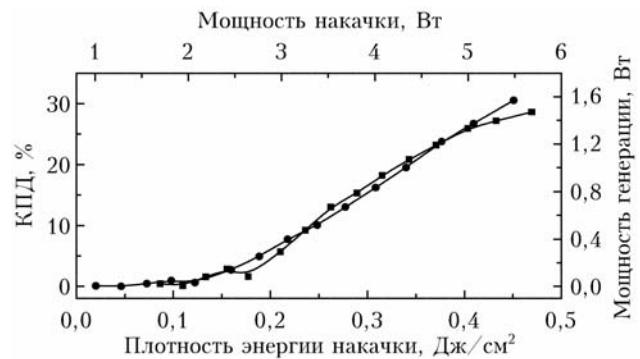


Рис. 14. Зависимость КПД генерации излучения от плотности энергии излучения накачки (■); зависимость средней мощности генерируемого излучения от мощности излучения накачки (●)

Видно, что при КПД ~30% генерация излучения перестает расти. Максимальная средняя мощность генерируемого излучения ПГС, достигнутая в ходе эксперимента, составила $1,6 \pm 0,1$ Вт при частоте следования импульсов 10 кГц, мощность накачки – порядка 5,5 Вт. Также стоит отметить, что при использовании разработанного зеркала устойчивая генерация излучения в системе ПГС возникает при средней мощности накачки порядка 2 Вт, что соответствует плотности энергии излучения накачки выше $0,15 \text{ Дж/см}^2$, как показано на рис. 14. Средняя мощность генерируемого излучения хорошо аппроксимируется линейной функцией.

Заключение

В работе получены оптические дисперсии показателей преломления и коэффициентов поглощения в широком диапазоне длин волн для материалов ZnS и YbF₃. Отработаны технологические режимы напыления как монослоев материалов, так и диэлектрических покрытий методом ионно-лучевого распыления. Установлены оптимальные значения газовой смеси и ускоряющего напряжения для распыляемых материалов. Отработаны технологические операции по нанесению на подложку из ZnSe материалов двойных соединений ZnS и YbF₃ методом ионно-лучевого распыления. Выполнено тестирование данных покрытий на адгезию к подложке и их истиранию согласно стандартам ГОСТ.

На основании полученных данных изготовлено поляризационное зеркало для эффективной накачкой на длине волны 2,097 мкм и генерации в диапазоне 3–5 мкм, которое может быть применено в резонаторах систем ПГС.

Проведен эксперимент по определению ПЛИП разработанного зеркала; он равен ~ 4 Дж/см². С учетом полученных данных зеркало апробировано в Г-образной конфигурации резонатора ПГС на базе кристалла ZnGeP₂. Максимальная эффективность генерации ПГС, достигнутая в ходе эксперимента, составила $\sim 30\%$ по КПД преобразования излучения. Для дальнейшего увеличения КПД генерации потребуются другие схемы резонаторов.

Результаты исследований показали возможность использования разработанных зеркальных покрытий для систем ПГС, которые могут быть применены в различных научных, технических и медицинских приложениях, например в дистанционном газоанализе для выявления утечек метана с магистральных трубопроводов.

Финансирование. Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ (грант № 22-22-20103), <https://rscf.ru/project/22-22-20103/>) и Администрации Томской области.

Список литературы

1. Яковин М.Д., Чаповский П.Л. Непрерывный параметрический генератор света для средней ИК-области // Квант. электрон. 2022. Т. 52, № 6. С. 549–554.
2. Źendzian W., Jabczyński J., Wachulak P., Kwiatkowski J. High-repetition-rate, intracavity-pumped KTP OPO at 1572 nm // Appl. Phys. B. 2005. V. 80. P. 329–332.
3. Wu R., Lai K., Wong H., Xie W., Lim Y., Lau E. Multiwatt mid-IR output from a Nd:YALO laser pumped intracavity KTA OPO // Opt. Express. 2001. V. 8. P. 694–698.
4. Henriksson M., Tiihonen M., Pasiskevicius V., Lærell F. Mid-infrared ZGP OPO pumped by near-degenerate narrowband type-I PPKTP parametric oscillator // Appl. Phys. B. 2007. V. 88. P. 37–41.
5. Колкер Д.Б., Бойко А.А., Духовникова Н.Ю., Зеннов К.Г., Шерстов И.В., Старикова М.К., Мирошниченко И.Б., Мирошниченко М.Б., Кастанов Д.А., Кузнецова И.Б., Штыров М.Ю., Zachariadis S., Карапузиков А.И., Карапузико А.А., Локонов В.Н. Параметрический генератор света на основе периодических структур ниобата лития с плавной перестройкой длины волны излучения // Приборы и техника эксперимента. 2014. № 1. С. 85–89.
6. Wang L., Xing T., Hu S., Wu X., Wu H., Wang J., Jiang H. Mid-infrared ZGP-OPO with a high optical-to-optical conversion efficiency of 75.7% // Opt. Express. 2017. V. 25. P. 3373–3380.
7. Chandra S., Allik T.H., Hutchinson J.A., Utano R., Catella G. OPO performance in the 6–14 μm band from 1.57 μm pumped AgGaSe₂ // Adv. Sol. State Lasers. 1997. V. 10. P. PC12.
8. Андреев С.А., Андреева Н.П., Барашков М.С., Бадиков В.В., Демкин В.К., Дон А.К., Епихин В.М., Крымский М.И., Калинников Ю.К., Митин К.В., Серегин А.М., Синайский В.В., Талалаев М.А., Чистяков А.А., Щебетова Н.И., Щетинкина Т.А. Исследование способов перестройки параметрических генераторов света видимого и ИК-диапазонов // Квант. электрон. 2010. Т. 40, № 4. С. 288–295.
9. Романовский О.А. Методика и результаты поиска информативных длин волн зондирования газовых компонент атмосферы // Прикл. физ. 2009. № 1. С. 24–31.
10. Солдатов А.Н., Бочковский Д.А., Васильева А.В., Матвиенко Г.Г., Полунин Ю.П., Романовский О.А., Харченко О.В., Юдин Н.А., Яковлев С.В. Применимость лазера на парах стронция для решения задач лазерного зондирования газового состава атмосферы // Оптика атмосф. и океана. 2011. Т. 24, № 11. С. 985–989.
11. Шигапов А.Б., Ярхамов Ш.Д. К определению размеров дисперсных частиц путем изменения параметров рассеянного излучения // Изв. вузов. Авиационная техника. 2004. № 4. С. 58–60.
12. Половченко С.В., Чартый П.В. Восстановление функции распределения частиц по размерам с использованием методов лазерного зондирования // Безопасность в техносфере. 2014. Т. 3, № 6. С. 37–42.
13. Ванякин А.В., Железнов В.И., Кулевский Л.А., Лукашев А.В., Морозов Н.П., Орлов Н.А. Интерференционная оптика для лазеров и параметрических генераторов среднего ИК-диапазона // Квант. электрон. 1997. Т. 24, № 2. С. 142–144.
14. Телеш Е.В., Касинский Н.К., Томаль В.С. Формирование покрытий ионно-лучевым распылением диэлектрических мишеней // Вестн. Полоц. гос. ун-та. Сер. С. 2012. № 4. С. 70–76.
15. Liu H., Jensen L., Becker J., Wurz M.C., Ma P., Ristau D. Comparison of ALD and IBS Al₂O₃ films for high power lasers // Proc. SPIE 2016. P. 1001421.
16. Селенид цинка (CVD-ZnSe). URL: https://www.tydexoptics.com/ru/materials/for_transmission_optics/cvd_znse/ (дата обращения: 15.06.2023).
17. Cosar M.B., Aydogdu G.H., Batman H., Ozhan A.E.S. A solution to adhesion problem of oxide thin films on zinc selenide optical substrates // Surf. Coat. Technol. 2017. V. 314. P. 118–124.
18. Zhang J., Sun D.G., Fu X.H., Liu D.M. Study and fabrication of multi-band filter film on ZnS substrate // KEM. 2013. V. 552. P. 147–151.
19. Kennedy J., Mirmu P.P., Gupta P.S., Carder D.A., Chong S.V., Leveneur J., Rubanov S. Effects of annealing on the structural and optical properties of zinc sulfide thin films deposited by ion beam sputtering // Mater. Sci. Semicond. Process. 2014. V. 26. P. 561–566.
20. Goswami A., Goswami A.P. Dielectric and optical properties of ZnS films // Thin Solid Films. 1973. V. 16, № 2. P. 175–185.
21. Amotchkina T., Trubetskoy M., Hahner D., Pervak V. Characterization of e-beam evaporated Ge, YbF₃, ZnS, and LaF₃ thin films for laser-oriented coatings // Appl. Opt. 2020. V. 59. P. A40–A47.
22. Zhang Y., Zhang K., Huang W., Xiong S. Determination of infrared refractive index of ZnS and YbF₃ thin films by spectroscopy // Optik. 2018. V. 170. P. 321–327.

23. ГОСТ Р ИСО 9211-4-2016. Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 4. Специальные методы испытаний.
24. *The R-on-1 Test* // Lidaris LIDT Service, 2019. URL: <https://lidaris.com/laser-damage-testing/r-on-1-test> (дата обращения: 5.02.2023).
25. Юдин Н.Н., Подзывалов С.Н., Зиновьев М.М. Энергетические характеристики параметрического генератора на базе нелинейного кристалла ZnGeP₂ для лидарных систем и дистанционного газоанализа // Изв. вузов. Физика. 2019. Т. 62, № 12. С. 197–198.

M.M. Zinov'ev, V.S. Kuznetsov, N.N. Yudin, S.N. Podzyvalov, E.S. Slyunko, A.B. Lysenko, A.Yu. Kal'sin, D.V. Vlasov, M.A. Cheremis. Dielectric polarizing mirror for OPO systems in the mid-IR range.

A polarization dielectric mirror on a ZnSe substrate is created for laser systems in the mid-IR range. The film periodic structure was calculated using the Optilayer software. Zinc sulfide (ZnS) and ytterbium fluoride (YbF₃) were used as materials for the interference coating. The optical parameters of the materials used are determined in a wide spectral range. The interference coating of the structure calculated was deposited onto the substrate by the ion-beam sputtering method. The threshold value for laser-induced breakdown of a dielectric mirror by Ho:YAG laser radiation with a wavelength of 2.097 μm was obtained, which was 4 J/cm² at a pulse repetition rate of 10 kHz and a pulse duration at half-height of 30 ns. The mirror was tested in an OPO system based on a ZnGeP₂ single crystal; the conversion efficiency obtained with this mirror reaches 30%.