

Д. т. н. Ю. А. ЗАГОРУЙКО, к. ф.-м. н. О. А. ФЕДОРЕНКО,
к. ф.-м. н. Н. О. КОВАЛЕНКО, Е. А. КУЗЬМИНОВ,
П. В. МАТЕЙЧЕНКО

Украина, г. Харьков, Институт монокристаллов НАНУ
E-mail: zagoruiko@isc.kharkov.ua

Дата поступления в редакцию
01.10.2009 г.

Оппонент д. ф.-м. н. А. В. СТРОНСКИЙ
(ИФП им. В. Е. Лашкарёва, г. Киев)

ТЕРМОСТАБИЛЬНЫЕ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫЕ ОКСИДНЫЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ АКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ЛАЗЕРОВ ИК-ДИАПАЗОНА

На поверхности активных элементов ZnSe:Cr²⁺-лазеров получены прозрачные в видимом и инфракрасном диапазоне спектра прочные термостабильные просветляющие ZnO-покрытия. Исследованы оптические и механические свойства полученных покрытий.

Легированные кристаллы селенида цинка (ZnSe:Cr²⁺) используются в качестве активной среды при изготовлении лазерных излучателей, перестраиваемых в диапазоне волн длиной 2,1—2,9 мкм. Такие лазеры характеризуются высоким КПД как в непрерывном, так и в импульсном режимах генерации — 70 и 66%, соответственно [1, 2]. Одним из путей снижения потерь излучения при накачке лазерных излучателей, изготовленных на основе кристаллов ZnSe:Cr²⁺, является нанесение качественных термостабильных просветляющих покрытий на их поверхность.

Ранее нами была изучена кинетика фотостимулированного окисления кристаллических соединений A^{IV}B^{VI}, на основании чего были установлены оптимальные режимы получения структурно-совершенных однородных пленок ZnO оптического качества на подложках ZnSe и показана возможность использования оксидных слоев в качестве интерференционных покрытий оптических элементов ИК-диапазона [3, 4].

Целью данной работы являлось получение методом фототермического окисления оксидных интерференционных покрытий оптических элементов, изготовленных из легированных кристаллов селенида цинка (ZnSe:Cr²⁺), и исследование оптических характеристик полученных покрытий в широком интервале температур.

Методика эксперимента

Исследования проводили на образцах кристаллов ZnSe:Cr²⁺, выращенных вертикальным методом Бриджмена в графитовых тиглях под избыточным давлением инертного газа. Оксидные покрытия были получены методом фототермического окисления на разработанной нами установке [5].

Оптические характеристики покрытий (спектры пропускания, температурные зависимости оптического пропускания) измеряли при помощи спектрофотометра СФ-58 и монохроматоров МДР-2 и МДР-4. Температурную зависимость оптического пропускания покрытия определяли в диапазоне 20—250°С по

изменению интенсивности излучения волн различной длины (1,0; 1,8 и 2,3 мкм), проходящих через исследуемый образец.

Морфологический анализ полученных оксидных покрытий проводили при помощи электронного сканирующего микроскопа JSM-820 с системой рентгеновского микроанализа LINK AN10859.

Механические свойства оксидных пленок на образцах кристаллов ZnSe:Cr исследовали методом определения микротвердости на приборе ПМТ-3 по стандартной методике [6]. Индентором служила алмазная пирамида Виккерса, нагрузка на индентор составляла 10—50 г. Для корректности применения метода сосредоточенной нагрузки толщина исследуемой пленки должна превышать глубину отпечатка не менее чем в 10 раз. Поскольку глубина проникновения индентора в поверхность образцов ZnSe:Cr при используемых нагрузках составляет единицы микрометров, толщина исследуемой оксидной пленки должна быть не менее 50 мкм. Ее получали при облучении одной из поверхностей образца ультрафиолетовым излучением, а необлученная оксидная пленка на противоположной стороне образца служила контрольной.

Результаты измерений

Электронная микрофотография скола образца ZnSe:Cr²⁺ с оксидной пленкой, проходящего через границу раздела фаз под прямым углом к исследуемым граням, приведена на рис. 1. Здесь видно, что даже при большой толщине пленки граница раздела фаз (полупроводник—оксид) достаточно резкая. Следует отметить, что для просветляющих ZnO-покры-

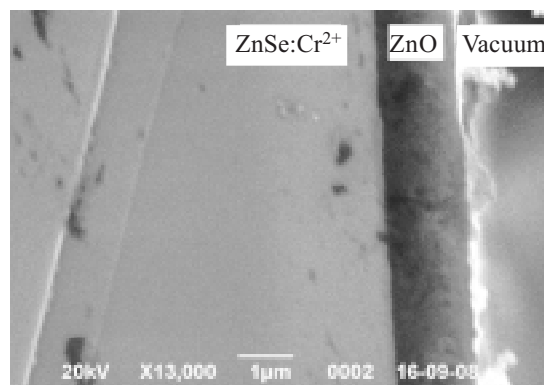


Рис. 1. Оксидная пленка на поверхности кристаллического образца ZnSe:Cr²⁺

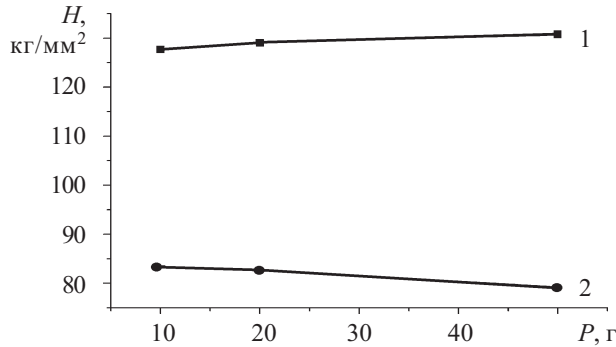


Рис. 2. Зависимость микротвердости образца ZnSe:Cr²⁺ с облученной (1) и необлученной (2) оксидной пленкой от нагрузки на индентор

тий на оптических элементах, предназначенных для работы в диапазоне волн 2—3 мкм, получали оксидные пленки толщиной менее 1 мкм.

Экспериментальные результаты исследования механических свойств оксидной пленки указывают, что полученная пленка представляет собой прочное покрытие, выдерживающее без отслаивания механические испытания как на вдавливание, так и на царапание. Величина микротвердости поверхности с оксидной пленкой составляет 128—130 кг/мм², что значительно выше микротвердости на противоположной стороне образца (рис. 2).

Такой результат объясняется тем, что под влиянием УФ-излучения образуется более совершенная и прочная пленка. Следует отметить, что в данном интервале нагрузок величина микротвердости поверхности с оксидной пленкой практически постоянна (кривая 1). Микротвердость же монокристаллических образцов ZnSe и ZnSe:Cr увеличивается с уменьшением нагрузки на индентор. Такое отличие, по-видимому, вызвано тем, что оксидная пленка представляет собой текстурированный поликристалл, а на поликристаллических образцах, в отличие от монокристаллических (когда индентор охватывает несколько кристаллических зерен), твердость не зависит от нагрузки [7].

Исследование оптических свойств полученных покрытий показало, что подбор оптимальных параметров процесса фототермического окисления позволяет получить просветленные образцы с коэффициентом пропускания до 95% (рис. 3) в требуемом спектральном диапазоне 2—3 мкм (полоса генерации ионов Cr²⁺). Кристаллы ZnSe:Cr с просветляющими

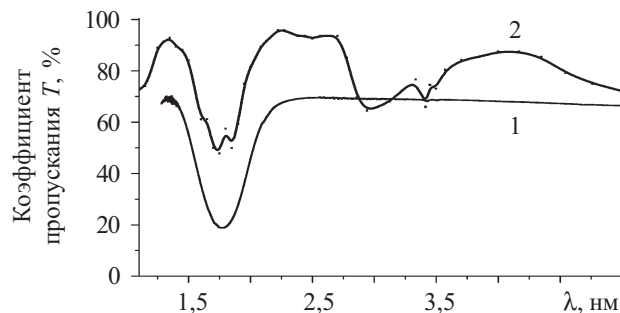


Рис. 3. Спектр пропускания активных элементов на основе монокристалла ZnSe:Cr²⁺: 1 — непросветленный образец; 2 — просветленный образец

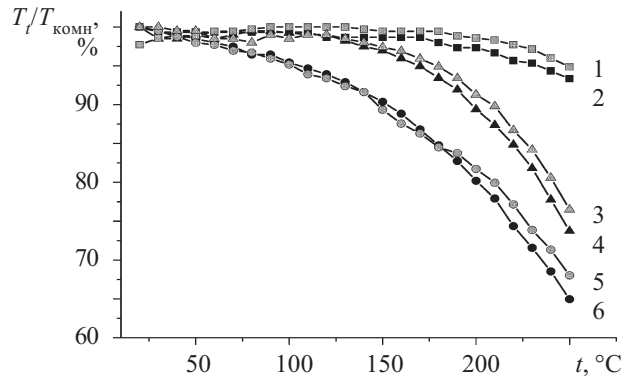


Рис. 4. Температурная зависимость нормированного коэффициента пропускания просветленных (1, 3, 5) и непросветленных (2, 4, 6) образцов после термоциклирования при облучении волнами различной длины: 1, 2 — λ=1,06 мкм; 3, 4 — λ=1,8 мкм; 5, 6 — λ=2,3 мкм

оксидными покрытиями характеризуются достаточно высокой стабильностью оптического пропускания в интервале температур 20—150°C (рис. 4). Температурная стабильность пропускания просветленных образцов совпадает в пределах погрешности со стабильностью непросветленных образцов, что позволяет судить об отсутствии влияния оксидных покрытий на оптическое пропускание с ростом температуры.

Установлено также, что спектры оптического пропускания кристаллических образцов ZnSe:Cr²⁺ с просветляющими оксидными покрытиями практически не изменяются после выдерживания их в течение 6 часов при температуре 120°C. Такие образцы выдерживают (без отслоения покрытий) многократное термоциклирование (20°C ↔ 250°C) при скорости изменения температуры ≥ 5°C/с.

Таким образом, получены прозрачные в видимом и инфракрасном диапазоне спектра термостабильные оксидные интерференционные покрытия, имеющие высокую прочность сцепления с поверхностью кристаллических образцов ZnSe:Cr²⁺ не только при комнатной, но и при повышенной температуре. Это позволяет изготавливать на основе таких структур просветленные активные элементы для перестраиваемых лазеров среднего ИК-диапазона.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Doroshenko M. E., Koranda P., Jelinkova H. et al. Cr:ZnSe prism for broadly tunable mid-infrared laser radiation generation // Laser Phys. Lett. — Vol. 4. — 2007. — Iss. 7. — P. 503—506.
2. Jelinkova H., Koranda P., Doroshenko M. E. et al. Cr²⁺:ZnSe laser pumped by 1.66 μm or 1.97 μm radiations // Laser Phys. Lett. — Vol. 4. — 2007. — Iss. 1. — P. 23—29.
3. Пат. 1349543 РФ. Способ просветления оптических элементов из селенида цинка / Ю. А. Загоруйко, В. К. Комарь, В. Ю. Росторгуева, В. Н. Кривошеин. — 15.03 1993.
4. Загоруйко Ю. А., Пузиков В. М., Федоренко О. А., Коваленко Н. О. Модификация физических свойств широкозонных полупроводников A^{II}B^{VI}. — Харьков: Институт монокристаллов, 2006.
5. Пат. 52083 А України. Спосіб вивчення кінетики процесу окислення напівпровідникових елементів і пристрій для його здійснення / Ю. А. Загоруйко, Н. О. Коваленко, О. О. Федоренко. 2002. — Бюл. № 12.
6. Мотт Б. В. Испытание на твердость микровдавливанием. — М.: Металлургиздат, 1960.
7. Упит Г. П., Варченя С.А. Металлы // Изв. АН СССР. — 1969. — № 12. — С. 137.