

WZROST Z FAZY CIEKŁEJ I CHARAKTERYZACJA LASEROWYCH STRUKTUR FALOWODOWYCH Nd:YAG/YAG

Jerzy Sarnecki¹⁾

W ostatnich latach wzrasta zainteresowanie planarnymi falowodami w kryształach YAG domieszkowanych jonami ziem rzadkich. Epitaksja z fazy ciekłej umożliwia otrzymanie falowodowych struktur laserowych YAG. Warstwy falowodowe granatu YAG domieszkowanego jonami Nd^{3+} , Ga^{3+} i Lu^{3+} otrzymane były w procesie epitaksji z fazy ciekłej z przechłodzonego roztworu wysokotemperaturowego w warunkach izotermicznych metodą zanurzeniową na podłożu YAG. Przedstawiono parametry procesu epitaksji oraz własności warstw i struktur falowodowych. Prezentowane wyniki badań strukturalnych, optycznych i laserowych świadczą, że otrzymane warstwy i struktury falowodowe Nd:YAG/YAG cechuje wysoka jakość optyczna i dobra perfekcja strukturalna.

1. WPROWADZENIE

Ośrodek laserowy w postaci warstwy cienkiej granatu ma szereg zalet w porównaniu z laserami objętościowymi, ale dopiero postęp w technice pompowania diodowego umożliwił praktyczne zastosowania epitaksjalnych warstw $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ domieszkowanych aktywnymi jonami z grupy lantanowców. Badanie tego rodzaju struktur laserowych zapoczątkowane zostało otrzymaniem w roku 1972 przez Van der Ziela struktury epitaksjalnej Ho:YAG/YAG [1].

Zalety planarnych laserów falowodowych w stosunku do laserów objętościowych wynikają głównie z:

- wyższej jakości optycznej falowodu niż ośrodka objętościowego,
- efektu falowodowego stwarzającego możliwości uzyskania większego wzmocnienia promieniowania,
- małych rozmiarów struktury umożliwiających uzyskanie bardzo wysokich gęstości promieniowania.

¹⁾ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych (ITME), 01-919 Warszawa, ul. Wólczyńska 133, e-mail: sarnecki@sp.itme.edu.pl

Cechy te jak i możliwość stosowania rezonatorów o rozłożonym sprzężeniu zwrotnym pozwalają na uzyskanie: stabilnej pracy w modzie podstawowym, wąskich widm generacji to jest pracy na jednej częstotliwości oraz niskich progów generacji.

Doniesienia literaturowe informujące o zakończonych powodzeniem próbach opracowania falowodowych laserów cienkowarstwowych i wzmacniaczy planarnych wykorzystujących epitaksjalne struktury Nd:YAG/YAG uzasadniały rozpoczęcie prac związanych z epitaxją warstw YAG. Tematyką tą zajmuje się zaledwie kilka ośrodków na świecie. Najciekawsze wyniki przyniosła w latach dziewięćdziesiątych współpraca Optoelectronics Research Centre Uniwersytetu w Southampton z LETI (Department Optronique) w Grenoble oraz prace prowadzone w Opto-Electronics Laboratories koncernu Nippon Telegraph and Telephone [2-7].

Kryształy granatu itrowo-glinowego $Y_3Al_5O_{12}$ domieszkowane aktywnymi jonami z grupy lantanowców (RE) są wydajnymi ośrodkami laserowymi wykorzystywanymi prawie wyłącznie w postaci materiału objętościowego. Połączenie cech falowodu planarnego z generacyjnymi własnościami kryształów RE^{3+} :YAG daje w efekcie strukturę planarną do konstrukcji laserów światłowodowych, wzmacniaczy optycznych lub modulatorów na ciele stałym.

Obecnie najczęściej stosowaną metodą wytwarzania struktur falowodowych w kryształach RE^{3+} :YAG (gdzie $RE^{3+} = Nd^{3+}, Yb^{3+}, Er^{3+}$) jest implantacja jonów [8-10]. W procesie implantacji jonów powstaje falowód w wyniku zmniejszenia wartości współczynnika załamania warstwy podpowierzchniowej w stosunku do pozostałej części kryształu. Falowody te cechuje jednak poszerzenie linii emisji i znaczące zwiększenie absorpcji obszaru implantowanego w porównaniu z monokryształem wyjściowym [8,10]. Efekty te związane są z usytuowaniem aktywnych jonów RE^{3+} w uszkodzonej przez implantację sieci oraz z defektami radiacyjnymi.

Uniknięcie tych wad umożliwia wzrost epitaksjalny. Zamiast modyfikowania warstwy podpowierzchniowej monokryształu granatu, przy jednoczesnym pogorszeniu jej własności, utworzona zostaje w procesie epitaksji warstwa monokrystaliczna o jakości odpowiadającej jakości podłoża.

Czasy życia luminescencji, przekroje czynne emisji i pozostałe parametry spektroskopowe warstw RE^{3+} :YAG otrzymanych *metodą epitaksji z fazy ciekłej (LPE)* są takie, jak mierzone w monokryształach granatów o najwyższej jakości wyhodowanych w procesie Czochralskiego.

Stratność falowodów implantowanych wytworzonych np. w monokryształach granatów Nd:YAG[8] i Yb:YAG[9] wynosi odpowiednio 1,5 dB/cm ($\lambda = 1064$ nm) i 2,0 dB/cm ($\lambda = 1032$ nm). W epitaksjalnych strukturach falowodowych Nd:YAG ($\lambda = 1064$ nm) wartość strat rozłożonych światłowodu maleje o rząd [2-4].

Warunkiem otrzymania warstwy falowodowej jest wzrost wartości współczynnika załamania warstwy w stosunku do współczynnika załamania podłoża YAG o $\sim 10^{-2}$. Efekt ten uzyskuje się przez częściowe podstawienie jonów Al^{3+} przez jony Ga^{3+} i skompensowanie równoczesnego wzrostu stałej sieci warstwy Nd:YAG jonami Lu^{3+} .

W publikacji przedstawiono wyniki prac przeprowadzonych w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych poświęconych opracowaniu technologii epitaksjalnych struktur falowodowych Nd:YAG/YAG.

W zależności od składów wyjściowych określone zostały warunki epitaksjalnego wzrostu warstw Nd:YAG domieszkowanych jonami Ga^{3+} i Lu^{3+} . Otrzymano epitaksjalne struktury falowodowe $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-z}Ga_zO_{12}/YAG$.

Badania strukturalne, optyczne i laserowe pozwoliły na ocenę własności struktur falowodowych. Wyniki badań dowodzą, że otrzymane struktury falowodowe są materiałem wyjściowym mogącym umożliwić opracowanie falowodowego lasera cienkowarstwowego pobudzanego diodami laserowymi i generującego promieniowanie w zakresie $\lambda = 1064$ nm.

2. WZROST EPITAKSJALNY WARSTW YAG Z FAZY CIEKŁEJ

Warstwy epitaksjalne granatów najczęściej otrzymuje się metodą *LPE*. Metoda ta została zastosowana przez Levinsteina do osadzenia na podłożach GGG warstw granatów magnetycznych stosowanych w elementach pamięciowych z domenami cylindrycznymi.

W procesie *LPE* wzrost warstw granatów zachodzi z przechłodzonego roztworu wysokotemperaturowego. Granat np. $Y_3Al_5O_{12}$ powstaje z tlenków Y_2O_3 i Al_2O_3 rozpuszczonych w ciekłym rozpuszczalniku, nazywanym potocznie topnikiem, którym w tym przypadku jest mieszanina tlenków $PbO-B_2O_3$. Najpopularniejszą wersją procesu epitaksji granatów z roztworu wysokotemperaturowego w warunkach izotermicznych jest metoda zanurzeniowa z poziomo mocowanym podłożem obracającym się ruchem rewersyjnym. Proces epitaksji przeprowadzany jest z użyciem wykonanego z platyny oprzyrządowania (uchwyt do mocowania podłoża, tygiel itd.). Mankamentem epitaksji z fazy ciekłej granatów itrowo-glinowych jest wbudowywanie się do rosnącej warstwy jonów Pb^{2+} powodujących dodatkową absorpcję w podczerwieni. Pomocne okazuje się podniesienie temperatury epitaksji powyżej $1000^{\circ}C$, lecz należy liczyć się w tym przypadku ze zwiększonym parowaniem topnika, które utrudnia kontrolę składu.

Do zalet metody *LPE* przy wzroście warstw YAG można zaliczyć:

- proces wzrostu zachodzi w atmosferze powietrza (upraszcza to konstrukcję reaktora do epitaksji),
- wzrost może zachodzić z szybkościami ~ 2000 nm/min,
- materiałem wyjściowym do epitaksji są względnie łatwo dostępne tlenki,
- skład rosnącej warstwy jest stechiometryczny,
- możliwe jest modyfikowanie składu warstw w bardzo szerokim zakresie.

Dodatkową niedogodnością jest względnie mała rozpuszczalność YAG w topniku $PbO - B_2O_3$ (~ 3 % wagowych wyjściowego składu) w porównaniu z granatami magnetycznymi (~ 11 %).

Wzrost warstwy epitaksjalnej granatu w procesie epitaksji z fazy ciekłej odbywa się w warunkach przechłodzenia (przesycenia) roztworu wysokotemperaturowego, czyli poniżej temperatury, w której roztwór jest nasycony względem fazy granatu.

2.1. Urządzenie do epitaksji z fazy ciekłej

Proces epitaksji z fazy ciekłej metodą zanurzeniową warstw YAG wymaga:

- równowagi termicznej uchwyty z podłożem i roztworu wysokotemperaturowego w tyglu,
 - stabilnej temperatury w strefie epitaksji $\pm 0,5$ °C w zakresie temperatur 1000 ± 50 °C.
- Uchwyt z płytką podłożową powinien być przemieszczany wzdłuż osi pionowej pieca z prędkościami zależnymi od aktualnie wykonywanej operacji:
- zakres regulowanej szybkości ruchu góra - dół 5 - 150 mm/min ($\pm 5\%$),
 - wolne obroty uchwyty ω_1 do 200 obr/min ($\pm 5\%$),
 - szybkie obroty uchwyty $\omega_2 \geq 500$ obr/min umożliwiające odwirowanie kropelek cieczy z płytki po wyprowadzeniu uchwyty z roztworu.

Przebieg procesu epitaksji z fazy ciekłej warstw granatów został przedstawiony we wcześniejszej publikacji [11].

Uwzględniając cechy procesu epitaksji z wysokotemperaturowego roztworu i wynikające z nich wymagania skonstruowany został piec do epitaksji. Przyjęto rozwiązanie typowe - piec pionowy, grzany oporowo z wewnętrzną rurą alundową izolującą elementy grzejne od atmosfery pieca (pary PbO). Piec składa się z trzech stref o niezależnej regulacji temperatury. Elementami grzejnymi są spirale wykonane z taśmy oporowej (Kanthal A). Do pomiarów temperatury i sterowania pracą regulatorów temperatury zastosowane zostały termoelementy Pt-PtRh 10%. Wykorzystując regulatory mikroprocesorowe Eurotherm 815P i tyrystorowe sterowniki mocy 425 A wykonane zostały trzy układy regulacji temperatury odpowiednio dla każdej strefy pieca.

W Przemysłowym Instytucie Automatyki i Pomiarów (PIAP) stosując sterownik TSX 37 22 opracowano i wykonano mikroprocesorowy układ kontrolujący pracę zespołu przesuwu i obrotów uchwyty z podłożem. Zastosowano w zespole przesuwu i obrotów opracowany w PIAP model manipulatora przystosowanego do procesów wolnozmiennych.

2.2. Skład warstw YAG do falowodowych zastosowań struktur epitaksjalnych

Wytworzenie aktywnej warstwy falowodowej Nd:YAG wymaga zwiększenia wartości współczynnika załamania warstwy n_F w stosunku do współczynnika załamania podłoża n_S minimum $\sim 10^{-2}$ (dla $\lambda \approx 1000$ nm). Częściowe podstawienie jonów Al^{3+} przez jony Ga^{3+} powoduje wzrost wartości n_F warstwy, ale zarazem jednoczesny wzrost stałej sieci warstwy. Wzrost stałej sieci warstwy można skompensować obojętnymi jonami np. Lu^{3+} o mniejszym promieniu jonowym niż Y^{3+} , tak aby niedopasowanie stałych sieci warstwy a_F i podłoża a_S mieściło się w zakresie dopuszczalnym przy heteroepitaksji granatów $-0,02 \text{ \AA} \leq \Delta a = a_S - a_F \leq +0,01 \text{ \AA}$ [12].

W przypadku epitaksji z fazy ciekłej granatów magnetycznych $Y_3Fe_5O_{12}$ (YIG) dla określenia zależności temperaturowo-fazowych w złożonym układzie topnik-faza granatu przyjęto zaproponowane przez Blanka i Nielsena współczynniki molowe R_i [12].

Współczynniki R_i określają stosunki stężeń molowych poszczególnych tlenków w wyjściowym składzie. Występowanie fazy granatu, ortoferrytu czy magnetoplumbitu zależy od wartości współczynników R_i zdefiniowanych jako:

$$R_1 = \frac{[Fe_2O_3]}{[Y_2O_3]} \quad R_3 = \frac{[PbO]}{[B_2O_3]} \quad R_4 = \frac{[Fe_2O_3 + Y_2O_3]}{[Fe_2O_3 + Y_2O_3 + PbO + B_2O_3]} \quad (1)$$

Faza granatu w układzie YIG-PbO- B_2O_3 występuje dla wartości R_i mieszczących się w zakresie $12 < R_i < 66$ [12].

Współczynniki R_i przy epitaksji warstw YAG domieszkowanych jonami Nd, Ga i Lu możemy przedstawić jako:

$$R_1 = \frac{[Al_2O_3]}{[Y_2O_3 + Nd_2O_3 + Lu_2O_3]} \quad R_2 = \frac{[Al_2O_3]}{[Ga_2O_3]} \quad R_3 = \frac{[PbO]}{[B_2O_3]} \quad (2)$$

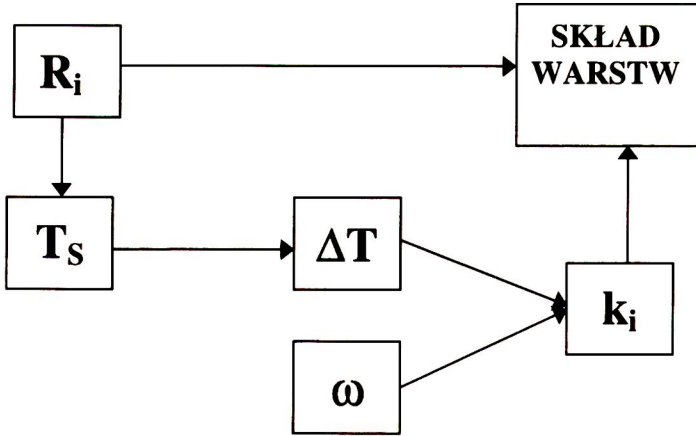
$$R_4 = \frac{[Y_2O_3 + Nd_2O_3 + Lu_2O_3 + Al_2O_3 + Ga_2O_3]}{[Y_2O_3 + Nd_2O_3 + Lu_2O_3 + Al_2O_3 + Ga_2O_3 + PbO + B_2O_3]} \quad R_5 = \frac{[Y_2O_3]}{[Nd_2O_3 + Lu_2O_3]} \quad (3)$$

gdzie R_i określa rozpuszczalność tlenków tworzących fazę granatu tj. Y_2O_3 , Al_2O_3 , Nd_2O_3 , Lu_2O_3 i Ga_2O_3 w rozpuszczalniku $PbO + B_2O_3$. Temperatura nasycenia roztworu wysokotemperaturowego rośnie w miarę zwiększenia wartości współczynnika R_i przy stałych wartościach pozostałych współczynników molowych.

Dla granatów dielektrycznych np. $Y_3Al_5O_{12}$ i $Gd_3Ga_5O_{12}$ (GGG) obszar fazy granatu w układzie granat-PbO- B_2O_3 jest znacznie szerszy niż dla granatów magnetycznych. Krystalizację YAG oraz GGG zaobserwowano poczynając od $R_i = 1,66$, czyli od wartości odpowiadającej stechiometrycznemu stosunkowi jonów Al^{3+}/Y^{3+} lub Ga^{3+}/Gd^{3+} w kryształach YAG i GGG [12-13].

Dla wartości współczynnika $R_i < 1,66$ zachodzi możliwość krystalizacji ortoaluminatu $YAlO_3$. Dlatego też w składzie wyjściowym wskazana jest nadwyżka Al_2O_3 w stosunku do składu stechiometrycznego.

Zależność między składem warstw mieszanych granatów magnetycznych, a współczynnikami R_i i parametrami procesu epitaksji przedstawia Rys. 1.



Rys. 1. Schemat zależności składu warstw od współczynników R_i i parametrów procesu epitaksji, gdzie: T_s - temperatura nasycenia

ΔT - przechłodzenie

ω - szybkość obrotów

k_i - współczynnik segregacji

Fig.1. Schematic representation of the influence of R_i coefficients and LPE growth parameters on the films compositions, where:

T_s - saturation temperature

ΔT - supercooling

ω - rotation rate

k_i - distribution coefficient

W warstwach granatów o składzie opisanym wzorem $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-z}Ga_zO_{12}$, otrzymanych w procesie epitaksji z wysokotemperaturowego roztworu, proporcje poszczególnych jonów są inne niż w wyjściowej mieszaninie tlenków $Y_2O_3 + Nd_2O_3 + Lu_2O_3 + Al_2O_3 + Ga_2O_3$. Różnica między składem wyjściowym i składem warstw wynika z różnych od jedności wartości współczynnika segregacji (podziału) poszczególnych jonów. Współczynniki segregacji określa się dla jonów, które zajmują te same pozycje w komórce granatu: lantanowców w dodekadrycznych oraz glinu i galu w tetradrycznych i oktaedrycznych. Współczynnik segregacji galu definiuje się jako:

$$k_{Ga} = \frac{[N_{Ga} / (N_{Al} + N_{Ga})]}{Ga_2O_3 / (Al_2O_3 + Ga_2O_3)} \quad \begin{array}{l} \text{w warstwie} \\ \text{w roztworze} \end{array} \quad (4)$$

gdzie $N_{Ga} = z$ i $N_{Al} = 5 - z$ są odpowiednio koncentracjami jonów Ga^{3+} i Al^{3+} w warstwie oraz Ga_2O_3 i Al_2O_3 są stężeniami molowymi tych tlenków w wyjściowym składzie.

Przy uwzględnieniu współczynnika molowego R_2 , wyrażenie opisujące współczynnik podziału k_{Ga} przybiera postać: $k_{Ga} = z(1+R_2)/5$.

Podobnie można określić współczynniki segregacji jonów w pozycjach dodekaedrycznych.

Tak zdefiniowane współczynniki segregacji zgodne są z modelem Burtona, Prima i Slichtera, który przewiduje, że efektywny współczynnik segregacji dąży do 1, gdy szybkość wzrostu kryształu rośnie do nieskończoności.

Określenie składu wyjściowego na podstawie składu otrzymanej warstwy możliwe jest, gdy znane są wartości współczynników podziału poszczególnych składników dla danych warunków wzrostu.

Współczynniki segregacji dla jonów Y i jonów domieszkowych Lu, Nd i Ga wyznaczone ze składu warstw granatów YIG i YAG zestawiono w Tab 1.

Tabela 1. Współczynniki segregacji dla jonów itru (Y) i jonów domieszkowanych lutetu (Lu), neodymu (Nd) i galu (Ga) wyznaczone na podstawie składu warstw YIG i YAG.

Table. 1. Distribution coefficients of yttrium (Y) as well as depend ions: lutetium (Lu), neodymium (Nd) and gallium (Ga) determined from the composition of the YIG and YAG layers.

Jon	k_i	Typ granatu	Literatura
Y	1,0	Warstwy YIG $k_i = \text{const}$	[14]
Yb	0,95		
Ga ⁸	1,6 – 2,0	$k_{Ga} = F(T_G, f)$	[15]
Lu	1,5 – 1,6	Warstwy YIG $k_i = F(R_i)$	[16]
Y	2,0 – 2,3		
Nd	0,15	Warstwy YAG	[2]
Yb	1,4 ; 1,45		[6, 17]
Lu	2,0		[17]

gdzie T_c jest temperaturą wzrostu oraz f szybkością wzrostu warstw

Zaobserwowano, że współczynnik segregacji jonów galu k_{Ga} zależy od temperatury i szybkości wzrostu warstw granatu o składzie Ga:YIG [15]. Wyniki autorów pracy [16] dotyczą warstw $(YSmLuCa)_3(FeGe)_5O_{12}$ i wskazują na zależność wartości k_{Lu} , k_{Sm} i k_Y od składu wyjściowego.

W przypadku epitaksji warstw YAG nie znaleziono w dostępnych publikacjach informacji o rezultatach badań, które dowodzą wpływu parametrów procesu wzrostu na współczynniki segregacji galu, lutetu czy neodymu.

Wyniki badań zmian wartości współczynnika załamania $\Delta n = n_f - n_{Y:AG}$ dla warstw YAG ($\lambda = 633 \text{ nm}$) w zależności od koncentracji niektórych jonów domieszkowych przedstawiono w pracy [17]. Zwiększenie koncentracji jonów Nd^{3+} , Lu^{3+} i Ga^{3+} o 1 at.% w kryształach YAG powoduje wzrost wartości współczynnika załamania odpowiednio o $0,42 \times 10^{-3}$, $0,2 \times 10^{-3}$ i $1,1 \times 10^{-3}$.

W warstwach $\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}$ uzyskanie wymaganej różnicy wartości współczynników załamania $\Delta n = n_f - n_{Y:AG} \geq 0,01$ dla długości fali $\lambda = 1064 \text{ nm}$ zachodzi dopiero dla koncentracji jonów $\text{Nd}^{3+} \sim 25 \text{ at. \%}$. Otrzymanie w procesie LPE warstw Nd:YAG o tak dużej koncentracji jonów Nd^{3+} jest możliwe, lecz otrzymane warstwy wykazują gorsze własności spektroskopowe i laserowe.

W porównaniu z procesem wzrostu monokryształów Nd:YAG metodą Czochralskiego epitaksja z fazy ciekłej umożliwi domieszkowanie warstw YAG jonami Nd^{3+} do koncentracji o rząd większych. W kryształach laserowych Nd^{3+} :YAG optymalny poziom domieszkowania jonami Nd^{3+} wynosi $\sim 1 \text{ at. \%}$.

Otrzymanie warstw z zawartością jonów Nd^{3+} znacznie większą pozwala na określenie wpływu silnego oddziaływania między jonami Nd^{3+} na własności spektroskopowe warstw Nd:YAG.

Warstwy Nd:YAG o wysokim współczynniku załamania n_f uzyskuje się wprowadzając w miejsce jonu Al^{3+} jony Ga^{3+} , które nie wpływają na własności spektroskopowe i generacyjne.

2.3. Epitaksja warstw YAG domieszkowanych jonami Nd^{3+} , Ga^{3+} i Lu^{3+}

W Tab. 2 przedstawione są współczynniki molowe R_i kolejnych składów wyjściowych, dla których przeprowadzono procesy epitaksji warstw $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (skład 1), $\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (skład 2 - 8), $\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}$ (skład 9-11, 14-15) oraz $\text{Y}_{3-x-y}\text{Nd}_x\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}$ (skład 12-13 i 16-17) wraz z temperaturami nasycenia T_s , poniżej których zachodzi wzrost warstw.

W przypadku warstw Nd:YAG gdy zbyt mała różnica wartości współczynników załamania warstwy i podłoża YAG uniemożliwia wyznaczenie grubości warstwy metodami optycznymi o wzroście warstwy lub rozpuszczaniu się podłoża informuje pomiar masy płytki po zakończonym procesie. Jako miarę szybkości wzrostu warstw lub rozpuszczania podłoża przyjęta została szybkość zmian masy $\Delta m / \Delta t$.

Z przebiegu $\Delta m / \Delta t$ w zależności od temperatur wzrostu wyznaczone zostały temperatury nasycenia T_s . Temperatura, dla której dla kolejnych składów wyjściowych $\Delta m / \Delta t = 0$, została przyjęta za temperaturę nasycenia T_s .

Określono warunki wzrostu epitaksjalnego warstw YAG, Nd:YAG i Nd,Ga,Lu:YAG w zależności od składów wyjściowych.

Tabela 2. Zestawienie współczynników molowych określonych równaniami (2) i (3) oraz temperatur nasycenia dla warstw $Y_3Al_5O_{12}$ (skład 1), $Y_{3-x}Nd_xAl_5O_{12}$ (skład 2-8), $Y_{3-x}Nd_xAl_{5-2}Ga_2O_{12}$ (skład 9-11, 14-15) i $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-7}Ga_2O_{12}$ (skład 12-13 i 16-17).

Table 2. Summary of mole coefficients given by equations (2) and (3) and saturation temperatures for layers of $Y_3Al_5O_{12}$ (composition 1), $Y_{3-x}Nd_xAl_5O_{12}$ (composition 2-8), $Y_{3-x}Nd_xAl_{5-2}Ga_2O_{12}$ (composition 9-11, 14-15) and $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-7}Ga_2O_{12}$ (composition 12-13, 16-17).

Nr	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	T_s [°C]
1	5,0	-	12,0	0,0275	-	1035
2	5,0	-	12,0	0,0275	14,0	990
3	5,0	-	12,0	0,0294	14,0	1048
4	5,0	-	12,0	0,0285	13,99	1030
5	5,0	-	12,0	0,0295	13,99	1048
6	5,0	-	12,0	0,0284	13,9	1028
7	4,1	-	12,0	0,0284	3,5	1005
8	3,4	-	12,0	0,0295	1,75	1016
9	5,0	11,55	12,02	0,0295	13,99	1041
10	5,0	5,775	12,02	0,0300	13,99	1032
11	5,0	2,8875	12,02	0,0315	13,99	1024
12	4,74	2,8875	12,02	0,0317	7,82	1021
13	4,52	2,8875	12,02	0,0319	5,42	1015
14	5,0	12,00	12,0	0,029	13,9	1018
15	5,0	6,00	12,0	0,030	13,9	1015
16	4,46	2,887	12,0	0,0321	4,98	1015
17	4,14	2,887	12,0	0,0324	3,41	1013

Dla ustalonych parametrów procesu epitaksji otrzymano warstwy Nd:YAG z różnymi koncentracjami jonów Nd^{3+} (do ~ 6 at.%) oraz warstwy ze stałą koncentracją jonów Nd^{3+} ~1 at.%, a zmienną jonów Ga^{3+} i Lu^{3+} . Jony Ga^{3+} podstawione w miejsce jonów Al^{3+} w pozycjach oktaedrycznych umożliwiają odpowiednio wzrost wartości współczynnika załamania. Natomiast jony Lu^{3+} kompensują spowodowany jonami galu wzrost wartości stałej sieci warstwy epitaksjalnej.

Z porównania temperatur nasycenia dla składów różniących się tylko jednym współczynnikiem molowym R_i wynika, że temperatura nasycenia T_s maleje w przypadku:

- zmniejszenia wartości R_i (składy 2-4),

- zwiększenia wyjściowej koncentracji Nd_2O_3 [skład 4 \rightarrow 6 \rightarrow 7 ($R_s = 13,99 \rightarrow 13,9 \rightarrow 3,5$), skład 5 \rightarrow 8 ($R_s = 13,99 \rightarrow 1,75$),
- wzrostu koncentracji Ga_2O_3 w wyjściowym składzie [skład 5 \rightarrow 9 \rightarrow 10 \rightarrow 11 ($R_2 = 11,55 \rightarrow 5,775 \rightarrow 2,8875$), skład 14 \rightarrow 15 ($R_2 = 12 \rightarrow 6$).

Procesy epitaksji przeprowadzone były dla przechłodzenia $\Delta T \leq 15^\circ\text{C}$ i ze stałą szybkością obrotów $\omega = 120$ obr./min. Otrzymano warstwy o grubościach w zakresie od 1000 do 30000 nm.

3. BADANIA WARSTW EPITAKSJALNYCH

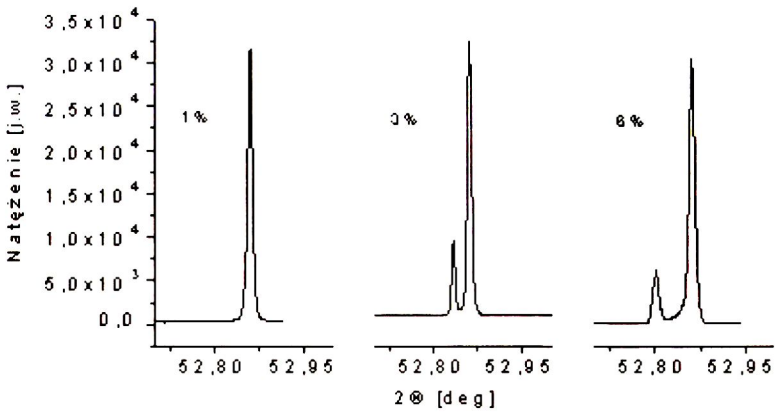
Otrzymane struktury Nd:YAG/YAG zostały scharakteryzowane za pomocą *wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej (XRD)*, badań spektroskopowych, pomiarów generacyjnych i mikrointerferometrycznych oraz dodatkowo pomiarów ESR.

3.1. Badania dyfraktometryczne

Do oceny jakości strukturalnej warstw i wyznaczenia względnego niedopasowania stałych sieci warstwy a_F i podłoża a_S zastosowana została metoda XRD. Ze względnego niedopasowania zdefiniowanego jako: $\Delta a/a_S = (a_S - a_F)/a_S$ można wyliczyć Δa dla warstw z różnymi koncentracjami jonów Nd^{3+} , Ga^{3+} i Lu^{3+} . Niedopasowanie stałych sieci podłoża YAG i warstwy informuje o wpływie domieszkowania jonami Nd^{3+} , Ga^{3+} i Lu^{3+} na stałą sieci warstwy.

Jednoczesna rejestracja pików dyfrakcyjnych warstwy i monokrystalicznego podłoża YAG przy pomiarach krzywych toczenia wymagała przygotowania struktur z warstwami o grubościach w zakresie 1000 - 5000 nm. W przedstawionych na Rys. 2 dyfraktogramach struktur Nd:YAG/YAG piki z mniejszymi wartościami 2θ pochodzą od warstwy co oznacza, że stała sieci warstwy jest większa niż podłoża i struktury są w stanie naprężenia. Przy domieszkowaniu warstw YAG jonami Nd^{3+} wartość stałej sieci rośnie.

Stała sieci monokryształów YAG otrzymanych metodą Czochralskiego jest większa niż warstwy epitaksjalnej YAG otrzymanej w procesie LPE. Przyczyną zapewne jest nieznaczną nadwyżką jonów Y^{3+} w granacie o składzie topiącym się kongruentnie, w porównaniu z warstwą o składzie stechiometrycznym .



Rys.2. Dyfraktogramy struktur Nd:YAG/YAG z różnymi koncentracjami jonów Nd^{3+} [18].
Fig.2. XRD patterns of Nd:YAG/YAG structures with different concentration of Nd^{3+} ions [18].

Dla koncentracji jonów $\text{Nd}^{3+} \sim 1$ at.% w warstwie wartości stałych sieci warstwy oraz podłoża stają się zbliżone i obserwowany jest jeden pik dyfrakcyjny co ilustruje Rys. 2 [18].

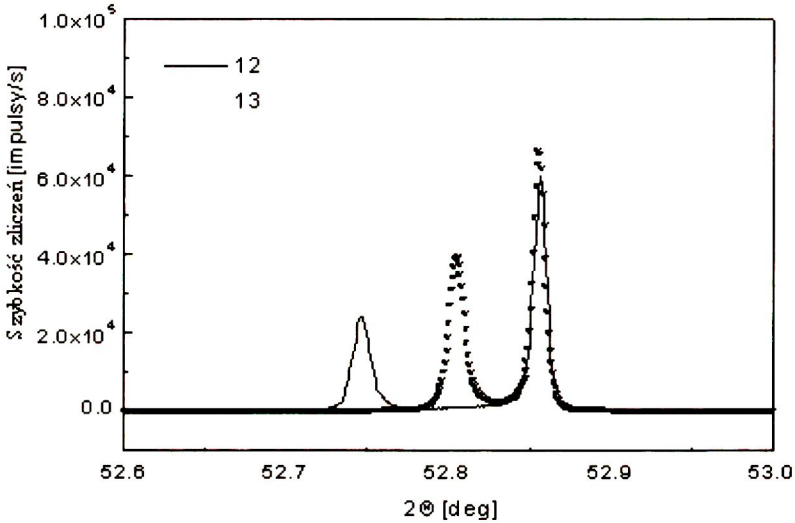
W granatach wartość stałej sieci kryształu w zależności od jego składu chemicznego może być opisana empirycznym wzorem: $a = b_0 + b_1 r_{\text{VIII}} + b_2 r_{\text{VI}} + b_3 r_{\text{IV}} + b_4 r_{\text{VIII}} r_{\text{IV}} + b_5 r_{\text{VIII}} r_{\text{VI}}$, gdzie a jest stałą sieci granatu, $b_0 \dots b_5$ są parametrami określonymi doświadczalnie dla jonów Y^{3+} i Gd^{3+} w pozycjach dodekaedrycznych oraz Fe^{3+} , Ga^{3+} i Al^{3+} w pozycjach oktaedrycznych i tetraedrycznych oraz r_{VIII} , r_{VI} i r_{IV} średnimi promieniami danych jonów w zajmowanych przez te jony pozycjach w komórce granatu [19]. Z tego wzoru wyliczono stałe sieci warstw $\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}$ w funkcji koncentracji Nd^{3+} i stałe sieci warstw $\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}$ ze stałą koncentracją Nd^{3+} (~ 1 at.%) w zależności od koncentracji jonów Ga^{3+} . Do obliczeń przyjęto wartości efektywnych promieni poszczególnych jonów przedstawione w pracy Shannona i Prewitta [20].

Dyfraktogramy struktur $\text{Y}_{3-x-y}\text{Nd}_x\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}/\text{YAG}$ ($x = 0,03$) otrzymanych odpowiednio ze składów nr 12 i 13 przedstawia Rys.3. Różne odległości katowe pików dyfrakcyjnych wynikają ze zmian koncentracji wyjściowej jonów Ga^{3+} i Lu^{3+} [21].

Najlepsze dopasowanie stałych sieci warstwy epitaksjalnej i podłoża w strukturach falowodowych $\text{Y}_{2,97-y}\text{Nd}_{0,03}\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}/\text{YAG}$ uzyskano ze składu 17 o najwyższym stężeniu wyjściowym Lu_2O_3 ($R_s = 3,41$). Zarejestrowano w tym przypadku jeden pik dyfrakcyjny. Dyfraktogram takiej struktury przedstawia Rys. 4.

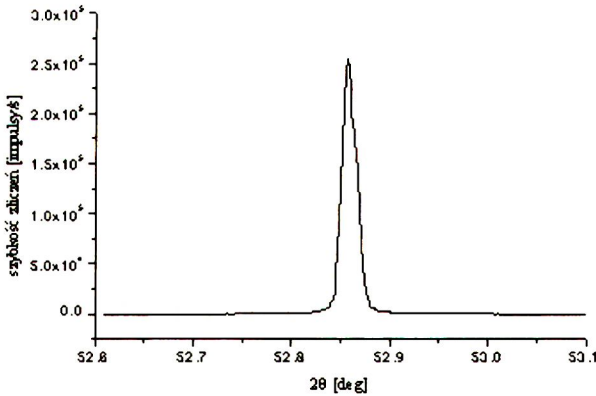
W Tab. 3 zestawiono wraz ze współczynnikami molowymi R_p , R_y , R_s i temperaturą wzrostu warstw T_c , wyliczone z pomiarów dyfraktometrycznych wartości $\Delta a/a_s$, wartości x i z we wzorze $\text{Y}_{2,97-x}\text{Nd}_{0,03}\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}$ opisującym skład warstwy oraz współczynniki segregacji jonów Nd^{3+} i Ga^{3+} . Wartości względnego niedopasowania $\Delta a/a_s$,

które nie były przeliczone dla stanu bez naprężeń, posłużyły do oszacowania wartości współczynników składu x i z , a następnie współczynników segregacji jonów neodymu k_{Nd} i galu k_{Ga} .



Rys. 3. Dyfraktogramy struktur $Y_{2.97-y}Nd_{0.03}Lu_yAl_{15-z}Ga_zO_{12}/YAG$ [21].

Fig.3. XRD patterns of $Y_{2.97-y}Nd_{0.03}Lu_yAl_{15-z}Ga_zO_{12}/YAG$ structures [21].



Rys. 4. Dyfraktogram struktury $Y_{2.97-y}Nd_{0.03}Lu_yAl_{15-z}Ga_zO_{12}/YAG$ (skład nr 17) [24].

Fig.4. XRD pattern of $Y_{2.97-y}Nd_{0.03}Lu_yAl_{15-z}Ga_zO_{12}/YAG$ structure (melt No 17) [24].

Tabela 3. Zestawienie współczynników molowych R_1 , R_2 i R_3 , temperatur wzrostu wartości niedopasowania sieciowego i współczynników segregacji Nd^{3+} i Ga^{3+} dla warstw $\text{Y}_{2,97-y}\text{Nd}_{0,03}\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_2\text{O}_{12}$ [21, 24].

Table 3. List of mole coefficients R_1 , R_2 and R_3 , growth temperatures values of lattice misfit and distribution coefficients of Nd^{3+} and Ga^{3+} for layers $\text{Y}_{2,97-y}\text{Nd}_{0,03}\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_2\text{O}_{12}$ [21, 24].

Nr	R_1	R_2	R_3	$T_G [^\circ\text{C}]$	$\Delta a/a_S \times 10^{-4}$	x	z	k_{Nd}	k_{Ga}
2	5,0	-	14,0	970	0	0,029	-	0,145	-
6	5,0	-	13,9	1035	-1,4	0,03	-	0,149	-
8	3,4	-	1,75	1003	-10,2	0,186	-	0,167	-
9	5,0	11,55	13,99	1031	-5,3	~0,03	0,07	-	0,176
10	5,0	5,775	13,99	1027	-11,81	~0,03	0,25	-	0,358
14	5,0	12,0	13,9	1015	-5,8	~0,03	0,09	-	0,24
15	5,0	6,0	13,9	1015	-13,4	~0,03	0,26	-	0,36
16	4,46	2,887	4,98	1009	-8,2	~0,03	~0,7	-	$\geq 0,45$

Z tabeli tej wynika, że:

- ze wzrostem koncentracji Ga_2O_3 w składzie wyjściowym rośnie wartość współczynnika segregacji jonów galu k_{Ga} ,
- $k_{\text{Ga}} < 1$ ponieważ jony Ga^{3+} podstawiają w pozycjach oktaedrycznych jony Al^{3+} o mniejszym promieniu jonowym,
- współczynnik segregacji jonów neodymu odpowiada wartości $k_{\text{Nd}} = 0,15$ wyznaczonej przez autorów pracy [2] i ma wartość zbliżoną do $k_{\text{Nd}} = 0,18$, jaką przyjmuje się przy monokryształizacji Nd:YAG metodą Czochralskiego.

Określona została zależność między składem wyjściowym opisanym współczynnikami R_i , a stałymi sieci warstw $\text{Y}_{3-x-y}\text{Nd}_x\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_2\text{O}_{12}$ i pośrednio składem warstw, jaki wynika z wartości parametrów x, y i z we wzorze opisującym skład warstwy.

Ze składu nr 16 otrzymano np. warstwy o składzie $\text{Y}_{2,37}\text{Nd}_{0,03}\text{Lu}_{0,6}\text{Al}_{4,3}\text{Ga}_{0,7}\text{O}_{12}$, który oszacowano z wyników pomiarów niedopasowania stałych sieci.

3.2. Pomiary współczynników załamania

Różnica współczynników załamania między warstwą i podłożem YAG została zmierzona dla warstw $\text{Y}_{2,97-y}\text{Nd}_{0,03}\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_2\text{O}_{12}$ o największej koncentracji jonów Ga^{3+} , a otrzymanych z roztworu nr 16 i 17.

Współczynnik załamania warstw zmierzono za pomocą mikroskopu interferencyjno-polaryzacyjnego, w świetle przechodzącym [22]. Pomiary przeprowadził i wyniki zinterpretował D. Litwin z Instytutu Optyki Stosowanej [21].

System optyczny tego urządzenia jest oparty na typowym układzie mikroskopowym zgodnym z zasadą Kohlera, jednak zawiera kilka dodatkowych elementów modyfikujących układ. W rezultacie układ optyczny tworzy dwa obrazy obiektu przesunięte względem siebie. Długość fali światła padającego na obiekt zmieniano w sposób ciągły przy pomocy przestrajalnego filtra ciekłokrystalicznego zbudowanego według zasady Lyota. Próbki zostały przygotowane w postaci klina o małym kącie nachylenia. Próbka była umieszczona w cieczy immersyjnej aby ułatwić identyfikację prążka rzędu zerowego, co w interferometrii jest istotnym problemem.

Wyniki pomiarów zamieszczono w Tab. 4. Wyznaczone różnice współczynników załamania $\Delta n > 0,01$ świadczą, że otrzymane zostały epitaksjalne struktury falowodowe o wymaganej wartości Δn między warstwą epitaksjalną i podłożem YAG

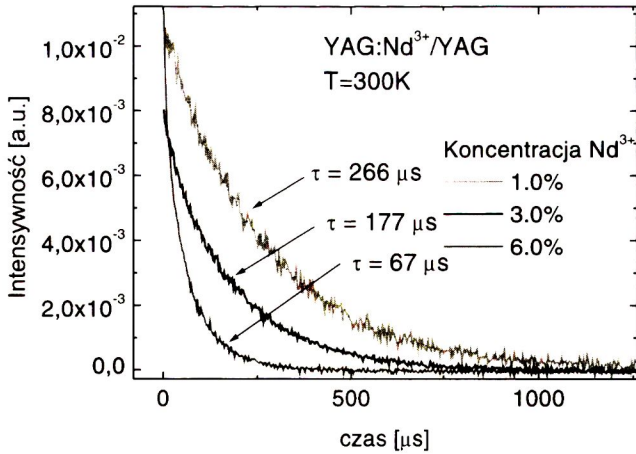
Tabela 4. Porównanie współczynników załamania warstw epitaksjalnych $Y_{2,97-y}Nd_{0,03}Lu_yAl_{5-z}Ga_2O_{12}$ i materiału podłożowego (YAG) dla różnych długości fali świetlnej.
Table 4. Comparison of refraction indexes for $Y_{2,97-y}Nd_{0,03}Lu_yAl_{5-z}Ga_2O_{12}$ and substrate material (YAG) for different light wavelengths.

Nr	λ nm	n_o olejki immersyjny	n_{YAG}	n_l (warstwa)	Δn
1	656,3	1,6898	1,831	1,850	0,019
2	632,8 He-Ne	1,6928	1,832	1,853	0,021
3	589,3	1,7000	1,835	1,859	0,024
4	550,0	1,7085	1,842	1,860	0,018
5	510,0	1,7191	1,849	1,863	0,014

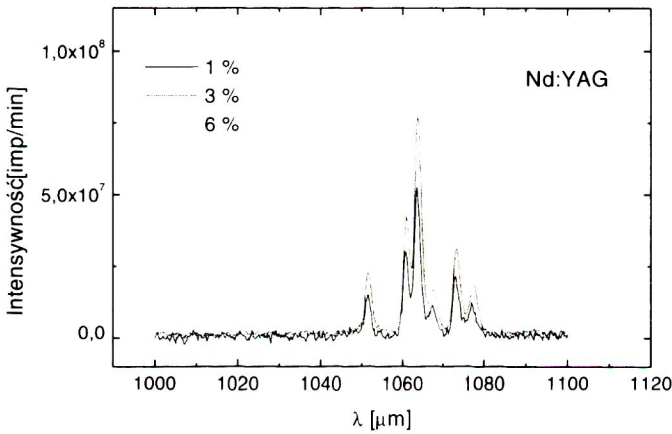
3.3. Pomiary spektroskopowe, wzmocnienia i generacji

Pomiary czasów życia fluorescencji z poziomu ${}^4F_{3/2}$ jonu Nd^{3+} oraz pomiar emisji w paśmie 1060 nm w cienkich warstwach epitaksjalnych o koncentracjach ~ 1, 3 i 6 at. % Nd^{3+} przeprowadzono w temperaturze pokojowej w Instytucie Mikro- i Optoelektroniki PW. Pomiary te ilustrują kolejno Rys. 5-6.

Źródłem pobudzenia był optyczny parametryczny oscylator pompowany trzecią harmoniczną lasera Nd:YAG. Długość fali pompującej wynosiła ~ 580 nm i odpowiadała silnej absorpcji do poziomu ${}^4G_{5/2}$. Na Rys. 5 przedstawione są krzywe zaniku fluorescencji jonu Nd^{3+} i czasy życia poziomu ${}^4F_{3/2}$ jonów neodymu w warstwach [21, 24].



Rys. 5. Czasy zaniku luminescencji jonów Nd³⁺.
 Fig.5. The decay profiles of Nd³⁺ ions luminescence.



Rys. 6. Widma emisji warstw Nd:YAG w paśmie 1060 nm w funkcji koncentracji jonów Nd³⁺.
 Fig.6. The 1060 nm emission of Nd:YAG films vs. Nd³⁺ concentration.

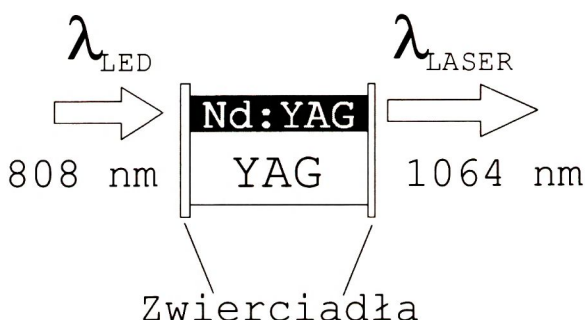
Dla warstw z zawartością ~ 1 at.% jonów Nd³⁺ wartości czasów życia mieściły się w zakresie 250 - 270 μs. Wyniki te świadczą o dobrej perfekcji strukturalnej warstw. Skrócenie czasów życia i odstępstwo od eksponencjalnego zaniku fluorescencji dla wyższych koncentracji domieszki jest wynikiem silnego oddziaływania między jonami Nd³⁺ prowadzącego do niepromienistego wygaszania fluorescencji.

W Instytucie Mikro- i Optoelektroniki PW wykonano również badania wzmocnienia i generacji w strukturach falowodowych Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-z}Ga_zO₁₂/YAG oraz określono przekroje czynne na absorpcję i emisję warstw. Do pomiarów tych przygotowane

zostały struktury w postaci prostokątów o wymiarach 5 x 10 mm z krawędziami płasko-równoległymi (5 mm) wypolerowanymi do jakości laserowej. Różnica współczynników załamania pomiędzy warstwą a podłożem $\sim 2 \times 10^{-2}$ pozwoliła na otrzymanie modów prowadzonych w strukturze.

Wiązkę sygnałową o długości fali 1064 nm, odpowiadającą maksimum emisji jonu neodymu w kryształ YAG oraz wiązkę pompującą o długości fali 808 nm wprowadzono do aktywnego światłowodu planarnego $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-z}Ga_zO_{12}/YAG$. Jako źródła światła pompującego zastosowano półprzewodnikową diodę laserową DL-810 o pracy ciągłej, mocy wyjściowej ≥ 150 mW i centralnej długości fali $\lambda_p = 808$ nm. Wiązka sygnałowa była modulowana mechanicznie i rejestrowana w funkcji mocy pompującej na wyjściu z falowodu. Otrzymano wzmocnienie małosygnałowe rzędu 18 dB na długości fali 1064 nm [23-24]

Badania generacyjne prowadzono w układzie płasko-równoległego rezonatora typu Fabry-Perot przedstawionego na Rys 7.



Rys.7. Planarny laser falowodowy Nd:YAG.

Fig.7. Planar waveguide Nd:YAG laser.

Zwierciadła o transmisjach 0 i 5 % leżały bezpośrednio na powierzchniach czołowych falowodu. Zaobserwowano generację przy mocach progowych ~ 25 mW, co pozwoliło oszacować wartość strat rozłożonych światłowodu na mniej niż 0,1 dB/cm [24].

3.4. Pomiary metodą Elektronowego Rezonansu Spinowego (ERS)

Uzupełnieniem metod oceny własności warstw były pomiary ESR, którymi wykrywa się centra o własnościach paramagnetycznych. W warstwach granatów Nd:YAG aktywnymi centrami są jony Nd^{3+} . Informację o jednorodności badanego monokryształu można uzyskać badając szerokość otrzymanych linii rezonansowych. Pomiary ESR przeprowadzono w paśmie X za pomocą spektrometru ESP-300. Maksymalne natężenie linii otrzymano dla temperatury w pobliżu 20 K.

Tabela 5. Wyniki pomiarów dla struktur o wzrastającej koncentracji Nd^{3+} [18].**Table 5.** The results of measurement for structures with increasing Nd^{3+} concentration [18].

Nr	$T_1 \cdot 10^{-4}$ [s]	$T_2 \cdot 10^{-10}$ [s]	ΔH_{pp} [mT]	$\langle \delta\phi^2 \rangle$	$\langle \delta H_d \rangle$ [mT]	Koncentracja względna Nd^{3+}
2	51	6.3	2.3	$3,0297 \times 10^{-6}$	13,306	1
7	9.13	2.52	4.3	$6,2340 \times 10^{-6}$	44,002	3.086
8	3.07	1.6	7.8	$20,000 \times 10^{-6}$	146,779	5.837

Z przedstawionych wyników widać, że wraz z większą koncentracją Nd^{3+} maleją czasy relaksacji T_1 (spin- sieć) oraz T_2 (spin-spin). Wzrasta natomiast szerokość linii ΔH_{pp} , która jak pokazano w pracy [18], jest funkcją lokalnego pola magnetycznego wokół domieszki δH_d oraz rozrzutu kąta obrotu pola magnetycznego w badanej płaszczyźnie (111) $\delta\phi$. Zachowanie takie jest charakterystyczne dla struktury mozaikowej, która pogłębia się ze wzrostem koncentracji Nd^{3+} . Wyniki pomiarów ESR korelują z badaniami rentgenowskimi i spektroskopowymi.

4. PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania poświęcone były określeniu warunków epitaksji z fazy ciekłej warstw falowodowych $\text{Y}_{3-x-y}\text{Nd}_x\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}$ o parametrach umożliwiających wykonanie falowodowych laserów cienkowarstwowych Nd:YAG/YAG o emitowanej długości fali $\lambda = 1064$ nm przy pompowaniu diodą laserową $\lambda = 810$ nm.

Do ustalenia warunków wzrostu w procesie LPE struktur falowodowych Nd:YAG prowadziła kolejno:

- epitaksja warstw YAG domieszkowanych jonami Nd^{3+} o koncentracji do ~ 6 at.%,
- epitaksja warstw YAG o stałej, zbliżonej do optymalnej koncentracji jonów $\text{Nd}^{3+} \sim 1$ at.% i domieszkowanych jonami Ga^{3+} , które częściowo podstawiając jony Al^{3+} zwiększają wartość współczynnika załamania warstwy oraz wartość stałej sieci warstwy,
- epitaksja warstw $\text{Y}_{3-x-y}\text{Nd}_x\text{Lu}_y\text{Al}_{5-z}\text{Ga}_z\text{O}_{12}$ w których obecność jonów Lu^{3+} powoduje zmniejszenie wartości stałej sieci warstwy, a odpowiednio wysoka koncentracja jonów $\text{Ga}^{3+} \geq 10$ at.% umożliwia otrzymanie struktury falowodowej.

Dla warstw Nd:YAG o koncentracji jonów $\text{Nd}^{3+} \sim 1$ at.% wartości czasów życia fluorescencji poziomu ${}^4\text{F}_{3/2}$ jonu Nd^{3+} mieściły się w zakresie 250 - 270 μs , a szerokość linii rezonansowej ESR $\Delta H_{pp} = 1,2$ mT. W monokryształach objętościowych Nd:YAG o najlepszej jakości wyhodowanych metodą Czochralskiego czas życia τ jest zbliżony, a wartość ΔH_{pp} dwukrotnie większa $\sim 2,5$ mT. Porównanie to, przy uwzględnieniu badań

dyfrakcyjnych, świadczy o otrzymaniu warstw epitaksjalnych o doskonałej perfekcji strukturalnej i wysokiej jakości optycznej.

W warstwach falowodowych $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-z}Ga_zO_{12}$ domieszkowanie jonami Ga^{3+} i Lu^{3+} nie obniżyło parametrów spektroskopowych. Obecność jonów Ga^{3+} spowodowała zakładany efekt wzrostu wartości współczynnika załamania warstwy w zakresie 0,015 - 0,02 w stosunku do współczynnika załamania YAG i jednocześnie zwiększenie wartości stałej sieci warstwy. Domieszkowanie jonami Lu^{3+} umożliwiło dopasowanie stałych sieci warstwy falowodowej i podłoża osiągając najkorzystniejszy efekt $\Delta a \approx 0$ dla składu nr 17.

Określenie zależności między warunkami procesu epitaksji, a własnościami warstw pozwoliło na sterowanie parametrami warstw epitaksjalnych. Dla ustalonych warunków epitaksji otrzymane zostały struktury falowodowe $Y_{3-x-y}Nd_xLu_yAl_{5-z}Ga_zO_{12}/YAG$ o dobrym dopasowaniu stałych sieci warstwy i podłoża, różnicy współczynników załamania $\Delta n \geq 0,015$, wartości strat rozłożonych poniżej 0,1 dB/cm i wzmacnieniu małosygnałowym ~ 18 dB ($\lambda = 1064$ nm).

Wyniki badań pokazały, że otrzymane struktury falowodowe mogą posłużyć do konstrukcji jednoczęstotliwościowego, falowodowego lasera cienkowarstwowego pobudzanego diodami laserowymi o długości fali 810 nm i generującego promieniowanie w zakresie $\lambda = 1064$ nm dla przejścia ${}^4F_{3/2} \rightarrow {}^4I_{11/2}$ jonu Nd^{3+} .

Epitaksja z fazy ciekłej okazała się metodą umożliwiającą wytworzenie falowodowych struktur laserowych o niskiej tłumienności.

Praca została wykonana w ramach Projektu Zamawianego PBZ-023-10 finansowanego przez Komitet Badań Naukowych.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Van der Ziel J.P., Bonner W.A., Kopf L., Van Uitert L.G.: Coherent emission from Ho^{3+} ions in epitaxially grown thin aluminium garnet films. Phys. Lett. 22, 1972, 105-106
- [2] Ferrand B., Pelenc D., Charter I., Wyon Ch.: Growth of LPE Nd:YAG single crystal layers. J.Cryst. Growth, 128, 1993, 966-969
- [3] Hanna D.C., Large A.C., Shepherd D.P., Tropper A.C., Charter I., Ferrand B., Pelenc D.: A side-pumped Nd:YAG epitaxial waveguide laser. Optics Comm. 91, 1992, 229-235
- [4] Hanna D.C., Large A.C., Shepherd D.P., Tropper A.C., Charter I., Ferrand B., Pelenc D.: Low threshold quasi-three-level 946 nm laser operation of an epitaxially grown Nd:Y₃Al₅O₁₂ waveguide. Appl.Phys.Lett. 63, 1993, 7-9
- [5] Shepherd D.P., Brown C.T.A., Warburton T.J., Hanna D.C., Tropper A.C., Ferrand B.: A diode-pumped, high gain, planar waveguide, Nd:Y₃Al₅O₁₂ amplifier. Appl.Phys.Lett. 71, 1997, 876-878

- [6] Sugimoto N., Chishi Y., Katoh Y., Shimokozo M., Sudo S.: A ytterbium-and neodymium-co-doped yttrium aluminium garnet-buried channel waveguide laser pumped at 0.81 μm . *Appl.Phys.Lett.* 67, 1995, 582-584
- [7] Shimokozo M., Sugimoto N., Tate A., Katoh Y.: Room temperature operation of an Yb-doped $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ buried channel waveguide laser at 1.025 μm wavelength. *Appl.Phys.Lett.* 68, 1996, 2177-2179
- [8] Field S.J., Hanna D.C., Large A.C., Shepherd D.P., Tropper A.C., Chandler P.J., Townsend P.D., Zhang L.: Low threshold ion-implanted Nd:YAG waveguide laser. *Elect. Letters* 25, 1992, 2375-2376
- [9] Hanna D.C., Jones J.K., Large A.C., Shepherd D.P., Tropper A.C., Chandler P.J., Rodman M.J., Townsend P.D., Zhang L.: Quasi-three level 1.03 μm laser operation of a planar ion-implanted Yb:YAG waveguide. *Optics Comm.* 99, 1993, 211-215
- [10] Zhang L., Townsend P.D., Chandler P.J., Silversmith A.J.: Upconversion in ion implanted Er:YAG waveguide. *Elect. Letters*, 30, 1994, 1063-1064
- [11] Sarnecki J., Skarcz J.: Epitaksja warstw Er:YAG z fazy ciekłej. *Materiały Elektroniczne* 25, 1997, 4-17
- [12] Blank S.L., Nielsen J.W.: The growth of magnetic garnet by liquid phase epitaxy. *J.Crystal Growth* 17, 1972, 302-311
- [13] Giess E.A., Faktor M.M., Ghez R., Guerci C.F.: Gadolinium gallium garnet liquid phase epitaxy and the physical chemistry of garnet molten solutions. *J.Cryst. Growth* 56, 1982, 576-579
- [14] Stein B.F.: Growth of garnet films by liquid phase epitaxy. *AIP Conf. Proc.* 18, 1974, 48-62
- [15] Sarnecki J.: Określenie koncentracji jonów Ga^{3+} w cienkich warstwach magnetycznych granatów. *Materiały Elektroniczne* 4, 1982, 22-32
- [16] Cermak J., Nevřiva M.: Distribution coefficients of the $(\text{Y,Lu,Sm,Ca})^{3+}(\text{Fe,Ge})^{5+}\text{O}_{12}$ garnet system. *J.Crystal Growth* 66, 1984, 221-227
- [17] Pelenc D.: These de doctorate. Universite' de Grenoble, 1992
- [18] Jabłoński R., Sarnecki J., Mazur K., Sass J., Skwarcz J.: ESR and X-ray diffraction measurements of Nd substituted yttrium aluminum garnet films. *J. of Alloys and Compounds*, 300-301, 2000, 316-321
- [19] Strocka B., Holst P., Tolksdorf W.: An empirical formula for calculation of lattice constants of oxide garnets based on substituted yttrium- and gadolinium iron garnets. *Philips J. Research.* 33, 1978, 186-202
- [20] Shannon R.D., Prewitt C.T.: Effective ionic radii in oxides and fluorides. *Acta Cryst.* B25, 1969, 925-946
- [21] Sarnecki J., Malinowski M., Skwarcz J., Jabłoński R., Mazur K., Litwin D., Sass J.: Liquid phase epitaxial growth and characterization of Nd:YAG/YAG structures for thin film lasers. *Proc. SPIE* 4237, 2000, 5-10
- [22] Pluta M.: *Advanced light microscopy*. Amsterdam: Elsevier 3, 1993, 358-388

- [23] Sarnecki J., Malinowski M., Skwarcz J.: Epitaksja z fazy ciekłej falowodowych struktur laserowych Nd:YAG/YAG. Materiały VII Konferencji Technologia Elektronowa ELTE 2000
- [24] Malinowski M., Sarnecki J., Piramidowicz R., Szczepański P., Woliński W.: Epitaxial RE³⁺:YAG planar waveguide lasers. Opto-Electronics Review, 9, 2001, 67-74

LIQUID PHASE EPITAXIAL GROWTH AND CHARACTERIZATION OF Nd:YAG/YAG WAVEGUIDE LASER STRUCTURES

SUMMARY

Considerable interest in rare-earth planar waveguide YAG lasers is observed. Liquid phase epitaxy (*LPE*) is a suitable technique to realize solid state garnet laser with a planar waveguide structure.

The thin waveguide films of Nd³⁺, Ga³⁺ and Lu³⁺ doped YAG were grown from a supercooled molten garnet-flux high temperature solution on undoped YAG substrates by the standard *LPE* dipping technique. The basic condition of epitaxial growth and properties of the epitaxial films and waveguide structures are presented. As indicated by *XRD*, *ESR*, refractive index data, optical spectroscopic studies, amplification and laser characteristics measurements the good optical quality and high crystallinity Nd:YAG/YAG films and waveguide structures have been obtained.