# РОСТ И СВОЙСТВА ШИРОКОАПЕРТУРНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ДЛЯ МОЩНЫХ ЛАЗЕРНЫХ СИСТЕМ

А.П. Прохоров, А.Н. Севрюкова, В.В. Грибко, М.А. Новиков Институт прикладной физики РАН, ул. Ульянова, 46,603950 Нижний Новгород, Россия prokhorov.artem@ipfran.ru, anna\_13.08@mail.ru, gribkovladimir@icloud.com, mnovik@ipm.sci-nnov.ru

В работе представлены результаты выращивания крупногабаритных профилированных монокристаллов КDP и DKDP скоростным методом (до 15 мм/сутки) для изготовления широкоапертурных оптических элементов для преобразования и модуляции частоты в мощных лазерных системах. Проведенные исследования показали влияние параметров роста на величину удельного сопротивления в оптических элементах.

### Введение

Кристаллы группы KDP (ADP, DKDP, и др.) широко применяются в лазерной технике в качестве электрооптических элементов: затворов, модуляторов и т.д. [1] Данные кристаллы в настоящее время активно применяются на мощных лазерных системах. Это связано, прежде всего, с тем, что электрооптические элементы должны обладать большой апертурой (410×410×10 мм<sup>3</sup>). Увеличение энергетических характеристик лазеров в современных и перспективных приложениях предполагает использование оптических элементов все большего размера, что накладывает новые требования на технологию их изготовления, в том числе, роста кристаллических буль для изготовления широкоапертурных нелинейно-оптических элементов. В связи с этим к полученным кристаллооптическим элементам выдвигаются высокие требования к параметрам нелинейности кристаллов, остаточному поглощению, порогу разрушения, к углам синхронизации фаз для генерации гармоник, оптикомеханической обработке, искажению волнового фронта и т.д.

В данный момент известно несколько методик роста крупногабаритных кристаллов группы КDP – это рост в собственной огранке из точечной затравки [2], а также моносекториальный рост из плоскопараллельной затравки в форме [3]. Одним из преимуществ моносекториального роста из плоскопараллельной затравки в форме является больший процент выхода готовых элементов. В настоящей работе исследуется влияние параметров роста и ростовых дефектов на омическое сопротивление электрооптических элементов, выращенных скоростным методом в ростовой форме.

## Экспериментальная часть

Метод скоростного выращивания моносекториальных профилированных кристаллов [4] состоит в следующем: затравка в виде пластины, вырезанной параллельно одной из естественных граней кристалла, помещается на дно специальной кристаллизационной формы, обычно прямоугольного сечения с вертикальными боковыми стенками. Размеры поперечного сечения и ориентация рабочей грани затравки относительно стенок камеры выбираются такими, чтобы полученный в процессе выращивания кристалл по своим размерам и ориентации максимально соответствовал форме и ориентации оптического элемента (элементов), который будет затем из него изготовлен.

В данной работе исследуются образцы монокристаллов KDP, которые были выращены в форме размером 420×420×70 мм<sup>3</sup>, в кристаллизаторе объемом 150 литров. Рост осуществлялся в термостатированных условиях при абсолютных пересыщениях, не превышающих 3°С, и уровне рН раствора, равным ~2.7. Основной ростовой гранью являлась грань (101) – грань бипирамиды. Для приготовления раствора использовалась соль KDP марки Prochem inc. с содержанием примесей Fe 50 ppb, Mg 50 ppb, Si 100 ppb, Al 50 ppb, Cr 89 ppb. Так как для обеспечения моносекториального скоростного роста кристаллов группы KDP в большинстве случаев необходимо, чтобы скорости роста граней призмы и бипирамиды были близки, контроль примесного состава раствора является важной составной частью практики выращивания кристаллов. Источником примесей может служить, в первую очередь, сырье, из которого приготавливается рабочий раствор. В качестве растворителя используется деионизованная вода. К сожалению, в настоящее время нельзя четко и в полном объеме сформулировать требования к примесному составу сырья для вырашивания кристаллов типа KDP. Это связано с тем, что пока исследовано влияние ограниченного числа примесей, преимущественно примесей 2-х и 3-х валентных металлов. Влияние других примесей изучено в меньшей степени.

Для исследования качества растворов для выращивания кристаллов KDP использовалась поляризационно - интерференционная установка, разработанная в лаборатории выращивания водорастворимых кристаллов ИПФ РАН [5]. На рис. 1 показаны результаты проверки раствора, приготовленного из сырья марки Prochem inc. (ОСЧ) соль дигидрофосфата калия. Из положения кривых на графике относительно «эталонных» кривых можно сделать вывод о том, что кривые совпадают с «эталонной» кривой, соответствующей «чистому» раствору (рис. 1). В качестве «эталонных» растворов были выбраны растворы с различными концентрациями примеси Fe<sup>3+</sup>. Примесь Fe<sup>3+</sup> была выбрана потому, что, во-первых, тормозящее действие ее на рост граней {100} кристаллов группы KDP достаточно хорошо изучено, а, во-вторых, в силу распространенности различных соединений железа в природе, они присут-

12-я Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом», 19-22 сентября 2017 г., Минск, Беларусь 12th International Conference "Interaction of Radiation with Solids", September 19-22, 2017, Minsk, Belarus ствуют в том или ином виде во всех бытовых примесях.



Рис. 1. Зависимость скорости роста (R) грани (100) КDP от пересыщения ( $\sigma$ ). 1 – «эталонный» раствор, C<sub>Fe</sub> = 0; 2 – «эталонный» раствор, C<sub>Fe</sub> = 16 ppm; 2a, 3a – раствор для выращивания кристалла KDP партии Prochem inc.

Скорость роста монокристаллов составляла до 15 мм/сутки. Выращенные кристаллические були размерами 405×420×70 мм<sup>3</sup> ориентировали и распиливали на элементы толщиной 13 мм и площадью основания 325×330 мм<sup>2</sup>. Далее вырезанные образцы шлифовались, после чего просветлялись. Вид оптико-механической обработки – алмазное микрофрезерование. Шероховатость сторон, полученных оптических элементов составляла ~ 6 нм.



Рис. 2. Элемент I типа KDP

Измерения сопротивлений образцов проводились на тераомметре Metrel TeraOhmXA 10 kV MI 3210, позволяющем подавать постоянное напряжения до 10 кВ, измерять сопротивление, индекс поляризации, коэффициент абсорбции и коэффициент рассеивания. Измерения сопротивления проводилось по трех электродной схеме при напряжении до 10 кВ (Рис. 3).

По итогам измерений были получены карты распределения удельного сопротивления по по-

верхности исследуемых образцов. На картах распределения удельного сопротивления



Рис. 3. Схема измерения удельного объемного (а) и поверхностного (б) сопротивления образцов: А – измерительный электрод; С – токозадающий электрод; В – охранный электрод; Д – диэлектрик

присутствуют неоднородности, это может быть обусловлено наличием дефектов роста, которые в свою очередь являются следствием высоких скоростей роста и морфологической неустойчивости растущей грани монокристалла.

#### Заключение

В ходе исследований были выращены кристаллы размерами 405×420×70 мм<sup>3</sup> (КDP) методом скоростного выращивания моносекториальных профилированных кристаллов. Из выращенных кристаллических буль получены элементы размерами 325×330×13 мм<sup>3</sup>. Данные элементы обладают высоким показателем оптической однородности и коэффициентом нелинейности. Результаты исследования показывают, что изменение однородности элемента может быть вызвано морфологической неустойчивостью растущей грани монокристалла, а также вредным влиянием примесей в растворе на кинетику роста.

#### Список литературы

- Пузиков В.М., Сало В.И., Колыбаева М.И., и др. Монокристаллы КDP\DKDP для мощных лазеров. Выращивание, свойства, применение. Харьков. 204. 336 с.
- 2. Bespalov V.I., Bredikhin V.I., Ershov V.P. and Katsman V.I.// Jemna Mechaika a Optika. 1995. 5 6/95. P. 156.
- 3. Колыбаева М.И., Сало В.И., Притула И.М., и др. // Кристаллография 2004. Т. 49. № 2. С. 320-324
- Кацман В.И. Устройство для скоростного выращивания профилированных и ориентированных моносекториальных кристаллов группы КDP из раствора. Патент №2176000, 2000.
- 5. Воронцов Д.А., Ершов В.П. «Методика оценки качества растворов для выращивания кристаллов КDP» // Вестник ННГУ. Сер Физическая. 2006. Вып. 1(9). С. 132–136.
- 6. Левченко А.Н. // Вісник Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна. Серія "Радіофізика та електроніка". № 927. 2010. Випуск 16. С. 22-30.

# GROWTH AND PROPERTIES OF WIDE-APERTURE OPTICAL ELEMENTS FOR HIGH-POWER LASER SYSTEMS

A.P. Prokhorov, A.N. Sevryukova, V.V. Gribko, M.A. Novikov Institute of Applied Physics, Russian Academy of Sciences, 46 Ulyanova, Nizhny Novgorod, Russia, prokhorov.artem@ipfran.ru, anna\_13.08@mail.ru, gribkovladimir@icloud.com,

12-я Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом», 19-22 сентября 2017 г., Минск, Беларусь 12th International Conference "Interaction of Radiation with Solids", September 19-22, 2017, Minsk, Belarus The work presents the results of growing large-sized profiled KDP and DKDP monocrystals method of high-speed growing of monosectoral profiled crystals. High-speed growing method includes the following steps. The wafer seed cut parallel to one of the natural faces of the crystal is put to the special crystallization form bottom, usually rectangular with vertical side walls. The cross-sectional size and orientation of the working face of the seed relative to the walls of the chamber are selected such that the resulting crystal size and orientation to be the most consistent with the shape and orientation of the optical element which is planned to be made of it.

In this work we research samples of KDP and DKDP monocrystals (fig.1a) (the percentage of deuterating is no less than 97, 6%) (fig. 2) of Z-cut grown in the 320×320×70 mm form in 150 L crystallizer. The growth was carried out in isothermal conditions at absolute oversaturation not exceeding 3 °C and the pH of the solution equal to ~2.7. Crystals' grew by the brink of the bipyramid. To prepare the solution we used the salt KDP Prochem inc. with the following impurities: Fe 50 ppb, Mg 50 ppb, Si 100 ppb, AI 50 ppb, Cr 89 ppb. The monocrystals growth speed was up to 15 mm per 24 hours. The grown crystal boule was 307×320×70 mm<sup>3</sup> (KDP), 303×320×70 mm<sup>3</sup> (DKDP) were oriented and cut to elements with a thickness of 10 mm. The samples' resistance measurements were held via teraohmmeter Metrel TeraOhmXA 10kV MI 3210 (the instrument error does not exceed 5%), which allows to apply a DC voltage up to 10 kV, and measure resistance, polarization index, absorption index and coefficient of dispersion. Resistance measurements were of work we obtained maps of resistivity distribution in the studied samples. According to the results of the measurements current-voltage characteristics of the samples close to linear were obtained, which corresponds to the high quality of the grown samples. Also we measured the distribution maps were caused by the presence of growth defects which in turn are the consequence of high growth rates and morphological instability of the growing face of the crystal.

# РЕНТГЕНОВСКАЯ ИМПУЛЬСНАЯ РАДИОГРАФИЯ НА ОСНОВЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ Х- И РZ-ПИНЧЕЙ

А.Г. Русских<sup>1</sup>), А.С. Жигалин<sup>1</sup>), А.П. Артемов<sup>1</sup>), А.В. Федюнин<sup>1</sup>), В.И. Орешкин<sup>1</sup>), С.А. Чайковский<sup>2</sup>) <sup>1</sup>/Институт сильноточной электроники СО РАН, пр. Академический 2/3, Томск, Россия, russ@ovpe2.hcei.tsc.ru, zhigalin@ovpe2.hcei.tsc.ru, aap545@gmail.com, fed@ovpe2.hcei.tsc.ru, oreshkin@ovpe.hcei.tsc.ru

<sup>2)</sup>Институт электрофизики УрО РАН, ул. Амундсена 106, Екатеринбург, Россия, stas-chaikovsky@yandex.ru

Описана система импульсной рентгеновской радиографии на основе использования X- и РZ-пинча. Показана возможность применения такой диагностической системы для исследования структуры относительно малоплотных плазменных объектов, существующих короткое время. Приведена конструкция рентгеновского радиографа, в которой узел с источником излучения соединен с сильноточным генератором гибким кабельным токопроводом. Данное техническое решение позволило существенно расширить область применения такого диагностического метода как импульсная рентгеновская радиография на основе использования X- и РZ-пинча.

### Введение

Для исследования структуры быстро изменяющихся во времени объектов, начиная с 1982 года, в Физическом институте им. Лебедева (г. Москва) начали использовать вспышку рентгеновского излучения Х-пинча [1], источник которого имеет размер 1-10 мкм и длительность свечения ≈ 1 нс. Сушественным ограничением использования такого источника излучения являлось то, что он был реализован на генераторах, имеющих значительные габариты [2-5]. Начиная с 2008 года, в ИСЭ СО РАН (г. Томск) начали развивать радиографическую диагностику на базе малогабаритных мощных генераторов тока XPG, нагрузкой которых также являлся Х-пинч [6]. Такой тип генераторов имеет габариты 40х40х30 см<sup>3</sup> и допускает транспортировку, а, следовательно, существенно расширяет возможности экспериментаторов. Существенным шагом в развитии этой технологии было то, что было найдено техническое решение, позволяющее разделить генератор тока и узел генерации излучения. Начиная с 2010 года в рентгеновских радиографах, наряду с нагрузкой в виде Х-пинча, в ИСЭ СО РАН начали использовать точечный рентгеновский источник на основе миниатюрной плазменной струи. Такой тип нагрузок получил название Point Z-pinch (РZ-пинч) [7]. РZ-пинч обеспечивает вспышку рентгеновского излучения, по длительности аналогичную X-пинчу, размерами, лишь незначительно превышающими размеры вспышки X-пинча, но имеющий явное преимущество: многократность использования без вскрытия вакуумной камеры и отсутствие дорогостоящих микропроводников.

# Малогабаритный рентгеновский радиограф на основе Х-пинча

Х-пинч представляет собой обычно 4 проводника диаметром 10–30 мкм, скрещенных между собой в форме буквы "Х" [2]. При пропускании по Х-пинчу импульса тока с амплитудой I<sub>m</sub> (150– 300 кА) и временем нарастания t, для которого выполняется условие I<sub>m</sub>/t > 1 кА/нс [3], в области перекрестия проволочек образуется источник мягкого рентгеновского излучения размером в несколько микрон (в диапазоне энергии квантов 1–5 кэВ), а его длительность обычно не превышает 1 нс.

Благодаря таким свойствам источник излучения на основе Х-пинча может использоваться для рентгеновского зондирования с микронным пространственным и наносекундным временным разрешением. В ИСЭ СО РАН разработаны мало-

12-я Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом», 19-22 сентября 2017 г., Минск, Беларусь 12th International Conference "Interaction of Radiation with Solids", September 19-22, 2017, Minsk, Belarus