

RAPORT STIINTIFIC

privind implementarea proiectului in perioada ianuarie - decembrie 2012

Obiectivele principale ale etapei II sunt: a) realizarea de structuri laser de tip ghid de unda in mediul Nd:YAG de tip 'single crystal'; b) obtinerea de emisie laser la 1.06 si 1.34 μm in aceste ghiduri de unda; c) realizarea de ghiduri de unda in mediile laser Nd:YVO₄ si Nd:GdVO₄ si d) cercetari privind realizarea de medii Nd:YAG de tip ceramic in laboratorul nostru.

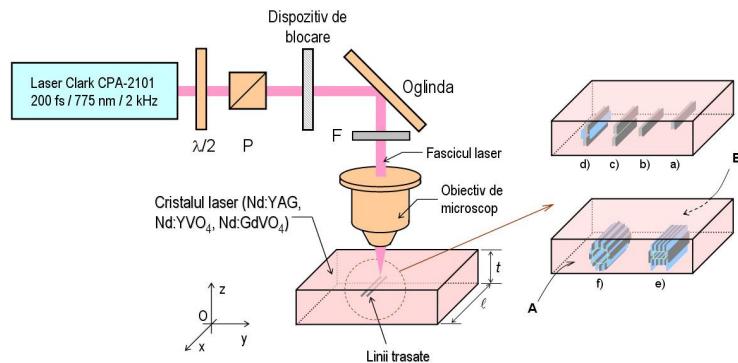


Fig. 1 Montajul experimental folosit pentru scrierea ghidurilor de unda in mediile laser Nd:YAG, Nd:YVO₄ si Nd:GdVO₄.
 P: polarizor; $\lambda/2$ = lama 'jumate de unda', F: filtru neutru.

Montajul experimental utilizat pentru scrierea ghidurilor de unda este prezentat in Fig. 1. Laserul de tip Ti:safir emite pulsuri cu durata de 200 fs, repetitie de 2 kHz si energie maxima de 600 μJ , la lungimea de unda de 775 nm; fasciculul laser a fost caracterizat de factorul $M^2 = 1.5$. Fasciculul a fost focalizat in cristalul laser in care se realizeaza ghidurile de unda cu ajutorul unui obiectiv optic, iar energia pulsurilor laser a fost modificata folosind un sistem optic format dintr-o lama de unda ($\lambda/2$), un polarizer (P) si un filtru neutru (F). Mediul activ a fost pozitionat pe un sistem Oxyz motorizat, cu miscare controlabila pe toate cele trei directii. Trei obiective optice, cu marirea 100x (NA= 0.5), 40x (NA= 0.65) si 20x (NA= 0.40) au fost utilizate; diametrul fasciculului laser (ϕ) si parametru confocal (b) dupa aceste obiective au fost ($\phi= 3 \mu\text{m}$, $b= 12 \mu\text{m}$), ($\phi= 2.1 \mu\text{m}$, $b= 18.3 \mu\text{m}$) si ($\phi= 7 \mu\text{m}$, $b= 65 \mu\text{m}$), respectiv. Viteza de scriere a fost de 50 $\mu\text{m}/\text{s}$.

Ghidurile de unda au fost realizate in doua cristale Nd:YAG, primul cu 0.7-at.% Nd (grosime de 3 mm si lungime de 8 mm) iar al doilea cu 1.1-at.% (3 mm grosime, 5 mm lungime). Dupa scriere, mediile au fost slefuite pe suprafetele exterioare (A si B in Fig. 1) si investigate cu ajutorul unui microscop.

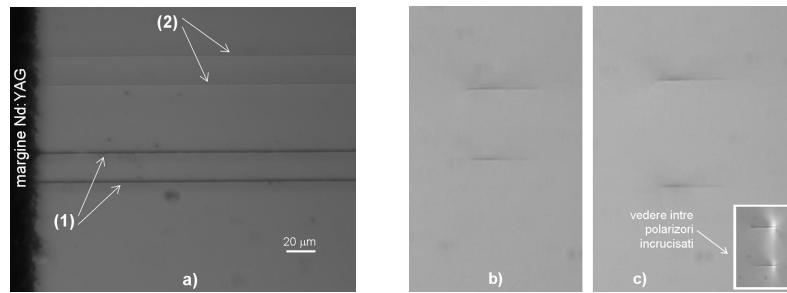


Fig. 2 a) Inscriptiuni realizate cu obiectivul 100x la suprafata mediului Nd:YAG **(1)** si la o distanta de 2 μm sub suprafata mediului **(2)**. Trase realizate cu obiectivul 20x la adancimi de **b)** 250 si **c)** 300 μm .

Figura 2a prezinta trasele realizate cu obiectivul 100x in mediul 0.7-at.% Nd:YAG, la suprafata mediului si la o adancime (maxim permisa) de 2 μm . Calculele au aratat ca fluenta minima a fasciculului laser pentru

care scrierea a fost posibila a fost de $3.4 (\pm 0.3) \text{ J/cm}^2$. In cazul obiectivului 20x au fost realizare trase in mediul laser pana o adancime de $300 \mu\text{m}$ (Fig. 2b) distanta intre linii fiind aleasa de $50 \mu\text{m}$ (Fig. 2b) sau de $75 \mu\text{m}$ (Fig. 2c). Schimbarile de indice de refractie sunt evidente in poza interioara a Fig. 2c, mediul Nd:YAG fiind plasat intre doi polarizatori incrusiati. Fluenta fasciculului laser a fost de 7.8 la 10.7 J/cm^2 .

Structuri mai complexe au fost realizate folosind obiectivul cu marirea 20x. Astfel, au fost obtinute trase simple (paralele) situate la distanta de $40 \mu\text{m}$ (Fig. 3a), trase alungite, in care schimbarea de indice de refractie s-a facut prin trasarea a cate doua perechi de linii suprapuse si a unei perechi de linii deplasate la $4 \mu\text{m}$ (Fig. 3b), precum si de structuri complexe de tip patrat (Fig. 3c), de tip elipsa (Fig 3d), sau de tip cilindric (Fig. 3e). Aceste structuri au fost scrise la o adancime de $\sim 300 \mu\text{m}$ in Nd:YAG. Pentru fluuenta laser utilizata in experimente ($\sim 11 \text{ mJ/cm}^2$), liniile au avut o adancime de $\sim 47 \mu\text{m}$. S-a observat si existenta unei alte mici liniile, situata in prelungirea trasei principale (aceast fenomen este clar in Fig. 3a si 3e): Modul de formare al acestei linii suplimentare nu este elucidat, constituind subiectul unor viitoare experimente.

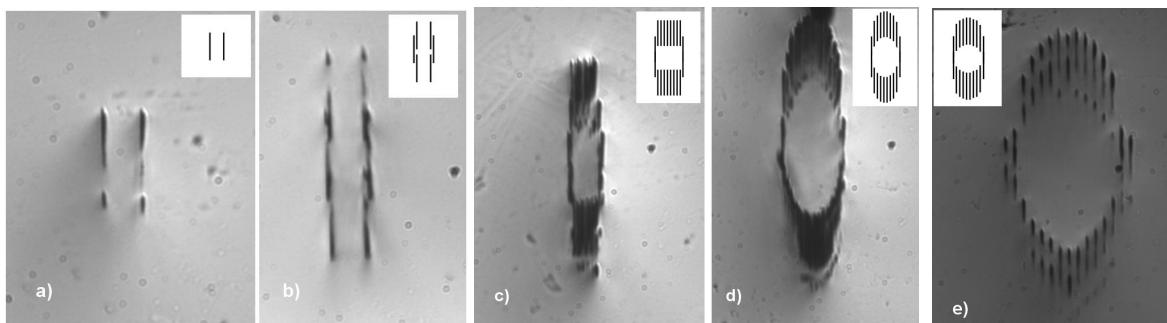


Fig. 3 Inscriptiuni realizate in mediul Nd:YAG: a) linii paralele distante 40 μm ; b) structura alungita; c) structura de tip patrat; d) ghid de tip elipsa; e) structura de tip cilindru.

In vederea stabilirii proprietatilor de ghidare a structurilor realizate in Nd:YAG a fost realizat montajul din Fig. 4. Fasciculul (polarizat) al unui laser HeNe a fost focalizat (cu lentila L) in structurile de tip ghid de unda. O lampa a fost folosita pentru iluminarea suprafetei de intrare a mediului Nd:YAG, iar distributia fasciculului laser HeNe la iesirea din mediul Nd:YAG a fost inregistrata cu o camera CCD. Figura 5 arata imaginile inregistrate pentru propagare libera in mediul Nd:YAG (Fig. 5a), dar si dupa ghidurile de unda de diferite geometrii. Se observa o buna confinare in configuratiile normale (Fig. 5b), de tip dreptunghiular (Fig. 5c) si elipsa (Fig. 5d), acestea fiind realizate utilizand liniile plasate la distanta de $4 \mu\text{m}$. In cazul ghidului circular fabricat cu liniile plasate la distanta de $10 \mu\text{m}$ se vede ca fasciculul laser este confinat in ghidul de unda, dar prezinta si scapari intre liniii, ceea ce nu este de dorit intr-un dispozitiv laser final. Primele evaluari indica valori ale pierderilor in domeniul 0.8 - 1.0 dB/cm

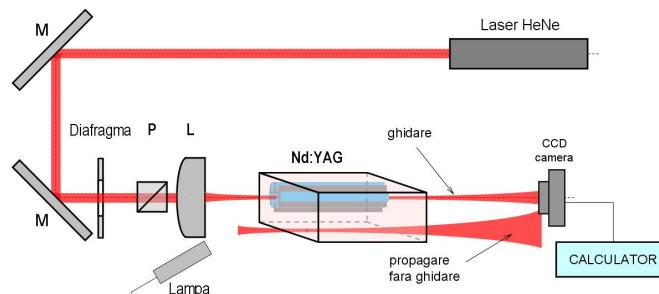


Fig. 4 Montaj experimental utilizat pentru caracterizarea ghidurilor de unda. M: oglinda; P: polarizor; L: lentila.

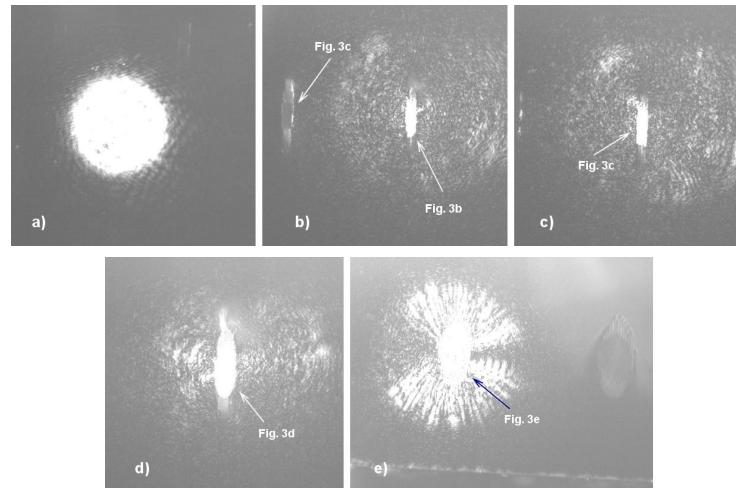


Fig. 5 Distributia fascicului laser HeNe dupa: a) propagare libera in Nd:YAG; b) ghid de unda normal; c) ghid de tip patrat; d) ghid de tip elipsa; e) ghid de tip cilindru, distanta intre linii de $10 \mu\text{m}$.

Proprietatile de emisie laser au fost investigate intr-un montaj experimental similar cu cel prezentat in Fig. 6a. Pompajul s-a facut cu o dioda laser cu emisie la $\lambda_p = 808 \text{ nm}$ (fibra optica cu diametrul de $600 \mu\text{m}$, $\text{NA} = 0.22$), iar un sistem optic (L_1, L_2) a fost utilizat pentru a focaliza radiatia de pompaj in Nd:YAG intr-un spot cu raza de $27 \mu\text{m}$. Rezonatorul optic a fost unul plan-plan, cu oglinzile M_1 si M_2 plasate cat mai aproape de suprafetele mediului Nd:YAG. O lentila L_3 a fost folosita pentru a colecta radiatia laser (λ_{em}). Caracteristici ale emisiei laser la $1.06 \mu\text{m}$ si $1.34 \mu\text{m}$ sunt arataate in Fig. 6b.

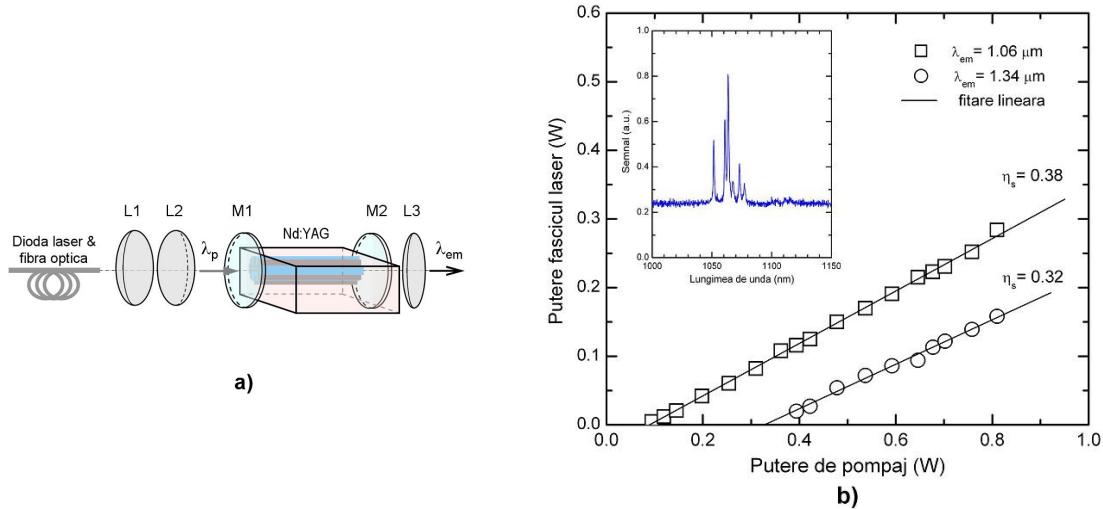


Fig. 6 a) Montaj experimental pentru studiul emisiei laser. b) Caracteristici ale emisiei laser obtinute cu oglinda de extractie M_2 cu transmisia $T = 0.05$ la $1.06 \mu\text{m}$ si $T = 0.04$ la $1.34 \mu\text{m}$. Figura interioara arata spectrul de fluorescenta obtinut din ghidul de unda.

Mediile laser de tip vanadat in care au fost realizate incisionari, in vederea obtinerii conditiilor minime necesare pe care trebuie sa le indeplineasca fasciculul laser, au fost 0.5-at.% Nd:YVO₄ (grosime de 8 mm) si 0.5-at.% Nd:GdVO₄ cu grosime de 5 mm. Un exemplu este aratat pentru Nd:YVO₄, in Fig. 7a, b. Astfel, folosind obiectivul 20x ($\text{NA} = 0.40$), obtinerea de trase la suprafata s-a obtinut cu energie minima a pulsului laser de $0.9 \mu\text{J}$ (fluenta $\sim 2.0 \text{ J/cm}^2$), in timp ce pentru 'scrierea' la adancimi de $400 \mu\text{m}$ au fost folosite pulsuri laser cu energia de $1.5 \mu\text{J}$ (fluenta $\sim 3.4 \text{ J/cm}^2$). Figura 7c prezinta trase realizate in mediul Nd:GdVO₄ la adancimea de $200 \mu\text{m}$, energia minima a pulsului laser fiind de $\sim 1.8 \mu\text{J}$ (fluenta de $\sim 4.0 \text{ J/cm}^2$).

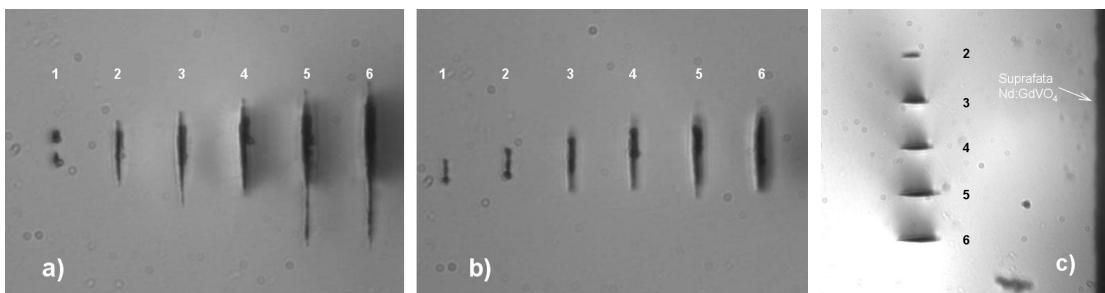


Fig. 7 Inscriptiuni obtinute cu obiectivul 20x (NA= 0.40) in mediul 0.5-at.% Nd:YVO₄ la adancimea de **a)** 300 μm si **b)** 400 μm si in mediul Nd:GdVO₄ la adancimea de **c)** 200 μm , cu energii ale pulsului laser de 1.5 (1), 1.8 (2), 2.1 (3), 2.4 (4), 2.7 (5) si 3.0 μJ (6).

In laborator s-a facut studii privind obtinerea de medii ceramice Nd:YAG prin metoda sintezei in stare solida. Pulberi de oxid de ytriu, oxid de neodymium (99.99%, 20-40 nm) si oxid de aluminiu (99.99%; faza gamma, 20-50 nm) ce au fost uscate in prealabil in etuva la 250°C timp de 24 de ore pentru eliminarea apei, au fost cantarite in raport stoiechiometric pentru obtinerea a 30 g granat de ytriu si aluminiu dopat 1% cu neodymium. Dupa cantare, pulberile au fost amestecate impreuna cu adaos de tetra ortosilicat, 0.5% din masa pulberilor cantarite, ca ajutor sinterizare, pe o moara intr-un recipient din oxid de aluminiu in alcool etilic absolut cu ajutorul unor bile din oxid de aluminium. Amestecarea s-a realizat prin rostogolirea recipientului cu o turatie de 60 rot/min timp de 72 de ore. Cu 4 ore inainte de finalizarea amestecarii a fost adaugat PEG 400 (polietilen glycol) pentru a evita aglomerarea particulelor.

Dupa procesul de amestecare a urmat uscare pulberilor. Acest lucru s-a realizat cu ajutorul instalatiei de uscare prin spreiere tip Buchi 250 in bucla inerta cu sistem de racire tip B-295. Parametrii de functionare au fost: aspiratie 100%, pompa 50%, temperatura de intrare 88°C, temperature de iesire 36°C, air flow 4cm. Procesul a constat in pulverizarea amestecului la o temperatura superioara cu 10°C decat temperatura de fierbere a solventului, iar la trecerea acestuia printre-un ciclon, pulberile uscate sunt colectate in partea inferioara a acestuia. Pulberile astfel obtinute au fost puse din nou la etuva la 250°C timp de 24 de ore pentru indepartarea urmelor de alcool etilic absolut si apa absorbita din atmosfera.

A urmat procesul de compactizare. La o temperatura de 100°C pulberile au fost presate uniaxial cu presa de la MTI (model EQ-YLJ-100T), intr-o matrita din inox sub forma de pastile, la o presiune de 100 bari. Dimensiunile celor trei pastile obtinute au fost: diametrul 1.27 mm si inaltime de 3mm. Pastilele au fost puse intr-un creuzet din oxid de alumina si puse la copt la o temperatura de 700°C pentru indepartarea reziduurilor organice. Dupa ce s-au racit, pastilele au fost puse in folie de plastic si sigilate. In continuare, au fost puse intr-un recipient si presate izostatic cu ajutorul unei prese model ISOLAB FPG 7680 (Stansted Fluid Power Ltd., UK). Parametrii de presare au fost: presiunea 2450 bari timp de 30 de minute. Sinterizarea a fost realizata in cupitorul tip LHT 02/18 (Nabertherm, Germania). Pastilele au fost puse in creuzet din oxid de aluminiu si inconjurate de pulberea ramasa si acoperite cu un capac din acelasi material ca si creuzetul. Temperatura de sinterizare a fost de 1730°C, timp de 16 ore. Rata de crestere a temperaturii a fost de 62°C/ora, iar rata de racire a temperaturii a fost de 40°C/ora. In urma sinterizarii, probele si-au micsorat dimensiunile cu aproximativ 29%, fapt ce se explica prin compactizarea microgranulelor de YAG si eliminarea porilor dintre acestea.

O proba a fost slefuita la calitate laser pe ambele fete cu ajutorul instalatiei de polizare si slefuire tip

Logitech pentru analize spectroscopice (Fig. 8a), iar o alta a fost sparta pentru a se putea analiza structura sa cu ajutorul SEM. Granulele monocristaline continute au diametrul de 5-20 μm (Fig. 8b, c), iar calitatea optica este determinata de dimensiunile granitelor granulei si de numarul si dimensiunile porilor.

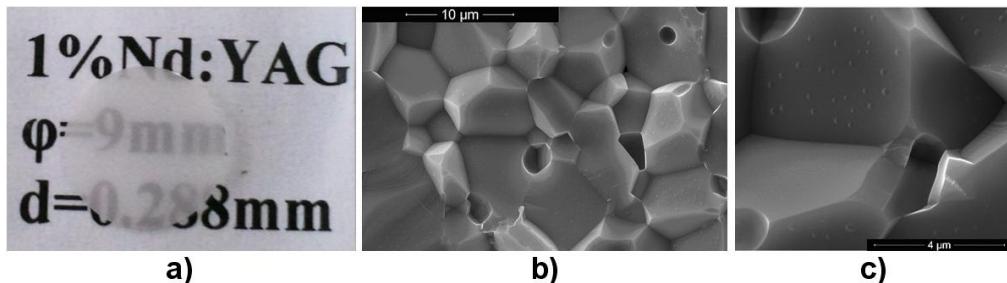


Fig. 8 a) Fotografie a unui mediu Nd:YAG ceramic obtinut prin tehnici ceramice. Imagini SEM ale granulelor monocristaline la scara de: b) 10 μm si c) 4 μm .

Rezultatele obtinute in acesta etapa au fost prezentate la trei conferinte cu participare internationala, dupa cum urmeaza:

1. G. Salamu, F. Voicu, F. Jipa, M. Zamfirescu, and N. Pavel, Micro-to Nano-Photonics III, ROMOPTO 2012, 10th International Conference on Optics, 3-6 September, Bucharest, Romania, presentation II.P. 1 (<http://romopto.inflpr.ro/program.php>).
2. G. Salamu, A. Ionescu, C. Brandus, O. Sandu, N. Pavel, and T. Dascalu, Micro-to Nano-Photonics III, ROMOPTO 2012, 10th International Conference on Optics, 3-6 September, Bucharest, Romania, presentation I.P. 5 (<http://romopto.inflpr.ro/program.php>).
3. N. Pavel, G. Salamu, O. Sandu, A. Ionescu, C. Brandus, F. Voicu, and T. Dascalu, 5th EPS-QEOD EUROPHOTON CONFERENCE, Solid State, Fibre, and Waveguide Coherent Light Sources, 26-31 August, 2012, Stockholm, Sweden, presentation TuP.11; Europhysics Conference Abstract Vol. 36 E; ISBN 2-914771-778-9 (<http://www.europhoton.org/program>).

In concluzie, in etapa a doua a proiectului au fost realizate ghiduri de unda in Nd:YAG de tip cristal, ghidurile avand diferite configuratii (linii paralele, dreptunghi sau patrat, circular sau de tip elipsa). Fluanta minima a fasciculului laser Ti:Safir pentru obtinerea acestor ghiduri a fost de 3.4 J/cm². Pierderile ghidurilor au fost evaluate ca fiind de 0.8-1.0 dB/cm. A fost obtinuta emisia laser la 1.06 si 1.34 μm . Au fost efectuate experimente de scriere a unor ghiduri in medii laser de tip vanadat (Nd:YVO₄ si NdGdVO₄), realizandu-se modificari ale indicelui de refractie pana la adancimi de 400 μm in Nd:YVO₄ si 200 μm in Nd:GdVO₄. Fluanta minima de scriere la suprafata mediilor a fost de 2.0 J/cm², aceasta valoare crescand la 3.4-4.0 J/cm² pentru adancimi cuprinse intre 200 si 400 μm . Au fost efectuate cercetari privind obtinerea de medii Nd:YAG ceramice in laborator, prin metoda sintezei in stare solida. Consideram ca obiectivele propuse au fost indeplinite din punct de vedere experimental.

Rezultatele au fost prezentate, pana in prezent, in trei comunicari la doua conferinte internationale, finantarea din contractul IDEI 36/2011 fiind mentionata in fiecare prezentare. Mentionam ca cea de a doua prezentare a fost premiata de catre SPIE cu Certificate of Excellence pentru The First Place Student Presentation la conferinta ROMOPTO 2012, 3-6 septembrie 2012, Bucuresti, Romania. Rezultatele obtinute pentru emisia laser vor fi imbunatatite si apoi prezentate intr-un manuscris care va fi trimis spre publicare.