



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253 997

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 07 86
(21) PV 5227-86.D

(51) Int. Cl.⁴

C 30 B 29/24

(40) Zveřejněno 16 04 87
(45) Vydáno 01 07 89

(75)
Autor vynálezu

KVAPIL JIŘÍ ing. DrSc., TURNOV,
PERNER BOHUMIL ing. CSc., OHRAZENICE,
KVAPIL JOSEF ing. CSc.,
BLAŽEK KAREL ing., TURNOV

(54)

Způsob pěstování monokrystalů hlinitanů yttria
nebo/a lantanidů s perovskitovou strukturou

Způsob pěstování monokrystalů hlinitanů yttria nebo/a lantanidů s perovskitovou strukturou, umožňující získání jakostního materiálu zejména pro výrobu laserových tyčí, čehož se dosahuje tím, že se pěstují z taveniny, obsahující na každý gramiont yttria nebo/a lantanidů $1 \pm 0,05$ gramiontu hliníku ve vakuu o tlaku zbytkových plynů nejvýše 0,01 Pa, načež se zahřívají ve vakuu o tlaku zbytkových plynů nejvýše 0,01 Pa při teplotě 1450 až 1800 °C po dobu 2 až 30 hodin.

Vynález se týká způsobu pěstování monokrystalů hlinitanů yttria nebo/ a lantanidů s perovskitovou strukturou bez příměsí molybdenu, wolframu a dalších prvků přechodných iontů.

Monokrystaly hlinitanů yttria nebo/ a lantanidů s perovskitovou strukturou vynikají význačnými luminiscenčními vlastnostmi. Některé z nich mají, s ohledem na spektrální vlastnosti, jako jsou absorpce a doba života luminiscence, mechanické a tepelné vlastnosti, význam jako perspektivní laserové materiály. V praxi se zatím však perovskity jako aktivní laserové materiály příliš neosvědčily, a to z toho důvodu, že jsou náchylné k tvorbě dvojčat, šlír a jiných strukturních a optických poruch a dále k tvorbě barevných center, vznikajících pzařováním monokrystalu světlem xenonové výbojky. Tato barevná centra mají mimořádně negativní vliv na laserovou funkci a jejich vznik je podmíněn kombinací i jen nepatrných množství některých iontů přechodných prvků jako je železo a hydroxilových iontů nebo pouze přítomností jiných iontů, například molybdenu ve vyšším valenčním stavu.

Oba uvedené nedostatky lze odstranit způsobem pěstování monokrystalů hlinitanů yttria nebo/ a lantanidů s perovskitovou strukturou, jehož podstata spočívá v tom, že monokrystaly se pěstují z taveniny oxidů, obsahujících na každý gramiont yttria nebo/ a lantanidů $1 \pm 0,05$ gramiontu hliníku ve vakuu za tlaku zbytkový plynů nejvýše 0,01 Pa, na-

čež se zahřívají ve vakuu o tlaku zbytkových plynů nejvýše 0,01 Pa při teplotě 1450 až 1800 °C po dobu 2 až 30 h.

Pěstováním ve vakuu se docílí růstu strukturně dokonalého a zároveň relativně chemicky velmi čistého monokrystalů, který však obsahuje mírný nadbytek kovových iontů a má proto lehký hnědý odstín, především v osově části. Největší část přebytku kovových iontů se odstraní následujícím zahříváním ve vakuu, a to i bez předchozího ochlazení přímo po ukončení pěstování v pěstovacím zařízení. Takto upravený monokrystal lze případně dále zahřívát v suché, kyslík obsahující atmosféře bez nebezpečí tvorby barevných center, což může mít význam pro úpravu celkového valenčního stavu některých lantanidů, například terbia nebo europia a při tepelné úpravě povrchů hotových výrobků, například laserových tyčí.

Způsobem podle vynálezu lze tak pěstovat zejména monokrystaly hlinitoyttritického nebo hlinitolantanitého perovskitu aktivované ionty neodymu pro lasery stejně jako monokrystaly aktivované ionty dalších lantanidů prosté nežádoucích iontů přechodných prvků.

Příklad 1

Z taveniny o složení 49,25 mol.% oxidu yttritického, 0,8 mol.% oxidu neodymitého a 49,95 mol.% oxidu hlinitého obažené ve wolfranovém kelánku o objemu 250 ml byly ve vakuu o tlaku zbytkových plynů 3×10^{-4} Pa pěstovány monokrystaly yttritohlinitého perovskitu s obsahem neodymu o složení $Y_{0,989}Nd_{0,011}AlO_3$ o průměru 22 mm a délce 95 mm. Po vypěstování byl monokrystal nadále zahříván 25 h přímo v pěstovacím zařízení tak, že na spodní části byla naměřena teplota 1780 °C a v horní části teplota 1520 °C. Po ochlazení byl monokrystal zpracován na laserové tyče o průměru 5 mm a délce 75 mm, které byly zkoušeny v pulsním laseru vybaveném xenonovou výbojkou, postříbřeným reflektorem a výstupním zrcadlem o reflektivitě 25% pro vlnovou délku 1060 ± 20 nm. Při čerpání 60 J činila výstupní energie

800 mJ. Laserové tyče zhotovené z monokrystalu bezprostředně ochlazovaného po pěstování, kdy během první hodiny poklesla teplota monokrystalů pod 1400 °C vykazovaly za stejných podmínek u z nich zhotovených laserových tyčí výstupní energii pouze 310 mJ.

Příklad 2

V molybdenovém kelímku o objemu 300 ml byla ve vakuu o tlaku zbytkových plynů 8×10^{-4} Pa tavenina směsi oxidů o složení 49,32 mol.% oxidu lantanitého, 0,6 mol.% oxidu neodymitého a 50,08 mol.% oxidu hlinitého. Z taveniny byly vypěstovány monokrystaly o složení $\text{La}_{0,985}\text{Nd}_{0,015}\text{AlO}_3$ o délce 90 mm. Z monokrystalů byly nařezány hranolky o rozměrech 6 x 6 x 80 mm, které byly zahřívány ve vakuu o tlaku zbytkových plynů 5×10^{-3} Pa po dobu 6 h při teplotě 1720 °C. Z hranolků byly zhotoveny laserové tyče stejných rozměrů jako v příkladu 4 a zkoušeny stejným způsobem jako v příkladu 1. Výstupní energie činila 985 mJ. Laserové tyče zhotovené z hranolků, které nebyly dále zahřívány vykazovaly výstupní energii toliko 420 mJ.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob pěstování monokrystalů hlinitanů yttria nebo/a lantanidů s perovskitovou strukturou, vyznačený tím, že monokrystaly se pěstují z taveniny, obsahující na každý gramiont yttria nebo/a lantanidů $1 \pm 0,05$ gramiontu hliníku ve vakuu o tlaku zbytkových plynů nevyšší 0,01 Pa, načež se zahřívají ve vakuu o tlaku zbytkových plynů nejvyšší 0,01 Pa při teplotě 1450 až 1800 °C po dobu 2 až 30 hodin.