

关于提拉红宝石晶体质量与生长参数的讨论

中国科学院安徽光机所 喻先锋

文中讨论了高频加热提拉红宝石中气泡、云层形成的原因及克服方法。

通过对气泡、云层的仔细观察,发现云层主要由微细气泡组成。认为它们主要来源于原料空隙,由于红宝石熔体粘度大,而铍坩埚由于熔点限制,难以过热排除气相杂质。因而在结晶过程中,由于排杂作用而富集于固液界面附近的大量微细气泡,在温度波动时,进入晶体形成云层,其形状与固液界面一致。

为了克服气泡和云层的形成,必须严格控制温度。我们采用铍-铍热偶作一次仪表,以解决取光信号的光通道问题以及取功率信号的间接性。为了排除“干扰”,必须严格注意热偶热端的位置,使其避免晶体和熔体的直接辐射,并距发热体(坩埚)有一定距离,以免因系统热惯性太小而产生振荡。

为了排除固液界面附近富集的气相杂质,必须适当增加熔体中的自然对流。文中详细讨论了关于熔体中液流的几种假说,指出,对于如何确定临界雷诺数(Re_c),虽然目前尚无定论,但是欲生长高质量的晶体,必须使系统的雷诺数小于临界雷诺数。

指出,由于红宝石晶体各个取向上的 Cr^{3+} 浓度相差不大,如(0001)及(1011)面上的 Cr^{3+} 仅比体浓度高2%,因而不能形成“核心”,故不需要增大 Re ,以求消除小晶面,而应该在系统的 Re 较小的情况下进行生长,以形成适当的自然对流,排除杂质及结晶潜热,并补充新鲜的有一定过冷度的熔体,而不必过分追求平坦的固液界面。

我们设计了一定形状的保温腔,在目前的实验条件下,系统的雷诺数 $Re = \pi \rho D^2 \omega_s / 2\eta \approx 200$,因而自然对流为主,固液界面为尖锥状,锥角约 58° 。即使转速增加,但 $Re < (Re_c)$ 时,锥角也没有明显的变化。利用这一系统生长时,可以观察到明显的自然对流。而且能稳定地控制温度($\Delta t \leq \pm 0.5^\circ C$),拉速为 $4 \sim 5$ 毫米/小时,生长出了质量较好的红宝石单晶,消除了云层和大量的气泡。晶体结构完整无镶嵌结构,光学均匀性良好。虽仍存在少量残余应力,但不需退火即可加工成激光棒。

指出,对于液流的状态及其作用尚需进行深入的研究,以从根本上认识晶体生长的规律。

红宝石参数对激光器效率的影响

中国科学院安徽光机所 曹德兆

用熔熔法以基本相同的工艺条件生长了一批 Cr_2O_3 含量不同的宝石棒,从原料中掺入 Cr_2O_3 的重量百分比计算分别为0.16、0.18、0.20、0.23(红宝石中 Cr_2O_3 的实际含量为原料中掺入量的30%)。将这些棒加工成 $\phi 12 \times 150$ 毫米的激光棒后,测定了在激光器上的静态效率,结果,当原料中掺入 Cr_2O_3 的重量百分数为0.18左右时,红宝石激光器的效率最高。

另外,我们把几年来加工的直径为10毫米,长度为100毫米左右的所有 Cr^{3+} 浓度不同的激光棒以统计的方法加以平均,效率最高的也是原料中 Cr_2O_3 浓度为0.18%的红宝石棒。

红宝石棒在氢气钼丝炉中加热至 $1800^\circ C$ 进行退火处理后,颜色变为暗红色,为了证实这种变化对激光器效率有无影响,我们将一些激光棒样品在 $1400^\circ C$ 于空气气氛中重新进行热处理(中温退火),测定了热处理前后激光器效率的变化,结果发现,红宝石棒经中温退火后,在激光器上的效率平均提高约30%。

为了进一步证实中温退火的效果,我们又对同一批样品进行了第二次中温退火,并测定了退火前后红宝石棒在同一激光器上的效率,结果发现,第二次中温退火后,效率不再有显著变化。

测量了两次中温退火前后红宝石棒的焦距及干涉圈数,发现无明显变化,因此,铬离子在中温退火中的扩散可以忽略;另外,第二次中温退火后激光器效率不再进一步提高,这表明热处理对红宝石其他光学质量的影响不大,因此,中温退火提高红宝石激光器效率的原因只是由于扩散而除去在高温退火时进入红宝石中的一部分氢的缘故。

测定了一批端面光洁度加工较差的激光棒(在强光下可用肉眼观察到纵横交错的刻痕)在激光器上的效率,然后将端面抛光(用肉眼观察时刻痕显著减少),再在同样条件下测定其在激光器上的效率,发现平均提高达 36%。

用焰熔法生长的红宝石棒,由于存在径向 Cr^{3+} 浓度梯度,而产生折射率梯度,这种折射率梯度则引起了光程差,因此,可将其端面修成球面从而加以补偿,这种补偿一般以星点法修到等光程,此时,激光器效率可成倍提高。对于一般的间歇使用的激光器来讲,如果使用一次后能充分冷却,而且红宝石直径与 Cr^{3+} 浓度的乘积不超过一定值,则可忽略热透镜效应的影响,端面补偿以达到等光程为最佳。

优质 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 最佳生长参数的研究

中国科学院物理研究所钕铝石榴石研究组

$\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 晶体已广泛地用于各种类型的激光器,不同的激光器对晶体的激光性能尽管有一些不同的要求,但是其基本要求大致相同,例如阈值低、内耗小、增益大、输出能量大,方向性和模式好等。这就要求晶体不但应当具有高而均匀的掺钕浓度,而且应当具有良好的光学性能。众所周知,掺钕量愈高,生长中愈容易出现组分过冷,于是晶体的光学质量愈差。因而研究在高频感应加热条件下优质晶体的最佳生长参数是一个重要的问题。

实验结果表明,增加 Nd^{3+} 浓度可以显著改善晶体的激光性能,晶体中平均钕浓度不超过 1.3 原子%,只要其他生长参数适宜,晶体光学质量亦能保持良好。在保证光学均匀性要求的前提下选择高浓度的钕浓度为最佳。然而过高的钕浓度将难于克服组分过冷,晶体的光学质量将严重下降,因而晶体的激光性能变坏。

晶体光学均匀性研究表明,晶体中的核心与侧心及其应力场、反差明显而紊乱的条纹、散射质点等是影响晶体光学均匀性和激光性能的主要缺陷。实验结果证实,如果建立起适宜的温度场,造成合适曲率(或顶角)的倒圆锥形晶液界面,就有可能获得核心细而直(<2 毫米)、无侧心、生长条纹极弱而均匀、基本无散射质点的晶体。这就是优质晶体对光学均匀性的要求。

晶液界面形状的进一步研究表明,界面顶角 α (或曲率)取决于界面附近纵横温度梯度之比 G_z/G_r 。当 $75^\circ < \alpha < 105^\circ$ 时, $0.77 \leq G_z/G_r \leq 1.30$, 则均可获得核心 <2.5 毫米的较优质晶体;最适宜的条件是 $80^\circ < \alpha < 90^\circ$, 即 $0.84 \leq G_z/G_r \leq 1.00$, 则可获得核心 <1.5 毫米的晶体。

选择适宜而平稳的晶升和晶转速率有利于抑制组分过冷,改善晶体质量。 Nd^{3+} 浓度增加,晶升速率应该相应下降。熔体中钕浓度为 5 原子%时,晶升速率为 1.2~1.6 毫米/小时,相应顶角 $\alpha=90^\circ$ 的界面法向生长率为 0.85~1.13 毫米/小时(晶转速率为 40~50 转/分钟)。

坩埚形状和容量对温场及其变化有较大影响。实验结果指出,采用高度与直径比较小(约为 1:2)、容量较大(约 400 克)的坩埚生长直径较小(15~18 毫米)的晶体,有利于减小液面下降和 Nd^{3+} 浓度增加的速率,有利于减小熔体对流引起的温度波动,因而有利于抑制组分过冷,减小晶体中 Nd^{3+} 浓度梯度。

温场是否适宜是获得优质晶体的关键。实验表明,在晶液界面附近要具有足够大的纵向温度梯度,且纵横向温度之比约为 1 时,温度波动小于 0.5°C , 这是适宜温场的主要要求,生长中液面反差大、花纹清晰而对称,晶体中“暗带”清楚,晶体直径对温度(或电功率)变化的敏感性适宜等现象是适宜温场的重要标志。

如果上述参数一旦实现,并注意等径控制,那么就能够获得激光性能优异的晶体。