

# 退火处理对 Nd<sup>3+</sup>:YAG 光学性质的异常影响

中国科学院安徽光机所 张邦星

本文叙述了通过实验,研究和分析了退火处理对 Nd<sup>3+</sup>:YAG 光学性能和激光特性的影响。发现某些晶体棒经退火处理后其光学和激光性能均出现反常的变化。在一般情况下, Nd<sup>3+</sup>:YAG 经退火处理可以消除有害色心和应力,提高激光效率。但某些 Nd<sup>3+</sup>:YAG 棒经 1100°C、48~64 小时的退火后出现异常情况。实验结果指出: (1) 经较长时间退火处理会改变晶体的光学性能,不仅影响透过率、激光效率而且影响散射损耗。(2) 退火处理对材料的光学均匀性(干涉条纹)无明显影响。(3) 某些晶体经退火后散射损耗明显增加(多至 2~3 倍),对 1.06 微米吸收损耗增大,激光效率显著下降(最多的下降 3 倍)。分析实验结果指出:在退火处理中同时存在两种作用。一方面经退火处理可以减少或消除晶体中的应力和因氧缺位而形成的色心,增强泵浦带的激活吸收,使激光效率提高。另一方面,退火处理使晶体中的某些缺陷进一步扩展,使散射和吸收损耗增大,激光效率下降。如果前者大于后者,表现出的综合效果是激光效率提高,相反则激光效率下降。

文章对退火处理的影响机理做了初步分析和讨论。

## YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体中的缀饰位错

中国科学院上海光机所 邓佩珍 张守都 钱振英 王浩炳

众所周知,人们为了观测晶体中的位错分布,常采用缀饰法,即在晶体内人为掺入一种杂质原子使其沉积在位错线上而用光学显微镜以观察被缀饰的位错。但在实际生长晶体的过程中,常会自身产生过饱和点缺陷以及杂质原子对位错的缀饰效应。J. W. Matthew 以及 W. T. Stagg 对钇镓石榴石(GGG)晶体的研究工作指出了在晶体中存在着各种形态的缀饰位错,并有害于晶体的质量。

有关 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体中有否这类缺陷很少报导。我们在近两年来用超显微法观测了一批引上法生长的 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体,发现在一部分晶体中存在着缀饰的位错线及位错环,其形态有多种,如直线、折线、螺旋线以及封闭环等,并得到以下几个结果:

1. 用侵蚀法得位错线在与晶体表面相交的露头处所对应的蚀斑,证实了 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体中存在着缀饰位错。

2. 散射颗粒与位错间的交互作用。缀饰位错一般存在于散射颗粒较多的晶体中,而且散射颗粒会使位错线作攀移增殖运动。剖析 G<sub>2</sub>-7606 整根晶体,可以看到有些最初的直线在运动过程中碰到较大的颗粒时会发生弯结和形成折线,随着颗粒的增加而继续攀移成很长的螺旋线,有的螺旋线竟达数厘米长(5 厘米)。另外尺寸较大的颗粒(可能是包裹物)在晶体中会由于与基体膨胀系数的差别而发生棱柱挤压,形成棱柱位错环,在 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体内这类棱柱位错环的大小在 0.05~0.5 毫米之间。用 X 射线衍射分析定出了环的攀移面。

3. 对 8 个晶体样品进行了高温退火(~1850°C),实验证明在高温下保持较长时间(48 小时)会加速杂质向位错线的扩散及沉积作用,致使原有能看到的位错线更加清晰可见,并且显露出许多新的缀饰位错线(这些线可能在退火前粒子沉积不够多而看不到)。

4. 缀饰位错只在高频引上的晶体中看到,而在石墨加热的电阻炉生长的晶体中尚未发现,这说明当晶体中其他缺陷较多时位错缀饰的缺陷往往被掩盖。而这种缺陷一般在完整性较高的晶体中才能看到。但由于颗粒较小,不易在透射光下观察到而被忽略。

由于散射颗粒较小且形状不规则(圆点状或无定形),尚不能分析其成分。但考虑到 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体是高温氧化物晶体(熔点 1970°C),在高温结晶过程中很容易产生大量过饱和点缺陷,而掺入的杂质原子 Nd 其离子半径虽大于 Y 的离子半径,一旦 Nd 的浓度大于溶解限度时,也有可能扩散并沉积在位错线上。此外,还有坩埚及加热体挥发进入熔体后,也会形成散射颗粒而引起缀饰效应,因对其形成的原因尚不了解,需作进一步的探讨。

## YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体散射颗粒的研究

中国科学院上海光机所八室

目前一般国产水平的 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体中散射颗粒的存在是影响晶体质量的主要原因。我们对 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体中散射颗粒进行了一系列观察分析,找到了产生散射颗粒的主要原因,提出了减少它的生长工艺条件。研究表明:

1. YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体中散射颗粒引起的散射损耗占光衰减的很大比重,使单程激光的内耗增加,激光阈值提高,效率下降。对连续工作激光影响更大,严重时甚至不能产生连续激光。在高功率工作下,散射颗粒是造成晶体破坏的主要原因,因为在千兆瓦/厘米<sup>2</sup>激光功率密度下,晶体中的金属颗粒吸收光能后可使其升温上万度,颗粒气化后产生 10<sup>5</sup> 公斤/厘米<sup>2</sup>的张应力,而晶体的抗张强度仅为 1400 公斤/厘米<sup>2</sup>。

2. 对我所高频引上法和电阻炉引上法生长的 YAG:Nd<sup>3+</sup> 晶体的大量观察发现,晶体中散射颗粒的分布具有一定规律性,一般在晶体头部多,中心密,并成层状分布。颗粒的大小不等,一般在微米量级。各种形状颗粒可分为四类:

(1) 固体颗粒——多呈现有规则形状的金属颗粒和具有一定应力的无定形颗粒;

(2) 液体颗粒——由组分过冷形成的液体包裹物;

(3) 气体颗粒——球形气体包裹体;

(4) 线状散射体——用超显微观察法观察到各种奇异形状的线状散射体,如封闭环、螺旋形、锯齿形和延伸整个晶体的直线,这是由于杂质在位错附近沉积缀饰引起的。

3. 通过掺杂、浓度、组分偏析、掺碳、掺钼等大量实验研究,得出结论:散射颗粒产生的主要原因是坩埚材料、加热材料对熔体的污染和生长工艺条件的突变引起的;而在正常情况下,与生长所用原料中的杂质浓度和可能的组分偏析影响不大。

熔体中的杂质被正在生长的晶体捕获存在一临界生长速度,而临界生长速度与颗粒的大小、热导率等有关。当晶体生长速度或转速、温度的波动使实际生长速度达到一临界生长速度时,对应的颗粒即被捕获。在此基础上提出了减少晶体中散射颗粒的几项具体措施,获得了较好的效果。

## 电阻炉 YAG 晶体的色心发光

中国科学院上海光机所 吴光照 张秀荣

在附加着色的电阻炉 YAG 晶体中发现了一个色心发光。测量表明,它很象 F<sup>+</sup> 心的发射并有以下特点(300°K):

1. 发射几率大,荧光寿命极短;

2. 激发谱与发射谱大致是镜对称的;

3. 振动能级间的声子过程相当快;