

文章编号: 0258-7025(2003)Supplement-0113-03

掺钕钨酸钾钷激光晶体生长及吸收光谱的研究

李艳红, 刘景和, 李建利, 洪元佳, 张亮

(长春理工大学材料与化工学院, 吉林 长春 130022)

摘要 掺钕钨酸钾钷(分子式: $\text{Nd:KGd}(\text{WO}_4)_2$ 简称(Nd:KGW))晶体是一种性能优良的多波长激光晶体, 采用顶部籽晶熔盐法生长。对晶体中的包裹物和裂纹等缺陷进行了讨论, X射线衍射(XRD)分析了晶体结构, 测试了晶体的吸收光谱, 并与Nd:YAG的吸收光谱进行了比较。

关键词 人工晶体; 吸收光谱; 顶部籽晶熔盐法; 包裹物; 裂纹

中图分类号 O78

文献标识码 A

Research on Growth and Absorption Spectra of Nd:KGW Laser Crystal

LI Yan-hong, LIU Jing-he, LI Jian-li, HONG Yuan-jia, ZHONG Liang

(Academy of Material and Chemistry, Chang Chun University of Science and Technology,
Changchun, Jilin 130022, China)

Abstract Nd:KGd(WO_4)₂ is a kind of multi-wavelength laser crystal that has an excellent laser properties. In this paper Nd:KGW has been grown by means of the top seeded solution method. The defects with cracking and inclusions have been discussed. The structure of crystal was analyzed using X-ray diffraction. Absorption spectra was measured, in the mean time absorption spectra of Nd:KGW was compared with absorption spectrum of Nd:YAG.

Key words artificial crystal; absorption spectrum; top seeded solution method; cracking; inclusions

1 引言

近年来,随着激光二极管(LD)的发展,掺钕钨酸钾钷[Nd:KGd(WO_4)₂ 简称(Nd:KGW)]晶体作为新的多波段激光晶体日益引起人们的关注^[1], 纯的KGW晶体属于单斜晶系, 空间群 $C2/c$, 晶格参数 $a=0.810 \text{ nm}$, $b=1.043 \text{ nm}$, $c=0.76 \text{ nm}$ 。由于KGW激光材料可掺入较高浓度的Nd³⁺离子, 在808 nm附近的吸收峰宽于Nd:YAG^[2], 更有利于激光二极管^[3], 在灯抽运时, 它的激光抽取效率是Nd:YAG的两倍, 而阈值却非常低, 这些性质再加上它的多波长激光特性引起了研究者的重视。本文对Nd:KGW激光晶体生长及吸收光谱进行了研究。

2 实验

2.1 晶体生长

按照Nd_xKGd_{1-x}(WO_4)₂分子式, 式中 $x=0.05$ 进行配料, 选取K₂W₂O₇作为助熔剂^[4]。原料在100℃时, 恒温2 h烘干。在玛瑙研钵中研磨后, 放入

φ50 mm×30 mm 铂金坩埚中, 加热至1000℃后, 恒温2~4 h, 使其熔融成均匀透明的熔体。采用顶部籽晶熔盐法(TSSG)法生长β-Nd:KGW晶体。生长温度为960℃左右, 转速5.5 r/min, 拉速4 mm/24 h, 降温速率0.1℃/h。得到紫色四方晶体。

2.2 样品的结构、缺陷和吸收光谱的分析

采用X-ray衍射仪(日本理学D/max-II B型), 辐射源为CuKα线($\lambda=1.5405 \text{ nm}$)对晶体结构进行XRD分析。

采用LEITZ-II偏光光学显微镜观察晶体的包裹物和开裂。

将生长的Nd:KGW晶体切片抛光后, 在室温下用日本岛津拉曼UV360型分光光度计, 以Xe灯为光源, 测定了300~900 nm的吸收光谱。

3 结果与讨论

3.1 晶体生长与包裹物、晶体开裂的分析

样品为紫红色四方晶状, 大部分透明, 晶体中

存在少量包裹物、开裂等宏观缺陷。

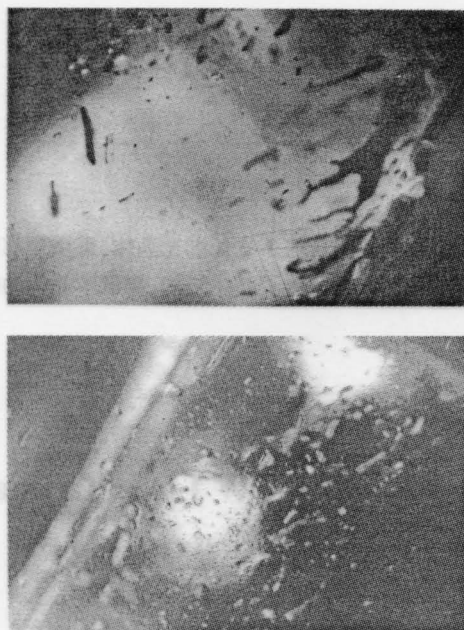


图1 Nd:KGW 晶体中的包裹物

Fig.1 Inclusion of Nd:KGW crystal

在显微镜下观察所生长的晶体,可以看到白色的包裹物,如图1所示。经分析白色包裹物主要为 $K_2W_2O_7$ 物质,多见于晶体边缘和棱角处。这是因为在晶体转动的过程中,受流体力学的影响,沿晶体表面会出现较大的浓度梯度,尤其是在两个晶面的夹角和晶体边缘处,由于熔体的对流效应,助溶剂杂质容易在此聚集,形成杂质包裹。另外,Nd:KGW晶体生长处在狭窄的亚稳区,同时由于助溶剂含量较高,可导致存在大量的包含 K^+ 和 W^{6+} 离子的网状结构。这种网状结构起屏障的作用,阻止了熔体的扩散。熔体粘滞度大,熔质输运困难,产生组分过冷,导致晶体产生包裹物。

开裂是人工晶体中常见的一种宏观缺陷,晶体开裂的原因可归结为两个因素,热应力和结构应力。热应力主要由于生长工艺参数如生长速率,晶体转速,温度梯度,退火处理等引起的;结构应力主要与晶体本身结构有关,同时与晶体生长过程中形成缺陷或杂质进入导致晶格缺陷而引起的。对所生长的Nd:KGW晶体进行分析,认为其原因是在晶体生长末期的快速降温过程中,等温线的形状不够合理,降温速率过快,使晶体内部热应力较大而引起的,解决的办法是在可能的条件下,尽量减慢降温速率。

3.2 晶体的XRD分析

该晶体粉末衍射图谱如图2所示。复合钨酸盐

的结构多属于白钨矿型^[9],稀土离子和碱金属离子占据白钨矿结构中的二价阳离子格位。KGW晶体是由碱金属K和Gd组成的复合钨酸盐,有两种结构类型:单斜晶系的 β 型(高温相)和四方晶系的 α 型(低温相)。从XRD分析中得到的衍射图谱见图,和纯的KGW一样,也属于单斜晶系, $C2/c$ 空间群,这表明所生长的晶体为高温相 β -Nd:KGW,是一种简单有序的结构。

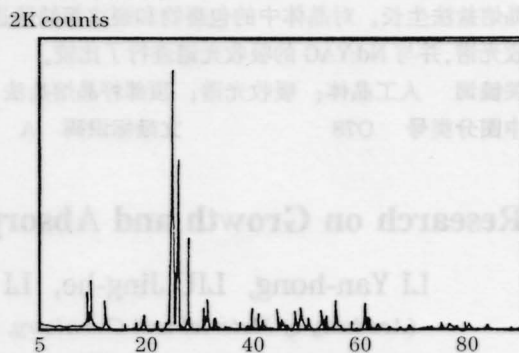


图2 Nd:KGW 晶体的 X-ray 衍射

Fig.2 X-ray diffraction patterns of the Nd:KGW crystal

3.3 吸收光谱

在330~900 nm波长范围对晶体的吸收光谱进行了测试,如图3所示。在整个范围内Nd:KGW共有六组较强的吸收带,其中出现了345~361 nm, 516~540 nm, 578~598 nm, 743~757 nm的 Nd^{3+} 离子的特征吸收峰,它们分别对应于基态 $Nd^{3+}(^4F_{3/2})$ 向激发态的跃迁,而且Nd:KGW在808 nm处有强吸收,与目前极光二极管的发射波长相匹配,与Nd:YAG晶体的吸收光谱相比,Nd:YAG晶体的吸收峰的半峰宽为2 nm,而半峰宽Nd:KGW为12 nm,这更有利于二极管抽运。

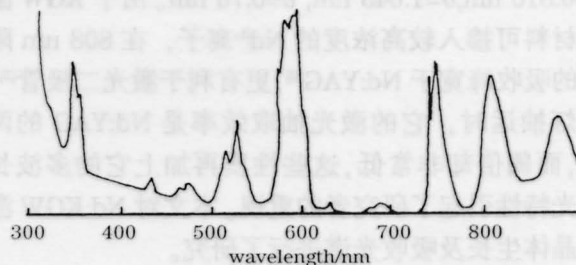


图3 Nd:KGW 晶体的吸收光谱

Fig.3 Absorption spectra of Nd:KGW crystal

4 结 论

通过合理的工艺参数生长出Nd:KGW激光晶体,对产生包裹物和裂纹的原因进行分析,认为高

