

文章编号: 0258-7025(2004)Supplement-0447-03

掺 Yb³⁺ 钇铝石榴石晶体的生长和热处理研究

王永国, 徐学珍, 常米, 朱建慧, 莫小刚, 桂尤喜

(北京奥依特科技有限责任公司, 北京 100015)

摘要 研究了掺 Yb³⁺ 钇铝石榴石(Yb:YAG)晶体的生长和性能,通过试验得出了合适的温场系统、生长工艺和热处理条件。通过测量 Yb:YAG 晶体在 939 nm 处的透过率得出了其吸收系数与原始掺杂浓度之间的关系。所生长的 Yb:YAG 晶体连续输出功率 14.1 W, 光-光转换效率为 38.6%,斜率效率达 55.1%。对 Yb:YAG-YAG, Nd:YAG-YAG 进行了热键合技术研究,获得了较满意的结果。

关键词 人工晶体; Yb:YAG; 激光晶体; 提拉法; 晶体生长; 性能; 热键合

中图分类号 TN244

文献标识码 A

Study on Growth and Heat Treatment of Yb³⁺ Doped Yttrium Aluminum Garnet Crystals

WANG Yong-guo, XU Xue-zheng, CHANG Mi, ZHU Jian-hui,
MO Xiao-gang, GUI You-xi

(Beijing Opto-Electronics Technology Co. Ltd., Beijing 100015, China)

Abstract Growth and heat treatment of the yttrium aluminum garnet crystal doped with Yb³⁺ (Yb:YAG) were studied, and the suitable conditions for its heat field system, growth procedure and annealing conditions were found out dependently. Through the determination of transmission ratio of the crystal at 939 nm wavelength, the relation between the absorb coefficient of the crystal and the initial concentration of Yb in melt is calculated. The transition efficiency of optical-to-optical of the crystal is 38.6%, with slope efficiency 55.1%. Heat bonding between Yb:YAG and undoped YAG crystal, and between Nd:YAG and undoped YAG crystal were investigated, and the satisfactory results were attained.

Key words synthetic crystal; Yb:YAG; laser crystal; Czochralski; crystal growth; performance; heat bonding

Yb:YAG 晶体由于具有优良的光学、热学和机械性能,化学稳定性好,可实现高浓度掺杂等优点而成为掺 Yb³⁺ 离子的激光材料中最受青睐的激光晶体。关于 Yb:YAG 晶体的生长及其激光性能已有不少报道^[1-4],而本文对 Yb:YAG 晶体的生长和性能作了进一步的研究,一方面摸索出了合适的生长工艺,得到了大尺寸高质量的晶体;另一方面还测定了晶体在抽运波长的吸收系数与原始掺杂浓度之间的关系。

将 Yb:YAG 与 YAG, Nd:YAG 与 YAG 或 Nd:YAG 与 Nd:YAG 键合在一起,可以提高激光晶体的激光性能或增大激光晶体的体积从而提高性能,也是目前研究的热点之一。通过对晶体键合工艺的研究,成功进行了 Yb:YAG 与 YAG, Nd:YAG 与 YAG 的键合。

1 实验

Yb:YAG 晶体分别在 $\phi 400$ mm 和 $\phi 550$ mm 的

单晶炉中进行提拉法生长,并设计了适合 Yb:YAG 晶体生长的大梯度、快拉速的温场系统,如图 1 所示。生长过程中拉速为 1.0~1.8 mm/h,转速为 12~18 r/min。使用(111)方向 YAG 籽晶,所用原料均为高纯原料,其中 Al₂O₃ 为 5N,其他为 6N。

对 Yb:YAG 晶体退火进行了大量工艺试验,这些试验包括退火气氛(大气、氩气、氢气、真空)的选择;退火温度(1300~1600 °C)的确定;以及退火时间和降温速率的摸索。并用正交偏光系统观察 Yb:YAG 晶体退火前后的应力变化情况。

进行了 Yb:YAG 与 YAG, Nd:YAG 与 YAG 的键合工艺试验,键合温度在 1000~1500 °C 范围内,并对键合晶体的强度和激光性能进行了测试。

采用日立 U3501 型分光光度计测量了 Yb:YAG 晶体的吸收光谱以及不同掺 Yb 浓度晶体在 939 nm(Yb:YAG 晶体吸收峰值波长)处的透过率 T 。并

作者简介:王永国(1965-),男,北京奥依特科技有限责任公司高级工程师,主要从事激光晶体的生长和性能研究。

E-mail: wangyongguo@oet.com.cn

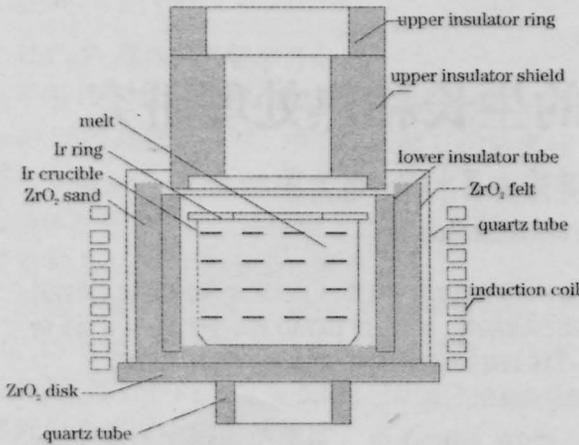


图1 晶体生长温场装置图

Fig.1 Apparatus of heat field for crystal growth

根据下式计算得出吸收系数 a 。

$$T = \exp(-aL)(1-\rho)^2 \quad (1)$$

式中 L 为晶体片厚度; ρ 为端面剩余反射率。

激光实验采用晶体片尺寸为 $\phi 7 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$, 掺杂浓度为 4at.-%, 抽运源采用 InGaAs 半导体激光器, 抽运波长为 940 nm, 采用端面抽运方式。

键合晶体为 YAG-Nd:YAG-YAG, 晶体尺寸为 $\phi 8 \text{ mm} \times 102 \text{ mm}$, 进行了键合前后光学性能和激光性能对比试验。

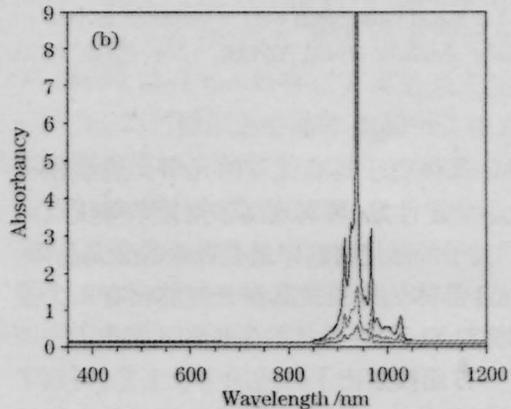
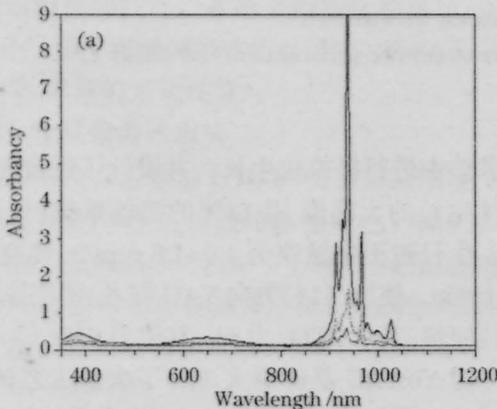


图3 退火前后 Yb:YAG 晶体吸收光谱的变化图。(a) 退火前; (b) 退火后

Fig.3 Change of adsorption spectrum of Yb:YAG crystal before and after annealing.

(a) before annealing; (b) after annealing

图4为在正交偏光系统下 Yb:YAG 晶坯退火前后的应力场分布情况变化图, 图中较明亮的区域表示晶体的应力较大。由图可见, 晶体经过热处理后, 应力大的亮区大大减小, 并且中心位置的小晶面核心区也变小, 表明了晶体退火后应力消除的效果较好。

在 0.5at.-%~25at.-%掺杂浓度范围内, Yb:YAG 晶体在 939 nm 处的吸收系数 a 与晶体原始掺杂浓度 c 基本呈线性关系。其关系式推导结果如下

$$a = 10.90c + 0.01417 \quad (2)$$

2 结果与讨论

应用图1所示的温场装置, 通过多次温场和工艺试验, 生长出了不同掺杂浓度和尺寸的晶坯, 浓度范围为 0.5at.-%~25at.-%, 图2为大尺寸($\phi 49 \text{ mm} \times 190 \text{ mm}$)的 Yb:YAG 晶坯照片。从晶坯中选切并加工得 $\phi 5 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ 晶体棒, 经退火后测试, 干涉条纹 ≤ 0.14 条/25 mm。可以看出: 该晶体具有较高的光学质量。

图3表示退火前后 Yb:YAG 晶体吸收光谱的变化。退火前晶体在 384 nm 和 648 nm 处存在宽的附加色心吸收带, 晶体的颜色为淡蓝色。而退火后, 晶体在 384 nm 和 648 nm 处的附加色心吸收带完全消失, 颜色也由淡蓝色变成无色。这表明通过该退火工艺消除了晶体中的色心。

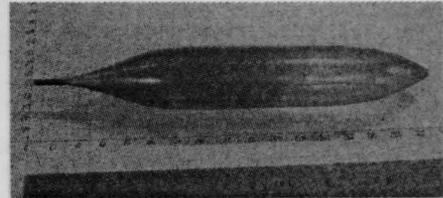


图2 Yb:YAG 晶体照片($\phi 49 \text{ mm} \times 190 \text{ mm}$)

Fig.2 Photo for the Yb:YAG boule($\phi 49 \text{ mm} \times 190 \text{ mm}$)

误差为 0.05。据此就可以根据用户所要求的晶体对抽运波长的吸收系数, 生长相应掺杂浓度的晶体。

对 Yb:YAG 晶体进行了二极管抽运激光性能测试。抽运输入 36.5 W 时, 输出了 14.1 W 的 1030 nm 激光, 其光-光转换效率为 38.6%, 斜率效率达到 55.1%。

表1列出 Nd:YAG 晶体在键合前后光学质量的变化。测试结果表明两个键合面对光学均匀性影响很小, 对光学损耗的影响较小。

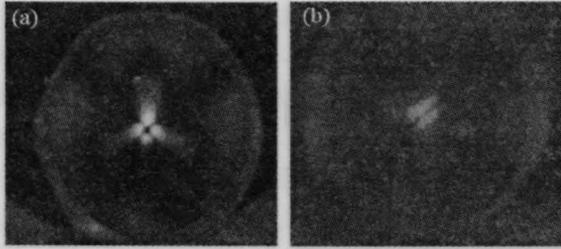


图4 正交偏光系统下 Yb:YAG 晶体退火前后的应力场分布情况变化图。(a) 退火前; (b) 退火后

Fig.4 Change of stress field of Yb:YAG crystal before and after annealing under crossed polarizing system.

(a) before annealing; (b) after annealing

测量了晶体键合面的剪切破坏载荷,测量样品的尺寸为 $\phi 10 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$ (Nd:YAG 和白 YAG 长度各为 30 mm),破坏载荷为 312 kg,见图 5(a)。非键合晶体面破坏强度为 349 kg,见图 5(b)。

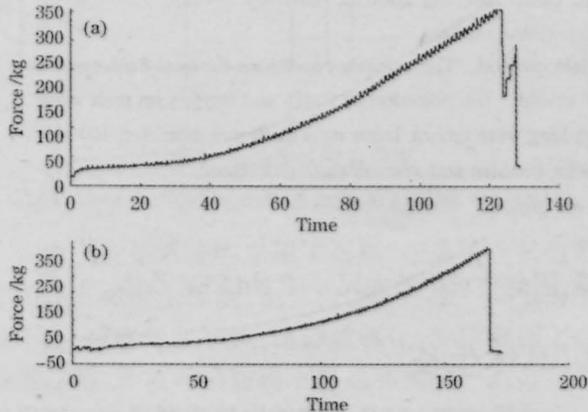


图5. 键合面(a)和非键合晶体面(b)的破坏强度曲线

Fig.5 Destroy intensity of the bonding face (a) and crystal rod (b)

表1 Nd:YAG 与 YAG 晶体键合前后光学参量测试结果

Table 2 Optical quality for the Nd:YAG crystal before and after bond with undoped YAG crystals

	Before bonding	After bonding
Size /mm	8×102	8×102
Wavefront distortion/ $\lambda/25.8 \text{ mm}$	0.098	0.10
Extinction ratio /dB	34.4	32.8
Loss for one pass /cm	1.49%	1.94%

对键合晶体进行了激光性能试验,其中编号为 NCR07468 的 Nd:YAG 键合晶体样品已得到反馈数据,键合后的 Nd:YAG 晶体的热焦距未发生明显变化,但激光输出能量和激光偏振输出能量都比键合

前有明显改善。尤其在大功率输入的动态试验中,键合后的输出能量比键合前最大增加 50%以上。图 6 为不同规格的键合晶体样品照片。

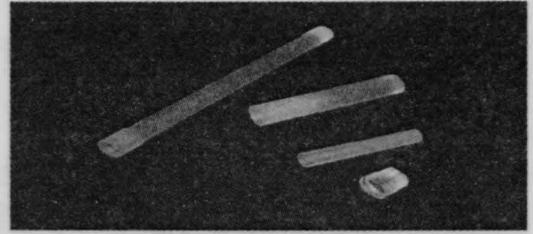


图6 复合晶体外形图

Fig.6 Outline for composite crystals

3 结论

通过设计合理的大梯度、高拉速的温场装置,并结合一定的工艺条件,成功地生长出了大尺寸高质量的 Yb:YAG 晶体。并经过大量的工艺试验,寻找出了适合于 Yb:YAG 晶体的退火条件。经过该退火工艺,晶体色心得到消除,应力也明显减小。得到了 Yb:YAG 晶体在 939 nm 处的吸收系数与原始掺杂浓度之间的曲线关系,用本温场和工艺条件生长的 Yb:YAG 晶体,其光-光转换效率为 38.6%,斜率效率达 55.1%。棒状激光晶体键合后的光学指标、力学指标与键合前晶体相比,都没有明显的变化,得到了机械强度高、损耗低、波前畸变小、的键合晶体。对比晶体键合前后的激光性能数据可以看出:键合技术明显改善了激光输出能量(功率)和激光偏振输出能量等性能。

参考文献

- 1 Yang Peizhi, Deng Peizhen, Yin Zhiwen. Research Progress on Yb³⁺-doped crystal[J]. *J. Synthetic Crystals*, 2000,29(2):196-204
杨培志,邓佩珍,殷之文. 掺 Yb³⁺激光晶体的研究进展[J]. 人工晶体学报, 2000,29(2):196-204
- 2 Qui Hongwei, Yang Peizhi, Zhong Heyu et al. Influence of annealing and doping on Yb:YAG[J]. *Chinese J. Lasers*, 2002, A29(5): 439-443
邱宏伟,杨培志,钟鹤裕等.Yb:YAG 激光晶体的高温退火和高浓度掺杂效益[J]. 中国激光, 2002, A29(5): 439-443
- 3 Yang Peizhi, Xu Jun, Deng Peizhen et al. Growth of Yb:YAG crystal and its performance [J]. *J. Synthetic Crystals*, 1998, 27(3): 229-232
杨培志,徐军,邓佩珍等. Yb:YAG 晶体的生长与激光性能[J]. 人工晶体学报, 1998, 27(3): 229-232
- 4 D. S. Sumida, H. Bruesselbach, R. W. Byren et al.. High-power Yb:YAG rod oscillators and amplifiers[C]. *SPIE*, 1997, 3265: 100-105