

文章编号: 0258-7025(2004)Supplement-0510-03

直径 $\phi 80$ mm Nd:YAG 晶体提拉法生长研究

程慧云, 马晓明, 刘瑞廷, 徐学珍, 桂尤喜

(北京奥依特科技有限责任公司, 北京 100015)

摘要 采用中频感应加热提拉法(Cz)生长晶体,研究了直径 $\phi 80$ mm Nd:YAG 晶体生长的设备条件、温场装置和生长参量,对长晶过程中出现的放肩和转肩阶段晶体开裂原因进行了分析,并采取了相应的改进措施,获得了直径 $\phi 80$ mm 等径长度 200 mm 质量良好的 Nd:YAG 晶体。

关键词 人工晶体; Nd:YAG; 提拉法; 晶体生长; 温场

中图分类号 TN244

文献标识码 A

Growth study of $\phi 80$ mm Nd:YAG Crystals by Czochralski Method

CHEMG Hui-yun, MA Xiao-ming, LIU Rui-ting, XU Xue-zhen, GUI You-xi

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

Abstract 80 mm in diameter and 200 mm in length available for fabrication, with high optical quality Nd:YAG crystals were successfully grown by Czochralski method. Growth equipments, growth parameters and temperature field conditions are discussed and optimized. To solve the problem of crystal crack for radial large diameter during growth process, the mechanisms of crystal crack are analyzed, some suitable mend measure are carried out and proved to be effective.

Key words synthetic crystal; Nd:YAG; czochralski(Cz); crystal growth; temperature field

1 引言

开展 $\phi 80$ mm 大直径优质 Nd:YAG 晶体研究的意义不仅仅是高平均功率激光器对大尺寸高均匀性低损耗激光棒和板条材料的迫切需求,而且大直径晶体径向 Nd 浓度梯度小,光学均匀性和一致性好,优品取棒率高,可大大提高激光棒生产效率,因此国际上一直非常重视大直径 Nd:YAG 晶体的提拉法研制和生产^[1-3]。1996 年我国华北光电所研制成功直径 $\phi 60$ mm 晶体,并实现了批量生产。2000 年我们承担了此项目的研究任务,经过近两年的努力,采用提拉法已生长出最大直径 $\phi 80$ mm,等径长度 200 mm,质量良好的 Nd:YAG 晶体。

2 实验

2.1 生长设备

提拉法单晶炉炉膛尺寸为 $\phi 800$ mm \times 1200 mm,籽晶杆有效行程 500 mm。加热电源采用 KGPF 75/2.5 型中频可控硅逆变器,连续稳定工作时间大于两个月,该电源额定功率大于 50 kW。晶体生长控制采用控温法,用铍铈热电偶取温度信号,欧陆 818p 精

密温度程控仪进行温度控制。

2.2 温度场及生长装置

温场装置采用大尺寸铍坩埚,尺寸为 $\phi 180$ mm \times 180 mm,装料重量 18 kg。温场示意图见图 1。为了建立适合直径 $\phi 80$ mm 晶体生长的固液界面(生长界面)和生长空间的温度梯度,采用了铍后热器。温场系统保温装置采用氧化锆制品,上保温用多层氧化锆屏蔽,下保温用氧化锆环和氧化锆砂。实验过程中为了调整线圈与铍坩埚匹配,以提高电源有效输出功率,对线圈的匝数进行了调整。温度场调试实验中,根据长晶过程和晶体质量的要求,对温度场上下保温装置及后热器等进行了修改和调整。

如图 1 所示,坩埚周围的保温采用 ZrO₂ 砂, ZrO₂ 筒等,实验中通过调整坩埚相对于线圈的位置以及改变坩埚底部保温的保温程度来营造合适的固液界面(生长界面)温度梯度;晶体提拉至图中的上保温区域时,为了克服晶体开裂,需要此处的温度梯度尽可能小,为此设计制作了不同尺寸的上保温系统,同时不同的上保温系统相应设计不同倾斜度和开口尺寸的辅助观察窗,因为观察窗附近有冷气流

基金项目:科技部科技型中小企业技术创新基金项目。

作者简介:程慧云(1978-),男,北京奥依特科技有限责任公司助理工程师,主要从事激光晶体生长及性能研究。

E-mail:chenghuiyun@oet.com.cn

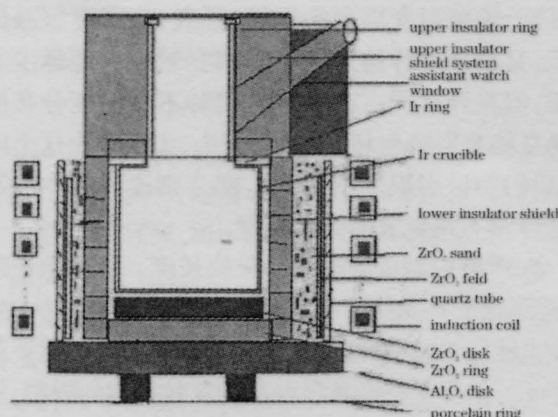


图1 晶体生长温场装置图

Fig.1 Apparatus of heat field for crystal growth

吹入,会造成此区域大的温度梯度,导致晶体开裂。经过多次改变坩位、底保温、上保温系统的温场试验,最终确立了适合本实验的最佳上下保温系统。

2.3 生长试验

采用高纯原料生长晶体, Y_2O_3 , Nd_2O_3 纯度为 6 N, Al_2O_3 纯度为 5 N, 拉晶料采用化学计量比配制,配制的原料经过研磨、混均和压型,实现一次熔料拉晶。籽晶方向(111),晶体生长过程分为下籽晶、放肩、转肩、等径、收尾、退火(降温)等几个主要阶段,时间周期为 40~50 天。在放肩、等径、收尾阶段分别采取不同的拉速和转速,在放肩阶段还采用变拉速和变转速措施。在等径生长阶段,确定晶体提拉速度为 0.4~0.6 mm/h,晶体转速为 8~12r/min。

3 实验结果与讨论

3.1 实验结果

多次晶体生长试验成功生长出了直径 $\phi 80$ mm, 等径长度 200 mm 的 Nd:YAG 晶体,如图 2 所示。在 200 mm 等径长度内,最小直径 75 mm,最大直径 84 mm,径差 9 mm。晶体表面无晶体“节”,用应力仪观察晶体应力分布较均匀,核心和侧心区域都较小。用氦-氖激光观察,散射少。

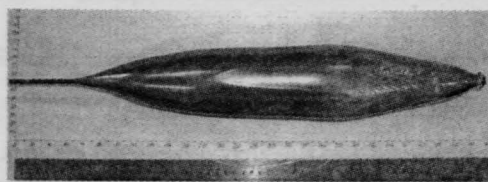


图2 实验生长的 $\phi 80$ mm 等径长度 200 mm 的 Nd:YAG 晶体
Fig.2 Outline for as-grown Nd:YAG boule($\phi 80$ mm \times 200mm)

从正交偏光系统下观察,晶体核心、侧心均很小且核心侧心区域分布规则(图 3),具有较大的可选材区域(颜色一致区域)。加工后的部分激光元件光

学质量见表 1,所加工的圆棒和板条均具有很好的光学质量。

表 1 部分加工元件的光学质量

Tab.1 Optical performance of fabricated Nd:YAG components

Component	Component dimension/mm	Extinction ratio/dB	Wavefront distortion $\lambda/2@5.4$ mm
Rods	$\phi 13 \times 200$	30.8	0.055
	$\phi 14 \times 200$	27.2	0.09
Slabs	$10 \times 30 \times 200$	--	0.124

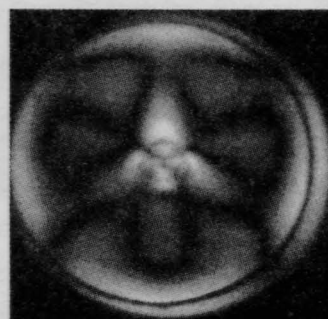


图3 Nd:YAG 晶体在正交偏光系统下的应力场分布图

Fig.3 Stress field of Nd:YAG crystal under crossed polarizing system

生长直径 $\phi 80$ mm 大尺寸 Nd:YAG 晶体的关键技术问题较多,诸如温场装置及生长参量的优化组合;单晶炉籽晶杆慢速运行时的稳定性问题(提拉时爬行,转动时抖动以及不同心等问题);中频电源在高功率输出时的稳定性和近两个月时间里的可靠性问题;生长装置和温场系统(包括保温材料)长时间处在近 2000 $^{\circ}C$ 高温下受热变化对温场及晶体的影响问题;大尺寸晶体生长由于应力引起开裂问题等等。这里仅就试验过程中常见问题进行讨论。

3.2 籽晶和籽晶夹头改进

试验初期的籽晶夹头事先调整同心度并且固定完好,但是生长过程中出现不同心、画圈的情况,经过分析,主要是由于以下原因引起:

1) 大尺寸晶体生长过程中电源功率高,温场中温度较一般生长为高,使籽晶杆受热变软,导致籽晶杆高温下变形产生画圈;

2) 实验生长的晶体直径达到 $\phi 80$ mm,其重量远大于 $\phi 40$ ~ 60 mm 的晶体,这增大了籽晶杆的承重;如果在晶体生长前籽晶杆的同心度就有偏差,则晶体生长过程中也可能产生不同心的情况;

3) 原有的籽晶杆连接方式不适用于大尺寸晶体的生长。安装原有籽晶杆时,通过调节不锈钢夹头来保证晶杆的同心,此处直径约 $\phi 3$ ~ 6 mm 在高

温下受热很容易产生变形,导致籽晶杆画圈。

在生长过程中对籽晶杆画圈、不同心做了如下改进:1) 选用较粗的铍杆;2) 重新设计夹头,改变了过渡夹头上下的连接方式。新设计的夹头缩短可调节处的长度,改变传统籽晶夹头的连接方式,使夹头易于固定,而且在高温下也不易变形。

3.3 直径控制

生长过程中,通过观察温场液流变化,分析试验记录来对晶体生长进行控制;借助辅助观察窗口边界和参照外部尺寸来目测晶体直径。试验中总结出以下几点:1) 晶体生长前准备 $\phi 80$ mm 标本,置于坩埚中心并调节同心,然后通过观察窗口观察,记录标本边缘与坩埚壁以及辅助观察窗口边缘的距离,以便目测控制;2) 晶体转肩要提前进行控制,而且必须小角度缓慢转肩,因为转肩部位晶体内部应力很大,温度变化幅度过大可能导致晶体开裂,同样,晶体收细时也要缓慢,在籽晶杆行程允许情况下收细锥角尽可能小;3) 晶体转入等径生长后,应逐渐放慢拉速和转速,勤观察液流及晶体晶棱与观察窗口边缘的距离,小幅度升降温进行控制。

3.4 晶体开裂问题讨论

3.4.1 开裂原因

提拉法生长 Nd:YAG 晶体在生长阶段的前期容易发生晶体开裂,尤其是生长大尺寸晶体这一现象尤为突出。究其原因,除了与晶体生长装置的温度分布有直接关系外,还与该阶段所采取的生长工艺有关。

直径 $\phi 80$ mm Nd:YAG 晶体的生长是从直径 $\phi 6$ mm 籽晶的一端开始的,晶体直径从 $\phi 6$ mm 通过连续不断地降低温度将肩部逐渐扩大到直径 $\phi 80$ mm。放肩过程中,随直径逐渐扩大,结晶速度不断加快,从而导致晶体内部应力增大。放肩结束转入等径生长阶段,为了不让晶体直径继续扩粗,工艺上必然采取与放肩阶段相反的升温操作来抑制结晶速度,这同样也会增大晶体内部应力。在晶体内的应力超过其屈服力时,就导致晶体开裂^[3,4]。

3.4.2 防止晶体开裂的措施

为防止放肩和转肩过程晶体开裂,采取以下改进措施:

1) 设计制作铍坩埚周围与其上部不同的保温装置。Nd:YAG 熔体有较大的过冷度,为防止晶体生长时 Nd 偏析和组份过冷发生,需设计固液界面(生

长界面)较大温度梯度的温场,同时,为了克服晶体开裂,又必须设计熔体以上空间有较小温度梯度的温场,但是处在同一系统中这两种不同温度分布的温场是相互影响和相互制约的^[3,5]。为了解决这个问题,我们对铍坩埚周围和其上部分别设计制作了不同材料和不同要求的保温装置。

2) 严格控制放肩锥角和放肩长度。放肩生长阶段,降温速率和晶体生长速率都很快,晶体应力大,生长大直径晶体尤其严重,这是导致放肩开裂的重要原因之一。但受生长设备和籽晶杆有效行程的限制,放肩锥角和放肩长度又不可能很小和很长,通过试验得出了较为合适的放肩锥角和放肩长度的控制范围。

3) 放肩阶段变拉速和变转速生长。晶体生长速率除了与温度有关外,还与籽晶杆提拉速度紧密相关,晶体生长速度快,应力必然增大。晶体转速对生长界面质量传输、热量传输速率和熔体流动状态产生重要作用,因此对晶体生长速率和固液界面形状有明显影响。放肩过程中,随着直径不断增大,以一定的速度逐渐放慢晶体拉速和转速生长。

采取以上措施后,基本上克服了放肩和转肩阶段晶体的开裂。

参考文献

- 1 Zhang Kecong, Wang Ximin. Development of synthetic crystals[J]. *J. Synthetic Crystals*, 2002,31(3):228-239
张克从,王弟敏.人工晶体的发展[J].人工晶体学报. 2002,31(3):228-239
- 2 Jiang Tengyu, Chen Xiji, Xu Xuezheng et al.. Growth technology of fine quality large size Nd:YAG crystals [J]. *J. Synthetic Crystals*, 1996, 25(3):205-211
姜腾雨,陈熙基,徐学珍等.优质大尺寸 Nd:YAG 晶体生长技术的研究[J].人工晶体学报.1996, 25(3):205-211
- 3 Jiang tengyu, Chen xiji, Xu Xuezheng et al.. Growth technology of large size Nd:YAG crystals[J]. *Laser & Infrared*,1992,22(6):21-24
姜腾雨,陈熙基,徐学珍等.优质大尺寸 Nd:YAG 晶体生长技术的研究[J].激光与红外,1992, 22(6):21
- 4 Cao Yeyin, Hu Jing, Liu Ruiting et al.. Distributive pattern of center and lateral cores along vertical section of Nd:YAG crystal boules and It's thermal field's analysis[J]. *J. Synthetic Crystals*.1997,26(3-4):234
曹野垠,胡静,刘瑞庭等.Nd:YAG 晶体核芯的纵向分布规律及其温场分析[J].人工晶体学报,1997,26(3-4):234
- 5 Jiang Tengyu, Xu Xuezheng, Chen xiji et al.. Study on elimination of lateral cores for large size Nd:YAG crystal [J]. *J. Synthetic Crystals*, 1997, 26(3-4):236
姜腾雨,徐学珍,陈熙基等.消除大尺寸 Nd:YAG 晶体侧心的研究[J].人工晶体学报,1997,26(3-4):236