

文章编号: 0253-2239(2008)02-0316-05

Yb:Y₃Al₅O₁₂/Y₃Al₅O₁₂复合晶体的制作和光谱性能

王静雅¹ 王晓丹^{1,2} 赵志伟¹ 徐 军¹ Gilbert Bourdet³ J.-C. Chanteloup³

¹ 中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800

² 中国科学院研究生院, 北京 100049

³ Ecole Polytechnique, Laboratoire pour l'Utilisation des Lasers Intenses, Route de Saclay, Palaiseau, 91128 France

摘要 采用热键合技术,制作中运用不同的工艺参量制作出 12 片 Yb:Y₃Al₅O₁₂/Y₃Al₅O₁₂ (Yb:YAG/YAG) 复合晶体。利用偏光显微镜对其键合界面进行了观察,研究了样品的透射光谱,从而确定出复合晶体合适的制作工艺。通过透射光谱的形状和透射率来表征复合晶体键合界面的质量。研究表明 Yb:YAG/YAG 复合晶体键合质量较好,可实现一体化。

关键词 光学材料; 复合晶体; Yb:YAG/YAG; 键合质量; 透射光谱; 透射率

中图分类号 TN244 文献标识码 A

Making and Spectra Property of the Composite Yb:Y₃Al₅O₁₂/Y₃Al₅O₁₂ Crystal

Wang Jingya¹ Wang Xiaodan^{1,2} Zhao Zhiwei¹ Xu Jun¹ Gilbert Bourdet³ J.-C. Chanteloup³

¹ Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China

² Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

³ Ecole Polytechnique, Laboratoire pour l'Utilisation des Lasers Intenses, Route de Saclay, Palaiseau, 91128, France

Abstract The composite Yb:Y₃Al₅O₁₂/Y₃Al₅O₁₂ crystal was made by thermal bonding method, twelve pieces of composite crystals were made by different technological parameter in manufacturing process. The bonding interface of the composite crystals were observed by optical microscope, transmission spectra of the composite crystals were studied. We get appropriate making technology of the composite crystals from above result. Bonding quality of composite crystals were characterized by the shape of transmission spectra and transmittance of Yb:YAG/YAG composite crystals. All experiments show that the composite Yb:YAG/YAG crystal has good bonding quality and integration is feasible.

Key words optical material; composite crystal; Yb:YAG/YAG; bonding quality; transmission spectra; transmittance

1 引 言

InGaAs 激光二极管的出现,兴起了掺 Yb³⁺ 激光材料的研究热潮。其中 Yb:YAG 晶体由于具有宽的吸收带和发射带,长的荧光寿命,优良的热力学和机械性能等特点而成为最具应用潜力的固体激光介质之一^[1],尤为重要是 Yb:YAG 晶体可实现较高浓度掺杂。因而可加工成薄片作为增益介质,制成薄片激光器。然而当工作物质为 Yb:YAG 薄片时也存在一定的问题,当抽运光入射到晶片上,一部

分抽运能量转化为激光辐射,剩余的能量转化为基质的无辐射跃迁或晶格的能量吸收,这样就导致 Yb:YAG 薄片受热不均匀,引起晶片热变形,从而产生热透镜效应,影响输出激光的光束质量和激光效率。为了能弥补薄片作为增益介质的不足,人们提出了利用热键合技术制作 Yb:Y₃Al₅O₁₂/Y₃Al₅O₁₂ (Yb:YAG/YAG) 复合晶体。采用了这种复合晶体,激光实验中 Yb:YAG 晶片受热不易发生形变,同时外层的 YAG 还可以起到热沉的作用,有利于晶片

收稿日期: 2007-04-17; 收到修改稿日期: 2007-09-16

基金项目: 国家 863 计划(2002AA311030)、上海市国际科技合作基金(065207062)和中法先进研究计划的资助课题。

作者简介: 王静雅(1975-),山西人,工程师,主要从事激光晶体结构表征和激光性能方面的研究。

E-mail: wangjingya@hotmail.com

更好地散热,因此可以有效的提高光束质量和激光输出效率。

复合晶体从 90 年代初至今已有十几年的研究历史,。本文采用热键合技术选取不同的工艺参量制作了 Yb:YAG/YAG 复合晶体,利用显微镜、透射光谱等测试手段对复合晶体进行了质量检测,从而得出比较合适的制作工艺,通过透射光谱对复合晶体进行了键合质量的表征。

2 实 验

2.1 晶体的生长和复合晶体的制作

采用中频感应提拉法生长了高质量的 YAG 和掺杂原子数分数为 0.5% 的 Yb:YAG 晶体,晶体生长的具体过程可见文献[2]。将晶体经 1600 ℃(空气气氛),48 h 退火后,沿<111>方向切割成 YAG 晶片为 10 mm×15 mm×2 mm,Yb:YAG 晶片为 10 mm×14 mm×3.5 mm,两晶片双面经严格的机械抛光,达到光洁度为 10/5,平面度 $N < \lambda/10$ ($\lambda = 632.8 \text{ nm}$),平行度小于 $10''$ 。选用合适的抛光液再对其进行化学抛光,使其表面达到高的光洁度和平面度。

复合晶体的制作采用热键合技术^[3],热键合的具体过程是将表面处理好的 Yb:YAG 和 YAG 晶片预先加热除去表面吸附的水和气体,然后对两表面进行光胶,依靠分子间的吸引力使其形成整体,过

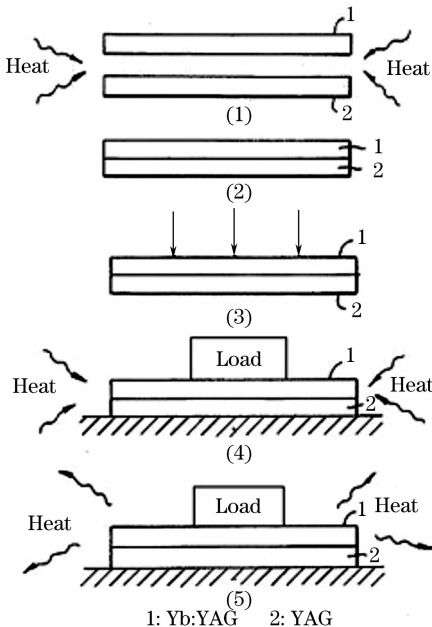


图 1 热键合技术制作 Yb:YAG/YAG 复合晶体的过程
Fig. 1 Process of making composite Yb:YAG/YAG crystal by thermal bonding

程中可以适当加力使其更加牢固,再加热到适当的温度同时施加适当的压力使其接触面扩散来加强分子间的连接,之后慢慢冷却,同时避免热振动,使复合晶体能够抵挡住激光实验操作的影响,经过这样的过程就形成了真正的复合晶体。在整个过程中要确保每个步骤都保持在超净的环境中。热键合过程的具体示意图如图 1 所示。采用热键合技术制作的 Yb:YAG/YAG 复合晶体如图 2 所示。

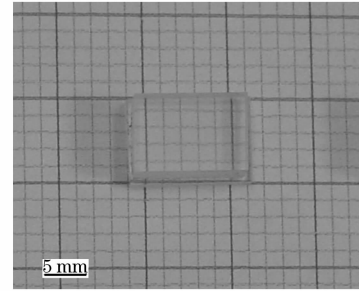


图 2 Yb:YAG/YAG 复合晶体照片

Fig. 2 Photograph of composite Yb:YAG/YAG crystal

为了探索复合晶体的最佳制作工艺,在制作过程中选取对表面进行化学抛光和未进行化学抛光对比,不同的烧结温度和烧结时施加不同的压力等工艺参量,制作了 12 片 Yb:YAG/YAG 复合晶体。晶体样品如图 2 所示,12 片复合晶体样品的工艺参量如表 1 所示。

表 1 复合晶体制作工艺参量

Table 1 Technological parameter of making composite crystal

Sample	Chemical polish on crystal surface (Yes/No)	Pressure intensity loading on /Pa	Sintering temperature /℃
1	No	37500	
2	Yes	75000	1300
3	No	113000	
4	Yes	37500	
5	No	75000	1500
6	Yes	113000	
7	No	37500	
8	Yes	75000	
9	No	113000	
10	Yes	37500	
11	No	75000	1500
12	Yes	113000	

2.2 复合晶体键合界面形貌的观察

复合晶体采用德国的 Leitz optical microscopy 大视场偏光显微镜观察键合界面,复合晶体上下表面需进行机械抛光,将抛光后的样品放于显微镜

样品台上,将显微镜的焦点聚焦到复合晶体内部的键合界面处进行观察,放大倍数为 157 倍。

2.3 透射光谱的测试

复合晶体的透射光谱是在 V-570 紫外-可见-近红外分光光度计上测定的,测试范围为 250~2500 nm,分辨力为 2 nm,测试在室温下进行。

3 结果与讨论

3.1 Yb:YAG/YAG 复合晶体键合界面形貌的分析

样品制成后观察发现,Yb:YAG/YAG 复合晶体键合得很牢固,宏观上来看 12 个样品无区别,采用显微镜观察其键合层,分析表面化学抛光、烧结温度和加载压强对复合晶体键合质量的影响:

3.1.1 表面化学抛光处理对复合晶体的影响

将样品在偏光显微镜下进行形貌观察,键合前晶片表面未经过化学抛光处理和处理过的两种复合晶体 1 号和 2 号样品进行比较发现:1 号复合晶体在中间键合层还可以观察到清晰的划痕,如图 3 所示。然而在表面进行过化学抛光处理的六个样品中界面均未观察到划痕,表面光滑均匀。由此可见,在复合晶体的制作过程中,样品的前期表面处理过程对键合质量有很大的影响。

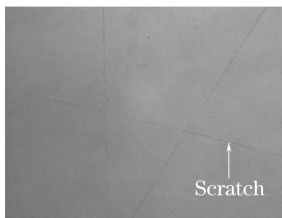


图 3 Yb:YAG/YAG 复合晶体键合层显微镜图
Fig. 3 Optical microscopic image of bonding layer of the composite Yb:YAG/YAG crystal

3.1.2 烧结温度和压力的影响

复合晶体的制作中加热到适当温度的同时施加适当压力使两晶片的接触面扩散来加强分子间的连接,实验中采用了 1300 °C 和 1550 °C 两种烧结温度,采用 37500 Pa,75000 Pa 和 113000 Pa 三种不同的压强来加强复合晶体界面的扩散键合。研究发现,扩散键合的过程是从中间向边缘逐渐扩散,排出水气、杂质的过程。

当温度为 1300 °C,压强为 37500 Pa 时,在显微镜下观察 2 号复合晶体中间键合层,在边缘发现霜花状的印记,如图 4(a)所示。我们分析这是由于复合晶体在键合过程中不可避免地会吸附一些空气中的水气,烧结温度和压强不够,使复合晶体排出水气

不够充分所致,这些霜花状的印记影响了复合晶体键合界面整体的均匀性。当温度提高到 1550 °C,压强为 37500 Pa 时,在显微镜下观察,8 号复合晶体键合界面层的最边缘处霜花状的印记消失,只观察到了淡淡的水痕,如图 4(b)所示。然而在烧结温度为 1550 °C,压强为 75000 Pa 和 113000 Pa 的 10 号和 12 号复合晶体样品中,图 4(b)中所示的淡淡的水痕也消失了,复合晶体键合界面表现光滑均匀。

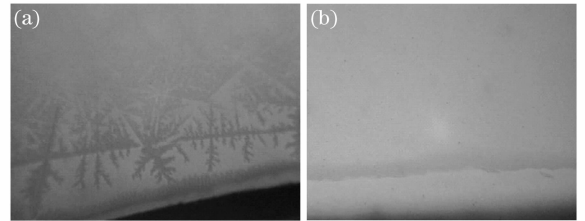


图 4 Yb:YAG/YAG 复合晶体键合层显微镜图
Fig. 4 Optical microscopic image of bonding layer of the composite Yb:YAG/YAG crystal

由此可见:通过显微镜对复合晶体键合界面的观察,得出制作复合晶体比较适合的制作工艺参量。复合晶体的烧结温度为 1550 °C 时优于 1300 °C,压强在现有的三种压强下,较大的压强 75000 Pa 和 113000 Pa 表现出较好的效果。这种在高温高压下键合质量好的原因是:热键合制作复合晶体的技术中,要对光胶后的复合晶体进行加热烧结同时施加适当的压力使其两晶片接触面扩散来加强分子间的连接,当烧结温度为 1550 °C 时相比于 1300 °C,两晶片分子间的热运动更加剧烈,扩散更加明显,排出水气的速度更快。加之受到较大的压强,更进一步地来巩固分子间的连接。

3.2 Yb:YAG/YAG 复合晶体透射光谱的分析

测试了采用不同烧结温度和不同压强制作的 1 到 12 号 Yb:YAG/YAG 复合晶体样品的透射光谱,从透射光谱的形状、透射率来表征复合晶体的键合质量,从而反馈到晶体的制作中,来得到比较合适的工艺参量。1 到 12 号样品的透射光谱如图 5 所示,图 5(a)为 1 到 6 号样品的透射光谱,从图 5(a)中选出透射率最高的 5 号样品作为联系,与 7 到 12 号样品一起组成了图 5(b)。从图 5 中可以看出:在整体上 1 到 12 号样品透射光谱的形状相似,在 900~1050 nm 范围内出现了 Yb³⁺ 的特征吸收带;从复合晶体的透射率来看:从 1 号样品到 12 号样品,复合晶体的透射率呈明显增加的趋势,在紫外、可见及近红外区表现尤为明显。1 号样品在 600 nm 处的透射率为 60%,而 12 号样品在 600 nm 处的透射率达

到了 80%, 在数量上有了很大的提高; 从形状上看: 1 号样品的透射光谱图表现为倾斜上升, 而 12 号样品的光谱图在整个光谱范围内则近似维持在一条水平线上, 样品从 1 号到 12 号在紫外、可见及近红外区域透射光谱呈渐变的趋势。因为制作 12 种样品的材料均为高质量晶片, 内部不存在散射颗粒, 质量无明显差异, 而 1 到 12 号样品的透射光谱形状出现了明显的差别, 由此可知, 12 种复合晶体样品的键合界面的质量存在差异。1 号样品在紫外、可见及近红外区域透射光谱呈倾斜上升趋势, 透射率变化范围较大, 经分析是由键合界面处的瑞利散射引起的。瑞利散射要求条件为: 微粒半径 $r \ll \lambda$ 。

$$I_s \propto 1/\lambda^4, \quad (1)$$

I_s 为散射光光强, 与波长 λ 的四次方成反比。

由上述公式可以看出, 瑞利散射对紫外、可见光散射量很大, 而对红外散射量很小。1 号样品的透射光谱形状变化符合瑞利散射所表现出的特征, 所以经分析得出 1 号样品的透射率变化是由于键合界面的瑞利散射引起的, 由此可以看出, 在 1 号样品的键合界面处存在着由缺陷或杂质原子引起的散射损耗。从 1 号到 12 号样品, 透射光谱的形状逐渐变化, 最终表现为近似水平的直线, 由此看出, 键合界面瑞利散射的影响逐渐减小, 键合质量逐渐提高。在 1200 nm 处, 12 号 Yb:YAG/YAG 复合晶体样品实测透射率为 83.69%, 与利用塞耳迈耶尔 (Sellmeir) 方程^[4~6]计算的相同厚度单片 Yb:YAG 晶体样品的理论透射率 84.52% 相比只相差 0.83%, 由此可以看出, 12 号样品的键合界面质量最好。

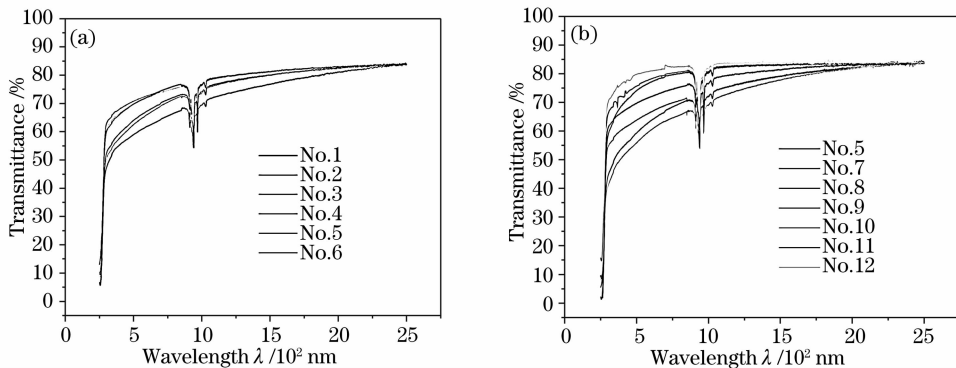


图 5 Yb:YAG/YAG 复合晶体透射光谱图

Fig. 5 Transmission spectra of the Yb:YAG/YAG composite crystal

从对 12 种样品的定义说明中可以看出, 样品是在不同的烧结温度和压强下, 用不同的处理方法制作而成的。从 1 号到 12 号样品, 温度在升高, 压强在增大, 处理手段更加精细。从对图 5 的透射光谱图的分析中可以得出这样的结论: 烧结温度在 1550℃ 时, 压强在现有的三种压强下, 施加 113000 Pa 的压强制作出的复合晶体表现出较好的键合质量。这与上述复合晶体键合界面形貌的分析中得出的结论相一致。

由以上对透射光谱及透射率的分析可以得出: 采用合适的制作工艺制作出的 Yb:YAG/YAG 复合晶体已成为完整的一块晶体, 键合中间层不存在气泡、空间过渡层等严重影响透射率的因素, 复合晶体键合质量较好, 实现了一体化。

4 结 论

采用热键合技术制作了镱 (Yb) 掺杂原子分数为 0.5% 的 Yb:YAG/YAG 复合晶体, 制作过程中采用不同的表面处理、不同的烧结温度和烧结时施加不同的压强等工艺参量制作出 12 片 Yb:YAG/YAG 复合晶体。利用偏光显微镜对其键合界面进行观察, 研究了 12 片样品的透射光谱从而确定出键合前对表面要进行化学抛光、烧结温度为 1550℃, 施加压强为 113000 Pa 这种复合晶体合适的制作工艺。研究结果表明制作的 Yb:YAG/YAG 复合晶体为完整的一块晶体, 键合中间层不存在气泡、空间过渡层, 复合晶体键合质量较好, 实现了一体化。Yb:YAG/YAG 复合晶体其它性能的表现还在进一步的研究中。

参 考 文 献

- 1 W. F. Krupke. Ytterbium solid-state lasers-the first decade[J]. *IEEE J. Selected Topics in Quantum Electronics*, 2000, **6**(6): 1287~1296
- 2 Wang Xiaodan, Zhao Zhiwei, Xu Xiaodong *et al.*. Spectroscopic properties of Yb : Y₃Al₅O₁₂ with Yb-doping concentration 0.5at. %[J]. *Chin. J. Lasers*, 2006, **33**(5): 692~696 (in Chinese)
王晓丹,赵志伟,徐晓东 等. Yb 掺杂原子数分数为 0.5%的 Yb: Y₃Al₅O₁₂ 晶体的光谱分析[J]. *中国激光*, 2006, **33**(5): 692~696
- 3 Meissner; E. Helmuth, McMahon *et al.*. Composite solid state lasers of improved efficiency and beam quality[P]. United States Patent, 1996. 5563899
- 4 Sun Dunlu, Zhang Qingli, Wang Zhaobing *et al.*. Study on the transmission spectra of the composite YAG/Nd:YAG crystal[J]. *J. Synthetic Crystals*, 2005, **34**(2): 229~232 (in Chinese)
孙敦陆,张庆礼,王召兵 等. 热键合 YAG/Nd:YAG 复合晶体的透过光谱研究[J]. *人工晶体学报*, 2005, **34**(2): 229~232
- 5 D. E. Zelmon, D. L. Small, R. Page. Refractive-index measurements of undoped yttrium aluminum garnet from 0.4~5.0 μm[J]. *Appl. Opt.*, 1998, **37**(21): 4933~4935
- 6 B. M. Jin, I. W. Kin, W. B. White *et al.*. Modification of UV-VIS optical absorption properties caused by MgO incorporation in MgO-doped LiNbO₃ crystals[J]. *Materials Letters*, 1997, **30**: 385~388

《激光技术及其应用》汇编介绍

为了更好地服务科研工作者、工程技术人员以及其他激光行业的从业人员,总结研究开发经验,中国科学院上海光学精密机械研究所光学期刊联合编辑部从近年来《中国激光》和《光学学报》上发表的论文中精选了激光实验技术与应用方向的优秀论文,结集出版。

论文集共收录论文 39 篇,主要反映了激光器技术、传感器技术、微细加工技术、光学测量与计量等方面的研究进展。

感兴趣的读者请与本刊发行部的高先生联系。

电 话:021-69918253

E-mail:gfhai@siom.ac.cn

光学期刊联合编辑部