

# LED 白光源用 $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤制备与特性

叶林华 宋丽 李刚 刘相芳

(浙江大学物理系, 浙江 杭州 310027)

**摘要** 采用激光加热基座法从粉末源棒直接制备 LED 白光源用  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤荧光材料。通过单次或多次生长可以得到直径 150~1000  $\mu\text{m}$  各种  $Ce^{3+}$  离子掺杂 YAG 单晶光纤。实验测量了所制备荧光光纤在波长 465 nm LED 激发下的荧光光谱,结果表明在 550 nm 附近存在宽带强荧光辐射。利用所制备  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤荧光材料与蓝色 LED 抽运光合成产生高效 LED 光纤白光源,所得光纤白光源色温 5881 K,色坐标  $x=0.310$ ,  $y=0.350$ ,显色指数为 75.0,表明光源输出光品质良好。由于  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤既有晶体材料光学特性又有光波导的特点,使得它比通常的  $Ce^{3+}$ :YAG 粉体荧光材料具有较高的 LED 抽运效率和荧光收集效率,有望用于未来大功率光纤白光源。

**关键词** LED 白光源;单晶光纤;荧光材料; $Ce^{3+}$ :YAG

中图分类号 TN104.3 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS200929s1.0169

## Growth and Characteristics of $Ce^{3+}$ Ions-Doped YAG Single-Crystal Optical Fibers for LED White Light Sources

Ye Linhua Song Li Li Gang Liu Xiangfang

(Physics Department, Zhejiang University, Hangzhou, Zhejiang 310027, China)

**Abstracts**  $Ce^{3+}$ :YAG single-crystal optical fiber fluorescent materials for LED white light sources have been grown directly from powder source rod by laser heated pedestal growth method. Various diameters  $Ce^{3+}$ :YAG single crystal optical fibers from 150  $\mu\text{m}$  to 1000  $\mu\text{m}$  are available by single-step and/or multi-step process. Fluorescence spectrum of the grown optical fiber materials under 465 nm LED pumping is measured and results show strong wide band fluorescence emission near 550 nm wavelength. High efficient LED white light sources can be got by combining blue LED and grown  $Ce^{3+}$ :YAG single-crystal optical fiber. The developed optical fiber white light sources show good white light quality with the 5881 K of the color temperature and the CIE color coordinates ( $x=0.310$ ,  $y=0.350$ ) and 75 of the CRI. Combined with the good qualities of optical crystal materials and optical waveguide properties, the grown  $Ce^{3+}$ :YAG single-crystal optical fibers have a high efficiency of LED pump and fluorescence collection prior to general powder  $Ce^{3+}$ :YAG fluorescent materials. It can be used for high power LED white light sources in future.

**Key words** LED white light sources; single-crystal fiber; fluorescent materials;  $Ce^{3+}$ :YAG

### 1 引 言

大功率 LED 白光源在照明、投影等领域具有广阔的应用前景,目前蓝光 LED 涂覆  $Ce^{3+}$ :YAG 黄色荧光粉合成白光是产生白光源有效方案之一<sup>[1~5]</sup>,但是这种使用方式存在以下缺陷:1)由于使用  $Ce^{3+}$ :YAG 粉体材料,因此蓝色 LED 激发光在荧光粉中受到较大的散射损耗,当使用大功率蓝光 LED 作激发源时,要求相应增加荧光粉的厚度,这使得散射损耗更加加剧;2)由于  $Ce^{3+}$ :YAG 荧光

粉体的荧光辐射是方向各异的  $4\pi$  辐射,因此这种方式产生的白光其光束质量和效率都受到较大的影响;3)当应用于大功率半导体激发光源时,由于此时流过半导体 p-n 结的电流密度非常大,导致 p-n 结的温度就很高,而涂覆的荧光粉限制了半导体芯片的散热,同时半导体 p-n 结的高温将导致荧光粉的荧光温度淬灭等效应,降低荧光粉的发光效率和使用寿命,从而影响整个白光源的使用寿命和输出光的品质。

YAG 单晶光纤既具有块状 YAG 光学晶体材料的物理化学特性,又有光波导的特点<sup>[6,7]</sup>,因此如果研制  $Ce^{3+}$  等稀土离子掺杂的 YAG 单晶光纤荧光材料用于大功率半导体 LED 蓝光光源抽运下辐射荧光从而合成白光,有可能输出得到功率大、高效、光束方向性好的 YAG 光纤白光源。本文采用激光加热基座(以下简称 LHPG)法制备 LED 光纤白光源用  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤荧光材料,对其荧光光学特性进行实验研究;利用所制备  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤荧光材料与蓝色抽运 LED 合成产生高效 LED 光纤白光源,并对输出白光的特性进行初步分析。

## 2 $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤材料制备

LHPG 制备法  $Ce^{3+}$  离子掺杂 YAG 单晶光纤方法如图 1 所示,籽晶采用已生长好的小段纯 YAG 单晶光纤;源棒采用烧结的  $CeO_2$  掺杂 YAG 粉末棒,其浓度可以根据需要配制,其制备过程如下:用分析天平称取高纯  $Y_2O_3$ ,  $Al_2O_3$  及  $CeO_2$  粉末,按比配成所需  $CeO_2$  掺杂浓度的混合粉末,在干净的环境中将粉末置于玛瑙研钵中并加入酒精,充分研磨均匀混合干燥后在 15~20 MPa 下压制成 1.5 mm×1.5 mm×50 mm 的粉末棒,为了提高粉末棒的机械强度,我们将其在高温 600 °C 下烧结 3 h 以上,并随炉温冷却到室温;两束  $CO_2$  激光均匀聚焦于源棒的顶端将其熔化,将籽晶从上向下缓慢点入熔区,然后向上提拉,合理控制源棒的送速和籽晶的拉速,就可以长出  $Ce^{3+}$  离子掺杂 YAG 单晶光纤<sup>[8~9]</sup>。图 2 为 LHPG 法生长  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤熔区图。图 3 所示为利用 LHPG 法生长的  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤。从图中可见,所生长的  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤呈光学透明的微黄色,光学质量良好,与大块  $Ce^{3+}$ :YAG 光学晶体一致。光纤直径可以通过改变籽晶拉速和源棒送速加以控制,通常单次光纤制

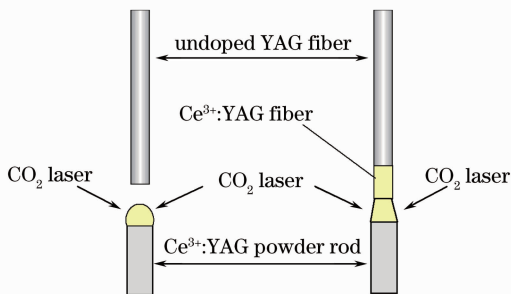


图 1 LHPG 法生长  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤

Fig. 1 Growth of  $Ce^{3+}$ :YAG single-crystal optical fiber by LHPG method

备过程中,光纤的直径为源棒直径的 1/2~1/3,直径更细的光纤可以通过二次或更多次生长来得到<sup>[8]</sup>,目前已可制备直径从 150~1000  $\mu m$  各种规格的  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤。

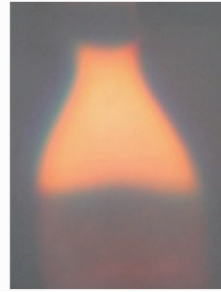


图 2  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤生长熔区

Fig. 2 Growth zone of  $Ce^{3+}$ :YAG single-crystal optical fiber



图 3  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤

Fig. 3  $Ce^{3+}$ :YAG single crystal optical fiber

## 3 $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤材料荧光特性

将所制备  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤截取小段并对其两端面进行抛光,用中心波长为 465 nm LED 从侧面对其抽运激发,光纤端面通过一光纤耦合器与光纤光谱仪连接,图 4 是摩尔掺杂浓度为 0.5%  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤荧光材料在蓝光 LED 激励下的荧光谱,从图中可见在中心波长为 550 nm 附近存在宽带强荧光辐射。由于  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤集晶体材料光学特性和光波导于一体,使得它比通常的  $Ce^{3+}$ :YAG 粉体荧光材料具有较高的荧光抽运效率。

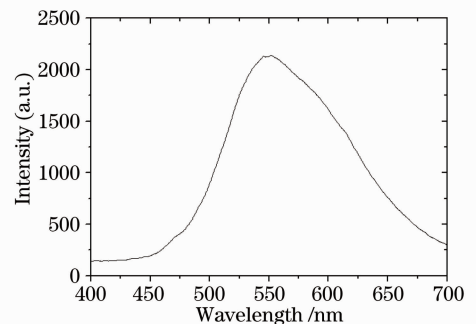


图 4 465 nm LED 激励下  $Ce^{3+}$ :YAG 单晶光纤荧光谱

Fig. 4 Fluorescence spectrum of  $Ce^{3+}$ :YAG single-crystal optical fiber under 465 nm LED pumping

## 4 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤白光源

Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤白光源结构如图5所示,功率半导体 LED 输出蓝色激励光聚焦于光纤端面,激励光沿着光纤传输,光纤中的 Ce<sup>3+</sup> 离子在蓝色光的激励下发射黄色宽带荧光,由于光纤波导具有的光约束作用和对黄色光的低损耗特性,使得辐射荧光可以低损耗高效的到达光纤输出端与部分未吸收激励蓝光合成产生光纤白光源输出。实验选用一 Ce<sup>3+</sup> 离子掺杂浓度为 0.5%、长度 5 mm、直径 1 mm YAG 单晶光纤,适当调节抽运 LED 功率,可以得到光纤白光源输出,图 6 为 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤白光源输出光谱,从图中可见输出光谱主要由二部分组成,即剩余蓝色 LED 抽运光和 Ce<sup>3+</sup> 离子宽带黄色荧光辐射。实际上可以通过控制 Ce<sup>3+</sup>:YAG 光纤长度来合理调节输出白光中的剩余蓝光和黄色荧光,使得输出光纤白光源的光谱分布、色温和显色指数等达到最佳。

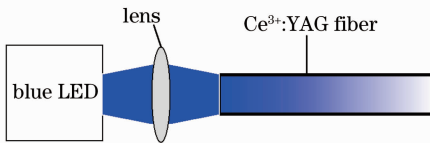


图 5 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤 LED 白光源结构

Fig. 5 White light source structure of Ce<sup>3+</sup>:YAG single-crystal optical fiber LED

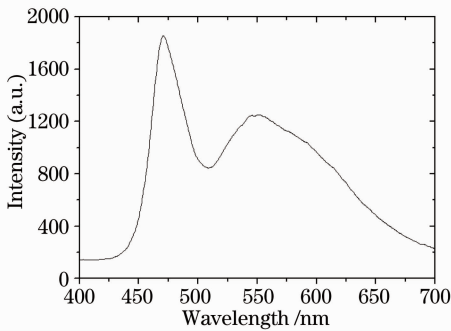


图 6 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤白光源输出光谱

Fig. 6 Optical spectrum of Ce<sup>3+</sup>:YAG single-crystal optical fiber LED white light source

对输出白光的光色测量结果为白光源色温 5881 K,色坐标  $x=0.310$ ,  $y=0.350$ ,显色指数为 75.0。从光谱分布来看,单纯的 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤显色指数并不是非常理想,可以通过在 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤荧光材料中共掺 Pr<sup>3+</sup>, Eu<sup>3+</sup>, Tb<sup>3+</sup>, Gd<sup>3+</sup> 等稀

土荧光离子有效提高输出白光源光色品质<sup>[10,11]</sup>,从而得到高效、大功率、显色性良好的单晶光纤白光源。

## 5 结 论

采用激光加热基座法从粉末源棒直接制备各种直径 LED 光纤白光源用 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤荧光材料,在波长 465 nm LED 激励下所制备荧光材料在 550 nm 附近存在强荧光发射,由于 Ce<sup>3+</sup>:YAG 单晶光纤同时具有晶体光学和光波导的相关特性,使得其与功率蓝色 LED 抽运光合成构成高效光纤白光源,有望用于未来大功率半导体光纤白光源,可以广泛用于照明、投影等领域。

## 参 考 文 献

- 1 Chung-Hsin Lu, R. Jagannathan. Cerium-ion-doped yttrium aluminum garnet nanophosphors prepared through sol-gel pyrolysis for luminescent lighting[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2002, **80**(13): 3608~3610
- 2 M. Kottaisamy, P. Thiyagarajan, J. Mishra *et al.*. Color tuning of Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>:Ce phosphor and their blend for white LEDs[J]. *Materials Research Bulletin*, 2008, **43**(7): 1657~1663
- 3 Seonghoon Lee, Soo Yeon Seo. Optimization of yttrium aluminum garnet:Ce<sup>3+</sup> phosphors for white light-emitting diodes by combinatorial chemistry method [J]. *J. Electrochemical Society*, 2002, **149**(11): J85~J88
- 4 Ho Seong Jang, Won Bin Im, Dong chin Lee *et al.*. Enhancement of red spectral emission intensity of Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>:Ce<sup>3+</sup> phosphor via Pr co-doping and Tb substitution for the application to white LEDs[J]. *J. Lumi.*, 2007, **26**(2): 371~377
- 5 Joung Kyu Park, Chang Hae Kim, Seung Hyok Park *et al.*. Application of strontium silicate yellow phosphor for white light-emitting diodes[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2004, **84**(10): 1647~1649
- 6 S. M. Vatnik. Gain and laser operation of 1.1% Nd:YAG crystal fibers[J]. *Opt. Commun.*, 2001, **197**(4~6): 375~378
- 7 Linhua Ye, Jinfeng Zhang, Ying Shi. Growth and characteristics of Cr<sup>3+</sup>:YAG crystal fiber for fluorescence decay temperature sensor[J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 2006, **77**(5): 5091~5094
- 8 Ye Linhua. Growth and optical properties of single crystal sapphire fibers for a high temperature sensor and power transmission[J]. *J. Infrared Millim. Waves*, 1997, **16**(3): 221~225
- 9 Rick K. Nubling, James A. Harrington. Optical properties of single-crystal sapphire fibers[J]. *Appl. Opt.*, 1997, **36**(24): 5934~5940
- 10 Shunsuke Fujita, Satoru Yoshihara, Akihiko Sakamoto *et al.*. YAG glass-ceramic phosphor for white LED (I): background and development[C]. *SPIE*, **5941**: 594111-1~7
- 11 Setsuhisa Tanabe, Shunsuke Fujitab, Satoru Yoshiharab. YAG glass-ceramic phosphor for white LED (II): Luminescence characteristics[C]. *SPIE*, **5941**: 594112-1~6

叶林华. 传感与传能用蓝宝石光纤的生长与光学特性[J]. 红外与毫米波学报, 1997, **16**(3): 221~225