



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103205813 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 17

(21) 申请号 201310081614. 2

(22) 申请日 2013. 03. 14

(71) 申请人 长春理工大学

地址 130022 吉林省长春市朝阳区卫星路
7989 号

(72) 发明人 曾繁明 李春 林海 刘景和

谷亮 郑东阳 苗东伟 李秦霖

杨晓东 梁璇 方旭光

(74) 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务

所 22210

代理人 陶尊新

(51) Int. Cl.

C30B 29/28 (2006. 01)

C30B 15/00 (2006. 01)

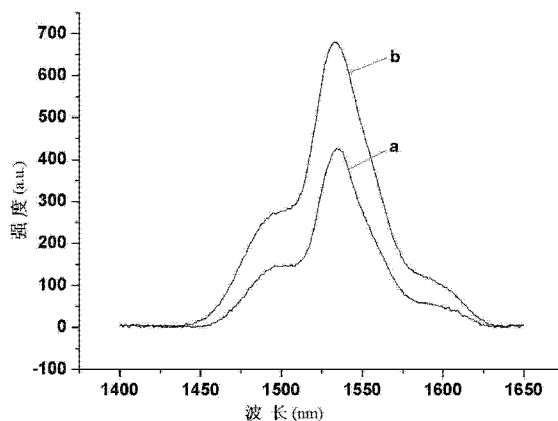
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

掺铒镱铽石榴石晶体及其生长方法

(57) 摘要

掺铒镱铽石榴石晶体及其生长方法属于光电子材料技术领域。现有掺铒铟铝石榴石晶体 Er^{3+} 、 Y^{3+} 离子半径匹配不好, 会使晶体容易开裂, 铒掺入量受限, 激光晶体荧光强度峰值不高; 其生长周期较长, 在晶体中存在更多的色心缺陷, 生长温度较高, 铱金坩埚本身有挥发, 降低晶体质量。本发明之掺铒镱铽石榴石晶体的晶体基质属于立方晶系, 铒为激活元素, 晶体基质为镱铽石榴石, 晶体分子式为 $\text{Er}:\text{Yb}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$; 其生长方法包括生长料制备、晶体生长和退火三个步骤, 制备生长料的原料有 Er_2O_3 ; 采用提拉法生长晶体; 其特征在于, 制备生长料的原料还有 Yb_2O_3 、 Ga_2O_3 ; 晶体生长的工艺参数确定为: 提拉速度 $0.5 \sim 0.8\text{mm/h}$, 旋转速度 $12 \sim 20\text{rpm}$, 生长温度 $1740 \sim 1760^\circ\text{C}$, 所生长的晶体为掺铒镱铽石榴石晶体。



1. 一种掺铒镱镓石榴石晶体,晶体基质属于立方晶系,铒为激活元素,其特征在于,晶体基质为镱镓石榴石,晶体分子式为 $\text{Er}:\text{Yb}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 。
2. 根据权利要求 1 所述的掺铒镱镓石榴石晶体,其特征在于,铒的摩尔掺入浓度为 20 ~ 60%。
3. 一种掺铒镱镓石榴石晶体生长方法,包括生长料制备、晶体生长和退火三个步骤,制备生长料的原料有 Er_2O_3 ;采用提拉法生长晶体;其特征在于,制备生长料的原料还有 Yb_2O_3 、 Ga_2O_3 ;晶体生长的工艺参数确定为:提拉速度 0.5 ~ 0.8mm/h,旋转速度 12 ~ 20rpm,生长温度 1740 ~ 1760℃,所生长的晶体为掺铒镱镓石榴石晶体。
4. 根据权利要求 3 所述的掺铒镱镓石榴石晶体生长方法,其特征在于,按照 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Yb}_2\text{O}_3=5:3(1-x)$ 的摩尔比例配料, Er_2O_3 的量为 3x 摩尔,其中 x 的取值范围为 $0.001 \leq x \leq 0.6$ 。

掺铒镱铕石榴石晶体及其生长方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种掺铒镱铕石榴石晶体及其生长方法,掺铒镱铕石榴石晶体是一种激光晶体,简式为 Er:YbGG,属于光电子材料技术领域。

背景技术

[0002] 掺铒激光具有大气传输特性好、烟雾穿透能力强、保密性好等特点,被应用于激光测距、激光雷达、光电干扰、遥感、环境监测、光通讯等领域。另外,掺铒激光在水中有较强吸收,从而不仅对人眼安全,而且能够精确介入生物组织,因此,在医疗领域如眼科手术也有应用价值。

[0003] 掺铒激光所用激光材料为掺铒激光晶体,如掺铒钇铝石榴石晶体 Er:YAG,钇铝石榴石晶体 YAG 属于立方晶系,具有优良的物理、化学和机械性能,如吸收峰宽、荧光寿命长、热效应小等,适合采用 LD 泵浦,从而适于制作薄片或微片激光器,实现的固体激光器的小型化和集成化。尽管 Er:YAG 激光晶体性能优异,但是,由于 Er^{3+} 离子半径为 0.246nm、 Y^{3+} 离子半径为 0.227nm,二者相差较大,匹配不好,会使晶体容易开裂,这就需要限制铒的掺入量,随之而来的问题是所获得的掺铒激光晶体的荧光强度峰值不高,如图所示,图中曲线 a 为 Er:YAG 激光晶体的荧光强度曲线。另外,Er:YAG 激光晶体中的钇只是晶体材料基质的组成部分,作为结构离子存在,不是敏化离子,更不是激活离子,对激光晶体的荧光强度没有贡献。

[0004] 现有 Er:YAG 晶体的生长方法如下:

[0005] 1、生长料制备

[0006] 按照 $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Y}_2\text{O}_3=5:3(1-x)$ 的摩尔比例配料, Er_2O_3 为 3x 摩尔,其中 x 的取值范围为 $0.001 \leq x \leq 0.5$;将所述三种组分的原料充分混合,在 1200℃ 温度下焙烧,之后压块得块状生长料。

[0007] 2、晶体生长

[0008] 将所制备的块状生长料装入钽金坩埚;之后采用提拉法生长 Er:YAG 晶体,将装有块状生长料的钽金坩埚放入单晶炉,抽真空,充入氩气,晶体生长的主要工艺参数确定为:提拉速度 0.5mm/h,旋转速度 14rpm,生长温度 1970℃,最后生长出晶格完整的 Er:YAG 晶体。

[0009] 3、退火

[0010] Er:YAG 晶体生长完毕后,采用原位退火的方式缓慢将炉温降至室温,取出 Er:YAG 晶体。

[0011] 为了防止晶体开裂,在晶体生长过程中提拉速度较低,生长周期较长,在晶体中存在更多的色心缺陷。由于原料 Al_2O_3 、 Y_2O_3 的熔点较高,使得晶体的生长温度较高,因而钽金坩埚本身有挥发,作为有害杂质进入晶体,降低晶体质量,如造成晶体应力过大,致使晶体容易开裂。

发明内容

[0012] 在掺铒激光晶体方面,本发明的目的在于减轻晶体开裂现象,提高激光晶体的荧光强度;在掺铒激光晶体生长方法方面,本发明的目的在于缩短晶体生长周期、降低晶体生长温度。为此,我们发明了一种掺铒镱镓石榴石晶体及其生长方法。

[0013] 本发明之掺铒镱镓石榴石晶体的晶体基质属于立方晶系,铒为激活元素,其特征在于,晶体基质为镱镓石榴石(YbGG),晶体分子式为 $\text{Er}:\text{Yb}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 。

[0014] 本发明之掺铒镱镓石榴石晶体生长方法包括生长料制备、晶体生长和退火三个步骤,制备生长料的原料有 Er_2O_3 ;采用提拉法生长晶体;其特征在于,制备生长料的原料还有 Yb_2O_3 、 Ga_2O_3 ;晶体生长的工艺参数确定为:提拉速度 $0.5 \sim 0.8\text{mm/h}$,旋转速度 $12 \sim 20\text{rpm}$,生长温度 $1740 \sim 1760^\circ\text{C}$,所生长的晶体为掺铒镱镓石榴石晶体($\text{Er}:\text{YbGG}$)。

[0015] 本发明之掺铒镱镓石榴石晶体依旧属于立方晶系,具有优良的物理、化学和机械性能;依然以铒为激活元素,因此,该晶体仍属于掺铒激光晶体。同时,由于 Yb^{3+} 的离子半径为 0.24nm ,与 Er^{3+} 离子半径 0.246nm 十分接近,因此,能够在匹配良好的前提下由 Er^{3+} 取代 Yb^{3+} 的晶格位置,因而,晶体容易开裂的问题因此得到解决,铒的掺入量也能够得到提高,如摩尔掺杂浓度能够达到 60% ,掺铒激光晶体的荧光强度峰值随之得到提高,如图所示,图中曲线 b 为 $\text{Er}:\text{YbGG}$ 激光晶体的荧光强度曲线。另外,镱是一种敏化离子,同时还是结构离子,因此,镱的引入没有特别限制,如量的限制;并且,相比于钇,镱更有利于荧光效率的提高,从而荧光强度得到进一步的提高。

[0016] 在本发明之掺铒镱镓石榴石晶体生长方法中,由于 Er^{3+} 与 Yb^{3+} 匹配,晶体开裂问题在一定程度上得到解决,因此,在晶体生长过程中提拉速度可以提高,生长周期得到缩短,晶体色心缺陷得到克服。由于原料 Yb_2O_3 、 Ga_2O_3 的熔点比 Y_2O_3 、 Al_2O_3 的熔点低,因此,晶体生长温度可以降低,铱金坩埚挥发减轻,从而能够避免较多的有害杂质进入晶体,晶体质量因此得到提高,如晶体应力减小,晶体开裂现象减轻。

具体实施方式

[0017] 有关本发明之掺铒镱镓石榴石晶体的具体内容为,晶体基质属于立方晶系,铒为激活元素,晶体基质为镱镓石榴石(YbGG),晶体分子式为 $\text{Er}:\text{Yb}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$;铒的摩尔掺入浓度为 $20 \sim 60\%$ 。

[0018] 有关本发明之掺铒镱镓石榴石晶体生长方法的具体内容如下:

[0019] 1、生长料制备

[0020] 按照 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Yb}_2\text{O}_3=5:3(1-x)$ 的摩尔比例配料, Er_2O_3 的量为 $3x$ 摩尔,其中 x 的取值范围为 $0.001 \leq x \leq 0.6$;将所述三种组分的原料充分混合,在 1200°C 下焙烧,用液压机压块得块状生长料。

[0021] 2、晶体生长

[0022] 将所制备的块状生长料装入铱金坩埚;之后采用提拉法生长 $\text{Er}:\text{YbGG}$ 晶体,将装有块状生长料的铱金坩埚放入单晶炉,抽真空,充入氩气,晶体生长的主要工艺参数确定为:提拉速度 $0.5 \sim 0.8\text{mm/h}$,旋转速度 $12 \sim 20\text{rpm}$,生长温度 $1740 \sim 1760^\circ\text{C}$,最后生长出晶格完整的 $\text{Er}:\text{YbGG}$ 晶体。

[0023] 3、退火

[0024] $\text{Er}:\text{YbGG}$ 晶体生长完毕后,采用原位退火的方式缓慢将炉温降至室温,取出

Er:YbGG 晶体。

[0025] 下面是一个具体例子,按照 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Yb}_2\text{O}_3=5:3(1-x)$ 的摩尔比例以及 Er_2O_3 为 $3x$ 摩尔的量配料。取 $x=0.5$,原料中各组分的量如下: Er_2O_3 1.5 摩尔、 Ga_2O_3 5 摩尔、 Yb_2O_3 1.5 摩尔。将所述三种组分充分混合,在 1200°C 下焙烧,用液压机压块得块状生长料。将所制备的块状生长料装入铱金坩埚并放入中频感应加热单晶炉中,采用提拉法等径生长 Er:YbGG 晶体,抽真空至 10^{-3}Pa ,充入氩气。晶体生长的主要工艺参数确定为:提拉速度 0.55mm/h ,旋转速度 13rpm ,生长温度 1750°C 。晶体生长完毕,采用原位退火的方式缓慢将炉温降至室温,取出 Er:YbGG 晶体。该晶体为掺铒镱铈石榴石晶体,属于立方晶系,晶体质量较好,尺寸为 $\Phi 44\text{mm}\times 90\text{mm}$ 。经测试,铒的摩尔掺杂浓度为 50%。经光谱测试,本发明之掺铒镱铈石榴石晶体与现有掺铒钇铝石榴石晶体相比,荧光强度峰值波长相近,荧光强度峰值有明显提高,如图所示,图中曲线 a 为 Er:YAG 激光晶体的荧光强度曲线,曲线 b 为 Er:YbGG 激光晶体的荧光强度曲线。

