



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102560666 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 11

(21) 申请号 201210016934. 5

(22) 申请日 2012. 01. 19

(71) 申请人 山东大学

地址 250100 山东省济南市历城区山大南路
27 号

(72) 发明人 张怀金 武奎 于浩海 王继扬

(74) 专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限公司 37219

代理人 苗奎

(51) Int. Cl.

C30B 29/28 (2006. 01)

C30B 13/00 (2006. 01)

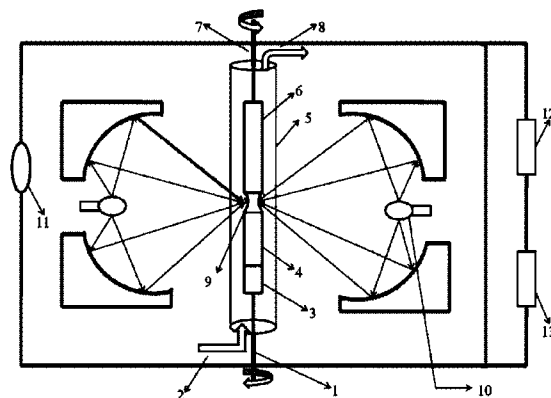
权利要求书 2 页 说明书 15 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种石榴石结构复合激光晶体的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种具有石榴石结构复合激光晶体的制备方法, 复合激光晶体结构通式为 (1) 两段石榴石复合晶体: $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$; (2) 三段石榴石复合晶体: $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$; 其中 $\text{Ln} = \text{Nd}$ 或 Yb 或 Tm 或 Ho ; $\text{Re} = \text{Lu}, \text{Y}$ 或 Gd ; $\text{B} = \text{Sc}, \text{Al}$ 或 Ga ; $\text{C} = \text{Al}$ 或 Ga 。本发明石榴石复合晶体采用光浮区法生长, 根据通式化学计量比配料, 分段制成多晶料棒, 并装入光学浮区炉中生长。本发明的方法生长速度快, 周期短, 并且复合分段明显, 工艺简单, 通过一次晶体生长过程获得复合石榴石激光晶体, 所得晶体具有高透明性, 开裂少; 可作为激光材料、增益介质用于制作激光器件。



1. 一种石榴石复合激光晶体的生长方法,是在掺杂激活离子的石榴石单晶一端或两端生长不掺杂的石榴石单晶,所述石榴石结构通式 I 为 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, $\text{Re} = \text{Lu}, \text{Y}$ 或 Gd ; $\text{B} = \text{Sc}, \text{Al}$ 或 Ga ; $\text{C} = \text{Al}$ 或 Ga ; 掺杂激活离子的石榴石结构通式 II 为 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, $\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Yb}, \text{Tm}$ 或 Ho , $0 < x < 1$; 形成 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 或 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 复合激光晶体;采用光学浮区法进行晶体生长,包括步骤如下:

(1) 制备多晶料

以 Ln_2O_3 , Re_2O_3 , B_2O_3 和 C_2O_3 为原料,按照通式 I、II 中组分的摩尔比分别称量原料,放入 Pt 坩埚在 $1000 \sim 1100^\circ\text{C}$ 烧结,保温 8h 得石榴石多晶料、掺杂激活离子的石榴石多晶料,分别碾磨成微细颗粒,平均粒径 $2 \sim 10 \mu\text{m}$;

(2) 制备多晶料棒

将步骤 (1) 制备的石榴石多晶料、掺杂激活离子的石榴石多晶料按 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 、 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 或 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 、 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 、 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 的次序分别装入气球中;装好后抽真空,在 $50 \sim 80\text{MPa}$ 静水压制 1-1.5 分钟,制出长度为 60mm、直径为 10mm 的 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒或 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒,然后将多晶料棒在旋转烧结炉中 $1100 \sim 1700^\circ\text{C}$ 烧结 4 ~ 5 小时;

(3) 所用生长装置为光学浮区生长炉,采用四个氙灯加热;

采用 $\langle 111 \rangle$ 方向的 YAG 单晶为籽晶,在光学浮区生长炉中上转动杆的位置上固定步骤 (2) 制得的多晶料棒,在光学浮区生长炉中下转动杆的位置上固定 YAG 籽晶,用石英管将籽晶和多晶料棒密封起来,然后通氧保护,用 4-4.5 小时升温至 1900°C 使多晶料棒下端和籽晶上端融化,然后将籽晶棒的上端和其上方的多晶料棒下端的熔区相接触,控制生长温度区间为 $1900 \sim 2000^\circ\text{C}$,设定晶体生长的提拉速度为 $5 \sim 8\text{mm/h}$ 和转速为 $20 \sim 30\text{r/min}$,开始晶体生长。

(4) 生长时间为 $20 \sim 28$ 小时,将料棒和籽晶之间的熔区分开,晶体生长结束;经 $3 \sim 5$ 小时降至室温,晶体出炉;出炉的晶体在 1200°C 的温度下退火 30-32h,退火气氛为大气;即得。

2. 如权利要求 1 所述石榴石复合激光晶体的生长方法,其特征在于步骤 (2) 所述 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒, $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 50mm, $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 50mm, $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段与 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度之和为 60mm, $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段和 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段各长度相等,装炉时料棒的下端为掺杂的 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, 上端为纯的 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 。

3. 如权利要求 1 所述石榴石复合激光晶体的生长方法,其特征在于步骤 (2) 所得 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒中,两端的 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度相等,每个 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 40mm, $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 20mm, $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段、 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段、 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段三段长度之和为 60mm; $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段与 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度之比为 2 : 1。

4. 如权利要求 1 所述石榴石复合激光晶体的生长方法,其特征在于步骤 (2) 中料棒在旋转烧结炉中 1500°C 烧 5 个小时,得多晶料棒。

5. 如权利要求 1 所述石榴石复合激光晶体的生长方法,其特征在于步骤 (3) 中,晶体生长在氧气保护气氛下进行,氧气纯度为 99.9%,氧气通气量为 100mL/min 。

6. 如权利要求 1 所述石榴石复合激光晶体的生长方法,其特征在于通式 II 中,当 $\text{Ln} = \text{Nd}$ 时, $0 < x \leq 0.01$; 当 $\text{Ln} = \text{Yb}$ 时, $0 < x < 1$; 当 $\text{Ln} = \text{Tm}$ 时, $0 < x < 0.2$; 当 $\text{Ln} = \text{Ho}$ 时, $0 < x < 0.3$ 。

7. 如权利要求 1 所述石榴石复合激光晶体的生长方法,其特征在于所述复合激光晶体是 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体或 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体, $x = 1\%$ 。

一种石榴石结构复合激光晶体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种石榴石结构复合激光晶体及其制备方法,具体涉及到应用于高功率激光器件领域。

背景技术

[0002] 激光由于其高的相干性、高能量密度、方向性等特点,已经广泛的应用于科研、医疗、通讯、军事等领域,可以说激光已经并且正在改变着社会以及人们的生活方式。作为固体激光器中的关键部分,激光增益介质决定了激光的特性及其应用范围。到目前为止,稀土离子或过渡金属离子掺杂的激光晶体已经进行了比较深入的研究和获得了广泛的应用,成为激光增益介质家族中不可替代的一部分,因此激光晶体也成为了激光器发展的标志。在激光晶体中,石榴石结构的激光晶体是研究和应用最为广泛的一类,也一直是人们探索的重点和热点。而在激光产生的过程中,由于量子效率、散射等因素,使得晶体内部产生了不可避免的热量,从而产生的热效应是限制激光光束质量、激光效率和最大输出能量(也就是高功率激光的“三高”问题)的主要因素之一。如何尽量减小热效应对激光晶体的影响,是目前激光器研究特别是高功率激光器研究的重要课题。为了获得“三高”的激光输出,人们采用了多种途径取得了良好的效果,从激光晶体和制冷方式两方面进行研究,综合来说也就是:(1)探索热学性质更好的激光基质材料;(2)加强激光器的制冷效率;(3)激光工作物质的制冷方式上的设计,设计了板条激光器,盘片激光器和把激光工作物质做成光纤,成为晶体光纤激光器,获得高功率和高光学质量的激光输出。而无论是利用哪一种方式,其热量都是通过激光晶体的侧面导出,因此侧面的有效制冷面积决定了晶体内部累计的废热以及其产生的热效应的大小。通过增加有效制冷面积及其热量传播方式,是目前最为有效地制冷方式之一。复合晶体是解决上述问题获得高功率激光输出的重要途径。所谓复合晶体就是把掺质晶体和不掺质晶体采用生长、键和等方法复合到一起。这样使得在掺杂晶体中产生的热量,会通过扩散传递到未掺杂的部分,使得晶体的热量传输方式从简单的由晶体内部的横向传输变为横向和纵向同时制冷,也就是变相的增加了有效制冷面积,增加了晶体能承受的最大泵浦能量从而实现更高的激光输出,解决高功率激光的“三高”问题。参见Huai-Chuan Lee,Patrick L. Brownlie,Helmuth E. Meissner,Edward C. Rea, Jr., Proc. SPIE 1624,2(1991)。

[0003] 制备复合晶体现有技术主要包括:水热法,提拉法、液相外延法、热键合法。中国专利文件CN1477239A(CN03141528.8)提供一种复合激光晶体的生长方法,采用水热法直接在掺杂YAG激光单晶(Nd:YAG或Yb:YAG)的两端生长YAG晶体,形成复合激光晶体材料。CN1445388A(CN03116631.8)公开了一种掺钕铝酸钇和铝酸钇复合激光晶体的制备方法,它是将晶面方向为(010)或(100)或(001)的Nd:YAP单晶衬底作大面积籽晶,在YAP单晶的结晶温度下,在电阻加热液相外延炉中与含有YAP多晶料的助熔剂饱和溶液接触的两个界面上生长等厚的YAP单晶,形成YAP/Nd:YAP/YAP复合激光晶体,该晶体的两种晶体间无明显分界、晶体完整性好、重复性好。CN1460735A(CN03128937.1)一种祖母绿和绿柱

石复合激光晶体的生长方法,该方法的实质是高温高压下的绿柱石 ($\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$) 水溶液达到一定的过饱和度,在祖母绿 ($\text{Cr}:\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$) 衬底晶片籽晶上与水溶液接触的两个界面上生长等厚的 $\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$ 体单晶。本发明方法生长的祖母绿和绿柱石复合激光晶体,其 $\text{Cr}:\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$ 与 $\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$ 直接生长在一起,不存在晶格失配,没有明显界面,光损耗很小。CN1425806A(CN03114819.0)公开了一种掺钕钒酸铋和钒酸铋复合激光晶体的生长方法,采用水热法生长炉在掺钕钒酸铋单晶两端生长不掺杂的钒酸铋单晶而成 (YV04/Nd:YV04/YV04)。

[0004] 以上现有技术的生长方法都有自身的缺点:水热法生长过程复杂不易获得长的晶体;提拉法生长的复合晶体质量差,界面存在大量气泡和包裹物等缺陷;液相外延法生长过程不可控制,复合层难达到较高的厚度;热键合法对工艺要求比较高,制作过程对环境要求高,条件比较苛刻,键合的晶体界面对激光有损耗。上述各种方法均不是用一次晶体生长得到复合的激光晶体。所以想要生长大尺寸,工艺简单的高质量复合晶体(通过一次晶体生长过程),消除不同激活离子界面间的光损耗,需要寻找其他合适的方法来制备高质量晶体。

发明内容

[0005] 本发明针对现在对高功率激光器件的迫切需求,提供一种生长石榴石复合激光晶体的制备方法。

[0006] 术语说明:

[0007] 石榴石结构晶体的通式为 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ ($\text{A} = \text{Y}, \text{Gd}$ 或 $\text{Lu}, \text{B} = \text{Sc}, \text{Al}$ 或 $\text{Ga}, \text{C} = \text{Al}$ 或 Ga)。

[0008] 复合激光晶体,是具有石榴石结构的晶体,采用掺杂激活离子和不掺杂激活离子的晶体,复合成一块晶体,此复合晶体具有很好的光学质量和热性质,可以作为优良的激光增益介质。

[0009] 本发明所述的掺杂浓度 x 是指激活离子 Ln 的掺杂浓度,单位为 at. %。

[0010] 本发明的技术方案如下:

[0011] 一种石榴石复合激光晶体的生长方法,是在掺杂激活离子的石榴石单晶一端或两端生长不掺杂的石榴石单晶,所述石榴石晶体通式 I 为 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, $\text{Re} = \text{Y}, \text{Gd}$ 或 $\text{Lu}, \text{B} = \text{Sc}, \text{Al}$ 或 $\text{Ga}, \text{C} = \text{Al}$ 或 Ga ; 掺杂激活离子的石榴石晶体通式 II 为 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, $\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Yb}, \text{Tm}$ 或 $\text{Ho}, 0 < x < 1$; 形成 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 或 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 复合激光晶体;采用光学浮区法进行晶体生长,包括步骤如下:

[0012] (1) 制备多晶料

[0013] 以 $\text{Ln}_2\text{O}_3, \text{Re}_2\text{O}_3, \text{B}_2\text{O}_3$ 和 C_2O_3 为原料,按照通式 I、II 中组分的摩尔比分别称量原料,放入 Pt 坩埚在 $1000 \sim 1100^\circ\text{C}$ 烧结,保温 8h 得石榴石多晶料、掺杂激活离子的石榴石多晶料,分别碾磨成微细颗粒,平均粒径 $2 \sim 10 \mu\text{m}$;

[0014] (2) 制备多晶料棒

[0015] 将步骤 (1) 制备的石榴石多晶料、掺杂激活离子的石榴石多晶料按 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 、 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 或 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 、 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 、 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 的次序分别装入气球中;装好后抽真空,在 $50 \sim 80\text{MPa}$ 静水压制 1-1.5 分钟,制出长度为 60mm、直径为 10mm 的 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/$

$(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒或 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒,然后将多晶料棒在旋转烧结炉中 $1100 \sim 1700^\circ\text{C}$ 烧结 $4 \sim 5$ 小时;

[0016] (3) 所用生长装置为光学浮区生长炉,采用四个氙灯加热;

[0017] 采用 $\langle 111 \rangle$ 方向的 YAG 单晶为籽晶,在光学浮区生长炉中上转动杆的位置上固定步骤 (2) 制得的多晶料棒,在光学浮区生长炉中下转动杆的位置上固定 YAG 籽晶,用石英管将籽晶和多晶料棒密封起来,然后通氧保护,用 $4 \sim 4.5$ 小时升温至 1900°C 使多晶料棒下端和籽晶上端融化,然后将籽晶棒的上端和其上方的多晶料棒下端的熔区相接触,控制生长温度区间为 $1900 \sim 2000^\circ\text{C}$,设定晶体生长的提拉速度为 $5 \sim 8\text{mm/h}$ 和转速为 $20 \sim 30\text{r/min}$,开始晶体生长。

[0018] (4) 生长时间为 $20 \sim 28$ 小时,将料棒和籽晶之间的熔区分开,晶体生长结束;经 $3 \sim 5$ 小时降至室温,晶体出炉;出炉的晶体在 1200°C 的温度下退火 $30 \sim 32\text{h}$,退火气氛为大气;即得。

[0019] 根据本发明,优选的,步骤 (2) 中,所得 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒, $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 50mm , $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 50mm , $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段与 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度之和为 60mm , $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段和 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段各长度相等,装炉时料棒的下端为掺杂的 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$,上端为纯的 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$;

[0020] 根据本发明,优选的,步骤 (2) 中,所得 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 多晶料棒中,两端的 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度相等,每个 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 40mm , $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度小于 20mm , $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段、 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段、 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段三段长度之和为 60mm ; $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段与 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 料段长度之比为 $2:1$;

[0021] 根据本发明,优选的,步骤 (2) 用玛瑙研钵分别将纯的多晶料和掺杂激活离子的多晶料磨碎。优选的,步骤 (2) 中料棒在旋转烧结炉中 1500°C 烧 5 个小时,得多晶料棒。

[0022] 上述步骤 (3) 中,优选的晶体生长在氧气保护气氛下进行,氧气纯度为 99.9% ,氧气通气量为 100mL/min 。

[0023] 以上步骤 (3) 中,光学浮区生长炉采用四个氙灯加热,最高温度可达 3000°C 。

[0024] 以上所说的升温、降温及晶体提拉速度和转速的设定均参阅光学浮区生长炉的说明书进行。本发明未加详细说明的部分均按光学浮区生长炉的说明书进行。

[0025] 根据本发明,优选的,通式 II 中,当 $\text{Ln} = \text{Nd}$ 时, $0 < x \leq 0.01$; 当 $\text{Ln} = \text{Yb}$ 时, $0 < x < 1$; 当 $\text{Ln} = \text{Tm}$ 时, $0 < x < 0.2$; 当 $\text{Ln} = \text{Ho}$ 时, $0 < x < 0.3$ 。

[0026] 根据本发明,进一步优选的,所述复合激光晶体是 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体或 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体, $x = 1\%$ 。

[0027] 本发明方法可实现在一天的生长周期内生长得到长度为 50mm 长的复合晶体。优选的,所述复合激光晶体是 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体,长度为 50mm , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 和 $(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 晶体段长度分别为 25mm 。

[0028] 本发明方法制备出的晶体本领域现有技术进行加工、抛光即可。各种具体优选的石榴石复合激光晶体均采用 $\langle 111 \rangle$ 方向的 YAG 单晶为籽晶。

[0029] 本发明的技术方案如下:

[0030] (1) 在掺杂激活离子的石榴石单晶一端生长不掺杂的石榴石单晶,所得复合晶体产品由两段组成,一段为纯的石榴石晶体,另一段为掺杂激活离子的晶体,结构通式为

$\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, 本发明复合晶体为立方晶系, 空间群为 $\text{Ia}3\text{d}$, 石榴石结构。两段复合方式如表 1。

[0031] 表 1. 两段复合晶体。

[0032]

分段	纯的晶体	掺杂激活离子的晶体
长度 (mm)	$\text{L1} (0 < \text{L1} < 50)$	$\text{L2} (0 < \text{L2} < 50)$

[0033] 通式 I 中, $\text{Ln} = \text{Nd}$ 或 Yb 或 Tm 或 Ho , $0 < x < 1$; $\text{Re} = \text{Lu}$, Y 或 Gd ; $\text{B} = \text{Sc}$, Al 或 Ga ; $\text{C} = \text{Al}$ 或 Ga ;

[0034] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Nd}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 此复合晶体中 $0 < x \leq 0.01$;

[0035] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Yb}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 此复合晶体中 $0 < x < 1$;

[0036] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Tm}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 此复合晶体中 $0 < x < 0.2$;

[0037] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Ho}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 此复合晶体中 $0 < x < 0.3$ 。

[0038] 上述两段复合石榴石晶体中, 其中最具代表性的是:

[0039] $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体, 其中 $x = 1\%$ 。

[0040] 2) 在掺杂激活离子的石榴石单晶两端生长不掺杂的石榴石单晶, 由三段组成, 两端为纯的石榴石晶体, 中间一段为掺杂激活离子的晶体, 结构通式为 $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}/\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, 该三段复合晶体为立方晶系, 空间群为 $\text{Ia}3\text{d}$, 石榴石结构。三段复合方式见表 2。

[0041] 表 2. 三段复合晶体。

[0042]

分段	纯的晶体	掺杂激活离子的晶体	纯的晶体
长度 (mm)	$\text{L1} (0 < \text{L1} < 40)$	$\text{L2} (0 < \text{L2} < 20)$	$\text{L3} (0 < \text{L3} < 40)$
掺杂浓度	0	x	0

[0043] 其中 $\text{Ln} = \text{Nd}$ 或 Yb 或 Tm 或 Ho , $0 < x < 1$; $\text{Re} = \text{Lu}$, Y 或 Gd ; $\text{B} = \text{Sc}$, Al 或 Ga ; $\text{C} = \text{Al}$ 或 Ga ;

[0044] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Nd}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 该复合晶体中 $0 < x \leq 0.01$;

[0045] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Yb}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 该复合晶体中 $0 < x < 1$;

[0046] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Tm}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 该复合晶体中 $0 < x < 0.2$;

[0047] 优选的, 当 $\text{Ln} = \text{Ho}$, $\text{Re} = \text{Y}$, Gd 或 Lu , $\text{B} = \text{Ga}$ 或 Al , $\text{C} = \text{Ga}$ 或 Al 时, 该复合晶体

中 $0 < x < 0.3$ 。

[0048] 上述三段复合石榴石晶体中,其中最具代表性的是:

[0049] $Y_3Al_5O_{12}/(Nd_xY_{1-x})_3Al_5O_{12}/Y_3Al_5O_{12}$ 复合晶体,其中 $x = 1\%$ 。

[0050] 本发明的石榴石复合晶体用于制作激光器件。

[0051] 本发明利用光浮区法生长石榴石复合晶体,可一次完成两段、三段复合晶体的生长,可以在较短时间内获得厘米量级、高质量的石榴石晶体材料。所得复合晶体的分段明显,工艺比较简单,同其他的生长方法相比,所生长的石榴石复合晶体具有高透明性,开裂较少,适合作激光材料、增益介质用于制作激光器件。

[0052] 本发明利用光浮区法生长石榴石复合晶体,具有较高的晶体生长速度、生长周期短,可在短时间内获得长的激光晶体;生长过程不使用坩埚,避免了坩埚对晶体的污染,而且采用区域熔化生长方式,这种区域熔化生长方式,可以通过将多晶料棒做成掺杂质和不掺杂质两段或三段组合而成,然后再依次区域熔化生长出相对应的复合石榴石晶体。这种区域熔的晶体生长方式是制备完美品质石榴石复合晶体的理想方法。

附图说明

[0053] 图 1 是本发明晶体生长装置示意图(光学浮区晶体生长炉),其中:1、下转动杆(籽晶杆),2、进气口,3、籽晶棒,4、生长的晶体,5、石英管,6、多晶料棒,7、上转动杆(原料杆),8、出气口,9、熔区,10、氩灯,11、晶体生长参数控制台,12、水冷装置,13、氩灯电流控制柜。

具体实施方式

[0054] 下面结合实施例对本发明做进一步说明。所用生长装置为光学浮区晶体生长炉,型号:FZ-T-12000-X-I-S-SU(Crystal Systems Inc.)日本晶体系统公司产品。所用初始原料均为高纯原料,纯度都为 99.99%,可通过常规途径购买。

[0055] 一、制备两段石榴石复合晶体

[0056] ①选定掺杂浓度的数值,根据分子式 $Re_3B_2C_3O_{12}$, $(Ln_xRe_{1-x})_3B_2C_3O_{12}$ 按化学计量比称量原料,在晶体生长配方中初始原料为 Ln_2O_3 , Re_2O_3 , B_2O_3 和 C_2O_3 ,化学方程式为:

[0057] $3xLn_2O_3 + 3(1-x)Re_2O_3 + 2B_2O_3 + 3C_2O_3 = 2(Ln_xRe_{1-x})_3B_2C_3O_{12}$;

[0058] $3Re_2O_3 + 2B_2O_3 + 3C_2O_3 = 2Re_3B_2C_3O_{12}$ 。

[0059] ②将根据所称量的原料混合均匀成两份(纯的和掺杂的),分别放入 Pt 坩埚在 1000°C 依次烧结,保温 8h 进行烧结合成两份多晶料。

[0060] ③将合成好的多晶料分别磨成细粉,按计划好的分段和长度(表 1)装入长气球中,经过抽真空和静水压制,做成料棒,放入旋转烧结炉中 1500°C 烧结 5h,得到多晶料棒。

[0061] ④将合成好的多晶料棒装入浮区炉中,选 $\langle 111 \rangle$ 方向 YAG 作为籽晶,在氧气气氛保护下,采用氩灯加热浮区法生长,为防止晶体开裂,晶体生长完毕后要缓慢降温,降温时间为 4 个小时。

[0062] 实施例 1: $Y_3Al_5O_{12}/Nd:Y_3Al_5O_{12}$ 两段复合晶体

[0063] 制备 $(Nd_xY_{1-x})_3Al_5O_{12}$, $Y_3Al_5O_{12}$, 掺杂浓度 x 为 1%,化学方程式为:

[0064] $3xNd_2O_3 + 3(1-x)Y_2O_3 + 5Al_2O_3 = 2(Nd_xY_{1-x})_3Al_5O_{12}$

[0065] $3Y_2O_3 + 5Al_2O_3 = 2Y_3Al_5O_{12}$

[0066] 采用的原料为 Nd_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 先用 Y_2O_3 (5N), 和 Al_2O_3 (4N) 原料按化学计量比严格称量并充分混匀得到未掺杂的 $Y_3Al_5O_{12}$ 原料和另外将 Nd_2O_3 (4N), Y_2O_3 (5N) 和 Al_2O_3 (4N) 原料, 掺杂浓度 x 的数值为 1%, 在空气中适当的干燥, 然后按化学计量比严格称量并充分混匀得到掺杂的 $Nd:Y_3Al_5O_{12}$ 原料, 依次放入 Pt 坩埚在 1000°C 烧结 8 小时, 得到的两份多晶料, 用玛瑙研钵分别将纯的多晶料和掺杂激活离子的多晶料磨碎成微细粉平均粒径 $4\mu\text{m}$ 。

[0067] 然后将这两份多晶料依次装入长气球中, 用玻璃棒压实, 抽真空后放入静水压 68MPa 下压制 1 分钟, 制得多晶料棒, 料棒长度为 60mm, 直径为 10mm, 其中 $Y_3Al_5O_{12}$ 料段长度为 30mm, $Nd:Y_3Al_5O_{12}$ 料段长度为 30mm。

[0068] 然后, 将多晶料棒在旋转烧结炉中 1500°C 下烧结 5h, 将得到的多晶棒装入光学浮区生长炉中 (如图 1 所示), 采用四个氙灯加热; 在光学浮区生长炉中上转动杆的位置上固定好多晶棒, $Y_3Al_5O_{12}$ 料段朝上, $Nd:Y_3Al_5O_{12}$ 料段朝下; 下转动杆固定 $\langle 111 \rangle$ 方向 YAG 单晶作为籽晶, 设定好程序升温, 升温至上料棒的下端和下方籽晶棒的上端熔化, 接触开始生长, 生长温度区间为 $1900\text{--}2000^\circ\text{C}$, 提拉速度 (生长速率) 为 $5\text{--}8\text{mm/h}$ 和转速为 20r/min , 生长气氛为氧气保护, 氧气纯度为 99.9%, 氧气通气量为 100mL/min 。

[0069] 生长周期为 1 天, 当晶体生长至长度为 50mm 时, 将料棒和籽晶之间的熔区分开, 停止上、下转动杆的移动, 生长结束后, 为防止晶体开裂, 至少用 5 个小时缓慢降温至室温。得到 $Y_3Al_5O_{12}/Nd:Y_3Al_5O_{12}$ 复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。然后将晶体进行退火处理, 在 1200°C 下保温 30 个小时, 然后以每小时 30°C 的速率降到室温。然后对退火后的晶体进行加工、抛光。

[0070] 由于开始生长时料棒会先熔化掉一部分, 而生长结束时料棒的上端也需留下一部分, 故料棒长度适当大于实际生长所得的复合晶体长度。以下同理。

[0071] 实施例 2 : $Gd_3Ga_5O_{12}/Nd:Gd_3Ga_5O_{12}$ 两段复合晶体

[0072] 制备 $(Nd_xGd_{1-x})_3Ga_5O_{12}$, $Gd_3Ga_5O_{12}$, 化学方程式为 :

[0073] $3xNd_2O_3 + 3(1-x)Gd_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2(Nd_xGd_{1-x})_3Ga_5O_{12}$

[0074] $3Gd_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2Gd_3Ga_5O_{12}$

[0075] 采用的原料为 Nd_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 将 Nd_2O_3 (4N), Gd_2O_3 (5N) 和 Ga_2O_3 (4N) 原料, 在空气中适当的干燥, 然后按化学计量比严格称量, 并充分混匀制的纯料和掺杂的原料, 依次放入 Pt 坩埚在 1000°C 烧结 8 小时, 得到的多晶料磨成微细粉。按实施例 1 的方法制得的多晶料棒, 其中 $Gd_3Ga_5O_{12}$ 料段长度为 30mm, $Nd:Gd_3Ga_5O_{12}$ 料段长度为 30mm, 然后将多晶料棒与和 YAG 籽晶装入浮区生长炉中, 其余生长条件同实施例 1。晶体生长周期为 1 天, 生长结束后, 经 5 个小时降温至室温, 得到 $Gd_3Ga_5O_{12}/Nd:Gd_3Ga_5O_{12}$ 复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0076] 此后 $Gd_3Ga_5O_{12}/Nd:Gd_3Ga_5O_{12}$ 晶体的退火, 加工同实施例 1。

[0077] 实施例 3 : $Lu_3Ga_5O_{12}/Nd:Lu_3Ga_5O_{12}$ 两段复合晶体

[0078] 制备 $(Nd_xLu_{1-x})_3Ga_5O_{12}$, $Lu_3Ga_5O_{12}$, 化学方程式为 :

[0079] $3xNd_2O_3 + 3(1-x)Lu_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2(Nd_xLu_{1-x})_3Ga_5O_{12}$

[0080] $3Lu_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2Lu_3Ga_5O_{12}$

[0081] 采用的原料为 Nd_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其

中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0082] 此后 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0083] 实施例 4 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0084] 制备 $(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0085] $3x\text{Nd}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0086] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0087] 采用的原料为 Nd_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0088] 此后 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0089] 实施例 5 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0090] 制备 $(\text{Nd}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0091] $3x\text{Nd}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Nd}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0092] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0093] 采用的原料为 Nd_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0094] 此后 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0095] 实施例 6 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0096] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0097] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0098] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0099] 原料为 Yb_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0100] 此后 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0101] 实施例 7 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0102] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0103] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0104] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0105] 原料为 Yb_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0106] 此后 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0107] 实施例 8 : $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0108] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0109] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

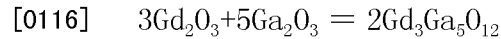
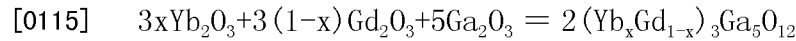
[0110] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0111] 原料为 Yb_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0112] 此后 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0113] 实施例 9 : $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0114] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

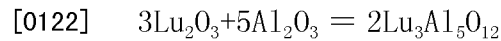
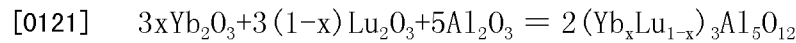


[0117] 原料为 Yb_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0118] 此后 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0119] 实施例 10 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0120] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

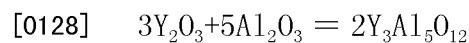
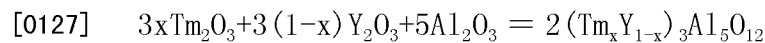


[0123] 原料为 Yb_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0124] 此后 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0125] 实施例 11 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0126] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

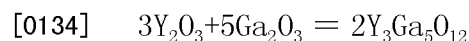
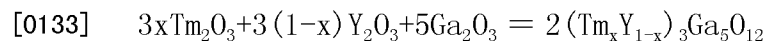


[0129] 原料为 Tm_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0130] 此后 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0131] 实施例 12 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0132] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

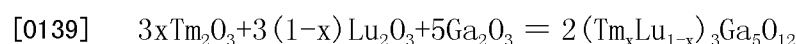


[0135] 原料为 Tm_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0136] 此后 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0137] 实施例 13 : $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0138] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :



[0140] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0141] 原料为 Tm_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0142] 此后 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0143] 实施例 14 : $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0144] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0145] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0146] $3\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0147] 原料为 Tm_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0148] 此后 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0149] 实施例 15 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0150] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0151] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0152] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0153] 原料为 Tm_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0154] 此后 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0155] 实施例 16 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0156] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$,

[0157] 化学方程式为 : $3x\text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0158] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0159] 原料为 Ho_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0160] 此后 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0161] 实施例 17 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0162] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0163] $3x\text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0164] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0165] 原料为 Ho_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0166] 此后 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0167] 实施例 18 : $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0168] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0169] $3x \text{ Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{ Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0170] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0171] 原料为 Ho_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0172] 此后 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0173] 实施例 19 : $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0174] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$,

[0175] 化学方程式为 : $3x \text{ Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{ Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0176] $3\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0177] 原料为 Ho_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0178] 此后 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0179] 实施例 20 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体

[0180] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0181] $3x \text{ Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{ Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0182] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0183] 原料为 Ho_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 后续操作按实施例 1, 其中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm, $\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段长度为 30mm。晶体生长周期为一天, 得到 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体的长度为 50mm, 两段长度比例为 1 : 1。

[0184] 此后 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 两段复合晶体退火、加工等同实施例 1。

[0185] 二、制备三段石榴石复合晶体

[0186] ①选定掺杂浓度的数值, 根据分子式 $(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$, $\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 按化学计量比称量原料, 在晶体生长配方中初始原料为 Ln_2O_3 , Re_2O_3 , B_2O_3 和 C_2O_3 ,

[0187] 化学方程式为 :

[0188] $3x \text{ Ln}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{ Re}_2\text{O}_3 + 2\text{B}_2\text{O}_3 + 3\text{C}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ln}_x\text{Re}_{1-x})_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$;

[0189] $3\text{Re}_2\text{O}_3 + 2\text{B}_2\text{O}_3 + 3\text{C}_2\text{O}_3 = 2\text{Re}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{O}_{12}$ 。

[0190] ②将根据所称量的原料混合均匀成两份 (一份纯的和一份不同掺杂浓度的), 分别放入 Pt 坩埚在 1000℃ 依次烧结, 保温 8h 进行烧结合成两份多晶料。

[0191] 按表 2 制作料棒, 制作料棒和晶体生长过程同制备两段石榴石复合晶体的方法相同。

[0192] 实施例 21 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0193] 制备 $(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$,

[0194] 化学方程式为 : $3x \text{ Nd}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{ Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Nd}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0195] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0196] 原料为 Nd_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 先用 Y_2O_3 (5N), 和 Al_2O_3 (4N) 原料按化学计量比严格称量并充分混匀得到未掺杂的原料和另外将 Nd_2O_3 (4N), Y_2O_3 (5N), 和 Al_2O_3 (4N) 原料, 配比中掺杂浓度 x 的数值为 1%, 在空气中适当的干燥, 然后按化学计量比严格称量并充分混匀得到

掺杂的原料,分别放入 Pt 坩埚在 1000℃ 烧结 8 小时,将得到的这两份多晶料磨成微细粉平均粒径 4 μm,然后将这两份多晶料按 $Y_3Al_5O_{12}$ 、 $(Nd_xY_{1-x})_3Al_5O_{12}$ 、 $Y_3Al_5O_{12}$ 依次装入长气球中,用玻璃棒压实,抽真空后放入静水压 68Mpa 下压制 1 分钟,制得长度为 60mm、直径为 10mm 的多晶料棒,其中, $Y_3Al_5O_{12}$ 、 $(Nd_xY_{1-x})_3Al_5O_{12}$ 、 $Y_3Al_5O_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。

[0197] 将上述多晶料棒在旋转烧结炉中 1500℃ 下烧结 5h,将得到的多晶棒装入浮区炉中,在光学浮区生长炉中上转动杆的位置上固定好多晶棒,下转动杆杆固定 <111> 方向 YAG 单晶作为籽晶,设定好程序升温,升温至上料棒的下端和下方籽晶棒的上端熔化,接触开始生长,生长温度区间为 1900–2000℃,生长速率和转速分别为 5–8mm/h 和 20r/min,生长气氛为氧气保护,氧气纯度为 99.9%,氧气通气量为 100mL/min。晶体生长周期为一天,所得 $Y_3Al_5O_{12}/(Nd_xY_{1-x})_3Al_5O_{12}/Y_3Al_5O_{12}$ 三段复合晶体的尺寸为 50mm,三段长度比例为 2 : 1 : 2。

[0198] 生长结束后,当晶体生长至长度为 50mm 时,将料棒和籽晶之间的熔区分开,停止上、下转动杆的移动,为防止晶体开裂,至少用 5 个小时缓慢降温至室温。然后将晶体进行退火处理,在 1200℃ 下保温 30 个小时,然后以每小时 30℃ 的速率降到室温。然后对退火后的晶体进行加工、抛光。

[0199] 实施例 22 : $Gd_3Ga_5O_{12}/Nd:Gd_3Ga_5O_{12}/Gd_3Ga_5O_{12}$ 三段复合晶体

[0200] 制备 $(Nd_xGd_{1-x})_3Ga_5O_{12}$, $Gd_3Ga_5O_{12}$,

[0201] 化学方程式为 : $3xNd_2O_3 + 3(1-x)Gd_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2(Nd_xGd_{1-x})_3Ga_5O_{12}$

[0202] $3Gd_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2Gd_3Ga_5O_{12}$

[0203] 原料为 Nd_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 将 Nd_2O_3 (4N), Gd_2O_3 (5N) 和 Ga_2O_3 (4N) 原料,在空气中适当的干燥,然后按化学计量比严格称量,并充分混匀制的纯料和掺杂的原料,依次放入 Pt 坩埚在 1000 ~ 1100℃ 烧结 8 小时,得到的多晶料磨成微细粉。按实施例 21 的方法制得的多晶料棒和 YAG 籽晶装入浮区生长炉中,其余生长条件同实施例 21。生长结束后,经五个小时降温至室温,所得 $Gd_3Ga_5O_{12}/Nd:Gd_3Ga_5O_{12}/Gd_3Ga_5O_{12}$ 三段复合晶体的尺寸为 50mm,三段长度比例为 2 : 1 : 2。此后 $Nd:Gd_3Ga_5O_{12}$ 三段复合晶体的退火,加工同实施例 21。

[0204] 实施例 23 : $Lu_3Ga_5O_{12}/Nd:Lu_3Ga_5O_{12}/Lu_3Ga_5O_{12}$ 三段复合晶体

[0205] 制备 $(Nd_xLu_{1-x})_3Ga_5O_{12}$, $Lu_3Ga_5O_{12}$, 化学方程式为 :

[0206] $3xNd_2O_3 + 3(1-x)Lu_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2(Nd_xLu_{1-x})_3Ga_5O_{12}$

[0207] $3Lu_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2Lu_3Ga_5O_{12}$

[0208] 原料为 Nd_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $Lu_3Ga_5O_{12}$ 、 $Nd:Lu_3Ga_5O_{12}$ 、 $Lu_3Ga_5O_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $Lu_3Ga_5O_{12}/Nd:Lu_3Ga_5O_{12}/Lu_3Ga_5O_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天,所得 $Lu_3Ga_5O_{12}/Nd:Lu_3Ga_5O_{12}/Lu_3Ga_5O_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm,三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0209] 实施例 24 : $Y_3Ga_5O_{12}/Nd:Y_3Ga_5O_{12}/Y_3Ga_5O_{12}$ 三段复合晶体

[0210] 制备 $(Nd_xY_{1-x})_3Ga_5O_{12}$, $Y_3Ga_5O_{12}$, 化学方程式为 :

[0211] $3xNd_2O_3 + 3(1-x)Y_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2(Nd_xY_{1-x})_3Ga_5O_{12}$

[0212] $3Y_2O_3 + 5Ga_2O_3 = 2Y_3Ga_5O_{12}$

[0213] 原料为 Nd_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $Y_3Ga_5O_{12}$ 、 $Nd:Y_3Ga_5O_{12}$ 、

$\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0214] 实施例 25 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0215] 制备 $(\text{Nd}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$,

[0216] 化学方程式为 : $3x\text{Nd}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0217] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0218] 原料为 Nd_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Nd}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0219] 实施例 26 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0220] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0221] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0222] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0223] 原料为 Yb_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 多晶料棒中 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0224] 实施例 27 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0225] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0226] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0227] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0228] 原料为 Yb_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 多晶料棒中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0229] 实施例 28 : $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0230] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0231] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0232] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0233] 本实施例采用的原料为 Yb_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 10%, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为

2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0234] 实施例 29 : $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0235] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0236] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0237] $3\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0238] 原料为 Yb_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 10 %, 多晶料棒中 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0239] 实施例 30 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0240] 制备 $(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0241] $3x\text{Yb}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Yb}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0242] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0243] 本实施例采用的原料为 Yb_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 10 %, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Yb}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0244] 实施例 31 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0245] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0246] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0247] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0248] 原料为 Tm_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 5 %, 多晶料棒中 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0249] 实施例 32 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0250] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0251] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0252] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0253] 原料为 Tm_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 5 %, 多晶料棒中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0254] 实施例 33 : $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0255] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0256] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0257] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0258] 本实施例采用的原料为 Tm_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0259] 实施例 34 : $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0260] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0261] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0262] $3\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0263] 本实施例采用的原料为 Tm_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 多晶料棒中 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0264] 实施例 35 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0265] 制备 $(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0266] $3x\text{Tm}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Tm}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0267] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0268] 原料为 Tm_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 5%, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Tm}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0269] 实施例 36 : $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0270] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, 化学方程式为 :

[0271] $3x\text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0272] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0273] 原料为 Ho_2O_3 , Y_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0274] 实施例 37 : $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0275] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$,

[0276] 化学方程式为 : $3x\text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x)\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Y}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0277] $3\text{Y}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0278] 原料为 Ho_2O_3 , Y_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、

$\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0279] 实施例 38 : $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0280] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$,

[0281] 化学方程式为 : $3x \text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0282] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0283] 原料为 Ho_2O_3 , Lu_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0284] 实施例 39 : $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0285] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0286] 化学方程式为 : $3x \text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Gd}_{1-x})_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0287] $3\text{Gd}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3 = 2\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$

[0288] 原料为 Ho_2O_3 , Gd_2O_3 和 Ga_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

[0289] 实施例 40 : $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体

[0290] 制备 $(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$,

[0291] 化学方程式为 : $3x \text{Ho}_2\text{O}_3 + 3(1-x) \text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2(\text{Ho}_x\text{Lu}_{1-x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0292] $3\text{Lu}_2\text{O}_3 + 5\text{Al}_2\text{O}_3 = 2\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

[0293] 本实施例采用的原料为 Ho_2O_3 , Lu_2O_3 和 Al_2O_3 , 掺杂的浓度为 1%, 多晶料棒中 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 料段的长度分别为 25mm, 10mm 和 25mm。后续 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 三段复合晶体的多晶料棒制备和晶体生长同实施例 21。晶体生长周期为一天, 所得 $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Ho}:\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}/\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 复合晶体的尺寸为 50mm, 三段长度比例为 2 : 1 : 2。退火、加工等同实施例 21。

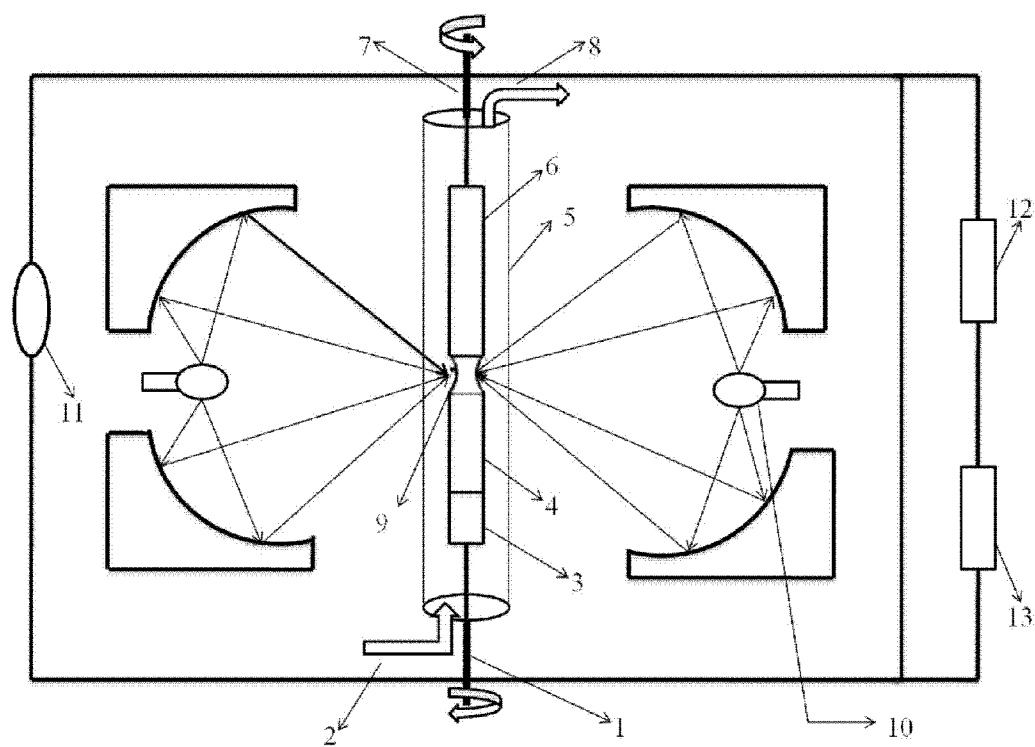


图 1