



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103074685 A

(43) 申请公布日 2013. 05. 01

(21) 申请号 201310040188. 8

(22) 申请日 2013. 02. 01

(71) 申请人 中山大学

地址 510275 广东省广州市海珠区新港西路  
135 号

(72) 发明人 王彪 权纪亮 朱允中 马德才  
杨名鸣

(74) 专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限公司 44102

代理人 林伟斌

(51) Int. Cl.

C30B 29/28 (2006. 01)

C30B 15/00 (2006. 01)

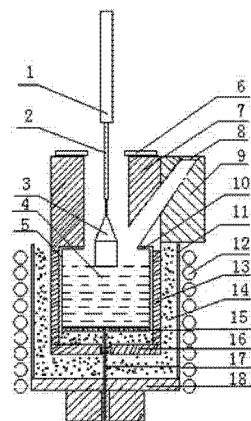
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

### (54) 发明名称

一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法

### (57) 摘要

本发明公开一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法, 该方法基于中频感应激光晶体炉, 该方法涉及掺钕钇铝石榴石工艺领域, 包括七个步骤 4 个阶段的生长方法。本发明所提供的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法可获得直径  $\Phi 25 \sim 45\text{mm}$ 、掺钕浓度  $1.17 \sim 1.41\text{at\%}$ 、浓度梯度小、散射颗粒少、质量较高的 Nd:YAG 激光晶体, 工艺稳定, 晶体成炉率较高, 具有很好的应用前景。



1. 一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,该方法基于中频感应激光晶体炉,其特征在于,包括步骤:

S1. 将纯度大于或等于 99.999% 的氧化钇  $Y_2O_3$ 、氧化铝  $Al_2O_3$ 、氧化钕  $Nd_2O_3$  在  $600\sim 800^{\circ}C$  下灼烧 4~8 小时,再按预设的掺钕浓度进行计算、称量配置成底料;

S2. 将步骤 S1 中配好的底料装入塑料瓶中,固定在混料机上充分混合 24~48 小时;

S3. 将步骤 S2 中混合均匀的粉料放入乳胶模具中,密封后再通过  $200\sim 300MPa$  等静压成型;

S4. 将籽晶放入所需采用的铈坩埚籽晶杆中;

S5. 将成型的原料放入直径  $60\sim 120mm$  的铈坩埚中,调整好线圈、保温系统、籽晶、铈坩埚的同心率后抽真空,当炉体真空度达到  $3.5\sim 4.5Pa$  时冲入氩气;

S6. 启动中频感应激光晶体炉使炉膛内的加热系统升温,待步骤 S5 中所述铈坩埚中的原料全部熔化后,熔体液流线清晰稳定时开始缓慢下籽晶,从下籽晶到籽晶接触液面处经历时间约 1~2 小时,调节熔体温度使籽晶直径缩小  $1\sim 2mm$  时恒温 1~2 小时;

S7. 提拉籽晶,开始晶体生长,其生长方向为  $\langle 111 \rangle$ ,晶体生长包括 4 个阶段:

放肩阶段,放肩时晶升速率为  $0.6\sim 0.7mm/h$ ,晶转速率为  $16\sim 18$  转/分钟,放肩角度控制在  $40^{\circ}\sim 50^{\circ}$ ,在晶体放肩生长后期要逐步减慢晶升速率至  $0.5\sim 0.55mm/h$ ,降低晶转速率至  $14\sim 15$  转/分钟,降温速率要平缓,当放肩处直径与晶体目标直径相差  $2\sim 4mm$  时,开始恒温;

等径生长阶段,晶体恒温生长 15~48 小时后进入等径生长阶段,晶升速率随着晶体等径生长的长度增加而减慢至  $0.4\sim 0.45mm/h$ ,晶转速率缓慢减小至  $12\sim 13$  转/分钟,晶体生长温控速率幅度不可过大,使晶体直径偏差控制在  $1\sim 2mm$  之内;

收尾阶段,晶体生长达到预定长度后开始升温收尾,随着晶体直径的变小慢慢提高晶升速率至  $0.6\sim 0.65mm/h$ ,晶转速率也要逐步减慢至  $9\sim 11$  转/分钟,晶体直径缩至  $4\sim 6mm$  左右时,再进行等径生长 8~10 小时,最后降温使晶体直径变大扩成一个“盖”型,以防止晶体开裂和保护坩埚;

降温阶段,晶体生长结束后以  $10\sim 70^{\circ}C$  速率降低铈坩埚内生长区的温度,直到室温。

2. 根据权利要求 1 所述的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,其特征在于,所述中频感应激光晶体炉的观察孔外端置有 YAG 抛光镜片。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,其特征在于,所述中频感应激光晶体炉顶部的屏蔽上端装有氧化锆圆环。

4. 根据权利要求 1 所述的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,其特征在于,所述步骤 S5 中冲入的氩气纯度大于等于 99.9999%。

## 一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及掺钕钇铝石榴石工艺领域(简称 Nd:YAG), 特别是一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法。

### 背景技术

[0002] Nd:YAG 激光晶体具有光学均匀性好、高增益、机械性能好等优点, 是目前最好、最常用的固体激光材料之一。由于固体大功率脉冲激光焊接技术和设备的应用普及, 加快了固体激光器朝着高功率、高效率、高光速质量的方向发展, 对高质量 YAG 系列激光晶体的需求迅速增长, 目前大功率激光器所用 Nd:YAG 激光晶体材料是通过中频感应提拉法生长的, 其掺钕浓度最高不超过 1.1at%, 导致其通过使用大尺寸 Nd:YAG 激光晶体棒或板条状晶体串接获取高功率输出, 而大尺寸 Nd:YAG 激光晶体的使用会加大冷却的难度, 又由于其自身的量子效益小缺陷, 长时间工作时很容易产生热透镜效应, 会使激光输出效率降低。近些年来研究者们开展了高掺钕 Nd:YAG 激光材料和替代品的研究, 如温梯法生长高浓度、大尺寸 Nd:YAG 激光晶体, 研制掺杂浓度高的 Nd:YAG 透明激光陶瓷等, 但由于缺陷较多或还在摸索阶段, 应用都受到很大限制。

### 发明内容

[0003] 基于此, 针对上述现有技术中存在的问题, 本发明的目的在于提供一种掺钕浓度高、浓度梯度小、散射颗粒少、质量较高的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法。

[0004] 为达到上述目的, 本发明技术方案为:

一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法, 该方法基于中频感应激光晶体炉, 包括步骤:

S1. 将纯度大于或等于 99.999% 的氧化钇  $Y_2O_3$ 、氧化铝  $Al_2O_3$ 、氧化钕  $Nd_2O_3$  在  $600\sim 800^{\circ}C$  下灼烧 4~8 小时, 再按预设的掺钕浓度进行计算、称量配置成底料;

S2. 将步骤 S1 中配好的底料装入塑料瓶中, 固定在混料机上充分混合 24~48 小时;

S3. 将步骤 S2 中混合均匀的粉料放入乳胶模具中, 密封后再通过  $200\sim 300MPa$  等静压成型;

S4. 将籽晶放入所需采用的铱坩埚籽晶杆中;

S5. 将成型的原料放入直径  $60\sim 120mm$  的铱坩埚中, 调整好线圈、保温系统、籽晶、铱坩埚的同心度后抽真空, 当炉体真空度达到  $3.5\sim 4.5Pa$  时冲入氩气;

S6. 启动中频感应激光晶体炉使炉膛内的加热系统升温, 待步骤 S5 中所述铱坩埚中的原料全部熔化后, 熔体液流线清晰稳定时开始缓慢下籽晶, 从下籽晶到籽晶接触液面处经历时间约 1~2 小时, 调节熔体温度使籽晶直径缩小  $1\sim 2mm$  时恒温 1~2 小时;

S7. 提拉籽晶, 开始晶体生长, 其生长方向为  $\langle 111 \rangle$ , 晶体生长包括 4 个阶段:

放肩阶段, 放肩时晶升速率为  $0.6\sim 0.7mm/h$ , 晶转速率为  $16\sim 18$  转/分钟, 放肩角度控制在  $40^{\circ}\sim 50^{\circ}$ , 在晶体放肩生长后期要逐步减慢晶升速率至  $0.5\sim 0.55mm/h$ , 降低晶

转速率至 14 ~ 15 转 / 分钟,升降温速率要平缓,当放肩处直径与晶体目标直径相差 2~4mm 时,开始恒温;

等径生长阶段,晶体恒温生长 15 ~ 48 小时后进入等径生长阶段,晶升速率随着晶体等径生长的长度增加而减慢至 0.4 ~ 0.45mm/h, 晶转速率缓慢减小至 12 ~ 13 转 / 分钟,晶体生长温控速率跨度不可过大,使晶体直径偏差控制在 1~2mm 之内;

收尾阶段,晶体生长达到预定长度后开始升温收尾,随着晶体直径的变小慢慢提高晶升速率至 0.6 ~ 0.65mm/h, 晶转速率也要逐步减慢至 9 ~ 11 转 / 分钟,晶体直径缩至 4 ~ 6mm 左右时,再进行等径生长 8 ~ 10 小时,最后降温使晶体直径变大扩成一个“盖”型,以防止晶体开裂和保护坩埚;

降温阶段,晶体生长结束后以 10 ~ 80℃ /h 的速率降低坩埚内生长区的温度,直到室温。

[0005] 本方案所提供的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法可获得直径  $\Phi 25 \sim 45\text{mm}$ 、掺钕浓度 1.17 ~ 1.41 at%、浓度梯度小、散射颗粒少、质量较高的 Nd:YAG 激光晶体,工艺稳定,晶体成炉率较高。本产品制成激光器使用时具有输出激光能量高、使用效率高的特点,适合用于高功率连续激光器或脉冲激光器;也可满足一些需要输出高功率的小型激光器应用需求,具有很好的应用前景。

[0006] 进一步地,在一个实施方案中,所述中频感应激光晶体炉的观察孔外端置有 YAG 抛光镜片。用以降低晶体径向散热量,减小径向热应力,进一步提升晶体品质。

[0007] 进一步地,在一个实施方案中,所述中频感应激光晶体炉顶部的屏蔽上端装有氧化锆圆环。用以降低晶体提拉至低温区时的轴向温度梯度,进一步提升晶体品质。

[0008] 进一步地,在一个实施方案中,所述步骤 S5 中冲入的氩气纯度大于等于 99.9999%。有效减少坩埚损耗,提升晶体的品质,延长坩埚使用寿命。

[0009] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:本发明所提供的高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法可获得直径  $\Phi 25 \sim 45\text{mm}$ 、掺钕浓度 1.17 ~ 1.41 at%、浓度梯度小、散射颗粒少、质量较高的 Nd:YAG 激光晶体,工艺稳定,晶体成炉率较高,具有很好的应用前景。

## 附图说明

[0010] 图 1 是本发明实施例中频感应激光晶体炉结构示意图。

## 具体实施方式

[0011] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步详细的说明。

[0012] 实施例一

一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,该方法基于中频感应激光晶体炉,其包括步骤:

S1. 将纯度大于或等于 99.999% 的氧化钇  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、氧化铝  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、氧化钕  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  在 600℃ 下灼烧 8 小时,再按预设的掺钕浓度进行计算、称量配置成底料;

S2. 将步骤 S1 中配好的底料装入塑料瓶中,固定在混料机上充分混合 48 小时;

S3. 将步骤 S2 中混合均匀的粉料放入乳胶模具中,密封后再通过 300MPa 等静压成型;

S4. 将籽晶放入所需采用的坩埚籽晶杆中;

S5. 将成型的原料放入直径 60 ~ 120mm 的铱坩埚中,调整好线圈、保温系统、籽晶、铱坩埚的同心度后抽真空,当炉体真空度达到 4.5Pa 左右时冲入纯度大于 99.9999% 的氩气;

S6. 启动中频感应激光晶体炉使炉膛内的加热系统升温,待步骤 S5 中所述铱坩埚中的原料全部熔化后,熔体液流线清晰稳定时开始缓慢下籽晶,从下籽晶到籽晶接触液面处经历时间约 2 小时,调节熔体温度使籽晶直径缩小 2mm 时恒温 2 小时;

S7. 提拉籽晶,开始晶体生长,其生长方向为  $\langle 111 \rangle$ ,晶体生长包括 4 个阶段:

放肩阶段,放肩时晶升速率为 0.7mm/h,晶转速率为 18 转 / 分钟,放肩角度控制在 50°,在晶体放肩生长后期要逐步减慢晶升速率至 0.55mm/h,降低晶转速率至 15 转 / 分钟,降温速率要平缓,当放肩处直径与晶体目标直径相差 4mm 时,开始恒温;

等径生长阶段,晶体恒温生长 48 小时后进入等径生长阶段,晶升速率随着晶体等径生长的长度增加而减慢至 0.45mm/h,晶转速率缓慢减小至 13 转 / 分钟,晶体生长温控速率跨度不可过大,使晶体直径偏差控制在 2mm 之内;

收尾阶段,晶体生长达到预定长度后开始升温收尾,随着晶体直径的变小慢慢提高晶升速率至 0.65mm/h,晶转速率也要逐步减慢至 11 转 / 分钟,晶体直径缩至 6mm 左右时,再进行等径生长 10 小时,最后降温使晶体直径变大扩成一个“盖”型,以防止晶体开裂和保护坩埚;

降温阶段,晶体生长结束后以 70°C / h 的速率降低铱坩埚内生长区的温度,直到室温。

[0013] 所述中频感应激光晶体炉的观察孔外端置有 YAG 抛光镜片。用以降低晶体径向散热量,减小径向热应力,进一步提升晶体品质

所述中频感应激光晶体炉顶部的屏蔽上端装有氧化锆圆环。用以降低晶体提拉至低温区时的轴向温度梯度,进一步提升晶体品质。

[0014]

## 实施例二

一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,该方法基于中频感应激光晶体炉,其包括步骤:

S1. 将纯度大于或等于 99.999% 的氧化钇  $Y_2O_3$ 、氧化铝  $Al_2O_3$ 、氧化钕  $Nd_2O_3$  在 700°C 下灼烧 5 小时,再按预设的掺钕浓度进行计算、称量配置成底料;

S2. 将步骤 S1 中配好的底料装入塑料瓶中,固定在混料机上充分混合 30 小时;

S3. 将步骤 S2 中混合均匀的粉料放入乳胶模具中,密封后再通过 250MPa 等静压成型;

S4. 将籽晶放入所需采用的铱坩埚籽晶杆中;

S5. 将成型的原料放入直径 60 ~ 120mm 的铱坩埚中,调整好线圈、保温系统、籽晶、铱坩埚的同心度后抽真空,当炉体真空度达到 4Pa 左右时冲入纯度大于 99.9999% 氩气;

S6. 启动中频感应激光晶体炉使炉膛内的加热系统升温,待步骤 S5 中所述铱坩埚中的原料全部熔化后,熔体液流线清晰稳定时开始缓慢下籽晶,从下籽晶到籽晶接触液面处经历时间约 1.5 小时,调节熔体温度使籽晶直径缩小 1.5mm 时恒温 1.5 小时;

S7. 提拉籽晶,开始晶体生长,其生长方向为  $\langle 111 \rangle$ ,晶体生长包括 4 个阶段:

放肩阶段,放肩时晶升速率为 0.65mm/h,晶转速率为 17 转 / 分钟,放肩角度控制在 45°,在晶体放肩生长后期要逐步减慢晶升速率至 0.52mm/h,降低晶转速率至 14.5 转 / 分钟,升降温速率要平缓,当放肩处直径与晶体目标直径相差 3mm 时,开始恒温;

等径生长阶段,晶体恒温生长 23 小时后进入等径生长阶段,晶升速率随着晶体等径生长的长度增加而减慢至 0.42mm/h, 晶转速率缓慢减小至 12 转 / 分钟,晶体生长温控速率跨度不可过大,使晶体直径偏差控制在 1.5mm 之内;

收尾阶段,晶体生长达到预定长度后开始升温收尾,随着晶体直径的变小慢慢提高晶升速率至 0.62mm/h, 晶转速率也要逐步减慢至 10 转 / 分钟,晶体直径缩至 5mm 左右时,再进行等径生长 9 小时,最后降温使晶体直径变大扩成一个“盖”型,以防止晶体开裂和保护坩埚;

降温阶段,晶体生长结束后以 30℃ /h 的速率降低坩埚内生长区的温度,直到室温。

[0015] 所述中频感应激光晶体炉的观察孔外端置有 YAG 抛光镜片。用以降低晶体径向散热量,减小径向热应力,进一步提升晶体品质

所述中频感应激光晶体炉顶部的屏蔽上端装有氧化锆圆环。用以降低晶体提拉至低温区时的轴向温度梯度,进一步提升晶体品质。

#### [0016] 实施例三

一种高浓度 Nd 掺杂 YAG 激光晶体生长方法,该方法基于中频感应激光晶体炉,其包括步骤:

S1. 将纯度大于或等于 99.999% 的氧化钇  $Y_2O_3$ 、氧化铝  $Al_2O_3$ 、氧化钕  $Nd_2O_3$  在 800℃ 下灼烧 4 小时,再按预设的掺钕浓度进行计算、称量配置成底料;

S2. 将步骤 S1 中配好的底料装入塑料瓶中,固定在混料机上充分混合 24 小时;

S3. 将步骤 S2 中混合均匀的粉料放入乳胶模具中,密封后再通过等静压成型;

S4. 将籽晶放入所需采用的坩埚籽晶杆中;

S5. 将成型的原料放入直径 60 ~ 120mm 的坩埚中,调整好线圈、保温系统、籽晶、坩埚的同心度后抽真空,当炉体真空度达到 3.5Pa 左右时冲入纯度大于 99.9999% 的氩气;

S6. 启动中频感应激光晶体炉使炉膛内的加热系统升温,待步骤 S5 中所述坩埚中的原料全部熔化后,熔体液流线清晰稳定时开始缓慢下籽晶,从下籽晶到籽晶接触液面处经历时间约 1 小时,调节熔体温度使籽晶直径缩小 1mm 时恒温 1 小时;

S7. 提拉籽晶,开始晶体生长,其生长方向为  $\langle 111 \rangle$ ,晶体生长包括 4 个阶段:

放肩阶段,放肩时晶升速率为 0.6mm/h,晶转速率为 16 转 / 分钟,放肩角度控制在 40°,在晶体放肩生长后期要逐步减慢晶升速率至 0.5mm/h,降低晶转速率至 14 转 / 分钟,升降温速率要平缓,当放肩处直径与晶体目标直径相差 2mm 时,开始恒温;

等径生长阶段,晶体恒温生长 15 小时后进入等径生长阶段,晶升速率随着晶体等径生长的长度增加而减慢至 0.4mm/h, 晶转速率缓慢减小至 12 转 / 分钟,晶体生长温控速率跨度不可过大,使晶体直径偏差控制在 1mm 之内;

收尾阶段,晶体生长达到预定长度后开始升温收尾,随着晶体直径的变小慢慢提高晶升速率至 0.6mm/h, 晶转速率也要逐步减慢至 9 转 / 分钟,晶体直径缩至 4mm 左右时,再进行等径生长 8 小时,最后降温使晶体直径变大扩成一个“盖”型,以防止晶体开裂和保护坩埚;

降温阶段,晶体生长结束后以 10℃ /h 的速率降低坩埚内生长区的温度,直到室温。

[0017] 所述中频感应激光晶体炉的观察孔外端置有 YAG 抛光镜片。用以降低晶体径向散热量,减小径向热应力,进一步提升晶体品质

所述中频感应激光晶体炉顶部的屏蔽上端装有氧化锆圆环。用以降低晶体提拉至低温区时的轴向温度梯度,进一步提升晶体品质。

[0018] 如图 1 所示,上述各实施例中涉及的中频感应激光晶体炉包括:

中心带孔的陶瓷底盘 18 上装载石英筒 11,石英筒 11 与氧化锆保温筒 13 之间装有氧化锆砂 14,氧化锆保温筒 13 底部设有中心带孔的大氧化锆托盘 16,铱坩埚 5 放在氧化锆保温筒 13 内部,铱坩埚 5 下有带孔小氧化锆托盘 15,热电偶 17 测温端装在铱坩埚 5 底部,并且铱坩埚 5 口装有铱环 10,铱坩埚 5 略高于线圈 12,带有观察孔的氧化锆屏蔽 7 装在铱环 10 的上方,屏蔽 7 上装有氧化锆圆环 6,与屏蔽 7 相连接的氧化铝观察孔 9 外端置有 YAG 抛光镜片 8,提拉杆 1 连接籽晶杆 2,并通过旋转慢慢从熔体 4 中长出晶体 3。

[0019] 以上仅为本发明的优选实施例,但本发明的设计构思并不局限于此,凡利用此构思对本发明做出的非实质性修改,也均落入本发明的保护范围之内。

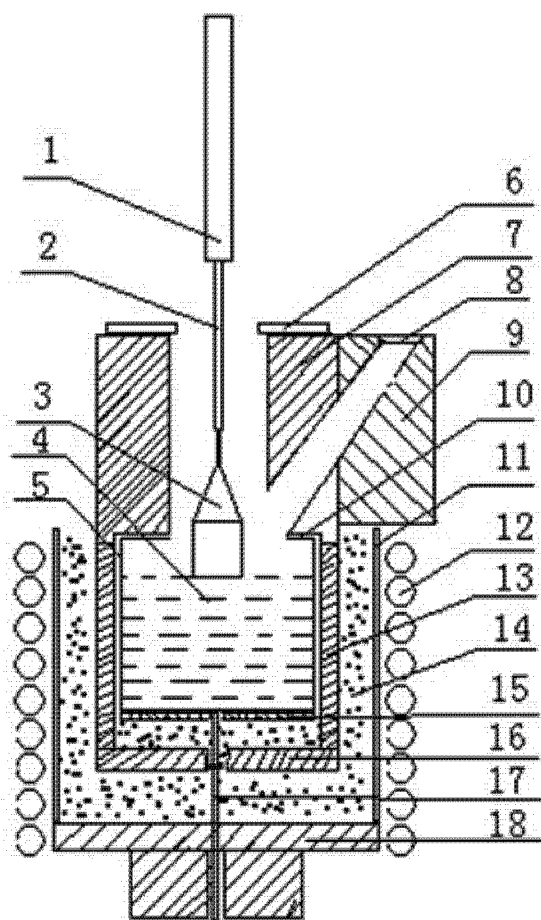


图 1