



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102618929 A

(43) 申请公布日 2012.08.01

(21) 申请号 201210114257.0

(22) 申请日 2012.04.18

(71) 申请人 北京雷生强式科技有限责任公司  
地址 100015 北京市朝阳区酒仙桥路2号院内11所

(72) 发明人 韩剑锋 李洪峰 杨国利 张月娟  
夏士兴 李兴旺 莫小刚 朱建慧

(74) 专利代理机构 北京康盛知识产权代理有限公司 11331

代理人 张良 黄锦阳

(51) Int. Cl.

C30B 29/28 (2006.01)

C30B 15/00 (2006.01)

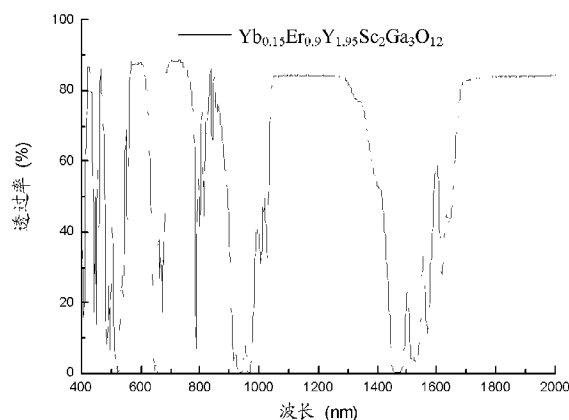
权利要求书 1 页 说明书 13 页 附图 2 页

### (54) 发明名称

一种掺镱、铒的钇钪镓石榴石晶体及其制备方法

### (57) 摘要

本发明公开了一种掺镱、铒的钪钪石榴石晶体,所述晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,其中,  $0 < a \leq 2.1$ ,  $b = 0.9$ 。本发明还公开了一种掺镱、铒钪钪石榴石晶体的制备方法。通过本发明得到的一种掺镱、铒的钪钪石榴石晶体,能够实现高效的二极管泵浦激光输出。



1. 一种掺镱、铟的钇钽石榴石晶体,其特征在于:所述晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,其中, $0 < a \leq 2.1$ ,  $b = 0.9$ 。

2. 如权利要求1所述的掺镱、铟的钇钽石榴石晶体,其特征在于: $0.6 \leq a \leq 1.2$ ,  $b = 0.9$ 。

3. 如权利要求1所述的掺镱、铟的钇钽石榴石晶体,其特征在于: $a = 0.15、0.3、0.6、0.75、0.9、1.05、1.2$  或者  $2.1$ ,  $b = 0.9$ 。

4. 如权利要求1所述的掺镱、铟的钇钽石榴石晶体,其特征在于:所述掺镱、铟的钇钽石榴石晶体为立方晶系石榴石结构,镱和铟离子均取代钇钽石榴石晶体中的钇离子。

5. 一种掺镱、铟钇钽石榴石晶体的制备方法,包括:

将拉晶料放入晶体生长炉内的坩埚中,在炉膛内放置干燥剂以吸收炉膛内气氛中的水分;其中,所述干燥剂为  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,所述干燥剂每个生长炉次的用量为  $5 \sim 20\text{g}$ ;

对晶体生长炉进行抽真空,当炉内压力不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后,一边抽真空,一边加热烘烤坩埚中的拉晶料,在  $200^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$  下持续烘烤  $10\text{h} \sim 20\text{h}$ ,去除其中的水分;

关闭抽真空系统,向炉内充惰性气体和体积百分含量为  $2\%$  的氧气;所述惰性气体为含水量不大于  $1.5\text{ppm}$  的氩气或氮气;

升温熔料、下籽晶、生长  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体,然后降温取出  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体;

将生长出的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体在马弗炉中在  $1200^\circ\text{C}$  高温下处理  $15\text{h}$ ,消除晶体中  $\text{OH}^-$  离子和色心;

所述制备的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,其中, $0 < a \leq 2.1$ ,  $b = 0.9$ ;

所述制备的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,其中, $0.6 \leq a \leq 1.2$ ,  $b = 0.9$ ;

所述制备的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,其中,  $a = 0.15、0.3、0.6、0.75、0.9、1.05、1.2$  或者  $2.1$ ,  $b = 0.9$ ;

所述制备的掺镱、铟钇钽石榴石晶体为立方晶系石榴石结构,镱和铟离子均取代钇钽石榴石晶体中的钇离子。

6. 如权利要求5所述的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的制备方法,其特征在于:制备所述拉晶料的步骤包括:将原料除潮,按照  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  的配比称量原料,其中, $0 < a \leq 2.1$ ,  $b = 0.9$ ;将原料混合均匀后静压成型;将成型后的原料放入高温炉中进行多晶料合成;降温后将合成的多晶料研磨,并再一次静压成型,得到所述拉晶料。

7. 如权利要求6所述的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的制备方法,其特征在于:所述原料为  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ ,所述原料的浓度为  $5\text{N} \sim 6\text{N}$ 。

8. 如权利要求5所述的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的制备方法,其特征在于:所述生长  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体的方法为熔体提拉法。

9. 如权利要求5所述的掺镱、铟钇钽石榴石晶体的制备方法,其特征在于:所述  $\text{P}_2\text{O}_5$  的用量为  $5、10、15$  或者  $20\text{g}$ ;所述加热烘烤坩埚中的拉晶料的温度为  $200、300$  或者  $500^\circ\text{C}$ ;所述持续烘烤的时间为  $10、15$  或者  $20\text{h}$ 。

## 一种掺镱、铪的钇钪镓石榴石晶体及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种激光晶体及其制备方法,具体地说,涉及一种掺镱、铪的钇钪镓石榴石晶体及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 二极管泵浦较传统的闪光灯泵浦具有明显的优势,主要表现为效率高、光束质量好、寿命长、稳定性好、体积小、重量轻等,因此二极管泵浦成为了固体激光器技术和应用的主流发展趋势之一。

[0003] 掺杂浓度为 30at% 的 Er:YSGG 晶体能够发射  $2.8\mu\text{m}$  激光,在激光医疗(如牙科等)和军事(如光电对抗)等领域有着重要的应用。Er:YSGG 晶体中 Er 离子的吸收带尽管较多(如图 1 所示),但带宽都比较窄。目前商用化的二极管波长在 800nm 附近,因此适用的激光二极管泵浦波长为 790nm。但 790nm 吸收带宽太窄导致应用时必须用精确和严格的二极管温度控制系统,导致激光器系统比较复杂。尽管近些年出现了 970nm 的激光二极管,但是成本仍然很高,并且 Er:YSGG 晶体在 970nm 吸收带的宽度也比较窄(只有 6nm)。而吸收带比较宽的 1450nm 吸收带却没有匹配的激光二极管,无法在现实中得到应用。因此 Er:YSGG 晶体在实际应用中基本上仍然采用传统的闪光灯泵浦方式。但是,闪光灯泵浦 Er:YSGG 晶体激光器效率低,稳定性和可靠性不高。

[0004] 下面举例说明现有技术中 Er:YSGG 晶体的制备方法及其光学性能、光学均匀性和激光性能的测量。

[0005] 对比例 1:

[0006] 制备拉晶料

[0007] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮,然后按照化学式  $\text{Er}_b\text{Y}_{3-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量,其中,  $b = 0.9$ ,原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中,在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0008] 制备 Er:YSGG 晶体 ( $b = 0.9$ )

[0009] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中后,并封闭炉门抽真空至炉膛压力小于 10Pa。坩埚尺寸为  $\phi 90 \times 90\text{mm}$ 。

[0010] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入普通的保护性气体 Ar 和 2% 的  $\text{O}_2$  (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0011] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体。主要生长工艺参数为:籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0012] 生长获得的 Er:YSGG 晶体在马弗炉中 1200℃ 退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工。

[0013] 制备得到的 Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{2.1}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ 。

[0014] 测试光学质量和光学均匀性

[0015] 上述制备的 Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为:测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ ,用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为:200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0016] 测试激光性能

[0017] 上述制备的 Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,晶体两端镀  $2.8 \mu\text{m}$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ ,泵浦脉宽为  $300 \mu\text{s}$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透过率为 14%,采用 InGaAs 二极管侧面泵浦,测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0018] 对比例 2:

[0019] 制备拉晶料

[0020] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮,然后按照化学式  $\text{Er}_b\text{Y}_{3-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量,其中,  $b = 0.9$ ,原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中,在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0021] 制备 Er:YSGG 晶体 ( $b = 0.9$ )

[0022] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中,坩埚尺寸为  $\Phi 90 \times 90\text{mm}$ ,并在炉膛内壁附近放置 15g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0023] 抽真空,直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料,即一边继续抽真空,一边加热至  $200^\circ\text{C}$ ,保持  $200^\circ\text{C}$  恒温 10h。

[0024] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量(不大于 1.5ppm)的保护性气体 Ar 和 2%的  $\text{O}_2$ (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0025] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体。主要生长工艺参数为:籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0026] 生长获得的 Er:YSGG 晶体在马弗炉中  $1200^\circ\text{C}$  退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工。

[0027] 制备得到的 Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{2.1}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ 。

[0028] 测试光学质量和光学均匀性

[0029] 上述制备的 Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为:测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ ,用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为:200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0030] 测试激光性能

[0031] 上述制备的 Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,晶体两端镀  $2.8 \mu\text{m}$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ ,泵浦脉宽为  $300 \mu\text{s}$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透

过率为 14%，采用 InGaAs 二极管侧面泵浦，测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0032] 由以上对比例 1-2 激光性能测试结果可知，Er:YSGG 晶体在 940nm 二极管泵浦条件下无激光输出，不能应用在 940nm 二极管泵浦上。

[0033] Yb:YSGG 吸收光谱图，如图 2 所示。Yb 离子在 940nm 存在明显的吸收带，正好与已商业化的 InGaAs 二极管匹配，而且吸收带宽宽（约 18nm），显著降低了二极管的稳定控制要求。图 3 表示出了 Yb 离子向 Er 离子的能量转移过程。其中 1 表示 Yb 离子吸收 940nm 泵浦光能量后，由  $4F_{7/2}$  能级跃迁至  $4F_{5/2}$  能级，并通过 2 将能量转移给 Er 离子的  $4I_{11/2}$  能级，电子由  $4I_{11/2}$  能级跃迁至  $4I_{13/2}$  能级时，发射出  $2.8\mu\text{m}$  波长的荧光。因此，Yb 离子成为了 Er 离子极好的敏化离子。

[0034] 因此，在 Er:YSGG 晶体中共掺适量浓度的 Yb 离子，通过 Yb 离子吸收二极管泵浦能量，并转移给 Er 离子，可以实现 Er 离子激光输出。由于 Yb 离子在 940nm 存在明显的吸收带，吸收带宽宽，正好与已商业化的 InGaAs 二极管匹配，因此 Yb:Er:YSGG 晶体能够实现高效的二极管泵浦激光输出。

## 发明内容

[0035] 本发明的目的在于提供一种掺镱、铟的钇钽铍石榴石晶体，能够实现高效的二极管泵浦激光输出。

[0036] 本发明技术方案如下：

[0037] 一种掺镱、铟的钇钽铍石榴石晶体，所述晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ，其中， $0 < a \leq 2.1$ ， $b = 0.9$ 。

[0038] 进一步： $0.6 \leq a \leq 1.2$ ， $b = 0.9$ 。

[0039] 进一步： $a = 0.15、0.3、0.6、0.75、0.9、1.05、1.2$  或者  $2.1$ ， $b = 0.9$ 。

[0040] 进一步：所述掺镱、铟的钇钽铍石榴石晶体为立方晶系石榴石结构，镱和铟离子均取代钇钽铍石榴石晶体中的钇离子。

[0041] 本发明的另一目的在于提供上述掺镱、铟的钇钽铍石榴石晶体的制备方法，得到一种掺镱、铟的钇钽铍石榴石晶体，能够实现高效的二极管泵浦激光输出。

[0042] 本发明的技术方案如下：

[0043] 一种掺镱、铟钇钽铍石榴石晶体的制备方法，包括：将拉晶料放入晶体生长炉内的坩埚中，在炉膛内放置干燥剂以吸收炉膛内气氛中的水分；其中，所述干燥剂为  $\text{P}_2\text{O}_5$ ，所述干燥剂每个生长炉次的用量为  $5 \sim 20\text{g}$ ；对晶体生长炉进行抽真空，当炉内压力不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后，一边抽真空，一边加热烘烤坩埚中的拉晶料，在  $200^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$  下持续烘烤  $10\text{h} \sim 20\text{h}$ ，去除其中的水分；关闭抽真空系统，向炉内充惰性气体和体积百分含量为 2% 的氧气；所述惰性气体为含水量不大于 1.5ppm 的氩气或氮气；升温熔料、下籽晶、生长 Yb:Er:YSGG 晶体，然后降温取出 Yb:Er:YSGG 晶体；将生长出的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中在  $1200^\circ\text{C}$  高温下处理 15h，消除晶体中  $\text{OH}^-$  离子和色心；所述制备的掺镱、铟钇钽铍石榴石晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ，其中， $0 < a \leq 2.1$ ， $b = 0.9$ ；所述制备的掺镱、铟钇钽铍石榴石晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ，其中， $0.6 \leq a \leq 1.2$ ， $b = 0.9$ ；所述制备的掺镱、铟钇钽铍石榴石晶体的化学组成为  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ，其中， $a = 0.15、0.3、$

0.6、0.75、0.9、1.05、1.2 或者 2.1,  $b = 0.9$ ; 所述制备的掺镱、铈钇钪镓石榴石晶体为立方晶系石榴石结构, 镱和铈离子均取代钇钪镓石榴石晶体中的钇离子。

[0044] 进一步: 制备所述拉晶料的步骤包括: 将原料除潮, 按照  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  的配比称量原料, 其中,  $0 < a \leq 2.1, b = 0.9$ ; 将原料混合均匀后静压成型; 将成型后的原料放入高温炉中进行多晶料合成; 降温后将合成的多晶料研磨, 并再一次静压成型, 得到所述拉晶料。

[0045] 进一步: 所述原料为  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ , 所述原料的浓度为  $5\text{N} \sim 6\text{N}$ 。

[0046] 进一步: 所述生长  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体的方法包括熔体提拉法。

[0047] 进一步: 所述  $\text{P}_2\text{O}_5$  的用量为 5、10、15 或者 20g; 所述加热烘烤坩埚中的拉晶料的温度为 200、300 或者  $500^\circ\text{C}$ ; 所述持续烘烤的时间为 10、15 或者 20h。

[0048] 本发明的技术效果包括:

[0049] 1、本发明利用 Yb 离子吸收 940nm 二极管泵浦能量, 并将能量转移给 Er 离子, 进而实现  $2.8\mu\text{m}$  的二极管泵浦高效激光输出。

[0050] 2、采用本发明的除水工艺, 进一步提高激光输出效率。

#### 附图说明

[0051] 图 1 是  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体吸收光谱图;

[0052] 图 2 是  $\text{Yb}:\text{YSGG}$  晶体吸收光谱图;

[0053] 图 3 是 Yb 离子向 Er 离子的能量转移过程图;

[0054] 图 4 是本发明的  $\text{Yb}_{0.15}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.95}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  晶体吸收光谱图。

#### 具体实施方式

[0055] 下面参考附图和优选实施例, 对本发明作详细描述。

[0056] 实施例 1:

[0057] 制备拉晶料

[0058] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮, 然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量, 其中,  $a = 0.15, b = 0.9$ , 原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为  $5\text{N} \sim 6\text{N}$ 。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中, 在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0059] 制备  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体 ( $a = 0.15, b = 0.9$ )

[0060] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中, 坩埚尺寸为  $\phi 90 \times 90\text{mm}$ , 并在炉膛内壁附近放置 10g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0061] 抽真空, 直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料, 即一边继续抽真空, 一边加热至  $200^\circ\text{C}$ , 保持  $200^\circ\text{C}$  恒温 10h。

[0062] 然后关闭抽真空系统, 向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量 (不大于 1.5ppm) 的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2% 的  $\text{O}_2$  (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发, 通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发, 以保持原料的组成)。

[0063] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体, 这一过程与通常生长  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体相同。主要生长工艺参数为: 籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向, 拉速  $1\text{mm/h}$ , 转速  $15\text{r/min}$ 。

[0064] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中 1200℃退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工,其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0065] 如图 4 所示,为本发明的  $\text{Yb}_{0.15}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.95}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  晶体的吸收光谱图。制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{0.15}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.95}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,该晶体为立方晶系石榴石结构,空间群为 Ia3d, Yb 和 Er 离子均取代钇钪镓石榴石晶体中的 Y 离子。

[0066] 测试光学质量和光学均匀性

[0067] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为:测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ ,用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为:200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0068] 测试激光性能

[0069] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,晶体两端镀 2.8  $\mu\text{m}$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ ,泵浦脉宽为 300  $\mu\text{s}$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透过率为 14%,采用 InGaAs 二极管侧面泵浦,测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0070] 实施例 2:

[0071] 制备拉晶料

[0072] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮,然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量,其中,  $a = 0.3$ ,  $b = 0.9$ ,原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中,在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0073] 制备 Yb:Er:YSGG 晶体 ( $a = 0.3$ ,  $b = 0.9$ )

[0074] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中,坩埚尺寸为  $\Phi 90 \times 90\text{mm}$ ,并在炉膛内壁附近放置 20g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0075] 抽真空,直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料,即一边继续抽真空,一边加热至  $500^\circ\text{C}$ ,保持  $500^\circ\text{C}$  恒温 20h。

[0076] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量(不大于 1.5ppm)的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2%的  $\text{O}_2$ (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0077] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体,这一过程与通常生长 Er:YSGG 晶体相同。主要生长工艺参数为:籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0078] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中 1200℃退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工,其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0079] 制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{0.3}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.8}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,该晶体为立方晶系石榴石结构, Yb 和 Er 离子均取代钇钪镓石榴石晶体中的 Y 离子。

[0080] 测试光学质量和光学均匀性

[0081] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波

长 1064nm, 光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为 :测试波长 1064nm, 光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ , 用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为 :200mW 的 532nm 绿光通过晶体, 肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0082] 测试激光性能

[0083] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4\times 100\text{mm}$ , 晶体两端镀  $2.8\ \mu\text{m}$  增透膜, 冷却水温为  $15\pm 2^\circ\text{C}$ , 泵浦脉宽为  $300\ \mu\text{s}$ , 重复频率为 1Hz, 输出镜透过率为 14%, 采用 InGaAs 二极管侧面泵浦, 测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0084] 实施例 3 :

[0085] 制备拉晶料

[0086] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮, 然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量, 其中,  $a = 0.6$ ,  $b = 0.9$ , 原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中, 在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0087] 制备 Yb:Er:YSGG 晶体 ( $a = 0.6$ ,  $b = 0.9$ )

[0088] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中, 坩埚尺寸为  $\Phi 90\times 90\text{mm}$ , 并在炉膛内壁附近放置 5g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0089] 抽真空, 直至炉膛内压强不大于  $5\times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料, 即一边继续抽真空, 一边加热至  $300^\circ\text{C}$ , 保持  $300^\circ\text{C}$  恒温 15h。

[0090] 然后关闭抽真空系统, 向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量 (不大于 1.5ppm) 的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2% 的  $\text{O}_2$  (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发, 通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发, 以保持原料的组成)。

[0091] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体, 这一过程与通常生长 Er:YSGG 晶体相同。主要生长工艺参数为 :籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向, 拉速 1mm/h, 转速 15r/min。

[0092] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中  $1200^\circ\text{C}$  退火 15h, 之后进行激光棒光学粗加工和精加工, 其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0093] 制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{0.6}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.5}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ , 该晶体为立方晶系石榴石结构, Yb 和 Er 离子均取代钇铈石榴石晶体中的 Y 离子。

[0094] 测试光学质量和光学均匀性

[0095] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4\times 100\text{mm}$ , 按激光棒技术要求, 对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为 :采用线偏振光, 波长 1064nm, 光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为 :测试波长 1064nm, 光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ , 用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为 :200mW 的 532nm 绿光通过晶体, 肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0096] 测试激光性能

[0097] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4\times 100\text{mm}$ , 晶体两端镀  $2.8\ \mu\text{m}$  增透膜, 冷却水温为  $15\pm 2^\circ\text{C}$ , 泵浦脉宽为  $300\ \mu\text{s}$ , 重复频率为 1Hz, 输出镜透过率为 14%, 采用 InGaAs 二极管侧面泵浦, 测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。



[0098] 实施例 4 :

[0099] 制备拉晶料

[0100] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮, 然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量, 其中,  $a = 0.75$ ,  $b = 0.9$ , 原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中, 在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0101] 制备  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体 ( $a = 0.75$ ,  $b = 0.9$ )

[0102] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中, 坩埚尺寸为  $\phi 90 \times 90\text{mm}$ , 并在炉膛内壁附近放置 10g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0103] 抽真空, 直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料, 即一边继续抽真空, 一边加热至  $500^\circ\text{C}$ , 保持  $500^\circ\text{C}$  恒温 10h。

[0104] 然后关闭抽真空系统, 向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量 (不大于 1.5ppm) 的保护性气体  $\text{N}_2$  和体积百分含量为 2% 的  $\text{O}_2$  (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发, 通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发, 以保持原料的组成)。

[0105] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体, 这一过程与通常生长  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体相同。主要生长工艺参数为: 籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向, 拉速 1mm/h, 转速 15r/min。

[0106] 生长获得的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体在马弗炉中  $1200^\circ\text{C}$  退火 15h, 之后进行激光棒光学粗加工和精加工, 其高温退火和光学加工工艺过程与  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体相同。

[0107] 制备得到的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{0.75}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.35}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ , 该晶体为立方晶系石榴石结构, Yb 和 Er 离子均取代钇钪镓石榴石晶体中的 Y 离子。

[0108] 测试光学质量和光学均匀性

[0109] 上述制备的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\phi 4 \times 100\text{mm}$ , 按激光棒技术要求, 对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为: 采用线偏振光, 波长 1064nm, 光斑尺寸  $\phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为: 测试波长 1064nm, 光斑尺寸  $\phi 3\text{mm}$ , 用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为: 200mW 的 532nm 绿光通过晶体, 肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0110] 测试激光性能

[0111] 上述制备的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\phi 4 \times 100\text{mm}$ , 晶体两端镀  $2.8 \mu\text{m}$  增透膜, 冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ , 泵浦脉宽为  $300 \mu\text{s}$ , 重复频率为 1Hz, 输出镜透过率为 14%, 采用 InGaAs 二极管侧面泵浦, 测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0112] 实施例 5 :

[0113] 制备拉晶料

[0114] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮, 然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量, 其中,  $a = 0.9$ ,  $b = 0.9$ , 原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中, 在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0115] 制备  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体 ( $a = 0.9$ ,  $b = 0.9$ )

[0116] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中, 坩埚尺寸为  $\phi 90 \times 90\text{mm}$ , 并在炉膛内壁附

近放置 15g 干燥剂  $P_2O_5$  后封闭炉门。

[0117] 抽真空,直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2} Pa$  后开始真空烘料,即一边继续抽真空,一边加热至  $200^\circ C$ ,保持  $200^\circ C$  恒温 10h。

[0118] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入特制的低  $H_2O$  含量(不大于 1.5ppm)的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2%的  $O_2$ (由于原料中的  $Ga_2O_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $O_2$  可以抑制  $Ga_2O_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0119] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体,这一过程与通常生长 Er:YSGG 晶体相同。主要生长工艺参数为:籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0120] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中  $1200^\circ C$  退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工,其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0121] 制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $Yb_{0.9}Er_{0.9}Y_{1.2}Sc_2Ga_3O_{12}$ ,该晶体为立方晶系石榴石结构,Yb 和 Er 离子均取代钇钪镱石榴石晶体中的 Y 离子。

[0122] 测试光学质量和光学均匀性

[0123] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100mm$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3mm$ 。波前畸变的测试条件为:测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3mm$ ,用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为:200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0124] 测试激光性能

[0125] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100mm$ ,晶体两端镀  $2.8 \mu m$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ C$ ,泵浦脉宽为  $300 \mu s$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透过率为 14%,采用 InGaAs 二极管侧面泵浦,测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0126] 实施例 6:

[0127] 制备拉晶料

[0128] 将各氧化物原料  $Er_2O_3$ 、 $Yb_2O_3$ 、 $Y_2O_3$ 、 $Sc_2O_3$  和  $Ga_2O_3$  除潮,然后按照化学式  $Yb_aEr_bY_{3-a-b}Sc_2Ga_3O_{12}$  配比计算称量,其中,  $a = 0.15$ ,  $b = 0.9$ ,原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中,在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0129] 制备 Yb:Er:YSGG 晶体 ( $a = 1.05$ ,  $b = 0.9$ )

[0130] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中,坩埚尺寸为  $\Phi 90 \times 90mm$ ,并在炉膛内壁附近放置 20g 干燥剂  $P_2O_5$  后封闭炉门。

[0131] 抽真空,直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2} Pa$  后开始真空烘料,即一边继续抽真空,一边加热至  $300^\circ C$ ,保持  $300^\circ C$  恒温 20h。

[0132] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入特制的低  $H_2O$  含量(不大于 1.5ppm)的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2%的  $O_2$ (由于原料中的  $Ga_2O_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $O_2$  可以抑制  $Ga_2O_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0133] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体,这一过程与通常生长 Er:YSGG 晶体相同。主要生长工艺参数为:籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0134] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中 1200℃退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工,其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0135] 制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{1.05}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{1.05}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,该晶体为立方晶系石榴石结构,Yb 和 Er 离子均取代钇钪镱石榴石晶体中的 Y 离子。

[0136] 测试光学质量和光学均匀性

[0137] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为:测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ ,用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为:200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0138] 测试激光性能

[0139] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,晶体两端镀 2.8  $\mu\text{m}$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ ,泵浦脉宽为 300  $\mu\text{s}$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透过率为 14%,采用 InGaAs 二极管侧面泵浦,测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0140] 实施例 7:

[0141] 制备拉晶料

[0142] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮,然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量,其中,  $a = 1.2$ ,  $b = 0.9$ ,原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中,在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0143] 制备 Yb:Er:YSGG 晶体 ( $a = 1.2$ ,  $b = 0.9$ )

[0144] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中,坩埚尺寸为  $\Phi 90 \times 90\text{mm}$ ,并在炉膛内壁附近放置 20g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0145] 抽真空,直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料,即一边继续抽真空,一边加热至  $300^\circ\text{C}$ ,保持  $300^\circ\text{C}$  恒温 10h。

[0146] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量(不大于 1.5ppm)的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2%的  $\text{O}_2$ (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0147] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体,这一过程与通常生长 Er:YSGG 晶体相同。主要生长工艺参数为:籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0148] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中 1200℃退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工,其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0149] 制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{1.2}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{0.9}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,该晶体为立方晶系石榴石结构,Yb 和 Er 离子均取代钇钪镱石榴石晶体中的 Y 离子。

[0150] 测试光学质量和光学均匀性

[0151] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为:采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为:测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ ,用

CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为 :200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0152] 测试激光性能

[0153] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,晶体两端镀  $2.8 \mu\text{m}$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ ,泵浦脉宽为  $300 \mu\text{s}$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透过率为 14%,采用 InGaAs 二极管侧面泵浦,测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0154] 实施例 8 :

[0155] 制备拉晶料

[0156] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮,然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量,其中,  $a = 2.1$ ,  $b = 0.9$ ,原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中,在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0157] 制备 Yb:Er:YSGG 晶体 ( $a = 2.1$ ,  $b = 0.9$ )

[0158] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中,坩埚尺寸为  $\Phi 90 \times 90\text{mm}$ ,并在炉膛内壁附近放置 10g 干燥剂  $\text{P}_2\text{O}_5$  后封闭炉门。

[0159] 抽真空,直至炉膛内压强不大于  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始真空烘料,即一边继续抽真空,一边加热至  $200^\circ\text{C}$ ,保持  $200^\circ\text{C}$  恒温 10h。

[0160] 然后关闭抽真空系统,向晶体生长炉中充入特制的低  $\text{H}_2\text{O}$  含量 (不大于 1.5ppm) 的保护性气体  $\text{N}_2$  和体积百分含量为 2% 的  $\text{O}_2$  (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发,通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发,以保持原料的组成)。

[0161] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体,这一过程与通常生长 Er:YSGG 晶体相同。主要生长工艺参数为 :籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向,拉速 1mm/h,转速 15r/min。

[0162] 生长获得的 Yb:Er:YSGG 晶体在马弗炉中  $1200^\circ\text{C}$  退火 15h,之后进行激光棒光学粗加工和精加工,其高温退火和光学加工工艺过程与 Er:YSGG 晶体相同。

[0163] 制备得到的 Yb:Er:YSGG 晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{1.5}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{0.6}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ ,该晶体为立方晶系石榴石结构,Yb 和 Er 离子均取代钇钽铍石榴石晶体中的 Y 离子。

[0164] 测试光学质量和光学均匀性

[0165] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,按激光棒技术要求,对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为 :采用线偏振光,波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为 :测试波长 1064nm,光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ ,用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为 :200mW 的 532nm 绿光通过晶体,肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0166] 测试激光性能

[0167] 上述制备的 Yb:Er:YSGG 晶体加工成晶体棒,该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ ,晶体两端镀  $2.8 \mu\text{m}$  增透膜,冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ ,泵浦脉宽为  $300 \mu\text{s}$ ,重复频率为 1Hz,输出镜透过率为 14%,采用 InGaAs 二极管侧面泵浦,测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0168] 实施例 9 :

[0169] 制备拉晶料

[0170] 将各氧化物原料  $\text{Er}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  除潮, 然后按照化学式  $\text{Yb}_a\text{Er}_b\text{Y}_{3-a-b}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  配比计算称量, 其中,  $a = 2.1$ ,  $b = 0.9$ , 原料总重为 2400g。各氧化物的纯度均为 5N ~ 6N。将各氧化物原料装入容器中混合均匀后装入乳胶袋中, 在油压机内静压成型。将压制成型的原料装入高温炉中进行多晶料合成。

[0171] 制备  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体 ( $a = 2.1$ ,  $b = 0.9$ )

[0172] 将拉晶料装入晶体生长炉内的坩埚中后封闭炉门。坩埚尺寸为  $\Phi 90 \times 90\text{mm}$ 。

[0173] 向晶体生长炉中充入普通的保护性气体 Ar 和体积百分含量为 2% 的  $\text{O}_2$  (由于原料中的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  在高温下容易挥发, 通入一定量的  $\text{O}_2$  可以抑制  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的挥发, 以保持原料的组成)。

[0174] 然后升温熔料、下籽晶、提拉生长和降温取晶体, 这一过程与通常生长  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体相同。主要生长工艺参数为: 籽晶方向  $\langle 111 \rangle$  晶向, 拉速 1mm/h, 转速 15r/min。

[0175] 生长获得的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体在马弗炉中 1200°C 退火 15h, 之后进行激光棒光学粗加工和精加工, 其高温退火和光学加工工艺过程与  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体相同。

[0176] 制备得到的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体的晶体化学组成为  $\text{Yb}_{1.5}\text{Er}_{0.9}\text{Y}_{0.6}\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ , 该晶体为立方晶系石榴石结构, Yb 和 Er 离子均取代钇钪镱石榴石晶体中的 Y 离子。

[0177] 测试光学质量和光学均匀性

[0178] 上述制备的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ , 按激光棒技术要求, 对两端面进行了光学精加工。其中消光比的测试条件为: 采用线偏振光, 波长 1064nm, 光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ 。波前畸变的测试条件为: 测试波长 1064nm, 光斑尺寸  $\Phi 3\text{mm}$ , 用 CCD 进行图像采集。散射颗粒测试条件为: 200mW 的 532nm 绿光通过晶体, 肉眼观测。测试结果示于表 1。

[0179] 测试激光性能

[0180] 上述制备的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体加工成晶体棒, 该晶体棒的尺寸为  $\Phi 4 \times 100\text{mm}$ , 晶体两端镀 2.8  $\mu\text{m}$  增透膜, 冷却水温为  $15 \pm 2^\circ\text{C}$ , 泵浦脉宽为 300  $\mu\text{s}$ , 重复频率为 1Hz, 输出镜透过率为 14%, 采用 InGaAs 二极管侧面泵浦, 测定光光转换效率和泵浦阈值来表示其激光性能。其激光性能测试结果如表 2 所示。

[0181] 实施例 1 ~ 9 均得到了光学质量良好的晶体。所有实施例的晶体都加工出了激光棒, 光学质量和光学均匀性的测量结果表明, 本发明  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体的光学质量和光学均匀性与  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体基本一致, 表明在  $\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体中进一步掺入 Yb 离子并不明显影响晶体的光学质量和光学均匀性; 其消光比、波前畸变和散射的性能指标均能达到激光晶体棒产品标准的优级品水平 (见表 1)。本发明  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体的激光性能测试结果表明, 本发明通过共掺入一定量的  $\text{Yb}^{3+}$  离子, 并采用低  $\text{OH}^-$  含量的晶体制备技术获得的  $\text{Yb}:\text{Er}:\text{YSGG}$  晶体在 940nm 二极管泵浦条件下, 光光转换效率较高, 激光工作的泵浦阈值较低, 效率高, 实现了有效的激光输出, 光学质量好, 有利于获得大功率输出激光器的应用要求 (见表 2)。采用除水工艺能进一步提高晶体的激光性能

[0182] 表 1 各实施例和对比例的晶体光学质量和光学均匀性的比较

[0183]

|       | 消光比 (dB) | 波前畸变 ( $\lambda / 25\text{mm}$ ) | 散射颗粒 (个) |
|-------|----------|----------------------------------|----------|
| 实施例 1 | 32.4     | 0.096                            | 无        |
| 实施例 2 | 31.3     | 0.124                            | 无        |
| 实施例 3 | 30.6     | 0.114                            | 无        |
| 实施例 4 | 31.2     | 0.098                            | 无        |
| 实施例 5 | 32.5     | 0.110                            | 无        |
| 实施例 6 | 31.7     | 0.098                            | 零星       |
| 实施例 7 | 30.9     | 0.122                            | 无        |
| 实施例 8 | 30.3     | 0.134                            | 零星       |
| 实施例 9 | 31.2     | 0.126                            | 零星       |
| 对比例 1 | 30.8     | 0.108                            | 无        |
| 对比例 2 | 31.6     | 0.116                            | 零星       |

[0184] 表 2 各实施例和对比例晶体的光光转换效率和泵浦阈值测试结果

|       | 光光转换效率 (%)            | 泵浦阈值 (J) |
|-------|-----------------------|----------|
| 实施例 1 | 2.1                   | 144.0    |
| 实施例 2 | 9.6                   | 53.5     |
| 实施例 3 | 21.8                  | 38.2     |
| 实施例 4 | 30.5                  | 25.6     |
| 实施例 5 | 34.2                  | 17.8     |
| 实施例 6 | 29.6                  | 20.2     |
| 实施例 7 | 22.7                  | 30.5     |
| 实施例 8 | 15.3                  | 63.8     |
| 实施例 9 | 3.3                   | 122.7    |
| 对比例 1 | 940nm 二极管泵浦条件下, 无激光输出 |          |
| 对比例 2 |                       |          |

[0185]

[0186]

[0187] 表 3 实施例 1 ~ 9 和对比例 1 ~ 2 的晶体化学组成和主要制备工艺条件表

[0188]

|           | 晶体化学组成 |     | 干燥剂<br>P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 用<br>量 (g) | 真空烘料工艺条件 |       |                           | 特制保护<br>气氛             |
|-----------|--------|-----|---|----------|-------|---------------------------|------------------------|
|           | a      | b   |   | 温度(°C)   | 时间(h) | 真空度(Pa)                   |                        |
| 实施<br>例 1 | 0.15   | 0.9 | 15  | 200      | 10    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |
| 实施<br>例 2 | 0.3    | 0.9 | 20  | 500      | 20    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |
| 实施<br>例 3 | 0.6    | 0.9 | 5   | 300      | 15    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |
| 实施<br>例 4 | 0.75   | 0.9 | 10  | 500      | 10    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>N <sub>2</sub> |
| 实施<br>例 5 | 0.9    | 0.9 | 15  | 200      | 10    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |
| 实施<br>例 6 | 1.05   | 0.9 | 20  | 300      | 20    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |
| 实施<br>例 7 | 1.2    | 0.9 | 20  | 300      | 10    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |
| 实施<br>例 8 | 2.1    | 0.9 | 10  | 200      | 10    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>N <sub>2</sub> |
| 实施<br>例 9 | 0.9    | 0.9 | 0   | 无真空烘料环节  |       |                           | 采用普通<br>Ar             |
| 对比<br>例 1 | 0      | 0.9 | 0   |          |       |                           |                        |
| 对比<br>例 2 | 0      | 0.9 | 15  | 200      | 10    | 不大于<br>5×10 <sup>-2</sup> | 采用特制<br>Ar             |

[0189]

[0190] 以上所述的实施例,只是本发明具体实施方式的几种,本领域的技术人员在本发明技术方案范围内进行的通常变化和替换都应包含在本发明的保护范围内。

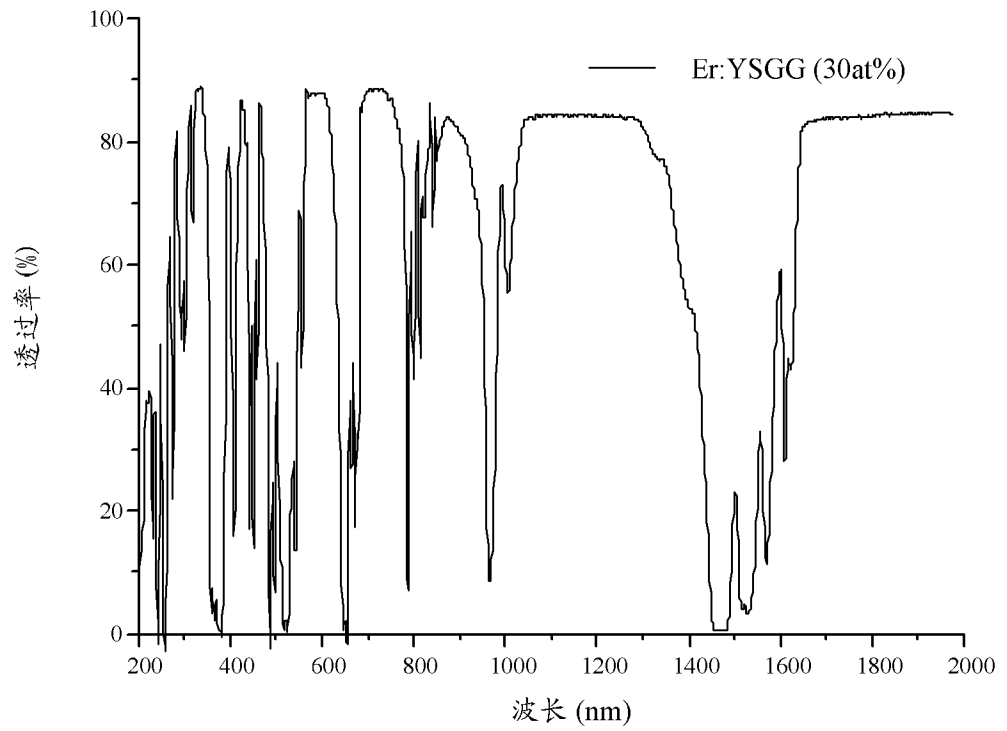


图 1

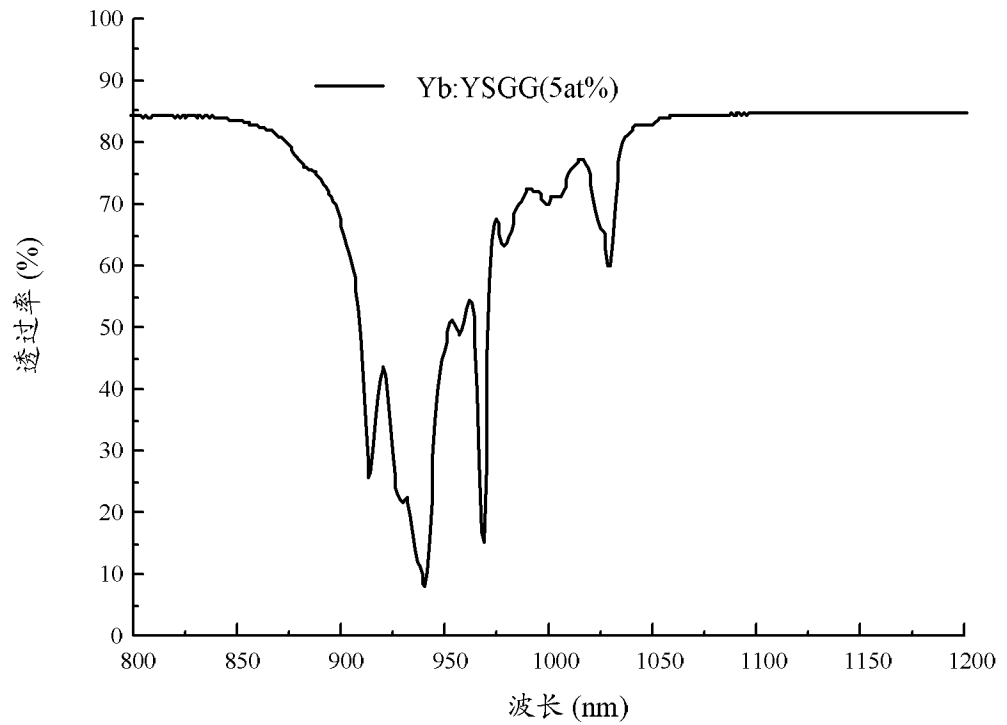


图 2



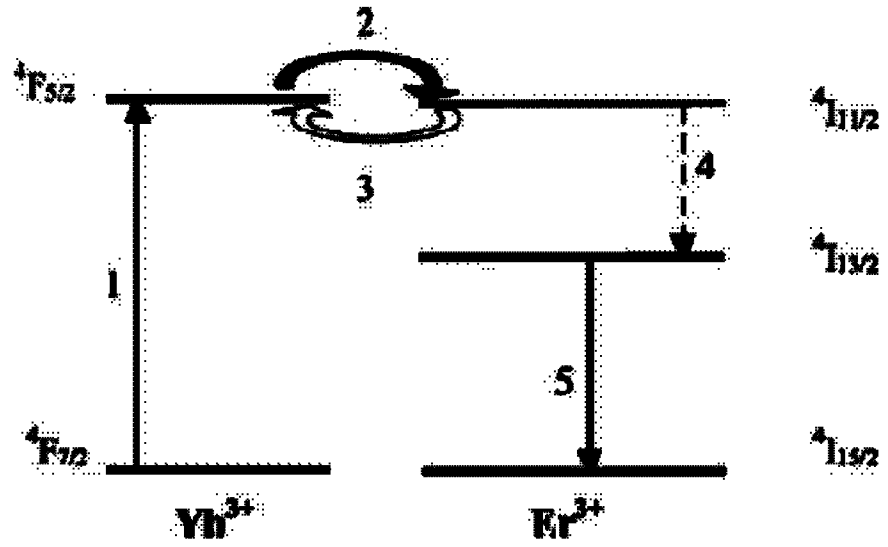


图 3

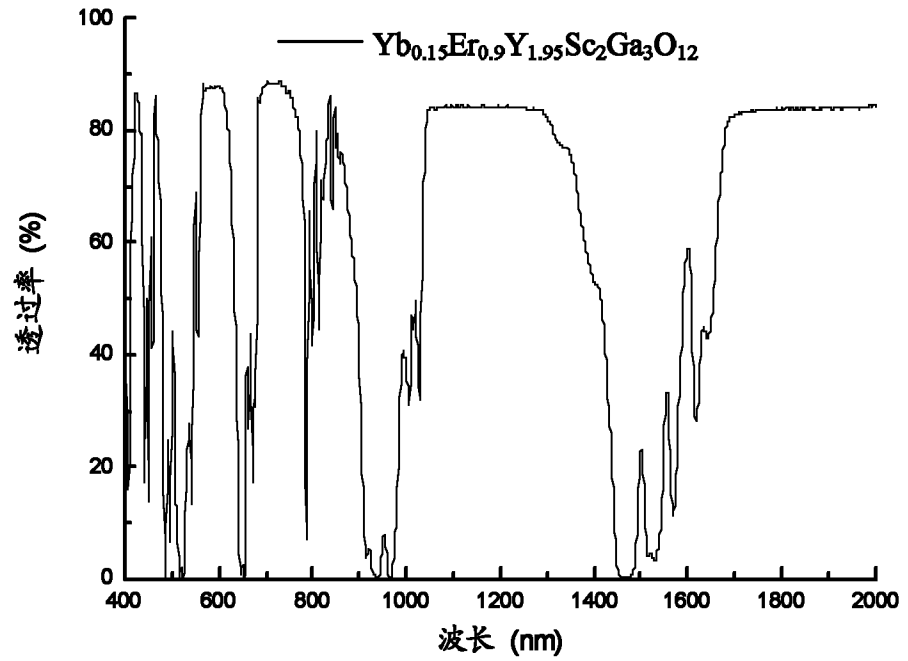


图 4