

# 国产掺 Nd<sup>3+</sup> 透明薄片陶瓷的光学性能研究\*

蔡虹<sup>1,2</sup>, 周军<sup>1</sup>, 冯涛<sup>3</sup>, 章健<sup>3</sup>, 漆云凤<sup>1</sup>, 楼祺洪<sup>1</sup>, 蒋丹宇<sup>3</sup>,  
安丽琼<sup>3</sup>, 王士维<sup>3</sup>, 董景星<sup>1</sup>, 魏运荣<sup>1</sup>

(1 中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

(2 中国科学院研究生院, 北京 100049)

(3 中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050)

**摘 要:**研究了国产透明陶瓷 Nd:YAG 和 Nd:YSAG 的光学和激光性能. 介绍了透明陶瓷 Nd:YAG 和 Nd:YSAG 的制作方法及其光谱性能, 报道了相应的激光实验结果. 对于 Nd:YAG 薄片激光器, 得到了中心波长 1 064.2 nm, 半高全宽为 0.89 nm 的激光输出, 泵浦阈值功率 0.267 W, 最大激光输出功率 0.319 W. 对于 Nd:YSAG 薄片激光器, 由于荧光寿命比较长, 可实现高掺杂, 输出激光的中心波长为 1 063.8 nm, 半高全宽为 1.6 nm, 最大激光输出功率为 0.356 W, 斜率效率达 23.2%, 结果证明国产 Nd:YSAG 陶瓷适用于短脉冲薄片激光器.

**关键词:**激光器; 陶瓷激光; 国产陶瓷薄片; Nd:YAG 和 Nd:YSAG

**中图分类号:** TN248

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1004-4213(2009)02-250-5

## 0 引言

自从 1995 年第一台真正意义上的陶瓷激光器出现以来, 陶瓷激光器向世界展示了其独特的优势和强大的发展潜力. 作为激光介质的透明陶瓷, 由于使用了新型的制备工艺, 透明陶瓷相比于用传统方法制备的单晶具有诸多优势<sup>[1]</sup>. Nd:YAG 晶体已经成为最普遍、应用最广泛, 和最成熟的激光材料. 由于 Nd<sup>3+</sup> 离子在 YAG 中的分凝系数大约是 0.16, 因此传统的工艺很难在 YAG 单晶中实现均匀的高浓度掺杂<sup>[2]</sup>. 现有的高光学质量的单晶 Nd:YAG 中 Nd<sup>3+</sup> 浓度不超过 1.3%, 并且当 Nd<sup>3+</sup> 离子浓度超过 4% 时就很难实现激光输出. 采用新型纳米陶瓷制备技术制备的 Nd:YAG, 其光谱性质和光学性能和单晶几乎等同<sup>[3]</sup>, 并且能够实现 YAG 中 Nd<sup>3+</sup> 离子的均匀掺杂并大幅度提高其掺杂浓度. 目前, Nd:YAG 透明陶瓷的相对理论密度已达到 99.9999%, 相比于用传统方法生长的 Nd:YAG 单晶, 显微硬度高 10%, 断裂刚度强 5 倍. J. Lu 等人已经证明了在 100 W 左右的激光输出中, Nd:YAG 陶瓷激光器的斜率效率要比相同掺杂浓度, 相同尺寸的 Nd:YAG 单晶高<sup>[4]</sup>. 国际上 Nd:YAG 陶瓷激光器的输出功率已经达到 67 kW<sup>[5]</sup>.

另外一种非常有前途的新材料是 Nd:YSAG. Nd:YSAG 是在 YAG 的基础上加入 Sc<sup>3+</sup>, 用 Sc<sup>3+</sup>

来取代八面体的 Al<sup>3+</sup>. 由于 Sc 原子的半径比 Al 原子的半径大, 所以当 Sc<sup>3+</sup> 进入晶格后会使得原来 YAG 晶格膨胀. 因此, 更多的 Nd<sup>3+</sup> 离子能够进入 YSAG 的晶格, 因此能在 YSAG 里面实现更高的离子掺杂. 高掺杂可使固体激光介质更薄, 实现更高的冷却效率, 减少光学失真和热应力, 从而有利于光束质量的提高. 相比于 Nd:YAG, Nd:YSAG 的荧光发射强度、发射谱宽和荧光寿命都有不同程度的提高<sup>[6-7]</sup>. 因此, Nd:YSAG 非常适合于作为短脉冲薄片激光器的工作介质. 最近, Yoichi Sato 等人报道了 10 ps 的超短脉冲被动锁 Nd:YSAG 陶瓷激光器<sup>[8]</sup>. 因此, Nd:YSAG 透明陶瓷在薄片激光器和高功率小型化激光器里有非常重要的应用.

我国在 Nd:YAG 透明陶瓷激光方面已经进行了大量的理论和实验研究工作<sup>[9-12]</sup>, 但激光实验大多采用的是进口激光陶瓷. 2006 年, 离子掺杂浓度为 1% 的国产棒状 Nd:YAG 多晶陶瓷研制成功, 并获得了 1W 的连续激光输出.<sup>[13]</sup> 本文对国产透明陶瓷薄片的光学和激光性能进行了研究, 首先介绍了国产 Nd:YAG 和 Nd:YSAG 透明陶瓷的制作方法和光谱性能, 然后重点研究了端面泵浦、平-平腔结构的 Nd:YAG 和 Nd:YSAG 薄片激光器的激光特性, 最后对两种激光陶瓷材料进行了比较.

## 1 透明陶瓷的制备和光谱性能

### 1.1 Nd:YAG 透明陶瓷的制备和光谱性能

国产 Nd:YAG 透明陶瓷的制作方法如下: 以纯度为 99.99% 的商业  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、共沉淀法自制

\* 上海市科委项目(07DJ14001)资助

Tel: 021-69918629 Email: ch0150@hotmail.com

收稿日期: 2007-09-10

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉体为原料,以分析纯正硅酸乙酯(TEOS)为烧结助剂,混合粉料按照 Nd<sup>3+</sup> 掺杂浓度进行配比.以无水乙醇为介质,用行星式球磨机混合粉料.混合浆料干燥后过 80 目筛,用钢模在 30MPa 的压强下压制,再用 200 MPa 的压强进行冷等静压.用真空炉对压制好的素坯以 200℃/min 的速率升高到 1750℃,然后保温 6 h,得到透明 Nd:YAG 样品.

图 1 是国产 Nd:YAG 的荧光谱线,可以看到最高的发射峰在 1 064 nm 附近.图 2 是室温下该陶瓷片的透射谱线.该透明陶瓷的荧光谱线和透射谱线同单晶 Nd:YAG 基本一致,从而表明国产 Nd:YAG 陶瓷的光学性能和单晶已经非常接近,可望实现激光输出.

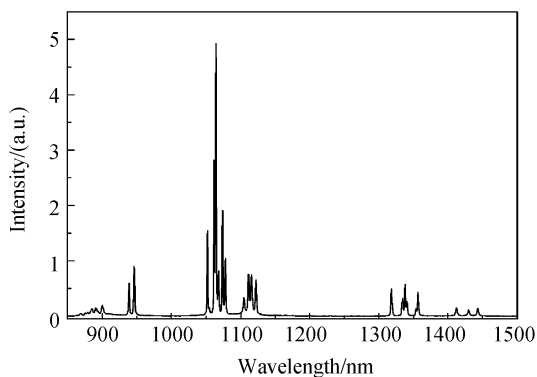


图 1 Nd:YAG 陶瓷的荧光谱  
Fig. 1 Fluorescent spectra of the Nd:YAG ceramic

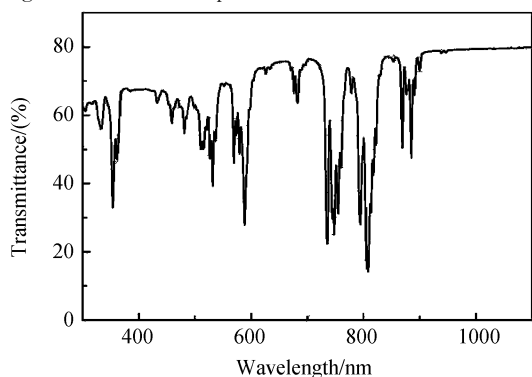


图 2 Nd:YAG 陶瓷的透射谱线  
Fig. 2 Transmission spectra of the Nd:YAG

## 1.2 Nd:YSAG 透明陶瓷的制备和光谱性能

同 Nd:YAG 陶瓷的制备方法不同,掺 Nd 的 YSAG 陶瓷是用燃烧法制备的.采用氧化钇、硝酸铝、氧化钆、氧化铈、甘氨酸为原料,通过适当的比例混合后,将含有 Y<sup>3+</sup>、Al<sup>3+</sup>、Sc<sup>3+</sup> 和 Nd<sup>3+</sup> 的混合溶液经过搅拌,燃烧得到 Nd:YSAG 的粉体,再经过干压、静压成型制备出 YSAG 的陶瓷素坯.然后把样品放在 1 000℃ 的环境下预烧结,再放入氢气炉中,1 800℃ 下烧结 6~12 h,即可得到透明 Nd:YSAG 陶瓷.

图 3 是室温下 Nd:YSAG 陶瓷薄片的透射谱线,可见其存在许多吸收峰,最强吸收在 808 nm 附近,说明可以用波长为 808 nm 的半导体激光器泵浦.不同掺杂浓度 Nd:YSAG 透明陶瓷和 Nd:YAG 透明陶瓷的荧光寿命的比较见图 4,两种材料的荧光寿命都随着掺杂浓度的增大而下降.但是,在相同掺杂浓度下 Nd:YSAG 的荧光寿命要比 Nd:YAG 的荧光寿命长.

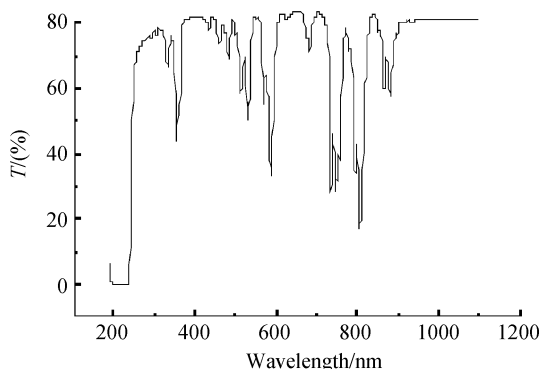


图 3 Nd:YSAG 陶瓷的透射谱线  
Fig. 3 Transmission spectra of the Nd:YSAG ceramic

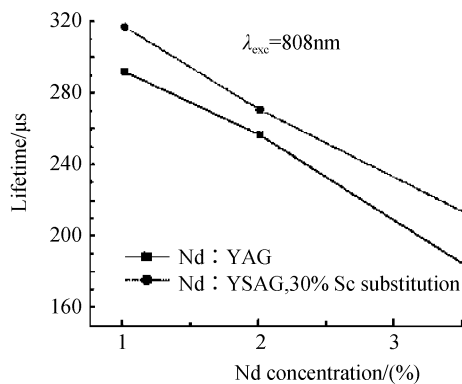


图 4 不同浓度时 Nd:YAG 陶瓷和 Nd:YSAG 陶瓷的  
发<sup>4</sup>F<sub>3/2</sub> 光寿命  
Fig. 4 Dependence of lifetime of <sup>4</sup>F<sub>3/2</sub> on the Nd concentration  
in Nd:YAG and Nd:YSAG ceramics

## 2 国产掺 Nd<sup>3+</sup> 陶瓷薄片的激光性能研究

### 2.1 实验装置

Nd:YAG 和 Nd:YSAG 透明陶瓷薄片的激光实验装置如图 5,为端面泵浦的平-平腔结构.实验在室温下,并未对陶瓷薄片采用制冷措施.采用中心波长约为 808 nm 的光纤耦合输出的半导体激光器(LD)作为泵浦源,光纤芯径 200 μm,数值孔径 0.22;通过透镜耦合系统后,泵浦光聚焦到激光介质中进行端面抽运,泵浦光在激光陶瓷中的光斑直径约为 60 μm.一对 808 nm 高透、1 064 nm 高反的双色片作为前腔镜,OC 为后腔镜,对 1 064 nm 有一定的透过率,用于输出激光.该平-平腔结构薄片激光器的腔长约为 7 mm.实验中,为了将未被吸收的剩

余泵浦光滤除,在激光器的输出端,采用一 808 nm 高透,1 064 nm 高反的 45°分光镜分光.

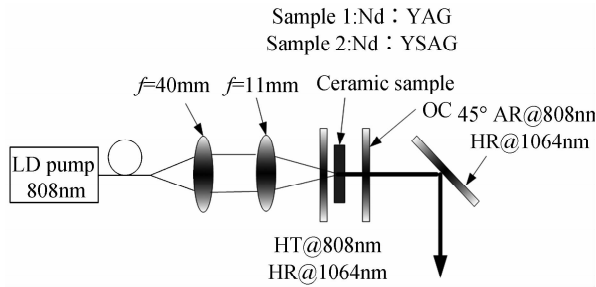


图5 实验装置示意

Fig. 5 Schematic diagram of the experimental setup

## 2.2 Nd:YAG 陶瓷薄片的激光性能

实验中,采用的国产 Nd:YAG 陶瓷薄片的尺寸为  $\varphi 16.28 \text{ mm} \times 2.2 \text{ mm}$ 、离子掺杂浓度为 2%. 该薄片两面均未镀膜,对泵浦光的吸收效率约为 81%. 通过采用上述激光实验装置,得到了连续的激光输出. 激光光谱如图 6,中心波长在 1 062.4 nm,半高全宽为 0.89 nm. 为了优化实验结果,后腔镜 OC 采用透过率分别为 3%、3.9%、6%、10% 的输出镜进行对比实验. 实验中,随着后腔镜透过率的增大,腔损耗也随之增加,激光的泵浦阈值功率由 0.267 W 提高到 0.435 W. 图 7 是不同透过率输出

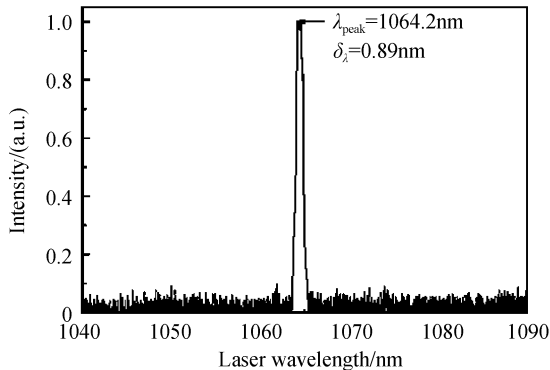


图6 Nd:YAG 陶瓷的输出激光谱线

Fig. 6 Emission spectra of the Nd:YAG ceramic laser

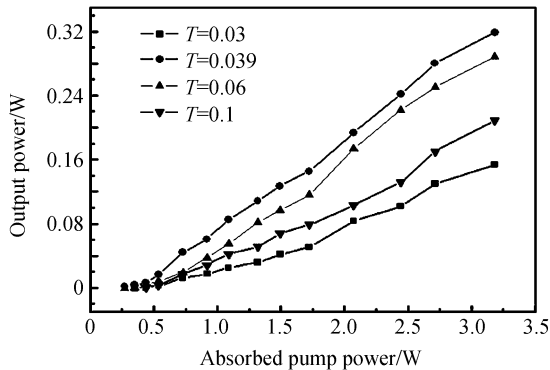


图7 不同输出镜参量时的 Nd:YAG 陶瓷激光输入-输出曲线

Fig. 7 Output power of the Nd:YAG ceramic laser emission versus the absorbed pump power for different transmissions

镜下的激光功率曲线. 在输出镜透射率为 3.9%, 吸收的泵浦功率为 3.18 W 时,该 Nd:YAG 薄片激光器的输出功率达到最大为 0.319 W,光光效率为 10.05%,斜率效率 11.15%.

## 2.3 Nd:YSAG 陶瓷薄片的激光性能

在 Nd:YSAG 薄片的激光实验中,国产 Nd:YSAG 的尺寸为  $\varphi 12 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ ,离子掺杂浓度为 4%,双面均镀增透膜. 其对泵浦光的吸收效率约为 64%. 图 8 是该激光器的输出激光光谱图,中心波长在 1 063.8 nm,半高全宽为 1.6 nm. 实验中,采用了透过率分别为 3%、3.9%、6%、10%、16.6% 的输出镜,均得到了连续的激光输出,相应的泵浦阈值功率由 0.345 W 提高到 1.03 W,输出功率曲线如图 9. 在输出镜透过率为 10%,泵浦功率为 1.96 W 时,得到的最大激光输出功率为 0.356 W,光光效率 18.2%,斜率效率 23.2%.

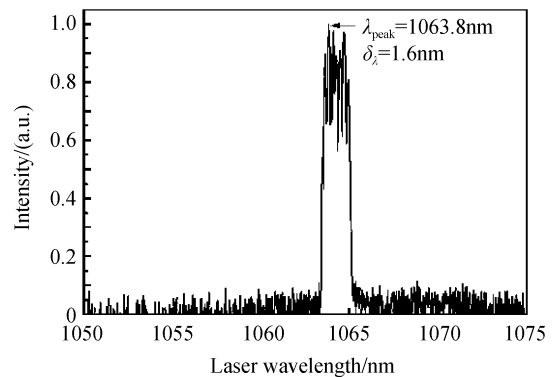


图8 Nd:YSAG 陶瓷的输出激光谱线

Fig. 8 Emission spectra of the Nd:YSAG ceramic laser

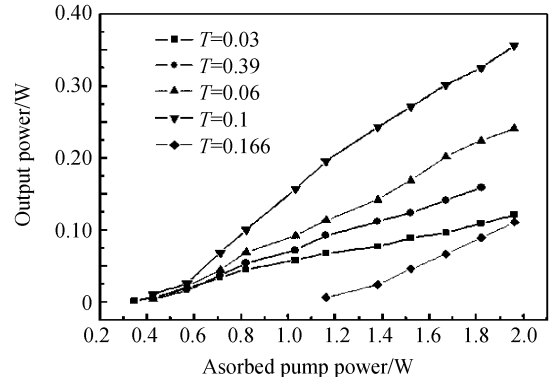


图9 不同输出镜参数时的 Nd:YSAG 陶瓷激光输入-输出曲线

Fig. 9 Output power of the Nd:YSAG ceramic laser emission versus the absorbed pump power for different transmissions

## 2.4 讨论

对于两种新型国产掺 Nd<sup>3+</sup> 陶瓷薄片,采用端面泵浦方式,均实现了连续激光输出,随着泵浦功率的增大,输出激光的功率基本上线性增加. 通过对比 Nd:YAG 和 Nd:YSAG 的实验结果,可以看出,采用对薄片镀增透膜的方法可有效减少腔损耗,采

用掺杂浓度更高、更薄的陶瓷薄片介质可明显降低激光器的阈值。此外,对于薄片激光器来说,由于介质内的泵浦功率密度比较大,产生的热堆积也相应增大,激光高能级粒子数反转就更加困难,因此,若对薄片介质进行冷却,将会有效降低激光器的阈值和提高转换效率。

对于薄片激光器来说,相比于 Nd:YAG 陶瓷,由于在 Nd:YSAG 陶瓷中能够实现更高浓度的掺杂,并且其荧光寿命和荧光发射强度均提高不少,因此,在 Nd:YSAG 陶瓷激光器中更加容易获得较高的激光转换效率。本文实验已经充分证明了这一点,从而表明 Nd:YSAG 陶瓷薄片在小型化固体激光器中将具有明显优势。对比图 8 和图 6, Nd:YSAG 的激光谱宽比 Nd:YAG 的谱宽稍宽,这是因为 Nd:YSAG 的荧光谱线较宽的原因。从另外一个角度看,相比于 Nd:YAG 陶瓷, Nd:YSAG 陶瓷则更加适合于作为短脉冲激光器的工作介质。

### 3 结论

报道了国产 Nd:YAG 和 Nd:YSAG 透明陶瓷的光学和激光性能。以半导体激光器端面泵浦两种新型国产陶瓷薄片,在平-平腔结构的激光器中,均实现了理想的连续激光输出,这表明我国在新型透明激光陶瓷制备方面取得较大进展。通过对比实验,可以看出,这种新型 Nd:YSAG 陶瓷材料在高功率小型化和薄片激光器中有比较大的应用潜力。

#### 参考文献

- [1] UEDA K, BISSON J-F, YAGI H, *et al.* Scalable ceramic lasers [J]. *Laser Physics*, 2005, **15**(7): 927-938.
  - [2] LI Xia, LIU Hong, WANG Ji-yang, CUI Hong-mei, *et al.* Progress in transparent polycrystalline aluminum-yttrium garnet laser ceramic [J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2004, **32**(4): 485-506.
  - [3] QI Yun-feng, ZHU Xiao-lei, LOU Qi-hong, *et al.* Nd:YAG ceramic laser obtained high slope-efficiency of 62% in high power applications [J]. *Opt Express*, 2005, **13**(22): 8725-8729.
  - [4] LU J, YAGI H, TAKAICHI K, *et al.* 110W ceramic Nd<sup>3+</sup>:Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> laser [J]. *Appl Phys B*, 2004, **79**(1): 25-28.
  - [5] <http://www.llnl.gov/nif/psa/sshel.html>.
  - [6] FENG Tao, SHI Jian-lin, CHEN Ji-yang, *et al.* Fluorescence emission enhancement of transparent Nd:YSAG ceramics by Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub> doping [J]. *JOSA B*, 2005, **22**(10): 2134-2137.
  - [7] FENG Tao. Synthesis and greatly enhanced fluorescence emission of transparent Nd-doped Y<sub>3</sub>Sc<sub>x</sub>Al<sub>5-x</sub>O<sub>12</sub> ceramic [J]. *Journal of Material Research*, 2005, **20**(9): 2322-2327.
  - [8] SATO Y, SAIKAWA J, TAIRA T, *et al.* Characteristics of Nd<sup>3+</sup>-doped Y<sub>3</sub>ScAl<sub>4</sub>O<sub>12</sub> ceramic laser [J]. *Optical Material* 2007, **29**(10): 1277-1282.
  - [9] LUO Zhi-hui, HE Jun-fang, WANG Min-qiang, *et al.* Spectral property of ZnSe/SiO<sub>2</sub> semiconductor quantum dots glass [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2007, **36**(3): 471-475.
  - [10] CHEN Hui-ting, LOU Qi-hong, DONG Jing-xing, *et al.* Angular distribution and pulse compression of stimulated raman scattering in Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> crystal [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(9): 1285-1288.
  - [11] ZHANG Hong-wei, YANG Qiu-hong, XU Jun, *et al.* Spectroscopic characteristics of Yb<sup>3+</sup>-doped yttrium lanthanum oxide transparent laser ceramics [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2007, **36**(2): 286-289.
  - [12] ZHAO Dong-yang, SHI Shun-xiang, LI Jia-li, *et al.* A new method for controlling optical length of ring laser [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(10): 1445-1448.
  - [13] LI Jing-dong, JIANG Ben-xue, PAN Yu-bai, *et al.* Laser output from china-made Nd:YAG ceramic [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2006, **33**(6): 864-864.
- 李劲东,姜本学,潘裕柏,等. 国产 Nd:YAG 陶瓷获得激光输出 [J]. *中国激光*, 2006, **33**(6): 864-864.

## Optical Performance of China-made Nd<sup>3+</sup>-doped Ceramic Disk

CAI Hong<sup>1,2</sup>, ZHOU Jun<sup>1</sup>, FENG Tao<sup>3</sup>, ZHANG Jian<sup>3</sup>, QI Yun-feng<sup>1</sup>, LOU Qi-hong<sup>1</sup>,  
JIANG Dan-yu<sup>3</sup>, AN Li-qiong<sup>3</sup>, WANG Shi-wei<sup>3</sup>, DONG Jing-xing<sup>1</sup>, WEI Yun-rong<sup>1</sup>

( 1 *Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China*)

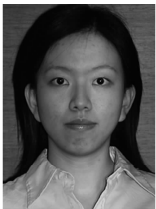
( 2 *Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

( 3 *Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China*)

Received date: 2007-09-10

**Abstract:** The optical performances of China-made Nd : YAG and Nd : YSAG ceramic disks were studied. The fabrication and spectra properties of Nd : YAG and Nd : YSAG transparent ceramic were introduced. For Nd : YAG ceramic disk laser, the laser output with a central wavelength of 1 064. 2 nm and a Full Width Half Maximum (FWHM) of 0. 89 nm was achieved. The maximum output power was 0. 319W with laser threshold of 0. 267 W. For the novel Nd : YSAG ceramic laser, which has the prolonged fluorescence lifetime and can achieve high-level doping, the laser central wavelength was 1 063. 8 nm , and the FWHM was 1. 6 nm. The maximum output power was 0. 356W with slope efficiency of 23. 2%. The results demonstrate that China-made Nd : YSAG ceramic is suitable for short-pulse microchip laser.

**Key words:** Lasers; Ceramic laser; China-made ceramic disk; Nd : YAG and Nd : YSAG



**CAI Hong** was born in 1982. She received her B. S. degree from Southchina Normal University in 2005. Now she is a postgraduate student at Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, CAS, and her major research interests focus on solid-state laser and ceramic laser.