



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 90107021.1

[51] Int.Cl<sup>5</sup>

C30B 29/28

[43] 公开日 1992年2月26日

[22] 申请日 90.8.17

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所  
地址 130022 吉林省长春市斯大林大街 109 号

[72] 发明人 于亚勤

[74] 专利代理机构 中国科学院长春专利事务所  
代理人 曹桂珍 宋天平

H01S 3/16

说明书页数: 3

附图页数:

[54] 发明名称 双掺新激光晶体

[57] 摘要

本发明属于新激光晶体材料,在 YAG 晶体中共掺杂  $\text{Er}^{3+}\text{Pr}^{3+}$  在低浓度  $\text{Er}^{3+}$  存在下,通过交叉弛豫导通  $\text{Er}^{3+}$  的激光终态  ${}^4\text{I}_{13/2}$  能级,最后得到室温下  $2.93\mu\text{m}$  的激光输出。

<07>

## 权 利 要 求 书

---

1、一种新激光晶体材料，其特征在于在YAG:Er的组成中掺杂加进Pr<sup>3+</sup>，形成新的组成为：YAG:(Er<sup>3+</sup>Pr<sup>3+</sup>)各成分配比为：Y<sub>3-x-y</sub>Er<sub>x</sub>Pr<sub>y</sub>，可变范围X:0.6~1.2，Y:0.01~0.05，不改变已有工艺条件，在Er<sup>3+</sup>低浓度下，可得到室温下2.93 μm的激光输出。

双掺新激光晶体

本发明属于新激光晶体材料。

YAG : ( Er · Pr ) 激光工作物质输出波长为 $2.93 \mu\text{m}$ ，可广泛应用于现代医疗、军事通讯和各个科技领域中。它在大气中损耗低，人体组织对 $2.93 \mu\text{m}$ 激光的吸收强烈，因此可作为激光外科手术刀，生物技术，光激活介质和表面处理，红外全息光参量振荡器的光源和海、陵、空三军测距、通讯等方面。

YAG : Er激光晶体自1965年L. F. JohnSon等问世以来，苏联、美国等先后在晶体生长、光谱机理和激光性能方面进行了广泛研究，但尚未达到实际应用。其主要原因是由于未能解决 $\text{Er}^{3+}$ 的自终态跃迁。因为 $\text{Er}^{3+}$ 离子的激光上能级 ${}^4\text{I}_{13/2}$  ( 0.11 ~ 0.8ms ) 比下能级 ${}^4\text{I}_{13/2}$  ( 5 ~ 6.5ms ) 荧光寿命短，这就导致激光振荡只发生在抽运脉冲的前沿，然而由于下能级 ${}^4\text{I}_{13/2}$ 粒子的堆积而阻塞激光发射，出现自终态 ( self-termination transitions ) 跃迁或称自饱和跃迁 ( self-saturating transitions ) 因此不可能有效的利用 $\Delta t = 1$ 毫秒的泵浦能量，使激光输出下降影响了在实际中的应用。

本发明的目的是在晶体中共掺错，在YAG晶体共掺杂 $\text{Er}^{3+}$  -  $\text{Pr}^{3+}$ ，在低浓度 $\text{Er}^{3+}$ 的存在下，通过交叉驰豫可以导通 $\text{Er}^{3+}$ 的激光终态 ${}^4\text{I}_{13/2}$ 能级，达到降低阈值，提高激光效率的目的。

具体实验如下过程：将9.99%的稀土氧化物 (  $\text{Er}_2\text{O}_3$   $\text{Y}_2\text{O}_3$  )

用纯 $\text{HNO}_3$ 溶解过滤，用去离子水稀释，并加热，再用事先经分级结晶提纯的饱和草酸溶液沉淀，静止数小时后抽吸过滤、烘干、在 $900^\circ\text{C}$ 烧成氧化物。然后将稀土氧化物氧化铝在 $900^\circ\text{C}$ 烧数小时后按化学计算配比称量，混合24—36hr压成坯料，高温灼烧，用电阻炉提拉法生长晶体，提拉速度为 $1.5\sim 2\text{mm/hr}$ ，得到的毛坯在 $\text{CO}_2$ 气氛 $1300^\circ\text{C}$ 退火48hr，切棒抛光。

该晶体材料的组成为：

$\text{Y}_{3-x-y}\text{Er}_x\text{Pr}_y\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 可变范围 $X: 0.6\sim 1.2$   $Y: 0.01\sim 0.05$ 。

利用平—平腔，腔长350mm，腔镜在 $2.9\mu\text{m}$ 反射率为 $R_1=96\%$ ， $R_2=78\%$ 聚光筒长100mm，灯的外径为 $\phi 8\text{mm}$ ，放电间距为100mm，最大输入电能为288，输出为36mj，输出激光波长为 $2.93\mu\text{m}$ 。

YAG： $(\text{Er}^{3+}, \text{Pr}^{3+})$ 晶体在 $\text{Er}^{3+}$ 低浓度情况下，可以得到室温下 $2.93\mu\text{m}$ 的激光振荡。

在晶体中共掺杂离子有两个作用，一是周围晶场对自由离子能级劈裂的影响，另一个是激活离子与共掺离子间的能量转移和敏化。

本发明的特点：1) 共掺镨，对导通 $\text{Er}^{3+}$ 激光下能级 $^4\text{I}_{13/2}$ 取得了突破性的进展，2) 由于 $\text{Er}^{3+}$ 能级结构关系，通常要提高 $\text{Er}^{3+}$ 浓度( $>40\text{at}\%$ )或者加入昂贵的去激活剂( $\text{Tm}^{3+}$ )和敏化剂( $\text{Cr}^{3+}$   $\text{Yb}^{3+}$ )等，才会得到 $2.93\mu\text{m}$ 的激光，本发明在 $\text{Er}^{3+}$ 浓度为20 at%左右均可以得到 $2.93\mu\text{m}$ 激光输出。 $\text{Pr}^{3+}$ 在紫外区( $320\sim 360\text{nm}$ )有一很强的吸收带，会更有效的吸收泵浦能量，因而会降低阈值提

高激光效率。3) 不需要改动已有YAG晶体生产工艺条件，就可以得到光学质量优异的晶体。4)  $\text{Pr}^{3+}$  具有资源丰富，易得高纯，价格便宜等特点。

YAG: ( $\text{Er}^{3+}$   $\text{Pr}^{3+}$ ) 晶体在 $\text{Er}^{3+}$ 低浓度情况下，可以得到室温下 $2.93\ \mu\text{m}$ 的激光振荡，该波长被生物组织强烈吸收，对正常细胞损伤小，光源利用率高，可以用作比YAG:  $\text{Nd}^{3+}$ 更优越的激光手术刀，另外YAG: ( $\text{Er}^{3+}$ ,  $\text{Pr}^{3+}$ ) 激光是红外光纤的理想光源，在军事通讯、测距、医疗和科技方面的应用开创了更广阔的前景，在许多领域中可能取代目前应用最广泛的YAG:  $\text{Nd}^{3+}$ 激光晶体。

本发明提供的实施例如下：

实施例1：

组成 $\text{Y}_{2.22}\text{Er}_{0.75}\text{Pr}_{0.03}\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ，总重量配制500g，拉出毛坯重402g ( $\phi 27.3 \times 130\text{mm}$ )，晶体的颜色为棕褐色，切出 $\phi 5 \times 50\text{mm}$ 激光棒。利用平—平腔，腔长为350mm腔镜在 $2.9\ \mu\text{m}$ ，反射率为 $R_1=96\%$ ， $R_2=78\%$ 聚光筒长100mm，灯的外径为 $\phi 8\text{mm}$ ，放电间距为100mm，最大输入电能为288，输出为36mj，输出激光波长为 $2.93\ \mu\text{m}$ 。

实施例2：

组成 $\text{Y}_{2.4}\text{Er}_{0.6}\text{Pr}_{0.02}\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ，配制拉坯，测试条件同实施例1。输出激光波长为 $2.93\ \mu\text{m}$ 。

实施例3：

组成 $\text{Y}_{1.8}\text{Er}_{1.2}\text{Pr}_{0.05}\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ，配制拉坯，测试条件同实施例1，输出激光波长为 $2.93\ \mu\text{m}$ 。