

# 美国 Nd:YAG 的生产概况

## ——赴美考察后记

翟清永

我作为北方工业公司激光晶体考察组的成员于5月中旬赴美,在美国东、西两部考察和参观了25天。我们考察组的任务是通过对八三年激光电光展览会的参观及与有关厂方人员的交谈了解美国目前YAG的生产、加工、检验状况,及某些新激光晶体的情况,在可能的情况下,争取实地参观生产YAG的公司的生产线,以便与国内YAG的生产情况进行比较,找出差距和改进措施。

在激光电光展览会上,我们看到了 Union Carbide 公司, Allied 公司和 Material Progress 公司的展品,并和他们的技术人员进行了交谈。激光电光会议后,我们参观了 Airtron 公司的 Morris Plains 部分,而没能参观 Airtron 公司在西雅图的生产部分。据介绍,西雅图部分有50台炉子用于生产YAG。通过这些参观和交谈,我们对目前美国YAG生产情况有了一定的了解。当然,所看到和听到的只是已公开了的一些片面情况。根据这些片面材料不可能进行什么评述。但将所看到的情况总结和介绍一下,对国内YAG方面的工作也许还是有益的。

### 一、生产和销售情况

据我们了解,美国生产YAG的公司主要有 Airtron 公司, Union Carbide 公司, Allied 联合化学公司人工晶体部和 Material Progress 公司。前两个公司的人员和设备较多,后两个公司较小。

Airtron 公司是 Litton 公司的子公司,是目前美国生产YAG最大的公司。设在 Morris Plains 的是其晶体的研究部和微波元件车间,生产YAG的部分已迁到西雅图。这是因为西雅图的电费较低。这家公司的主要产品有 YAG, GGG, YIG, GaAs, KTP 和 YIGaG。也生产光学元件,微波器件。另外,还利用晶体的废料制成首饰出售。

Union Carbide 公司电子部是美国生产YAG的另一家大公司,其主要产品有 YAG, GGG, LiNbO<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等。这家公司较保守,不同意我们去参观。但据参观过该公司的人介绍,生产和加工设备不如 Airtron 先进。

Allied 联合化学公司人工晶体部设在 North Carolina 的 Charlotte。人员和设备比前两家

公司少。据说，其晶体质量也不及前两家公司。其产品是YAG, GGG 和某些磁性薄膜（如 La:YIG）等。

Material Progress公司更小。它设在加州的Santa Rasa, 是近几年才成立的小公司。据说产品质量不及前两家公司, 但正在向台湾转让技术。

从在激光光电展览会上的情况看, 目前仍没有更好的激光材料能全面代替 YAG。虽然, 八一年问世的金绿宝石激光器由于加工方面的特长, 特别是打孔的效率, 对某些材料而言, 优于 YAG, 正在受到更大的注意, 但Nd:YAG激光器在固体激光器领域内仍占领先地位。据估计Nd:YAG的销售额在下一个十年中平均每年将增长10%。表1是我们看到的一份各类激光器在不同使用领域内的销售额的比较。表中的数据不包括华约集团的销售情况。

表1 各类激光器在不同使用方面的销售额(单位: 1000美元)

	HeNe	离子	染料	CO <sub>2</sub>	固体	二极管	其它
材料加工	0	230	0	41,800	23,000	0	140
农业/建筑	1,200	0	0	0	0	1,430	0
度量	3,500	3,240	900	300	300	1,200	210
研究和发	1,300	15,720	12,000	7,100	30,000	1,000	9,400
POS扫描	800	0	0	0	0	0	0
无冲击印刷/静电印刷	6,600	105,000	0	0	0	770	3,100
制版/薄膜曝光	8	1,200	0	420	80	0	0
色分离	6	9,300	0	0	0	0	15
排字	130	0	0	0	0	0	0
录像盘/录音盘	332	600	0	0	0	250	0
光通讯	15	0	0	0	0	7,500	0
诊断	700	3,100	0	0	0	0	0
治疗	490	7,800	180	6,380	1,340	30	0
记入/显示	700	1,900	250	0	0	0	0
战术军用	0	0	0	0	120,000	4,000	0
总计	15,781	53,590	13,330	56,000	174,720	16,180	12,865

从表1的统计可以看出, 在总的销售额方面, 固体激光器是遥遥领先的, 而且它主要是用于军事方面。前面已经提到, 在固体激光器领域内, Nd:YAG激光器是属于领先地位的。由此可见, Nd:YAG仍是有生命力的激光材料, 从市场情况看, 虽然由于近几年来, 成立

了一些小的公司，YAG 的供不应求现象已明显改变，通常提出要求后，两周内即可供货，各家公司竞争激烈。但由于需求量仍在增加，作为商品，至少在近几年内YAG 仍具有较强的生命力。

## 二、Nd:YAG 的生长

### 1. 原料问题

美国各公司使用的稀土氧化物都是从日本和挪威进口的，据说，日本和挪威均是从我国购进然后转手。Airtron公司的负责人讲， $Y_2O_3$  的价格为每公斤300多美元，而 $Nd_2O_3$  为400多美元。原料的纯度为99.999%。质谱仪分析的杂质含量如表2所述。

表2 Airtron和Union Carbide公司用 $Y_2O_3$  的杂质含量\*

杂质种类	含 量	杂质种类	含 量
$La_2O_3$	<0.3ppm ( <0.3ppm)	$Tm_2O_3$	<0.3ppm ( <0.1ppm)
$Ce_2O_3$	<0.3ppm ( <0.02ppm)	$Yb_2O_3$	<0.5ppm ( <0.2ppm)
$Pr_6O_{11}$	<0.1ppm ( <0.1ppm)	$Ln_2O_3$	<0.3ppm ( <0.3ppm)
$Nd_2O_3$	<0.3ppm ( <0.4ppm)	Fe	<5.0ppm ( <1.0ppm)
$Sm_2O_3$	<0.3ppm ( <0.01ppm)	Cu	<0.5ppm ( <0.5ppm)
$Eu_2O_3$	<0.1ppm ( <0.1ppm)	Si	<10.0ppm ( <10.0ppm)
$Gd_2O_3$	<1.0ppm	Ca	<10.0ppm ( <10.0ppm)
$Tb_4O_7$	<0.5ppm ( <0.1ppm)	Cr	( <1.0ppm)
$Dy_2O_3$	<0.5ppm ( <0.2ppm)	Mg	( <1.0ppm)
$Ho_2O_3$	<0.5ppm ( <0.1ppm)	Mn	( <1.0ppm)
$Er_2O_3$	<0.5ppm ( <0.1ppm)	Ni	( <1.0ppm)

\*加括号的数字是Union Carbide用新质谱仪分析的结果。

由于使用的质谱仪的分析灵敏度不同，无法将上述分析结果与国产原料比较。但西南技术物理所提纯组提纯后的 $Y_2O_3$  (应化所的分析结果)除Si的含量略高外，其它杂质含量均不高于表2所列数据。

### 2. Nd:YAG的生长技术

据我们了解，上述四家公司的Nd:YAG均是采用凸界面生长。为了保证激光棒的光学均匀性(主要是干涉图)，他们都采用大坩锅，生长大直径的晶锭。展览会上展出的晶锭直径为2~3英寸。Airtron公司目前大量生产的是直径为2英寸的晶锭。但该公司人士介绍说，他们正在设法把它增大到3英寸。

各家公司使用的单晶炉都是感应加热的。我们看到的Airtron公司的炉子是玻璃钟罩式

炉膛，炉体转动和拉引系统均很轻巧，感应圈是单层的，圈数为9~10匝。保温罩用 $ZrO_2$ 和 $Al_2O_3$ 混合烧结而成，保温罩上设有观察孔。此外，还有一套光学装置，利用这套装置可以清晰地观察到晶锭外形，界面情况和熔体表面的液流花纹，并用于晶锭直径的自动控制。加热电源和晶锭直径控制系统均能长期稳定地工作。

籽晶的转速约20转/分（晶锭直径~2英寸，生长周期为2~3周。从晶锭长度估计其提拉速度小于0.5毫米/小时。坩锅不旋转。炉膛气氛为流动 $N_2$ 。很明显，采用流动气氛对减少散射颗粒而言是有益的。

坩锅材料是铍，直径与高度比为1，据此，可以估计出他们的投料量。

另一个感兴趣的问题是晶体生长的成功率为多少。我们曾询问过Airtron公司的负责人，他们的答复是50%，如真是如此，那么其成功率并不显著地高于国内的研究所和某些工厂。因为国内在水、电的供应和控制仪器的稳定等方面远不及美国，如扣除这些因素的影响，仅就晶体生长技术而言，我们的成功率就不比Airtron公司低。我们还可以从设备数量和销售额来估计Airtron公司的产品合格率。据该公司负责人介绍，Nd:YAG去年的销售额为1200万美元，如平均每支售价1000美元（ $\phi 5 \times 60$ 毫米激光棒的大约价格），则销售量为12000支，平均每月为1000支。按50台炉子计，每台炉子每月约售20支。考虑到去年YAG的供应情况并不是供过于求，因此，可以估计设备的开工率是足的，每台炉子一月可出1~1.5炉，而按Airtron公司取棒情况看，每段晶锭（ $\phi 50$ 毫米左右）可取 $\phi 5$ 的激光棒30支，每炉可切两段长约60毫米的晶锭。如果这样来估计其产量，而从产量与实售量的比来大致推算合格率，则可看到Airtron公司激光棒的合格率也并不高。

### 三、晶体加工技术

在YAG激光棒的加工方面，值得介绍的是其激光棒的钻取技术。美国已不再使用先切成方棒然后滚圆的工艺，而是从合格的晶锭直接用空心钻头钻取圆棒。这样可以显著提高截面利用率，而且易于保证激光棒的光学均匀性。我们曾看了Airtron公司钻棒后剩下的蜂窝煤状的框架。从钻孔的分布情况可以看出晶锭的横截面应力分布。它具有典型的凸界面生长晶体的三度对称性，有大致相等的三块较大的应力均匀区，其中间有三块较小的均匀区。每个大区有13个大约 $\phi 6$ 的孔，而小区有7个 $\phi 6$ 的孔。估计这是钻的 $\phi 5$ 的棒。中心应力区的直径大约有12毫米，而晶锭的直径约为50毫米。另一段框架上钻有 $\phi 5 \sim \phi 8$ 的孔，在大孔附近有较大的未利用区。看来是根据应力分布的具体情况，在保证均匀性的条件下尽量钻取粗棒。

钻头是不锈钢管制成，其一端粘有5~8长毫米的天然金刚石粉，另一端与一特殊设计的接头焊接，接头可装在钻床上，并设有冷却水的接头。冷却水由此进入钻管，利用水的压力将钻屑冲出。钻头粘金刚石部分的厚度约0.5~1.0毫米。据生产这种钻头的公司讲，可以使这一厚度降到0.2毫米。钻头的寿命约200次（显然和钻取长度有关）。用这种钻头可以钻取100毫米以上的激光棒。我们在展览会上还看到了几种用于磨圆棒的外圆柱磨床，其结构类似于国内一般的研磨机，磨盘上开有许多V形槽。从本质上讲，这不过是自动化的磨圆装置罢了。

在激光棒端面的加工方面，Airtron公司也基本上是手工操作。所不同的是夹具，可以同时加工几支，在加工过程中使用小型干涉仪进行检验。

另一值得介绍的是美国在晶体和一些光学元件的加工中，使用了金刚石刀具车床。它可用于加工金属，塑料以及一些单晶材料，如锗、硅、硫化锌、碲酸锂、碘化铯、KDP和溴化钾等。配以微机控制系统，可以用来加工平面、球面、抛物面、柱面和其它形状的表面。光洁度可达到光学要求而无需任何抛光。Pneumo Precision公司在展览会上展出了这类产品及其加工出的各种光学元件。

#### 四、新的 固 体 激 光 材 料

这一节将简单的介绍以下在展览会上看到的几家主要生产材料公司正在试制的新材料。

在展览会上Apollo公司展出了金绿宝石激光器。其波长可调(700~825毫米)，单脉冲输出能量为750毫焦。由于波长短，脉冲尖，在打孔方面优于YAG的1.06微米光。表3是金绿宝石和YAG激光器打孔效果的比较(脉冲能量为1焦耳)。

表3 金绿宝石和YAG打孔效果的比较

(引自J.T.Puglis et al, Laser Application, 1983(May), P.67.)

材 料	单脉冲冲击( $\times 10^{-3}\text{mm}^3$ ) <sup>*</sup>		打 孔 锥 度 <sup>**</sup>			
	金 绿 宝 石	YAG	金 绿 宝 石		YAG	
			入 口	出 口	入 口	出 口
304不锈钢	41.9±4.2	23.6±4.0	1.00	0.80	2.88	1.00
316不锈钢	18.4±3.8	19.4±3.8	1.00	0.70	1.15	0.77
铜	13.2±3.0	0	0.75	0.75	/	/
3024铝	62.0±10.8	20.4±4.6	1.25	0.80	2.78	1.00
3003铝	64.0±10.8	20.1±4.1	1.25	0.81	1.05	1.25
黄铜(半硬)	9.0±2.1	12.9±2.9	1.00	0.67	0.29	0.56
黄铜(硬)	5.1±1.7	15.9±3.3	0.92	0.62	1.25	0.69
青 铜	24.4±5.5	12.8±2.8	0.83	0.83	1.89	0.56
镍	18.2±4.3	26.2±4.4	1.07	0.71	1.25	0.50

\*数字表示单脉冲冲击掉的被加工材料体积。

\*\*入口锥度 =  $\frac{\text{入口直径}}{\text{中心直径}}$ ；出口锥度 =  $\frac{\text{出口直径}}{\text{中心直径}}$

从以上数据可见，对某些材料的打孔而言，金绿宝石激光器无论在效果或者孔锥度方面均优于YAG。正因为如此，金绿宝石激光器受到了更大的注意。在展览会上没有看到氟化物等材料的激光器件。

Union Carbide公司在展览会上除YAG, GGG等老材料外，还展出了以GGG为基的激

光材料，如 $\text{Cr}:\text{GdScGaG}$ 和 $(\text{Cr},\text{Nd}):\text{GaScAlG}$ 。但该公司人士称，这些仅是试验品，尚无正式产品。

Airtron公司正在试验的材料有氟化钪铷。激活离子是Er, Ho和Nd, 还有氟化镁，激活离子是Co, Ni, V。这些均尚无正式产品。

在激光和光电会议的报告中，有关于Tm:YAG激光器的报导。这可在会议文集中查到，在此不介绍了。

83年激光光电展览会上的展品很多，时间有限，仅能作选择性的参观。而在参观Airtron公司时更是跑马观花，不可能进行仔细观看和深入了解。因此，以上仅是对看到的情况的概略介绍，以供参考。

## 用新的生长工艺生产大晶体

根据马萨诸塞州塞勒姆市晶体系统公司的F·Schmid和C·P·Khattak报导，首次尝试用“热交换法”生长用于高功率激光器的 $\text{Co}:\text{MgF}_2$ 晶体，获得的晶体尺寸大并且光学质量优异。最近发展起来的热交换法(以前已用来生长兰宝石和硅单晶)，据说比通常的“梯度法”工艺有若干的优点。为了获得用于高功率激光器的大晶体，这种新方法被用来生长 $\text{Co}:\text{MgF}_2$ 晶体。

这种热交换法实际上是从坩埚底部的一颗“籽晶”上定向生长晶体。顾名思义，这种方法是借助流动的氦通过热交换器使温度梯度得到控制。固体和液体两者的温度梯度能在没有运动部件的情况下独立地进行控制，这意味着当晶体仍处在热区时就可以去掉温度梯度，从而可以使热应力在结晶之后立即退火消除。因此减少或消除了开裂和其它与应力有关的缺陷，所以能够生长出较大尺寸的晶体。

Schmid报导，生长 $\text{Co}:\text{MgF}_2$ 的初步成果是得到了高3.5厘米，直径4.4厘米的晶体。他说，这种晶体完全无裂痕并且掺杂浓度看来也是非常均匀的。此外，这种晶体显示出没有应力，实际上没有光散射颗粒。

最近利用氟化镁作为过渡金属的基质材料，发展了几种红外可调谐激光光源。在马萨诸塞理工学院林肯实验室(目前该实验室正在为军事应用研究 $\text{Co}:\text{MgF}_2$ )的实验中，晶体系统公司生长的 $\text{Co}:\text{MgF}_2$ 晶体是用Nd:YAG激光器输出的1.34微米激光泵浦。用一毫秒脉冲的500毫焦的输入，这种晶体可产生大约162毫焦的激光能量，效率为32.5%。Schmid说，这种性能相当于用梯度法生长的最好材料。

译自Laser Focus, 1983(Mar.), P.29~30.

祖兰 译 陈庆汉 校