



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113185145 B

(45) 授权公告日 2022. 05. 17

(21) 申请号 202110466209.7
 (22) 申请日 2021.04.28
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 113185145 A
 (43) 申请公布日 2021.07.30
 (73) 专利权人 中国建筑材料科学研究总院有限公司
 地址 100024 北京市朝阳区管庄东里1号
 (72) 发明人 孔壮 刘辉 贾金升 孙勇
 曹振博 赵冉 余刚 孟政
 孟凡禹
 (74) 专利代理机构 北京鼎佳达知识产权代理事务
 所(普通合伙) 11348
 专利代理师 霍红艳 刘铁生

(51) Int. Cl.
 G03C 21/00 (2006.01)
 H01S 3/16 (2006.01)
 H01S 3/17 (2006.01)
 (56) 对比文件
 CN 103225063 A, 2013.07.31
 CN 101251621 A, 2008.08.27
 CN 103570252 A, 2014.02.12
 CN 101880127 A, 2010.11.10
 CN 112707641 A, 2021.04.27
 CN 101976796 A, 2011.02.16
 US 2005254536 A1, 2005.11.17
 审查员 张晓冬

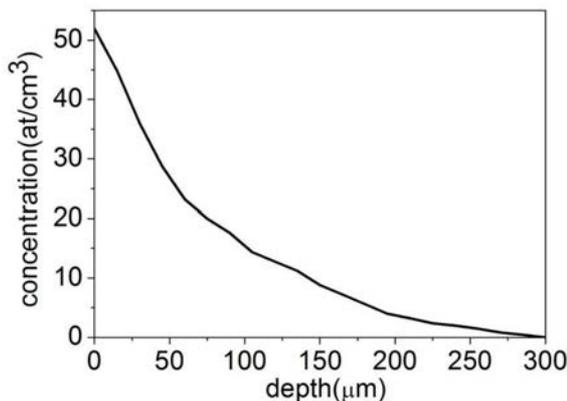
权利要求书1页 说明书9页 附图1页

(54) 发明名称

抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用,该方法包括以下步骤:1) Cu⁺离子交换;2) 电场辅助离子扩散;3) Cu⁺离子氧化。本发明的激光钕玻璃在1053nm处的反射率0-1%,铜离子交换层的深度大于250 μm。



1. 一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) Cu^+ 离子交换:以氯化亚铜和氯化锌为熔盐,对激光钕玻璃原料进行离子交换,得到激光钕玻璃基片;

2) 电场辅助离子扩散:将步骤1)得到的激光钕玻璃基片的两面表面制作铜金属膜;之后将玻璃基片加热升温至 $400\sim 500\text{ }^\circ\text{C}$ 之间,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度为 $0.2\sim 4\text{mA}/\text{cm}^2$,进行电场辅助离子扩散,维持交换1-12h,得到激光钕玻璃中间体;

3) Cu^+ 离子氧化:将步骤2)制备的激光钕玻璃中间体,以 $0.1\text{L}/\text{min}\sim 2\text{L}/\text{min}$ 速率通入氧气混合气,持续通气 $10\sim 60\text{ min}$ 以排除空气;排气结束后,以 $0.1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}\sim 5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 $400\text{ }^\circ\text{C}\sim 500\text{ }^\circ\text{C}$ 的反应温度,保温 $24\text{h}\sim 72\text{h}$,保温结束后,断电,但维持气体流量不变,待温度降至室温后,得到所述激光钕玻璃。

2. 如权利要求1所述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其特征在于,步骤1)中所述熔盐为氯化亚铜和氯化锌的混合溶液,其中的质量比为 $100:(0.1-5)$ 。

3. 如权利要求1所述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其特征在于,步骤1)中所述离子交换的交换温度为 $400-500\text{ }^\circ\text{C}$,升温速率为 $0.1-5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,交换时间为0.5-8小时。

4. 如权利要求1所述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其特征在于,步骤2)中,所述铜金属膜是采用磁控溅射的方法制得的。

5. 如权利要求4所述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其特征在于,所述铜金属膜的厚度为 $50-100\text{nm}$ 。

6. 如权利要求1所述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其特征在于,其中步骤2)中,所述升温的速率为 $0.1-5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及固态激光器,特别是一种抑制放大自发辐射 (Amplified Spontaneous Emission, 简称为 ASE) 的激光钕玻璃,更确切地说,是涉及一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 激光钕玻璃是一种含有稀土发光离子——钕离子的特殊玻璃,它可以在“泵浦光”的激发下产生激光或对激光能量进行放大,是激光器的“心脏”,将微不足道的激能量放大到“小太阳”量级的能量。

[0003] 为了获得更高的能量和功率,就要求激光放大器的尺寸和增益不断的增加,这样可输出的最大能量才能随之增加,因此片状激光放大器是获得高能量输出的主要源泉。但是随着激光玻璃横向尺寸的增大,表面费涅耳反射引起的自发辐射放大和寄生振荡也随之加强,造成反转粒子数的逃逸和减少,使钕激光玻璃增益减少。因此,抑制和消除寄生振荡就成为提高激光放大效率、实现高能量激光输出的关键。寄生振荡效应消除研究:

[0004] 研究表明,寄生振荡形成的条件是:

[0005] $R \cdot e^{D\beta} \geq 1$ 。

[0006] 式中 R 为边界的剩余反射率; β 为增益系数; D 为激光玻璃片长轴直径。

[0007] 因此,要想减小和消除寄生振荡就必须使边界的剩余反射率 R 不断地减小,甚至完全消除。根据光在激光玻璃和包边材料二层介质之间的传播建立模型,提出一种测量剩余反射率的方法,并推导剩余反射率的计算公式。

[0008] 目前抑制和消除寄生振荡最为有效的方法为包边法,即在垂直于光路方向的激光玻璃侧面配以吸收介质。包边分为“软包边”和“硬包边”,软包边是采用有机粘结剂将包边材料与激光玻璃粘结在一起;硬包边是将熔态的玻璃液直接浇注在高温片状激光玻璃周边或者采用粉末烧结法在激光玻璃表面涂覆吸收层,然后高温烧结。铜是一种过渡元素,铜原子的电子结构为 $3s^1 4s^1$ 。通常情况下,铜原子的氧化态为 Cu^0, Cu^{1+}, Cu^{2+} 。 Cu^{2+} 离子的 d 轨道是部分填充的,波长在 1053nm 处有强烈吸收。

[0009] 综上所述,无论是涂层技术还是包边工艺不可避免的存在界面,且涂层与光学元件的膨胀系数不同,涂层容易脱落,影响元件的寿命,限制了上述方法在激光钕玻璃上的应用。

发明内容

[0010] 有鉴于此,本发明的主要目的在于提供一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用,不仅可以保证激光钕玻璃对激光能量的有效放大能力,还可有效地抑制片状激光钕玻璃的放大自发辐射和寄生振荡,使增益性能接近理论计算水平,满足高功率激光装置的使用要求。

[0011] 本发明的目的及解决其技术问题是采用以下技术方案来实现的。本发明提出的一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,包括以下步骤:

[0012] 1) Cu^+ 离子交换:以氯化亚铜和氯化锌为熔盐,对激光钕玻璃原料进行离子交换,得到激光钕玻璃基片;

[0013] 2) 电场辅助离子扩散:将步骤1)得到的激光钕玻璃基片的两面表面制作铜金属膜;之后将玻璃基片加热升温至 $400\sim 500^\circ\text{C}$ 之间,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度为 $0.2\sim 4\text{mA}/\text{cm}^2$,进行电场辅助离子扩散,维持交换1-12h,得到激光钕玻璃中间体;

[0014] 3) Cu^+ 离子氧化:将步骤2)制备的激光钕玻璃中间体,以 $0.1\text{L}/\text{min}\sim 2\text{L}/\text{min}$ 速率通入氧气混合气,持续通气 $10\sim 60\text{min}$ 以排除空气;排气结束后,以 $0.1^\circ\text{C}/\text{min}\sim 5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 $400^\circ\text{C}\sim 500^\circ\text{C}$ 的反应温度,保温 $24\text{h}\sim 72\text{h}$,保温结束后,断电,但维持气体流量不变,待温度降至室温后,得到所述激光钕玻璃。

[0015] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其中步骤1)中所述熔盐为氯化亚铜和氯化锌的混合溶液,其中的质量比为 $100:(0.1-5)$ 。

[0016] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其中步骤1)中所述离子交换的交换温度为 $400-500^\circ\text{C}$,升温速率为 $0.1-5^\circ\text{C}/\text{min}$,交换时间为 $0.5-8$ 小时。

[0017] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其中步骤2)中,所述铜金属膜是采用磁控溅射的方法制得的;所述铜金属膜的厚度为 $50-100\text{nm}$,其作为电场辅助离子交换的电极。

[0018] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,其中步骤2)中,所述升温的速率为 $0.1-5^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

[0019] 本发明的目的及解决其技术问题还可采用以下技术措施进一步实现。本发明提出的一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃,其包括激光钕玻璃基片,所述激光钕玻璃基片的侧面区域引入二价铜离子,所述二价铜离子交换的深度大于 $250\mu\text{m}$ 。

[0020] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃,其中所述激光钕玻璃在 1053nm 处的反射率为 $0-1\%$ 。

[0021] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃,其中当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^2$ 时,所述激光钕玻璃的激光增益系数为 $3\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}-5\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0022] 进一步地,前述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃,其中所述激光钕玻璃是通过上述的方法制得。

[0023] 本发明的目的及解决其技术问题还可采用以下技术措施进一步实现。本发明提出的一种激光放大器,包括玻璃窗口,所述玻璃窗口由上述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃构成。

[0024] 借由上述技术方案,本发明提供的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用,至少具有下列优点:

[0025] 1、本发明的激光钕玻璃在 1053nm 处的反射率 $0-1\%$,铜离子交换层的深度大于 $250\mu\text{m}$ 。

[0026] 2、本发明通过选取不同深度 Cu^{2+} 离子的吸收玻璃,可有效控制吸收玻璃热效应和

吸收激光的能力,达到抑制ASE效果和长时间稳定运行的平衡。

[0027] 3、本发明由于铜离子由外到内扩散到玻璃内部,没有界面反射,在温度交替过程中不会产生应力,提高了使用寿命和可靠性(通过二次离子质谱,确定铜离子由外到内扩散到玻璃内部,玻璃的折射率梯度变化,没有界面反射,不产生应力)。

[0028] 4、本发明采用电场辅助扩大离子交换深度,减少熔盐腐蚀时间,提高样品的光学性能和抑制放大自发辐射的效果。

[0029] 5、本发明所述的技术操作过程安全可靠,适合于批量化的抑制激光钕玻璃放大自发辐射应用,易于实现产品间的性能一致性。

[0030] 上述说明仅是本发明技术方案的概述,为了能够更清楚了解本发明的技术手段,并可依照说明书的内容予以实施,以下以本发明的较佳实施例详细说明如后。

附图说明

[0031] 图1为本发明实施例1的二次离子质谱图。

[0032] 图2为本发明实施例1的反射率图。

具体实施方式

[0033] 为更进一步阐述本发明为达成预定发明目的所采取的技术手段及功效,以下结合较佳实施例,对依据本发明提出的一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃及其制备方法和应用其具体实施方式、结构、特征及其功效,详细说明如后。在下述说明中,不同的“一实施例”或“实施例”指的不一定是同一实施例。此外,一或多个实施例中的特定特征、结构或特点可由任何合适形式组合。

[0034] 以下材料或试剂,如非特别说明,均为市购。

[0035] 如图1所示,本发明提供了一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃的制备方法,包括以下步骤:

[0036] 1) Cu^+ 离子交换:以氯化亚铜和氯化锌为熔盐,对激光钕玻璃原料进行离子交换,得到激光钕玻璃基片;

[0037] 2) 电场辅助离子扩散:将步骤1)得到的激光钕玻璃基片的两面表面制作铜金属膜;之后将玻璃基片加热升温至 $400\sim 500^\circ\text{C}$ 之间,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度为 $0.2\sim 4\text{mA}/\text{cm}^2$,进行电场辅助离子扩散,维持交换1-12h,得到激光钕玻璃中间体;在直流偏压的作用下,第一次离子交换形成的玻璃表面的离子被进一步推进玻璃基片里,扩散时间根据所需扩散的深度确定;

[0038] 3) Cu^+ 离子氧化:由于 Cu^{2+} 在1053nm的强烈吸收,因此需要将 Cu^+ 离子氧化成 Cu^{2+} 离子;将步骤2)制备的激光钕玻璃中间体,以 $0.1\text{L}/\text{min}\sim 2\text{L}/\text{min}$ 速率通入氧气混合气,持续通气 $10\sim 60\text{min}$ 以排除空气。排气结束后,以 $0.1^\circ\text{C}/\text{min}\sim 5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 $400^\circ\text{C}\sim 500^\circ\text{C}$ 的反应温度,保温 $24\text{h}\sim 72\text{h}$,保温结束后,断电,但维持气体流量不变,待温度降至室温后,得到样品。

[0039] 具体实施时,由于交换温度设计为 $400\sim 500^\circ\text{C}$,只能采用氯化亚铜和氯化锌,其中 Cu^+-Na^+ 离子交换过程中,在熔盐中加入适量的 ZnCl_2 可形成较稳定的络合物 Na_2ZnCl_4 ,能够加速离子的交换速度;过多的 ZnCl_2 则降低离子的交换速度。在适合的温度和时间条件下,

离子交换速度过快、过高则使得玻璃表面腐蚀严重。因此,步骤1)中所述熔盐选择为氯化亚铜和氯化锌的混合溶液,其中氯化亚铜和氯化锌的质量比为100:(0.1-5);优选为100:2;所述离子交换的交换温度为400-500℃,升温速率为0.1-5℃/min,交换时间为0.5-8小时;优选地,所述离子交换的交换温度为480℃,升温速率为3℃/min,交换时间为6h。离子交换温度根据所选熔盐成分和玻璃基片而定,离子交换时间根据设计要求确定。温度和时间影响离子扩散的深度,参数太小离子扩散的深度浅;参数太高,玻璃腐蚀严重,离子扩散的深度变化不大,浪费资源。

[0040] 具体实施时,考虑到铜的厚度、反应温度、反应时间和升温速率影响离子扩散的深度,参数太小离子扩散的深度浅;参数太高,离子扩散的深度变化不大,浪费资源。步骤2)中,所述铜金属膜可以是采用磁控溅射或原子力沉积(ALD)的方法制得的;所述铜金属膜的厚度为50-100nm,优选为80nm,其作为电场辅助离子交换的电极;所述加热升温至480℃,通过玻璃基片的电流密度为2mA/cm²,维持交换时间8h。所述升温的速率为3℃/min。

[0041] 具体实施时,升温速率、温度和时间影响铜离子氧化程度,参数太小铜离子氧化不完全,性能差;参数过大,玻璃腐蚀严重,氧化程度变化不大,浪费资源。步骤3)中,所述升温速率为3℃/min,反应温度为480℃,保温为48h。

[0042] 本发明还提供了一种抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃,其包括激光钕玻璃基片,所述激光钕玻璃基片的侧面区域引入二价铜离子,所述二价铜离子交换的深度大于250μm;所述激光钕玻璃在1053nm处的反射率0-1%;当光抽运能量密度为30J/cm³时,所述激光钕玻璃的激光增益系数为3X 10⁻²cm⁻¹-5X 10⁻²cm⁻¹。

[0043] 本发明还提供了一种激光放大器,所述激光放大器包括玻璃窗口,所述玻璃窗口由上述的抑制放大自发辐射和寄生振荡的激光钕玻璃构成。

[0044] 以下通过具体实施例对本发明做进一步的详细说明。

[0045] 实施例1

[0046] 在坩锅里把固体熔盐(100g氯化亚铜和2g氯化锌)按比例混合好后放入烘箱中,同时将激光钕玻璃原料放在烘箱中,以3℃/min的速率升温到480℃,坩锅的熔盐已完全熔化,将激光钕玻璃放入含有熔盐的坩锅中,离子交换6h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,用氮气吹干表面的水分,样品待用;采用磁控溅射的方法(参数:真空度为1.2×10⁻¹pa,镀膜温度为80℃,镀膜功率为0.75千瓦,镀膜时间为160s)在玻璃的两面镀铜(铜离子的厚度为80nm),作为电场辅助离子交换的电极,铜线作为导线。将镀铜的钕玻璃放在烘箱中,以3℃/min的速率升温到480℃,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度2mA/cm²进行电场辅助离子扩散,反应8h,反应结束后,关闭电源,关加热炉,让温度缓慢回落到室温,取出钕激光玻璃样品待用;将上述钕激光玻璃样品放置管式炉中,通入氧气,气体的流量为0.1L/min、持续通气60min以排除炉膛内空气等杂质气体。排气结束后,以3℃/min的速率升温到480℃,保温48h,保温结束后,关闭电源,但维持气体流量不变,待炉膛温度降至室温后,得到所述激光钕玻璃样品,所述激光钕玻璃样品可以用作激光放大器的玻璃窗口。

[0047] 采用二次离子质谱仪对本实施例的所述激光钕玻璃样品厚度进行了测试,铜离子交换深度达到350μm,如图1所示。

[0048] 采用紫外可见红外分光光度计对所述激光钕玻璃样品的吸收值测试,所述激光钕玻璃样品在1053nm的反射率为0.1%,如图2所示,即所述激光放大器的玻璃窗口在1053nm的反射率为0.1%。因为 Cu^{2+} 在1053nm波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和 ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本实施例的激光钕玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $5\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钕玻璃原料的激光增益系数为 $2\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0049] 实施例2

[0050] 在坩锅里把固体熔盐按比例混合好(100g氯化亚铜和0.1g氯化锌),放入烘箱中,同时将激光钕玻璃原料放在烘箱中,以 $0.1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 400°C ,坩锅的熔盐已完全熔化,将激光钕玻璃放入含有熔盐的坩锅中,反应0.5h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,氮气吹干玻璃表面的水分,样品待用;采用磁控溅射的方法(参数:真空度为 $1.2\times 10^{-1}\text{pa}$,镀膜温度为 80°C ,镀膜功率为0.75千瓦,镀膜时间为100s)在玻璃的两面镀铜(铜离子的厚度为50nm),作为电场辅助离子交换的电极,铜线作为导线。将镀铜的钕玻璃放在烘箱中,以 $0.1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 400°C ,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度 $0.2\text{mA}/\text{cm}^2$ 进行电场辅助离子扩散,反应1h,反应结束后,关闭电源,关加热炉,让温度缓慢回落到室温,取出样品待用;将上述钕激光玻璃放置管式炉中,通入氧气,气体的流量为 $0.1\text{L}/\text{min}$ 、持续通气10min以排除炉膛内杂质气体。排气结束后,以 $0.1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 400°C ,保温24h,保温结束后,关闭电源,但维持气体流量不变,待炉膛温度降至室温后,得到所述激光钕玻璃样品,所述激光钕玻璃样品可以用作激光放大器的玻璃窗口。

[0051] 采用二次离子质谱仪对本实施例厚度进行了测试,铜离子交换深度达到 $250\mu\text{m}$ 。

[0052] 采用紫外可见红外分光光度计对所述激光钕玻璃样品的吸收值测试,所述激光钕玻璃样品在1053nm的反射率为0.9%,即所述激光放大器的玻璃窗口在1053nm的反射率为0.9%。因为 Cu^{2+} 在1053nm波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本实施例的激光钕玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $3\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钕玻璃原料的激光增益系数为 $2\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0053] 实施例3

[0054] 在坩锅里把固体熔盐按比例混合好(100g氯化亚铜和5g氯化锌),放入烘箱中,同时将激光钕玻璃原料放在烘箱中,以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 500°C ,坩锅的熔盐已完全熔化,将激光钕玻璃放入含有熔盐的坩锅中,反应8h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,氮气吹干玻璃表面的水分,样品待用;采用磁控溅射的方法(参数:真空度为 $1.2\times 10^{-1}\text{pa}$,镀膜温度为 80°C ,镀膜功率为0.75千瓦,镀膜时间为200s)在玻璃的两面镀铜(铜离子的厚度为100nm),作为电场辅助离子交换的电极,铜线作为导线。将镀铜的钕玻璃放在烘箱中,以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 500°C ,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃

基片的电流密度 $4\text{mA}/\text{cm}^2$ 进行电场辅助离子扩散,反应12h,反应结束后,关闭电源,关加热炉,让温度缓慢回落到室温,取出样品待用;将上述钽激光玻璃放置管式炉中,通入氧气,气体的流量为 $2\text{L}/\text{min}$ 、持续通气60min以排除炉膛内杂质气体。排气结束后,以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 500°C ,保温72h,保温结束后,关闭电源,但维持气体流量不变,待炉膛温度降至室温后,得到所述激光钽玻璃样品,所述激光钽玻璃样品可以用作激光放大器的玻璃窗口。

[0055] 采用二次离子质谱仪对本实施例厚度进行了测试,铜离子交换深度达到 $280\mu\text{m}$ 。

[0056] 采用紫外可见红外分光光度计对所述激光钽玻璃样品的吸收值测试,所述激光钽玻璃样品在 1053nm 的反射率为 0.8% ,即所述激光放大器的玻璃窗口在 1053nm 的反射率为 0.8% 。因为 Cu^{2+} 在 1053nm 波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本实施例的激光钽玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $3.5\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钽玻璃原料的激光增益系数为 $2\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0057] 实施例4

[0058] 在坩锅里把固体熔盐(100g氯化亚铜和2g氯化锌)按比例混合好后放入烘箱中,同时将激光钽玻璃原料放在烘箱中,以 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 460°C ,坩锅的熔盐已完全熔化,将激光钽玻璃放入含有熔盐的坩锅中,离子交换5h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,用氮气吹干表面的水分,样品待用;采用磁控溅射的方法(参数:真空度为 $1.2\times 10^{-1}\text{pa}$,镀膜温度为 80°C ,镀膜功率为0.75千瓦,镀膜时间为140s)在玻璃的两面镀铜(铜离子的厚度为70nm),作为电场辅助离子交换的电极,铜线作为导线。将镀铜的钽玻璃放在烘箱中,以 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 460°C ,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度 $2\text{mA}/\text{cm}^2$ 进行电场辅助离子扩散,反应6h,反应结束后,关闭电源,关加热炉,让温度缓慢回落到室温,取出钽激光玻璃样品待用;将上述钽激光玻璃样品放置管式炉中,通入氧气,气体的流量为 $0.1\text{L}/\text{min}$ 、持续通气60min以排除炉膛内空气等杂质气体。排气结束后,以 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 460°C ,保温40h,保温结束后,关闭电源,但维持气体流量不变,待炉膛温度降至室温后,得到所述激光钽玻璃样品,所述激光钽玻璃样品可以用作激光放大器的玻璃窗口。

[0059] 采用二次离子质谱仪对本实施例厚度进行了测试,铜离子交换深度达到 $320\mu\text{m}$ 。

[0060] 采用紫外可见红外分光光度计对所述激光钽玻璃样品的吸收值测试,所述激光钽玻璃样品在 1053nm 的反射率为 0.2% ,即所述激光放大器的玻璃窗口在 1053nm 的反射率为 0.2% 。因为 Cu^{2+} 在 1053nm 波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本实施例的激光钽玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $4.6\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钽玻璃原料的激光增益系数为 $2\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0061] 实施例5

[0062] 在坩锅里把固体熔盐(100g氯化亚铜和1.8g氯化锌)按比例混合好后放入烘箱中,同时将激光钽玻璃原料放在烘箱中,以 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 450°C ,坩锅的熔盐已完全熔

化,将激光钕玻璃放入含有熔盐的坩锅中,离子交换4h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,用氮气吹干表面的水分,样品待用;采用磁控溅射的方法(参数:真空度为 1.2×10^{-1} pa,镀膜温度为 80°C ,镀膜功率为0.75千瓦,镀膜时间为120s)在玻璃的两面镀铜(铜离子的厚度为60nm),作为电场辅助离子交换的电极,铜线作为导线。将镀铜的钕玻璃放在烘箱中,以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 450°C ,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度 $2\text{mA}/\text{cm}^2$ 进行电场辅助离子扩散,反应4h,反应结束后,关闭电源,关加热炉,让温度缓慢回落到室温,取出钕激光玻璃样品待用;将上述钕激光玻璃样品放置管式炉中,通入氧气,气体的流量为 $0.1\text{L}/\text{min}$ 、持续通气60min以排除炉膛内空气等杂质气体。排气结束后,以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 450°C ,保温40h,保温结束后,关闭电源,但维持气体流量不变,待炉膛温度降至室温后,得到所述激光钕玻璃样品,所述激光钕玻璃样品可以用作激光放大器的玻璃窗口。

[0063] 采用二次离子质谱仪对本实施例厚度进行了测试,铜离子交换深度达到 $290\mu\text{m}$ 。

[0064] 采用紫外可见红外分光光度计对所述激光钕玻璃样品的吸收值测试,所述激光钕玻璃样品在 1053nm 的反射率为 0.2% ,即所述激光放大器的玻璃窗口在 1053nm 的反射率为 0.2% 。因为 Cu^{2+} 在 1053nm 波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本实施例的激光钕玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $4.4 \times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钕玻璃原料的激光增益系数为 $2 \times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0065] 对比例1

[0066] 在坩锅里把固体熔盐按比例混合好(100g氯化亚铜和2g氯化锌)后放入烘箱中,同时将激光钕玻璃原料放在烘箱中,以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 480°C ,坩锅的熔盐已完全熔化,将激光钕玻璃放在含有熔盐的坩锅中,离子交换6h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,用氮气吹干表面的水分,样品待用;将上述钕激光玻璃放置管式炉中,通入氧气,气体的流量为 $0.1\text{L}/\text{min}$ 、持续通气60min以排除炉膛内杂质气体。排气结束后,以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 480°C ,保温48h,保温结束后,关闭电源,但维持气体流量不变,待炉膛温度降至室温后,得到激光钕玻璃样品。

[0067] 采用二次离子质谱仪对本实施例厚度进行了测试,铜离子交换深度达到 $180\mu\text{m}$ 。

[0068] 采用紫外可见红外分光光度计对样品的吸收值测试,钕玻璃样品在 1053nm 的反射率为 3.2% ,即使将所述钕玻璃用作激光放大器的玻璃窗口,所述激光放大器的玻璃窗口在 1053nm 的反射率为 3.2% ,效果较差。因为 Cu^{2+} 在 1053nm 波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本对比例的激光钕玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $2.6 \times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钕玻璃原料的激光增益系数为 $2 \times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0069] 对比例2

[0070] 在坩锅里把固体熔盐按比例混合好(100g氯化亚铜和2g氯化锌)后放入烘箱中,同时将激光钕玻璃原料放在烘箱中,以3℃/min的速率升温到480℃,坩锅的熔盐已完全熔化,将激光钕玻璃放在坩锅中,离子交换6h,交换结束小心夹出玻璃片,放入玻璃器皿中,关闭烘箱加热开关,让温度缓慢回落到室温,用去离子水溶解玻璃片表面的熔盐,用氮气吹干表面的水分,样品待用;采用磁控溅射的方法(参数:真空度为 1.2×10^{-1} pa,镀膜温度为80℃,镀膜功率为0.75千瓦,镀膜时间为160s)在玻璃的两面镀铜(铜离子的厚度为80nm),作为电场辅助离子交换的电极,铜线作为导线。将镀铜的钕玻璃放在烘箱中,以3℃/min的速率升温到480℃,以镀铜面为电极在玻璃基片两侧施加直流偏压,保持通过玻璃基片的电流密度 $2\text{mA}/\text{cm}^2$ 进行电场辅助离子扩散,反应8h,反应结束后,关闭电源,关加热炉,让温度缓慢回落到室温,得到激光钕玻璃样品。

[0071] 采用二次离子质谱仪对本实施例厚度进行了测试,铜离子交换深度达到240 μm 。

[0072] 采用紫外可见红外分光光度计对样品的吸收值测试,所述钕玻璃样品在1053nm的反射率为40%,即使将所述钕玻璃用作激光放大器的玻璃窗口,所述激光放大器的玻璃窗口在1053nm的反射率为40%,效果很差。因为 Cu^{2+} 在1053nm波段附近呈现出吸收特性,能很好地吸收内部散射或反射的寄生振荡光和ASE光,所以能起到抑制寄生振荡,减小系统内ASE的作用。界面的反射率越大,越容易产生寄生振荡,使得寄生振荡消除越困难,最终影响激光放大器增益。对本对比例的激光钕玻璃样品增益系数测试:当光抽运能量密度为 $30\text{J}/\text{cm}^3$ 时,激光增益系数为 $2.1 \times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$;而未处理的激光钕玻璃原料的激光增益系数为 $2 \times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ 。

[0073] 上述的“反射率”指的是公式 $R \cdot e^{\text{DB}} \geq 1$ 中的边界的剩余反射率R,而 β 为增益系数;D为激光玻璃片长轴直径。

[0074] 上述实施例1-5及对比例1-2中所用的激光钕玻璃原料相同,其长轴直径D均为10cm。但本发明激光钕玻璃的制备方法不仅仅限于使用长轴直径D为10cm的激光钕玻璃原料,还可以使用长轴直径D为50cm到100cm的激光钕玻璃原料。

[0075] 将实施例1与对比例1-2进行对比得知,由于对比例1相比于实施例1没有电场辅助离子扩散的步骤,而对比例2相比于实施例1没有 Cu^+ 离子氧化的步骤,故对比例1或2所制备的样品的深度、反射率和激光增益系数都无法达到最佳值。因此,只有同时完成三个步骤的实施例1才能得到最佳的样品;而将实施例1-5进行对比得知,不同的工艺主要是调节离子交换的厚度和二价铜的含量。厚度越深,二价铜的含量越多,样品的反射率越低,激光增益系数越高,从而抑制放大自发辐射和寄生振荡,使得样品性能越好。

[0076] 在上述实施例中,对各个实施例的描述都各有侧重,某个实施例中未详述的部分,可以参见其他实施例的相关描述。

[0077] 本发明中所述的数值范围包括此范围内所有的数值,并且包括此范围内任意两个数值组成的范围值。本发明所有实施例中出现的同一指标的不同数值,可以任意组合,组成范围值。

[0078] 本发明权利要求和/或说明书中的技术特征可以进行组合,其组合方式不限于权利要求中通过引用关系得到的组合。通过权利要求和/或说明书中的技术特征进行组合得到的技术方案,也是本发明的保护范围。

[0079] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例而已,并非对本发明作任何形式上的限制,依

据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明技术方案的范围内。

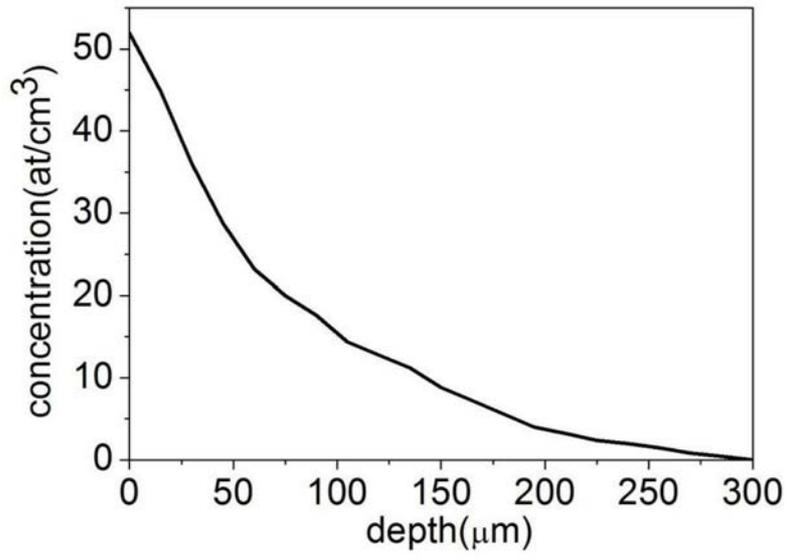


图1

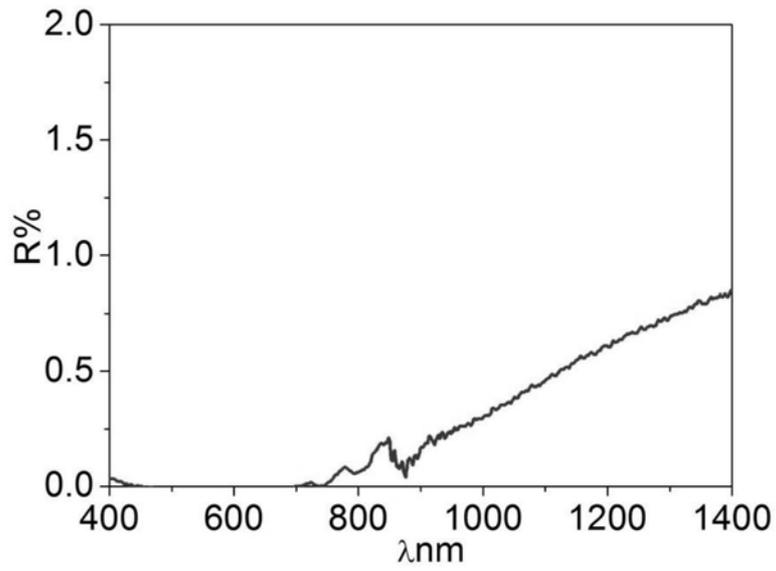


图2