

Yb³⁺, Er³⁺:YAG 透明陶瓷的制备 和 1.5 μm 波段光谱性能研究*

黄同德^{1,2)} 姜本学¹⁾ 吴玉松^{1,2)} 李江¹⁾ 石云¹⁾ 刘文斌¹⁾ 潘裕柏^{1)†} 黄利萍¹⁾ 郭景坤¹⁾

1) 中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050)

2) 中国科学院研究生院, 北京 100049)

(2008 年 4 月 21 日收到, 2008 年 7 月 8 日收到修改稿)

采用固相法和真空烧结技术制备了 5at% Yb³⁺, 2at% Er³⁺:YAG 透明陶瓷. 在 1760 °C 真空烧结 30 h 后, 陶瓷样品具有较高透过率. SEM 观察表明制备的透明陶瓷在晶粒和晶界处无气孔、第二相的存在. 样品的吸收光谱和荧光光谱的测试结果表明: Yb³⁺ 在 940 nm 波长处有具有较强的吸收系数. 样品在 1030 nm 波长的荧光寿命仅为 0.274 ms, 以及在 1.5 μm 波段的荧光衰减寿命曲线中, 初始的荧光强度呈上升趋势, 这些表明了 Yb, Er:YAG 陶瓷中的 Yb³⁺ → Er³⁺ 离子间存在能量转移. 利用 Judd-Ofelt 理论拟合出 Er³⁺ 的强度参数 Ω_λ, 计算出了各能级跃迁寿命和积分发射截面等参数. Er³⁺ 离子在 1.5 μm 波段的光谱参数 (发射截面和荧光寿命) 的理论结果与实验结果符合较好. 比较了 Yb, Er:YAG 透明陶瓷各能级跃迁的光谱参数, 1.5 μm 波段对应的 ⁴I_{13/2} → ⁴I_{15/2} 能级跃迁较其他能级跃迁具有较大的发射截面、荧光分支比和上能级寿命, 证明了 Er, Yb:YAG 透明陶瓷实现在 1.5 μm 人眼安全波段激光输出的可行性.

关键词: Er, Yb:YAG 透明陶瓷, 1.5 μm 荧光光谱, Judd-Ofelt 理论

PACC: 8120E, 0765, 9575F, 3270F

1. 引言

Er³⁺ 离子中的 ⁴I_{13/2} 态和 ⁴I_{15/2} 基态能级之间的跃迁可以实现 1.5—1.6 μm 的激光输出. 这个波段的激光对视觉介质的辐射和透射率低, 不易伤害视网膜, 使掺 Er³⁺ 的激光材料在医学研究和应用领域上具有独特的优势而受到广泛关注. 但 Er³⁺ 本身的三能级特性和对抽运光的吸收系数较小, 导致 Er³⁺ 离子的激光输出效率非常低. 为了提高材料对抽运源吸收系数和激光输出效率, 采取对 Er³⁺ 离子进行敏化的方法很有必要. Yb³⁺ 离子对 0.94 μm 波长左右的抽运光的吸收较强, 并且 Yb³⁺ (²F_{5/2}) 的发射带和 Er³⁺ (⁴I_{11/2}) 的吸收带有较大的重叠, 电子在这两个能级之间迁移的几率较大. 激光材料中混掺 Yb³⁺ 对 Er³⁺ 起到的敏化作用 (即 Yb³⁺ → Er³⁺ 间的能量转移) 早已在实验中得到证实. Yb³⁺, Er³⁺ 掺杂磷酸盐、硅酸盐玻璃^[1,2] 和 YAG 晶体^[3] 的固体激光器系统均已

获得了 1.5—1.6 μm 波长的激光输出. 尽管二极管抽运磷酸盐玻璃获得了较好的激光强度和效率^[4], 但玻璃本身存在较低的机械强度、低热导率和损坏阈值等缺陷, 使其在大功率、高重复率脉冲激光材料的应用上受到很大限制. 2005 年, Georgiou 等^[5] 使用二极管阵列抽运 5at% Yb, 1at% Er:YAG 单晶, 在 1.65 μm 波长处输出的脉冲能量为 80 mJ, 斜率效率达 3.4%, 首次在晶体中获得和磷酸盐玻璃相当的输出效率和脉冲能量. 但单晶存在生长周期较长、成分易偏析, 不易大尺寸化制备等缺陷, 这些极大地限制了单晶激光材料的应用. 自 1995 年, Kesue 等^[6] 制备出高质量 Nd:YAG 透明陶瓷, 并用 LD 端面抽运获得了激光输出后, YAG 陶瓷在制备和激光应用上取得很大进展. YAG 透明陶瓷具有优异的光学和机械性能、化学稳定性和导热性, 且相对于单晶具有可大尺寸化、制备周期短、易复合结构化等优点, 从而透明陶瓷材料在高功率微片激光器材料上具有潜在优势. 实验证明了 Yb:YAG, Nd:YAG 等透明陶瓷的

* 国家高技术研究发展计划 (批准号: 2007AA03Z523) 上海市重大基础研究项目 (批准号: 07DZ14001) 和国家光电子晶体材料工程技术研究中心开放基金 (批准号: 2005DC105003) 资助的课题.

† 通讯联系人. E-mail: ybpan@mail.sic.ac.cn

激光输出效率不低于对应的单晶材料^[7]。和 Yb , Er :YAG 单晶在 1.5 μm 波段实现高强度、高效率激光输出一样, Yb , Er :YAG 透明陶瓷也是一种潜在激光材料。目前 Er , Yb 离子共掺 YAG 研究较多的是晶体和纳米晶粉体的上转换发光^[8,9], 对透明陶瓷和它的 1.5 μm 波段的荧光光谱性能研究报道很少, 尤其是较高 Yb 离子浓度掺杂的陶瓷, 而这些对微片高功率激光器应用非常重要。本课题组在国内首先实现 Yb :YAG 透明陶瓷激光输出^[10], 本工作希望在此基础上混掺以实现 Er^{3+} 离子在 1.5 μm 波段激光输出。实验通过固相法和真空烧结技术制备出高透过率 5at% Yb^{3+} , 2at% Er^{3+} :YAG 透明陶瓷, 对其吸收系数和荧光光谱和荧光寿命曲线进行分析, 结合 Judd-Ofelt 理论说明 Yb , Er :YAG 陶瓷在 1.5 μm 波段激光输出的可能性。

2. 实 验

2.1. Yb , Er :YAG 透明陶瓷的制备

采用高纯度 (>99.9%) 的 Y_2O_3 , Al_2O_3 商业粉体 (上海跃龙公司), Er_2O_3 和 Yb_2O_3 粉体 (Alfa 公司) 按 5at% Yb^{3+} , 2at% Er^{3+} :YAG 的化学计量比配比, 以 99.99% 纯度的正硅酸乙酯 (TEOS) 为烧结助剂, 添加量为 0.5wt%, 用无水乙醇为介质混合粉料, 在行星式球磨机中球磨 10 h 后, 将浆料置于 80 $^\circ\text{C}$ 通风烘箱中干燥 8 h, 干燥后的原料经研磨之后过 200 目筛, 再用钢模把混合粉体压制成 $\Phi 15$ mm 的圆片, 经过 250 MPa 等静压后得到素坯, 将素坯置于 1760 $^\circ\text{C}$ 下真空烧结, 保温时间为 30 h, 真空度约为 10^{-4} Pa 量级, 制备出的 Yb , Er :YAG 陶瓷样品在马弗炉中以 1450 $^\circ\text{C}$ 退火处理 20 h, 最后把样品双面抛光成厚度为 1 mm 的圆片。

2.2. 测试分析

D/max 2550V X 射线衍射对样品进行物相分析, EPMA 表征样品表面、断口形貌和成分分析, 用日本 Hitachi 公司的 U—2800 紫外-可见近红外分光光度计测试样品的透过光谱和吸收光谱 (Fluorolog-3, Jobin Yvon, France) 分光光度计在 940 nm 激发波长下测量荧光光谱和荧光寿命, 荧光信号的接收采用 Hamamatsu R5509-72 型 (290—1700 nm) 探测器。

3. 结果分析

抛光处理后的 Yb , Er :YAG 陶瓷样品没有白色斑点, 透过率较高, 透过陶瓷样品能清晰看到纸面上的字体。退火前样品为深绿色, 主要是在非氧化气氛烧结下, 陶瓷中存在 Yb^{2+} 离子及氧空位。样品在空气气氛下以 1450 $^\circ\text{C}$ 退火处理 20 h 后, Yb^{2+} 离子被氧化成 Yb^{3+} 离子, 样品呈淡红色 (图 1), 这是 Er^{3+} 离子掺杂所表现的颜色, 而 Yb^{3+} 离子在 YAG 陶瓷中表现为无色。

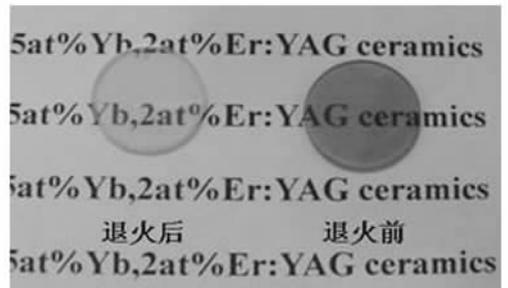


图 1 Yb , Er :YAG 透明陶瓷照片 左边为退火后 (淡红色), 右边为退火前 (深绿色)

退火后样品的透过率测量结果表明样品透过率在 400—1700 nm 波长区间基本保持水平, 在短波处没有出现透过率大幅下降, 在 1700 nm 波长处透过率为 75% 左右, 400 nm 波长处透过率也在 70% 以上, 表明样品光学质量较好。

退火后的陶瓷样品的 XRD 图谱与 ICDD (国际衍射数据中心) 的 YAG 粉晶衍射卡片显示的晶相一致, 无 YAP 和 YAM 等明显第二相存在。

另外 Yb , Er :YAG 陶瓷样品的微观结构如图 2 所示。从样品抛光后的热腐蚀表面 EPMA 形貌看出晶粒平均尺寸为 15 μm , 晶界处和晶粒内部无异相。陶瓷的断口形貌呈现穿晶与沿晶断裂两种形式, 样品内无气孔存在, 致密性良好。

Yb , Er :YAG 退火前后样品在 250—1100 nm 波段的吸收光谱如图 3 所示, 从图中看出 Yb^{3+} 在 940 nm 处的吸收系数相对较强, 且退火前后变化不大, 说明退火前 Yb^{2+} 含量较少。但在 400 nm 和 650 nm 的紫光波段和红光波段两处的吸收系数较强, 使样品呈现出深绿色, 与图 1 的样品照片的结果相一致。样品在 400 nm 处的吸收带是由于 Yb^{2+} 离子的 $f-d$ 轨道跃迁所致, 而 650 nm 处的吸收带对应于氧空位

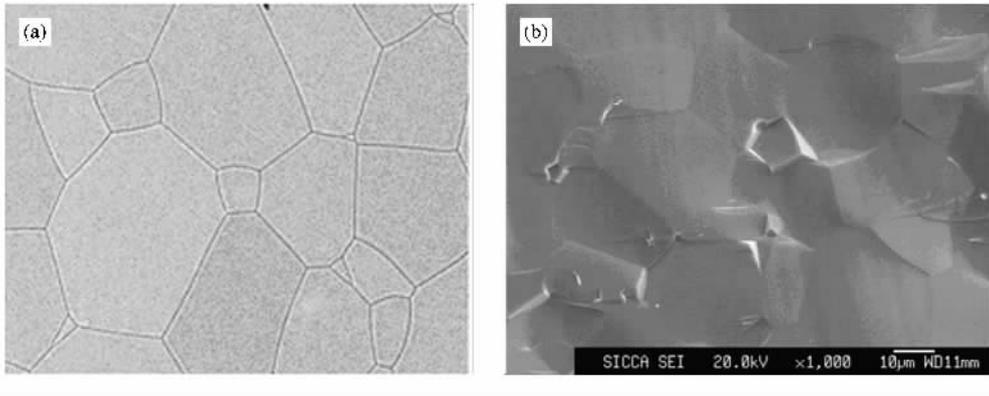


图 2 陶瓷抛光后的微观结构 (a) 表面热腐蚀形貌 (b) 断面形貌

引起的 F 色心, 这两个吸收带谱带较宽且吸收系数较强. 退火前的 Yb,Er :YAG 样品中的 Yb²⁺ F 色心会对 Yb³⁺ 离子的上能级寿命造成严重的浓度猝灭效应, 导致 Yb³⁺ → Er³⁺ 离子间能量转移效率下降, 从而致使 1.5 μm 波段荧光光谱强度减弱. 样品经过氧气气氛下以 1450 °C 退火处理 20 h 后, 消除了这些吸收峰, 避免对样品的光谱性能产生不利影响, 同时退火也缓解了陶瓷中的晶格应力.

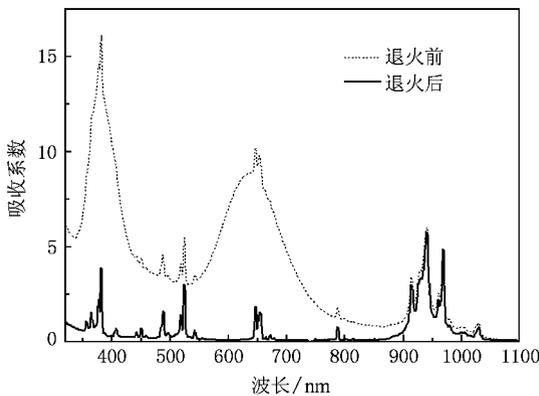


图 3 5at% Yb³⁺ 2at% Er³⁺ :YAG 透明陶瓷退火前后的吸收光谱系数

在离子跃迁光谱性质研究中, J-O 理论(Judd-Ofelt 理论)是一个非常重要的理论工具. 本研究利用 J-O 理论公式^[11]计算出 Yb,Er :YAG 陶瓷中荧光寿命和发射截面等其他参数(见表 1 2).

首先利用积分吸收强度 Γ 与电偶极矩谱线强度 S_{ed} 关系式计算电偶极矩跃迁的谱线强度 $S_{j'}(S_{ed})$ 有

$$\Gamma = \frac{2\pi^2 e^2}{3ch\epsilon(2J + 1)n^2} (n^3 S_{md} + (n(n^2 + 2)/9) S_{ed}) = \int \alpha d\lambda / NL\lambda, \quad (1)$$

式中 λ 为跃迁中心波长; n 为跃迁波长处折射率; ϵ 为真空中的介电常数; c 为光速; h 为 Planck 常数; J 为量子数; e 为电子电荷; S_{md} 为磁偶极矩谱线强度; α 为吸收系数; $L = 1 \text{ mm}$ 为陶瓷样品的厚度; $N = 2.77 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ 为陶瓷中的 Er³⁺ 离子浓度. Γ 通过谱图面积计算.

5at% Yb³⁺ 2at% Er³⁺ :YAG 的在 1.5 μm 附近的 Er³⁺ 离子的最强吸收峰位于 1470 nm, 重心吸收峰通过公式

$$\bar{\lambda} = \int \alpha \lambda d\lambda / \int \alpha d\lambda$$

得出 $\bar{\lambda} = 1497 \text{ nm}$.

表 1 Yb³⁺ ,Er³⁺ :YAG 透明陶瓷的积分吸收强度和谱线强度

跃迁 ⁴ I _{15/2} →	U(2)	U(4)	U(6)	λ/nm	$\int \alpha d\lambda / L (10^{-3} \text{ cm}^{-1})$	$\Gamma / 10^{-23} \text{ cm}^2$	$S_{j'} / 10^{-21} \text{ cm}^2$
⁴ I _{13/2}	0.0195	0.1173	1.4316	1497	69.1	24.95	16.47
⁴ I _{9/2}	0	0.1733	0.0099	788	4.411	1.59	1.54
⁴ F _{9/2}	0	0.5354	0.4618	647	31.648	11.43	11.20
⁴ H _{11/2}	0.7125	0.4125	0.0925	524	27.816	10.04	9.84
⁴ F _{7/2}	0	0.1469	0.6266	488	16.39	5.92	5.65

由磁偶极矩的跃迁定则和计算公式得 $S_{md}(15/2, 13/2) = 7.33 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$.

表 1 中列出了利用吸收光谱计算的各主要跃迁的理论光谱参数.

利用电偶极矩跃迁强度公式

$$S(J \rightarrow J') = \sum_{\lambda=2,4,6} \Omega_{\lambda} f^n \varphi J \| U^{\lambda} \| f^n \varphi' J'^2 \quad (2)$$

利用 $U(\lambda) = f^n \varphi J \| U^{\lambda} \| f^n \varphi' J'$ ($\lambda = 2, 4, 6$), 其中 $U(\lambda)$ 为约化矩阵元. 将 $S_{JJ'}$ 计算结果代入(2)式利用最小二乘法拟合, 拟合出 $\Omega_2 = 5.4327 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$, $\Omega_4 = 12.205 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$, $\Omega_6 = 10.102 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$. 拟合效果通过强度偏差 ΔS 的均方根(Root mean square, RMS)表示, 有

$$\Delta S = [(\sum \Delta S^2) / (N - 3)]^{1/2},$$

其中 N 是拟合的跃迁曲线数目, 我们得到 $\text{RMS } \Delta S = 1.96 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$, $\text{RMS } S = 16.24 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$, 实验拟合的偏离误差为 12.1%, 误差包括测量系统误差和数据近似处理误差, 前者不超过 4%, 大量实验工

作证明在任何基底中误差不超过 20%, J-O 理论可以有效地定量说明稀土离子的发射光谱性能.

然后利用由吸收谱线拟合的唯象强度参数 $\Omega(2, 4, 6)$ 和

$$A_{JJ'} = \frac{16\pi^3 e^2}{3hc(2J+1)\lambda^3} (n^3 S_{\text{ml}} + (n(n^2+2)/9) S_{\text{el}}), \quad (3)$$

$$\tau = \frac{1}{\sum_J A_{JJ'}}, \quad (4)$$

$$\int \sigma_{\text{em}} dv = \frac{\lambda^2}{4n^2 \pi^2} A_{JJ'}, \quad (5)$$

计算粒子能级间自发辐射几率、能级寿命和积分发射截面(表 2).

表 2 Yb³⁺, Er³⁺:YAG 透明陶瓷的荧光寿命和发射截面积

跃迁	A_{el}	A_{ml}	$\sum A_{JJ'}$	$B_{JJ'}$	τ/ms	$\int \sigma dv / 10^{-18} \text{ cm}^2$	n
$^4 I_{13/2} \rightarrow ^4 I_{15/2}$	115.6	52.4	168	1	5.952	3.057	1.807
$^4 I_{11/2} \rightarrow ^4 I_{13/2}$	21.5	14.831	36.331	0.195	5.123	2.116	1.788
$^4 I_{15/2}$	149.97	0	149.97	0.805		1.11	1.816
$^4 I_{9/2} \rightarrow ^4 I_{11/2}$	0.659	2.385	3.044	0.0133		5.979	1.729
$^4 I_{13/2}$	56.62	0	56.62	0.245	4.375	1.326	1.804
$^4 I_{15/2}$	168.887	0	168.887	0.742		0.858	1.821
$^4 F_{9/2} \rightarrow ^4 I_{9/2}$	1.053	175.685	176.738	0.088		15.981	1.775
$^4 I_{11/2}$	69.468	0	69.468	0.0346	0.498	2.12	1.801
$^4 I_{13/2}$	73.211	0	73.211	0.0365		0.732	1.82
$^4 I_{15/2}$	1688.62	0	1688.62	0.831		5.442	1.8367
$^4 S_{3/2} \rightarrow ^4 I_{9/2}$	79.196	0	79.196	0.0362		1.67	1.8056
$^4 I_{11/2}$	43.812	0	43.812	0.02	0.457	0.509	1.812
$^4 I_{13/2}$	597.307	0	597.307	0.273		3.262	1.82
$^4 I_{15/2}$	1466.58	0	1466.58	0.671		3.276	1.367

以上从理论角度计算出掺杂离子光谱跃迁的参数结果, 下面从实验角度测量样品在 1.5 μm 波段的光谱参数, 然后将实验和理论进行比较分析.

实验采用 940 nm 波长抽运光源激发 Yb, Er:YAG 中 Yb³⁺ 离子的 $2F_{5/2}$ 能级, 测量了陶瓷样品的荧光发射光谱. 再利用

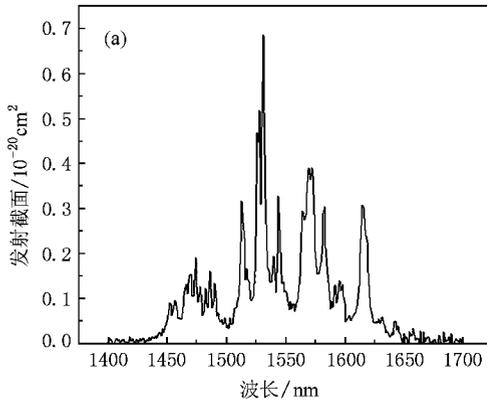
$$\sigma_{\text{em}} = \frac{\lambda^2 g(v)}{8n^2 \pi} A_{JJ'} \quad (6)$$

计算出在 1030 nm 和 1.5 μm 波段的发射截面(图 4). 式中 $g(v)$ 为发射光谱线性归一化函数. 由(6)式可得出 Er³⁺ 离子的发射截面在 1.5 μm 波段的最强峰位置处(1531 nm)可达 $0.7 \times 10^{-20} \text{ cm}^2$, 与 Er³⁺ 离子掺杂磷酸盐玻璃的发射截面相当.

与 Yb³⁺ 离子对应的 1030 nm 波长处的发射截面比 5at% Yb:YAG 陶瓷的稍大, 主要由于 Yb³⁺ 离子的较低的荧光辐射寿命, 测量出 Yb³⁺ 离子在 1030 nm 处荧光寿命 $\tau_1 = 0.274 \text{ ms}$ (图 5 中内插图), 远低于 5at% Yb:YAG 的 1.2 ms. 说明 Yb³⁺ 离子和 Er³⁺ 离子间存在较强的能量转移, 增加了 Yb³⁺ 离子上能级粒子的非辐射弛豫.

Yb, Er:YAG 样品的 1.5 μm 处荧光的寿命曲线(图 5)表明: 荧光强度一开始先上升(椭圆圈标记处)然后才指数下降, 也说明了 Yb³⁺ 离子和 Er³⁺ 离子间存在能量转移. 强度一开始先上升说明了在 Er³⁺ 离子由激发态 $^4 I_{13/2}$ 跃迁到基态 $^4 I_{15/2}$ 导致上能级粒子数减少的同时, Yb³⁺ → Er³⁺ 离子间的能量转移

促使 Er^{3+} 离子上能级粒子数增加,两种效应同时发生,而开始时后者较强,结果导致荧光强度的增强.最后随着 Yb^{3+} 离子的上能级粒子数减少,后一种效应减弱,荧光的强度开始下降.而样品在 1030 nm 波



长的荧光寿命曲线(图 5 中内插图)显示荧光强度一直下降,说明 $\text{Er}^{3+} \rightarrow \text{Yb}^{3+}$ 离子间的反向能量转移效率很低,有利于增加 Er^{3+} 离子激光上能级 ${}^4I_{13/2}$ 的粒子数目,形成粒子数反转.

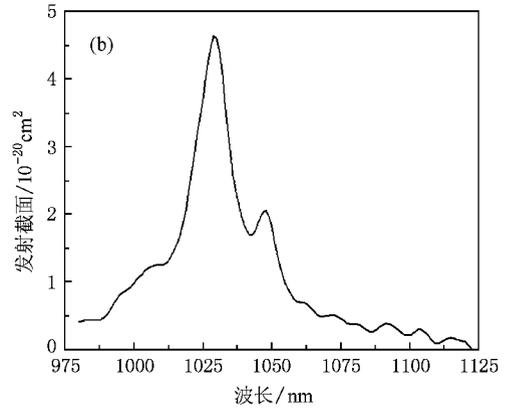


图 4 5at% Yb^{3+} :2at% Er^{3+} :YAG 透明陶瓷在 1.5 μm 波段 (a) 和 1030 nm 波段 (b) 的荧光发射截面

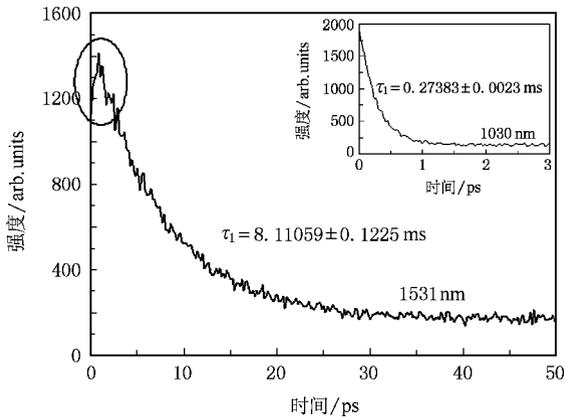


图 5 Yb,Er :YAG 透明陶瓷在 1531 nm 和 1030 nm(内插图)的荧光寿命曲线

对图 4(a)的 1.5 μm 发射截面积分得出 $\int \sigma_{\text{em}} dv = 3.57 \times 10^{-18} \text{ cm}^2$,与通过 J-O 理论得出的 1.5 μm 波段积分发射截面积 $\int \sigma_{\text{em}} dv = 3.057 \times 10^{-18} \text{ cm}^2$ 的结果符合较好.根据 Caird 等^[12]提出的理论,当积分发射截面大于 10^{-18} cm^2 时,此能级跃迁具有较高的量子效率,对材料实现激光输出非常有利.实测荧光寿命 $\tau_1 = 8.11 \text{ ms}$,与磷酸盐等玻璃基质的 7—8 ms 相当. J-O 理论计算得出荧光寿命 $\tau = 5.95 \text{ ms}$,实验值比理论值偏大是因为 Er^{3+} 离子的荧光光谱和吸收光谱的谱带重叠,在 1.5 μm 波段处存在自吸收效应,引起 Er^{3+} 离子辐射能量迁移,能量可以在长距

离内迁移而不弛豫至基态能级.自吸收效应的存在使得实际测量的荧光寿命偏大,造成的误差偏大可达 10% 左右^[13].整体上,表 2 的理论结果与实验结果误差不超过允许误差范围即 20%,证明 J-O 理论得到的结果可以定性地说说明样品的光谱跃迁特点.从表 2 的光谱和跃迁参数结果看出 Er, Yb :YAG 透明陶瓷在 1.5 μm 波段 (${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$) 的光谱跃迁相对于其他能级跃迁(如表中的 ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}$, ${}^4I_{9/2} \rightarrow {}^4I_{11/2}$ 等)具有大的荧光分支比、上能级寿命和积分发射截面,具备实现 1.5 μm (${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$) 人眼安全波段激光振荡的所需条件.

4. 结 论

采用固相法和真空烧结技术制备 5at% Yb^{3+} , 2at% Er^{3+} 共掺杂 YAG 透明陶瓷,在 1450 $^\circ\text{C}$ 退火后样品的透过率较高,透过率曲线在 400—1700 nm 波段比较水平.陶瓷的晶界处和晶粒内部均无异相、气孔存在,晶粒尺寸平均为 15 μm . Yb, Er :YAG 中的 Yb^{3+} 离子在 940 nm 处具有较强的吸收系数.利用 J-O 理论拟合计算出 Yb, Er :YAG 透明陶瓷的 Er^{3+} 离子部分能级的自发跃迁几率,荧光寿命和积分发射截面. ${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ 对应的 1.5 μm 波段的荧光发射截面积和寿命的计算结果,与实验结果在 20% 的允许误差内符合较好.实测 5at% Yb^{3+} :2at% Er^{3+} :YAG 陶瓷样品相对 5at% Yb :YAG 陶瓷在 1030 nm 处(波

长对应 Yb^{3+} 离子的 ${}^2F_{7/2} \rightarrow {}^2F_{5/2}$ 能级跃迁)的荧光寿命的减小,以及样品在 $1.5 \mu\text{m}$ 波段(${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$)的荧光寿命曲线中初始强度的上升,两者均说明材料中的 Yb^{3+} 离子对 Er^{3+} 离子具有较强敏化作用.同时比较各能级跃迁的光谱参数得出 Yb , Er :YAG 透明

陶瓷在 ${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ 的能级跃迁($1.5 \mu\text{m}$ 波段)具有较大的荧光发射截面积和寿命,这是实现激光振荡输出的必要条件.结果表明 Er , Yb :YAG 透明陶瓷是一种具有潜在希望可以实现 $1.5 \mu\text{m}$ 人眼安全波段激光输出的材料.

- [1] Li S F, Zhang Q Y 2005 *Acta Phys. Sin.* **54** 5462 [in Chinese] 李善锋、张庆瑜 2005 物理学报 **54** 5462]
- [2] Georgiou E, Musset O, Boquillon J P 2000 *Appl. Phys. B: Lasers Opt.* **70** 755
- [3] Schweizer T, Heumann E, Heine F, Huber G 1994 *CLEO/Europe* **94** 389
- [4] Li L, Morrell M, Qiu T, Temyanko V L, Schulzgen A, Mafi A, Kouznetsov D, Moloney J V, Luo T, Jiang S, Peyghambarian N 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 2721
- [5] Georgiou E, Kiriakidi F, Musset O, Boquillon J P 2005 *Opt. Eng.* **44** 064202
- [6] Ikesue A, Kinoshita T, Kamata K, Yoshida K 1995 *J. Am. Ceram. Soc.* **78** 1033
- [7] Shoji I, Kurimura S, Sato Y, Taira T, Ikesue A, Yoshida K 2000 *Appl. Phys. Lett.* **77** 939
- [8] Hinojosa S, Barbosa-Garcia O, Meneses-Nava M A, Maldonado J L, Rosa-Cruz E, Ramos-Ortiz G 2005 *Opt. Mater.* **27** 1839
- [9] Zhang Y P, Xia H P 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 4207 [in Chinese] [张约品、夏海平 2007 物理学报 **56** 4207]
- [10] Wu Y S, Li J, Pan Y B 2007 *J. Am. Ceram. Soc.* **90** 3334
- [11] Zang J C 2006 *New Type Crystalline Material* (Beijing: Science Press) 161 [in Chinese] 臧竞存 2006 新型晶体材料(北京:科学出版社)第 161 页]
- [12] Caird J A, Deshazer L G, Nella J 1975 *IEEE J. Quant. Electron.* **11** 874
- [13] Sumida D S, Fan T Y 1994 *Opt. Lett.* **19** 1343

Fabrication of Yb^{3+} , Er^{3+} :YAG transparent ceramics and study of its 1.5 μm fluorescence spectrum*

Huang Tong-De^{1,2)} Jiang Ben-Xue¹⁾ Wu Yu-Song^{1,2)} Li Jiang¹⁾ Shi Yun¹⁾
Liu Wen-Bin¹⁾ Pan Yu-Bai^{1)†} Huang Li-Ping¹⁾ Guo Jing-Kun¹⁾

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

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

(Received 21 April 2008 ; revised manuscript received 8 July 2008)

Abstract

5at% Yb^{3+} 2at% Er^{3+} :YAG transparent ceramics possessing a high transmittance was sintered at 1760°C for 30 h by solid-state method and vacuum sintering technique. The sample exhibited pore-free structure and had no secondary phase in the grain boundary and in the grain, as observed in the SEM photograph. The sample's absorption and fluorescent spectra show that the Yb^{3+} ions have a high absorption coefficient at 940 nm. The decay life-time at the 1030 nm wavelength is only 0.274 ms and the initial intensity has an ascending tendency in the fluorescent life-time curve at the wavelength range of 1.5 μm , both of which demonstrate the existence of energy transfer from Er^{3+} ions to Yb^{3+} ions. The life-time and stimulated emission cross section of electronic transition between some levels were calculated with the intensity parameter Ω_λ of Er^{3+} acquired from Judd-ofelt theory. The experimental results of the spectrum parameters (the emission cross section and fluorescent life-time) of Er^{3+} ions in the wavelength range of 1.5 μm are the same as the results of the Judd-Ofelt theory. The transition between $^4I_{13/2}$ and $^4I_{15/2}$ simultaneously has a large stimulated emission cross section, fluorescence ratio and upper level life-time relative to the other energy level transitions of the sample, which makes the laser output of Er,Yb:YAG transparent ceramics in the wavelength range of 1.5 μm , the eye-safe wavelength range, possible.

Keywords : Er,Yb:YAG transparent ceramics, fluorescence spectrum at 1.5 μm , Judd-Ofelt theory

PACC : 8120E, 0765, 9575F, 3270F

* Project supported by the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2007AA03Z523), the Major Fundamental Research Program of Shanghai, China (Grant No. 07DZ14001), and the fund of National Engineering Research Center for Optoelectronic Crystalline Materials (Grant No. 2005DC105003).

† Corresponding author. E-mail : ybpan@mail.sic.ac.cn