(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 114502520 B
(45)授权公告日 2023.12.05

(21)申请号 202080069254.2
(22)申请日 2020.10.13
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114502520 A
(43)申请公布日 2022.05.13
(30)优先权数据
2020-019898 2020.02.07 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2022.04.01
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2020/038554 2020.10.13
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2021/157135 JA 2021.08.12
(73)专利权人 捷客斯金属株式会社
地址 日本东京
(72)发明人 山崎芳树 味谷和之 田子雅宏 三上充
(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司 11219
专利代理师 赵晶 李范烈
(51)Int.Cl.
*C04B 37/00*(2006.01)
*C04B 37/04*(2006.01)
*H01S 3/06*(2006.01)
(56)对比文件
US 2006227829 A1,2006.10.12
JP 2014519721 A,2014.08.14
CN 1977393 A,2007.06.06
CN 1533370 A,2004.09.29
JP 2003313083 A,2003.11.06
JP H0597530 A,1993.04.20
审查员 龚智慧

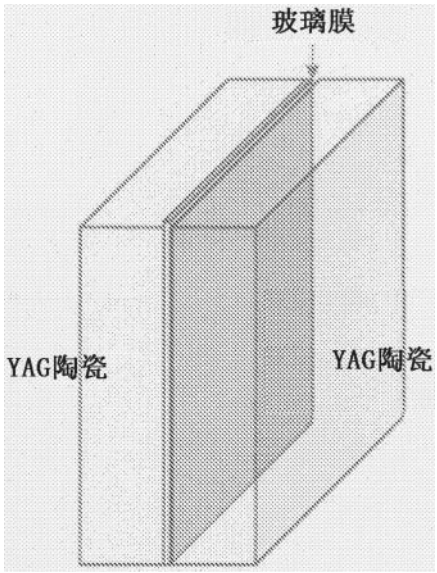
权利要求书1页 说明书8页 附图2页

(54)发明名称

# YAG陶瓷接合体及其制造方法

(57)摘要

一种YAG陶瓷接合体，是将YAG陶瓷与YAG陶瓷或光学玻璃接合而成的YAG陶瓷接合体，其特征在于，所述YAG陶瓷接合体具备玻璃作为接合层，透射率的变化率为7%以内。课题是提供一种接合体及其制造方法，所述接合体是将YAG陶瓷与YAG陶瓷接合而成的接合体、或者将YAG陶瓷与光学玻璃接合而成的接合体，所述接合体抑制了接合界面处的光的反射。




CN 114502520 B

1.一种YAG陶瓷接合体,是在激光应用中使用的YAG陶瓷接合体,所述YAG陶瓷接合体将作为激光介质的YAG陶瓷与作为光吸收层的YAG陶瓷或光学玻璃接合,并从处于激光介质的周围的光吸收层导入激励光,从激光介质向与激励光的入射方向垂直的垂直方向输出激光,其特征在于,

所述YAG陶瓷接合体具备玻璃作为用于将所述激光介质与所述光吸收层接合的接合层,所述玻璃熔点为1500℃以下,透射率的变化率为7%以内,且是碱硅酸盐系玻璃、铝硅酸盐系玻璃、硼硅酸盐系玻璃、锗硅酸盐系玻璃中的任一种。

2.根据权利要求1所述的YAG陶瓷接合体,其特征在于,

作为接合层的玻璃的对于波长650nm的光的折射率为1.71～1.91。

3.根据权利要求1或2所述的YAG陶瓷接合体,其特征在于,

将YAG陶瓷与YAG陶瓷接合而成的YAG陶瓷接合体是将Yb:YAG与Yb:YAG、Nd:YAG与Nd:YAG、Yb:YAG与Cr:YAG、Yb:YAG与Sm:YAG接合而成的YAG陶瓷接合体。

4.根据权利要求1或2所述的YAG陶瓷接合体,其特征在于,

光学玻璃的对于波长650nm的光的折射率为1.71～1.91,热膨胀率为7～9ppm/K。

5.一种YAG陶瓷接合体的制造方法,是权利要求1～4中任一项所述的YAG陶瓷接合体的制造方法,其特征在于,

在将熔融的玻璃涂层于一个YAG陶瓷的表面之后,在涂层有该玻璃的表面贴合另一个YAG陶瓷或光学玻璃,然后进行冷却。

# YAG陶瓷接合体及其制造方法

## 技术领域

[0001] 本发明涉及YAG(钇铝石榴石)陶瓷接合体,特别是涉及介有玻璃作为接合层的YAG陶瓷接合体及其制造方法。

## 背景技术

[0002] 标准的激光是对作为荧光体的激光介质进行激励,在通过在光学上相对的高反射率反射镜夹入的共振器内进行光放大的应用。作为高功率激光的激光介质的代表,使用YAG陶瓷。而且,激光介质除了其本身成为振荡源的情况以外,也存在将从其他介质产生的激光输出放大的作为放大器的应用。

[0003] YAG陶瓷由于掺杂有Nd、Sm、Yb、Cr等掺杂物而特性较大地变化。作为放大器用,报告了在Nd:YAG多结晶材料的周围掺杂有Sm的光吸收层YAG多结晶的开发(非专利文献1、2)。而且,对于能量蓄积优异的Yb:YAG激光多晶体,也通过接合掺杂有Cr的YAG多晶体而确认了高功率动作(非专利文献3)。

[0004] YAG陶瓷专门使用于高功率激光,要求对于激光振荡部分的YAG陶瓷接合不同的掺杂物的YAG陶瓷或光吸收用的光学玻璃作为寄生振荡防止用的光吸收层的技术。而且,也需要大口径的透明YAG陶瓷,为了满足这些需要而需要YAG陶瓷彼此的接合、YAG陶瓷与光吸收用的光学玻璃的接合技术。

[0005] 在先技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本特表2014-519721号公表

[0008] 非专利文献

[0009] 非专利文献1:A.Ikesue,Y.L.Aung,Nature Photonics 2,721-727(2008)

[0010] 非专利文献2:Yamamoto,R.M.et al.,Roc,Adv.Solid State Photon,Nara,Japan WC5(2008)

[0011] 非专利文献3:S.Banerjee,et al.,Opt.Lett.37,2175-2177(2012)

## 发明内容

[0012] 发明的概要

[0013] 发明要解决的课题

[0014] 本发明是鉴于上述那样的情况而作出的发明,其目的在于提供一种接合体及其制造方法,所述接合体是将YAG陶瓷与YAG陶瓷接合而成的接合体或者将YAG陶瓷与光学玻璃接合而成的接合体,所述接合体抑制了接合界面处的光的反射。

[0015] 用于解决课题的方案

[0016] 能够解决上述的课题的本发明的实施方式是将YAG陶瓷与YAG陶瓷或光学玻璃接合而成的YAG陶瓷接合体,其主旨在于,所述YAG陶瓷接合体具备玻璃作为接合层,透射率的变化率为7%以内。

[0017] 发明效果

[0018] 根据本发明，具有能够提供抑制了接合界面处的光的反射的、YAG陶瓷与YAG陶瓷的接合体、或者YAG陶瓷与光学玻璃的接合体这样优异的效果。

## 附图说明

[0019] 图1是本发明的一实施方式的YAG陶瓷接合体的示意图。

[0020] 图2是标准的激光应用的示意图。

## 具体实施方式

[0021] 陶瓷彼此的接合自身到目前为止也有报告，在将接合面加工为平坦之后，一边施加温度一边加压，通过基于陶瓷彼此的原子扩散的扩散接合进行接合。该扩散接合将接合面彼此研磨加工成镜面，在使接合面接触的状态下使温度上升，成为能够扩散的状态。然而，基于扩散接合的处理需要在从几百度至一千几百度左右的炉内进行处理，因此需要进行考虑了陶瓷的热膨胀的定位、高度的温度控制，难以面内均匀地接合。此外，在使接合面积增加的情况下，该处理变得更加困难。

[0022] 近年来，作为将陶瓷彼此接合的其他的方法，报告了常温接合方法。常温接合将被接合物导入到真空腔室之中，通过Ar射束等原子射束或离子射束对被接触面的表面进行照射。是如下技术：照射的面成为元素的表面结合键露出的状态，通过使被接合面彼此接触，无元素扩散地即使在常温下也能够作出牢固的接合。然而，需要将能够接合的接合面的平坦度提升至原子层级别(Ra＝sub-nm～几nm级别)，虽然在陶瓷中以几cm见方程度的样品报告了成功，但是在比其大的尺寸下，被高研磨精度限速，因此存在加工成本升高这样的问题。

[0023] 此外，也已知有使用光学粘接剂进行接合的情况(专利文献1)。然而，该粘接剂通常存在热膨胀率大且在改变了温度时应变增大的问题。而且，粘接剂的主成分为有机物材料，因此存在耐热(耐冷)性差这样的问题。特别是作为用于激光应用来使用的情况下，处于曝露于强光的环境下，因此存在有机物的骨架成分的耐热(耐冷)性、耐光性的下降进展这样的问题。此外，为了调整折射率，也进行向粘接剂中放入纳米粒子的情况，但是根据放入纳米粒子的量，接合强度也可能会下降。

[0024] 这样，使以激光用陶瓷为代表那样的透明性高且高密度(例如，相对密度为99.99％以上)的陶瓷彼此或其他的光学材料接合的情况极其困难。到目前为止，光学陶瓷(YAG陶瓷等)、其他的光学材料(光学玻璃等)要求透明性，因此要求在接合界面保持良好的状态下高接合强度地接合。在利用了材料彼此的表面扩散的扩散接合、基于粘接剂的接合中，难以制造具有透明性且具有耐性的接合体，为了以量产水平实现均匀的接合而要求根本性的解决。

[0025] 因此，着眼的是使用了玻璃材料的接合。玻璃是同时具备在室温时具有弹性的固体的性质和在提高了温度时具有流动性的性质的液体的性质且富有赋形性的材料，因此是材料形成的范围广的材料。在本发明中，其特征在于，将这样的玻璃作为接合层使用，来制造YAG陶瓷彼此的接合体、或者YAG陶瓷与其他的光学材料(光学玻璃)的接合体。将玻璃作为接合层使用的YAG陶瓷接合体在接合界面处被抑制光的反射而透射率高，在激光应用中

极其有用。

[0026] 本实施方式的陶瓷接合体是将YAG陶瓷与YAG陶瓷或光学玻璃接合的YAG陶瓷接合体，其特征在于，具备玻璃作为接合层，透射率的变化率为7％以内。更优选变化率为5％以内，进一步优选变化率为3％以内。

[0027] 在此，使波长650nm的光(激光二极管)分别向YAG陶瓷母材(接合前)和YAG陶瓷接合体(接合后)入射，测定其透射率，根据以下的式子算出透射率的变化率。

[0028] 透射率的变化率＝(接合体的透射率)/(母材的透射率)×100

[0029] 如果透射率的变化率为7％以内，则在接合界面处，可以说能充分抑制光的反射，能够作为激光应用来使用。

[0030] 另外，在本发明的实施方式中，作为接合层的玻璃优选使用对于波长650nm的光的折射率为1.71～1.91的玻璃材料。作为接合对象物的YAG陶瓷的折射率虽然也受掺杂物的种类的影响，但是为1.83左右，而且，为了抑制寄生振荡而使用的光学玻璃具有与作为激光介质的YAG陶瓷同等程度的折射率，因此通过将具备与它们同等的折射率(1.71～1.91:波长650nm)的玻璃材料作为接合层使用，能得到抑制YAG陶瓷接合体中的接合界面处的光的反射而具有高透射率这样优异的效果。

[0031] 作为接合层的玻璃是以硅酸盐为主成分的透明的材料，可以使用碱硅酸盐系玻璃材料、铝硅酸盐系玻璃、硼硅酸盐系玻璃、锗硅酸盐系玻璃、含铅系玻璃、硼酸铋系玻璃等。而且，当考虑接合工艺时，优选使用低熔点(熔点:1500℃以下)的玻璃，但是如果即使熔点高而折射率也是与YAG陶瓷或光学玻璃接近的值，则没有特别问题。而且，可以使用使玻璃材料的一部分或全部结晶化的结构。

[0032] (YAG陶瓷)

[0033] YAG陶瓷是向以$Y_3Al_5O_{12}$为母体的多晶体添加了掺杂物(Nd、Yb、Cr、Sm、Er等)作为激光振荡用或光吸收用的松散材料。而且，不存在基于掺杂元素的吸收，从可见光区域(波长380nm～760nm)至红外区域(上限为波长3000nm)附近的透射率为80％以上。YAG陶瓷的折射率虽然根据掺杂物的种类而稍微变动，但是对于波长650nm的光为1.83左右。通过设为高密度体，优选使用在散料内残存孔隙少的材料，根据目的，也可以使用无添加的YAG陶瓷。

[0034] (光学玻璃)

[0035] 光学玻璃能够吸收从YAG陶瓷振荡的光，能够作为用于降低寄生振荡的光吸收层(包层)使用。优选使用具有与形成激光介质(芯)的YAG陶瓷同等的折射率(对于波长650nm的光的折射率为1.71～1.91)及热膨胀率(7～9ppm/K)，在YAG的振荡波长(波长1030nm、1064nm)下具有光吸收的材料。

[0036] 接下来，关于本发明的实施方式的YAG陶瓷接合体的制造方法的一例及适用例，以下进行说明。

[0037] 为了将YAG陶瓷与YAG陶瓷或光学玻璃接合，在一个YAG陶瓷的表面上涂层了熔融的玻璃(粘接玻璃)之后，在涂层的面上贴合另一个YAG陶瓷或光学玻璃，然后进行缓冷，由此能够制造图1所示那样的夹有玻璃作为接合层的YAG陶瓷接合体。而且，通过使用与光学玻璃同质的材料(钛硅酸盐玻璃等)作为粘接玻璃，能够制造实质上由YAG陶瓷/光学玻璃构成的接合体。

[0038] 经由玻璃作为接合层而接合的YAG陶瓷接合体例如可以在以下那样的激光应用中

使用。

[0039] 图2示出标准的激光应用的示意图。通过激光二极管1的激励光2对作为荧光体的激光介质3(Yb:YAG陶瓷等)进行激励,在由相对的高反射反射镜4、4'夹入的共振器内进行了光放大之后,作为激光5放出。此时,激光介质3的端面成为反射面,在与由反射镜4、4'形成的面不同的方位进行激光振荡的寄生振荡6产生。当该寄生振荡6产生时,与本来的根据由相对反射镜4、4'构成的共振器而预测的激光相比输出下降,因此要求减少该寄生振荡6。

[0040] 为了减少该寄生振荡6,在激光介质的周围形成具有同等的折射率且以激光介质的振荡波长带进行光吸收的光吸收层7。作为光吸收层7,通过将掺杂有Cr等过渡金属的Cr:YAG陶瓷接合,能够防止寄生振荡6。而且,本申请人以前提出了使用具有0.1～10.0$cm^{-1}$的吸收系数,与激光介质的折射率差为±0.1以内,与激光介质的线热膨胀系数差为±1ppm/K以内的玻璃(光学玻璃)作为光吸收层的方案(日本特愿2019-002307)。

[0041] 在成为激光介质的Yb:YAG陶瓷与成为光吸收层的Cr:YAG陶瓷或光学玻璃的接合中,能够适用本发明的使用了玻璃作为接合层的YAG陶瓷彼此的接合体、或者YAG陶瓷与其他的光学材料(光学玻璃)的接合体。需要说明的是,在上述中,说明了成为激光介质的YAG陶瓷与成为光吸收层的YAG陶瓷或光学玻璃的接合,但是在与光吸收层的接合以外的目的下,例如,以成为激光介质的YAG陶瓷的大口径化为目的,将多个同质的YAG陶瓷经由玻璃接合层接合的情况下,也能够适用本发明。

[0042] 实施例

[0043] 以下,基于实施例及比较例进行说明。需要说明的是,本实施例只不过为一例,不受该例的任何限制。即,本发明仅由权利要求书限制,包括本发明中包含的实施例以外的各种变形。

[0044] (实施例1)

[0045] 作为YAG陶瓷,准备了两片0.5at%Yb:YAG(2cm×1cm,5mm厚),准备了玻璃材料(LX-57B:日本电气硝子公司制)作为接合层。将玻璃材料以1000℃熔融,将熔融的玻璃涂层于一个YAG陶瓷的表面之后,贴合另一个YAG陶瓷,制造了YAG陶瓷接合体。

[0046] 需要说明的是,Yb:YAG陶瓷的折射率对于波长650nm的光为1.83,接合层的玻璃材料的折射率对于该波长为1.71。而且,Yb:YAG陶瓷的热膨胀率为8ppm/K,玻璃材料的热膨胀率为8ppm/K。

[0047] 使激光(波长:650nm)向YAG陶瓷母材(接合前)及得到的YAG陶瓷接合体(接合后)分别入射,测定接合前后的透射率,进行了比较的结果是,其变化率为7%,确认到能抑制接合界面处的光反射的情况。而且,该接合体确认到即使在玻化温度以上的600℃的高温环境下,而且,即使在液氮温度的低温环境下,也未发生剥离、破裂等。

[0048] 【表1】

[0049]

（实施例1） YAG陶瓷/粘接玻璃/YAG陶瓷

| | 折射率（波长650nm） | 热膨胀率（ppm/K） | 透射率的变化率（接合体的透射率／母材的透射率） | 接合体的低温耐性（液氮温度） | 接合体的高温耐性（600℃温度） |
|---|---|---|---|---|---|
| YAG陶瓷(母材) | 1.83 | 8 | | | |
| 粘接玻璃 | 1.71 | 8 | | | |
| 接合体(YAG陶瓷/粘接玻璃/YAG陶瓷) | | | 7% | 无剥离、破裂 | 无剥离、破裂 |

[0050] (实施例2)

[0051] 作为YAG陶瓷，准备0.5at％Yb:YAG(2cm×1cm，5mm厚)、钛硅酸盐系玻璃(光学玻

璃:2cm×1cm,5mm厚),作为接合层,准备了与所述光学玻璃相同的玻璃材料。将玻璃材料以1250℃熔融,将熔融的玻璃涂层于YAG陶瓷的表面之后,贴合光学玻璃,制造了YAG陶瓷接合体。需要说明的是,光学玻璃的折射率对于波长650nm的光为1.81,热膨胀率为7ppm/K。

[0052] 使激光(波长:650nm)向YAG陶瓷母材(接合前)及得到的YAG陶瓷接合体(接合后)分别入射,将接合前后的透射率进行了比较的结果是,确认到其变化率为1.5%,能抑制接合界面处的光反射。而且,该接合体确认到即使在玻化温度以上的700℃的高温环境下,而且,即使在液氮温度的低温环境下,也未发生剥离、破裂等。

[0053] 【表2】

[0054]

(实施例2) YAG陶瓷/光学玻璃

| | 折射率（波长650nm） | 热膨胀率（ppm/K） | 透射率的变化率（接合体的透射率／母材的透射率） | 接合体的低温耐性（液氮温度） | 接合体的高温耐性（700℃温度） |
|---|---|---|---|---|---|
| YAG陶瓷（母材） | 1.83 | 8 | | | |
| 光学玻璃（钛硅酸盐玻璃） | 1.81 | 9 | | | |
| 接合体（YAG陶瓷/光学玻璃） | | | 1.5% | 无剥离、破裂 | 无剥离、破裂 |

[0055] 产业上的可利用性

[0056] 本发明具有如下优异的效果：能够提供抑制接合界面处的光反射，即使对于温度

变化也难以产生破坏的YAG陶瓷与YAG陶瓷的接合体、或者YAG陶瓷与光学玻璃的接合体。本发明的陶瓷接合体作为高功率激光(放大器)等的激光应用而有用。

[0057] 标号说明

[0058] 1 激光二极管

[0059] 2 激励光

[0060] 3 激光介质(芯)

[0061] 4 反射镜

[0062] 5 激光

[0063] 6 寄生振荡

[0064] 7 光吸收层(包层)。

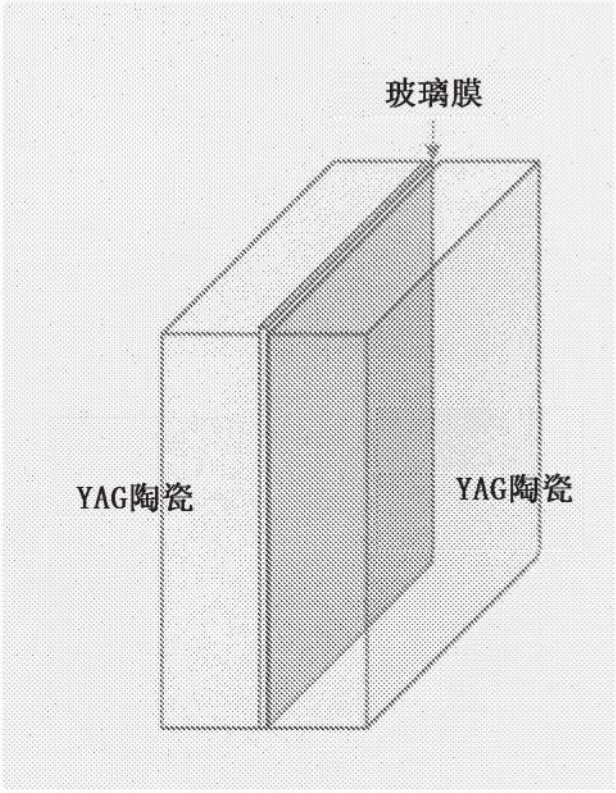



图1

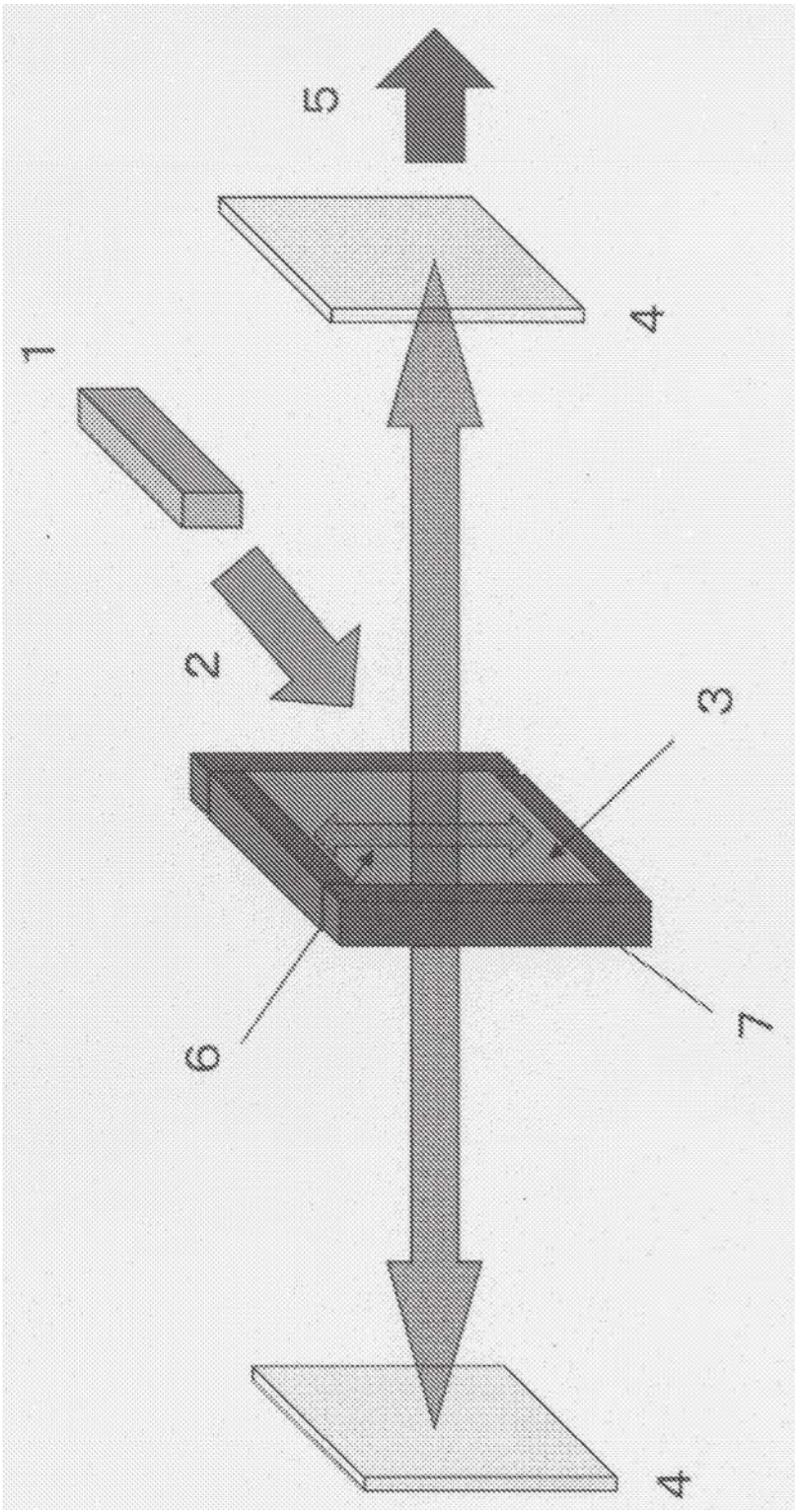



图2