

CRESCIMENTO DE MONOCRISTAIS DA FAMÍLIA LiMAIF_6

Sandro Bruno Cabral, Sonia Licia Baldochi
Divisão de Materiais Optoeletrônicos- MEO

OBJETIVO

O desenvolvimento de lasers do estado sólido teve impulso nos últimos anos com a obtenção de ação laser em íons metálicos como Ti e Cr. Uma vez determinado o potencial desses íons, a escolha do material hospedeiro determina a viabilidade de novos lasers. Recentemente, obteve-se ação laser em monocristais de $\text{LiCaAlF}_6:\text{Cr}$ e seus derivados $\text{LiSrAlF}_6:\text{Cr}$ e $\text{LiSGF}:\text{Cr}$ entre outros. Estes compostos apresentam uma combinação de características que os tornam lasers sintonizáveis e adequados para a geração de pulsos curtos. O objetivo deste trabalho é estudar o processo de crescimento de monocristais da família $\text{LiMAIF}_6:\text{Cr}$ ($M = \text{Sr}$ ou Ca) para aplicações em lasers de estado sólido.

A utilização de um material como componente ótico é dependente de vários fatores diretamente relacionados com a preparação do material. No caso de fluoretos para aplicações laser a pureza do material de partida é o primeiro fator importante. Estes materiais são facilmente contaminados pela presença de água e oxigênio. Por esta razão, deve ser efetuado um rígido controle da atmosfera de crescimento. A qualidade ótica dos cristais é, também, influenciada pelos parâmetros de crescimento tais como velocidade de puxamento e rotação da semente - a qual influencia na forma da interface sólido-líquido e gradientes presentes durante no sistema - os quais influenciam na formação de defeitos e na qualidade cristalina.

Neste trabalho são apresentados os resultados do estudo realizado para adequação do sistema de crescimento à preparação de cristais da família LiMAIF_6 , bem como experiências preliminares para obtenção destes compostos.

METODOLOGIA

Para o crescimento dos cristais, foi utilizado o método de crescimento Czochralski [1,2]. Este método consiste em fundir o material e a partir de uma semente (pequeno pedaço de cristal do mesmo material) iniciar o processo de cristalização. Após a fusão do material, a semente é deslocada até a superfície do líquido e quando esta toca o líquido ocorre a formação de uma interface sólido-líquido. O crescimento do cristal é obtido pelo balanço do calor que flui através da interface e o calor latente de cristalização.

O balanço do fluxo de calor em uma interface plana é dado por:

$$K_s G_s - K_l G_l = Lv \quad [1]$$

onde $K_{s,l}$ são as condutividades térmicas e $G_{s,l}$ os gradientes de temperatura axial no cristal e no líquido, respectivamente; L é o calor latente de solidificação e v a velocidade de crescimento. Na prática, o controle do processo de crescimento é obtido pelo controle da velocidade de crescimento e das taxas de temperatura.

O forno Czochralski utilizado neste estudo foi construído no próprio IPEN em 1980. O mesmo possui um sistema de

aquecimento resistivo, controle manual, e opera até a temperatura de 1.000°C.

RESULTADOS

O controle dos parâmetros de crescimento Czochralski são manuais, isto é, sem sistema de controle automático, é um processo que depende do conhecimento das propriedades do material, dos gradientes presentes no sistema e, também, da experiência do operador. A adequação destes fatores é, em grande parte, obtida de forma empírica, sendo necessárias varias experiências.

Para redução de custo, o ajuste do sistema foi inicialmente realizado a partir do crescimento de cristais de LiF. Este material apresenta ponto de fusão e algumas características similares aos fluoretos em estudo.

Para assegurar a ausência de umidade e oxigênio no forno de crescimento a carga inicial foi inicialmente tratada a vácuo até uma temperatura próxima da temperatura de fusão. Após a introdução de Argônio a temperatura era elevada até a fusão do material.

Experiências com LiF permitiram determinar a influência das taxas de temperatura, da velocidade de crescimento e da velocidade de rotação durante o processo de crescimento. Os parâmetros utilizados no crescimento de cristais de LiF foram : $v_{\text{rotação}}=16$ rpm e $v_{\text{crescimento}} = 2$ mm/h. O material foi fundido em cadinhos de carbono vitrificado ou platina. O programa de temperatura utilizado consistiu no resfriamento a uma taxa de -0.2°C/h durante o processo. Para o resfriamento após término do processo utilizou-se uma taxa de -35°C/h . Foram obtidos cristais de LiF com o diâmetro constante, transparentes em toda sua extensão e sem espalhamento.

Para o crescimento de cristais de LiSrAlF_6 puros e dopados com Cr foram utilizadas as seguintes condições: sementes nas direções c e a , $v_{\text{rotação}}=16$ rpm, e $v_{\text{puxamento}} = 1$ mm/h. Cristais de LISAF:Cr foram crescidos em cadinhos de carbono vitrificado, uma vez que o cromo reage com a platina. Tanto os cristais de LISAF puros quanto os cristais de LISAF:Cr apresentaram trincas no início do crescimento, ou durante o processo de resfriamento, indicando ser necessário o ajuste dos gradientes térmicos presentes no forno Czochralski utilizado. Entretanto, os cristais obtidos são transparentes, evidenciando controle adequado da atmosfera de crescimento, e com diâmetro constante. Dos cristais crescidos foram retiradas amostras para estudos espectroscópicos e testes de ação laser.

CONCLUSÕES

Através deste estudo foi possível ajustar um sistema de crescimento Czochralski para o crescimento de cristais da família LiMAIF_6 . Foi estudada a influência da atmosfera de crescimento, dos gradientes presentes no sistema e das velocidades de puxamento e rotação na qualidade ótica e cristalina de cristais de LiSAF_6 puros e dopados com cromo. Em seqüência a este estudo serão realizadas experiências com cristais de LiCAF puros ou com Cr.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Apostila da I Escola de Verão de Crescimento de Cristais, IPEN, 1997
- [2] Arend, H. e Hulliger J., Crystal Growth in science and technology, Plenum, 1987

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Conselho Nacional de Pesquisa - CNPq