

Crescimento de fibras monocristalinas pela Técnica de *micro-pulling down* de $\text{LiLa}(\text{WO}_4)_2$ Puro e Dopado com Yb para Estudos de Ação Laser

Rafael Lima Denaldi e Sonia Licia Baldochi
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

INTRODUÇÃO

Matrizes laser ativas na forma de fibras monocristalinas apresentam-se como alternativa interessante em relação aos já conhecidos cristais volumétricos. Para aplicações laser, as propriedades de guia de onda de materiais em forma de fibra podem ser combinadas com as propriedades de conversão dos cristais laser e suas características de absorção e emissão que permitem largas secções de choque de absorção e emissão. Ainda, a alta razão de aspecto (relação comprimento/diâmetro) das fibras permite uma maior eficiência na retirada do calor gerado, aumentando a potência do laser, sendo muito promissoras para o desenvolvimento de lasers compactos. O método de *micro-pulling down* (m-PD) [1], permite o crescimento de fibras monocristalinas com alta velocidade de puxamento, resultando na obtenção de amostras cristalinas de forma mais rápida comparativamente aos cristais “bulk”.

OBJETIVO

Estudar e otimizar o crescimento de fibras monocristalinas, com orientações definidas, da matriz laser $\text{LiLa}(\text{WO}_4)_2$ (LLW), pura e dopada com Yb, através do método de m-PD.

METODOLOGIA

Para o processo de crescimento inicialmente foram sintetizados os compostos de partida através da reação de estado sólido de 52% mol de $\text{Li}_2\text{W}_2\text{O}_7$ e 48% mol de $\text{La}_2\text{W}_2\text{O}_9$, o excesso de Li na composição é necessário devido a fusão

incongruente do composto LLW [2]. A mistura foi aquecida a taxa de $50^\circ\text{C}/\text{h}$ e tratada à temperatura de 700°C por 48h. Para o puxamento de fibras monocristalinas foi utilizado um forno resistivo comercial de m-PD da Linn Therm. Os cadinhos foram preparados manualmente a partir de chapas de platina e capilares de 1,2mm de diâmetro interno e 2mm de comprimento. A soldagem dos capilares nos cadinhos foi realizada termicamente, no próprio equipamento de m-PD, e/ou por soldagem a laser. A Figura 1 apresenta um esquema do processo de m-PD.

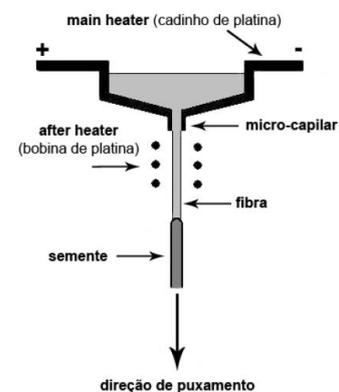


Figura 20. Diagrama do sistema m-PD resistivo.

Para obtenção de sementes orientadas utilizou-se o método de Laue. Para preparação prévia de sementes utilizou-se um cristal de $\text{NaLa}(\text{WO}_4)_2:\text{Nd}$, de estrutura tetragonal análoga ao LLW. A análise do padrão de difração foi realizada utilizando-se o software CLIP [3]. A caracterização por difração de raios-X (DRX) foi realizada em um equipamento da Rigaku DMAXB. Os dados foram coletados a temperatura ambiente, no intervalo 2θ de 10° a 100° e varredura em passos de $0.02^\circ/10\text{s}$.

RESULTADOS

A análise por DRX do material sintetizado (Figura 2) evidenciou a presença de três fases: $\text{Li}_2\text{W}_2\text{O}_7$, $\text{La}_2\text{W}_2\text{O}_9$ e LLW conforme esperado. Este material com excesso de Li foi utilizado no processo de puxamento das fibras monocristalinas.

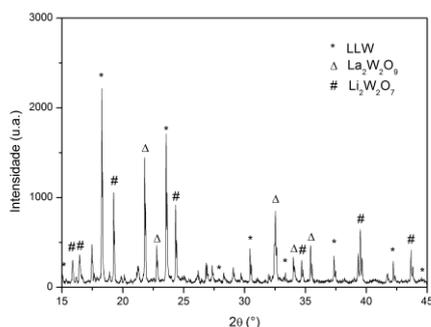


Figura 21. DRX do LLW após sinterização por reação de estado sólido.

A utilização de cadinhos soldados no próprio equipamento de m-PD resultou em vazamento de material; cadinhos soldados a laser não apresentaram este problema, favorecendo inicialmente o crescimento de fibras com boa transparência, mas que ficaram opacas ao longo do processo de puxamento. Este problema decorre de um elevado gradiente térmico na região do menisco (fase líquida). Para ajuste do gradiente de temperatura o *after-heater* foi reposicionado diminuindo-se a distância deste ao cadinho. A correção possibilitou o crescimento de fibras transparentes de LLW, livres de defeitos macroscópicos. A partir da mesma configuração experimental foram também crescidas fibras de LLW dopadas com 2% mol de Yb (Figura 3). O crescimento foi efetuado à velocidade de puxamento de 0,09mm/min, sendo utilizada semente orientada previamente. A Figura 4 mostra o difratograma de Laue do cristal orientado para corte da semente.

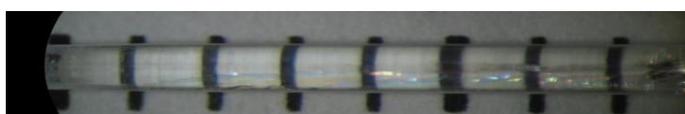


Figura 3. Microscopia Ótica da região central de uma fibra de LLW:Yb (2%mol).

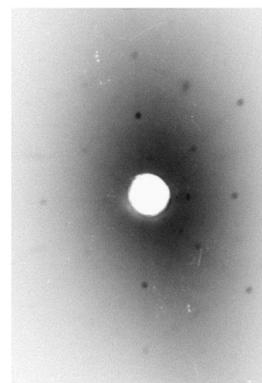


Figura 4. Difratograma de Laue de um cristal "bulk" de NLW:Nd utilizado para corte de sementes.

Foram obtidas fibras com até 20mm de comprimento e 1,0 mm de diâmetro. A orientação das fibras crescidas está sendo analisada para comparação com a orientação inicial da semente.

CONCLUSÕES

O crescimento de LLW:Yb mostrou-se mais estável do que a partir da matriz pura. A distância entre o cadinho e o *after heater* é um parâmetro essencial para o ajuste do crescimento devido à formação de um gradiente de temperatura que favorece a cristalização da forma desejada. A partir dos materiais obtidos será possível dar continuidade ao processo de caracterização das fibras crescidas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [163] T. Fukuda, P. Rudolph, S. Uda (eds.), Fiber crystal growth from the melt, *Advances in Materials Research* (2004).
- [164] De Moraes, J. R. Dissertação de Doutorado. IPEN/USP (2013).
- [165] Site: www.iucr.org.br

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro.