

# INTRODUÇÃO ÀS TÉCNICAS DE CRESCIMENTO DE CRISTAIS A PARTIR DA FUSÃO E DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

André Vida P. de Castro e Izilda M. Ranieri  
Centro de Lasers e Aplicações - CLA

## OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo o treinamento na técnica de crescimento de cristais de fluoretos pelo método Czochralski [1, 2]. Para isso, foi realizada a manutenção e a recuperação da câmara do sistema de crescimento de cristais. Esta atividade foi realizada conforme as seguintes etapas: 1) Desmontagem do sistema, limpeza, reparos de vazamentos e construção de uma nova câmara; 2) remontagem do sistema, testes de vazamentos do sistema de refrigeração, testes de vácuo, preparação do sistema para o crescimento de cristais e 3) crescimento de um cristal de LiF. A partir da qualidade óptica do cristal obtido, pode-se inferir a qualidade da atmosfera no interior da câmara de crescimento de cristais [3].

## METODOLOGIA

O projeto da nova câmara foi desenvolvido e executado de acordo com as seguintes etapas: 1) levantamento das correções a serem executadas para o melhor funcionamento do sistema; e 2) elaboração de um desenho técnico representativo da câmara a ser construída constando o redimensionamento na altura, na espessura do tubo interno e as adaptações do circuito de circulação de água.

A câmara foi confeccionada em aço inox com paredes duplas, o que permite a circulação da água de refrigeração e a operação em vácuo e a alta temperatura. (Figura 1). Após a remontagem do sistema, foi realizada a descontaminação das peças de grafite que constituem o

sistema de isolamento térmica. Este processo exigiu que o sistema fosse aquecido lentamente em vácuo e permanecesse, em altas temperaturas por longos períodos, para a completa eliminação das impurezas adsorvidas, sendo repetido até que a pressão do sistema atingisse o valor de  $2 \cdot 10^{-2}$  mbar a  $1.000^{\circ}\text{C}$ .

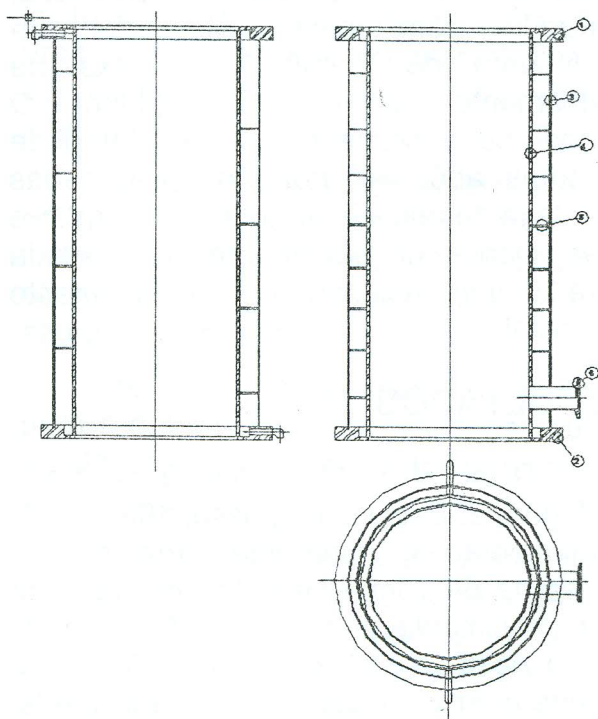


Figura 1.: Esquema de Montagem do projeto da câmara de crescimento.

Após a descontaminação do sistema foi realizado o crescimento de um cristal de LiF. Foram utilizados 150g deste material (Aldrich, 99,9%) acondicionado em um cadinho de platina com diâmetro igual a 60mm e altura de 50mm. Foi utilizada uma semente de LiF orientada ao longo do plano (100) e 32mm de comprimento. O cadinho contendo o material foi adicionado por sua vez em um cadinho de grafite, o qual permite a centralização e o acoplamento com o



sistema de aquecimento, resultando em uma distribuição de calor uniforme através do material fundido. O sistema foi evacuado, obtendo-se uma pressão de  $3.10^{-2}$  mbar durante o processo de aquecimento do sistema até  $600^{\circ}\text{C}$ . A esta temperatura, foi introduzido o gás inerte de Ar e a pressão no interior da câmara, foi mantida em 1,4 atm durante todo o processo. Nesta temperatura, a taxa de aquecimento foi alterada para  $50^{\circ}\text{C/h}$  até a ocorrência da fusão do material, em torno de  $870^{\circ}\text{C}$ .

Neste momento foram realizados os ajustes de rotação da semente (25rpm) e o toque da semente na superfície do material fundido. O crescimento do cristal, realizado com uma velocidade de puxamento de 5mm/h e a taxa de resfriamento de  $0,2^{\circ}\text{C/h}$ . (figura1).O período de crescimento deste cristal foi de 29 horas: após este período, foi aplicadas uma taxa de aquecimento de  $0,5^{\circ}\text{C/h}$  e a velocidade de puxamento, foi alterada para 20mm/h, resultando no destacamento do cristal.

## RESULTADOS

O cristal de LiF obtido é mostrado na Figura 2. Este cristal possui 193 mm de comprimento e apresenta uma secção quadrada de 13mm de lado, resultado de seu crescimento em equilíbrio. A qualidade óptica deste cristal indica a ausência de ataque químico, podendo-se inferir que há o controle adequado da atmosfera no interior da câmara de crescimento e representa boas condições para a realização num breve período, de novos crescimentos e em específico, crescimento de cristais de YLF.

Durante todo o processo, um período de 72 horas, notou-se poucas trocas de calor através das superfícies externas da câmara, indicando o bom funcionamento do sistema de refrigeração, em altas temperaturas. Este bom desempenho deve-se principalmente, ao

implante do mecanismo de chincanas no interior das paredes duplas da câmara de crescimento e da reconfiguração do circuito de circulação de água. Os problemas de contaminação, gerados pelas peças de grafite, parecem ter sido solucionados com a realização dos tratamentos térmicos.



Figura 2.: O cristal de LiF obtido.

## CONCLUSÕES

A primeira experiência de crescimento de um cristal foi realizada com sucesso. Por se tratar de uma análise de desempenho deste sistema, o crescimento realizado, não considerou a obtenção de um cristal com diâmetro maior, porém, pôde-se avaliar quais as condições necessárias para esta ocorrência e sendo possível aplicá-la aos próximos cristais.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] B. Cockayne, "Czochralski growth", Handbook of crystal growth, Bulk crystal growth, vol 2a, North Holland, NY 1994.
- [2] W.F. Smith, Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais (1998) McGraw Hill, Pt.
- [3] B. P. Sobolev, Crystallography Reports 47 (2002) 563-575.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPQ