

UN METODO DE OBTENCION DE MONOCRISTALES DE LiF

Alonso Fernández* Héctor Riveros

Instituto de Física, Universidad Nacional de México

(Recibido: 11 febrero 1964)

RESUMEN

Los monocristales de Fluoruro de Litio presentan características muy útiles para llevar a cabo estudios de fenómenos eléctricos en sólidos, por ser posible diferenciar en ellos, las dislocaciones recientemente producidas de aquellas que ya han sufrido un tratamiento térmico¹. Para aprovechar dicha propiedad, se trabajó en el problema de crecimiento de monocristales de LiF diseñando y construyendo un oscilador de Radio Frecuencia que suministra energía a una planta de crecimiento de cristales con atmósfera controlada.

Se describen las condiciones básicas de diseño de los dispositivos, el método utilizado para crecer los monocristales y los resultados obtenidos.

INTRODUCCION

Al iniciar la presente investigación, los dispositivos con que se contaba

*Trabajo auspiciado por la Comisión Nacional de Energía Nuclear.

En el Grupo de Estado Sólido del Instituto de Física de la UNAM para crecer monocristales de halogenuros alcalinos², estaban limitados por la temperatura máxima de sus calefactores que operan por pérdidas de Joule. Dicha temperatura máxima nos impide trabajar con materiales cuyo punto de fusión exceda de 800° C. Además sólo podemos fundir materiales que no se combinen con elementos presentes en la atmósfera a altas temperaturas.

El punto de fusión del Fluoruro de Litio es de 870° C. y a alta temperatura reacciona con el vapor de agua presente en la atmósfera³, lo que obliga a crecer los monocristales en atmósferas absolutamente anhidras.

El interés fundamental para producir monocristales de Fluoruro de Litio, radica en que es posible distinguir por disolución preferencial las dislocaciones recientemente causadas por algún evento mecánico, eléctrico o térmico, de aquellas que se introducen en el cristal durante el crecimiento y el maquinado de las muestras sobre las que se efectúan las pruebas. Dando un tratamiento térmico adecuado a los cristales¹ se ha determinado la técnica y solventes para diferenciar dislocaciones producidas antes y después de dicho tratamiento. Esta propiedad se intenta utilizar en la investigación que se está llevando a cabo sobre las propiedades eléctricas de cristales iónicos cúbicos.

Se inició el trabajo tomando en cuenta que se requieren placas monocristalinas del orden de 2 x 2 x 0.2 cm con la mayor pureza posible. También se decidió usar el método de crecimiento más rápido por ser necesario ceder una gran cantidad de energía a través de diversos elementos semiconductores y electrónicos de vida limitada, además los circuitos poseen cierta inestabilidad en el tiempo, lo que dificulta procesos demasiado largos.

Para tener libertad de escoger la temperatura máxima de trabajo, se decidió usar el método de calentamiento por inducción electro-magnética en el cual sólo el equilibrio entre la energía cedida y la energía disipada determinan la temperatura máxima alcanzable, sin tener el problema de temperaturas límite de los calefactores.

Por tener el grafito características físicas adecuadas para facilitar su maquinado, por no ser mojado por el Fluoruro de Litio fundido³ y por su resistividad favorable para producir calentamiento por inducción, se decidió usar este material

para contener la sal, e inducir en él corrientes suficientemente intensas que proporcionen el calor necesario para provocar la fusión. El campo electromagnético generado debe ser de frecuencia y energía tales que produzca la mayor intensidad de corriente en un crisol de grafito de dimensiones adecuadas para crecer cristales de los cuales se obtengan las muestras mencionadas.

Por experiencia previa se sabe que los métodos más rápidos para crecer un cristal son aquellos en los que se puede extraer calor del mismo en cantidades apreciables. El crecimiento de cristales a partir del fundente introduciendo en el mismo una semilla monocristalina del propio material, enfriada por agua a través de un cambiador de calor ha sido bien estudiado² por el Grupo de Estado Sólido y posee definitivas ventajas para resolver el presente problema.

METODO EXPERIMENTAL

El primer circuito con el que se logró generar un campo electromagnético alterno con suficiente energía fué un oscilador push-pull tipo Hartley⁴ el cual trabajó eficientemente pero debido a los máximos de diferencia de potencial que aparecían en el condensador del circuito tanque, éste se arqueaba esporádicamente. Por esta razón se cambió a un circuito Hartley paralelo (Fig. 1) con lo cual se redujeron los voltajes máximos en el condensador aproximadamente a la mitad y las corrientes aumentaron para suplir una potencia ligeramente menor, a igual voltaje de alimentación en las placas, pero considerablemente mayor al poder aumentar el potencial.

En estos circuitos el problema es acoplar una carga con resistencia de unos cuantos Ohms, a un circuito electrónico que trabaja eficientemente con impedancias de carga de varios Kilo-Ohms. El acoplamiento se hace por medio de transformadores de radio frecuencia, con los cuales se puede cambiar el valor de la impedancia reflejada a los tubos del oscilador.

Estos transformadores son en principio iguales a los comunes de baja frecuencia, pero en sus partes constituyentes se evita el uso de materiales ferromagnéticos, por las grandes pérdidas que se producen en ellos cuando están sumergidos en campos de alta frecuencia.

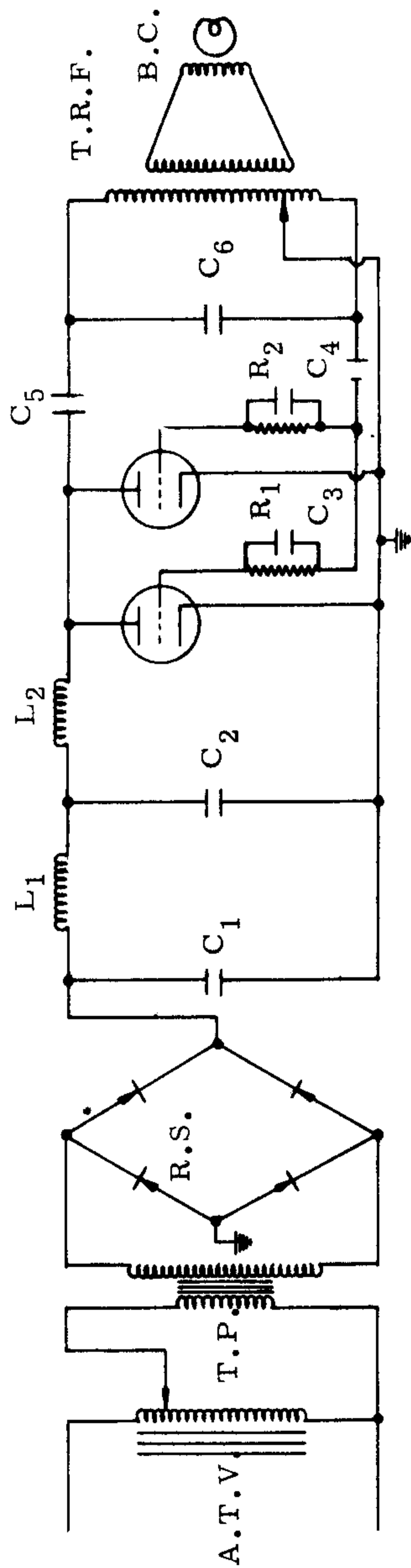


Fig. 1

A.T.V. Autotransformador Variable, 110-220 V, 40 amp; T.P. Transformador de Potencia, 7.400 V máx. 15 kVA; R.S. Rectificadores de Silicio, ramas dobles de 20 rect. 0A210 c/u; $C_1 = C_2 = 2.5 \mu\text{f}$ a 25 kV; $L_1 = L_2 = 500 \mu\text{h}$ a 16 amp; $R_1 = R_2 = 4 \text{ k}\Omega$, 150 watts; $C_3 = C_4 = 3.3 \text{ nf}$ a 2 kV; $C_5 = 1.65 \text{ nf}$ a 14 kV en RF, placas paralelas en aire; T.R.F. Transformador de Radio Frecuencia; B.C. Bobina de calentamiento.

La bobina de calentamiento dentro de la cual se coloca el crisol de 3.8 cm de diámetro ocupa un volumen muy grande comparado con el del crisol, ya que va por la parte exterior de un tubo pyrex de 17 cm de diámetro; de manera que gran parte del flujo magnético producido por la bobina de calentamiento no pasa a través del crisol. Para mejorar la eficiencia se hace uso de un concentrador de campo el cual consiste de una espira grande y ancha de diámetro igual al diámetro interior del tubo de vidrio y una espira chica y delgada con un diámetro ligeramente mayor que el del crisol, conectadas de modo que las fuerzas electromotrices inducidas en cada una se sumen con lo cual se logra concentrar el campo en la región del crisol. El usar un concentrador de campo permite además la concentración de la energía en una zona angosta, en el sentido longitudinal del crisol, con lo que se logran mayores temperaturas debido a que se calienta un volumen con un área menor de disipación térmica.

El circuito oscilador Hartley utiliza dos tubos F-129 B en paralelo con un circuito tanque entonado a una frecuencia de 450 kc/s, la operación es en clase C y se encontró experimentalmente el punto de trabajo adecuado. Se alimenta por una fuente de voltaje directo constituida por un transformador de 7.400 kV y 15 kVA acoplado a un circuito puente de rectificadores metálicos, filtrado por un circuito π con el cual se obtiene una ondulación del orden del 15%.

En condiciones de crecimiento de LiF el circuito consume aproximadamente 4.4 kW. Este consumo de energía es mayor en el período de fusión de la sal para violentar el proceso.

Como se indica en la Fig. 2 el horno consiste de un tubo de vidrio pyrex con dos tapas para poder controlar la atmósfera usada; en la tapa superior están colocados los dispositivos necesarios para soportar la semilla con movimiento vertical y giratorio así como la refrigeración para ésta; en la tapa inferior está apoyado el triple soporte del crisol, el cual es metálico en su parte inferior y de material refractario de alto punto de fusión en su parte superior. A través de dicha tapa pasan la salida de vacío y el soporte del concentrador de campo el cual tiene los mecanismos necesarios para subir y bajar; lo que permite mover la zona caliente.

Con este horno se han logrado obtener monocristales de LiF de 1.8 cm de

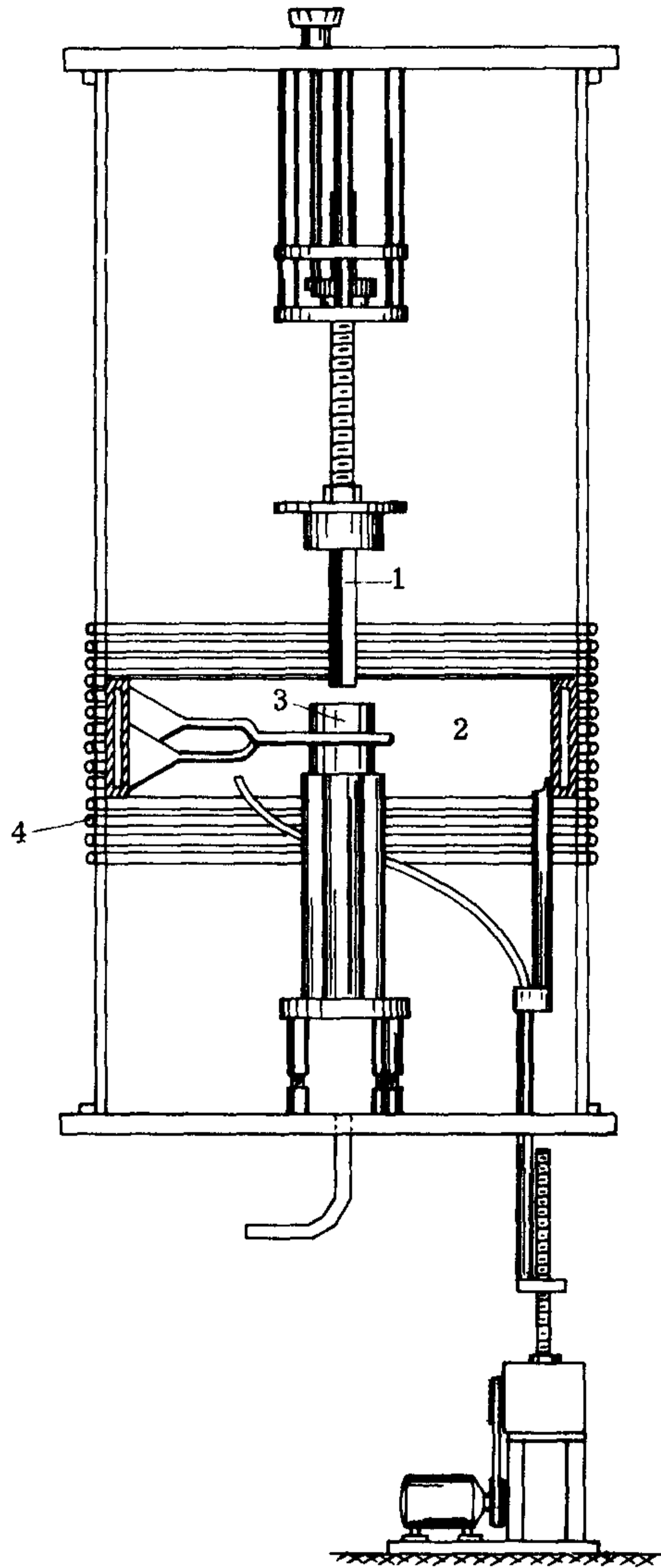


Fig. 2

1. Soporte de la semilla; 2. Concentrador del campo;
3. Crisol; 4. Bobina de calentamiento.

diámetro y 2 cm de largo. Las primeras pruebas se hicieron usando un crisol puntiagudo en el fondo, en el cual se funde toda la sal, al subir lentamente la zona caliente el crecimiento empieza en la punta del crisol y si las condiciones son adecuadas en cuanto a velocidad de desplazamiento de la zona caliente, al gradiente térmico producido y a la geometría del crisol se obtiene un monocristal. En las pocas pruebas efectuadas no se logró obtener un cristal único con velocidades de crecimiento tan lentas como 5 mm/h; sin embargo, se pudieron obtener pedazos monocristalinos de tamaño adecuado para usarse como semillas en el método de Kyropoulos². Y es con este método como se obtuvieron los monocristales de tamaño y pureza adecuados. Como ellos han sido crecidos subiendo el cristal semilla manualmente, solo se puede promediar a 1 cm/h la velocidad de crecimiento.

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos es posible concluir que el método de calentamiento en cuanto a temperatura y estabilidad es adecuado, la forma de crecer el cristal permitió realizar el proceso en tiempos de tres horas usando velocidades de crecimiento grandes comparadas con otros métodos.

Los monocristales obtenidos tienen las características necesarias para hacer de ellos las muestras que se requieren aunque en el proceso de enfriamiento se producen rajaduras por esfuerzos de origen térmico lo que reduce el volumen útil de cada cristal.

Para evitar dichas fracturas es necesario reducir la energía inducida más lentamente y en forma continua después de crecido el cristal; lo que hasta ahora no ha sido posible, pues al disminuir el voltaje de placa, en cierto valor se suspende la oscilación totalmente. En el futuro se procurará empobrecer el acoplamiento electromagnético del transformador de RF para reducir la energía en la carga. Por otra parte teniendo una región fundida muy restringida se corre el peligro de que se unan el cristal y la masa sólida del propio material que exista en el fondo del crisol y que naturalmente es policristalino. Este riesgo solo podría ser evitado aumentando la energía cedida al crisol y ensanchando la región caliente.

BIBLIOGRAFIA

1. J. Gilman y W.G. Johnston. "Dislocations and Mechanical Properties of Crystals". John Wiley New York. Pág. 117, 1956.
2. Tesis Profesional. Eduardo Muñoz P. Fac. de Ciencias 1962.
3. M.A. Vasilyeva "Growth of Crystals". Vol. 1. Traducido del Ruso Consultants Bureau, New York. Pág. 172, 1959.
4. R.W. Landee. "Electronics Designers" Handbook". McGraw Hill. Pág. 6-8, 1957.