

UN METODO PARA OBTENER CRISTALES DE KI CON IMPUREZAS  
EN ATMOSFERA CONTROLADA\*

E. Muñoz P.

Instituto de Física, Universidad Nacional de México

M. V. Guasti

Comisión Nacional de Energía Nuclear

(Recibido: agosto 11, 1967)

RESUMEN

*Se describe el diseño y operación de un horno para crecer cristales de halogenuros alcalinos en una atmósfera inerte. El método de crecimiento es similar al descrito previamente para atmósfera libre<sup>1</sup>. Se describe el método de análisis de impurezas y se reportan los resultados obtenidos para KI con impurezas de Tl.*

ABSTRACT

*In the present paper it is described the design and operation of a vacuum furnace to grow alkali halide crystals with added impurities using a crystal growth*

---

\* Trabajo auspiciado por la Comisión Nacional de Energía Nuclear.

*technique similar to that described previously<sup>1</sup>. It also describes the method used for the analysis of Tl impurities in some crystals of KI obtained in this furnace.*

Con el propósito de crecer cristales de sustancias que se combinan con el oxígeno a altas temperaturas (del orden de 700°C), fué necesario diseñar y construir un horno para realizar el proceso de crecimiento en el vacío o en una atmósfera inerte, por ejemplo argón, a una presión ligeramente mayor que la atmosférica. Como en este caso se presenta el problema de temperaturas altas y vacío, dos condiciones que son difíciles de conciliar, el diseño del horno se llevó a cabo con el menor número de partes móviles entre el exterior y el interior de la cámara hermética, manteniendo las juntas razonablemente frías y procurando que no hubiera soldaduras en la región de alta temperatura. Desde luego el vacío a que se trabaja no es muy alto (del orden  $10^{-2}$  mm Hg) ya que el argón mismo contiene algo de oxígeno.

El método de crecimiento utilizado es semejante al descrito previamente<sup>1</sup> y está basado en el desarrollado por Kyropoulos<sup>2</sup> con ciertas modificaciones. La selección de este método de crecimiento se hace teniendo en cuenta dos factores:

- 1) que en éste, la probabilidad de obtener monocristales es muy grande
- y 2) que el proceso es lo suficientemente rápido (velocidades de crecimiento grandes) para obtener monocristales de gran tamaño (del orden de 300-400 gr) en tiempos razonablemente cortos comparados con otros métodos.

Se tiene la desventaja que hay que observar más o menos continuamente el crecimiento, aunque desde otro punto de vista tiene la ventaja que el observador se puede dar cuenta cuando el crecimiento no es correcto y lo que es de mas utilidad en este método, se puede corregir el crecimiento, ya que si por alguna razón el cristal creciente no es único, se puede fundir todo y empezar el proceso nuevamente. Además el operador puede controlar, dentro de ciertos límites, la sección y el largo del cristal creciente.

En la figura 1, se muestra un diagrama esquemático del horno. Consiste de un cilindro de acero inoxidable de 45 cm. de diámetro, en el centro del cilindro y sobre una base de aluminio se encuentra el elemento calefactor que es de alambre

KANTHAL devanado sobre material refractario con separadores de alumina entre vuelta y vuelta. Concéntricas con el elemento se encuentran 2 pantallas reflectoras de aluminio, inmediatamente arriba del elemento se encuentra una pantalla también de aluminio sobre la cual se coloca una placa de cobre niquelado enfriada por agua y con aletas de enfriamiento; con el objeto de crear el gradiente térmico necesario para el crecimiento. A un lado en la parte inferior se encuentran las conexiones eléctricas que salen al exterior, una de ellas es enfriada por agua, la otra se conecta directamente a tierra. En la parte superior, sobre la tapa del horno, se coloca en el centro un tubo de acero niquelado en cuyo extremo inferior se encuentra el soporte para la semilla, este tubo también va refrigerado por agua.. Sobre este mismo tubo, por medio de un balero va montado el sistema de reducción con el motor que da el movimiento de rotación el cual se puede variar entre 1rpm y 20rpm.

Sobre la tapa se encuentra otro motor con su reductor que da el movimiento de translación al soporte de la semilla y el cual se puede hacer también manualmente. Esta velocidad se puede variar desde 1 mm/hr hasta 25 mm/hr. Hay que hacer notar que estos dos movimientos traslación y rotación, son independientes, con el objeto de girar el cristal creciente sin trasladarlo y así controlar el diámetro del cristal bajo condiciones de equilibrio. También sobre la tapa se tiene el termopar que llega hasta la superficie del crisol. Se proveen además dos visores de pyrex para poder observar el proceso de crecimiento. Para prevenir la condensación de vapores sobre los vidrios se tiene debajo de estos una tela de alambre de aluminio y entre esta y el vidrio una pequeña pieza de fierro cubierta con tela de vidrio con la cual, en caso necesario, se pueden limpiar los visores por medio de un imán. En la parte inferior de la tapa se tiene una placa de cobre sobre la cual va devanado un serpentín por el cual se tiene circulación de agua para protección de las juntas de hule y los visores de pyrex.

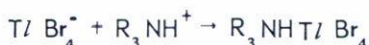
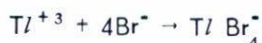
La potencia que se requiere para las temperaturas de trabajo (del orden de 700°C) es de 1800 watts. Se utilizan crisoles de alumina recristalizada o de platinio. Con este dispositivo se han logrado obtener cristales bastante transparentes hasta de 300gr de peso con un contenido inicial de 0.25% molar de TlI y de 250gr con 0.5% molar inicial de TlI en un periodo de trabajo del orden de 10 a 12 horas.

Hay que hacer notar que las velocidades de crecimiento que se logran obtener en vacío o en una atmósfera inerte son mucho menores que en atmósfera libre.<sup>3</sup>

El análisis de las impurezas en diversas regiones del cristal se realizó mediante el método colorimétrico de Scott<sup>4</sup> el cual está basado en la absorción luminosa del complejo violeta de metilo leído a 5850 Å en un espectrofotómetro. Para el análisis los iones talosos deben ser tratados con bromuros y trabajarse con iones tálcos que son mas estables, llevándose a cabo la reacción:



Estos iones forman complejos de tetrabromotalatos que al ser combinados con un colorante (violeta de metilo) forman un complejo coloreado fácilmente extraíble por Acetato de Amilo que actúa como solvente;



Los resultados de análisis fueron los siguientes: en cristales crecidos con una concentración inicial de 0.5% molar, la concentración de Tl inmediatamente abajo de la semilla fué de 0.08% molar, en la región central del cristal 0.13% y en la parte mas baja 0.19%, como se puede apreciar en la Fig. 2.

Para la utilización de estos cristales como detectores de centelleo se sabe<sup>5</sup> que la altura de pulso se mantiene constante para un intervalo de concentraciones de talio que va desde 0.1% hasta 0.5% molar.

La altura de pulso de estos cristales comparada con cristales comerciales es mas o menos la tercera parte, dando una resolución para Cs<sup>137</sup> del orden de 25% que es aproximadamente el doble que para un cristal comercial en las mismas condiciones.

Se supone que para mejorar la altura de pulso y la resolución de estos cris-

tales conviene aumentar la concentración inicial de Talio en el fundente para así trabajar en la región lineal de la curva descrita en la referencia (5), además de mejorar el sistema de montaje de los cristales.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen las valiosas sugerencias del Dr. Alonso Fernández y del Fís. Antonio Castro. Así como la colaboración del Sr. Manuel Saldaña en la construcción del horno.

#### REFERENCIAS

1. M.V. Guasti, E. Muñoz P., *Rev. Mex. Fís.*, **14**, 67 (1965).
2. S. Kyropoulos, *Z. anorg. u. allgem. Chem.*, **154**, 308 (1926).
3. D.A. Patterson, *Rev. Sci. Instr.*, **33**, 831, (1962).
4. W. Scott, "Standard Methods of Chemical Analysis" Van Nostrand 1962.
5. J.A. Harshaw, E.C. Stewart y J.P. Hay. AEC Report NYO 1577, (1952).

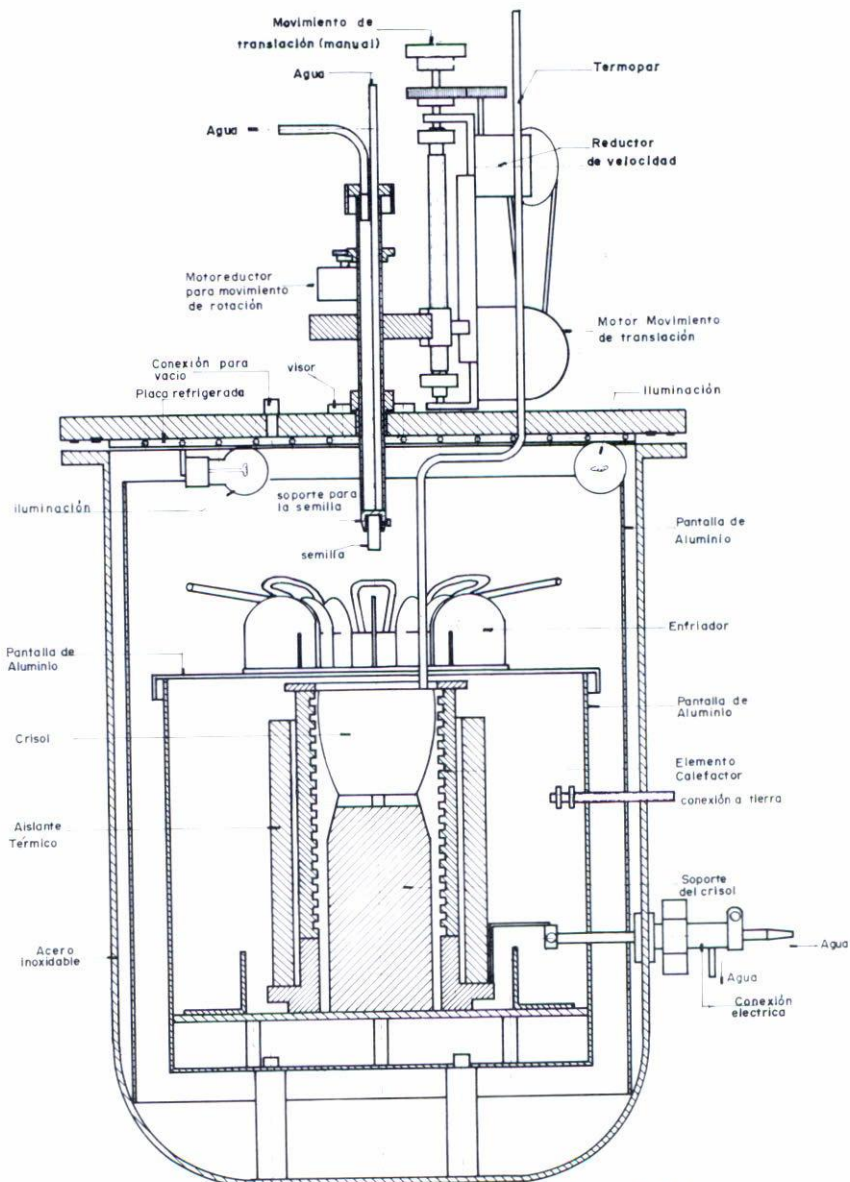


Fig.1 DIAGRAMA DEL HORNO PARA CRECIMIENTO DE CRISTALES EN ATMOSFERA CONTROLADA.

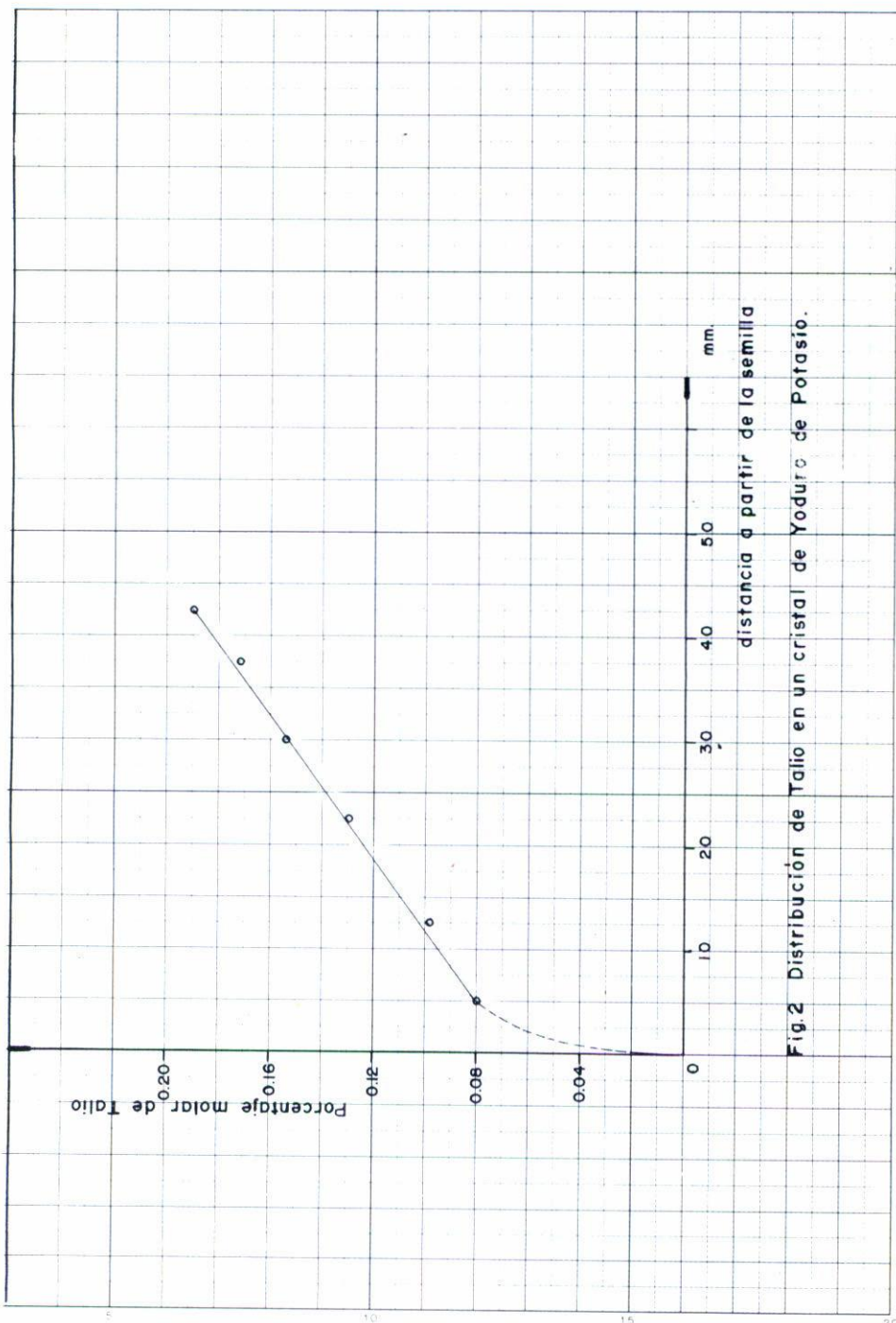


Fig.2 Distribución de Talio en un cristal de Yoduro de Potasio.

