

Văn Hải Huỳnh

## NUÔI ĐƠN TINH THỂ GERMANATE BISMUTH (BGO)

BẰNG PHƯƠNG PHÁP  
CZOCHRALSKI VÀ STEPANOV

### 1. MỞ ĐẦU

Tinh thể Germanate Bismuth (BGO) thu hút sự quan tâm của nhiều nhà nghiên cứu trên thế giới vì tổ hợp các tính chất vật lý hấp dẫn của chúng.

BGO có cấu trúc lập phương tâm khối, nhóm đối xứng T<sub>5</sub> với hằng số mạng  $a = 10,1455 \text{ \AA}$ , có tính chất áp điện, quang điện, quang dẫn, quang âm mạnh, có giải phổ truyền qua rộng, có hiệu suất và độ quay quang lớn, nên vật liệu này có nhiều triển vọng ứng dụng thực tế trong kỹ thuật quang điện tử.

Ngày nay BGO đã được dùng nhiều trong kỹ thuật vật lý năng lượng cao như làm detector, calorimeter, scintillator đối với các bức xạ tia X, positron, tia  $\gamma$  [2, 3, 4] vì tinh thể này không hút n, có thời gian kích thích và phát quang rất ngắn.

BGO còn được dùng trong kỹ thuật điện tử dưới dạng những bộ điều biến ánh sáng và tia laser cũng như làm môi trường ghi nhận và nhớ các thông tin [5, 6, 7, 8].

BGO pha tạp đất hiếm có tính chất phát huỳnh quang mạnh và có thể làm vật liệu laser công suất trung bình ở bước sóng cỡ  $1,54 \mu\text{m}$ .

Vì BGO được tạo ra do phản ứng tỏa nhiệt từ hai loại oxyt  $\text{GeO}_2$  và  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  có nhiệt độ nóng chảy phù hợp không cao trong môi trường không khí, nên thuận lợi nhất là nuôi nó bằng phương pháp Czochralski.

Đơn tinh thể BGO đầu tiên do Nitsche thu nhận được từ năm 1965 [9]. Mặc dù vậy đến nay việc hoàn thiện kỹ thuật nuôi đơn tinh thể BGO vẫn còn được bàn cãi khá sôi nổi trong nhiều công trình [2, 3, 10].

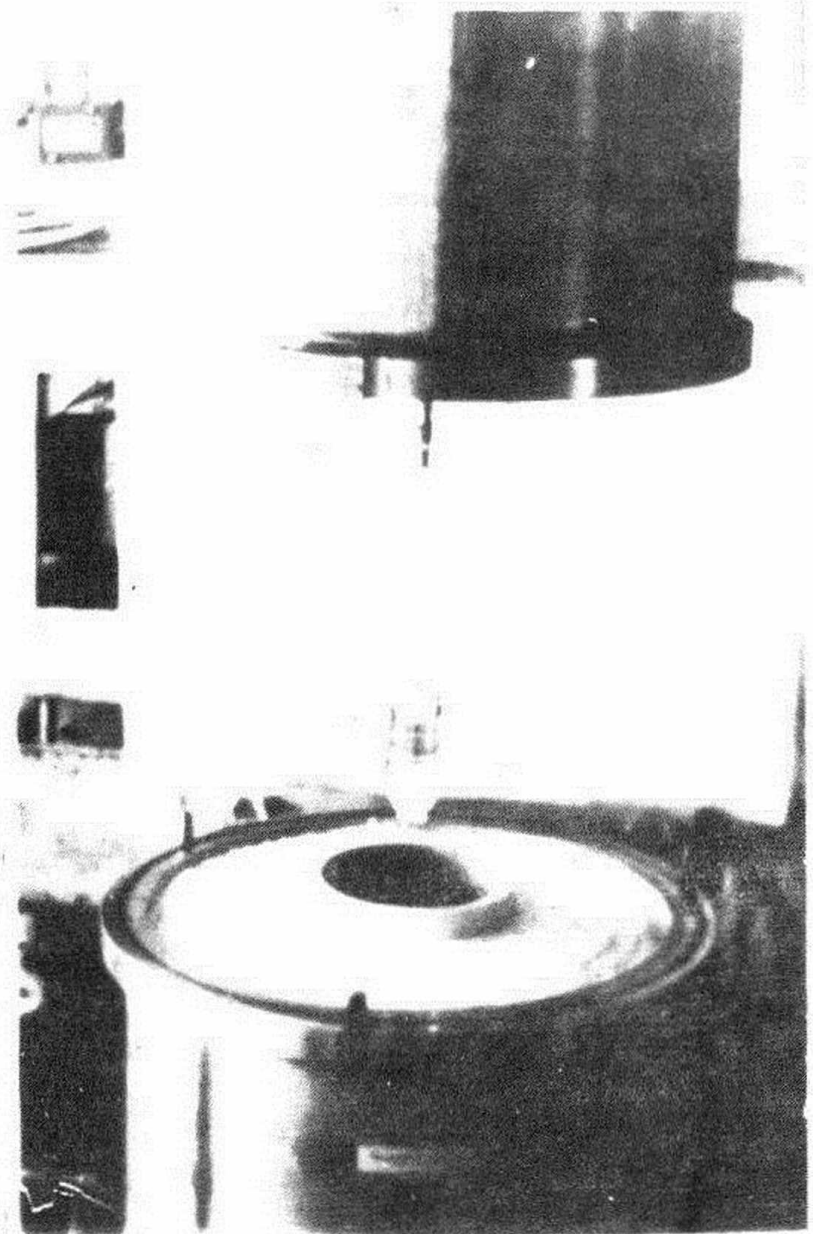
### 2. PHẦN THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ

Chúng tôi thực hiện nuôi đơn tinh thể BGO bằng hai phương pháp Czochralski và Stepanov.

Vật liệu ban đầu là các oxyt  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  có độ sạch 2N, được cân theo tỉ lệ 6:1 về trọng lượng phù hợp với giản đồ trạng thái của hệ này.

Lò điện trở công suất 3KW gắn với một hệ thống tự động khống chế nhiệt độ dao động trong khoảng  $\pm 0,5^\circ\text{C}$  (xem ảnh).

Khi nuôi bằng phương pháp Czochralski chúng tôi dùng mâm định hướng [110], kích thước  $5 \times 5 \times 40mm^3$ , cắt từ đơn tinh thể BGO có sẵn. Sau khi mài bóng, mâm được cho ăn mòn trong dung dịch HCl loãng để khử các sai hỏng bề mặt.



Ảnh 1. Lò điện trở công suất 3KW và các thiết bị đi kèm để nuôi tinh thể BGO bằng phương pháp Czochralski.

Nồi Pt có đường kính 80mm, chiều dày 2mm đựng đầy vật liệu BGO ở dạng bột. Vật liệu BGO được tổng hợp thành thỏi đa tinh thể ở nhiệt độ  $950^{\circ}C$ .

Việc nuôi đơn tinh thể BGO được tiến hành trong môi trường không khí. Vận tốc quay mâm là 10v/phút, quay nồi là 10v/phút, tốc độ kéo mâm dao động trong khoảng 2mm đến 4mm/giờ. Gradient nhiệt độ theo trục kéo là  $dT/dl = 25^{\circ}/cm$  theo bán kính là  $dT/dr = \min$ .

Sau khi lựa chọn các thông số tối ưu chúng tôi đã nuôi được đơn tinh thể BGO có kích thước  $\phi = 30 \div 40mm$ ,  $l = 200mm$  (xem ảnh).

Đơn tinh thể có màu trong suốt, ở một vài tinh thể đôi khi có các vết nứt ở phần cuối là do sốc nhiệt gây ra khi làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Phân tích ảnh Laue cho vết đối xứng phù hợp với trục phát triển của tinh thể đã chọn.

Phổ truyền qua đo được khi dùng đơn sắc kế loại YM-2 cho đường cong phù hợp với các tài liệu đã công bố.

Song song với việc nuôi đơn tinh thể BGO bằng phương pháp Czochralski, chúng tôi còn tiến hành nuôi chúng theo phương pháp Stepanov. Thực chất của phương pháp Stepanov là sử dụng

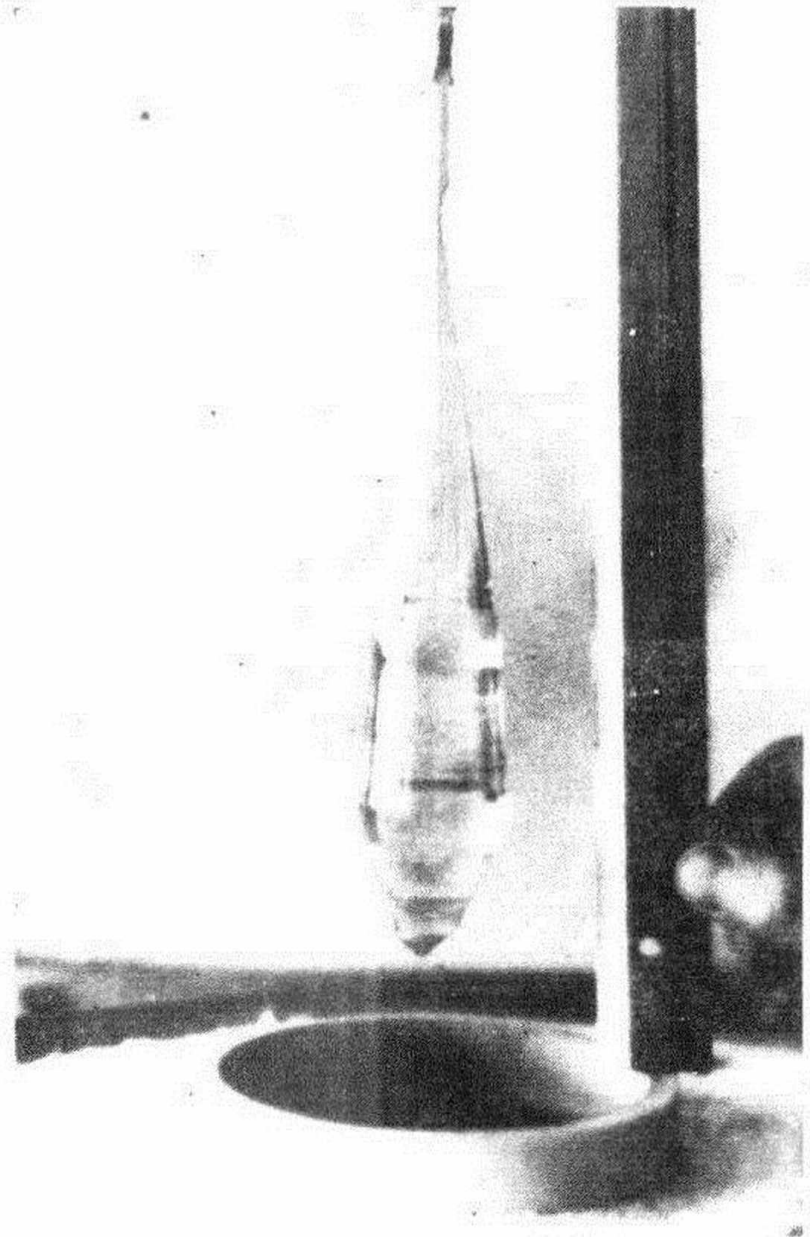
n tượng mao dẫn của chất lỏng trong khe hẹp. Do vậy “khuôn tạo dáng” của bản tinh thể lại vai trò hết sức quan trọng.

Trong quá trình nuôi chúng tôi đã dùng khuôn bằng Platin có kích thước chiều rộng là 15 mm, chiều dày là 1,2mm.

Khe hẹp, qua đó tinh thể phát triển dưới dạng các bản mỏng, có dạng bằng phẳng với độ dày là 0,15mm.

Mảnh kích thước  $10 \times 20\text{mm}^2$  có định hướng là  $[110]$  cũng được cắt từ thỏi đơn tinh thể nuôi theo phương pháp Czochralski.

Tốc độ kéo là 4mm/giờ.



Ảnh 2. Hình dạng và kích thước đơn tinh thể BGO đã thu được.

Với gradien nhiệt độ thích hợp mảnh nóng chảy và bắt đầu phát triển sau khoảng 7mm chiều dài. Nếu điều khiển tốt nhiệt độ của khuôn thì tinh thể có thể phát triển đều đặn và đôi khi chiếm thể tích của khuôn. Tuy nhiên việc kiểm tra và khống chế nhiệt độ của khuôn với độ chính xác cao là việc làm rất khó. Một đôi khi, mảnh tinh thể không phát triển được vì mảnh dung giữa khe hẹp và mặt kết tinh bị nguội, đông lại.

Độ trơn bóng của khuôn cũng ảnh hưởng rất lớn đến quá trình kết tinh và phẩm chất của mảnh tinh thể tạo thành.

Qua một số lần thử nghiệm chúng tôi đã nhận được bản đơn tinh thể BGO với kích thước  $1 \times 5 \times 15 \text{ mm}^3$ . Mặc dù phẩm chất tinh thể còn rất hạn chế, nhưng dù sao cũng đã có những kinh nghiệm bước đầu về một cách tạo tinh thể dưới dạng các lát mỏng cần thiết cho công nghệ làm linh kiện điện tử nói chung.

Một số tính chất của BGO sẽ được thông báo trong các bài sau.

Chúng tôi xin chân thành cảm ơn Phòng thí nghiệm vật liệu của Viện Vật lý thuộc Viện hàn lâm Khoa học Bungaria đã tạo điều kiện thuận lợi cho việc thực hiện công nghệ nuôi tinh thể này

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. J. L. Berslein. J. crystal Growth N1, 45, (1967).
2. F. Schmid et al. J. Crystal Growth 70, 466, (1984).
3. R. G. L. Barnes et al. IEEE, Trans. Nucl. Sci. 31, 249, (1984).
4. L. A. H. Van Hoof et al. Mat Res. Bull 20, 79, (1985).
5. А. И. Сосфронов и др. Кристаллография т. 14, No 1, 152, (1969).
6. И. С. Хахоров и др. Квантовая электроника Т. 3, No 6, 1299, (1976).
7. Т. Р. Панченко и др. ФТТ Т.22, No 6, 1851, (1980).
8. Ю. Н. Дроздов и др. Изв. АН СССР, Неоп. Матер, Т. 19, No 3, 495, (1983).
9. R. Nitsche. J. App. Phys. 36, 2358, (1965).
10. R. G. L. Barnes. J. Crys. Growth 69, 248, (1984).
11. Е. И. Сперанская и др. Изв. АН СССР, Неоп. Матер. Т. 3, No 2, 347, (1967).

*Tran Hai Huynh*

## GROWTH OF BISMUTH GERMANATE CRYSTALS BY THE CZOCHRALSKI AND EFG METHOD

Transparent, water-clear single crystal of BGO have been grown by the Czochralski and E. F. G method. The used raw material were 99,99% pure  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . They were melted in a platinum crucible under oxygen atmosphere. The growth direction was nearly  $[110]$ , the growth rate  $2.0 - 4.0 \text{ mmhr}^{-1}$ . Under such conditions we have received typical boules measured 30 - 40 mm in diameter and 200mm in length, the thin plates measured 10mm in width and 5mm in length.

*Khoa Vật lý - ĐHTH Hà Nội*