

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АКТИВНОЙ ПРИМЕСИ НЕОДИМА КРИСТАЛЛОВ КАЛИЙ-ГАДОЛИНИЕВОГО ВОЛЬФРАМАТА

В.М. Акимова, А.Н. Брызгалов

Исследована зависимость показателя ослабления света кристаллов от концентрации примеси. Установлено, что с увеличением концентрации примеси неодима в расплаве возрастает показатель ослабления света. На основе спектральной характеристики атомов неодима получено, что концентрация примеси неодима растет с увеличением концентрации в расплаве до 7 %. Из результатов магнитных исследований следует, что с ростом концентрации неодима снижается разность магнитной восприимчивости. Методом гидротермального травления установлено, что примесь неодима располагается по границам зонарности, имеются дислокации, границы блоков и макроскопические включения. Определена предельная концентрация примеси неодима.

*Ключевые слова:* кристалл КГБ (калий-гадолиниевый вольфрамат), примесь, показатель ослабления света, концентрация, магнитная восприимчивость, дефекты.

### Введение

Кристаллы КГБ (калий-гадолиниевый вольфрамат) имеют кубическую решетку, выращиваются из расплава раствора в расплаве методом охлаждения [1]. С примесями редко-земельных элементов они нашли применение в качестве элементов для квантовых генераторов небольшой мощности, применяемых в дальномерах. Размеры элементов составляют длиной 4-5 см и цилиндрической формы диаметром 4-5 мм. При незначительной мощности и малых размеров предъявляются высокие требования к совершенству кристаллов, определению оптимальной концентрации активной примеси и распределению ее по всему объему. В данной работе рассматривается концентрационный ряд кристаллов  $\text{KGd}_{1-x}(\text{W}_0)_2\text{Nd}_x$  [2]. С целью решения поставленных задач мы применили комплекс методов: оптический, магнитный методы и гидротермального травления. Использовались образцы кристаллов в виде пластинок размером 2x5x6 мм .

### Исследование кристаллов

1. Зависимость показателя ослабления света кристаллов от концентрации примеси.

Применялся спектрофотометр СФ-26 с точностью до 1 %. Спектр пропускания в видимой области характеризуется полосой поглощения неодима вблизи 600 нм при минимуме 592 и максимуме 647 нм, с показателем преломления КГБ  $n = 2,0$  и максимальным значением пропускания:

$$T_{\max} = 2n / (n^2 + 1).$$

Установлено, что коэффициент пропускания для исследуемых образцов при 647 нм близок к значению  $T_{\max}$ . Представленные в табл. 1 значения показателей ослабления вычислены по формуле:

$$\beta_{\lambda_2} = -\frac{1}{L} \lg \frac{T_{\lambda_2}}{T_{\max}} = -\frac{1}{L} \lg \frac{n^2 + 1}{2n} T_{\lambda_2},$$

где  $L$  - толщина образца,  $T_{\lambda_2}$  - коэффициент пропускания при 647 нм с учетом концентрации примеси неодима в расплаве.

Таблица 1

Концентрация неодима в расплаве, ат. %	2	3	6	7	8
Значение $\beta_{\lambda_2}$	3,61	7,10	7,12	8,28	10,02

Из результатов следует, что с увеличением концентрации примеси неодима в расплаве возрастает показатель ослабления света, причем с превышением 7 % наблюдается резкий скачок ослабления.

2. Спектральная характеристика атомов неодима.

Оптически активные примеси имеют спектры поглощения и люминесценции. Оба спектра отражают структуру энергетических состояний люминофора, в данном случае иона неодима (рис. 1) [3]. Эти состояния изображены для простоты в виде полос, включающих несколько энергетических уровней, которые образуются при расщеплении соответствующего атомного термина иона на ряд подуровней под действием поля кристаллической решетки кристалла (эффект Штарка). При возбуждении ионы неодима совершают квантовые переходы из основного состояния на состояния с более высокой энергией. В данном случае имеем переходы на пять уровней, указанных вертикальными стрелками, с расщеплением каждого термина на ряд дополнительных подуровней. Косыми стрелками показаны обратные безизлучательные переходы, связанные с рождением фотонов, а двойной стрелкой указан обратный переход с излучением на наиболее интенсивных линиях 1,0615 и 1,0642 мкм, на которых высвечивается основная доля энергии до 60 %.

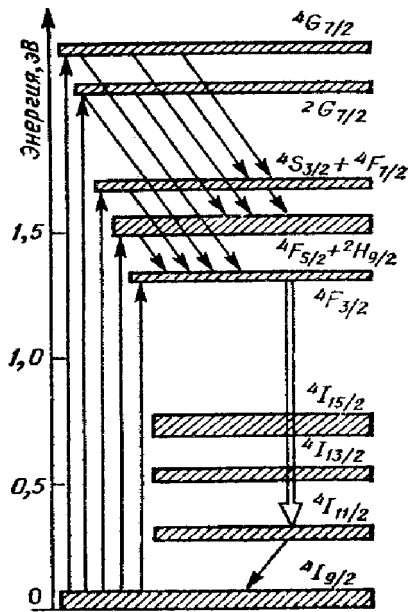


Рис. 1. Энергетические уровни иона неодима

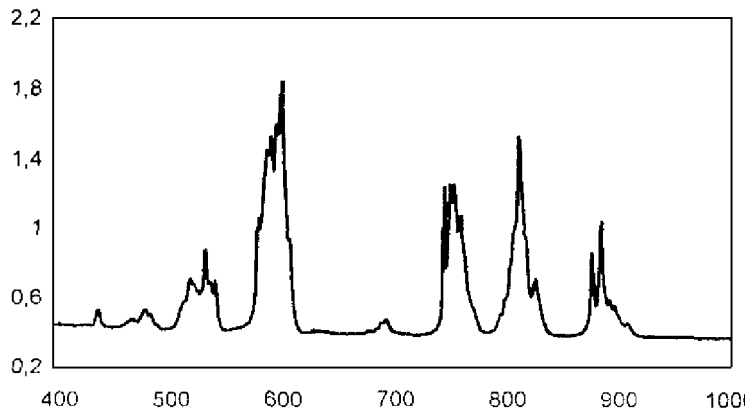


Рис. 2. Спектр поглощения ионов неодима

3. Магнитные свойства кристаллов.

Ионы неодима изоморфно замещают ионы гадолиния в кристаллах. Без ионов неодима кристаллы КГБ являются парамагнетиками. Магнитная восприимчивость ионов неодима меньше, чем ионов гадолиния. Поэтому, с увеличением концентрации неодима парамагнитные свойства кристалла постепенно снижаются. Для расчета магнитной восприимчивости используется закон Кюри:

На оптическом спектре кристаллов КГБ с примесями неодима проявляется пять максимумов поглощения 530, 600, 750, 810 и 880 нм, которые соответствуют прямым переходам (рис. 2). По этим спектрам можно наблюдать изменение интенсивности максимумов соответственно концентрации примеси ионов неодима непосредственно в кристаллах, т.к. характер спектров не меняется, а изменяется только интенсивность.

Для определения концентрации используется уравнение:

$$C = \alpha \frac{D_1 - D_2}{d},$$

где  $C$  - концентрация примеси неодима в весовых процентах,  $\alpha$  - коэффициент пропорциональности  $\alpha = 0,15$  см,  $D_1$  и  $D_2$  максимальное (при 600 нм) и минимальное (при 700 нм) значение оптической плотности,  $d$  - толщина образца. Предварительно для кристаллов подбирается эталон с концентрацией

примеси, определенной химическим методом. В данном случае это кристалл с 2 % содержанием примеси неодима. Используя значения интенсивности для разных кристаллов, определим значение концентрации примеси неодима в кристаллах (табл. 2).

Из результатов следует, что концентрация примеси неодима в кристаллах растет с увеличением концентрации в расплаве до 7 %. В дальнейшем концентрация неодима в кристаллах не меняется.

$$\chi = \frac{N\mu^2}{3kT},$$

где  $\chi$  – магнитная восприимчивость,  $N$  – число парамагнитных ионов примеси в единице массы вещества,  $\mu$  – эффективный магнитный момент,  $T$  – температура,  $k$  – постоянная Больцмана. Результаты исследования магнитных свойств представлены в табл. 2.

Таблица 2

Концентрация примеси неодима в расплаве, %	Оптический метод определения концентрации неодима в кристаллах	Магнитная восприимчивость $10^{-6}$ см <sup>3</sup> /г
0	0	+42,34
1	0,55	+42,03
2	1,35	+41,70
3	1,47	+40,50
5	1,52	+40,13
7	1,55	+39,05
10	1,55	+39,15

Из результатов магнитных измерений следует, что с ростом концентрации неодима снижается магнитная восприимчивость до концентрации примеси неодима в расплаве, равной 7%. Дальше наблюдаем обратный ход изменения магнитной восприимчивости. Травлением кристаллов находим, что в кристаллах в этот момент образуются макровключения, не растворившиеся примеси неодима. Это объясняется тем, что оптические свойства связаны только с примесями в решетке кристалла, а магнитные свойства определяются как структурными, так и неструктурными примесями неодима в кристаллах КГВ.

#### 4. Исследование совершенства кристаллов методом гидротермального травления.



Рис. 3. Макроскопические включения и дислокации

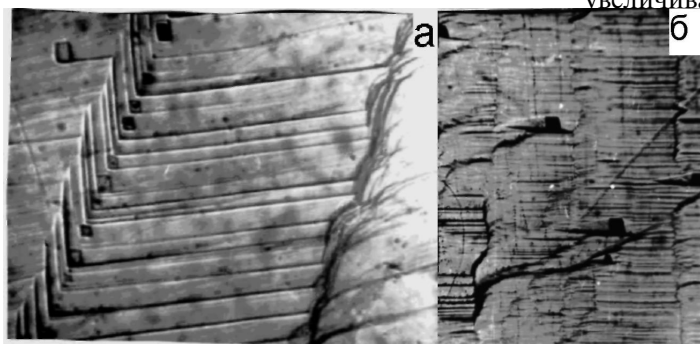


Рис. 4 Границы блоков кристалла КГВ с неодимом

Травлением установлено, что примесь неодима располагается по границам зонарности, имеются дислокации, границы блоков и макроскопические включения (рис. 3 и 4а, б). По мере увеличения концентрации примеси возрастает и плотность дефектов. У кристалла 7% плотность дислокаций достигает  $10^7$  см<sup>-2</sup>, а макровключений  $10^9$  см<sup>-2</sup>. В дальнейшем плотность макровключений резко возрастает. С этим связано возрастание коэффициента ослабления света и увеличение магнитной восприимчивости при достижении 7% примеси неодима в расплаве.

С появлением границ блоков в кристаллах увеличивается расходимость лазерного пучка и наступает некоторая деполяризация излучения. Указанные дефекты излучения связаны с разориентировкой отдельных областей кристалла, разделенных границами блоков. Угол расходимости прямолинейных границ блоков определяется уравнением:

$$Q = \frac{b}{D},$$

где  $Q$  – угол разориентировки смежных областей блоков,  $b$  – век-

тор Бюргера,  $D$  – расстояние между дислокациями из которых составлена граница блоков. Для границы на рис. 3а, угол разориентировки составляет  $3 \cdot 10^{-3}$  рад, а для границы на рис. 3б –  $6 \cdot 10^{-5}$  рад.

## Выводы

1. Методом травления установлены вид и плотность дефектов в кристаллах в зависимости от концентрации примеси, и послойный характер распределения примеси неодима.
2. Полученные значения магнитных и оптических свойств кристаллов могут служить критерием определения концентрации активной примеси в кристаллах.
3. Комплексом методов исследований определена предельная концентрация примеси неодима в исходном расплаве, что составляет 7 мас. %.

## Литература

1. Трунов, В.Н. Кристаллохимия и свойства двойных молибдатов и вольфраматов / В.Н. Трунов, В.А. Ефремов, Ю.А. Великодный. - Л.: Наука, 1986. - 172 с.
2. Зависимость совершенства кристаллов КГБ от способа выращивания и концентрации примеси неодима / А.Н. Брызгалов, Б.М. Слепченко, В.Д. Беляев, Т.И. Романова // Физика кристаллизации. Тверь, 1994. - С. 54-56.
3. Куликов, С.Ю. Определение химического состава примеси и её концентрации в кристалле калий-гадолиний вольфрамата спектральным методом / С.Ю. Куликов, М.С. Свердлов // ВНКСФ-11. Екатеринбург, 2005. - С. 346-347.

*Поступила в редакцию 2 апреля 2008 г.*

## OPTIMAL PERCENTAGE EVALUATION OF THE ACTIVE IMPURITY OF THE NEODYMIUM CRYSTALS OF THE KALIUM GADOLINIUM WOLFRAMATE

The authors analyzed the dependence of crystal dimming from the dopant concentration. They established that with the increase of the neodymium impurity percentage in the liquid melt the dimming index number increases. On the basis of the neodymium atoms spectral characteristics they drew that the neodymium impurity percentage increases with the increase of the percentage in the liquid melt up to 7 %. From the magnetic study follows that with the increase of the neodymium percentage the magnetizability difference decreases. With the help of hydrothermal corrosion method the authors established that the neodymium impurity disposes along the zone edges, there are dislocations, grain boundaries and macroscopic inclusions. They also established the critical concentration of the neodymium impurity.

*Keywords: KGWcrystal (Kalium Gadolinium Wolframate), dopant, crystal dimming index, concentration, magnetic susceptibility, defects.*

**Akimova Vera Mikhailovna** - Post-Graduate Student of the General and Theoretical Physics Department, Chelyabinsk State Pedagogical University.

**Акимова Вера Михайловна** - аспирант, кафедра общей и теоретической физики, Челябинский Государственный Педагогический Университет.

e-mail: [nehestno@mail.ru](mailto:nehestno@mail.ru)

**Bryzgalov Aleksandr Nikolaevich** - Dr.Sc. (Physics and Mathematics), Professor, General and Theoretical Physics Department, Chelyabinsk State Pedagogical University.

**Брызгалов Александр Николаевич** - доктор физико-математических наук, профессор, кафедра общей и теоретической физики, Челябинский Государственный Педагогический Университет.