

ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА КАЛИЯ-ЛИТИЯ В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ФАЗЕ

Л. М. КАЗАРЯН

Известно [1, 2], что ниобат калия-лития (КЛН) имеет структуру заполненной кали-вольфрамовой бронзы и является одним из перспективных материалов для квантовой электроники. Известно также [2], что твердые растворы с содержанием пятиокси ниобия (Nb_2O_5) от 51 до 55 мольн. % обладают сегнетоэлектрическими свойствами, и их состав можно выразить формулой $(K_2O)_{0,3}(Li_2O)_{0,7-x}(Nb_2O_5)_x$, где $x = 0,51 \div 0,55$.

Качественно легко можно отличить сегнетоэлектрическую фазу КЛН от других фаз:

1) с помощью проверки образцов на генерацию второй гармоники (ГВГ) от излучения $YAG:Nd^{3+}$; при комнатной температуре ГВГ на керамических и кристаллических образцах наблюдалась только при значениях $0,513 \leq x \leq 0,55$;

2) с помощью измерения температурной зависимости диэлектрической проницаемости $\epsilon(T)$; у этих образцов температура Кюри (T_c) изменяется в широком интервале от 340 до 575°C при изменении x от 0,55 до 0,513; по данным [2] и [4] она изменяется соответственно

от 326 до 540°C при $0,55 \geq x \geq 0,51$,

от 400 до 560°C при $0,55 \geq x \geq 0,515$.

Для изучения условий формирования сегнетоэлектрической фазы КЛН нами были выращены кристаллы из составов с x от 0,44 до 0,56 через каждый мольн. %. Данные химического анализа этих кристаллов показали, что содержание окиси калия (K_2O) в них остается постоянным и равным ее содержанию в расплаве, в то время как содержание окиси лития (Li_2O) уменьшается, а пятиокси ниобия, наоборот, увеличивается. Следовательно, определение содержания только одного из изменяющихся компонентов (в данном случае — Nb_2O_5) достаточно для определения состава кристалла.

На рис. 1 приведен график зависимости T_c от содержания Nb_2O_5 , построенный по данным измерения диэлектрической проницаемости в зависимости от температуры на керамических образцах разных составов. Измерения проводились на частоте 600 кГц. При помощи этой кривой также можно определить состав кристаллов. Сравнивая таким образом составы шихты и кристалла, мы пришли к выводу, что сегнетоэлектрические кристаллы КЛН можно получить из шихты, где $0,44 \leq x \leq 0,46$.

Для выращивания кристаллов нами был выбран состав с $x = 0,45$. Кристаллы выращивались методом Чохральского. Контейнером служил платиновый тигель размером $40 \times 1,5 \times 40$ мм³. Скорости вытягивания и вра-

ждения составляли соответственно 0,7 мм/час и 60 об/мин. Средний температурный градиент в расплаве составлял 15 град/см. Создание такого градиента приводило к появлению соответствующих конвекционных потоков, с помощью которых осуществлялось питание затравки. При этом

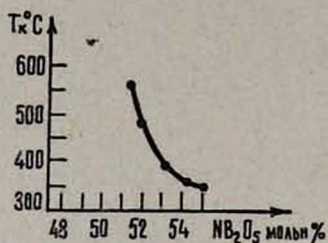


Рис. 1.

Рис. 1. Зависимость температуры Кюри от содержания Nb_2O_5 .

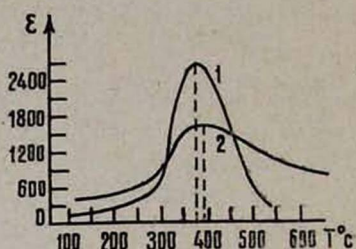


Рис. 2.

Рис. 2. Зависимость диэлектрической постоянной от температуры.

затравка опускалась в расплав при температуре, на 10—15° превышающей температуру кристаллизации. Затем температура медленно снижалась, пока не начиналось разрастание затравки до требуемого диаметра, и только после этого включался механизм вытягивания. Дальнейший рост проводился при стационарном диаметре, поддержанию которого способствовала появляющаяся при этом огранка кристалла [3]. Изменение диаметра в процессе роста приводило к захвату расплава. Необходимо отметить также, что важное значение имеет температура затравления, так как в зависимости от этого выращенные кристаллы могут быть прозрачными, иметь макровключения расплава, вплоть до образования поликристаллических образцов.

Из одного и того же расплава была выращена серия кристаллов без добавления шихты после каждого процесса. Все кристаллы имели разные параметры ячеек и, следовательно, разные составы. В таблице приведены

Таблица

Параметры ячейки (Å)	x_1 (мольн. %)	x_2 (мольн. %)	x_3 (мольн. %)	T_c (°C)
$A_1 = 12,56$ $c_1 = 3,994$	54,0	53,8	54,0	375
$A_2 = 12,580$ $c_2 = 4,010$	53,7	53,4	53,6	350

параметры ячеек двух кристаллов, выращенных один за другим, и оценки для параметра x . Значение x_1 определено из зависимости параметров ячейки от содержания Nb_2O_5 согласно [4], x_2 — из зависимости температуры Кюри от содержания Nb_2O_5 , x_3 — из данных химического анализа. Температура T_c определена из зависимости диэлектрической постоянной от температуры (рис. 2).

Из таблицы видно, что состав кристаллов изменяется от процесса к процессу. Следовательно, для получения воспроизводимых результатов по содержанию составных компонентов в кристаллах необходимо после каждого процесса выращивания вводить в расплав добавки, корректирующие его состав, с учетом результатов анализа.

Автор признателен Х. С. Багдасарову, Э. С. Вартаняну и В. Т. Габриеляну за обсуждение результатов и помощь в работе.

Институт физических исследований
АН АрмССР

Поступила 16.IX.1977

ЛИТЕРАТУРА

1. L. G. Van Urt et al. Appl. Phys. Lett., 11, 161 (1967).
2. T. Nagai, T. Ikeda. Jap. J. Appl. Phys., 12, 199 (1973).
3. Р. Н. Баласанян и др. Изв. АН АрмССР, Физика, 11, 316 (1976).
4. B. A. Scott et al. Mater. Res. Bull., 5, 47 (1970).

ԿԱԼԻՈՒՄ-ԼԻԹԻՈՒՄ ՆԻՈԲԱՏԻ ԲՅՈՒՐԵՂՆԵՐԻ ԱՃԵՑՄԱՆ
ՊԱՅՄԱՆՆԵՐԻ ՀԵՏԱԶՈՏՈՒՄԸ ՍԵԳՆԵՏՈՒԷԼԵԿՏՐԻԿ ՖԱԶՈՒՄ

Լ. Մ. ԿԱԶԱՐՅԱՆ

Որոշված է բովանդակել կոմպոնենտների այնպիսի պարունակությունը, որի դեպքում հնարավոր է ստանալ սեգնետոէլեկտրիկ ֆազում կալիում-լիթիում նիոբատի բյուրեղներ, և հետազոտված են նրանց աճեցման պայմանները:

THE STUDY OF THE GROWTH OF CALIUM-LITHIUM NIOBATE CRYSTALS IN THE SYGNETOELECTRIC

L. M. KAZARYAN

The composition of components in the baked-mixture was determined at which the calium-lithium niobate crystals can be obtained in the sygnetolectric phase and the conditions of their growth were investigated.