

# Reporte sobre el estudio y obtención de monocristales sintéticos de cuarzo a partir de mineral cubano

Carlos Arencibia del Risco, Rolando Rodríguez Macías, Elsa Hernández, Juan Fuentes Betancourt, Instituto de Materiales y Reactivos para la Electrónica. (IMRE). Universidad de La Habana

## RESUMEN

Se obtuvieron cristales de cuarzo sintético por el método hidrotermal de crecimiento y un alto valor en el factor  $Q$ . Desde este punto de vista fue valorado el yacimiento *Cacahual* veta dos.

## ABSTRACT

Sinthetic quartz crystals grown by the hidrothermal method and having a high value of  $Q$  factor were obtained. From these results, the number two vein from the *Cacahual*'s mineral deposit was evaluated.

## INTRODUCCIÓN

El cuarzo monocristalino juega un papel importante como materia prima en la confección de dispositivos ópticos y electrónicos, al servir de base a todo tipo de comunicaciones terrestres, submarinas o cósmicas y en su utilización para la construcción de sensores piezorresonantes.

El crecer progresivo de la producción de estos dispositivos demanda un enorme incremento de la producción de cuarzo piezoeléctrico sintético. Esta producción se encuentra en manos de unos pocos países y su adquisición resulta cada día más difícil y costosa en el mercado internacional.

Cuba cuenta con ricos yacimientos de mineral de cuarzo de buena calidad. Actualmente se realizan aceleradamente los primeros pasos para su adecuada explotación y convertirlos en fundamento de distintos renglones industriales, entre ellos la industria electrónica, a la cual le será posible emprender la construcción de diferentes dispositivos para su uso nacional y crear nuevas soluciones para el ingreso de divisas al país.

Por ello, en el Laboratorio de Crecimiento y Purificación del IMRE (U.H.), se comenzó el estudio de la obtención de monocristales sintéticos de cuarzo con mineral cubano.

## DESARROLLO

Para la obtención de monocristales sintéticos de cuarzo se utiliza el método hidrotermal de crecimiento [1-8]. La síntesis hidrotermal se utiliza con solventes acuosos bajo altas temperaturas y presiones para disolver y cristalizar materiales que son relativamente insolubles bajo condiciones ordinarias como es el caso del cuarzo [9].

El proceso es realizado en autoclaves capaces de alcanzar estas altas presiones y temperaturas y de no corroerse en presencia de mineralizadores alcalinos. Los detalles del diseño y construcción de la autoclave que fue necesario construir se reportan en otro trabajo.

El sistema de crecimiento está dividido por un diafragma horadado en dos regiones isotérmicas y cargado con mineral de cuarzo y solución alcalina; en la región inferior o zona de disolución se sitúa el material de cuarzo y en la región superior o zona de cristalización se sitúan semillas monocristalinas. En la primera zona se disuelve el material nutriente de cuarzo y se satura la solución, la cual es transportada a la zona de cristalización por la presencia de un gradiente de temperatura establecido entre ambas regiones, de tal manera que la zona menos caliente se corresponda con la zona de cristalización. La solución saturada que se transporta a la región de cristalización se sobresatura y el soluto cristaliza en las semillas. Las semillas son monocristales en forma de láminas adecuadamente orientadas y cortadas.

Los parámetros de control del proceso son las temperaturas de disolución y cristalización, gradiente de temperatura, por ciento de llenado de la autoclave con la solución, concentración del mineralizador, por ciento de abertura del diafragma y presión, todos los cuales determinan la velocidad de crecimiento del cristal. Estos parámetros han de irse ajustando para un material nutriente en particular, para tener las condiciones óptimas que aseguren un control satisfactorio de la velocidad de crecimiento, lo cual garantiza una mayor calidad en la estructura

cristalina de los cristales crecidos [10]. Esta velocidad de crecimiento también puede verse afectada por la presencia de impurezas en el cuarzo [13-14], pero en nuestro caso no fue una consideración importante a tener en cuenta por contar con un mineral de alta pureza.

Luego de diseñar y construir una autoclave para investigaciones de laboratorio, se realizaron varios crecimientos con mineral de cuarzo cubano proveniente del yacimiento *Cacahual* veta 2. Se utilizaron semillas orientadas longitudinalmente sobre el eje y con la calidad cristalina requerida para no introducir defectos al cristal crecido. El crecimiento se produce preferencialmente sobre el plano (0001) de mayor velocidad de crecimiento.

La Tabla 1 muestra los resultados y condiciones de operación en la autoclave. Existen diversos mineralizadores a utilizar [16-18], pero dada la pureza del mineral de cuarzo utilizado se seleccionó una combinación de hidróxido de sodio y carbonato de sodio. Un aumento considerable en el valor del factor Q se alcanzó a partir del tercer crecimiento con la sustitución del nitrato de litio por el nitrito de litio como parte del mineralizador en la solución. Estudios experimentales anteriores tienen comprobado este hecho [19].

CRECIMIENTOS	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
PARAMETROS				
Concentración del Mineralizador.	NaOH (0.75M) CO <sub>3</sub> Na <sub>2</sub> (1%) NO <sub>2</sub> Li (1F)		NaOH (1M) CO <sub>3</sub> Na <sub>2</sub> (1%) NO <sub>2</sub> Li (1F)	
Por ciento de llenado (%)	80	80	80	80
Abertura del diafragma (%)	6	6	6	6
Temperatura de Cristalización (°C)	330	344	345	340
$\Delta T$ (°C)	40	30	25	30
Velocidad de crecimiento (mm/día)	0.8	0.8	0.7	0.6
Q ( $\times 10^6$ )	0.8-0.9	1.4-1.5	2.4-2.9	3.4-3.8

Tabla 1. Parámetros de operación de la autoclave y valores del factor Q obtenido en los cristales crecidos.

Para este mineral se establecieron condiciones satisfactorias para el crecimiento de monocristales, las mismas aparecen en la Tabla 1 indicadas para el crecimiento número cuatro. La temperatura fue elevada a razón de 56 °C/h y el gradiente se estableció con velocidad de 3 °C/h; de esta forma se evitan inversiones indeseables del gradiente durante el período de calentamiento.

En el crecimiento número 4 se obtuvieron cristales de muy buena transparencia, longitud de 140 mm y elevado valor en el factor Q, el cual expresa indirectamente la calidad de la estructura cristalina. Este factor fue determinado con el auxilio de la técnica de absorción infrarroja, realizando mediciones de la absorción para dos longitudes de onda cercanas en muestras de 0.7 mm de espesor. Este método resulta rápido y efectivo y así es reportado en la bibliografía [20]. Las mediciones se realizaron a lo largo de los cristales, por ello en la Tabla 1 aparecen rangos de valores para el factor Q. La Foto 1 muestra uno de los monocristales obtenidos.

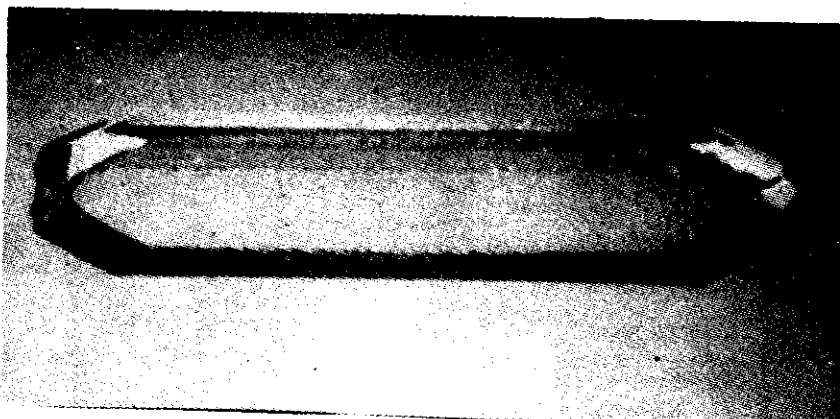


Foto 1. Uno de los monocristales crecidos.

Desde el punto de vista cristalográfico no se ha completado el estudio cuantitativo de la calidad de la estructura cristalina de estos monocristales. Queda pendiente el estudio topográfico de sus imperfecciones e inclusiones que ordinariamente se encuentran en la elaboración de estos cristales sintéticos [21-23], pero comercialmente un elevado valor de Q garantiza su utilidad para la construcción de dispositivos puesto que el mismo caracteriza cualitativamente su calidad estructural.

## CONCLUSIONES

Se realizó la investigación del crecimiento hidrotermal de cuarzo sintético y se obtuvieron monocristales con muy buena transparencia y elevado valor en el factor Q, en crecimientos de 30 días de duración cada uno.

Los resultados muestran la efectividad de la convección de la solución producto de los gradientes de temperatura escogidos y demás parámetros de control del proceso seleccionados.

El mineral de cuarzo de la veta 2 del yacimiento *Cacahual* se recomienda para la elaboración de monocristales sintéticos y se sugieren condiciones de crecimiento como las que indica la última columna de la Tabla 1.

## BIBLIOGRAFÍA

- 1) Laudise, R. A. (1959). *Chemical. Eng. Progress*, vol. 55, No.5, p55-39.
- 2) Lias, N. C. (1973). *J. Cryst. Growth*. vol. 18, No. 1. p 1-6.
- 3) Walker, A. C. (1975). *Ind. and Eng. Chemistry*. Vol. 46, No. 8, p 1670-1676.
- 4) Larkin, J. J. (1982). *J. Cryst. Growth*. Vol. 60, p 115-121.
- 5) Moriva, K. (1982). *J. Cryst. Growth*. Vol. 58, p 115-121.
- 6) Armington, F. (1985). *J. Cryst. Growth*. Vol. 71, p 799-802.
- 7) Ballman, A.A. (1966). *Applied Physics Letters*. Vol. 8, No. 2, p 53-54.
- 8) Walker, A. C. (1950). *Ind. and Eng. Chem*. Vol. 42, No. 7, p 1369-1375.
- 9) Gilman, J. (1966). *The art and science on crystal growth. Third printing*. New York. Editor: John Wiley & Sons.
- 10) Chakraborty, D. (1977). *J. Cryst. Growth*. Vol. 41, No. 1, p 177-180.
- 11) Armington, A. (1975). *J. Cryst. Growth*. Vol. 75, No. 1, p 122-125.
- 12) Laudise, R. A. (1965). *J. Phys. Chem. Solid*. Vol. 26, p 1305-1308.
- 13) Armington, A. (1980). *J. Cryst. Growth*. Vol. 49, No. 5, p 739-742.
- 14) Hosaka, M. (1981). *J. Cryst. Growth*. Vol. 53, No. 3, p 544-546.
- 15) Hosaka, M. (1980). *J. Cryst. Growth*. Vol. 52, No. 6, p 837-842.
- 16) Hosaka, M. (1986). *J. Cryst. Growth*. Vol. 75, p 473-480.
- 17) Annamalai, N. (1982). *Indian Journal of Tech*. Vol. 20, No. 2 p 396-402.
- 18) Sawyer, B. (1971). *IEEE Trans. on Sonics and ultrasonics.*, Vol. su-19, No. 1, p 41-44.
- 19) Bye, K. (1979). *J. of Materials science*. Vol. 14, No. 4, p 800-810.
- 20) Spencer, W. J. (1966). *J. of Applied Phys*. Vol. 37, No. 2, p 549-553.
- 21) Hosaka, M. (1986). *J. of Cryst. Growth*. Vol. 78, p 413-417.