

3 Probenpräparation

Die Probenpräparation ist von großer Bedeutung für die Untersuchung der Energietransfermechanismen bei Hochkonversionfluoreszenz sowie „normaler“ Fluoreszenz in CsCdBr₃. Die verwendeten Edukte bedingen den Grad der Verunreinigung durch Fremdionen. Dies wiederum hat einen direkten Einfluß auf Gitterfehlstellen, die SE-Zentren (Paarplätze, Einzelion-Plätze, sowie auf die Bildung zusätzlicher unerwünschter Relaxationskanäle für den nichtstrahlenden Energietransfer. Auch die Atmosphäre, die zur Trocknung der Edukte und zum „Ziehen“ der Kristalle verwandt wird, kann von Einfluß sein. Als besonders kritisch haben sich dabei Verunreinigungen durch andere Halogenionen, andere SE³⁺-Ionen, monovalente Alkali-Metalle sowie Pb²⁺-Ionen¹ erwiesen.

Externe Parameter wie Ampullenform, Schmelztemperatur, Kristallisationsgeschwindigkeit und Abkühlung bedingen Gitterfehlstellen und -versetzungen und haben Einfluß auf die Einbaumöglichkeiten der Dotierungionen und die optische Qualität des Kristalles.

Informationen und Erläuterungen über die Kristallstruktur, -stabilität, Ionenradien, Einbauzentren und Einbauwahrscheinlichkeiten werden in Kapitel 4&5 dargestellt.

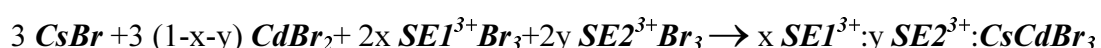
Im Folgenden werden nur die verwendeten Edukte sowie das Prozedere der Kristallzucht beschrieben.

Zur Kristallzucht wurden Ausgangspräparate mit größtmöglicher Reinheit benutzt. Die unten-stehende Tabelle zeigt die Chemikalien, Herstellerfirma und Verunreinigungen laut Analysen-zertifikat.

Tabelle 3.1 Edukte mit Reinheitsgrad und Verunreinigungen

Chemikalie	Reinheitsgrad	Verunreinigungen (ppm)	Hersteller
TmBr ₃	99,99%	Ca (110), Dy(29), Zr(25), Yb(11), Y(7), Mn(5)	Aldrich Chemical Co.
TmBr ₃	99,9%	Nicht bekannt	Heraeus
HoBr ₃	99,9%	Nicht bekannt	Strem
LaBr ₃	99,9%	Nicht bekannt	
CdBr ₂	99,999%	Au(10), Na(3), Cu(0.6), Ba(0.2)	Aldrich Chemical Co.
CsBr	99,999%	Mg(0,04)	Aldrich Chemical Co.
Br ₂ -Gas	99,5%		Merck

Die Ausgangsmaterialien wurden zunächst im stöchiometrischen Verhältnis nach folgendem Zusammenhang abgewogen:



Dieses Verhältnis soll die maximale Anzahl an SE^{3+} -Ionen-Paaren gewährleisten. Dabei legt man zugrunde, daß infolge der Ladungsneutralität zwei SE^{3+} -Ionen drei Cd^{2+} -Ionen ersetzen. Die Abwaage findet unter trockener N_2 Atmosphäre statt, da die Chemikalien hygroskopisch sind. Das Gemisch wird sodann in eine Zuchtampulle gefüllt und evakuiert. Es folgt ein Fluten mit Br_2 -Gas. Der Dampfdruck des Br_2 -Gases wurde auf den Dampfdruck für $T=273\text{K}$ eingestellt. Die Ampulle wird wieder evakuiert, sodaß nur das im Pulvergemisch adsorbierte Br_2 -Gas verbleibt. Die Ampulle wird dann abgeschmolzen und in einen Vertikal-Ofen der Firma Gero gehängt.

Die Kristallproben werden nach dem Bridgeman-Stockbarger-Verfahren hergestellt. Die notwendige Schmelztemperatur wird entsprechend den Selten-Erd-Bromiden eingestellt. Die Proben werden zuerst aufgeschmolzen und durch eine Quarzfritte gefiltert. Sodann wird die Ampulle langsam mit $(1.6-3)\text{mm/h}$ durch den Temperaturgradienten des Ofen abgesenkt. Nach dem Absenken wird der Ofen innerhalb von 24h auf Raumtemperatur abgekühlt, um thermische Verspannungen in der Probe zu vermeiden. Das Ablaufschema in der nachstehenden Abbildung verdeutlicht nocheinmal den Herstellungsprozeß.

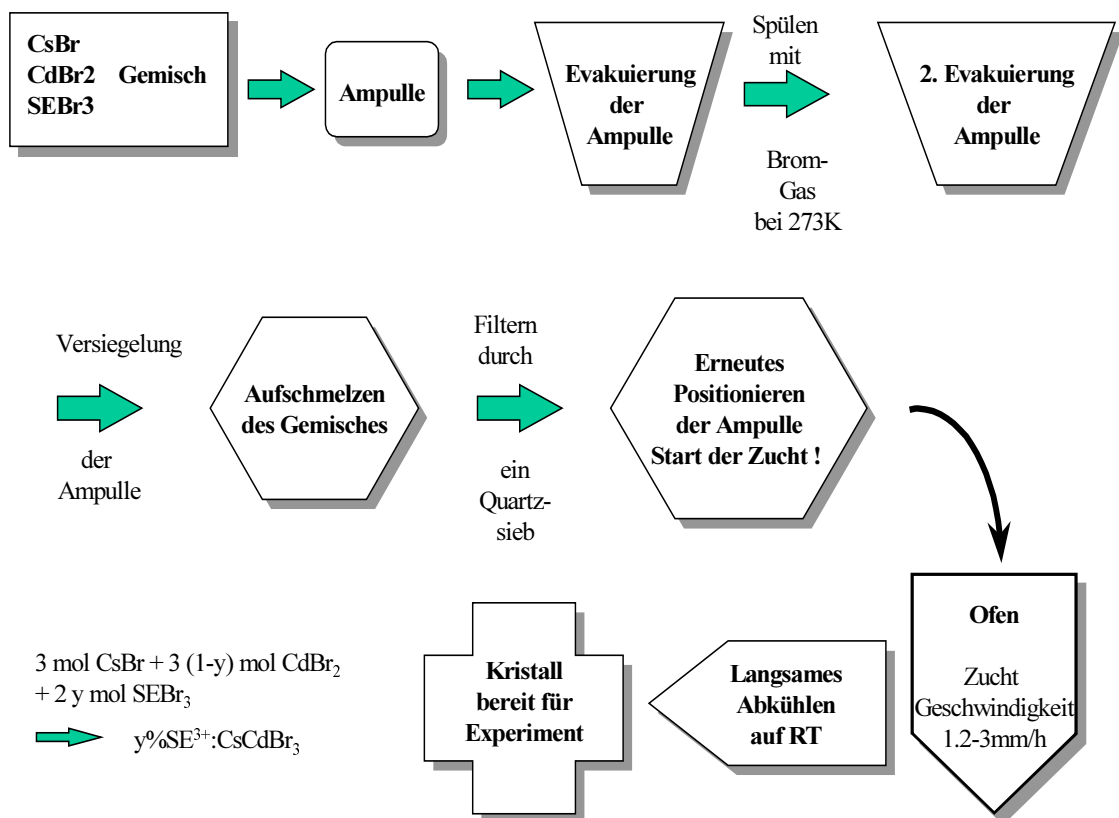


Abbildung 3.1 Schematische Darstellung der Probenpräparation

Die fertigen Kristalle werden in inerter Atmosphäre in Glasbehältern gelagert. Nachstehende Kristalle wurden mit diesem Verfahren hergestellt:

Tabelle 3.2 Hergestellte und untersuchte Kristalle

Dotierung 1	Dotierung 2	Wirtskristall
0.1%Tm	1%La	CsCdBr ₃
0.5 %Tm		CsCdBr ₃
0.25%Tm	0.0001%Ho	CsCdBr ₃
1%Tm	0.1%Ho	CsCdBr ₃
0.5%Tm	0.5%Ho	CsCdBr ₃
1%Ho		CsCdBr ₃

Literatur

¹ Neukum, J. (1995), Dissertation, TU Darmstadt