

二氧化碲晶体及其在红外器件中的应用研究进展

朱 勇, 岳世海, 王 威, 殷学技, 葛增伟

(中国科学院 上海硅酸盐研究所, 中国科学院透明光功能无机材料重点实验室, 上海 200050)

摘 要: 二氧化碲(TeO_2)晶体同时具有优异的声光性能和高自然丰度的 ^{130}Te 双 β 衰变性能, 既可用于高性能声光器件, 也可用于中微子与暗物质研究。近年来, 这两方面的应用都对 TeO_2 晶体的尺寸和质量提出了更高要求。本文简要介绍了 TeO_2 晶体的结构与物理性能, 综述了大尺寸、高质量 TeO_2 晶体制备的研究进展以及该晶体在红外器件中的应用进展, 最后展望了 TeO_2 晶体的制备与应用趋势。

关 键 词: TeO_2 晶体; 制备; 红外器件; 综述

中图分类号: TQ174 文献标识码: A

Research Progress on TeO_2 Crystal and Its Utilization in Infrared Devices

ZHU Yong, YUE Shi-Hai, WANG Wei, YIN Xue-Ji, GE Zeng-Wei

(Key Laboratory of Transparent Opto-functional Inorganic Materials, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China)

Abstract: TeO_2 crystal has excellent acousto-optic properties and double β decay properties of high natural abundance of ^{130}Te isotope. It can be used in high-performance acousto-optic devices and also for the research of neutrino and dark matter. Recently, the above applications raise the requirements for the size and quality of TeO_2 crystal. Structure and physical properties of TeO_2 crystal are briefly introduced in this article, and then the recent progress on the preparation of large sized TeO_2 crystal with high quality and its application in infrared devices are reviewed. Finally, its preparation and application in future of TeO_2 crystal are discussed.

Key words: TeO_2 crystal; preparation; infrared devices; review

自 1969 年 Liebertz^[1]首次用提拉法(Czochralski method)成功生长出 TeO_2 单晶以来, 这种物理化学性能稳定、声光性能优异的晶体引起了广泛关注^[2-6]。近年来, 随着高性能声光器件和中微子与暗物质研究对大尺寸、高质量 TeO_2 晶体的需求, 科学家们从生长工艺的完善、声光性能的提高以及新性能的开发利用等多方面对 TeO_2 晶体进行了深入研究。本文将从 TeO_2 晶体的结构与物理性能出发, 介绍大尺寸高质量 TeO_2 晶体的制备进展以及该晶体应用于红外器件的最新进展, 并就 TeO_2 晶体的制备与应用趋势进行了展望。

1 TeO_2 晶体的结构与物理性能

1.1 TeO_2 晶体的结构

自然界中的 TeO_2 单晶有三种类型^[7]: 四方晶系金红石结构的 $\alpha\text{-TeO}_2$, 正交晶系板钛矿结构的 $\beta\text{-TeO}_2$ 以及四方晶系变形金红石结构的 $\gamma\text{-TeO}_2$ 。目前, 只有 $\gamma\text{-TeO}_2$ 晶体可以实现人工生长, 后文涉及的 TeO_2 晶体均指 $\gamma\text{-TeO}_2$ 晶体。

TeO_2 晶体属四方晶系, 422 点群, 晶格参数 $a=b=0.481\text{ nm}$, $c=0.761\text{ nm}$ ^[8], 其结构示意图如图 1 所示^[9]。

收稿日期: 2014-11-05; 收到修改稿日期: 2015-04-18

基金项目: 国家自然科学基金(51302287, 61405229)/National Natural Science Foundation of China(51302287, 61405229)

作者简介: 朱 勇(1981-), 男, 博士, 副研究员. E-mail: yongz@mail.sic.ac.cn

通讯作者: 葛增伟, 高级工程师. E-mail: gezengwei@mail.sic.ac.cn

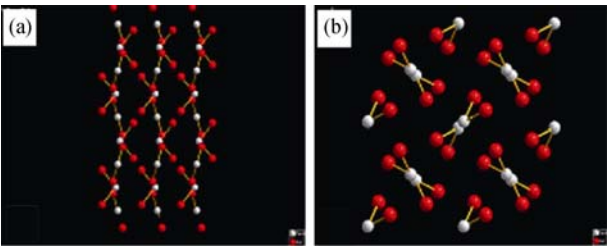


图 1 TeO_2 晶体的结构示意图(a)沿 $\langle 110 \rangle$ 方向和(b)沿 $\langle 001 \rangle$ 方向^[9]
Fig. 1 Sketch map of the structure of a TeO_2 crystal (a) along $\langle 110 \rangle$ and (b) $\langle 001 \rangle$ orientations^[9]

1.2 TeO_2 晶体的物理性能

TeO_2 晶体的熔点为 733°C , 密度为 6.0 g/cm^3 , 质地脆, 折射率大(波长 500 nm 处 $n_e=2.430$, $n_o=2.274$), 对可见光透过率高(波长 632.8 nm 处透过率大于 70% , 镀膜后大于 90%)^[7-8,10-11]。更为重要的是, TeO_2 晶体光弹性系数大, 在 $\langle 110 \rangle$ 方向传播的剪切波声速非常低(仅为 616 m/s), 这种慢剪切波具有非常高的声光优值($M_2 = n^6 P^2 / \rho \cdot v^3 = 793 \times 10^{-18}\text{ s}^3/\text{g}$), 优于其他声光材料(参见表 1)^[12]; 而在(001)平面与 X 轴成 35.9° 方向传播的横波具有零温度系数, 也具有很高的声光优值($M = 200 \times 10^{-18}\text{ s}^3/\text{g}$)^[7,11]。

除了优异的声光性能之外, TeO_2 晶体还具有 ^{130}Te 高自然丰度所带来的双 β 衰变特性^[8,13-14]。大型中微子探测项目—CUORE(Cryogenic Underground Observatory for Rare Events, 低温地下观测稀有物理现象)正是利用多达 988 块 $5\text{ cm} \times 5\text{ cm} \times 5\text{ cm}$ 的大尺寸高纯 TeO_2 晶体作为核心探测材料, 其放射性杂质 U、Th 等含量需降低至 10^{-13} g/g 以上^[15]。CUORE 项目组的科学家经过世界范围的筛选, 最终确定只有中国科学院上海硅酸盐研究所研制的 TeO_2 晶体满足项目要求^[16]。

作为 CUORE 的先导项目—CUORE-0^[17], 采用了 52 块大尺寸高纯 TeO_2 晶体, 仅用一年多时间, 就获得

了非常优异的结果:能量分辨率为 $(6.3 \pm 2.7)\text{ keV}$ (项目设计要求为 $<15\text{ keV}$), 背景噪声比前期项目低了 1 倍, 显示出大尺寸高纯 TeO_2 晶体作为探测材料的优异性能。

除了上述两种性能外, 近年来, 意大利科学家利用上海硅酸盐研究所研制的优质 TeO_2 晶体, 首次发现了 TeO_2 晶体内部的切伦科夫(Cherenkov)效应^[18-19], 有望降低中微子探测时的背景噪声, 增强探测能力。

2 TeO_2 晶体的制备进展

2.1 原料的制备^[10,16,20]

高纯原料是制备优质晶体的首要条件。如果 TeO_2 粉末中包裹了单质 Te, 生长出的晶体往往含有包裹体, 并且容易带来氧空位, 生成云雾状云层。将 TeO_2 粉用热盐酸溶解, 再用氨水沉淀后可以提高原料的纯度, 进而提高晶体的质量。而高温条件下的多步氧化法也可有效去除 TeO_2 粉末中的包裹单质 Te, 获得高纯原料。

2.2 生长方向的选择^[7,10]

在 TeO_2 晶体的结构中, Te—O 原子的配位是变形的四方棱锥体, Te 原子在顶部, 四方棱锥体由氧原子连接。通过结晶形态和键角关系分析表明, (100)和(010)面是 TeO_2 晶体的解理面, 沿 $\langle 100 \rangle$ 和 $\langle 010 \rangle$ 方向生长的晶体容易开裂, 因而选择 $\langle 110 \rangle$ 和 $\langle 001 \rangle$ 等方向, 特别是 $\langle 110 \rangle$ 方向生长晶体可以较好地避免开裂。

2.3 坩埚的制作

生长 TeO_2 晶体一般选用铂金(Pt)坩埚。法国科学家 Mangin 等^[21]通过研究表明, TeO_2 晶体生长时, Pt 会引起 TeO_2 晶体中 Te—O 键的断裂, 反应生成的 Te 氧化物 $\text{Te}_y\text{O}_{2y-x}$ 和 Pt 一起形成黑色包裹体, 而反应产生的氧气(O_2)容易在晶体内部形成气泡, 最终影响晶体的质量。

表 1 几种典型声光材料的声光特性^[12]
Table 1 Acousto-optic (AO) properties of some typical AO materials^[12]

Material	Direction of propagation	Sound velocity/ $(\times 10^5, \text{cm} \cdot \text{s}^{-1})$	AO merit $M_2/(\times 10^{-18}, \text{s}^3 \cdot \text{g}^{-1})$
Fused silica	-	5.960	1.0
LiNbO_3 crystal	$\langle 100 \rangle$	6.570	4.6
PbMoO_4 crystal	$\langle 001 \rangle$	3.362	36.1
PbBr_2 crystal	$\langle 010 \rangle$	0.650	550.0
Hg_2Cl_2 crystal	$\langle 110 \rangle$	0.347	700.0
TeO_2 crystal	$\langle 110 \rangle$	0.616	793.0

为了解决这一问题, Mangin 等利用 Pt 与 TeO_2 粉体在 1147°C 反应制备 PtTe_2 坩埚(参见图 2), 利用 PtTe_2 中 Pt 为 +4 价, 不能与 TeO_2 发生反应来避免 Pt 的污染。

2.4 晶体的生长过程

TeO_2 晶体最早由俄罗斯科学家采用提拉法实现了人工生长^[1]。目前, TeO_2 晶体的生长方法主要有提拉法和下降法两种^[8-11, 21-23], 研究主要集中在大尺寸和高质量生长方面。

1985 年, 日本专利^[23]报道了沿 $\langle 100 \rangle$ 方向, 采用 25 r/min 的旋转速度, 2 mm/h 的提拉速度, 获得了 $\phi 25 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$ 的 TeO_2 晶体。1987 年, 上海硅酸盐研究所的周哲仪等^[24]利用自行设计研制的加压单晶炉, 实现了 TeO_2 大单晶生长的直径自动控制, 生长出等径度和质量良好的晶体, 最大重量达 1.4 kg。1997 年, 中国电子科技集团第二十六研究所的钱叙法在温场设计和正交试验方法的基础上, 通过进一步优化提拉法生长工艺, 生长出 $\phi 50 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$ 的 TeO_2 单晶^[25]。

此后, 提拉法生长 TeO_2 晶体的研究主要集中在温度梯度、提拉速率和旋转速率等关键参数的优化方面。印度科学家 Kumaragurubaran 等^[26]针对提拉法中轴向温度梯度与晶体质量的关系做了系统研究, 发现以 $15 \sim 20^\circ\text{C}/\text{cm}$ 温度梯度生长的晶体无包裹体与气泡, 质量最好。2001 年, 上海大学的季小红等^[11]研究发现, 温度梯度大于 $20 \sim 25^\circ\text{C}/\text{cm}$ 及出现界面翻转时, 易造成晶体开裂, 位错密度增加。2003 年, 上海大学的陶绍军等^[27]研究了温度梯度、提拉速度、转速等工艺参数对 TeO_2 晶体生长质量的影响, 从晶体形态、包裹体和位错密度变化等方面探讨了晶体生长参数与晶体缺陷之间的内在关系。2008 年, 俄罗斯科学家 Kolesnikov 等^[28-29]研究发现, 利用提拉法生长 TeO_2 晶体的流体(熔体)雷诺公式: $Re = \omega \cdot r(R-r)/\nu$ (式中, ω 为接种时的旋转速度, R 为坩埚直径, r 为晶体直径, ν 为熔体粘度), 通过控制旋转速度和晶体直径(参见图 3), 将雷诺数 Re 控制在 100~150 之间, 可获得晶体尺寸大、结构缺陷少的 TeO_2 晶体, 从而提高其光学质量。

2013 年, 俄罗斯科学家 Kokh 等^[30]设计建造了一台低温度梯度($1 \sim 2^\circ\text{C}/\text{cm}$)的提拉生长炉, 在优化的生长工艺条件下, 利用 2.5 kg 的熔体, 最终生长出直径约 100 mm、总重量达 1.8 kg 的大尺寸、无气泡的 TeO_2 晶体。

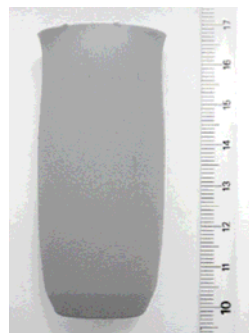


图 2 Pt 与 TeO_2 粉体在 1147°C 反应制备的 PtTe_2 坩埚^[21]

Fig. 2 PtTe_2 crucible prepared by the reaction between Pt and TeO_2 powder at 1147°C ^[21]

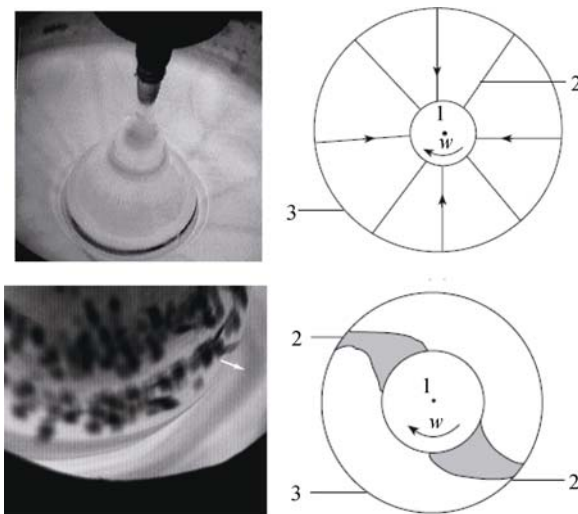


图 3 (a) $R=1.8 \text{ cm}$, $\omega=1.36 \text{ s}^{-1}$ 和 (b) $R=3.2 \text{ cm}$, $\omega=1.36 \text{ s}^{-1}$ 时熔体特征^[29]

Fig. 3 Melt character istics when (a) $R=1.8 \text{ cm}$, $\omega=1.36 \text{ s}^{-1}$ and (b) $R=3.2 \text{ cm}$, $\omega=1.36 \text{ s}^{-1}$ ^[29]

与提拉法相比, 采用下降法生长 TeO_2 晶体的报道相对较少。2004 年, 法国勃艮第大学的 Verber 等^[31]利用下降法, 控制温度梯度为 $10^\circ\text{C}/\text{cm}$, 生长速度为 0.6 mm/h , 生长出 $\phi 25 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ 的 TeO_2 晶体, 但晶体存在较多气泡和深颜色杂质等缺陷。

上海硅酸盐研究所是国内外最早采用下降法生长 TeO_2 晶体的单位。1989 年, 蒲芝芬等^[32]公开了 TeO_2 晶体的坩埚下降生长方法, 可以沿 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 001 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 任一方向生长方形、椭圆形、菱形、板状及圆柱形晶体, 尺寸可达 $(70 \sim 80) \text{ mm} \times (20 \sim 30) \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ 。2003 年, 葛增伟等^[33]改进下降法生长工艺, 克服了以前单一降温技术造成的易穿漏、成品率低和晶体厚度小的缺点, 沿 $\langle 110 \rangle$ 方向生长出尺寸达 $60 \text{ mm} \times 60 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$ 、纯度较高、质量优的 TeO_2 晶体^[9-10](参见图 4)。

2009 年, 葛增伟等^[16,34-35] 利用两次生长制备技术和溶解制粉的纯化过程得到了高纯度的晶体(参见图 5)。该方法制备的 TeO_2 单晶纯度高, 特别是 U、Th 等放射性杂质含量可降低至 10^{-14} g/g。储耀卿等^[36] 运用光学显微镜、电子衍射光谱和化学腐蚀等方法分析了下降法生长的 TeO_2 晶体的内部缺陷, 发现晶体内部的散射点来源于原料中杂质, 条纹主要由晶体内部应力引起, 而晶体内部的气泡和黑点与晶体生长的温度密切相关。

2012 年, Cardani 等^[37] 采用 2.13 kg 大尺寸 TeO_2 单晶用于中微子研究。该单晶由上海硅酸盐研究所的葛增伟等利用改进的下降炉和生长工艺制备而成, 其截面已达 $54.0 \text{ mm} \times 58.2 \text{ mm}$, 长度为 111.3 mm。大尺寸 TeO_2 单晶可有效利用其比表面积小的特点, 减少表面污染, 提高中微子探测能力。

2.5 晶体的退火过程

由于 TeO_2 晶体的热导率较低, 热膨胀系数呈各向异性, 而且数值相差很大, 所以在晶体生长和降温过程中容易累积较大的热应力^[38]。通过退火工艺可以有效地消除晶体内部的热应力, 减少后续加工中的损失^[33]。

3 TeO_2 晶体在红外器件中的应用进展

TeO_2 晶体具有优异的声光性能。在相同的通光孔径下, 用 TeO_2 单晶制作的声光器件, 其分辨率可

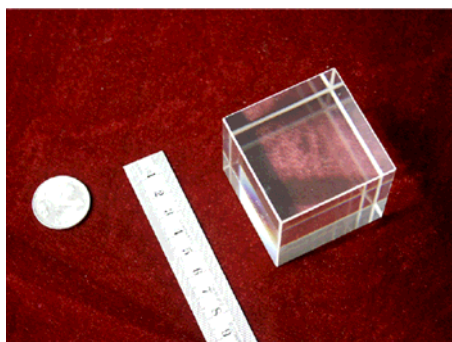


图 4 下降法生长的 TeO_2 晶体^[19]

Fig. 4 TeO_2 crystal grown by Bridgman method^[19]

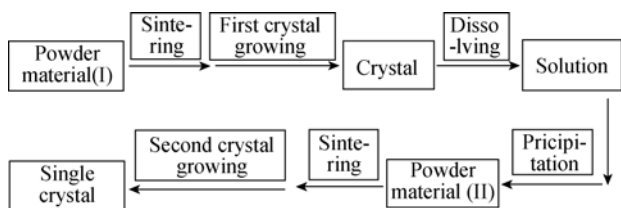


图 5 高纯 TeO_2 单晶的制备工艺流程图^[35]

Fig. 5 Flow chart of the manufacturing method for the high-purity TeO_2 single crystal^[35]

以有数量级的提高, 同时具有响应速度快、驱动功率小、衍射效率高和性能稳定可靠等优点。目前, TeO_2 晶体已用于声光 Q 开关、偏转器、调制器、移频器和可调滤波器等各类声光器件, 在许多高技术领域, 如激光打标、激光雕刻、扫描频谱分析、测速、测波长、色合成等发挥了重要作用^[9,26,39-40]。其中, 声光可调滤波器(AOTF: acousto-optic turnable filter)是一种建立在光学各向异性介质的声光衍射原理上的电调谐波长色散器, 只要简单地改变外加射频信号的频率就能在较大的光波区域上迅速地调谐滤波器的带通, 从而改变出射光线的特性。

TeO_2 晶体的透光范围在 $350 \text{ nm} \sim 5 \mu\text{m}$, 覆盖了近红外和中红外波段; 并且由于 TeO_2 晶体具有非常高的声光优值($M_2 = 793 \times 10^{-18} \text{ s}^3/\text{g}$), 因而特别适合作为高性能 AOTF 器件的声光互作用介质^[41-42]。图 6 示出了利用 TeO_2 晶体作为声光互作用介质的非共线 AOTF 的典型结构^[43]。与其它声光介质的共线性 AOTF 不同, 非共线 AOTF 由于采用了声光优值更高的声光介质材料(TeO_2 单晶), 可获得更高的效率, 并且结构更简单, 制备过程得到简化。

早在 1995 年, 美国 Brimrose 公司就研制成功基于 AOTF 的微型近红外光谱仪。它以 LED 为发光光源, 光纤作为传输介质, 总重量小于 250 g。1998 年, 该公司又研制出基于 AOTF 的微型近红外光谱仪, 能同时对传输带上的药品成分进行定性定量检测, 每秒大约可以检测 100 片, 优于传统的光谱仪。2000 年, Rosemount Analytical 公司研制出 AOTF 近红外过程分析仪, 能够对样品进行实时检测^[44]。

在应用方面, 基于 AOTF 的微型近红外光谱仪除了应用在烟草、石油化工、制药和食品等民用领域^[43,45]外, 还用于火星探测等航天领域。2003 年, 欧空局发射成功的火星快车上装载了 7 台有效载荷, 其中一台载荷 SPICAM 光谱仪器的红外通道就使用了基于 TeO_2 单晶的 AOTF 分光器件^[46]。2005 年, 欧

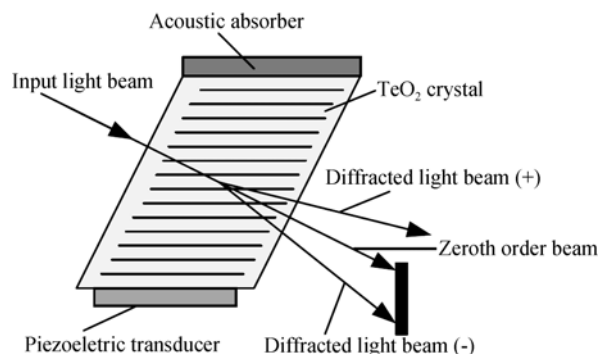


图 6 非共线 AOTF 的典型结构^[43]

Fig. 6 Schematic of noncollinear AOTF^[43]

空局在金星快车卫星上同样装载了 AOTF 光谱仪 SPICAV 对金星进行探测^[47]。计划于 2018 年发射的 EXOMARS 火星车上也配置有 AOTF 分光的 MICROMEGA 科学载荷^[48]。我国 2013 年发射成功的 CE-3 月球车的有效载荷之一——红外成像光谱仪也采用了基于两块 TeO_2 单晶的 AOTF 器件, 实现了以 5 nm 为采样间隔的可见近红外成像通道 (0.45~0.95 μm) 和短波红外通道 (0.9~2.4 μm), 可分别对着陆区月表物质进行成像与光谱采集, 为月壤成分分析提供有效数据支持^[49]。

随着科技的发展和实际应用需求的推动, 近年来, 以 TeO_2 晶体为核心材料的 AOTF 红外光谱仪在以下三个方面获得进一步发展:

(1) 光谱范围由近红外 (1~3 μm) 向中红外 (3~5 μm) 扩展。多数重要的碳氢气体和有毒气体分子在中红外波段都具有很强的吸收特性, 因而该波段的光谱具有广泛的民用价值, 在微量气体探测领域具有非常好的发展前景。而在军事上, AOTF 中红外光谱仪可用于生化毒剂侦测, 具有探测灵敏度高, 能远距离、实时测量生化毒剂的种类及其浓度随时间和空间连续变化的特点, 可以极大地增强己方的生化防御作战能力。

美国 IFS 公司已研制出 PlastiScan 系列 AOTF 中红外光谱仪, 其输出波段为 1.2~4.5 μm ^[43]。在国内, 余桂英等^[50]利用 TracePro 光学软件对 AOTF 中红外光谱仪进行优化设计, 使光源功率降低 75%, 准直系统尺寸缩小一半。2011 年, 刘伟等^[51]报道了一种非同向离轴型大角孔径 AOTF 中红外光谱仪的设计与制作, 实现的调谐范围在 3.6~4.8 μm , 光谱分辨率小于 75 nm。

(2) 将成像技术与红外光谱技术相结合, 形成具有空间分辨能力和光谱分辨能力的红外成像光谱仪。从原理的角度, 成像光谱技术可分为滤波型、色散型和干涉型等。基于 AOTF 的红外成像光谱仪是一种滤波型成像光谱仪, 可采用凝视型成像模式, 不需要光机扫描装置, 因而可以使得整个系统结构紧凑简单、重量轻、功耗小^[52-53]。

利用不同物体反射光谱的特性不同, 在多个宽带很窄的连续光谱波段内成像, 然后从这些光谱图像中区分目标与背景, 就能够较容易地辨别出一些军事目标, 甚至能辨别出经过专门军事伪装的目标^[54]。美国陆军研究实验室 (ARL) 的无人控制地面车辆 (UGV) 采用 AOTF 光谱成像技术对物体进行成像识别, 能够得到伪装在草原上敌方坦克的轮廓和踪迹, 侦测到埋藏在地表的地雷, 从而掌握战斗的主动权^[43,55]。

(3) 将拉曼光谱、质谱等其他分析手段与红外光谱技术相结合, 扩展其应用领域。美国陆军研究实验室 (ARL) 利用 AOTF 红外光谱仪体积小、光谱扫描速度快等特点开发的光纤 AOTF—拉曼光谱仪, 是将拉曼光谱与光纤、AOTF 合为一体的便携式拉曼传感器, 其成本低、可靠性高、易于操作, 适合远程监测爆炸物, 如 TNT、RDX 和 HMX 等^[56]。

Vckert 等^[57]将激光解离飞行时间质谱技术 (LDTOF-MS) 与 AOTF 红外光谱技术相结合, 实现了 1.6~3.5 μm 中红外波段对行星天体表面生物等样本的直接分析。目前, 利用该技术对火星岩石样本的分析结果与其他测试方法所得结果一致, 且具有较高的精度, 对生物样本的直接分析处于进展之中。

4 展望

TeO_2 晶体的透光范围在 350 nm~5 μm 。然而目前制备的 TeO_2 晶体在 2.8~3 μm 波段以及 4 μm 以上中红外波段还存在较为严重的吸收, 影响了其在红外器件中的应用前景。从原料制备工艺等方面入手, 找出引起吸收的原因, 是未来 TeO_2 晶体制备的方向之一。

此外, 随着 TeO_2 晶体在中微子研究方面的进展, 低背景高富集 ^{130}Te 的 $^{130}\text{TeO}_2$ 晶体和掺杂的 TeO_2 晶体成为下一代中微子探测材料的有力竞争者。然而目前的 TeO_2 晶体还无法兼顾低背景和高富集 ^{130}Te , 未来需要在原料制备、生长工艺、加工方法等方面提出一整套解决方案。

掺杂的 TeO_2 晶体虽然已经有些研究报道^[8], 但还没有实质性进展, 这是由于 TeO_2 晶体变形的金红石结构使它具有极低的分凝系数, 常规的方法难以生长出高质量的掺杂 TeO_2 晶体。探索合适的制粉工艺, 寻找低共熔掺杂元素, 尝试更大的温度梯度和生长速率是未来值得探索的几种方案。掺杂的 TeO_2 晶体一旦研制成功, 有望兼具声光性能和其它性能 (比如发光和闪烁性能), 将开拓该晶体新的应用领域。

参考文献:

- [1] LIEBERTZ J. Einkristallzüchtung von paratellurit (TeO_2). *Kristall und Technik*, 1969, **4**(2): 221–225.
- [2] MIYAZAWA S, IWASAKI H. Single crystal growth of paratellurite TeO_2 . *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1970, **9**(5): 441–445.
- [3] UCHIDA N. Optical properties of single-crystal paratellurite (TeO_2). *Phys. Rev. B*, 1971, **4**(10): 3736–3745.

- [4] PEERCY P S, FRITZ I J. Pressure-induced phase transition in paratellurite (TeO_2). *Phys. Rev. Lett.*, 1974, **32**(9): 466–469.
- [5] FRITZ I J, PEERCY P S. Phenomenological theory of the high-pressure structural phase transition in paratellurite (TeO_2). *Solid State Commun.*, 1975, **16**(10/11): 1197–1200.
- [6] SKELTON E F, FELDMAN J L, LIU C Y, *et al.* Study of the pressure-induced phase transition in paratellurite (TeO_2). *Phys. Rev. B*, 1976, **13**(6): 2605–2613.
- [7] CAI QI-SHAN. Structure and physical properties of TeO_2 crystal. *Piezoelectrics & Acoustooptics*, 1981, **2**: 55–59.
- [8] DAFENEI I, DIEMOZ M, LONGO E, *et al.* Growth of pure and doped TeO_2 crystals for scintillating bolometers. *Nucl. Instrum. Meth. A*, 2005, **554**(1/2/3): 195–200.
- [9] Chu Y Q, Li Y G, Ge Z W, *et al.* Growth of the high quality and large size paratellurite single crystals. *J. Cryst. Growth*, 2006, **295**(2): 158–161.
- [10] CHU YAO-QING, GE ZENG-WEI, WU GUO-QING, *et al.* Growth of acousto-optic TeO_2 single crystal with large size and high quality. *Journal of Synthetic Crystals*, 2004, **33**(5): 810–812.
- [11] JI XIAO-HONG, SANG WEN-BIN, LIU DONG-HUA, *et al.* Study on Czochralski growth of TeO_2 single crystal and defects. *Journal of Synthetic Crystals*, 2001, **30**(1): 93–98.
- [12] REN QUAN, HUAN HUI. Growth and characterization of two new types of acousto-optic crystals. *Piezoelectrics & Acoustooptics*, 1993, **15**(5): 33–37.
- [13] GIULIANI A. Searches for neutrinoless double beta decay. *Acta Phys. Polonica B*, 2010, **41**(7): 1447–1468.
- [14] ANDREOTTI E, ARNABOLDI C, AVIGNONE III F T, *et al.* ^{130}Te neutrinoless double-beta decay with CUORICINO. *Astropart. Phys.*, 2011, **34**(11): 822–831.
- [15] PREVITALI E. Search for neutrinoless double beta decay with CUORE. *Nucl. Instrum. Meth. A*, 2013, **718**: 522–523.
- [16] ARNABOLDI C, BROFFERIO C, BRYANT A, *et al.* Production of high purity TeO_2 single crystals for the study of neutrinoless double beta decay. *J. Cryst. Growth*, 2010, **312**(20): 2999–3008.
- [17] CANONICA L, ARTUSA D R, AVIGNONE III F T, *et al.* First CUORE-0 performance results and status of CUORE experiment. *J. Low. Temp. Phys.*, 2014, **176**(5/6): 986–994.
- [18] CASALI N, BELLINI F, DAFINEI I, *et al.* Monte Carlo simulation of the Cherenkov radiation emitted by TeO_2 crystal when crossed by cosmic muons. *Nucl. Instrum. Meth. A*, 2013, **732**: 338–341.
- [19] BELLINI F, CASALI N, DAFINEI I, *et al.* Measurements of the Čerenkov light emitted by a TeO_2 crystal. *J. Inst.*, 2012, **7**: P11014.
- [20] BEAUDRY J N, GRENIER S, AMRATE S, *et al.* Synthesis of high purity, stoichiometric controlled, TeO_2 powders. *Mater. Chem. Phys.*, 2012, **133**(2/3): 804–807.
- [21] MANGIN J, VEBER P. PtTe_2 : Potential new material for the growth of defect-free TeO_2 single crystals. *J. Cryst. Growth*, 2008, **310**(12): 3077–3083.
- [22] LUKASIEWICZ T, MAJCHROWSKI A. Czochralski growth of TeO_2 single crystals under conditions of forced convection in the melt. *J. Cryst. Growth*, 1992, **116**: 364–368.
- [23] TOHOKU METAL IND LTD(TOHM-C). Tellurium Dioxide Single Crystal Growth - with the (100) Axis Set in the Draw Up Direction. Japan, C30B29/46, 61-174199A2, 1986.8.5.
- [24] ZHOU ZHE-YI, ZHANG HENG, XU SHOU-QI. Growth of large TeO_2 single crystals by using czochralski technique under pressure. *Journal of Inorganic Materials*, 1987, **2**(3): 193–198.
- [25] QIAN XU-FA. Research on streak formation in growing single crystal with large size by CZ method. *Journal of Synthetic Crystals*, 1997, **26**(3/4): 381.
- [26] KUMARAGURUBARAN S, KRISHNAMURTHY D, SUBRAMANIAN C, *et al.* Growth of paratellurite crystals: effect of axial temperature gradient on the quality of the crystals. *J. Cryst. Growth*, 2000, **211**(1-4): 276–280.
- [27] TAO SHAO-JUN, SANG WEN-BIN, QIAN YONG-BIAO, *et al.* Study on the influence of growth parameters on TeO_2 single crystal quality. *Journal of Synthetic Crystals*, 2003, **32**(2): 165–169.
- [28] KOLESNIKOV A I, SMIRNOV Y M, KAPLUNOV I A, *et al.* Czochralski's method of growing paratellurite monocrystals from liquid melt. Russia, C30B29/16, RU2338816. 2008.11.20.
- [29] KOLESNIKOV A I, GRECHISHKIN R M, TRET'YAKOV S A, *et al.* Taylor vortices formed in the melt during paratellurite crystal growth. *Crystallography Reports*, 2008, **53**(7): 1203–1207.
- [30] KOKH A E, SHEVCHENKO V S, VLEZKO V A, *et al.* Growth of TeO_2 single crystals by the low temperature gradient Czochralski method with nonuniform heating. *J. Cryst. Growth*, 2013, **384**: 1–4.
- [31] VERBER P, MANGIN J, STIMER P, *et al.* Bridgman growth of paratellurite single crystals. *J. Cryst. Growth*, 2004, **270**(1/2): 77–84.
- [32] 蒲芝芬, 葛增伟. 二氧化碲单晶体的生长技术. 中国, C30B29/46, ZL85107803. 1989.09.13.
- [33] 葛增伟, 吴国庆, 储耀卿, 等. 一种二氧化碲单晶体的坩埚下降生长方法. 中国, C30B29/16, ZL03141999.2. 2007.03.21.
- [34] 葛增伟, 朱勇, 吴国庆, 等. 一种高纯二氧化碲单晶及制备方法. 中国, C30B15/00, ZL10048849. 2010.10.06.
- [35] GE Z W, ZHU Y, WU G Q, *et al.* High-purity Tellurium Dioxide Single Crystal and Manufacturing Method Thereof. US, C30B15/00, US008480996. 2012.03.22.
- [36] CHU YAO-QING, CHEN ZHI-ZHAN, LI YAO-GANG, *et al.* Defects of TeO_2 crystals grown by Bridgman method. *Journal of Synthetic Crystals*, 2009, **38**(2): 481–485.

- [37] CARDANI L, GIRONI L, BEEMAN J W, *et al.* Performance of a large TeO₂ crystal as a cryogenic bolometer in searching for neutrinoless double beta decay. *J. Inst.*, 2012, **7**: P01020.
- [38] FANG YA-KE, SANG WEN-BIN, MIN JIA-HUA. Etching morphology and symmetry of TeO₂ crystal. *Journal of Inorganic Materials*, 2004, **19**(6): 1419–1422.
- [39] VOLOSHINOV V B, NIKITIN P A, TRUSHIN A S, *et al.* Acousto-optic cell based on paratellurite crystal with surface excitation of acoustic waves. *Techn. Phys. Lett.*, 2011, **37**(8): 754–756.
- [40] VEBER P, MANGIN J. TeO₂ liquid phase: viscosity measurements and evaluation of the thermal conductivity from crystal growth experiments. *Mater. Res. Bulletin*, 2008, **43**(11): 3066–3073.
- [41] CHEN SU-CHAO, LIU BO, WU XIAO-MIN. A review of studies on AOTF properties based on different dielectric materials. *Study on Optical Communications*. 2011, **5**: 56–59.
- [42] SUN ZHEN-DONG, DUAN QIAO-FENG, ZHAO YU-CHUN, *et al.* Design of infrared spectrometer with AOTF technique. *Optical Technique*, 2004, **30**(5): 594–599.
- [43] LIN WEI, XUE FENG, ZHANG YE-HUI, *et al.* Acousto-optic tunable filter and its application. *Microcomputer Information*, 2005, **21**(10): 127–128.
- [44] TRAN C D. Principles, instrumentation, and applications of infrared multispectral imaging, an overview. *Analytical Letters*, 2005, **38**: 735–752.
- [45] HAO HUI-MIN, CAO JIAN-AN, YU ZHI-QIANG, *et al.* Exploratory research on quantitative analysis of gaseous mixtures by AOTF-NIR spectrometer. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2009, **29**(8): 2087–2091.
- [46] KORABLEV O, BERTAUX J L, GRIGORIEV A, *et al.* An AOTF-based spectrometer for the studies of Mars atmosphere for Mars express ESA mission. *Adv. Space Res.*, 2002, **29**(2): 143–150.
- [47] KORABLEV O, FEDOROVA A, BERTAUX J L, *et al.* SPICAV IR acousto-optic spectrometer experiment on venus express. *Planetary Space Sci.*, 2012, **65**(1): 38–57.
- [48] LEROI V, BIBRING J P, BERTHE M. Micromega/IR : design and status of a near-infrared spectral microscope for *in situ* analysis of Mars samples. *Planetary Space Sci.*, 2009, **57**(8-9): 1068–1075.
- [49] WANG JIAN-YU, HE ZHI-PING, XU RUI. Application of Imaging Spectrum Technology Base on AOTF in Deep-space Exploration. Proceedings of 2013 Shanghai International Symposium on Remote Sensing & Social Development, Shanghai, 2013: 13–23.
- [50] YU GUI-YING, YAO SHUAI, GUO TIAN-TAI, *et al.* Optimized design of AOTF mid-IR spectrometer based on Tracepro. *Infrared and Laser Engineering*, 2008, **37**: 441–443.
- [51] LIU WEI, HE XIAO-LIANG, WANG ZHI-LIN, *et al.* Mid-infrared acousto-optic tunable filter. *Piezoelectrics & Acoustooptics*, 2011, **33**(2): 178–181.
- [52] ZHU QIAN, WANG YUE-MING, WANG JIAN-YU, *et al.* Characteristics of background radiation of shortwave infrared imaging spectrometer based on AOTF. *Infrared and Laser Engineering*, 2012, **41**(3): 575–579.
- [53] TAN JIAN-YAO, REN YU, TAN YONG, *et al.* Impact of the rotatory property of TeO₂ crystal on its spectral characteristics. *Infrared and Laser Engineering*, 2013, **42**(1): 195–199.
- [54] XING HUI, ZHAO HUI-JIE, CHENG XUAN, *et al.* Radiometric calibration of hyperspectral imaging spectrometer based on AOTF. *Infrared and Laser Engineering*, 2009, **38**(2): 205–209.
- [55] HE ZI-JIAN, SHI JIA-MING, ZHAO DA-PENG, *et al.* Recognition of camouflaged target by hyperspectral imaging system based on acousto-optic tunable filter. *Laser & Infrared*, 2014, **44**(7): 796–800.
- [56] GUPTA N, DAHMANI R. AOTF Raman spectrometer for remote detection of explosives. *Spectrochimica Acta Part A*, 2000, **56**(8): 1453–1456.
- [57] UCKERT K, CHANOVER N J, GLENAR D A, *et al.* A miniature AOTF-LDTOF spectrometer suite for the detection of biomarkers on planetary surfaces. *Life Detection in Extraterrestrial Samples*, 2012, **6042**: 1–2.