



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111485283 A

(43)申请公布日 2020.08.04

(21)申请号 202010417703.X

(22)申请日 2020.05.15

(71)申请人 广东先导稀材股份有限公司

地址 511517 广东省清远市清新区禾云镇
工业区(鱼坝公路旁)

(72)发明人 谢欣荣 狄聚青 李京振

(74)专利代理机构 广州三环专利商标代理有限公司 44202

代理人 颜希文

(51)Int.Cl.

C30B 15/12(2006.01)

C30B 29/34(2006.01)

C30B 29/30(2006.01)

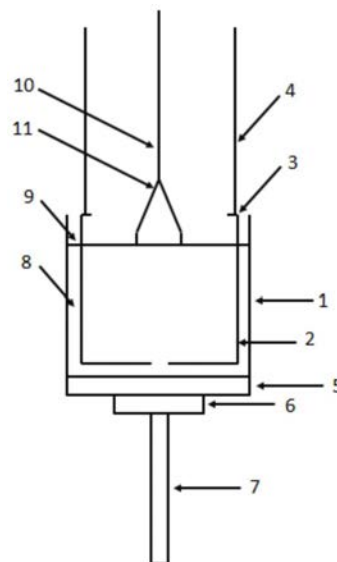
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种晶体的生长装置及生长方法

(57)摘要

本发明公开了一种晶体的生长装置,包括相互独立的外坩埚和内坩埚,所述内坩埚的直径小于所述外坩埚的直径;所述内坩埚底部设有使熔体流入或流出的小孔,所述内坩埚顶部设有坩埚盖,所述坩埚盖上设有内坩埚固定杆,所述内坩埚固定杆的底部固定在所述坩埚盖上,所述内坩埚固定杆的顶部与炉体相连接;所述外坩埚底部设有控制外坩埚升降的坩埚支撑杆。同时,本发明还公开了利用所述装置生长晶体的方法。本发明的生长装置及生长方法所制备得到的晶体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷。



1. 一种晶体的生长装置,其特征在于,包括相互独立的外坩埚和内坩埚,所述内坩埚的直径小于所述外坩埚的直径;所述内坩埚底部设有使熔体流入或流出的小孔,所述内坩埚顶部设有坩埚盖,所述坩埚盖上设有内坩埚固定杆,所述内坩埚固定杆的底部固定在所述坩埚盖上,所述内坩埚固定杆的顶部与炉体相连接;所述外坩埚底部设有控制外坩埚升降的坩埚支撑杆。

2. 如权利要求1所述的晶体的生长装置,其特征在于,所述小孔的直径为2-5mm。

3. 如权利要求1所述的晶体的生长装置,其特征在于,所述外坩埚底部设有保温装置,所述保温装置的底部设有坩埚托,所述坩埚支撑杆设于所述坩埚托底部。

4. 一种晶体的生长方法,其特征在于,采用权利要求1~3中的生长装置进行生长晶体。

5. 如权利要求4所述的晶体的生长方法,其特征在于,包括如下步骤:

S1、化料阶段:将外坩埚套于内坩埚外部;将外坩埚降低,使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部;然后将原料置于外坩埚中,升温融化原料至熔体稳定;

S2、长晶阶段:缓慢上升外坩埚,使外坩埚中的熔体通过内坩埚底部的小孔进入内坩埚;待熔体稳定后,在内坩埚中完成晶体生长。

6. 如权利要求5所述的晶体的生长方法,其特征在于,步骤S2中,晶体生长结束后,缓慢下降外坩埚,使熔体通过内坩埚底部小孔流入外坩埚中,并使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部,然后进行熔体冷却。

7. 如权利要求6所述的晶体的生长方法,其特征在于,步骤S2中,晶体生长结束后,外坩埚的下降速率为0.5-2mm/h。

8. 如权利要求5所述的晶体的生长方法,其特征在于,步骤S2中,随着晶体生长的进行,外坩埚逐渐上升,使外坩埚中的熔体进入内坩埚中,并使内坩埚和外坩埚中的液面始终保持同一高度。

9. 一种由权利要求4~8任一项所述的晶体生长方法制备得到的晶体。

10. 如权利要求9所述的晶体,其特征在于,所述晶体为掺杂的石榴石晶体、掺杂的钒酸钪晶体、掺杂的硅酸钪镨晶体、掺杂的铈酸锂晶体、掺杂的钽酸锂晶体中的一种。

一种晶体的生长装置及生长方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种晶体制备领域,尤其涉及一种晶体的生长装置及生长方法。

背景技术

[0002] 提拉法是一种从熔体中生长晶体的方法,具有生长速度快、易观察、晶体质量高等优点,广泛应用于硅、锗、蓝宝石、激光晶体、闪烁晶体的生长。

[0003] 原料在坩埚内熔化后,原料和热场中的杂质会漂浮在坩埚表面,并聚集在熔体中间,影响引晶和晶体生长的进行,严重的会导致多晶和应力的出现,最终导致晶体开裂或利用率下降。此外,在传统的提拉装置及晶体生长方法中,随着晶体生长的进行,坩埚内熔体逐渐减少,坩埚的裸露面逐渐增加,坩埚对晶体的热辐射作用逐渐增强,造成晶体生长面附近温度梯度逐渐减小,容易造成组分过冷、界面反转、包裹、云层等缺陷。

[0004] 所以,有必要设计一种新的晶体的生长装置及生长方法以解决上述技术问题。

发明内容

[0005] 基于此,本发明的目的在于克服上述现有技术的不足之处而提供一种晶体的生长装置及生长方法。

[0006] 为实现上述目的,本发明所采取的技术方案为:一种晶体的生长装置,包括相互独立的外坩埚和内坩埚,所述内坩埚的直径小于所述外坩埚的直径;所述内坩埚底部设有使熔体流入或流出的小孔,所述内坩埚顶部设有坩埚盖,所述坩埚盖上设有内坩埚固定杆,所述内坩埚固定杆的底部固定在所述坩埚盖上,所述内坩埚固定杆的顶部与炉体相连接;所述外坩埚底部设有控制外坩埚升降的坩埚支撑杆。

[0007] 优选地,所述小孔的直径为2-5mm。直径为2-5mm的孔可以有效避免熔体中的杂质进入到内坩埚中,又能使熔体通过。

[0008] 优选地,所述外坩埚底部设有保温装置,所述保温装置的底部设有坩埚托,所述坩埚支撑杆设于所述坩埚托底部。

[0009] 同时,本发明还提供一种晶体的生长方法,采用上述生长装置进行生长晶体。

[0010] 优选地,所述的晶体的生长方法,包括如下步骤:

[0011] S1、化料阶段:将外坩埚套于内坩埚外部;将外坩埚降低,使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部;然后将原料置于外坩埚中,升温融化原料至熔体稳定;

[0012] S2、长晶阶段:缓慢上升外坩埚,使外坩埚中的熔体通过内坩埚底部的小孔进入内坩埚;待熔体稳定后,在内坩埚中完成晶体生长。

[0013] 更优选地,步骤S2中,晶体生长结束后,缓慢下降外坩埚,使熔体通过内坩埚底部小孔流入外坩埚中,并使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部,然后进行熔体冷却。

[0014] 本申请内坩埚底部接触熔体时,外坩埚熔体中心的漂浮杂质会聚集在内外坩埚之间的熔体上,并最终粘附在内坩埚外壁上。熔体稳定后,在内坩埚中完成晶体生长,晶体生长结束后,缓慢下降外坩埚,使熔体通过内坩埚底部小孔流入外坩埚中,并使内坩埚的底部

高于外坩埚的顶部。熔体冷却后,没有结晶的尾料均在外坩埚中,便于清理。

[0015] 优选地,步骤S2中,晶体生长结束后,外坩埚的下降速率为0.5-2mm/h。在外坩埚下降过程中,晶体逐渐远离高温熔体和外坩埚,晶体所处的温场发生变化,晶体逐渐冷却。保持外坩埚下降速率为0.5-2mm/h,可以减弱晶体温场变化造成的热应力,避免晶体开裂。

[0016] 优选地,步骤S2中,随着晶体生长的进行,外坩埚逐渐上升,使外坩埚中的熔体进入内坩埚中,并使内坩埚和外坩埚中的液面始终保持同一高度。液面高度保持不变,可以使晶体生长所处的温度梯度保持一致,减少由于温度梯度变化导致的晶体生长缺陷。

[0017] 此外,本发明还提供一种所述的晶体生长方法制备得到的晶体。采用本申请生长装置及生长方法所制备得到的晶体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷。

[0018] 优选地,所述晶体为掺杂的石榴石晶体、掺杂的钒酸钪晶体、掺杂的硅酸钪镨晶体、掺杂的铈酸锂晶体、掺杂的钽酸锂晶体中的一种。

[0019] 相对于现有技术,本发明的有益效果为:

[0020] 本发明的生长装置及生长方法所制备得到的晶体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷。

附图说明

[0021] 图1为本发明所述晶体的生长装置的一种结构示意图;

[0022] 图2为未采用本发明生长装置及生产方法的晶体散射情况(左)与采用本发明生长装置及生产方法生长的晶体的散射情况(右)的对比图;

[0023] 图3为未采用本发明生长装置及生产方法的晶体位错情况(左)与采用本发明生长装置及生产方法生长的晶体位错情况(右)的对比图。

[0024] 其中,1、外坩埚;2、内坩埚;3、坩埚盖;4、内坩埚固定杆;5、坩埚底部保温;6、坩埚托;7、坩埚支撑杆;8、熔体;9、液面;10、籽晶杆;11、晶体。

具体实施方式

[0025] 为更好的说明本发明的目的、技术方案和优点,下面将结合附图和具体实施例对本发明作进一步说明。

[0026] 本发明所述晶体生长装置的结构示意图如附图1所示:包括相互独立的外坩埚1和内坩埚2,内坩埚2的直径小于外坩埚1的直径;内坩埚2底部设有使熔体流入或流出的小孔,小孔的直径为2-5mm;内坩埚2顶部设有坩埚盖3,坩埚盖3上设有内坩埚固定杆4,内坩埚固定杆4的底部固定在坩埚盖3上,内坩埚固定杆4的顶部与炉体相连接;外坩埚1底部设有控制外坩埚1升降的坩埚支撑杆7,外坩埚1底部设有保温装置5,保温装置5的底部设有坩埚托6,坩埚支撑杆7设于坩埚托6底部。

[0027] 本发明所述晶体生长方法,采用上述的晶体生长装置,具体步骤如下:

[0028] S1、化料阶段:将外坩埚1降低,使内坩埚2的底部高于外坩埚1的顶部,将原料置于外坩埚1中;升温融化原料,待熔体8稳定;

[0029] S2、长晶阶段:缓慢上升外坩埚1,使外坩埚1中的熔体通过内坩埚2底部的小孔进入内坩埚2;熔体稳定后,保持液面9高度不变,下降籽晶杆10,在内坩埚2中完成晶体11生长;晶体11生长结束后,缓慢下降外坩埚1,外坩埚的下降速率为0.5-2mm/h,使熔体通过内

坩埚2底部小孔流入外坩埚1中,并使内坩埚2的底部高于外坩埚1的顶部。

[0030] 实施例1

[0031] 本发明所述晶体生长方法的一种实施例,本实施例所述晶体生长方法采用上述晶体生长装置进行,具体步骤如下:

[0032] 将15kg铈掺杂硅酸钇镧多晶原料装入外坩埚中,将内坩埚固定在内坩埚固定杆上;调整内外坩埚的高度,使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部。开启电源进入化料阶段,开始升温化料。化料结束后,观察原料完全熔化,并在外坩埚的中心出现不规则的颗粒杂质。通过坩埚支撑杆缓慢上升外坩埚,使内坩埚接触外坩埚中的熔体,并使熔体通过内坩埚底部的直径为2mm的孔进入内坩埚中。待熔体稳定后,下降籽晶杆开始晶体生长。晶体生长过程中,通过坩埚支撑杆缓慢上升外坩埚,并使熔体液面保持在同一高度上。晶体生长结束后,通过坩埚支撑杆缓慢下降外坩埚,外坩埚下降速率为0.5mm/h,使内坩埚中的熔体通过底部的孔进入外坩埚中,并使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部低于内坩埚的底部。

[0033] 采用上述生长方法所制备得到的晶体为无色,晶体直径为80mm、长度为200mm,晶体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷。

[0034] 实施例2

[0035] 本发明所述晶体生长方法的一种实施例,本实施例所述晶体生长方法采用上述晶体生长装置进行,具体步骤如下:

[0036] 将9kg铈掺杂钆镓铝石榴石原料装入外坩埚中,将内坩埚固定在内坩埚固定杆上。调整内外坩埚的高度,使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部。开启电源进入化料阶段,开始升温化料。化料结束后,观察原料完全熔化,并在外坩埚的中心出现不规则的颗粒杂质。通过坩埚支撑杆缓慢上升外坩埚,使内坩埚接触外坩埚中的熔体,并使熔体通过内坩埚底部的直径为3mm的孔进入内坩埚中。待熔体稳定后,下降籽晶杆开始晶体生长。晶体生长过程中,通过坩埚支撑杆缓慢上升外坩埚,并使熔体液面保持在同一高度上。晶体生长结束后,通过坩埚支撑杆缓慢下降外坩埚,外坩埚下降速率为1mm/h,使内坩埚中的熔体通过底部的孔进入外坩埚中,并使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部低于内坩埚的底部。

[0037] 采用上述生长方法所制备得到的晶体为黄色,晶体直径为60mm、长度为200mm,晶体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷。

[0038] 实施例3

[0039] 本发明所述晶体生长方法的一种实施例,本实施例所述晶体生长方法采用上述晶体生长装置进行,具体步骤如下:

[0040] 将27kg钆掺杂钇铝石榴石原料装入感应坩埚中,将内坩埚固定在内坩埚固定杆上。调整内外坩埚的高度,使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部。开启电源进入化料阶段,开始升温化料。化料结束后,观察原料完全熔化,并在外坩埚的中心出现不规则的颗粒杂质。通过坩埚支撑杆缓慢上升外坩埚,使内坩埚接触外坩埚中的熔体,并使熔体通过内坩埚底部的直径为5mm的孔进入内坩埚中。待熔体稳定后,下降籽晶杆开始晶体生长。晶体生长过程中,通过坩埚支撑杆缓慢上升外坩埚,并使熔体液面保持在同一高度上。晶体生长结束后,通过坩埚支撑杆缓慢下降外坩埚,外坩埚下降速率为2mm/h,使内坩埚中的熔体通过底部的孔进入外坩埚中,并使内坩埚的底部高于外坩埚的顶部低于内坩埚的底部。

[0041] 采用上述生长方法所制备得到的晶体为紫色,晶体直径为100mm、长度为200mm,晶

体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷。

[0042] 图2为未采用本发明生长装置及生产方法的晶体散射情况(左)与采用本发明生长装置及生产方法生长的晶体的散射情况(右)的对比图;图3为未采用本发明生长装置及生产方法的晶体位错情况(左)与采用本生长装置及生产方法生长的晶体位错情况(右)的对比图;可以看出,本晶体的生长装置及生长方法所制备得到的晶体无开裂、气泡、夹杂、散射等缺陷,位错密度显著降低。

[0043] 最后所应当说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对本发明保护范围的限制,尽管参照较佳实施例对本发明作了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的实质和范围。

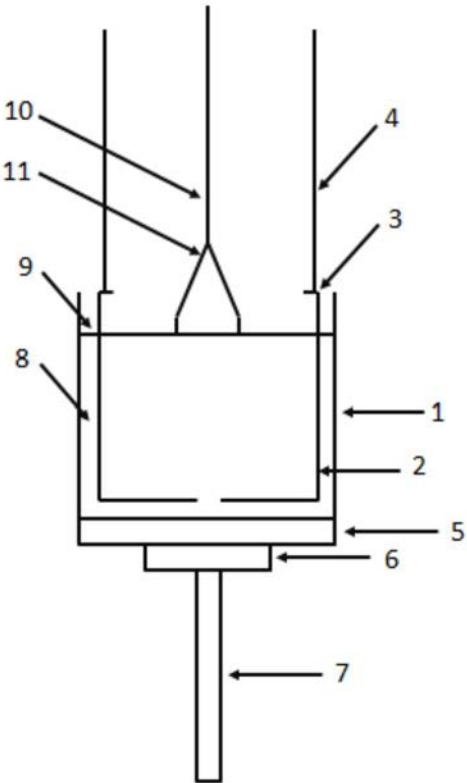


图1

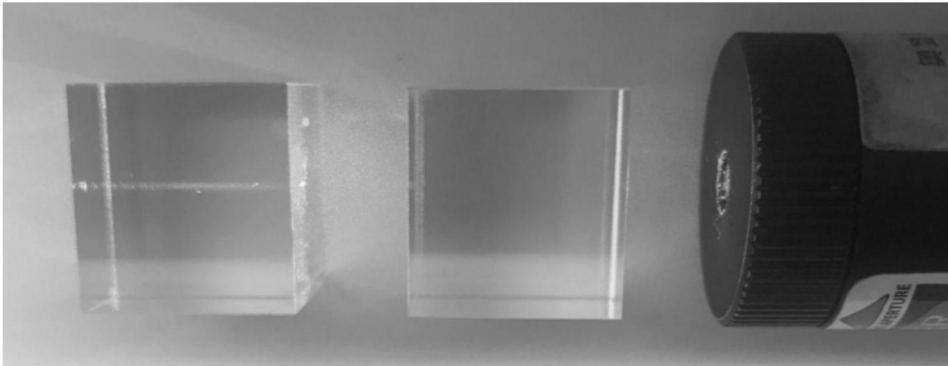


图2

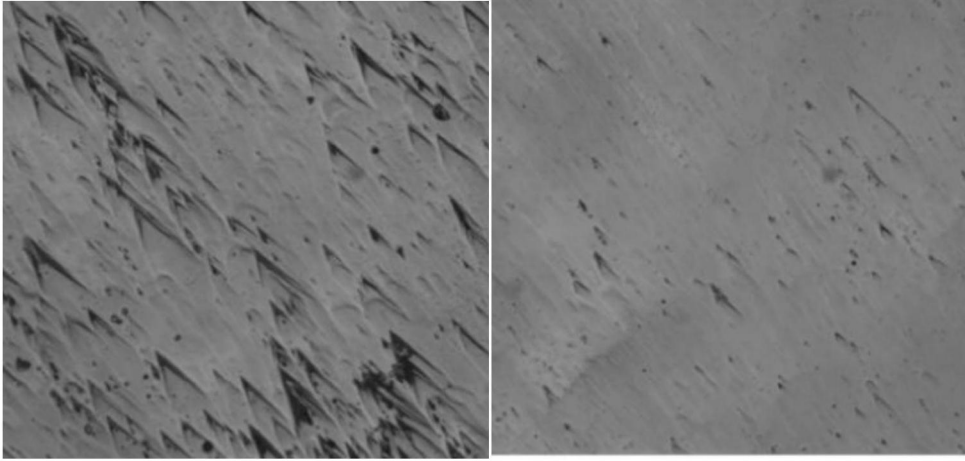


图3