



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I519684 B

(45)公告日：中華民國 105 (2016) 年 02 月 01 日

(21)申請案號：099129604

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 09 月 01 日

(51)Int. Cl. : C30B11/00 (2006.01)

C30B17/00 (2006.01)

(30)優先權：2009/09/02 美國

61/239,228

(71)申請人：G T A T 股份有限公司 (美國) GTAT CORPORATION (US)

美國

(72)發明人：舒密德 佛德瑞克 SCHMID, FREDERICK (US)；喬依斯 大衛 B JOYCE, DAVID B. (US)；包伊雷特 約翰 BROUILLETTE, JOHN (US)；貝第 丹尼爾 BETTY, DANIEL (US)；菲爾帕特 雷恩 PHILPOTT, RYAN (US)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：

US 4096025

US 4256530

US 2002/0083887A1

US 2008/0053372A1

審查人員：李明達

申請專利範圍項數：25 項 圖式數：7 共 34 頁

(54)名稱

在控制壓力下使用氦氣之高溫製程改良

HIGH-TEMPERATURE PROCESS IMPROVEMENTS USING HELIUM UNDER REGULATED PRESSURE

(57)摘要

本發明提供一種在用於處理一材料(諸如生長一晶體)的一真空爐中最小化無用輔助反應的方法。該處理係於一爐腔環境中進行，其中容許氦氣以一可沖出雜質之流動速率以及以一可達成一熱區域內之熱穩定的預定壓力進入該爐腔，以最小化熱流變動及最小化在該熱區域內的溫度梯度。在冷卻期間，使用氦氣壓力來減少熱梯度以增加冷卻速率。

A method for minimizing unwanted ancillary reactions in a vacuum furnace used to process a material, such as growing a crystal. The process is conducted in a furnace chamber environment in which helium is admitted to the furnace chamber at a flow rate to flush out impurities and at a predetermined pressure to achieve thermal stability in a heat zone, to minimize heat flow variations and to minimize temperature gradients in the heat zone. During cooldown helium pressure is used to reduce thermal gradients in order to increase cooldown rates.

指定代表圖：

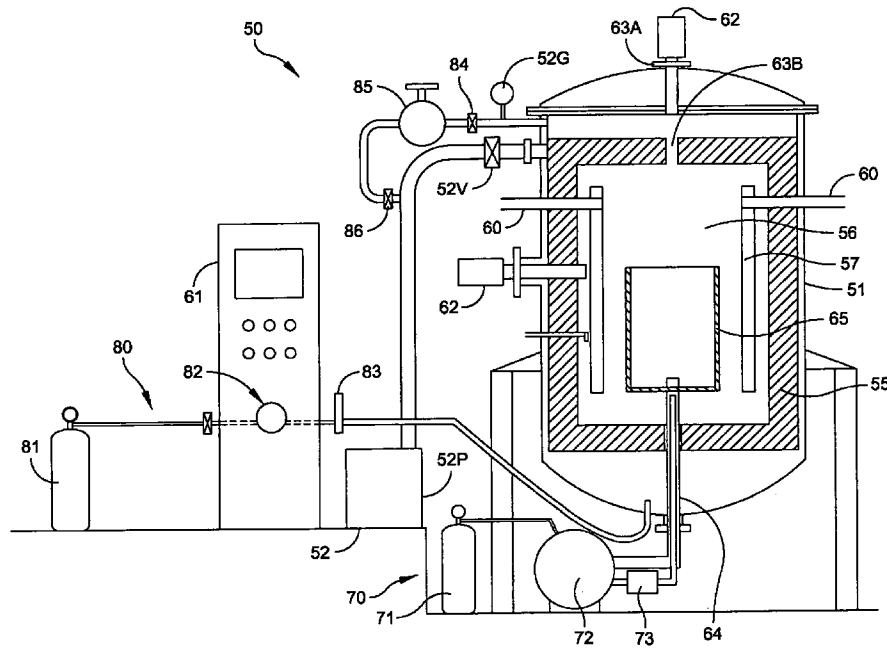


圖 2

符號簡單說明：

- 50 . . . 爐系統
- 51 . . . 爐腔
- 52 . . . 真空泵總成
- 52G . . . 真空泵
- 52P . . . 真空計
- 52V . . . 主真空閥
- 55 . . . 絕緣物
- 56 . . . 熱區域
- 57 . . . 石墨電阻加熱器
- 60 . . . 引線
- 61 . . . 爐控制箱
- 62 . . . 高溫計
- 63A . . . 窗口
- 63B . . . 埠口
- 64 . . . 熱交換器
- 65 . . . 坩堝
- 70 . . . 氮氣冷卻系統
- 71 . . . 氮氣供應槽
- 72 . . . 氮氣再循環系統
- 73 . . . 質量流量控制器
- 80 . . . 氣體系統
- 81 . . . 供應槽
- 82 . . . 質量流量控制器
- 83 . . . 流量監視器
- 84 . . . 管道/控制閥
- 85 . . . 壓力控制閥
- 86 . . . 閥

公告本**發明專利說明書**

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：99129604

※ 申請日：99. 9- 1

※IPC 分類：C30B 11/00 (2006.01)

C30B 17/00 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

在控制壓力下使用氦氣之高溫製程改良

HIGH-TEMPERATURE PROCESS IMPROVEMENTS USING
HELIUM UNDER REGULATED PRESSURE

二、中文發明摘要：

本發明提供一種在用於處理一材料(諸如生長一晶體)的一真空爐中最小化無用輔助反應的方法。該處理係於一爐腔環境中進行，其中容許氦氣以一可沖出雜質之流動速率以及以一可達成一熱區域內之熱穩定的預定壓力進入該爐腔，以最小化熱流變動及最小化在該熱區域內的溫度梯度。在冷卻期間，使用氦氣壓力來減少熱梯度以增加冷卻速率。

三、英文發明摘要：

A method for minimizing unwanted ancillary reactions in a vacuum furnace used to process a material, such as growing a crystal. The process is conducted in a furnace chamber environment in which helium is admitted to the furnace chamber at a flow rate to flush out impurities and at a predetermined pressure to achieve thermal stability in a heat zone, to minimize heat flow variations and to minimize temperature gradients in the heat zone. During cooldown helium pressure is used to reduce thermal gradients in order to increase cooldown rates.

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(2)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

50	爐系統
51	爐腔
52	真空泵總成
52G	真空泵
52P	真空計
52V	主真空閥
55	絕緣物
56	熱區域
57	石墨電阻加熱器
60	引線
61	爐控制箱
62	高溫計
63A	窗口
63B	埠口
64	熱交換器
65	坩堝
70	氦氣冷卻系統
71	氦氣供應槽
72	氦氣再循環系統
73	質量流量控制器
80	氣體系統

81	供應槽
82	質量流量控制器
83	流量監視器
84	管道/控制閥
85	壓力控制閥
86	閥

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明通常係關於在一高溫作業環境中的材料處理。更特定而言，本發明係關於在高溫真空爐內結晶材料之產生。

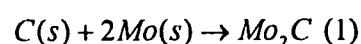
本申請案主張來自2009年9月2日申請的名為「在控制壓力下使用氬氣之高溫製程改良」的美國臨時專利申請案第61/239,228號之優先權。

【先前技術】

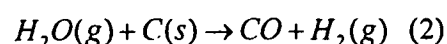
雖然下列討論係關於一高溫真空爐中晶體之產生，但顯而易見的是本文中揭示的方法及裝置可應用在用於各種產物產生的任何高溫作業環境，但不限於各種玻璃、非晶材料、多結晶錠(諸如矽錠)及薄膜。

用於在一環境(諸如於一高溫真空爐中發現)中產生晶體的一處理程序可能產生會影響最終晶體品質的三個通常種類之無用輔助反應或次要反應的任一者或全部。其等為：(1)高溫化學反應，(2)不穩定化合物之一分解，及(3)某些元素的昇華或汽化。

高溫化學反應典型涉及通常在高溫爐構造中使用的碳或耐火金屬(諸如鉬及鎢)。若此類反應發生，其等會劣化爐。涉及含有石墨爐的反應實例包含：

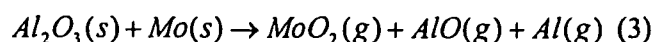


及



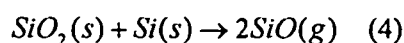
一氧化碳接著可與任何耐火金屬反應，且藉此形成碳化物及揮發性物質。

鉬坩堝亦與 Al_2O_3 在真空中以高溫反應以形成：



以及同樣經過類似反應的其他化合物。

一矽石坩堝內的矽在 1412°C 之一熔融溫度作業且以低於10 Torr之一壓力反應，而藉由以下反應形成氣態 SiO ：

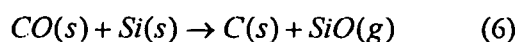


在大約 1400°C 處，氣態 SiO 與碳在低於10 Torr的壓力反應，而產生高反應性的一氧化碳(CO)及 SiC 。即：



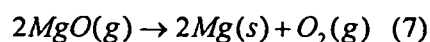
碳化矽可能會嚴重劣化從熔融物生長的矽之品質。

同樣，根據以下反應， CO 與矽在10 Torr以下反應而形成碳及一氧化矽：



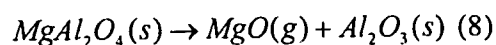
此一反應可導致 SiO 氣體之一無用沈積至爐之較冷區域內的表面上。此外，碳化矽會嚴重劣化自熔融生長的矽之品質。

在提高的作業溫度，某些化合物變得不穩定並且會分解。例如：



藉此自由的氧氣可與爐本身所使用的材料及爐中被處理的材料兩者發生反應而形成氧化物。

作為另一實例，尖晶石係根據以下反應而分解為氧化鎂及氧化鋁：



其中 MgO 如以上所述而反應。

在某些元素或化合物升至高溫時會發生昇華或汽化。正如所知，所有金屬及一些耐火材料傾向於在高溫汽化或昇華。石墨將在高溫昇華為碳蒸汽。例如，石墨將在 2200°C 以上昇華為碳蒸汽。碳蒸汽可與一坩堝反應且污染坩堝內容物。

在晶體製程中，諸如以上反應(1)及昇華之輔助反應會產生氣態物質。正如所知，此類氣體可被待處理的材料補捉，而導致一結晶(例如)具有缺陷(諸如產生無用之光散射的內含物或氣泡)。

在高溫環境中，加熱元件亦容易受到「熱點」存在之影響(此是歸因於加熱元件或電源變動中之電阻率的改變)或「冷點」存在之影響(此係由例如洩漏的隔離物引起)。在處理期間，熱點及冷點會導致不一致或不對稱的晶體生長。在晶體生長及冷卻期間，熱點及/或冷點在晶體中產生會導致應力缺陷的熱應力梯度，該等應力缺陷包含導致晶格扭曲及/或破裂的錯位。正如已知，先前反應產物或爐構造材料(諸如在一熱區域內反應的石墨氈或水分)之細微顆粒的存在可能劣化爐效能且甚至模糊透過視埠觀看。

所需要的是在高溫環境處理期間最小化無用輔助反應及所不欲之溫度梯度的一製程及其控制。

【發明內容】

根據本發明的一個態樣，揭示一種產生一結晶材料的方法，其包括下列步驟：a)將具有熔融原料及一可選晶種的一坩堝裝入至一爐的一熱區域中；b)將爐之熱區域抽空至一作業壓力值；c)將爐之熱區域加熱到至少部分熔化該熔融原料；d)將爐之熱區域進一步加熱至一最大溫度以完全熔化該熔融原料，並視情況部分熔化該晶種；e)藉由冷卻該熱區域而自完全熔化的熔融原料生長並視情況進一步自部分熔化的晶種生長結晶材料；及f)自爐移除結晶材料。該方法進一步包括建立至少一非反應性氣體進入爐之熱區域之一流動速率，之後高於作業壓力建立爐之熱區域內的至少一非反應性氣體之一壓力的步驟，該等步驟在結晶材料生長步驟之前發生。

根據本發明之另一態樣，揭示一種用於產生一結晶材料的爐，其包括：一熱區域；一真空泵總成，連接至爐，其在熱區域中維持一真空；至少一加熱器，圍繞熱區域，其提供熱至熱區域；一非反應性氣體系統，連接至爐，其供應至少一非反應性氣體至熱區域中；及一非反應性氣體調節系統，連接至爐及真空泵總成，其建立並維持非反應性氣體在熱區域內之一流動速率及一壓力。爐可進一步包括一熱交換器。

根據本發明之另一態樣，揭示一種用於穩定在一高溫真空爐內之環境以產生一晶體或錠的方法，其中產物取決於輔助反應的所不欲之溫度及壓力中的至少一者，該方法包

括：A)根據用於至少一輔助反應的各者之反應蒸汽壓力建立一反應壓力值，B)導引氣體穿過熱區域，其中氣體具有在熱區域環境中為一非反應且具有小分子尺寸、高比熱及高熱傳導性的特性，及C)以所建立的反應壓力值調節熱區域內的非反應性氣體之壓力。

【實施方式】

所詳細描述的兩個特定爐是圖1中之一材料處理爐及圖2中一熱交換器法(HEM)爐。然而，顯而易見的是：本發明亦可經調適以藉由方向性固化或在Bridgman、Stockbarger、Thermal Gradient Freeze、Top Seeded Kyropoulos、Thermal Gradient Technique及其他溫度穩定及均勻性以及控制為重要的其他爐中的晶體而成長錠。

材料處理爐

現參考圖1，根據本發明之經調適用於處理材料的一爐系統10包含一真空密閉爐腔11。一真空泵總成12將爐腔11內部抽空，且經示意性地顯示為包括：一真空泵12P、用於提供一真空控制器之量測的一主真空計12G，及一真空閥12V。此類真空系統在此技術中為已知。

在此實施例中，爐腔11中的絕緣物15形成一絕緣的熱區域16。絕緣物15可由一基於石墨之材料(諸如石墨氈或其他耐火材料)構成。熱區域16可由用於各種爐設計中的一些已知方法或結構的任何一者形成。

圖1中之熱區域16包含具有延伸至一爐控制箱21中之電源的引線20的一石墨電阻加熱器17。至少一高溫計22透過

一窗口及埠口(諸如窗口23A及埠口23B)量測製程溫度，以提供用於製程控制的一溫度輸入信號。在此實施例中，定位於熱區域16中的適當調節之一坩堝25含有組成一熔融原料的材料之一混合物。電阻加熱器17圍繞坩堝25。此類加熱器及控制在此技術中為已知。

在此實施例中，爐系統10經調適以併入一非反應性氣體系統30。氣體系統30將一非反應性氣體供應至由包含熱區域16之爐11界定的體積內。氣體系統30包含一供應槽31或其他來源。一流量控制器32包含一流量監視器33且控制進入爐腔11內的氣體流動速率。習知的流量控制系統可經調適以執行此功能。

氣體系統30將非反應性氣體供應至熱區域16，較佳而言經過在爐腔11底部之一埠口40且真空閥42為關閉。一壓力調節器41藉由以一受控方式經過一真空線路43將氣體抽到真空泵總成而控制爐腔11內的氣體壓力。正如所描述，在作業期間的某點以及根據本發明，關閉主真空閥12V且打開閥42以提供從真空腔11至真空泵12的一經壓力調節之排氣路徑。因此，容許熱區域16中的壓力增加至一預定壓力並隨後維持在該預定壓力。用於以可變流動速率及以一預定壓力提供氣體的系統在此技術中為已知。

熱交換器方法(HEM)爐

圖2描繪一HEM(熱交換器方法)爐50。此類爐之變化型式描述於美國專利案第3,653,432號、第3,898,052號、第4,256,530號、第4,840,699號及第7,344,596號。在圖2中，

爐系統50包含一真空密閉爐腔51。一真空泵總成52將爐腔51之內部抽空且經顯示為包括：一真空泵52P、用於提供真空控制量測的一真空計52G，及此技術中已知的一主真空閥52V。爐腔52中的絕緣物55界定一熱區域56，其可根據任何數目之變化方式來建構。

熱區域56係由具有引線60的一石墨電阻加熱器57定界，該引線60延伸至通常與一爐控制箱61相關聯之一電源。至少一高溫計62透過一窗口及一埠口(諸如窗口63A及埠口63B)量測製程溫度，以提供用於製程控制的一溫度輸入信號。熱交換器64可包括一封端的耐火金屬管，該耐火金屬管具有一內部管以在一受控速率注入一冷卻氣體(特定而言為氬氣)，以擷取來自坩堝之底部中心之熱。熱交換器64支撐經適當調整的一坩堝65，該坩堝65被電阻加熱器57圍繞。坩堝65含有將產生一最終晶體的熔融原料材料之一混合物。

在圖2中，熱交換器64藉由連接至具有一氬氣供應槽71或其他來源的一氬氣冷卻系統70而提供選擇性冷卻。氬氣再循環泵72將氬氣泵送至控制進入熱交換器64內之氣體流動速率的一質量流量控制器73或閥。加熱器57之可變溫度控制與對熱交換器64之可變氬氣流動控制之組合使熱可自坩堝底部中的晶種及熔化物直接抽出以用於良好的方向性凝固或晶體生長。即，熱交換器64藉由增加氬氣流動以一受控方式降低熱交換器溫度而在坩堝底部中心晶種處產生一溫度以用於單晶生長，以產生一所欲固體液體介面形狀

及生長速率。單晶生長藉此在高度受控液體及固體溫度梯度下發生，而此在固體液體介面向前推進時在有效隔離雜質進入液體。晶體生長方法(在此方法中，自諸如 Bridgman、Stockbarger之坩堝底部生長)及其他晶體生長以及錠生長方法(在此方法中，晶體生長在坩堝內發生)將藉由使用具有經調整的氬氣流以達成用於各種類型之爐及/或待處理之材料的最佳製程條件之一熱交換器64或其他等效器件而獲益。

在此實施例中，爐系統50經調適以併入氬氣或其他非反應性氣體系統80。氣體系統80包括一供應槽81或其他來源。一質量流量控制器82及流量監視器83控制容許進入爐腔51(較佳而言在底部)之氣體流動穿過一管道84之速率。

類似圖1中之裝置，當真空系統52將熱區域56透過真空閥52V抽空時爐啟始建立的一真空下作業。一第二抽空路徑係經提供穿過一控制閥84及壓力調節器85以透過一閥86而排氣至真空泵系統52內。在作業期間的某時刻及根據本發明，主真空閥52V關閉且閥84打開以在熱區域56內提供一可控氣體壓力。

製程控制

根據本發明的一個態樣，揭示一種產生一結晶材料的方法，其包括下列步驟：提供一坩堝，其使一熔融原料進入一爐之一熱區域內並將爐之熱區域抽空至一作業壓力值(其通常小於1 Torr)。視情況而定，坩堝亦可含有一晶種。在此方法中，爐之熱區域經加熱以至少部分熔化熔融

原料，且接著進一步加熱至一最大溫度，以完全熔化熔融原料且(若有使用)則視情況部分熔化晶種。該方法進一步包括藉由冷卻熱區域而自該完全熔化的熔融原料及視情況進一步自部分熔化的晶種生長結晶材料。接著自爐移除結晶材料。

本發明之方法進一步包括在建立至少一非反應性氣體進入爐之熱區域的一流動速率之後接著建立至少一非反應性氣體在爐之熱區域內的一壓力高於作業壓力，該步驟發生在生長該結晶材料的步驟之前，包含發生在熔融原料之熔化步驟之前。根據本發明及先前之討論，製程控制藉由使用氦氣或在爐環境中為非反應性且具有一小分子尺寸、高比熱及高熱傳導性的任何其他氣體而達成。根據本發明所使用的非反應性氣體包含氦氣、氬氣及氮氣，且在無氧環境中可包含氫氣。

在一較佳實施例中，氬氣因具有顯著優勢而被選擇。其在高溫下不反應。其具有較佳熱傳導性且具有高於氦氣及氮氣的比熱，且因此其提供較佳的溫度穩定性。其具有比氦氣小的一分子尺寸及比氬氣更佳的流動性質。此致能對流傳熱且在一真空中提供來自材料之較佳的氣體擴散。雖然氬氣具有比氮氣更佳的熱傳導性及更小的分子尺寸，但其為一還原性氣體且在與氧氣接觸時(特別是在高作業溫度及此等製程條件處)會爆炸且無法用於處理大多數材料。因此，以下之製程控制係以使用氬氣的觀點來進行。然而，顯而易見的是：在熱流動及/或溫度均勻性並非如

此關鍵處，可將氫氣或氮氣用於某些製程以提供於相對於氮氣類似的效果。

正如以上更詳細之討論，用於在一高溫真空爐中產生晶體的製程可能產生可影響最終晶體品質的各種無用的輔助反應或次級反應。各個無用的輔助反應具有兩個性質，即：(1)一反應溫度及(2)一反應蒸汽產物，其可為一氣體或固體。反應溫度為一無用輔助反應發生的最低溫度。若反應產物為氣態，則反應蒸汽壓力或反應壓力為抑制輔助反應之壓力以上。反應溫度及蒸汽壓力的特定值對於以上說明的及其他爐系統中遭遇的不同反應而言係已知的。

藉由迫使一惰性氣體壓力大於或等於分解產物之總蒸汽壓力則通常可抑制分解反應。例如，即使 CO_2 之部分壓力小於平衡時，碳酸鹽分解反應亦僅在 CO_2 之分解蒸汽壓力大於總壓力時才以明顯速率進行。類似地，若維持大於 Si_3N_4 之蒸汽壓的一總壓力，則 Si_3N_4 之分解會受到抑制。

若關注僅一個無用輔助反應，則可對於用於此無用輔助反應的反應溫度及蒸汽壓力建立一反應臨限值。若涉及多個無用輔助反應且若作業溫度高於臨限反應溫度，則壓力必須高於各個所涉及輔助反應的蒸汽壓力。參見Schmid所著Origin of SiC Impurities in Silicon Crystals Grown from the Melt in Vacuum, J. Electrochem. Soc. 126 (1), 935 (1979)。

一蒸汽壓力臨限值經選擇以大於反應蒸汽壓力之最大值，且一最小氮氣流動速率經建立以沖出雜質及污染物。熟悉該項技術者顯而易見的是，反應溫度及壓力臨限值涉

及動力學且由針對任何特定反應的熱化學計算、經驗及實驗而決定。在下列討論中，潛在的無用輔助反應分析將產生作為用於製程之臨限值的一所建立反應溫度值及一所建立反應壓力值。

現參考圖3，本發明之一製程100以此技術中已知的一典型連續的初始步驟101至104開始。在此特定實施例中，步驟101表示清洗爐之製程以確保其清潔。在步驟102結束時，坩堝是在爐之熱區域內且含有待處理之材料。步驟103表示熱區域之一抽空及烘烤溫度以移除任何揮發性雜質。在步驟104中的調整之後，熱區域內的溫度開始陡升以處理坩堝中的內容物。

在步驟105中，當判定溫度已升到所建立的反應溫度時，在步驟106中啟始氬氣氣流而將熱區域內之壓力帶入所建立之流動速率及反應壓力，以最小化氣體逸出。氬氣流動速率足以維持一經精確調節之壓力並沖出可能污染熱區域及熱區域內待處理之材料的污染物。通常，取決於待處理的材料，一真空爐是在氬氣為5 Torr至250 Torr範圍內作業。將一壓力維持在此範圍內係容易地藉由傳統的系統使氬氣流進及流出爐腔而達成。

流動速率應確保當氬氣從一爐腔之底部進入熱區域內時其經充分加熱。正如所知，在熱區域內從較熱區域至較冷區域之增加的熱轉移將增加以最小化溫度梯度，因此達成在熱區域內的較大溫度均勻性。自爐腔之熱區域至較冷部分的整體熱轉移亦將增加。顯而易見的是，任何此類熱轉

移之增加將需要加熱器控制以供應更多的電力。氦氣以其良好的熱傳導性及良好的流動特性而增加熱區域內的熱轉移並增加透過絕緣物的熱流動至腔之內壁。此繼而需要較高電力。熱流動可隨著壓力之增加或減少而增加或減少。對於任何特定製程，最小壓力應經選擇而提供熱區域內的良好熱均勻性，同時最小化電力需要並確保流動速率足以將雜質掃出熱區域。良好的流動特性使得氦氣從熱區域的內部通過開口流到熱區域的外部。由於熱區域外面的開口作為煙囪且此會增加所需電力並引起溫度變動，因此最小化該等開口係相當重要的。理想而言，任何開口均應被最小化並在熱區域內對稱。

在步驟107中，一旦氣體流動達到其所建立參數，則在使用調整氦氣流動至真空系統的一調節器控制氦氣壓力的同時該熱區域溫度增加。

步驟110表示在維持氦氣壓力及流動速率的同時用於生長晶體的持續作業。圖1及圖2中的壓力調節器41及85及/或具有相關控制的一壓力變換器提供所需的壓力控制。

在步驟110期間，作為一實例，在石墨電阻爐腔內存在一強烈還原可能性。若存在一氧氣洩漏，則碳蒸汽可能與氧氣反應而形成一氧化碳。接著，一氧化碳會與坩堝內待處理的內容物反應，並還原該等內容物。

在涉及氧化鋁的某些製程中，坩堝可由鉬構成。此會導致還原氧化鋁變為低價氧化物，並形成氧化鉬。根據本發明，所應用的氦氣壓力將氧化鋁之還原最小化，並降低所

產生之晶體中的光散射。

據信氦氣氛圍亦會抑制金屬、耐火材料、石墨或碳在高溫的蒸發。此等蒸汽可發生反應而惡化爐組件、污染及/或還原待處理之材料。顯然，藉由最小化為錯位及晶格扭曲來源之溫度梯度及波動以維持氦氣壓力來使熱區域溫度穩定。

在步驟111中，判定生長已完成，在步驟112啟始冷卻。根據本發明，此冷卻發生在一增加的氦氣壓力，通常藉由增加氦氣壓力至步驟110期間所使用者(即所建立之反應壓力值)以上。增加壓力藉由最小化熱點及冷點而穩定熱區域內的溫度。亦已發現：增加氦氣或其他氣體之壓力會增加至爐之水冷卻腔的熱損耗。此藉由最小化增加成功退火可能性的熱區域內之梯度而降低步驟113之冷卻時間且可降低整體循環時間。

理解上述本發明之製程，藉由揭示無本發明優點之用於生長一藍寶石晶體之一製程的兩個特定實施例且接著揭示併入本發明之一製程及藉此產生的晶體之一特定實施例將有助於描述本發明之優點。

如已知，藍寶石晶體在生產發光二極體上係有用的以作為基板。亦如已知，用於此用途的藍寶石晶體必須具有低於預定程度之源自高錯位密度及光散射部位密度的一晶格扭曲。

圖4係藍寶石人造剛玉(boule)之一比較實例，此藍寶石鑲嵌物在圖2中顯示之類型的一先前技術真空爐，但沒有

非反應性氣體之流動中產生。此產生如圖4中顯示的一藍寶石人造剛玉，其基於沿著該人造剛玉之C軸之一截面。圖4之交叉影線部分描繪符合用於發光二極體應用的晶格扭曲及散射部位需求之小部分此人造剛玉。

圖5係一藍寶石人造剛玉的另一比較實例，其藉由用於產生圖4之人造剛玉的製程將氮氣增加至爐但無壓力控制的一實驗而產生的。交叉影線區域表示確實符合晶格扭曲及散射部位規格的人造剛玉之部分，並因此可在發光二極體製造中使用。藉由檢測，此為總人造剛玉體積的一小百分比。亦發現此人造胚晶之產生的製程週期比圖4中的人造剛玉的製程週期要久。

圖6係根據本發明之從氧化鋁產生一藍寶石晶體的一製程之一流程圖。步驟201表示用於下列之具體要求：(i)在坩堝內將一晶種置於中心使得其保持在適當位置；(ii)將坩堝放置於一爐中，及(iii)將氧化鋁熔融原料增添至坩堝。

步驟202係包含抽空及啟始爐加熱的一啟始階段，使得可藉由真空移除任何主要雜質。同時，一冷卻氣體(諸如氮氣)將流動通過一熱交換器(諸如圖2中的熱交換器64)。接著，在步驟203，熱區域內的溫度繼續陡升，觀察到熔化。陡升可由任何數目的已知製程決定及控制。

在此特定實例中，此決定係藉由監測來自坩堝頂部之發射率而達成。當發生熔化，則發射率改變。發射率改變偵測器件在此技術中為已知，且其等提供一變型且其等告知熔化開始係各種方式。當此發生時，此製程轉移至一熔化

階段。

在熔化階段中的步驟205，通過爐的氦氣流動以一特定速率開始，同時打開主真空閥(諸如圖2中的主真空閥52V)以清洗或沖出熱區域。此持續長達一充分時間以完成雜質之沖洗。

當步驟205之作業完成時，在步驟206中主真空閥關閉。流入熱區域的氦氣現透過控制熱區域中之壓力的一真空比例閥而移除。壓力在5 Torr至50 Torr範圍內，較佳而言在10 Torr至30 Torr，且流動速率不大於1.0 SCFH，諸如0.05 SCFH至1.0 SCFH(包含0.1 SCFH至0.5 SCFH)。根據本發明且如步驟207中示，此氦氣壓力及流動在整個循環之剩餘部分係受控制。據信，控制此壓力及流動速率確保無用輔助反應受到抑制且雜質從熱區域被沖洗掉。

在步驟206中，溫度增加至使熔化的氧化鋁穿透晶種的一最大值(例如一「種晶溫度(seeding temperature)」)。溫度增加之速率及在此最大溫度值處的製程持續期取決於若干因素及經驗。

在步驟211，藉由以一受控方式降低溫度而開始一生長階段。具體而言，流過熱交換器(圖2中的64)之氦氣流增加，藉此自坩堝及其熔融內容物移除熱。在熱交換器內氦氣流動的最佳改變速率係經實驗性地決定，但一旦決定之後，對於一給定爐而言保持實質可再現。此除熱使方向性凝固可發生，藉以產生最終晶體並持續直至熱區域內溫度達到一退火點溫度。在步驟212中，當已達到退火溫度

時，將晶體退火。在步驟213中，爐被隔離且氦氣繼續流動以回填熱區域。此後可移除所得晶體。

實例

圖7係沿著人造剛玉之C軸的一截面圖，此人造剛玉係使用圖6之製程產生。劃線區域表示符合最小晶格扭曲及散射部位規格的人造剛玉之部分，且因此可在發光二極體之製造中使用。在圖4及圖5中繪示有用體積已有顯著增加。此外，在人造剛玉中有用體積超過晶格扭曲及散射部位二者要求。此改良產物的循環時間約與圖4運行的製程循環時間相同。

從經驗看來：已知不同爐可具有不同特性。某些此等特性可導致在生長階段期間的改變，且可不利地影響最終晶體之品質。當判定此類情形存在，且可藉由在生長階段期間修改熱轉移之恆定特質而克服，溫度校正可在不改變電力供應設定的情況下進行。具體而言，已發現變化熱區域內的氦氣壓力具有以非常良好之控制改變熱區域內之溫度的效果。因此，雖然通常所建立的氦氣壓力可為恆定，但壓力亦可按需要故意變化，以影響此類改變同時，同時達成本發明之優點，特別是在生長階段期間。

顯而易見的是：本發明藉由能夠在真空爐中製造晶體(諸如藍寶石晶體)藉此所生長的晶體之一顯著部分可符合或超出晶體中之晶格扭曲及散射要求而提供許多優點。併入本發明之一爐提供一惰性環境，其最小化通常在高溫環境中遭遇之無用反應(諸如無用反應、分解、昇華及汽

化)。使用本發明可啟動一高溫製程，以在熱區域內在具有更均勻溫度的較高溫度下作業。非反應性氣體之較高壓力藉由最小化爐中的熱點及冷點引起的溫度梯度而為退火晶體及較快冷卻提供較佳的熱轉移。最小化熱點可藉由增加區域內氬氣壓力而達成以改良熱流動。維持非反應性流動速率亦最小化熱區域內殘留的反應產物。

本發明已根據某些實施例而揭示。應明白在不脫離本發明的情況下可對所揭示的裝置及製程步驟進行許多改變。因此，隨附申請專利範圍之目的係涵蓋落於本發明之真正精神及範圍內的所有此類變動及修改。

【圖式簡單說明】

圖1係將本發明之應用描繪為第一類型爐的一方塊圖；

圖2係將本發明之應用描繪為第二類型爐的一方塊圖；

圖3係一基本流程圖，其概述根據可應用至包含圖1及圖2中此等之各種爐的本發明之用於製程控制的方法；

圖4呈現使用一第一比較製程的一晶體品質的一分析；

圖5呈現使用一第二比較製程的一晶體品質的一分析；

圖6係併入用於藍寶石晶體之製造之本發明的一製程控制方法之一基本流程圖；及

圖7呈現藉由使用本發明而達成的一藍寶石晶體品質的一分析。

【主要元件符號說明】

- | | |
|----|--------|
| 10 | 爐系統 |
| 11 | 真空密閉爐腔 |

12	真 空 泵 總 成
12G	主 真 空 計
12P	真 空 泵
12V	真 空 閥
15	絕 緣 物
16	熱 區 域
17	石 墨 電 阻 加 熱 器
20	引 線
21	爐 控 制 箱
22	高 溫 計
23A	窗 口
23B	埠 口
25	坩 堝
30	氣 體
31	供 應 槽
32	流 量 控 制 器
33	流 量 監 視 器
40	埠 口
41	壓 力 調 節 器
42	真 空 閥
43	真 空 線 路
50	爐 系 統
51	爐 腔
52	真 空 泵 總 成

52G	真 空 泵
52P	真 空 計
52V	主 真 空 閥
55	絕 緣 物
56	熱 區 域
57	石 墨 電 阻 加 熱 器
60	引 線
61	爐 控 制 箱
62	高 溫 計
63A	窗 口
63B	埠 口
64	熱 交 換 器
65	坩 埚
70	氮 氣 冷 卻 系 統
71	氮 氣 供 應 槽
72	氮 氣 再 循 環 系 統
73	質 量 流 量 控 制 器
80	氣 體 系 統
81	供 應 槽
82	質 量 流 量 控 制 器
83	流 量 監 視 器
84	管 道 / 控 制 閥
85	壓 力 控 制 閥
86	閥

七、申請專利範圍：

1. 一種產生一藍寶石晶體的方法，該方法包括下列步驟：

a) 將具有一氧化鋁及一可選藍寶石晶種的一坩堝載入至一爐的一熱區域中，該爐具有一熱交換器，其中心定位於該熱區域內之該坩堝下方藉由使一冷卻氣體流動經過該熱交換器而作業；

b) 將該爐之該熱區域抽空至一作業壓力值；

c) 藉由啟始該冷卻氣體之流動而啟始該熱交換器之作業，並將該爐之該熱區域加熱到至少部分熔化該氧化鋁；

d) 將該爐之該熱區域進一步加熱至一最大溫度，以完全熔化該氧化鋁並部分熔化該可選藍寶石晶種；

e) 藉由冷卻該熱區域而自該完全熔化的氧化鋁並進一步自該部分熔化的可選藍寶石晶種生長該藍寶石晶體；及

f) 自該爐移除該藍寶石晶體，

其中在步驟e)之前，該方法進一步包括以下步驟：建立一非反應性氣體以一受控流動速率及一受控壓力經過該熱區域之一流動，該受控壓力超過該作業壓力以減少該藍寶石晶體內之缺陷。

2. 如請求項1之方法，其中建立該非反應性氣體之流動之該步驟係在步驟c)之前發生。

3. 如請求項1之方法，其中建立該非反應性氣體之流動之該步驟係在步驟c)之後發生，且建立該非反應性氣體之流動的發生不造成實質溫度增加。

4. 如請求項1之方法，其中在步驟a)中該坩堝具有該藍寶石晶種。
5. 如請求項1之方法，其進一步包括在步驟f)之前，在該爐之該熱區域內使該藍寶石晶體退火，同時維持該非反應性氣體的受控流動速率及受控壓力的步驟。
6. 如請求項1之方法，其進一步包括在步驟f)之前，以一氣體回填該熱區域的步驟。
7. 如請求項6之方法，其中該氣體為該非反應性氣體。
8. 如請求項1之方法，其中該非反應性氣體係取自由氦氣、氫氣、氬氣及氮氣所組成的群。
9. 如請求項1之方法，其中該非反應性氣體為氦氣。
10. 如請求項1之方法，其中該非反應性氣體之該受控流動速率不大於約1.0 SCFH。
11. 如請求項9之方法，其中該非反應性氣體之該受控流動速率介於約0.1 SCFH與0.5 SCFH之間。
12. 如請求項1之方法，其中該非反應性氣體之該受控壓力介於約5 Torr與約250 Torr之間。
13. 如請求項1之方法，其中該冷卻氣體為氦氣。
14. 如請求項1之方法，其中在步驟c)中，該氧化鋁實質上完全熔化。
15. 如請求項1之方法，其中該非反應性氣體之該受控壓力介於約5 Torr與約50 Torr之間。
16. 如請求項1之方法，其中在步驟e)中，冷卻該爐之該熱區域包括增加至該熱交換器之該冷卻氣體流動。

17. 如請求項1之方法，其中在步驟e)中，冷卻該爐之該熱區域包括改變該非反應性氣體之該受控壓力。
18. 如請求項1之方法，其中該非反應性氣體之該受控壓力介於約10 Torr與約30 Torr之間。
19. 如請求項1之方法，其中產生該藍寶石晶體之該方法係受到複數個無用輔助反應，各該輔助反應特徵在於一反應蒸汽壓力及一反應溫度，且該方法進一步包括下列步驟：取決於用於各該無用輔助反應之該反應溫度而建立一反應溫度值，及取決於用於各該輔助反應之該反應蒸汽壓力而建立一反應壓力值；且其中在步驟c)中，該爐之該熱區域被加熱至大於該所建立反應溫度值之各者的一溫度，且在步驟e)中該受控壓力大於該反應壓力值之各者。
20. 一種用於穩定一高溫真空爐之一熱區域內之環境以產生一藍寶石晶體的方法，其中該方法受到複數個無用輔助反應，各該輔助反應特徵在於一反應蒸汽壓力及一反應溫度，該方法包括：
 - A) 取決於用於該輔助反應之各者的該反應蒸汽壓力而建立一反應壓力值，
 - B) 導引氣體穿過該熱區域，其中該氣體具有在該熱區域環境中為非反應性者且具有小分子尺寸、高比熱及高熱傳導性的特性，及
 - C) 調節該熱區域內的該非反應性氣體之該壓力以至少為該所建立反應壓力值。

21. 如請求項20之方法，其中該非反應性氣體係取自由氬氣、氦氣、氫氣及氮氣所組成之群。
22. 如請求項20之方法，其中該非反應性氣體為氬氣。
23. 如請求項20之方法，其額外包括該晶體之受控冷卻的步驟。
24. 如請求項20之方法，其中該受控冷卻包含維持至少該所建立之反應壓力值之一非反應性氣體壓力之步驟。
25. 一種用一主真空閥、一熱區域及一提供方向性固化之熱交換器以在一真空爐中自氧化鋁產生一藍寶石晶體的方法，該方法包括下列步驟：
 - a) 將一藍寶石晶種及氧化鋁置放在一坩堝內，並將該坩堝載入至該熱區域中；
 - b) 抽空並啟使加熱該爐以移除雜質；
 - c) 提升該熱區域之溫度直迄觀察到熔融；
 - d) 使用氬氣沖洗該熱區域以最小化雜質；
 - e) 關閉該主真空閥並以一受控壓力及受控流動速率繼續一氬氣流動通過該熱區域以抑制無用輔助反應；
 - f) 增加該熱區域內之溫度至一最大值；
 - g) 增加氬氣通過該熱交換器之流動速率以自該坩堝及熔融內容物移除熱，並確保方向性固化以生長該藍寶石晶體；
 - h) 將該藍寶石晶體退火；及
 - i) 隔離該熱區域並將氬氣回填至該熱區域。

八、圖式：

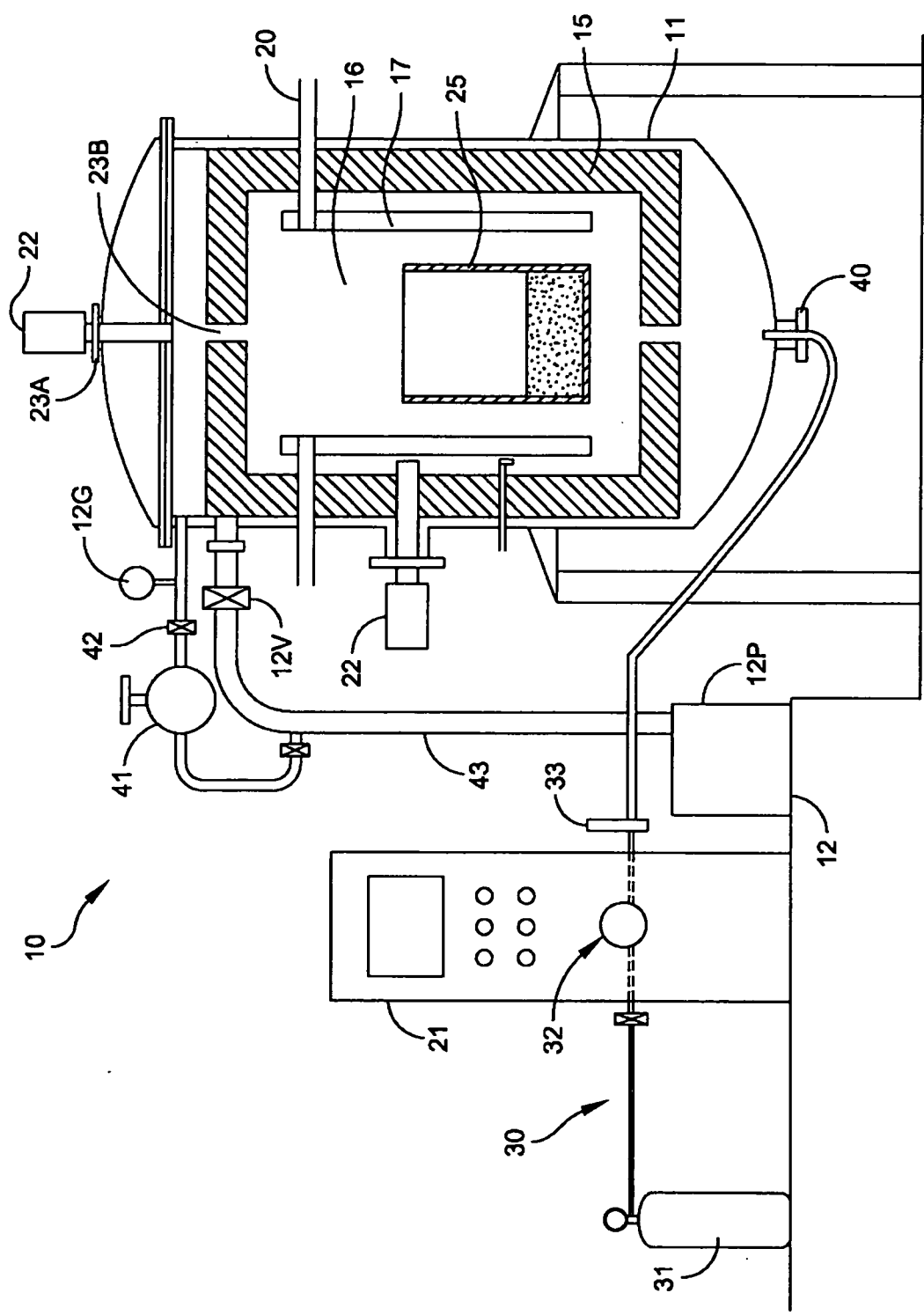


圖 1

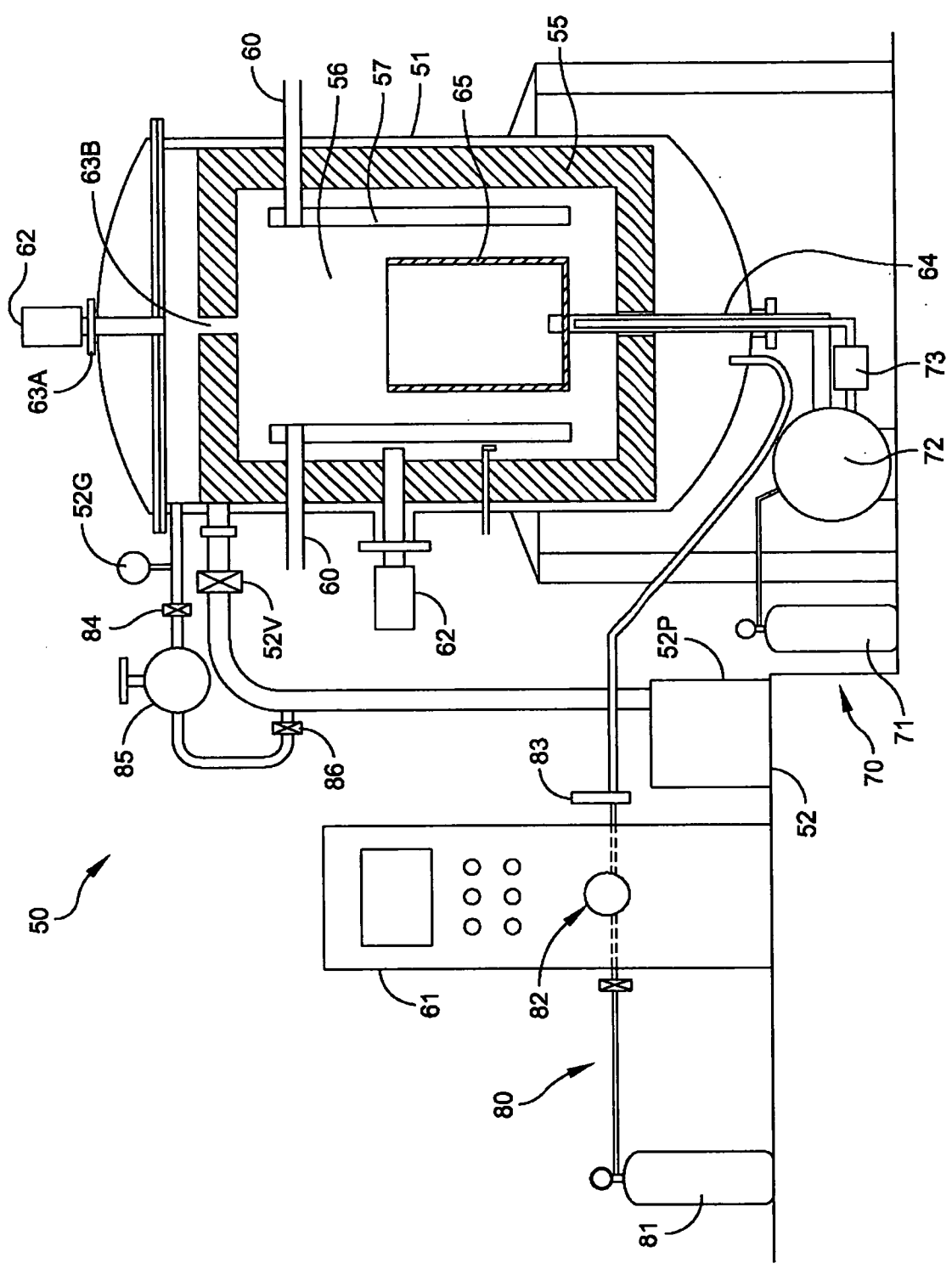


圖 2

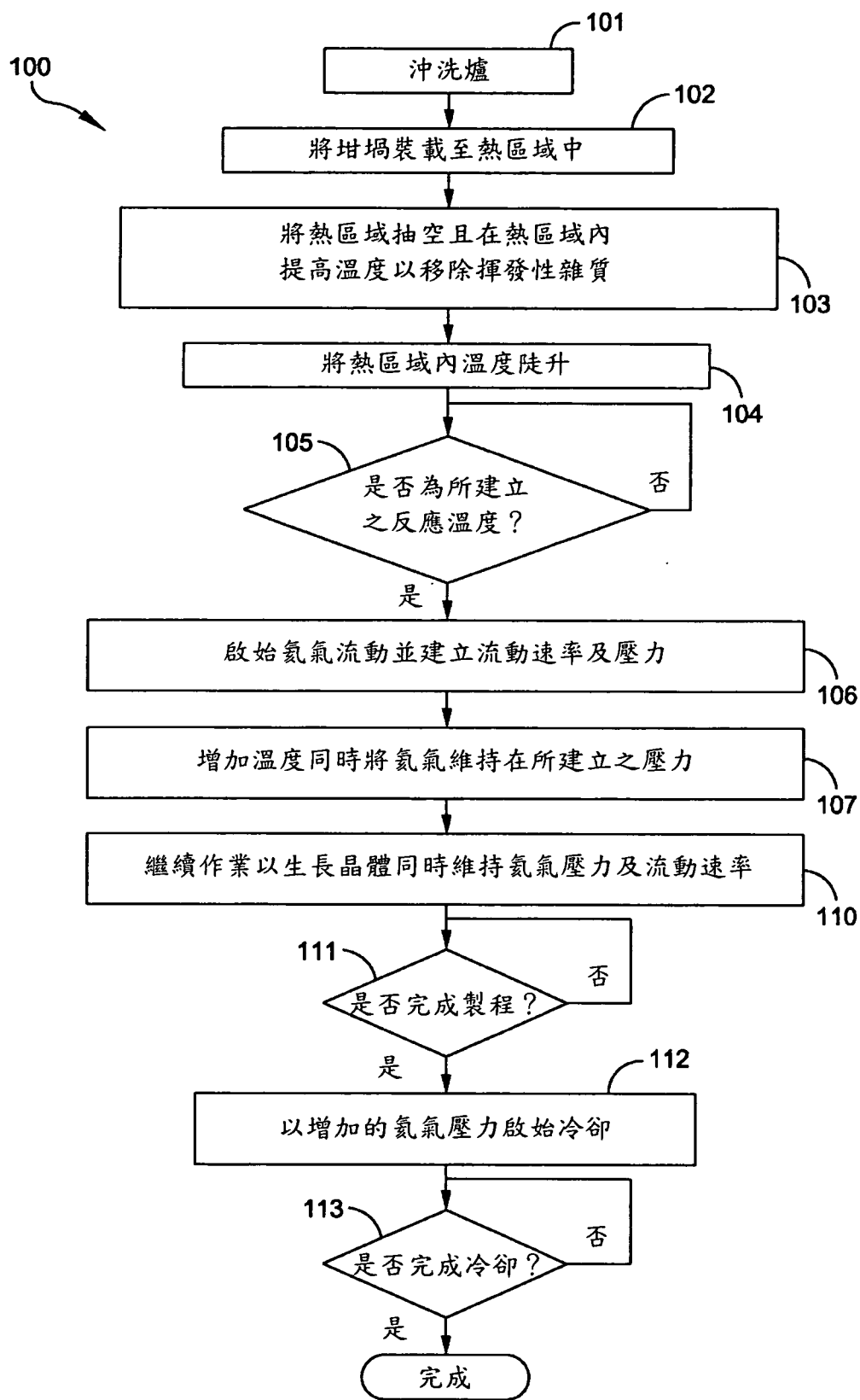


圖 3

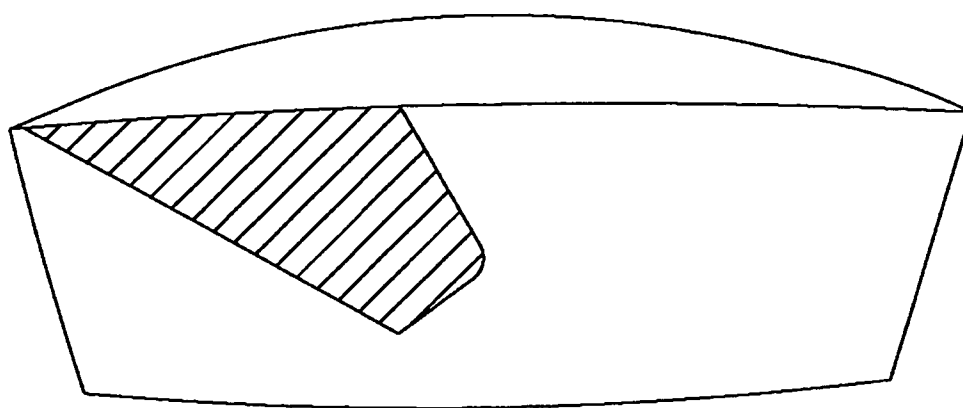


圖 4

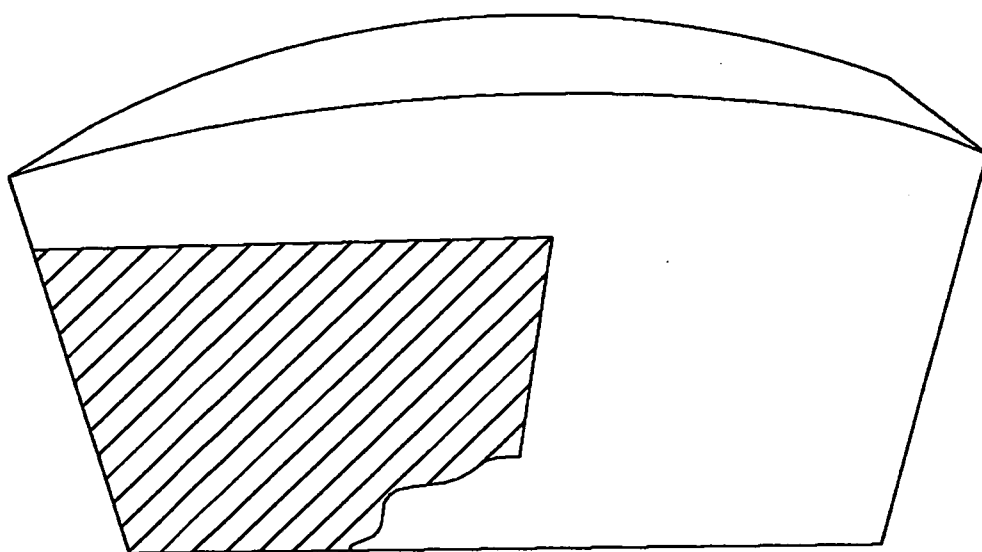


圖 5

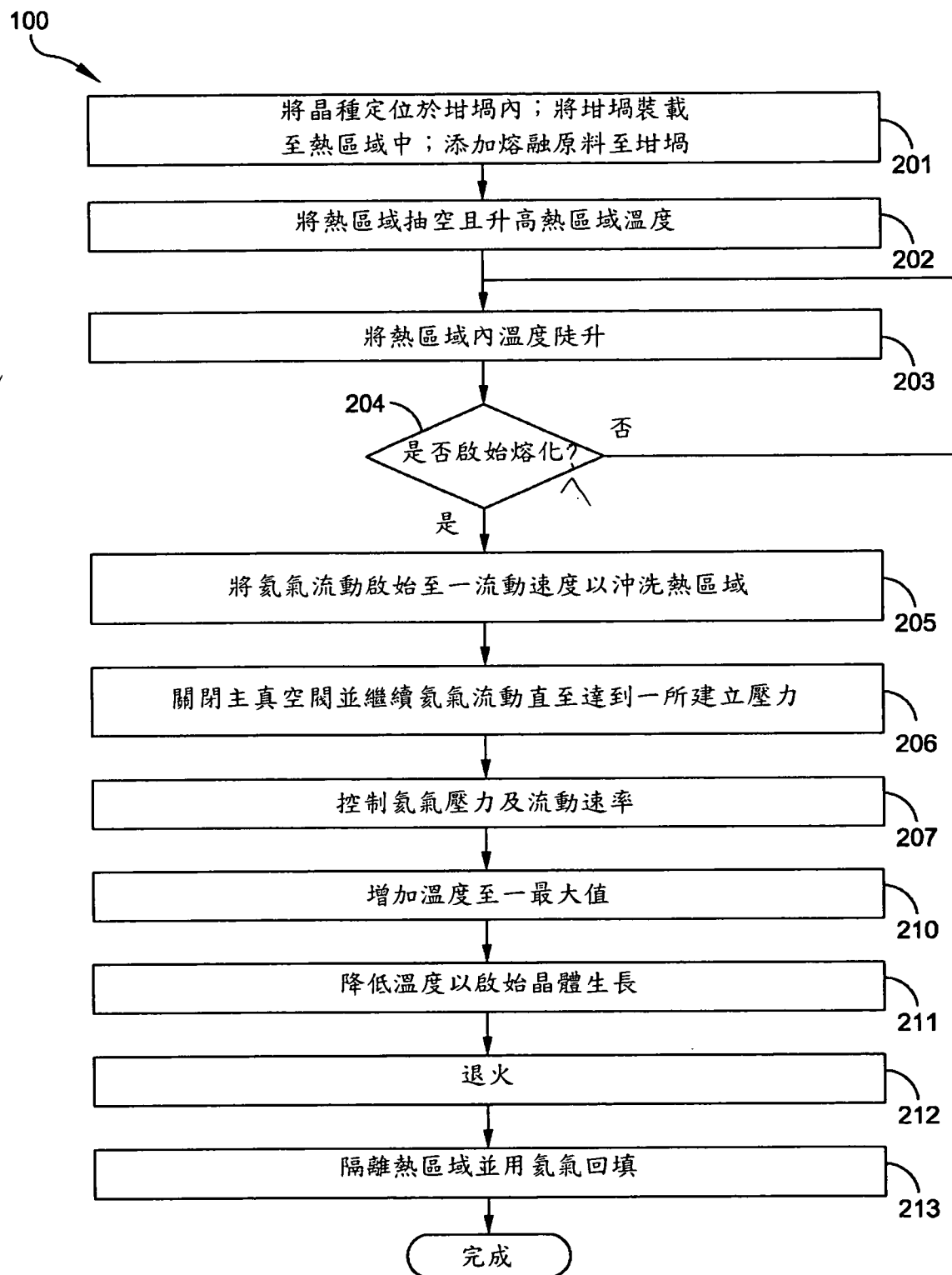


圖 6

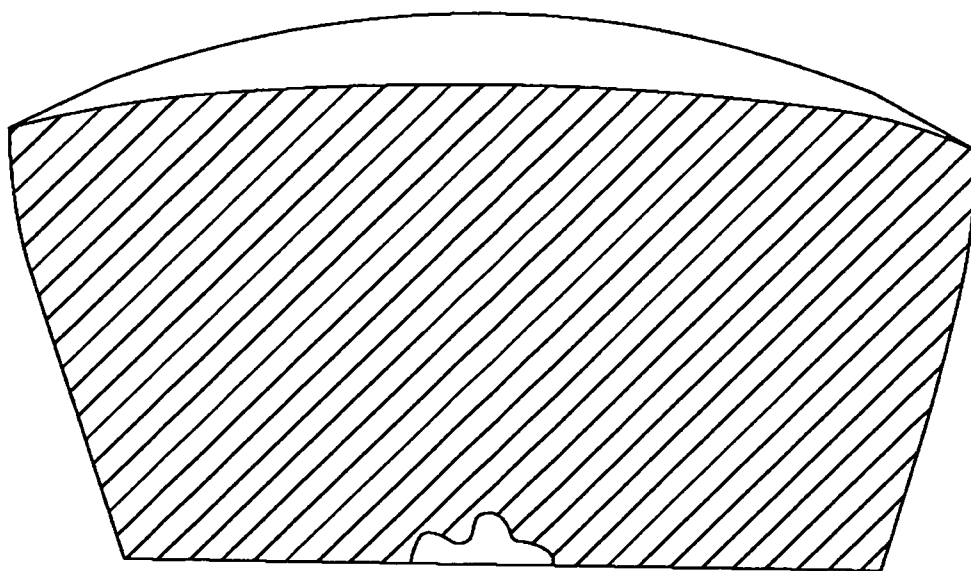


圖 7