



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103060901 B

(45) 授权公告日 2015. 04. 22

(21) 申请号 201310045422. 6

CN 102586866 A, 2012. 07. 18, 说明书第 1-5

(22) 申请日 2013. 02. 05

页.

(73) 专利权人 元亮科技有限公司

杨新波等. 导模法生长晶体研究进展. 《硅酸盐学报》. 2008, 第 36 卷 (第 S1 期), 第 222-227 页.

地址 214037 江苏省无锡市北塘区江海西路
金山北科技园金山四支路 9 号

审查员 郭晓赞

(72) 发明人 王静 秦冒晓 黄小卫

(74) 专利代理机构 无锡市大为专利商标事务所
(普通合伙) 32104

代理人 殷红梅

(51) Int. Cl.

C30B 15/34(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101280458 A, 2008. 10. 08, 说明书第 1-5 页.

CN 102560630 A, 2012. 07. 11, 说明书第 1-6 页.

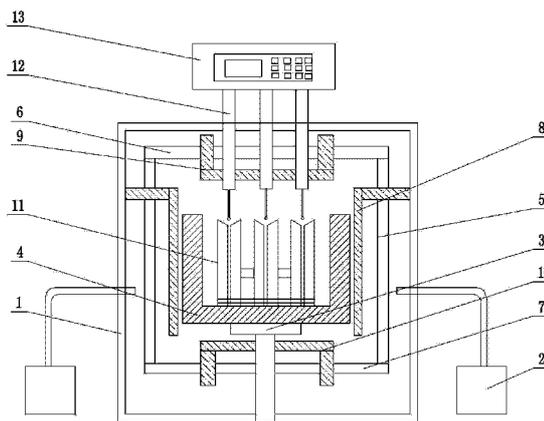
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

导模法生长多条晶体的制备工艺

(57) 摘要

本发明涉及一种导模法生长多条晶体的制备工艺,包括以下步骤:(1)将原料装入单晶生长炉内的坩埚中,抽真空;(2)对单晶生长炉内的高温环境提供发热体通电加热至原料熔点以下 100~200℃,并保持温度;对上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体升温至原料的熔点以上 100~300℃,原料熔化成熔体;(3)引晶(4)缩颈;(5)扩肩;(6)提拉籽晶,使多条晶体进行等径生长;(7)待多条晶体在籽晶提拉下完全脱离模具的上表面后,停止提拉,使单晶生长炉内的温度梯度为零,恒温;然后再降温至室温,晶片的生长结束,即得到多条晶体。本发明能够实现对多颗晶体生长的同时及独立地控制。



CN 103060901 B

1. 一种导模法生长多条晶体的制备工艺,其特征是,包括以下步骤:

(1) 将原料装入单晶生长炉内的坩埚中,对单晶生长炉进行抽真空,控制单晶生长炉内的真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$;

(2) 对单晶生长炉内的高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体通电进行加热,升温速度为 $7 \sim 20^\circ\text{C} / \text{分钟}$;待温度达到原料熔点以下 $100 \sim 200^\circ\text{C}$ 时,保持高温环境提供发热体的温度;对上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体继续升温,上生长梯度提供发热体的升温速度为 $1 \sim 3^\circ\text{C} / \text{分钟}$,下生长梯度提供发热体的升温速度 $2 \sim 7^\circ\text{C} / \text{分钟}$,升温至原料的熔点以上 $100 \sim 300^\circ\text{C}$;坩埚内的原料熔化成熔体,恒温 $1 \sim 2$ 小时;

(3) 引晶:将提拉杆下端的籽晶同时悬于坩埚内的每组模具的上方 $3 \sim 5$ 毫米处进行烤晶,烤晶 $30 \sim 60$ 分钟;烤晶后将籽晶落在每一模具上,使籽晶的熔接面与每一模具上表面上的熔体充分熔接,实现多条晶片的引晶;

(4) 缩颈:引晶后,籽晶分别以 $20 \sim 60$ 毫米 / 小时的速率进行提拉,缩颈长度在 $15 \sim 20$ 毫米后完成缩颈;

(5) 扩肩:缩颈完成后进行扩肩,扩肩角度为 120 度,提拉速率为 $0 \sim 10$ 毫米 / 小时,扩肩长度 $15 \sim 30$ 毫米后完成扩肩;扩肩的同时以 $0.5 \sim 1^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度;

(6) 扩肩后,提拉籽晶,使多条晶体进行等径生长,等径生长过程中,提拉速率为 $10 \sim 50$ 毫米 / 小时,同时以 $0.1 \sim 0.6^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度;

(7) 待多条晶体在籽晶提拉下完全脱离模具的上表面后,停止提拉,以 $3 \sim 9^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度分别降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度,使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度与高温环境提供发热体的温度一致,即单晶生长炉内的温度梯度为零,并恒温 $1 \sim 2$ 小时;然后以 $1 \sim 6^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度,降温至室温,晶片的生长结束,即得到多条晶体。

2. 如权利要求 1 所述的一种导模法生长多条晶体的制备工艺,其特征是:所述步骤 (3) ~ (7) 中,对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体同步生长。

导模法生长多条晶体的制备工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种晶体的制备工艺,尤其是一种导模法生长多条晶体的制备工艺。

背景技术

[0002] 导模法是从熔体人工制取单晶材料的方法之一,即“边缘限定薄膜供料生长”技术,简称 EFG 法,主要用于生长特定形状的晶体,实际上它是提拉法的一种变形。导模法由于能直接从熔体中生长出片、丝、管、棒、板等晶体,而且晶体生长速度快,尺寸可以精确控制,大大简化了晶体的加工程序,节省了材料、时间和资源,降低生产成本,提高经济效益,因而受到人们的重视。

[0003] 导模法的工作原理是将原料放入坩埚中加热融化,熔体沿一模具在毛细作用下上升至模具顶端,在模具顶部液面上接籽晶提拉熔体,使籽晶和熔体的交界面上不断进行原子或分子的重新排列,随降温逐渐凝固而生长出与模具边缘形状相同的单晶体。

[0004] 生长速度是影响 EFG 法晶体质量的主要因素之一,若生长速度过高,生长界面会成蜂窝状,晶体中会有大量气孔或空洞,位错密度也将增高。实际生长的多条晶体由一条籽晶同时对多模具进行引晶生长,往往由于同步性差,而造成各条晶体的晶向不一,径向温度梯度不均匀,致使晶体位错密度高甚至形成晶界,并带有较大应力,晶体质量很不理想。

发明内容

[0005] 本发明的目的是克服现有技术中存在的不足,提供一种导模法生长多条晶体的制备工艺,能够实现对多颗晶体生长的同时及独立地控制。

[0006] 按照本发明提供的技术方案,一种导模法生长多条晶体的制备工艺,特征是,包括以下步骤:

[0007] (1) 将原料装入单晶生长炉内的坩埚中,对单晶生长炉进行抽真空,控制单晶生长炉内的真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$;

[0008] (2) 对单晶生长炉内的高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体通电进行加热,升温速度为 $7 \sim 20^\circ\text{C} / \text{分钟}$;待温度达到原料熔点以下 $100 \sim 200^\circ\text{C}$ 时,保持高温环境提供发热体的温度;对上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体继续升温,上生长梯度提供发热体的升温速度为 $1 \sim 3^\circ\text{C} / \text{分钟}$,下生长梯度提供发热体的升温速度 $2 \sim 7^\circ\text{C} / \text{分钟}$,升温至原料的熔点以上 $100 \sim 300^\circ\text{C}$;坩埚内的原料熔化成熔体,恒温 $1 \sim 2$ 小时;

[0009] (3) 引晶:将提拉杆下端的籽晶同时悬于坩埚内的每组模具的上方 $3 \sim 5$ 毫米处进行烤晶,烤晶 $30 \sim 60$ 分钟;烤晶后将籽晶落在每一模具上,使籽晶的熔接面与每一模具上表面上的熔体充分熔接,实现多条晶片的引晶;

[0010] (4) 缩颈:引晶后,籽晶分别以 $20 \sim 60$ 毫米 / 小时的速率进行提拉,缩颈长度在 $15 \sim 20$ 毫米后完成缩颈;

[0011] (5) 扩肩:缩颈完成后进行扩肩,扩肩角度为 120 度,提拉速率为 $0 \sim 10$ 毫米 / 小

时,扩肩长度 15~30 毫米后完成扩肩;扩肩的同时以 0.5~1℃/分钟的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度;

[0012] (6) 扩肩后,提拉籽晶,使多条晶体进行等径生长,等径生长过程中,提拉速率为 10~50 毫米/小时,同时以 0.1~0.6℃/分钟的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度;

[0013] (7) 待多条晶体在籽晶提拉下完全脱离模具的上表面后,停止提拉,以 3~9℃/分钟的降温速度分别降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度,使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度与高温环境提供发热体的温度一致,即单晶生长炉内的温度梯度为零,并恒温 1~2 小时;然后以 1~6℃/分钟的降温速度降低高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度,降温至室温,晶片的生长结束,即得到多条晶体。

[0014] 所述步骤(3)~(7)中,对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体同步生长。

[0015] 本发明所述的制备工艺在晶体生长及操作中,能够实现对多颗晶体生长的同时及独立地控制,特别地,若某一组或多组模具在晶体生长过程中出现异常现象,可由控制装置针对该组的异常进行独立、微量的生长调节;既取代了常规的导模法单片生长方式,提高了生产效率,又保证了导模法多条晶体生长的同步性,提高了晶体质量,降低了能耗,节约了成本。

附图说明

[0016] 图 1 为本发明所述生长装置的结构示意图。

具体实施方式

[0017] 下面结合具体附图对本发明作进一步说明。

[0018] 如图 1 所示:所述导模法生长多条晶体的生长装置包括单晶生长炉 1、抽真空装置 2、坩埚托座 3、坩埚 4、四周保温筒 5、上保温罩 6、下保温罩 7、筒形高温环境提供发热体 8、上生长梯度提供发热体 9、下生长梯度提供发热体 10、模具 11、提拉杆 12、控制装置 13 等。

[0019] 如图 1 所示,本发明包括单晶生长炉 1,单晶生长炉 1 的炉腔与抽真空装置 2 连接,单晶生长炉 1 的炉腔底部设有坩埚托座 3,坩埚托座 3 上设置坩埚 4,坩埚 4 的外侧设有四周保温筒 5,四周保温筒 5 的顶部设置上保温罩 6,四周保温筒 5 的底部设置下保温罩 7,在坩埚 4 和四周保温筒 5 的之间设置筒形高温环境提供发热体 8,在上保温罩 6 上设有上生长梯度提供发热体 9,在下保温罩 7 上设有下生长梯度提供发热体 10,上生长梯度提供发热体 9 和下生长梯度提供发热体 10 分别位于坩埚 4 的上部和下部;在所述坩埚 4 内部固定安装有多组模具 11,每组模具 11 上侧设有可上下伸缩和旋转的提拉杆 12,提拉杆 12 的底端设有籽晶;所述提拉杆 12 与控制装置 13 连接,控制装置 13 用于控制每个提拉杆 12 分别独立地进行上下提拉和旋转动作;

[0020] 所述筒形高温环境提供发热体 8、上生长梯度提供发热体 9、下生长梯度提供发热体 10 均与坩埚 4 同轴设置;

[0021] 所述的抽真空装置 2 为真空泵等,可对单晶生长炉 1 的炉腔进行抽真空的设备。

[0022] 本发明的工作原理及工作过程：如图 1 所示，在晶体生长及操作中，所述控制装置 13 可以同时或分别对提拉杆 12 进行控制，能够实现对多颗晶体生长的同时及独立控制，保证多条晶体生长的同步性。

[0023] 实施例一：一种导模法生长多条晶体的制备工艺，包括以下步骤：

[0024] (1) 将纯度为 99.999% 以上的高纯三氧化二铝 (Al_2O_3) 粉料块经高温氧化气氛中烘干后装入单晶生长炉内的坩埚中，对单晶生长炉进行抽真空，控制单晶生长炉内的真空度为 $1.0 \times 10^{-3} Pa$ ；

[0025] (2) 将单晶生长炉及内部的上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体和高温环境提供发热体清洁干净，将经过高温空烧并经除尘处理后的保温罩、坩埚、模具等摆放在单晶生长炉内，要求摆放水平，不能出现倾斜，并保证同心；校正提拉杆，将籽晶连接在提拉杆上，并调节同时使每组籽晶的熔接面垂直于其下方的模具的正中间；

[0026] (3) 对单晶生长炉内的高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体通电进行加热，升温速度为 $7^\circ C / 分钟$ ；待温度达到 $1950^\circ C$ 时，保持高温环境提供发热体的温度；对上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体继续升温，上生长梯度提供发热体的升温速度为 $1^\circ C / 分钟$ ，下生长梯度提供发热体的升温速度 $2^\circ C / 分钟$ ，升温至 $2150^\circ C$ ；坩埚内的原料熔化成熔体，恒温 1 小时；

[0027] (4) 引晶：将提拉杆下端的籽晶同时悬于坩埚内的每组模具的上方 3 毫米处进行烤晶，烤晶 30 分钟；烤晶后将籽晶落在每一模具上，使籽晶的熔接面与每一模具上表面上的熔体充分熔接，实现多条晶片的引晶；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长；

[0028] (5) 缩颈：引晶后，籽晶分别以 20 毫米 / 小时的速率进行提拉，缩颈长度在 15 毫米后完成缩颈；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体正常生长；

[0029] (6) 扩肩：缩颈完成后进行扩肩，扩肩角度为 120° ，扩肩长度 15 毫米后完成扩肩；扩肩的同时以 $0.1^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长；

[0030] (7) 扩肩后，提拉籽晶，使多条晶体进行等径生长，等径生长过程中，提拉速率为 10 毫米 / 小时，同时以 $0.1^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长；

[0031] (8) 待多条晶体在籽晶提拉下完全脱离模具的上表面约 3 毫米后，停止提拉，以 $6^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体、以 $9^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低下生长梯度提供发热体的温度，使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度与高温环境提供发热体的温度一致，即单晶生长炉内的温度梯度为零（即使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体与高温环境提供发热体的温度均为 $1950^\circ C$ ），并恒温 1 小时；然后以 $1^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度，降温至室温，晶片的生长结束，即得到多条蓝宝石晶体；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长。

[0032] 实施例二：一种导模法生长多条晶体的制备工艺，包括以下步骤：

[0033] (1)将纯度为 99.999% 以上的高纯三氧化二铝(Al_2O_3)粉料块经高温氧化气氛中烘干后装入单晶生长炉内的坩埚中，对单晶生长炉进行抽真空，控制单晶生长炉内的真空度为 $1.0 \times 10^{-4} Pa$ ；

[0034] (2)将单晶生长炉及内部的上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体和高温环境提供发热体清洁干净，将经过高温空烧并经除尘处理后的保温罩、坩埚、模具等摆放在单晶生长炉内，要求摆放水平，不能出现倾斜，并保证同心；校正提拉杆，将籽晶连接在提拉杆上，并调节同时使每组籽晶的熔接面垂直于其下方的模具的正中间；

[0035] (3)对单晶生长炉内的高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体通电进行加热，升温速度为 $20^\circ C / 分钟$ ；待温度达到 $1850^\circ C$ 时，并保持高温环境提供发热体的温度；对上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体继续升温，上生长梯度提供发热体的升温速度为 $3^\circ C / 分钟$ ，下生长梯度提供发热体的升温速度 $7^\circ C / 分钟$ ，升温至 $2350^\circ C$ ；坩埚内的原料熔化成熔体，恒温 2 小时；

[0036] (4)引晶：将提拉杆下端的籽晶同时悬于坩埚内的每组模具的上方 5 毫米处进行烤晶，烤晶 60 分钟；烤晶后将籽晶落在每一模具上，使籽晶的熔接面与每一模具上表面上的熔体充分熔接，实现多条晶片的引晶；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长；

[0037] (5)缩颈：引晶后，籽晶分别以 $60 毫米 / 小时$ 的速率进行提拉，缩颈长度在 20 毫米后完成缩颈；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体正常生长；

[0038] (6)扩肩：缩颈完成后进行扩肩，扩肩角度为 $120 度$ ，提拉速率为 $10 毫米 / 小时$ ，扩肩长度 30 毫米后完成扩肩；扩肩的同时以 $1^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长；

[0039] (7)扩肩后，提拉籽晶，使多条晶体进行等径生长，等径生长过程中，提拉速率为 $50 毫米 / 小时$ ，同时以 $0.6^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长；

[0040] (8)待多条晶体在籽晶提拉下完全脱离模具的上表面约 3 毫米后，停止提拉，以 $4^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体、以 $7^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低下生长梯度提供发热体的温度，使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度与高温环境提供发热体的温度一致，即单晶生长炉内的温度梯度为零（即使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体与高温环境提供发热体的温度均为 $1850^\circ C$ ），并恒温 2 小时；然后以 $6^\circ C / 分钟$ 的降温速度降低高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度，降温至室温，晶片的生长结束，即得到多条蓝宝石晶体；该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率，以保证每组的模具上的晶体同步生长。

[0041] 实施例三：一种导模法生长多条晶体的制备工艺，包括以下步骤：

[0042] (1)将纯度为 99.999% 以上的高纯三氧化二铝(Al_2O_3)粉料块经高温氧化气氛中烘干后装入单晶生长炉内的坩埚中，对单晶生长炉进行抽真空，控制单晶生长炉内的真空度

为 $5 \times 10^{-4} \text{Pa}$;

[0043] (2) 将单晶生长炉及内部的上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体和高温环境提供发热体清洗干净,将经过高温空烧并经除尘处理后的保温罩、坩埚、模具等摆放在单晶生长炉内,要求摆放水平,不能出现倾斜,并保证同心;校正提拉杆,将籽晶连接在提拉杆上,并调节同时使每组籽晶的熔接面垂直于其下方的模具的正中间;

[0044] (3) 对单晶生长炉内的高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体通电进行加热,升温速度为 $10^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$;待温度达到 1900°C 时,并保持高温环境提供发热体的温度;对上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体继续升温,上生长梯度提供发热体的升温速度为 $2^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$,下生长梯度提供发热体的升温速度 $5^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$,升温至 2250°C ;坩埚内的原料熔化成熔体,恒温 1.5 小时;

[0045] (4) 引晶:将提拉杆下端的籽晶同时悬于坩埚内的每组模具的上方 4 毫米处进行烤晶,烤晶 50 分钟;烤晶后将籽晶落在每一模具上,使籽晶的熔接面与每一模具上表面上的熔体充分熔接,实现多条晶片的引晶;该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体同步生长;

[0046] (5) 缩颈:引晶后,籽晶分别以 30 毫米 / 小时的速率进行提拉,缩颈长度在 16 毫米后完成缩颈;该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体正常生长;

[0047] (6) 扩肩:缩颈完成后进行扩肩,扩肩角度为 120° 度,提拉速率为 5 毫米 / 小时,扩肩长度 20 毫米后完成扩肩;扩肩的同时以 $0.6^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度;该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体同步生长;

[0048] (7) 扩肩后,提拉籽晶,使多条晶体进行等径生长,等径生长过程中,提拉速率为 20 毫米 / 小时,同时以 $0.2^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体和下生长梯度提供发热体的温度;该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体同步生长;

[0049] (8) 待多条晶体在籽晶提拉下完全脱离模具的上表面约 3 毫米后,停止提拉,以 $3^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低上生长梯度提供发热体、以 $6^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低下生长梯度提供发热体的温度,使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度与高温环境提供发热体的温度一致,即单晶生长炉内的温度梯度为零(即使上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体与高温环境提供发热体的温度均为原料熔点以下 1900°C),并恒温 1.5 小时;然后以 $3^{\circ}\text{C} / \text{分钟}$ 的降温速度降低高温环境提供发热体、上生长梯度提供发热体、下生长梯度提供发热体的温度,降温至室温,晶片的生长结束,即得到多条蓝宝石晶体;该步骤中可对每组模具上的籽晶分别独立地调整提拉速率,以保证每组的模具上的晶体同步生长。

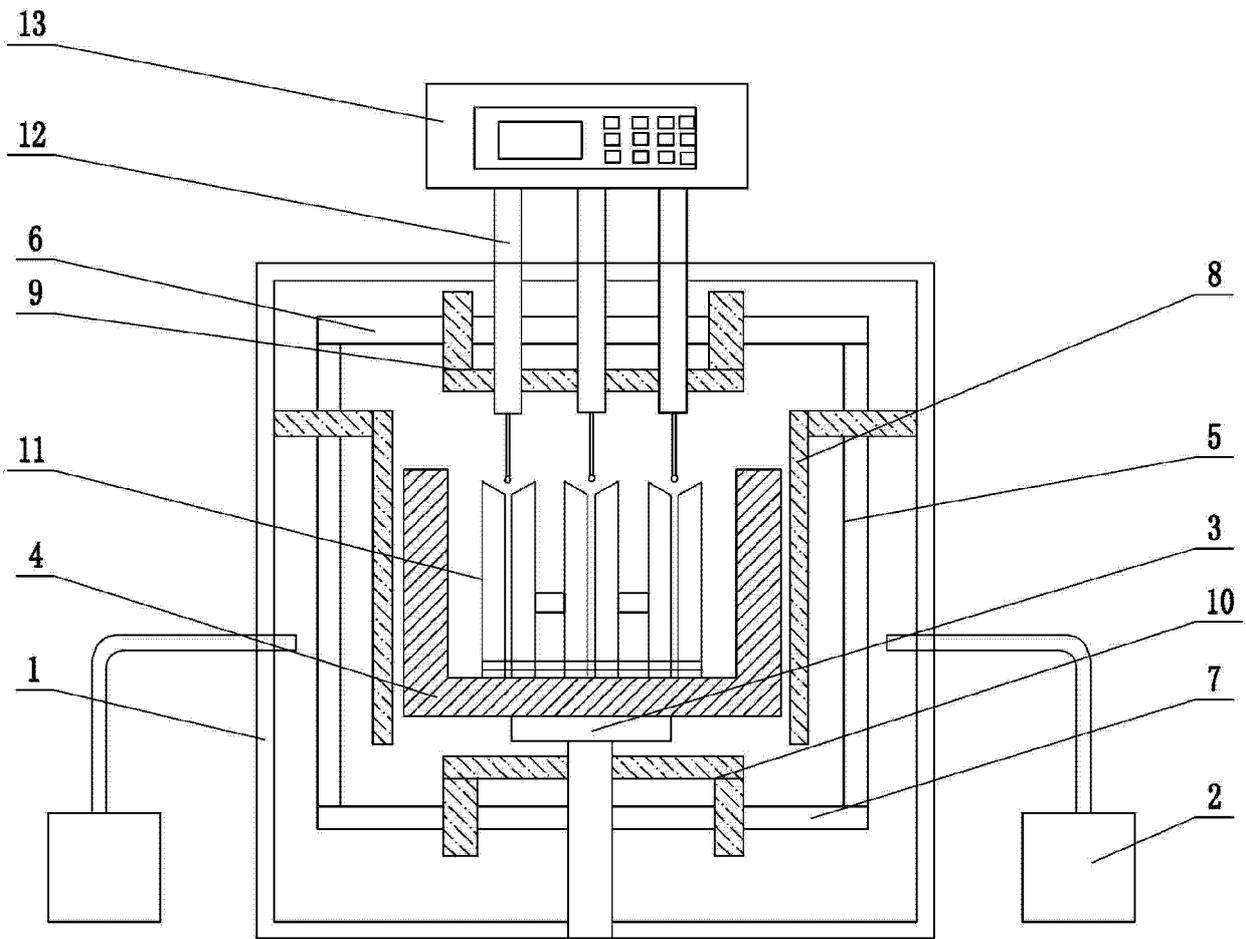


图 1