



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 203530480 U

(45) 授权公告日 2014. 04. 09

(21) 申请号 201320555834. X

(22) 申请日 2013. 09. 06

(73) 专利权人 上海森松压力容器有限公司  
地址 200137 上海市浦东新区高翔环路 562 号第 3 幢

(72) 发明人 华庆 茅陆荣 李严州 程佳彪 宋瑜

(74) 专利代理机构 上海百一领御专利代理事务所 (普通合伙) 31243

代理人 马育麟

(51) Int. Cl.

C30B 15/20 (2006. 01)

C30B 29/20 (2006. 01)

(ESM) 同样的发明创造已同日申请发明专利

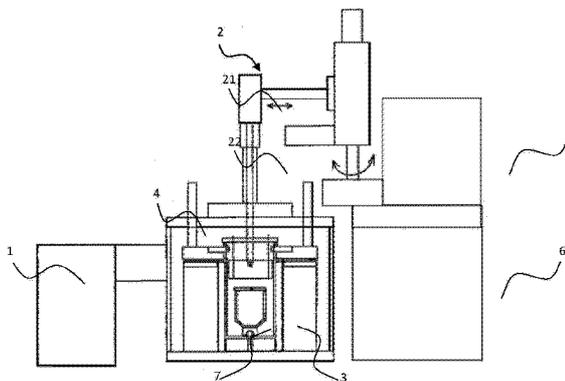
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 实用新型名称

生长蓝宝石单晶的设备

(57) 摘要

本实用新型公开了一种生长蓝宝石单晶的设备,包括一炉体,一真空系统、一提拉系统、一电源以及设置于所述炉体的一加热系统和一冷却系统;所述真空系统与所述炉体的内腔连通;所述提拉系统设置于所述炉体的上方;所述提拉系统包括提拉动力装置以及与所述提拉动力装置连接的籽晶杆;还包括一控制系统,所述控制系统与所述电源、所述加热系统、所述冷却系统和所述提拉系统电连接;所述加热系统与所述炉体之间设置有保温层。由于采用了本实用新型的一种生长蓝宝石单晶的设备及方法,能够有效的调控温度梯度和生长前沿固液界面状态,避免气泡和降低缺陷密度,由此获得高质量的蓝宝石单晶体。



1. 一种生长蓝宝石单晶的设备,包括一炉体,一真空系统、一提拉系统、一电源以及设置于所述炉体的一加热系统和一冷却系统;所述真空系统与所述炉体的内腔连通;所述提拉系统设置于所述炉体的上方;所述提拉系统包括提拉动力装置以及与所述提拉动力装置连接的籽晶杆;还包括一控制系统,所述控制系统与所述电源、所述加热系统、所述冷却系统和所述提拉系统电连接,其特征在于,所述的加热系统包括一加热器、一坩埚和一支撑结构,所述支撑结构包括一支撑柱,所述加热器设置于所述支撑结构顶部,所述坩埚设置于所述加热器内;所述支撑结构还包括两分别固定于所述支撑柱顶部和底部的托盘;所述冷却系统包括一气冷装置,所述支撑柱中空,所述气冷装置设置于所述支撑柱内,且所述支撑柱顶部的托盘形成与所述支撑柱的中空部对应的通孔。

2. 如权利要求1所述的生长蓝宝石单晶的设备,其特征在于:所述加热器呈笼状;所述加热器与所述炉体之间设置有保温层。

3. 如权利要求1所述的生长蓝宝石单晶的设备,其特征在于:所述冷却系统包括水冷却环路;所述炉体的侧壁或底盘内设置有所述水冷却环路。

4. 如权利要求3所述的生长蓝宝石单晶的设备,其特征在于:所述籽晶杆内设有所述水冷却环路。

5. 如权利要求1所述的生长蓝宝石单晶的设备,其特征在于:所述真空系统包括抽真空机构,所述抽真空机构通过一真空管与所述炉体的腔体连通;所述抽真空机构采用机械泵、罗茨泵、扩散泵和分子泵中的之一或任一组合。

## 生长蓝宝石单晶的设备

### 技术领域

[0001] 本实用新型属于晶体制备技术领域,涉及一种晶体生长设备,尤其涉及一种生长蓝宝石单晶的设备。

### 背景技术

[0002] 蓝宝石是氧化铝( $Al_2O_3$ )的单晶形态,具有很宽的光学穿透带,从近紫外光到中红外线都具有很好的透光性。蓝宝石还具有高声速、高耐温、抗腐蚀、高硬度、熔点高等特点。由于其优良的机械和光学性能,蓝宝石晶体被广泛应用于 LED 衬底材料、红外装置、高强度镭射镜片等领域。近年来半导体照明产业的快速发展,推动了蓝宝石需求的快速增长和晶体生长技术的不断发展。

[0003] 目前,世界上应用和研究最广泛的蓝宝石晶体生长技术为熔体法,包括晶体提拉法、导模法、热交换法和泡生法,其中,泡生法晶体生长工艺经过科研工作者几十年的不断优化改进,已成为目前生产大尺寸蓝宝石晶体的主流方法之一。

[0004] 近年来,蓝宝石应用广泛,在窗口视镜和 LED 衬底方面占有巨大的市场份额。因此,需要能够稳定生长蓝宝石单晶体的方法。蓝宝石晶体的生长是在真空高温炉中进行的,生长过程之初,加热器须消耗大量的电能以提供高于晶体熔点的高温条件,使原料熔化为熔体,且蓝宝石晶体的生长过程较长,工艺控制系统复杂,生长大尺寸高质量的光电功能单晶材料,尤其是高温氧化物晶体材料存在着技术难题,不同晶体材料需要不同的工艺和设备,其中比较突出的是如何准确控制横向纵向的温度梯度和工艺设备特殊性的问题。

### 实用新型内容

[0005] 本实用新型所解决的技术问题在于提供一种生长蓝宝石单晶的设备;其通过控制系统调整电压和调解气冷装置中的气体的温度和流量来调节热场的温度梯度,方便得到晶体所需要的横纵向温度梯度,从而使得单晶晶体尺寸和质量得到显著提高;解决了大尺寸高质量光电功能晶体的研发和生长技术难题。

[0006] 本实用新型所解决的技术问题采用以下技术方案来实现:

[0007] 本实用新型的一种生长蓝宝石单晶的设备,包括一炉体,一真空系统、一提拉系统、一电源以及设置于所述炉体的一加热系统和一冷却系统;所述真空系统与所述炉体的内腔连通;所述提拉系统设置于所述炉体的上方;所述提拉系统包括提拉动力装置以及与所述提拉动力装置连接的籽晶杆;还包括一控制系统,所述控制系统与所述电源、所述加热系统、所述冷却系统和所述提拉系统电连接,所述的加热系统包括一加热器、一坩埚和一支撑结构,所述支撑结构包括一支撑柱。

[0008] 本实用新型的进一步改进在于,所述加热器呈笼状并设置于所述支撑结构顶部;所述坩埚设置于所述加热器内;所述加热器与所述炉体之间设置有保温层。

[0009] 本实用新型的进一步改进在于,所述支撑结构还包括两分别固定于所述支撑柱顶部和底部的托盘。

[0010] 本实用新型的进一步改进在于,所述冷却系统包括水冷却环路;所述炉体的侧壁或底盘内设置有所述水冷却环路。

[0011] 本实用新型的进一步改进在于,所述冷却系统包括一气冷装置,所述支撑柱中空,所述气冷装置设置于所述支撑柱内,且所述支撑柱顶部的托盘形成与所述支撑柱的中空部对应的通孔。

[0012] 本实用新型的进一步改进在于,所述籽晶杆内设有所述水冷却环路。

[0013] 本实用新型的进一步改进在于,所述真空系统包括抽真空机构,所述抽真空机构通过一真空管与所述炉体的腔体连通;所述抽真空机构采用机械泵、罗茨泵、扩散泵和分子泵中的之一或任一组合。

[0014] 本实用新型的一种生长蓝宝石单晶的设备的生长蓝宝石单晶的方法,包括如下步骤:

[0015] a. 原料与装置准备步骤;

[0016] b. 通过真空系统对炉体进行抽真空;

[0017] c. 通过加热系统中的加热器对坩埚进行加热熔化原料形成熔体,所述坩埚由包括一支撑柱在内的支撑结构支撑;

[0018] d. 通过启动提拉系统将籽晶接触熔体实现接种引晶;

[0019] e. 利用控制系统控制电源,使得加热器的电压以 30 ~ 1000mv/h 的速率逐渐降低;并控制所述气冷装置中气体的温度和流量,使熔体沿着籽晶的方向逐渐结晶成单晶体;

[0020] f. 通过所述控制系统调节冷却系统,使得单晶体按预定形态平缓生长。

[0021] 本实用新型的进一步改进在于,所述通过加热器对坩埚进行加热熔化原料形成熔体步骤进一步包括步骤:

[0022] 通过加热器对坩埚进行加热,使坩埚的内部温度在 8 ~ 20 小时内从室温升高至 2050 ~ 2200℃;

[0023] 保温 0 ~ 10 个小时完全融化原料。

[0024] 本实用新型的进一步改进在于,所述通过所述控制系统调节冷却系统步骤进一步包括步骤:

[0025] 在单晶生长过程中,当所述熔体的固液界面呈凹型形态时,通过控制系统调低气冷装置中的气体温度,并加大气体流量,使所述熔体的固液界面由凹变凸;

[0026] 当所述熔体的固液界面呈凸形形态且其凸率超过一预设要求值,通过控制系统调高气冷装置中的气体温度,并减少气体流量。

[0027] 本实用新型由于采用了以上技术方案,使其具有以下有益效果是:

[0028] 通过控制系统、电源与制冷设备的配合,本实用新型提出的蓝宝石晶体的生长设备,可以通过控制系统控制坩埚支撑柱内气冷装置调节温度梯度,调整结晶前沿固液界面的形态,消除气泡和生长缺陷,提高单晶体尺寸和质量,使得生长的蓝宝石单晶没有诸如气泡、裂纹等的缺陷。在本实用新型的方法中,在单晶体生长过程中,通过调整底部气冷装置实现调整整个热场的温度梯度,改善固液界面形态,获得高质量蓝宝石晶体。

#### 附图说明

[0029] 图 1 为本实用新型生长蓝宝石单晶的设备的系统结构示意图;

[0030] 图 2 为本实用新型生长蓝宝石单晶的设备的加热系统和保温层结构示意图；

[0031] 图 3 为本实用新型实施例中晶体生长过程中，微凸形态固液界面示意图。

### 具体实施方式

[0032] 下面结合具体实施例对本实用新型作进一步说明。

[0033] 请参阅图 1，本实用新型的一种生长蓝宝石单晶的设备，包括一炉体 7，一真空系统 1、一提拉系统 2、一电源 6 以及设置于炉体 7 的一加热系统 3 和一冷却系统 4；真空系统 1 与炉体 7 的内腔连通；提拉系统 2 设置于炉体 7 的上方；提拉系统 2 包括提拉动力装置 21 以及与提拉动力装置 21 连接的籽晶杆 22；还包括一控制系统 5，控制系统 5 与电源 6、加热系统 3、冷却系统 4 和提拉系统 2 电连接。

[0034] 请参阅图 2，加热系统 3 包括一加热器 31、一坩埚 32 和一支撑结构 34，加热器 31 呈笼状并设置于支撑结构 34 顶部；坩埚 32 设置于加热器 31 内；加热器 31 与炉体 7 之间设置有保温层 33。保温层 33 为一层或多层结构。其中，支撑结构 34 包括一支撑柱 341 和两分别固定于支撑柱 341 顶部和底部的托盘 342。

[0035] 请参阅图 1、2，冷却系统 4 包括水冷却环路；炉体 7 的侧壁设置有水冷却环路，同时，籽晶杆 22 内也设有水冷却环路，籽晶杆 22 端部设有籽晶夹。

[0036] 冷却系统还包括一气冷装置 41，支撑柱 341 中空，气冷装置 41 设置于支撑柱 341 内，且支撑柱 341 顶部的托盘 342 形成与支撑柱 341 的中空部对应的通孔。

[0037] 真空系统 1 包括抽真空机构，抽真空机构通过一真空管与炉体 7 的腔体连通。抽真空机构可采用机械泵、罗茨泵、扩散泵和分子泵中的之一或任一组合。

[0038] 本实用新型的一种生长蓝宝石单晶的方法，包括如下步骤：

[0039] 首先，原料与装置准备步骤，具体包括：在籽晶杆 22 端部的籽晶夹上放置籽晶，并在坩埚 32 内放置 40 ~ 100 公斤的  $Al_2O_3$  原料；将坩埚 32 放置在炉体 7 中的笼状加热器 31 内；

[0040] 然后，通过真空系统 1 对炉体 7 进行抽真空；

[0041] 接着，通过加热系统 3 中的笼状加热器 31 对坩埚 32 进行加热熔化原料形成熔体；具体包括步骤，通过加热器 31 坩埚进行加热，使坩埚的内部温度在 8 ~ 20 小时内从室温升高至 2050 ~ 2150℃，本实施例中优选 8 小时从室温升高至 2100℃；坩埚 32 由包括一支撑柱 341 在内的支撑结构 34 支撑。

[0042] 保温 0-10 个小时完全融化原料，本实施例中优选保温 4 小时；

[0043] 然后，通过启动提拉系统 2 将籽晶接触熔体实现接种引晶；

[0044] 接着，利用控制系统 5 控制电源 6，使得加热器 31 的电压以 30-1000mv/h 的速率逐渐降低；并控制气冷装置 41 中氦气或氩气等冷却气体的温度和流量，使熔体沿着籽晶的方向逐渐结晶成单晶体；其中本实施例中优选电压以 600mv/h 的速率逐渐降低；

[0045] 最后通过控制系统 5 调节坩埚 32 下方支撑柱 341 中的气冷装置 41，使得单晶体按预定形态平缓生长；此方法可以调整晶体生长角度和固液界面形态，使晶体生长前沿的固液界面呈微凸的形态；其具体包括步骤：

[0046] 在单晶生长过程中，当熔体的固液界面呈凹型形态时，通过控制系统 5 调低气冷装置 41 中的气体的温度，并加大气体流量，使熔体的固液界面由凹变凸；

[0047] 当熔体的固液界面呈凸形形态且其凸率超过一预设要求值,通过控制系统 5 调高气冷装置 41 中的气体温度,并减少气体流量。

[0048] 实施例中晶体生长过程中,微凸形态固液界面示意图请参阅图 3,通过图 3 可见,本实施例中微凸形态生长的蓝宝石晶体,没有气泡、裂纹等的缺陷,单晶性能和品质较好。

[0049] 此外,将生长的蓝宝石单晶处理成晶圆,在 KOH 溶液中腐蚀,测量显示单位面积缺陷密度为 10-1000EPD/cm<sup>2</sup>。

[0050] 以上结合附图实施例对本实用新型进行了详细说明,本领域中普通技术人员可根据上述说明对本实用新型做出种种变化例。因而,实施例中的某些细节不应构成对本实用新型的限定,本实用新型将以所附权利要求书界定的范围作为本实用新型的保护范围。

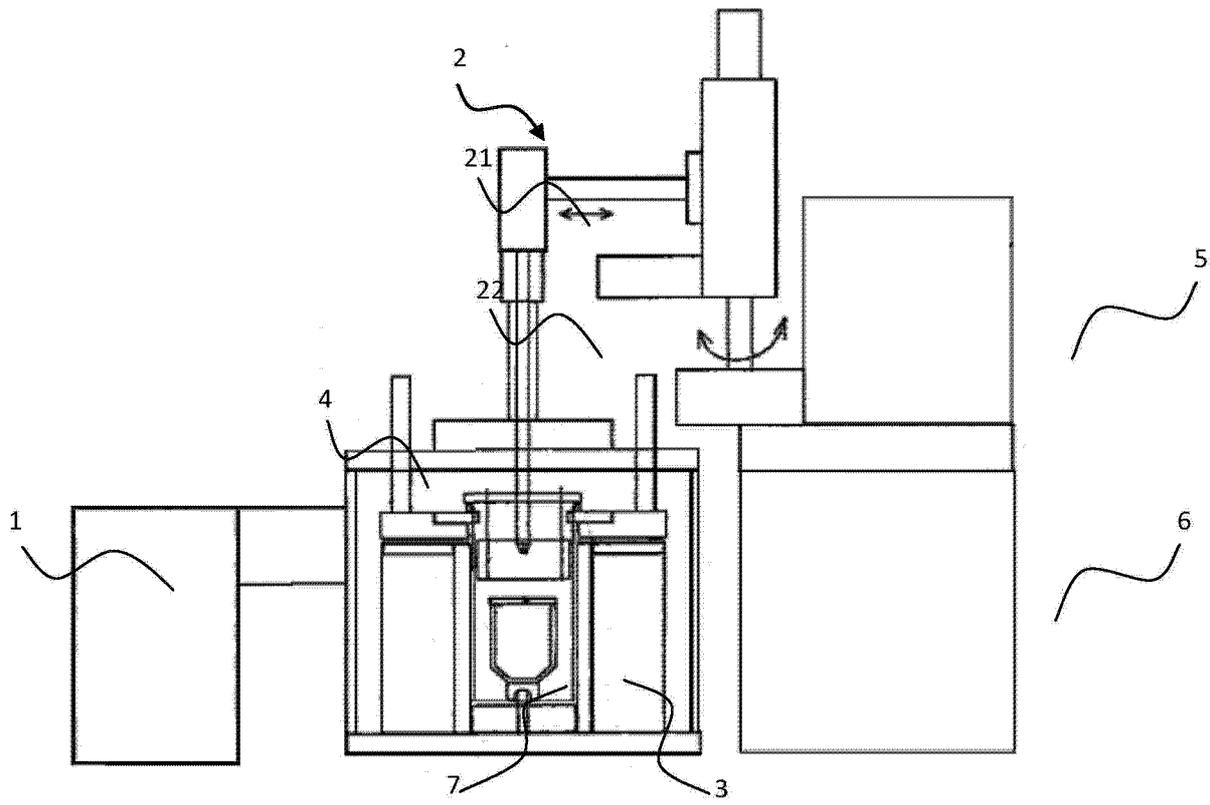


图 1

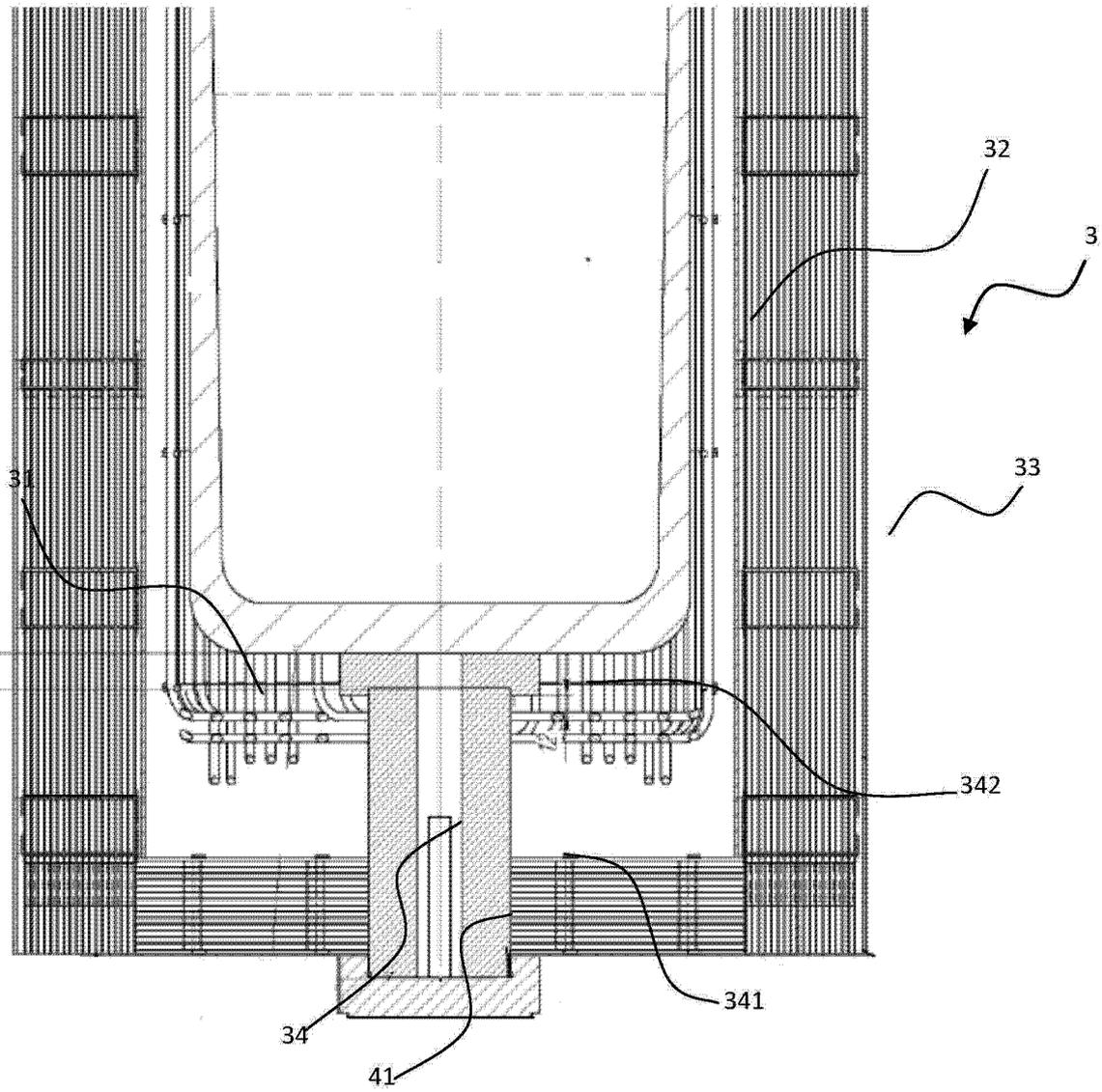


图 2

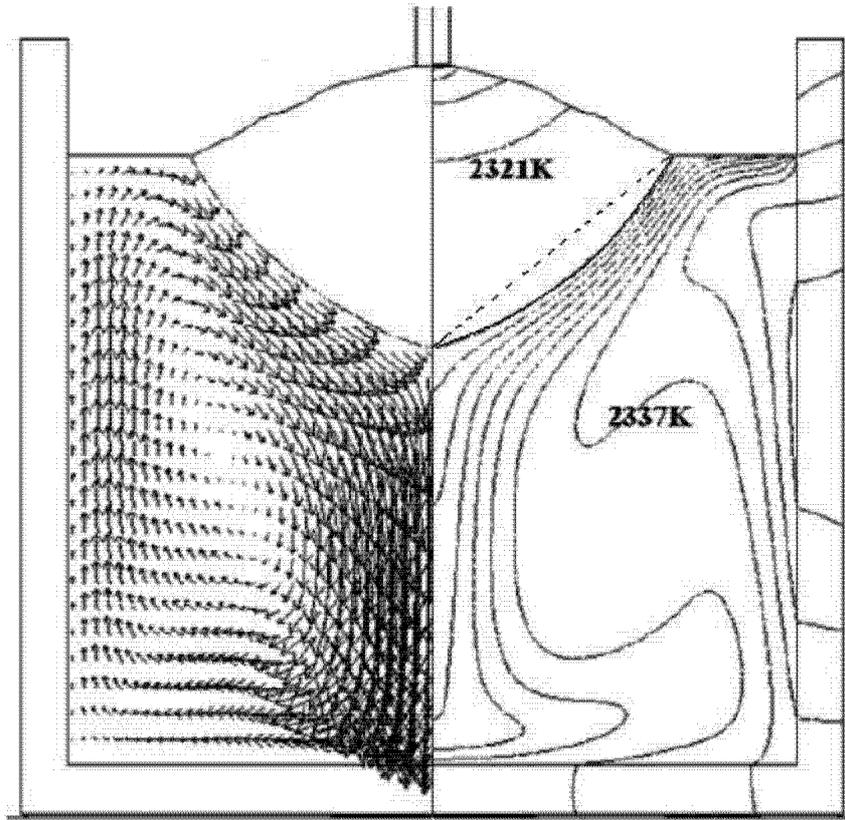


图 3