



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111663176 B

(45) 授权公告日 2022.03.15

(21) 申请号 202010562410.0

(22) 申请日 2020.06.18

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111663176 A

(43) 申请公布日 2020.09.15

(73) 专利权人 眉山博雅新材料股份有限公司  
地址 620010 四川省眉山市东坡区金象化  
工产业园区君乐路3号

(72) 发明人 王宇 官伟明 梁振兴 李敏

(74) 专利代理机构 成都七星天知识产权代理有  
限公司 51253  
代理人 杨永梅

(51) Int. Cl.  
C30B 9/00 (2006.01)  
C30B 15/00 (2006.01)

(56) 对比文件

- CN 104294365 A, 2015.01.21
- CN 104928757 A, 2015.09.23
- CN 210367996 U, 2020.04.21
- CN 103420345 A, 2013.12.04
- CN 103420345 A, 2013.12.04
- CN 104294365 A, 2015.01.21
- CN 209397295 U, 2019.09.17
- CN 1362543 A, 2002.08.07
- CN 102367588 A, 2012.03.07
- CN 104562183 A, 2015.04.29
- CN 205223412 U, 2016.05.11
- CN 210085622 U, 2020.02.18
- CN 105821471 A, 2016.08.03
- CN 106435735 A, 2017.02.22

审查员 游巧

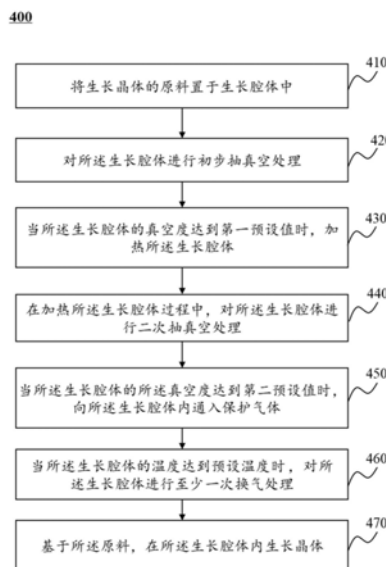
权利要求书1页 说明书14页 附图7页

(54) 发明名称

一种晶体生长方法及装置

(57) 摘要

本申请公开了一种晶体生长方法和装置。该晶体生长方法和装置能够抑制晶体生长过程中生长腔体的氧化挥发。在对装有生长晶体的原料的生长腔体进行初步抽真空处理后,在加热生长腔体过程中,对生长腔体进行二次抽真空处理,然后向生长腔体通入保护气体以及对生长腔体进行换气处理,能有效地减少生长腔体内的氧气,进而抑制晶体生长过程中的生长腔体氧化挥发的问题,从而提高晶体质量。



1. 一种晶体生长方法,其特征在于,所述方法包括:
  - 将生长ND:YAG晶体的原料置于生长腔体中;
  - 对所述生长腔体进行初步抽真空处理;
  - 当所述生长腔体的真空度达到第一预设值时,加热所述生长腔体,其中,所述第一预设值为0.5Pa-10Pa;
  - 在加热所述生长腔体过程中,对所述生长腔体进行二次抽真空处理,所述在加热所述生长腔体过程中,对所述生长腔体进行二次抽真空处理包括:
    - 当所述生长腔体的温度低于温度阈值时,同时对所述生长腔体进行加热和抽真空处理;
    - 当所述生长腔体的温度达到所述温度阈值后,暂停对所述生长腔体的继续加热,保持所述生长腔体恒温,在所述温度阈值下对所述生长腔体进行抽真空处理;
    - 所述温度阈值为800-1400摄氏度;
    - 当所述生长腔体的所述真空度达到第二预设值时,暂停对所述生长腔体加热,然后向所述生长腔体内通入保护气体,其中,所述第二预设值为0.05Pa;
    - 当所述生长腔体的压力达到预设压力值时,继续对所述生长腔体进行加热,其中,所述预设压力值为0.01MPa;以及
    - 当所述生长腔体的温度达到预设温度时,对所述生长腔体进行2次换气处理,其中,所述预设温度是所述晶体熔点温度的69%-71%;
    - 所述换气处理包括:先对所述生长腔体进行抽气处理,当所述生长腔体内的压力达到-0.08MPa时,停止抽气处理,并向所述生长腔体通入保护气体,以使所述生长腔体中的压力保持在0.02MPa;
    - 基于所述原料,在所述生长腔体内生长所述ND:YAG晶体;以及
    - 所述生长腔体是铍坩埚。
2. 根据权利要求1所述的晶体生长方法,其特征在于,所述铍坩埚表面涂覆有保护层。
3. 根据权利要求2所述的晶体生长方法,其特征在于,所述保护层包括氧化锆涂层、纳米陶瓷涂层、ZS-1023金属防氧化涂层、CY-CM耐火隔热涂层中的至少一种。
4. 根据权利要求1所述的晶体生长方法,其特征在于,所述保护气体包括氩气。
5. 根据权利要求1所述的晶体生长方法,其特征在于,所述方法还包括:
  - 对所述生长腔体内的气体进行气体循环过滤以吸附所述生长腔体内的水蒸气。
6. 根据权利要求5所述的晶体生长方法,其特征在于,所述气体循环过滤的干燥剂包括 $P_2O_5$ 、硅胶、MgO、分子筛、无水流酸钙中的至少一种。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,通过加热线圈加热所述生长腔体,所述加热线圈表面经过绝缘处理,其中,所述绝缘处理包括涂绝缘漆、缠绝缘布中的至少一种。

## 一种晶体生长方法及装置

### 技术领域

[0001] 本申请涉及晶体生长领域,特别涉及一种抑制晶体生长过程中生长腔体氧化挥发的方法及装置。

### 背景技术

[0002] 闪烁晶体是一种能将电离辐射能(例如, $\gamma$ 射线、X射线)转化为光能(例如,可见光)的能量转化介质,其被广泛用于X射线断层扫描(CT)、正电子发射断层扫描(PET)、工业断层扫描(工业CT)、油井勘探、核物理、高能物理、环境检测、安全检测等领域。在制备闪烁晶体时,通常需要对生长腔体进行加热处理且生长腔体内通常会有少量氧气(即使经过抽真空处理),在高温且含氧条件下,生长腔体可能会氧化挥发,进而影响制备的晶体质量。因此,有必要提供一种能有效抑生长腔体的氧化挥发的晶体生长方法及装置。

### 发明内容

[0003] 本申请一方面提供一种晶体生长方法,所述方法包括以下至少一种操作。将生长晶体的原料置于生长腔体中。对所述生长腔体进行初步抽真空处理。当所述生长腔体的真空度达到低于预设值时,加热所述生长腔体。在加热所述生长腔体的过程中,对所述生长腔体进行二次抽真空处理。当所述生长腔体的所述真空度达到第二预设值时,向所述生长腔体内通入保护气体。当所述生长腔体的温度达到预设温度时,对所述生长腔体进行至少一次换气处理。基于所述原料,在所述生长腔体内生长晶体。

[0004] 本申请的另一方面提供一种用于晶体生长的设备。所述设备包括生长腔体,用于放置生长晶体的原料并基于所述原料生长晶体。所述设备还包括真空装置,用于对所述生长腔体进行抽真空处理,其中,将所述原料置于所述生长腔体后,所述真空装置对所述生长腔体进行初步抽真空处理。所述设备还包括加热装置,用于加热所述生长腔体,其中,当所述生长腔体的真空度达到第一预设值时,所述加热装置加热所述生长腔体。所述设备还包括通/换气装置,用于向所述生长腔体进行通气或换气操作。在加热所述生长腔体过程中,所述真空装置用于对所述生长腔体进行二次抽真空处理;当所述生长腔体的所述真空度达到第二预设值时,所述通/换气装置用于向所述生长腔体内通入保护气体;以及当所述生长腔体的温度达到预设温度时,所述通/换气装置用于对所述生长腔体进行至少一次换气处理。

### 附图说明

[0005] 本申请将以示例性实施例的方式进一步说明,这些示例性实施例将通过附图进行详细描述。这些实施例并非限制性的,在这些实施例中,相同的编号表示相同的结构,其中:

[0006] 图1是根据本申请的一些实施例所示的示例性晶体生长装置的示意图;

[0007] 图2是根据本申请的一些实施例所示的示例性生长腔体的示意图;

[0008] 图3是根据本申请的一些实施例所示的示例性气体过滤循环装置的示意图;

- [0009] 图4是根据本申请的一些实施例所示的示例性晶体生长方法的流程图；
- [0010] 图5是未使用本申请所述的晶体生长方法生长晶体后的温场四周的图像；
- [0011] 图6是使用本申请所述的晶体生长方法生长晶体后的温场四周的图像；
- [0012] 图7是未使用本申请所述的晶体生长方法生长得到的氧化物晶体的图像；以及
- [0013] 图8是使用本申请所述的晶体生长方法生长得到的氧化物晶体的图像。

### 具体实施方式

[0014] 为了更清楚地说明本申请实施例的技术方案，下面将对实施例描述中所需要使用的附图作简单的介绍。显而易见地，下面描述中的附图仅仅是本申请的一些示例或实施例，对于本领域的普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图将本申请应用于其它类似情景。除非从语言环境中显而易见或另做说明，图中相同标号代表相同结构或操作。

[0015] 应当理解，本文使用的“系统”、“装置”、“单元”和/或“模组”是用于区分不同级别的不同组件、元件、部件、部分或装配的一种方法。然而，如果其他词语可实现相同的目的，则可通过其他表达来替换所述词语。

[0016] 如本申请和权利要求书所示，除非上下文明确提示例外情形，“一”、“一个”、“一种”和/或“该”等词并非特指单数，也可包括复数。一般说来，术语“包括”与“包含”仅提示包括已明确标识的步骤和元素，而这些步骤和元素不构成一个排它性的罗列，方法或者设备也可能包含其它的步骤或元素。

[0017] 在本说明书中，数值范围是为了简明扼要表述包括在该范围的每一个数值。

[0018] 在本说明书中，“晶体生长”和“晶体制备”可以互换使用。在本说明书中，“挥发”和“氧化挥发”可以互换使用。在本说明书中，为了方便描述，使用了术语“生长腔体”来指代指其中的坩埚，“生长腔体”和“坩埚”可以互换使用。

[0019] 本申请中使用了流程图用来说明根据本申请的实施例的系统所执行的操作。应当理解的是，前面或后面操作不一定按照顺序来精确地执行。相反，可以按照倒序或同时处理各个步骤。同时，也可以将其他操作添加到这些过程中，或从这些过程移除某一步或数步操作。

[0020] 图1是根据本申请一些实施例所示的示例性晶体生长装置的示意图。如图1所示，晶体生长装置100可以包括生长腔体110、真空装置120、通/换气装置140以及加热装置130。

[0021] 生长腔体110可以用于放置生长晶体的原料并基于原料生长晶体。在一些实施例中，生长腔体110也可以被称为晶体生长炉(或单晶生长炉)。在一些实施例中，生长腔体110可以包括温场220。相应地，可以将原料置于温场装置220的坩埚225中。关于温场装置220的更多描述可见本申请其他位置，例如，图2及其描述。

[0022] 真空装置120可以用于对生长腔体110进行抽真空处理。例如，将原料置于生长腔体110后，真空装置120可以对生长腔体110进行初步抽真空处理。又例如，在加热生长腔体110过程中，真空装置120还可以用于对生长腔体110进行二次抽真空处理。在一些实施例中，真空装置120可以包括机械泵、扩散泵、旋片式真空泵、喷射泵、分子真空泵等或其任意组合。在一些实施例中，针对不同的晶体生长阶段可以使用不同的真空装置。例如，当把原料至于生长腔体110后，可以先使用机械泵对生长腔体110进行抽真空处理。当生长腔体110

的真空度小于或等于预设真空度时(例如,30帕、25帕、20帕、15帕、10帕)时,可以使用扩散泵对生长腔体110进行抽真空处理。在一些实施例中,为了提高真空装置120的工作效率,可以对真空装置120进行循环冷却。

[0023] 加热装置130可以位于生长腔体110内部,可用于加热生长腔体110。例如,当生长腔体110的真空度达到第一预设值(例如,0.00005-10帕)时,加热装置130可以加热生长腔体110。在一些实施例中,加热装置130可以包括感应加热装置、电阻加热装置等或其任意组合。在一些实施例中,如图2所示,生长腔体110可以包括炉膛壁210以及温场装置220。相应地,加热装置130(例如,线圈228)可以用于加热温场装置220。在本申请中,对生长腔体110加热,可以理解为对温场装置220加热。

[0024] 通/换气装置140可以用于向生长腔体110进行通气和/或换气操作。例如,当生长腔体110的真空度达到第二预设值(例如,0.00005-0.1帕)时,通/换气装置140可以用于向生长腔体110内通入保护气体。又例如,当生长腔体110的温度达到预设温度(例如,晶体熔点温度的50%-90%)时,通/换气装置140可以用于对生长腔体进行至少一次换气处理。在一些实施例中,通/换气装置140可以包括气源瓶、管道、阀门等。在一些实施例中,通/换气装置140可以和真空装置120配合达到通/换气的目的。例如,可以先使用真空装置120进行抽气处理后,再使用通/换气装置140通入气体。在一些实施例中,在向生长腔体110内通入气体之前,可以检查管道、阀门等是否完好,排除管道内的空气后再进行通气。

[0025] 在一些实施例中,晶体生长装置100还可以包括气体循环过滤装置300(图1中未示出)。气体循环过滤装置300可以用于去除生长腔体100内的水蒸气。关于气体循环过滤装置300的更多描述可见本申请其他位置,例如,图3及其描述。

[0026] 应该注意的是,上述描述仅出于说明性目的而提供,并不旨在限制本申请的范围。对于本领域普通技术人员而言,在本申请内容的指导下,可做出多种变化和修改。可以以各种方式组合本申请描述的示例性实施例的特征、结构、方法和其他特征,以获得另外的和/或替代的示例性实施例。

[0027] 图2是根据本申请一些实施例所示的示例性生长腔体的示意图。如图2所示,生长腔体110可以包括炉膛壁210和温场装置220。温场装置220可以包括底板221、第一筒222、第二筒223、垫块224、坩埚225、第一盖板226、第二盖板227和线圈228。

[0028] 底板221设置在温场装置220的底端,用于承载温场装置220的其他部件,例如,第一筒222、第二筒223和/或垫块224。在一些实施例中,底板221可以由反射系数相对高的热反射材料制成,例如金、银、镍、铝、铜、钼、钨、镀层金属、不锈钢等。优选地,底板221可以由氧化铝或氧化锆制成。

[0029] 第一筒222安装在底板221上,构成温场装置220的外壁部分,用于保温温场装置220。在一些实施例中,底板221可以覆盖第一筒222的下开口端或放于第一筒222内。在一些实施例中,第一筒222可以通过焊接、铆接、螺栓、粘接、平放等方式安装于底板221上。相应地,第一筒222可以和温场装置220的其他部件(例如,底板221、第二盖板227)配合,实现对温场装置220内部的密封和保温。

[0030] 第二筒223可以设置在第一筒222内部,用于在晶体生长过程中保持相对稳定的温度。在一些实施例中,第二筒223可以由耐热性能相对良好的材质制成,例如,氧化锆、氧化铝、石墨、陶瓷等。优选地,第二筒223可以是由氧化锆制成的锆管或弧形锆砖。在一些实施

例中,第二筒223的高度可以和第一筒222的高度相同或不同。在一些实施例中,当第二筒223的高度等于第一筒222的高度时,第二筒223的下开口端可以与底板221连接,上开口端与第一盖板226连接。在一些实施例中,当第二筒223的高度小于第一筒222的高度时,第二筒223的下开口端可以与底板221连接,上开口端则与温场装置220的其他部件(例如,第二盖板227)连接。

[0031] 垫块224可以设置在底板221上,用于支撑坩埚225。由于垫块224高度可能影响发热中心的位置,进而影响垂直方向上熔体界面上方的温度,因此,可以通过改变垫块224的高度,调节坩埚225与线圈228的相对位置。在一些实施例中,垫块224可以是由耐高温材料(例如,氧化锆、氧化铝)制成的砖、盘、板等。

[0032] 坩埚225可以用于放置晶体生长的原料。在一些实施例中,坩埚225可以放置在垫块224上。在一些实施例中,坩埚225可以由铱金属(Ir)、钼金属(Mo)、钨金属(W)、铼金属(Re)、石墨(C)、钨钼合金等制成。优选地,坩埚225可以是铱坩埚。在一些实施例中,坩埚225可以作为发热体,以熔化盛放在其中的原料,便于后续晶体生长。在一些实施例中,不同类型的加热装置,可以对应不同类型的坩埚。例如,如果加热装置为感应加热装置,坩埚225可以由铱金属(Ir)、钼金属(Mo)、钨金属(W)、铼金属(Re)、石墨(C)、钨钼合金等制成。如果加热装置为电阻加热装置,坩埚225可以由钼金属(Mo)、钨金属(W)、石墨(C)、钨钼合金等制成。

[0033] 在一些实施例中,在将生长晶体的原料置于坩埚225之前,可以对坩埚225进行装配前处理。在一些实施例中,装配前处理可以包括涂层处理、喷砂处理、酸液泡洗、异物清洁中的一种或多种。涂层处理可以是指对坩埚的外表面增加高温涂层,例如,氧化锆( $ZrO_2$ )涂层、氧化钇( $Y_2O_3$ )涂层、纳米陶瓷涂层、ZS-1023金属防氧化涂层、CY-CM耐火隔热涂层、聚酰胺有机硅涂层等。经涂层处理的坩埚可以隔绝或减少氧气与坩埚表面的接触。在一些实施例中,可以采用等离子喷涂工艺进行涂层处理,使高温涂层与坩埚的粘结更加紧密。喷砂处理可以用于去除氧化物或附着在坩埚表面的其他异物。待用清水清洗干净后,还可以对坩埚进行酸液泡洗处理。在一些实施例中,酸可以包括有机酸和/或无机酸。示例性的有机酸可以包括羧酸(例如,甲酸、乙酸、乙二酸等)、磺酸(例如,乙磺酸、苯磺酸等)、亚磺酸等中的一种或多种。示例性的无机酸可以包括盐酸、硫酸、硝酸、磷酸等中的一种或多种组合。浸泡完成后,可以使用纯水对坩埚进行清洗并烘干。异物清洁可以是指清除坩埚内异物,并用医用酒精反复擦拭。待对坩埚的装配前处理完成后,即可进行安装。

[0034] 在一些实施例中,坩埚225可以是单个坩埚或由两个或以上的坩埚套用组成。在一些实施例中,当坩埚225由内层坩埚和外层坩埚套用组成内外层有通孔的坩埚时,内层坩埚整体以及外层坩埚的内表面可以不做涂层处理,而仅对外层坩埚外表面做涂层处理。在一些实施例中,当内层坩埚和外层坩埚紧密贴合时,外层坩埚整体以及内层坩埚外表面需做涂层处理,而内层坩埚内表面可以不做涂层处理。在一些实施例中,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是1-20毫米。较为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是2-18毫米。更为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是4-16毫米。更为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是6-14毫米。更为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是8-12毫米。更为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是9-11毫米。更为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度可以是9.5-10.5毫米。更为优选地,内层坩埚和/或外层坩埚的厚度

可以是10毫米。在一些实施例中,内层坩埚和外层坩埚的材质可以相同或不同。

[0035] 第一盖板226可以设置于温场装置220的顶部,用于与其他部件(例如,第三筒231和/或第四筒232)配合以对温场装置220进行密封。例如,第一盖板226和第三筒231的连接处可以使用硅胶密封圈,并拧上螺丝压紧密封。在一些实施例中,第一盖板226可以与底板221类似,同样由具有相对高反射系数的热反射材料制成,如金、银、镍、铝、铜、钼、锆、镀层金属、不锈钢等。优选地,第一盖板226可以是氧化铝或氧化锆板。在一些实施例中,第三筒231的尺寸与第一筒222的尺寸(如,横截面直径)可以相同或不同。第四筒232的尺寸与第二筒223的尺寸可以相同或不同。例如,第三筒231与第一筒222可以是尺寸相同材质相同的一个整体。又例如,第三筒231的尺寸可以小于第一筒222的尺寸。

[0036] 在一些实施例中,第一盖板226上可以包括至少一个通孔。基于至少一个通孔,可以向温场装置200内通气或对温场装置200进行换气处理。在一些实施例中,第一盖板226可以设置有循环冷却液通路,以减少温场装置220内部从上方散发的热辐射。冷却液通道中流通有冷却液,可以包括水、乙醇、乙二醇、异丙醇、正己烷等或其任意组合。

[0037] 第二盖板227可以设置于第一筒222的内部,覆盖于第二筒223的上开口端,并通过焊接、铆接、螺栓、粘接等方式连接第二筒223。在一些实施例中,第二盖板227可以由隔热性能相对良好的材料制成,以达到保温、隔热的作用。例如,第二盖板227可以是氧化铝板、氧化锆板、陶瓷板、金属板等。在一些实施例中,第二盖板227的直径由第一筒222的内径决定。第二盖板227可以与第一筒222的内壁完全贴合。

[0038] 线圈228可以围绕于第一筒222外壁,用于加热温场装置220。当线圈228在通入一定频率的交变电流时,周围可以产生交变磁场。交变磁场的电磁感应作用使导体(例如,坩埚225)内产生封闭的感应电流(即,涡流)。感应电流在导体截面上分布不均匀,表面的高密度电流的电能将转化为热能而使导体的温度升高从而实现化料的目的。在一些实施例中,为了防止在高温高压下线圈228匝与匝之间由于离子电离击穿形成匝间短路造成中频电源输出故障而停机,可以对线圈228进行绝缘处理。绝缘处理可以包括在线圈228表面涂上绝缘漆、在线圈228上缠上高温绝缘布等或其组合。

[0039] 在一些实施例中,线圈228可以具有5-14匝线圈。较为优选地,线圈228可以具有6-13匝线圈。更为优选地,线圈228可以具有7-12匝线圈。更为优选地,线圈228可以具有8-11匝线圈。更为优选地,线圈228可以具有9-10匝线圈。

[0040] 在一些实施例中,线圈228的感应频率可以为2千赫兹-15千赫兹。较为优选地,线圈228的感应频率可以为3千赫兹-14千赫兹。更为优选地,线圈228的感应频率可以为4千赫兹-13千赫兹。更为优选地,线圈228的感应频率可以为5千赫兹-12千赫兹。更为优选地,线圈228的感应频率可以为6千赫兹-11千赫兹。更为优选地,线圈228的感应频率可以为7千赫兹-10千赫兹。更为优选地,线圈228的感应频率可以为8千赫兹-9千赫兹。

[0041] 在一些实施例中,线圈228的感应额定功率可以是15-60千瓦。较为优选地,线圈228的感应额定功率可以是20-55千瓦。更为优选地,线圈228的感应额定功率可以是20-50千瓦。更为优选地,线圈228的感应额定功率可以是30-45千瓦。更为优选地,线圈228的感应额定功率可以是36-44千瓦。更为优选地,线圈228的感应额定功率可以是37-43千瓦。更为优选地,线圈228的感应额定功率可以是38-42千瓦。更为优选地,线圈228的感应额定功率可以是39-41千瓦。

[0042] 在一些实施例中,线圈228所围成的圆柱的内径可以是180-780毫米。较为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是200-700毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是250-650毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是300-600毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是350-550毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是400-500毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是420-480毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是440-460毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是445-455毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的内径可以是447-450毫米。

[0043] 在一些实施例中,线圈228所围成的圆柱的高可以是150-700毫米。较为优选地,线圈228所围成的圆柱的高可以是200-650毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的高可以是250-600毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的高可以是300-550毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的高可以是350-500毫米。更为优选地,线圈228所围成的圆柱的高可以是400-450毫米。

[0044] 更多关于温场装置220的描述可以在,例如,名称为“无需退火的氧化物晶体生长方法及设备”,申请号为PCT/CN2019/101693的国际申请中找到,其内容在此引入作为参考。

[0045] 图3是根据本申请一些实施例所示的示例性气体循环过滤装置的示意图。如图3所示,气体循环过滤装置300可以包括阀门(例如,第一阀门312、第二阀门314)、至少一个密封罐体320、滤网(例如,第一滤网332、第二滤网334)、流量计340、气泵350和连接管360。

[0046] 阀门可以设置于生长腔体110的进口和出口,可以用于控制生长腔体110与气体循环过滤装置300的连通或断开。例如,当第一阀门312和第二314同时关闭时,可以阻断生长腔体110内的气体通过气体循环过滤装置300。在一些实施例中,阀门还可以用于改变气流方向、调节气流量大小等。在一些实施例中,阀门可以包括真空挡板阀门、真空顶针阀门、真空球阀、真空充气阀、气动真空阀等或其任意组合。

[0047] 至少一个密封罐体320可以用于盛放干燥剂。在一些实施例中,干燥剂可以包括五氧化二磷( $P_2O_5$ )、硅胶、氧化镁( $MgO$ )、分子筛、无水硫酸钙等或其任意组合。需要注意的是,本申请中密封罐体的厚度、材质等并不做限制性要求,只要能真空密封即可。

[0048] 滤网可以用于过滤气体,例如用于过滤大颗粒挥发物或杂质。

[0049] 流量计340可以用于测量循环气体的流量。在一些实施例中,流量计340可以包括差压式流量计、转子流量计、节流式流量计、容积流量计等或其任意组合。

[0050] 气泵350可以用于为气体循环提供动力。

[0051] 连接管360可以用于将气体循环过滤装置300的多个部件连接,以与生长腔体形成闭环回路。在一些实施例中,连接管的内径可以为0.1-20毫米。较为优选地,连接管的内径可以为1-20毫米。更为优选地,连接管的内径可以为2-18毫米。更为优选地,连接管的内径可以为4-16毫米。更为优选地,连接管的内径可以为6-14毫米。更为优选地,连接管的内径可以为8-12毫米。更为优选地,连接管的内径可以为10毫米。在一些实施例中,连接管的材质可以是铜管、铝管、高分子材料管等或其任意组合。需要注意的是,本申请中对连接管的材质并不做限制性要求,只要能真空密封即可。

[0052] 图4是根据本申请的一些实施例所示的示例性晶体生长方法的流程图。在一些实施例中,过程400可以由控制系统自动执行。例如,过程400可以通过控制指令实现,控制系

统基于控制指令,控制各个装置完成过程400的各个操作。在一些实施例中,过程400可以半自动执行。例如,过程400的一个或多个操作可以由操作者手动执行。在一些实施例中,在完成过程400时,可以添加一个或以上未描述的附加操作,和/或删减一个或以上此处所讨论的操作。另外,图4中所示的操作的顺序并非限制性的。

[0053] 步骤410,将生长晶体的原料置于生长腔体中(例如,生长腔体110)。在一些实施例中,生长腔体可以包括温场装置(例如,温场装置220)。具体地,将生长晶体的原料置于生长腔体中可以指将生长晶体的原料置于温场装置中的坩埚(例如,坩埚225)中。

[0054] 在一些实施例中,在将原料置于生长腔体中之前,可以根据计划生长的晶体所需的工艺要求,调整与生长腔体相关的参数。例如,可以调节温场、坩埚和炉膛壁之间的同心度、水平度等,使其满足预设要求,例如,调整同心度和水平度均小于1毫米等。又例如,可以对坩埚进行涂层保护处理。再例如,可以对加热线圈进行绝缘处理。进一步例如,可以根据工艺要求提前将籽晶安装在提拉杆上。更多对生长腔体的安装和/或调整参见本申请图1及其描述,此处不再赘述。

[0055] 在一些实施例中,可以根据与计划生长的晶体相关的反应方程式确定生长晶体的原料的摩尔比。进一步地,可以根据摩尔比对原料进行称重,并将称重后的原料置于生长腔体中。在一些实施例中,可以生长的晶体可以包括硅酸盐、铝酸盐、石榴石等氧化物晶体。例如,可以生长的晶体可以包括 $(X_{1-y}Y_y)_2SiO_5$ 、 $(X_{1-y}Y_y)_3(A_{1-b}B_b)_5O_{12}$ 、 $(X_{1-y}Y_y)VO_4$ 等,其中,X由Gd、Lu、Y、La、Yb中的一个或以上组成,Y由B、Li、Ga、Gd、Ce、Y、Yb、Er中的一个或以上组成,A由Al、Ga、In、Sc中的一个或以上组成,B为Al。在一些实施例中,可以生长的晶体可以包括GAGG、YAG、LSO、LYSO、GYSO、TGG、GGG、YVO4、GSO、蓝宝石等,以及各自的掺杂晶体。在一些实施例中,原料中的一个或以上可以过量反应物总重量一定比例。例如,对于晶体LYSO,其原料 $SiO_2$ 可以过量反应物总重量的0.01%-10%。

[0056] 在一些实施例中,由于原料的纯度对于晶体的闪烁性能具有较大的影响,因此,为了使最终得到的晶体满足要求,所用于生长晶体的原料的纯度可以大于99%。较为优选地,原料的纯度可以大于99.9%。更为优选地,原料的纯度可以大于99.99%。更为优选地,原料的纯度可以大于99.999%。在一些实施例中,为了尽量将原料中包含的其他物质(例如,水、其他金属元素(例如,铈、镓、铝、钷等))去除,使原料更加纯净,可以将原料分别进行高温焙烧,以达到去除水以及其他易挥发物质的目的。在一些实施例中,还可以对原料进行常温混料、等静压压制等预处理。

[0057] 步骤420,对生长腔体进行初步抽真空处理。在一些实施例中,可以通过真空装置120进行初步抽真空处理。

[0058] 在一些实施例中,可以首先启动机械泵对生长腔体进行抽真空处理。当生长腔体的真空度小于或等于预设真空度(例如,30帕、25帕、20帕、15帕、10帕)时,再启动扩散泵对生长腔体进行抽真空处理。

[0059] 由于原料需要至少部分熔化后才可以进行晶体生长,需对生长腔体进行加热以熔化原料。同时,晶体生长过程中所需温度较高(例如,1900摄氏度),会向外部产生大量热辐射。进一步地,晶体生长时间相对较长(例如,4天-40天),长时间的高温辐射会影响晶体生长装置的性能。因此,在进行初步抽真空处理之前,可以启动辅助设备(例如,冷却装置)和/或向温场装置220中的循环冷却液通路中通入冷却液,以降低后续晶体生长过程中可能产

生的热辐射。冷却装置所采用的冷却方法可以是液冷、风冷、气冷或其他冷却方式。当采用液冷时,所使用的冷却液可以是水、乙醇、乙二醇、异丙醇、正己烷等或其任意组合。

[0060] 步骤430,当生长腔体的真空度达到第一预设值时,可以加热生长腔体(以使原料熔化以进行晶体生长,可称之为“升温化料过程”)。在一些实施例中,可以通过加热装置130对生长腔体进行加热。

[0061] 在一些实施例中,第一预设值可以是0.00005-10帕。较为优选地,第一预设值可以是0.0005-10帕。更为优选地,第一预设值可以是0.005-10帕。更为优选地,第一预设值可以是0.05-10帕。更为优选地,第一预设值可以是0.5-10帕。更为优选地,第一预设值可以是1-10帕。更为优选地,第一预设值可以是2-9帕。更为优选地,第一预设值可以是3-8帕。更为优选地,第一预设值可以是4-7帕。更为优选地,第一预设值可以是5-6帕。更为优选地,第一预设值可以是5.5帕。

[0062] 步骤440,在加热生长腔体的过程中,可以对生长腔体进行二次抽真空处理。在一些实施例中,可以通过真空装置120进行二次抽真空处理。

[0063] 在一些实施例中,当生长腔体的温度低于温度阈值时,可以同时生长腔体进行加热和抽真空处理(即二次抽真空处理)。也就是说,在加热生长腔体的同时,不关闭真空装置120,而是持续对生长腔体进行抽真空处理(即,可以理解为初步抽真空处理和二次抽真空处理在持续进行)。在一些实施例中,当生长腔体的温度达到温度阈值时,在温度阈值下对生长腔体进行抽真空处理。例如,当生长腔体的温度达到温度阈值后,暂停对生长腔体的继续加热,保持生长腔体恒温,在该温度下对生长腔体进行二次抽真空处理。又例如,在对生长腔体加热时,可以关闭真空装置120,当生长腔体的温度达到温度阈值后,再次开启真空装置120对生长腔体进行二次抽真空处理。

[0064] 在一些实施例中,温度阈值可以为800-1400摄氏度。较为优选地,温度阈值可以为850-1350摄氏度。更为优选地,温度阈值可以为900-1300摄氏度。更为优选地,温度阈值可以为950-1250摄氏度。更为优选地,温度阈值可以为1000-1200摄氏度。更为优选地,温度阈值可以为1050-1150摄氏度。

[0065] 步骤450,当生长腔体的真空度达到第二预设值时,向生长腔体内通入保护气体。在一些实施例中,可以通过通/换气装置140向生长腔体内通入保护气体。

[0066] 在一些实施例中,第二预设值可以是0.00005-0.1帕。较为优选地,第二预设值可以是0.0005-0.1帕。更为优选地,第二预设值可以是0.005-0.1帕。更为优选地,第二预设值可以是0.01-0.1帕。更为优选地,第二预设值可以是0.02-0.1帕。更为优选地,第二预设值可以是0.03-0.09帕。更为优选地,第二预设值可以是0.04-0.008帕。更为优选地,第二预设值可以是0.05-0.07帕。更为优选地,第二预设值可以是0.055-0.65帕。

[0067] 在一些实施例中,在向生长腔体内通入保护气体之前,可以关闭真空装置,即完成了对生长腔体的抽真空处理。在一些实施例中,在向生长腔体内通入保护气体之前,可以暂停对生长腔体加热或将加热装置的输出功率降为第一预设功率值(例如,5000瓦、4500瓦、4000瓦、3500瓦、3000瓦等)。

[0068] 在一些实施例中,保护气体可以是氢气与惰性气体中的一种或多种的混合气体。应当注意,本申请所述的惰性气体可以包括氮气、氦气、氖气、氩气、氪气、氙气等。在一些实施例中,可以先充入氢气,再充入惰性气体。在一些实施例中,可以将氢气与惰性气

体混合后再一起通入生长腔体。在一些实施例中,可以通过两根管道同时分别将氢气和惰性气体通入生长腔体。在一些实施例中,氢气的体积占比可以是0.001%-20%。较为优选地,氢气的体积占比可以是0.01%-10%。更为优选地,氢气的体积占比可以是0.1%-10%。更为优选地,氢气的体积占比可以是1%-10%,或4%-15%,或5%-12%,或7%-12%,或8%-11%,或9%-11%,或10%。更为优选地,氢气的体积占比可以是2%-9%。更为优选地,氢气的体积占比可以是3%-8%。更为优选地,氢气的体积占比可以是4%-7%。更为优选地,氢气的体积占比可以是5%-6%。

[0069] 在一些实施例中,为了保证通入的保护气体不对原料造成影响,例如,带入其他杂质,保护气体的纯度可以大于99%。较为优选地,保护气体的纯度可以大于99.9%。更为优选地,保护气体的纯度可以大于99.99%。更为优选地,保护气体的纯度可以大于99.999%。

[0070] 在一些实施例中,在向生长腔体通入保护气体时,通入保护气体的流量可以是0.01-50升/分钟。较为优选地,通入保护气体的流量可以是0.1-50升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是1-50升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是5-45升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是10-40升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是15-35升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是20-30升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是21-29升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是22-28升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是23-27升/分钟。更为优选地,通入保护气体的流量可以是24-26升/分钟。

[0071] 在一些实施例中,当通入保护气体的量使生长腔体的压力达到预设压力值(例如,0.005-0.02兆帕)时,可以重新启动加热装置120,继续对生长腔体进行加热,以使生长腔体的温度可以快速升到通入保护气体前生长腔体对应的温度。

[0072] 步骤460,当生长腔体的温度达到预设温度时,对生长腔体进行至少一次换气处理(或称“换气操作”)。在一些实施例中,可以通过通/换气装置140进行换气处理。

[0073] 在一些实施例中,预设温度可以是晶体熔点温度的50%-90%。较为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的55%-85%。更为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的60%-80%。更为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的65%-75%。更为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的67%-73%。更为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的69%-71%。更为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的69.5%-70.5%。更为优选地,预设温度可以是晶体熔点温度的70%。

[0074] 在一些实施例中,可以先启动真空装置120对生长腔体进行抽气处理(或称“抽气操作”)。当生长腔体内的压力达到预设值(例如,-0.01到-0.09兆帕)时,关闭真空装置120。然后,可以启动通/换气装置140向生长腔体通入保护气体(可以简称为“通气操作”),使生长腔体中的压力保持在预设范围内(例如,0.01-0.08兆帕)。需要注意的是,换气处理中的通气操作与步骤450中的通入保护气体的操作可以相同或不同。例如,两次通气操作都可以是先向生长腔体内通入氢气,再通入惰性气体。又例如,两次通气操作中通入的惰性气体的种类和/或含量可以相同或不同。再例如,经两次通气操作后,生长腔体中的压力可以相同或不同。

[0075] 在一些实施例中,换气操作的次数可以为0-10次。也就是说,当换气操作次数为0次时,步骤460可以省略。较为优选地,换气的操作次数可以为2-9次。更为优选地,换气操作

的次数可以为3-8次。更为优选地,换气操作的次数可以为4-7次。更为优选地,换气操作的次数可以为5-6次。

[0076] 在一些实施例中,在换气处理过程中无需关闭加热装置120。换句话说,在换气处理的整个过程中,可以继续按之前的升温速率对生长腔体进行加热。在一些实施例中,在进行抽气操作时,可以先暂停对生长腔体加热,保持生长腔体恒温或将加热装置120的输出功率降为第二预设功率值。然后,可以在进行通气操作时或通气操作结束后再提高加热装置120的输出功率至正常值。在一些实施例中,第二预设功率值可以为500-2000瓦。较为优选地,第二预设功率值可以为600-1900瓦。更为优选地,第二预设功率值可以为700-1800瓦。更为优选地,第二预设功率值可以为800-1700瓦。更为优选地,第二预设功率值可以为900-1600瓦。更为优选地,第二预设功率值可以为1000-1500瓦。更为优选地,第二预设功率值可以为1100-1400瓦。更为优选地,第二预设功率值可以为1200-1300瓦。

[0077] 在一些实施例中,在换气操作后,还可以对生长腔体内的气体进行气体循环过滤以吸附生长腔体内的水蒸气。在一些实施例中,可以通过气体循环过滤装置300进行气体循环过滤。

[0078] 如上文所述,换气操作时会通入氢气,氢气会与生长腔体中缓慢释放的少量氧气结合生成水蒸气。相应地,可以通过气体循环过滤吸附水蒸气,以去除生长腔体中的氧气且同时保持生长腔体内正常的干燥环境。

[0079] 在一些实施例中,循环气流量可以是0.0001-50升/分钟。较为优选地,循环气流量可以是0.001-50升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是0.01-50升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是0.1-50升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是1-50升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是5-45升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是10-40升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是15-35升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是20-30升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是22-28升/分钟。更为优选地,循环气流量可以是25升/分钟。

[0080] 需要注意的是,在进行气体循环过滤前,还需要对气体循环过滤装置300进行抽真空处理。在一些实施例中,可以在对生长腔体进行抽真空处理时(即,步骤420),一并对气体循环过滤装置300进行抽真空处理。

[0081] 步骤470,基于原料,在生长腔体内生长晶体。在一些实施例中,可以通过晶体生长控制装置进行晶体生长过程。

[0082] 在一些实施例中,在完成真空处理和/或换气处理后,在进行晶体生长前,可以继续升温化料(即继续加热生长腔体),以使原料尽可能熔化以保证晶体正常生长。在一些实施例中,当原料熔化至其直径达到预设值(例如,30毫米)时,可以暂停升温。待恒温预设时间(例如0.1-2小时)后,可以根据原料的熔化情况,调整加热处理参数(例如,加热温度、加速功率、继续升温或降温)。

[0083] 在一些实施例中,当原料完全熔化或熔化至其直径达到预设值(例如,1-10毫米)时,可以下降籽晶使籽晶与熔体接触。通过观察籽晶与熔体接触的固液界面处籽晶的变化情况判定生长腔体内的环境是否满足晶体生长要求(例如,判断生长腔体内的温度是否合适)。例如,当籽晶不收不放或微收时,则可以判断温度合适。当籽晶变粗或突放或结盘时,则说明温度较低需要继续升温化料。当籽晶明显变细或熔断时,则说明温度过高应当降温。进一步地,可以相应调整加热处理参数,以使生长腔体的环境满足晶体生长要求。

[0084] 在一些实施例中,当生长腔体的环境满足晶体生长要求时(例如,生长腔体内的温度适合晶体生长),可以对籽晶进行回熔处理。在一些实施例中,回熔长度可以为0.1-50毫米。较为优选地,回熔长度可以为1-50毫米。更为优选地,回熔长度可以为5-45毫米。更为优选地,回熔长度可以为10-40毫米。更为优选地,回熔长度可以为15-35毫米。更为优选地,回熔长度可以为20-30毫米。更为优选地,回熔长度可以为22-28毫米。更为优选地,回熔长度可以为24-26毫米。更为优选地,回熔长度可以为24.5-25.5毫米。

[0085] 在一些实施例中,待籽晶回熔一定长度后,恒温预设时间(例如,0.1-10小时)即可开始启动晶体生长。在本申请中,晶体生长过程可以包括缩颈、放肩、等径、收尾、降温、取晶等工艺。关于缩颈、放肩、等径、收尾、降温、取晶等工艺的更多描述可以在,例如,名称为“无需退火的氧化物晶体生长方法及设备”,申请号为PCT/CN2019/101693的国际申请中找到,其内容在此引入作为参考。

[0086] 在一些实施例中,晶体生长过程中的相关参数可以是系统默认值,或者可以根据不同情况(例如,待生长的晶体的类型、生长腔体的环境参数)调整。在一些实施例中,晶体生长过程可以由晶体生长控制装置基于晶体生长控制程序自动控制。例如,以提拉法为例,在启动晶体生长前,可以预先设定拉杆的机械拉速(例如,0.01-10毫米/小时)以及提拉时长(例如,0.01-10小时),并根据晶体生长工艺要求,预先设置缩颈、放肩、等径、收尾、降温、取晶等工艺过程参数。在启动晶体生长后,操作员还可以观察设备的运行情况,并记录晶体生长数据。

[0087] 应当注意的是,以上关于晶体生长的说明仅用以阐述本发明的技术方案而非限制技术方案,本领域的普通技术人员应当理解,那些对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本技术方案的宗旨和范围,均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。例如,在一些实施例中,在步骤470,还可以基于坩埚下降法进行晶体生长。

[0088] 图5是未使用本申请所述的晶体生长方法生长晶体后的温场四周的图像。图6是根据本申请的一些实施例所示的使用本申请所述的晶体生长方法生长晶体后的温场四周的图像。如图5所示,温场四周表面出现大量坩埚挥发物510。如图6所示,温场四周表面仅出现少量坩埚挥发物610。可以看出,本申请所述的晶体生长方法有效地抑制了坩埚挥发。

[0089] 图7是未使用本申请所述的晶体生长方法生长得到的硅酸钇镧晶体的图像。图8是根据本申请的一些实施例所示的使用本申请所述的晶体生长方法生长得到的硅酸钇镧晶体的图像。如图7所示,未使用本申请所述的晶体生长方法生长得到的硅酸钇镧晶体表面有比较多的坩埚挥发物710,导致硅酸钇镧晶体表面形成较多沟壑,使其不平整,影响晶体质量。如图8所示,使用本申请所述的晶体生长方法得到的硅酸钇镧晶体表面仅有少量坩埚挥发物,其表面相对平整,晶体质量有明显提升。

[0090] 实施例

[0091] 下面通过实施例对本申请作进一步说明,在实施例中,通过真空单晶生长炉,采用中频感应加热,并基于上提法进行晶体生长。这些实施例仅为示例说明,并不旨在限制本申请的保护范围。

[0092] 实施例1

[0093] 温场装置220安装

[0094] 步骤1:装好已做绝缘处理的线圈228,调整线圈228与炉(即生长腔体110)内提拉

杆的同心度小于1毫米；

[0095] 步骤2:按图2及图3安装好温场装置220及气体循环过滤装置300。调节温场装置220中底板221、第一筒222、第二筒223、坩埚225、第一盖板226、第二盖板227之间的同心度小于1毫米；检查气体循环系统300正负压是否漏气；

[0096] 步骤3:坩埚225外表面做涂层保护处理后,清理干净其内表面；

[0097] 步骤4:把原料装于坩埚225内并装于温场装置220内；安装好第三筒231、第四筒232及铌杆籽晶；

[0098] 步骤5:清理炉膛并封炉。

[0099] 实施例2

[0100] 按实施例1中的步骤1-5安装好单晶生长炉(即生长腔体110)。启动循环冷却装置,通入冷却水。启动真空装置120对炉膛抽真空。当炉膛真空度小于10帕后,启动中频电源(即加热装置130或线圈228)进行升温化料。当中频电源功率升到10千瓦时,恒温继续抽真空。当炉膛真空度达到 $5 \times 10^{-3}$ 帕时,降低中频电源的功率到1千瓦,然后关闭真空装置120。启动充气装置130,向炉膛中充入氩气,直到炉膛内的压力为0.02兆帕为止。当中频电源功率为18千瓦时,对炉膛中的气体进行换气,即先将炉膛抽真空到真空度为-0.08兆帕,再充氩气到真空度为+0.02兆帕。换气过程中继续升温,反复换气3次。在化料过程中缓慢下放预热籽晶,籽晶与料面始终保持20毫米间距,当观察到原料全部熔化后,缓慢下降籽晶,使籽晶与熔体接触,即下种。下种调温后设好所生长晶体的各项参数:晶体直径设为75毫米,肩部长设为70毫米,等径长设为180毫米,收尾长度设为60毫米,升温时间设为24小时,转速设为10转/分钟,拉速设为2毫米/小时,降温时间设为50小时,PID值设为0.5,LSO晶体密度7.4克/立方厘米,以及熔体密度6.3克/立方厘米。温度合适后启动晶体生长控制程序进入自动生长模式,经缩颈、放肩、等径、收尾、降温等工艺流程,14天后晶体生长结束。

[0101] 所制得的晶体为白色,晶体表面无坩埚挥发物附着,坩埚及温场四周无明显坩埚挥发物。晶体样品检测得到可见光到近红外波段的透过率均大于80%;晶体的发光中心波长为420纳米;光输出 $\leq 58000$ 光子/兆电子伏;能量分辨率 $\leq 6.5\%$ ;衰减时为 $\leq 30$ 纳秒。

[0102] 实施例3

[0103] 按实施例1中的步骤1-5安装好单晶生长炉(即生长腔体110)。然后启动循环冷却装置,通入冷却水。启动真空装置120对炉膛抽真空。当炉膛真空度小于10帕后,启动中频电源(即加热装置130或线圈228)进行升温化料。当中频电源功率升到8千瓦时,恒温继续抽真空。当炉膛真空度达到 $5 \times 10^{-3}$ 帕时,降低中频电源的功率到2千瓦,然后关闭真空装置120。启动充气装置130,向炉膛中充入氩气,直到炉膛内的压力为0.01兆帕为止。当中频电源功率为19千瓦时,对炉膛中的气体进行换气,即先将炉膛抽真空到真空度为-0.08兆帕,再充氩气到真空度为+0.02兆帕。换气过程中继续升温,反复换气4次。在化料过程中缓慢下放预热籽晶,籽晶与料面始终保持20毫米间距,当观察到原料全部熔化后,缓慢下降籽晶,使籽晶与熔体接触,即下种。下种调温后设好所生长晶体的各项参数:晶体直径设为75毫米,肩部长设为70毫米,等径长设为180毫米,收尾长度设为60毫米,升温时间设为24小时,转速设为10转/分钟,拉速设为2毫米/小时,降温时间设为50小时,PID值设为0.5,LYSO晶体密度7.25克/立方厘米,以及熔体密度6.15克/立方厘米。温度合适后,启动晶体生长控制程序进入自动生长模式,经缩颈、放肩、等径、收尾、降温等工艺流程,14天后晶体生长结束。

[0104] 所制得的晶体为白色,晶体表面无坩埚挥发物附着,坩埚及温场四周无明显坩埚挥发物。晶体样品检测得到可见光到近红外波段的透过率均大于80%;晶体的发光中心波长为420纳米;光输出 $\geq 60000$ 光子/兆电子伏;能量分辨率 $\leq 6\%$ ;衰减时为 $\leq 35$ 纳秒。

[0105] 实施例4

[0106] 按实施例1中的步骤1-5安装好单晶生长炉(即生长腔体110)。然后启动循环冷却装置,通入冷却水。启动真空装置120对炉膛抽真空。当炉膛真空度小于10帕后,启动中频电源(即加热装置130或线圈228)进行升温化料。当中频电源功率升到12千瓦时,恒温继续抽真空。当炉膛真空度达到 $5 \times 10^{-2}$ 帕时,降低中频电源的功率到1千瓦,然后关闭真空装置120。启动充气装置130,向炉膛中充入氩气,直到炉膛内的压力为0.01兆帕为止。当中频电源功率为16千瓦时,对炉膛中的气体进行换气,即先将炉膛抽真空到真空度为-0.08兆帕,再充氩气到真空度为+0.02兆帕。换气过程中继续升温,反复换气2次。在化料过程中缓慢下放预热籽晶,籽晶与料面始终保持20毫米间距,当观察到原料全部熔化后,缓慢下降籽晶,使籽晶与熔体接触,即下种。下种调温后设好所生长晶体的各项参数:晶体直径设为65毫米,肩部长设为70毫米,等径长设为145毫米,收尾长度设为60毫米,升温时间设为24小时,转速设为10转/分钟,拉速设为1毫米/小时,降温时间设为50小时,PID值设为0.5,ND:YAG晶体密度4.55克/立方厘米,以及熔体密度4克/立方厘米。温度合适后,启动晶体生长控制程序进入自动生长模式,经缩颈、放肩、等径、收尾、降温等工艺流程,27天后晶体生长结束。

[0107] 所制得的晶体为粉色,外形正常,晶体表面无坩埚挥发物,坩埚及温场四周无明显坩埚挥发物。用红光照射时,看不见有点散射、云层及包裹物等宏观缺陷;热转换效率小于11%;热导率为14瓦特/(米 $\times$ 开尔文);损失参数为0.003每厘米;折射系数为1.82;dn/dt参数为 $9 \times 10^{-5}$ 每摄氏度;激光发射波长为1064纳米;荧光寿命为230毫秒;发射截面为 $2.8 \times 10^{-19}$ 每平方厘米;镓砷化镓半导体激光(InGaAs-LD)泵浦波长为807.5纳米。

[0108] 本申请可能带来的有益效果包括但不限于:(1)先对生长腔体进行初步抽真空处理,然后在生长腔体加热过程中进行高温下的二次抽真空处理,可以提升生长腔体的真空度,从而抑制生长腔体中坩埚的挥发,进而降低对所制备的晶体的质量的影响;(2)当生长腔体内的真空度达到预设值时,向生长腔体内通入保护气体,进一步抑制生长腔体的挥发;(3)在生长腔体加热过程中,当温度达到预设温度时(例如,晶体熔点温度的50%-90%时),对生长腔体进行至少一次换气处理,通过通入氢气,使氢气在高温下与生长腔体内可能存在的少量氧气结合为水蒸气,进而通过循环过滤装置吸附水蒸气,从而降低生长腔体内的氧含量,进而进一步抑制生长腔体的挥发。(4)对生长腔体进行涂层处理,以抑制其挥发。需要说明的是,不同实施例可能产生的有益效果不同,在不同的实施例里,可能产生的有益效果可以是上述任意一种或几种的组合,也可以是其他任何可能获得的有益效果。

[0109] 上文已对基本概念做了描述,显然,对于本领域技术人员来说,上述详细披露仅仅作为示例,而并不构成对本申请的限定。虽然此处并没有明确说明,本领域技术人员可能会对本申请进行各种修改、改进和修正。该类修改、改进和修正在本申请中被建议,所以该类修改、改进、修正仍属于本申请示范实施例的精神和范围。

[0110] 同时,本申请使用了特定词语来描述本申请的实施例。如“一个实施例”、“一实施例”、和/或“一些实施例”意指与本申请至少一个实施例相关的某一特征、结构或特点。因此,应强调并注意的是,本说明书中在不同位置两次或多次提及的“一实施例”或“一个实施

例”或“一个替代性实施例”并不一定是指同一实施例。此外，本申请的一个或多个实施例中的某些特征、结构或特点可以进行适当的组合。

[0111] 此外，除非权利要求中明确说明，本申请所述处理元素和序列的顺序、数字字母的使用、或其他名称的使用，并非用于限定本申请流程和方法的顺序。尽管上述披露中通过各种示例讨论了一些目前认为有用的发明实施例，但应当理解的是，该类细节仅起到说明的目的，附加的权利要求并不仅限于披露的实施例，相反，权利要求旨在覆盖所有符合本申请实施例实质和范围的修正和等价组合。例如，虽然以上所描述的系统组件可以通过硬件设备实现，但是也可以只通过软件的解决方案得以实现，如在现有的服务器或移动设备上安装所描述的系统。

[0112] 同理，应当注意的是，为了简化本申请披露的表述，从而帮助对一个或多个发明实施例的理解，前文对本申请实施例的描述中，有时会将多种特征归并至一个实施例、附图或对其的描述中。但是，这种披露方法并不意味着本申请对象所需要的特征比权利要求中提及的特征多。实际上，实施例的特征要少于上述披露的单个实施例的全部特征。

[0113] 一些实施例中使用了描述成分、属性数量的数字，应当理解的是，此类用于实施例描述的数字，在一些示例中使用了修饰词“大约”、“近似”或“大体上”来修饰。除非另外说明，“大约”、“近似”或“大体上”表明所述数字允许有 $\pm 20\%$ 的变化。相应地，在一些实施例中，说明书和权利要求中使用的数值参数均为近似值，该近似值根据个别实施例所需特点可以发生改变。在一些实施例中，数值参数应考虑规定的有效数位并采用一般位数保留的方法。尽管本申请一些实施例中用于确认其范围广度的数值域和参数为近似值，在具体实施例中，此类数值的设定在可行范围内尽可能精确。

[0114] 针对本申请引用的每个专利、专利申请、专利申请公开物和其他材料，如文章、书籍、说明书、出版物、文档等，特此将其全部内容并入本申请作为参考。与本申请内容不一致或产生冲突的申请历史文件除外，对本申请权利要求最广范围有限制的文件（当前或之后附加于本申请中的）也除外。需要说明的是，如果本申请附属材料中的描述、定义、和/或术语的使用与本申请所述内容有不一致或冲突的地方，以本申请的描述、定义和/或术语的使用为准。

[0115] 最后，应当理解的是，本申请中所述实施例仅用以说明本申请实施例的原则。其他的变形也可能属于本申请的范围。因此，作为示例而非限制，本申请实施例的替代配置可视为与本申请的教导一致。相应地，本申请的实施例不仅限于本申请明确介绍和描述的实施例。

**100**

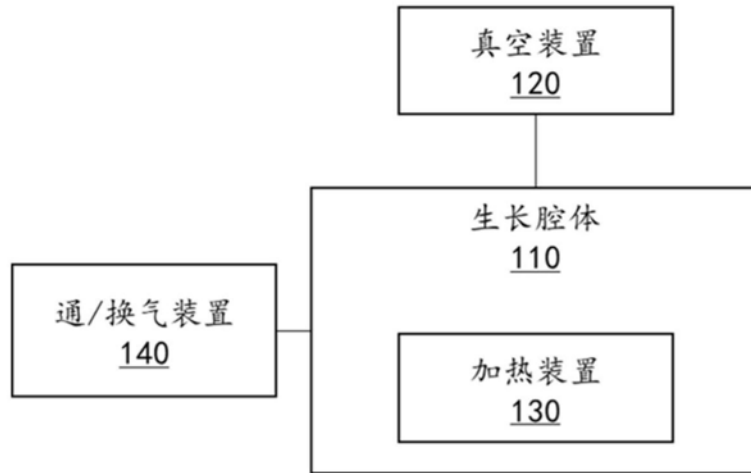


图1

110

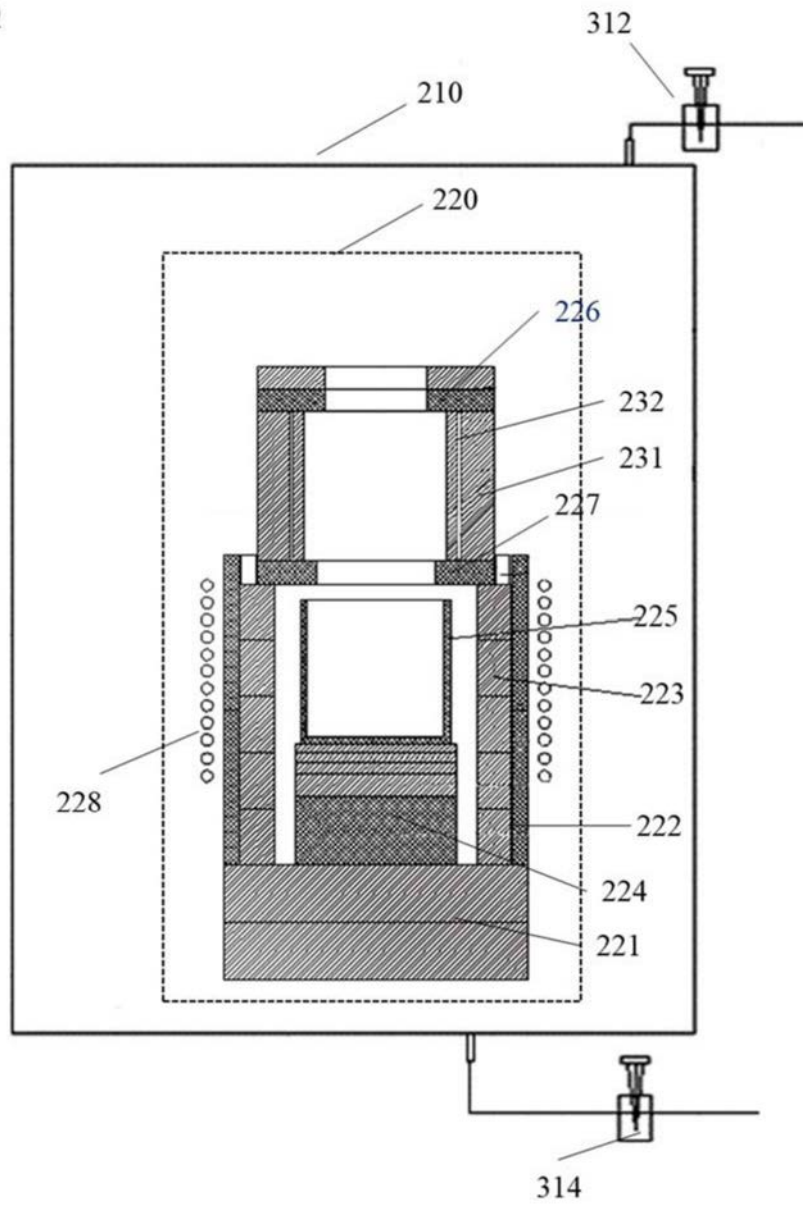


图2

**300**

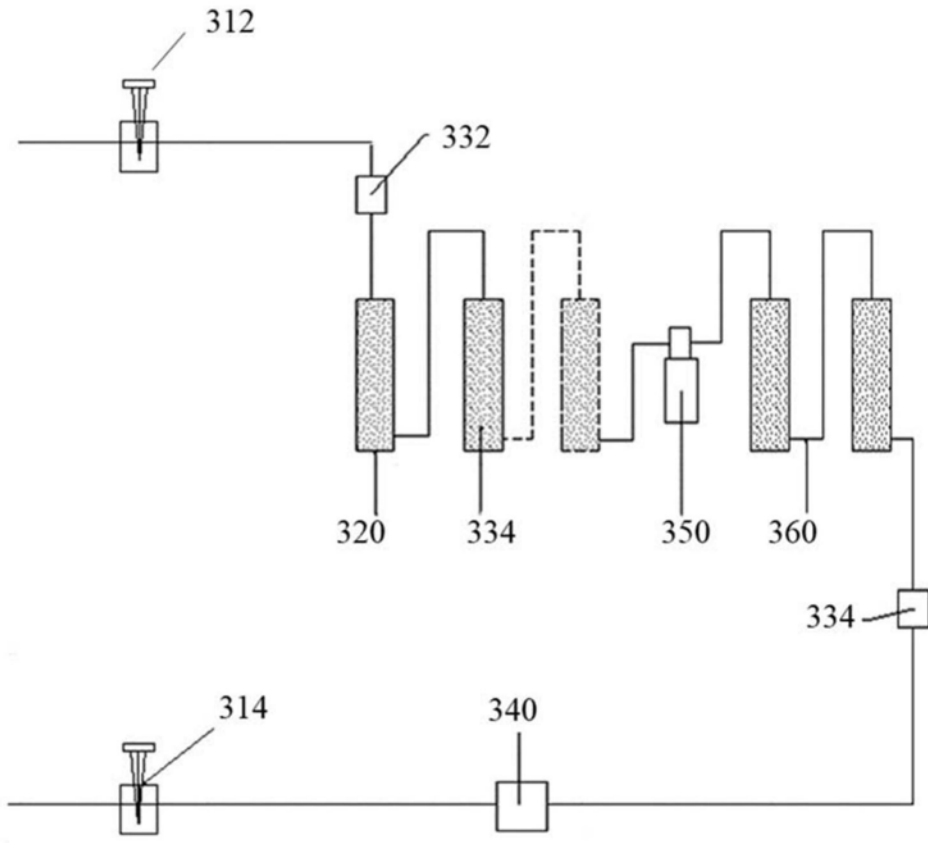


图3

400

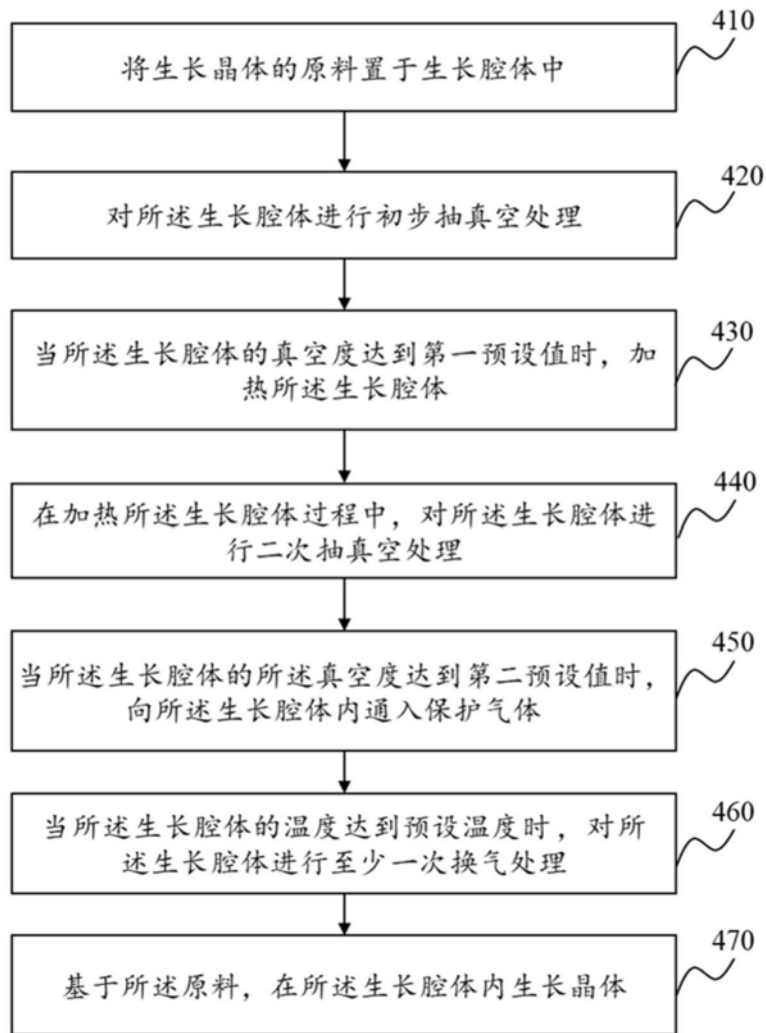


图4



图5

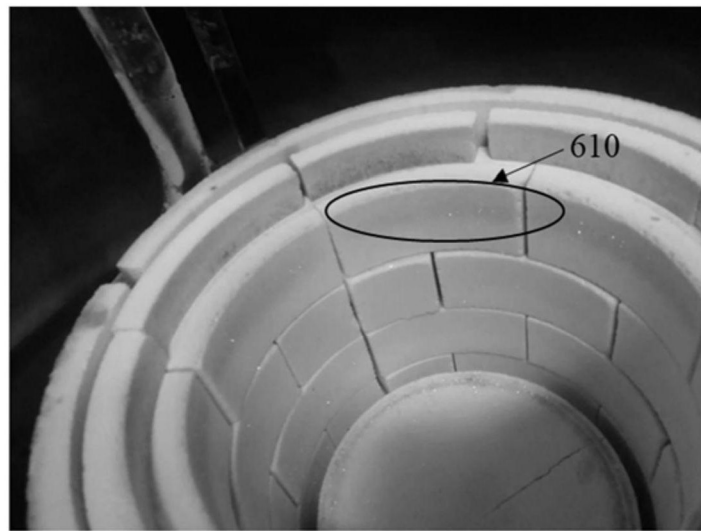


图6

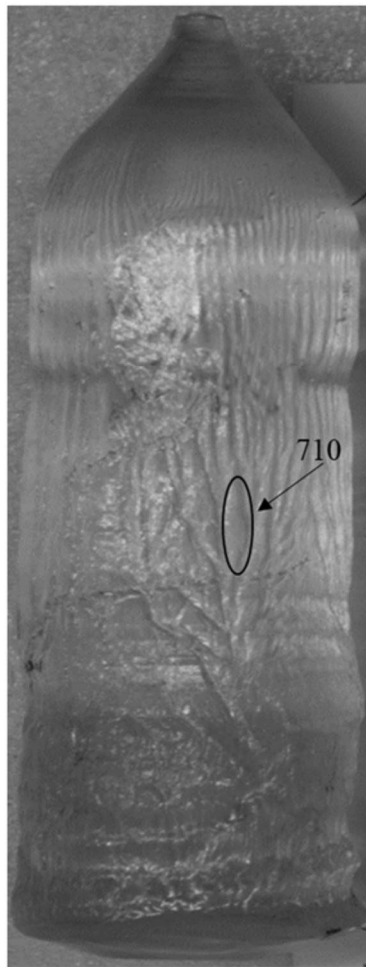


图7

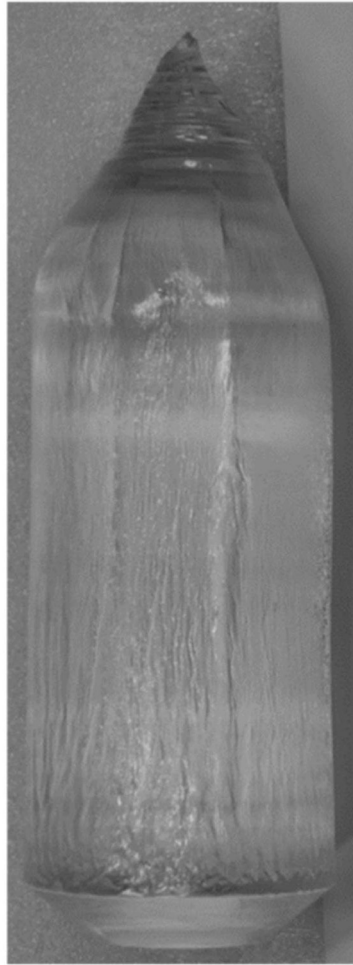


图8