

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102304753 A

(43) 申请公布日 2012.01.04

(21) 申请号 201110254128.7

(22) 申请日 2011.08.31

(71) 申请人 中山大学

地址 510275 广东省广州市新港西路 135 号

(72) 发明人 王彪 王云华

(74) 专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限公司 44102

代理人 禹小明 林伟斌

(51) Int. Cl.

C30B 15/00 (2006.01)

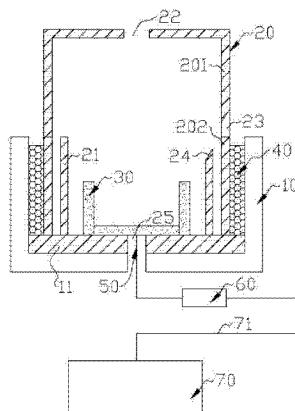
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种晶体生长制备系统

(57) 摘要

本发明涉及一种晶体生长制备系统，包括石英筒、设置于石英筒内的保温罩以及设置于保温罩内部的坩埚，所述保温罩内在坩埚外围设有内层保温罩，所述石英筒底部与保温罩底部之间设有阻止热量向底部散失的圆盘。本晶体生长制备系统保温效果好，在石英筒底部与保温罩底部之间设置圆盘以阻止热量向底部散失；在保温罩内的坩埚外围设有内层保温罩以阻止热量向四周散失，二者结合阻止热量散失，大大提高了晶体生长制备系统的保温效果，解决了当前保温性能不高和探温不准的困难，提高了高温下生长晶体的成品率和晶体的质量。



1. 一种晶体生长制备系统,包括石英筒(10)、设置于石英筒内的保温罩(20)以及设置于保温罩内部的坩埚(30),其特征在于:所述保温罩内在坩埚外围设有内层保温罩(21),所述石英筒底部与保温罩底部之间设有阻止热量向底部散失的圆盘(11)。
2. 根据权利要求1所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述保温罩与内层保温罩之间的间隔为5-15mm。
3. 根据权利要求2所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述保温罩与内层保温罩之间的间隔为5mm。
4. 根据权利要求3所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述保温罩为圆柱状保温罩。
5. 根据权利要求4所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述保温罩包括可拆装的上保温罩(201)和下保温罩(202)。
6. 根据权利要求1所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述保温罩顶部设有圆孔(22)。
7. 根据权利要求1所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述保温罩设有观察孔(23)。
8. 根据权利要求7所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述内层保温罩设有缺口(24),该缺口与所述观察孔设置在同一直线上。
9. 根据权利要求1所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述石英筒与保温罩之间设有锆沙层(40)。
10. 根据权利要求1-9任一所述的晶体生长制备系统,其特征在于:所述石英筒底部与圆盘底部设有连通的底孔(25),底孔内设有与坩埚底部接触的热电偶(50),所述热电偶与欧陆表(60)连接,所述欧陆表通过数据线(71)与计算机(70)连接。

一种晶体生长制备系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种晶体生长制备系统。

背景技术

[0002] 激光晶体作为核心的固态激光材料,使全固态激光技术飞跃发展,从而实现在军事、医疗和通信等领域的广泛应用;闪烁晶体作为核心的辐射探测材料,使固态辐射探测技术迅速壮大,从而实现在核能安全、核辐射检测、核医学和高能物理等领域的广泛使用。性能优越的激光晶体和闪烁晶体由于本身结构及成分导致高熔点,因此,在提拉法生长单晶中,要求高性能保温和精确控温。随着电子技术的不断深入,国内自动化生长单晶已基本实现。无论是电阻加热还是中频加热,耗能和控温不稳已成为生长高温晶体的主要障碍:一方面,高能源消耗导致高成本,单晶产品价格高昂;另一方面,生长晶体时温度波动幅度大,控温不稳导致生长的晶体破裂,用于探温的热电偶易碎,影响晶体成品率,不仅成品率低下,而且重复生产浪费了更多的能源和材料。

[0003] 现有中国专利公告号 CN201713597U 公开了一种晶体生长的保温装置,包括附着有锆毡的石英筒及锆筒的保温部分,锆筒中可放置坩埚,且石英筒与锆筒之间设有锆砂层;支撑保温装置的支撑部分,支撑部分包括支撑锆筒及支撑锆筒上的锆托盘;位于保温装置上方的锆屏蔽层;与保温部分相连通的观察孔。目前使用的保温探温系统主要存在的问题是:保温性能不高,重复使用率低,导致生存成本高。

发明内容

[0004] 本发明提供了一种晶体生长制备系统,保温效果好,能制备出高质量、高成品率的高熔点晶体。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:

一种晶体生长制备系统,包括石英筒、设置于石英筒内的保温罩以及设置于保温罩内部的坩埚,所述保温罩内在坩埚外围设有内层保温罩,所述石英筒底部与保温罩底部之间设有阻止热量向底部散失的圆盘。

[0006] 由于生长高熔点晶体的温度在 2000°C 左右,整个系统的保温效果必须非常好。坩埚的发热量大,为了维持高温,石英筒底部与保温罩底部之间设置的圆盘由耐高温材料构成而且较厚,并且将圆盘平放在石英筒底部,这样能有效阻止热量向底部的散失;在保温罩内的坩埚外围设有内层保温罩,能有效阻止热量向四周的散失,二者结合阻止热量散失,大大提高了晶体生长制备系统的保温效果。

[0007] 本发明针对当前提拉法制备高熔点单晶保温探温装置存在的缺陷,提供结构合理、节能的温控装置,该温控装置应用在自动化单晶炉,以制备高熔点激光晶体和闪烁晶体,可在生长高熔点单晶领域被广泛应用。该温控装置保温效果好、探温精确,解决了当前保温性能不高和探温不准的困难,提高了高温下生长晶体的成品率和晶体的质量。

[0008] 可选地,所述保温罩与内层保温罩之间的间隔为 5-15mm。由于整个保温系统要放

在晶体炉的中频线圈内，目前市场上卖的单晶炉中频线圈内径大约在 120–130mm，这样限制了二者的间隔不能太大，太大不能将晶体生长制备系统放进线圈内，故二者的间隔不超过 15mm。这个间隔的作用是减少热量横向传输，因为间隔内的气体导热系数比保温罩导热系数小很多，这样就起到阻止热量横向散失的作用。如果间隔太小，阻止热量横向传递的效果降低，故二者的间隔不小于 5mm。优选地，保温罩与内层保温罩之间的间隔为 5mm。

[0009] 在生长晶体时，单晶炉需要抽真空，该晶体生长制备系统放在炉体内，相当于真空，如果生长晶体充气时，间隔就填充了充进的气体。通常生长晶体时，都需要充保护气，防止坩埚发生氧化等损失。间隔可直接由空气或保护气填充，空气或保护气的导热系数小，在保温罩与内层保温罩之间填充空气或保护气，能进一步有效阻止热量的横向损失。其中，空气或保护气的选择，取决于生长晶体所需的条件，由晶体生长时单晶炉内所充气体决定，不充保护气时则为空气氛围。

[0010] 其中，保温罩罩在内层保温罩外面，二者中间间隔 5mm，无需密封。

[0011] 优选地，所述保温罩为圆柱状保温罩。圆柱状内部为漫反射、漫反射镜反射混合分布，故圆柱状保温罩内的热辐射方向分布更有助于保温罩提高保温效果。内层保温罩亦为圆柱筒，其直径比外层保温罩小 10mm，因此可以直接将保温罩围在内层保温罩外面。

[0012] 可选地，所述保温罩包括可拆装的上保温罩和下保温罩。这样的设计，使保温罩制作简便，同时拆装方便，可直接取下上保温罩即可取出坩埚内生长得到的晶体。

[0013] 改进之一，所述保温罩顶部设有圆孔。该圆孔用于生长晶体时籽晶杆的上下移动，同时也可形成纵向温度梯度，从而更有利于晶体的生长。

[0014] 改进之二，所述保温罩设有观察孔。该观察孔用于生长晶体时观察晶体的生长状况。观察孔可设置于上保温罩，这样不仅可以观察到晶体生长全过程，有利于操作人员即时得到生长晶体全程的信息，还可以减少热量损失。

[0015] 改进之三，所述内层保温罩设有缺口，该缺口与所述观察孔设置在同一直线上，无需担心遮挡观察孔而达不到其本身的作用。

[0016] 改进之四，所述石英筒与保温罩之间设有锆沙层。锆沙层采用氧化锆沙填充而成，氧化锆沙能进一步减少热量的横向传输，提高保温效果。

[0017] 改进之五，所述石英筒底部与圆盘底部设有连通的底孔，底孔内设有与坩埚底部接触的热电偶；所述热电偶与欧陆表连接，所述欧陆表通过数据线与计算机连接。

[0018] 由于生长高熔点晶体要求控温精确，防止晶体破裂，要提高晶体成品率，整个系统控温必须准确。高温热电偶容易断裂，禁止挪动，因此在多次重复生长过程中最好固定。本方案中，此处的底孔可以为通过石英筒底部和圆盘底部的小孔，与坩埚底部接触的热电偶为热电偶丝，小孔将热电偶丝夹住，热电偶丝可直接探测具有最高温度的坩埚底部，防止在失控状态下，坩埚熔化，减少损失。热电偶的数据传输到欧陆表，欧陆表通过电路和数据线将信号传输到计算机，计算机可以将信息反馈给晶体生长炉，并且可以按照用户编程来精确调整温度，这种设计控温精确，从而制备出高质量、高成品率的高熔点激光晶体和闪烁晶体。

[0019] 与现有技术相比，本发明的有益效果是：

本发明晶体生长制备系统，在石英筒底部与保温罩底部之间设置圆盘以阻止热量向底部散失；在保温罩内的坩埚外围设有内层保温罩以阻止热量向四周散失，二者结合阻止热

量散失,大大提高了晶体生长制备系统的保温效果,解决了当前保温性能不高和探温不准的困难,提高了高温下生长晶体的成品率和晶体的质量。

附图说明

[0020] 图 1 为本发明晶体生长制备系统的结构示意图。

具体实施方式

[0021] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步的说明。

[0022] 如图 1 所示为本发明晶体生长制备系统的实施例,包括石英筒 10、设置于石英筒 10 内的保温罩 20 以及设置于保温罩 20 内部的坩埚 30,保温罩 20 内在坩埚 30 外围设有内层保温罩 21,石英筒 10 底部与保温罩 20 底部之间设有阻止热量向底部散失的圆盘 11。

[0023] 本实施例针对当前提拉法制备高熔点单晶保温探温装置存在的缺陷,提供结构合理、节能的温控装置,该温控装置应用在自动化单晶炉,以制备高熔点激光晶体和闪烁晶体,可在生长高熔点单晶领域被广泛应用。该温控装置保温效果好、探温精确,解决了当前保温性能不高和探温不准的困难,提高了高温下生长晶体的成品率和晶体的质量。

[0024] 由于生长高熔点晶体的温度在 2000℃左右,整个系统的保温效果必须非常好。坩埚的发热量大,为了维持高温,石英筒 10 底部与保温罩 20 底部之间设置的圆盘 11 由耐高温材料构成而且较厚,并且将圆盘 11 平放在石英筒 10 底部,这样能有效阻止热量向底部的散失;在保温罩 20 内的坩埚 30 外围设有内层保温罩 21,能有效阻止热量向四周的散失,二者结合阻止热量散失,大大提高了晶体生长制备系统的保温效果。

[0025] 其中,保温罩 20 与内层保温罩 21 之间的间隔为 5–15mm。由于整个保温系统要放在晶体炉的中频线圈内,目前市场上卖的单晶炉中频线圈内径大约在 120–130mm,这样限制了二者的间隔不能太大,太大不能将晶体生长制备系统放进线圈内,故二者的间隔不超过 15mm。这个间隔的作用是减少热量横向传输,因为间隔内的气体导热系数比保温罩导热系数小,这样就起到阻止热量横向散失的作用。如果间隔太小,阻止热量横向传递的效果降低,故二者的间隔不小于 5mm。本实施例采用优选方式,保温罩 20 与内层保温罩 21 之间的间隔为 5mm。

[0026] 在生长晶体时,单晶炉需要抽真空,该晶体生长制备系统放在炉体内,相当于真空,如果生长晶体充气时,间隔就填充了充进的气体。通常生长晶体时,都需要充保护气,防止坩埚发生氧化等损失。为了进一步有效阻止热量的横向损失,利用空气或保护气的导热系数小的特性,间隔可直接由空气或保护气填充,因此,在保温罩 20 与内层保温罩 21 之间填充空气或保护气,能进一步有效阻止热量的横向损失。其中,空气或保护气的选择,取决于生长晶体所需的条件,由晶体生长时单晶炉内所充气体决定,不充气时则为空气氛围。

[0027] 而圆柱状内部为漫反射、漫反射镜反射混合分布,故选用优于其他形状的圆柱状保温罩,其内的热辐射方向分布更有助于保温罩提高保温效果。内层保温罩 21 亦为圆柱筒,其直径比外层保温罩小 10mm,因此可以直接将保温罩 20 围在内层保温罩 21 外面。

[0028] 另外,保温罩 20 可以设计为包括可拆装的上保温罩 201 和下保温罩 202。这样的设计,使保温罩 20 制作简便,同时拆装方便,可直接取下上保温罩 201 即可取出坩埚 30 内生长得到的晶体。

[0029] 作为本实施例的改进之一,保温罩 20 顶部设有圆孔 22。该圆孔 22 用于生长晶体时籽晶杆的上下移动,同时也可形成纵向温度梯度,从而更有利晶体的生长。

[0030] 作为本实施例的改进之二,保温罩 20 设有观察孔 23。该观察孔 23 用于生长晶体时观察晶体的生长状况。观察孔 23 可设置于上保温罩 201,这样不仅可以观察到晶体生长全过程,有利于操作人员即时得到生长晶体全程的信息,还可以减少热量损失。

[0031] 作为本实施例的改进之三,内层保温罩 21 设有缺口 24,该缺口 24 与观察孔 23 设置在同一直线上,无需担心遮挡观察孔 23 而达不到其本身的作用。

[0032] 作为本实施例的改进之四,石英筒 10 与保温罩 20 之间设有锆沙层 40。锆沙层 40 采用氧化锆沙填充而成,氧化锆沙能进一步减少热量的横向传输,提高保温效果。

[0033] 作为本实施例的改进之五,石英筒 10 底部与圆盘 11 底部设有连通的底孔 25,底孔 25 内设有与坩埚 30 底部接触的热电偶 50;热电偶 50 与欧陆表 60 连接,欧陆表 60 通过数据线 71 与计算机 70 连接。欧陆表 60 可根据直径测定器测得晶体直径的晶体直径变化量,自动调节温度。

[0034] 由于生长高熔点晶体要求控温精确,防止晶体破裂,要提高晶体成品率,整个系统控温必须准确。高温热电偶容易断裂,禁止挪动,因此在多次重复生长过程中最好固定。本方案中,此处的底孔 25 可以为通过石英筒 10 底部和圆盘 11 底部的小孔,与坩埚 30 底部接触的热电偶 50 为热电偶丝,小孔将热电偶丝夹住,热电偶丝可直接探测具有最高温度的坩埚 30 底部,防止在失控状态下,坩埚熔化,减少损失。热电偶 50 的冷端连接到欧陆表 60,根据实验要求设置欧陆表 60 的工作模式,调整相关参数,欧陆表 60 通过电路和数据线 71 将信号传输到计算机 70,通过编程实现计算机 70 对欧陆表 60 的通信,计算机 70 将信息传递给生长设备自动化单晶炉,按照研究人员设定的程序实现对温度的控制。这种设计控温精确,从而制备出高质量、高成品率的高熔点激光晶体和闪烁晶体。对于生长新型材料时,还可以根据窗口观测到的晶体状况在计算机 70 上即时更新程序,实现生长晶体的下晶、缩径、放肩、等径和降温等各个环节。

[0035] 实际操作时,先将石英筒 10 装在单晶炉感应线圈内固定,将圆盘 11 平放在石英筒 10 底部,然后将热电偶丝穿过石英筒 10 和圆盘 11 的中心小孔,实验或者生产用的坩埚竖直放在圆盘 11 正中心,并且要求坩埚 30 底部和热电偶 50 探温端接触。将带有缺口 24 的内层保温罩 21 竖直放置,使坩埚 30 位于其内部,其一侧的缺口 24 与晶体炉观察孔 23 在同一条直线,以便晶体生长时的观察。再将均匀圆柱状下保温罩 202 竖直放在内层保温罩 21 外侧,并用氧化锆沙填充均匀圆柱状下保温罩 202 和石英筒 10 之间的间隙;带观察孔 23 的上保温罩 201 放在均匀圆柱状下保温罩 202 正上方,使观察孔 23、带有缺口 24 的内层保温罩 21 的缺口 24 和晶体炉观察孔 23 位于同一条直线,方便生长晶体时研究人员的观察。

[0036] 本实施例晶体生长制备系统,有以下优点:

- (1) 保温效果好,并且节能、成本低;
- (2) 探温精确,温控程序化,减少了人为干扰因素;
- (3) 大大提高了晶体的成品率和晶体的质量;
- (4) 结构合理简单,易于加工制备,便于规模化、产业化;
- (5) 安装过程简单,装置稳定,减少了外界环境干扰。

[0037] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人

员来说,在不脱离本发明原理的前提下,对发明的技术方案可以做若干适合实际情况的改进。因此,本发明的保护范围不限于此,本领域中的技术人员任何基于本发明技术方案上非实质性变更均包括在本发明保护范围之内。

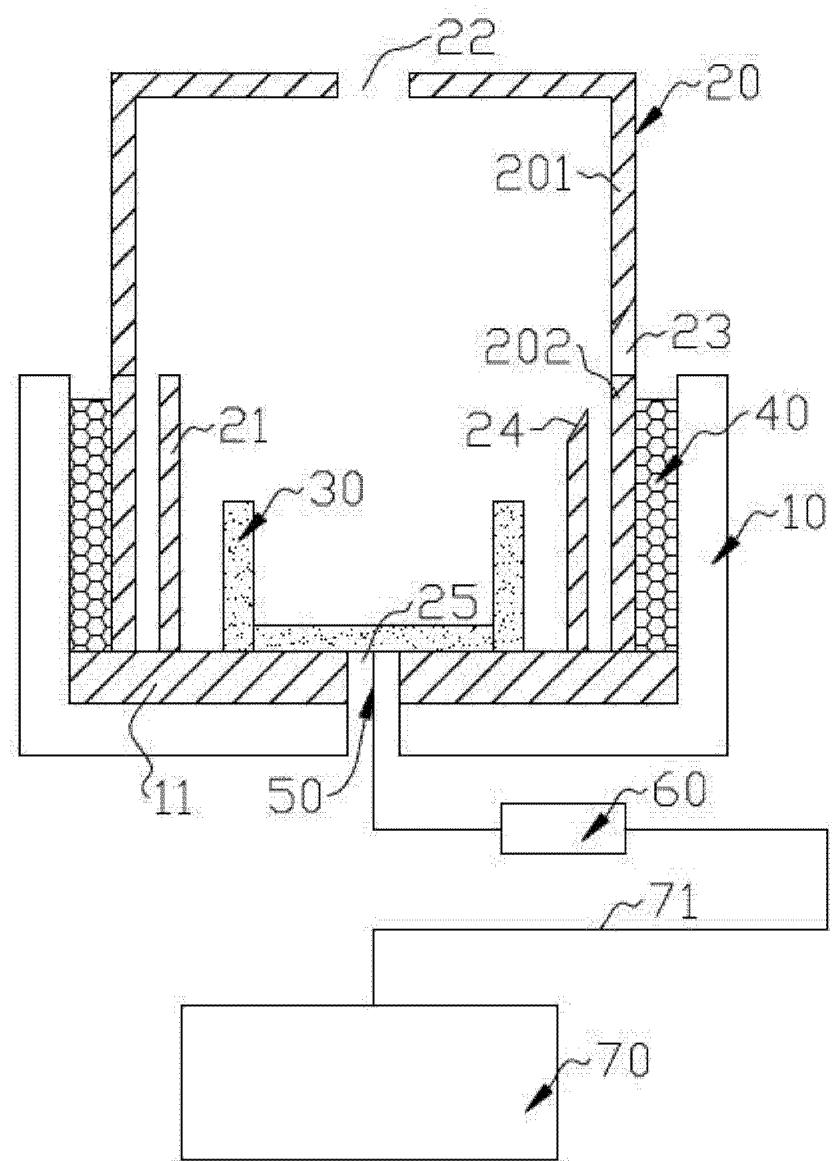


图 1