



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102424371 B

(45) 授权公告日 2013. 05. 29

(21) 申请号 201110341488. 0

(22) 申请日 2012. 01. 20

(73) 专利权人 中山大学

地址 510275 广东省广州市海珠区新港西路
135 号

(72) 发明人 王彪 申亮 吴东 徐洪远

(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 陈卫

(51) Int. Cl.

C01B 25/08 (2006. 01)

C01G 9/00 (2006. 01)

C01G 17/00 (2006. 01)

审查员 袁蕾

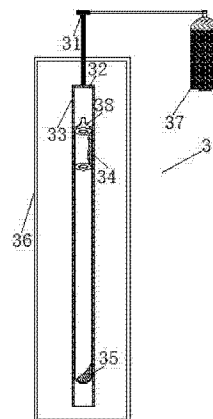
权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种磷锆锌多晶体的合成装置及方法

(57) 摘要

本发明公开了一种磷锆锌多晶体的合成装置及方法,该装置包括坩埚与加热炉,还包括电机,所述加热炉内设有防爆钢管,所述坩埚设于防爆钢管内,所述防爆钢管内通过连动杆与电机连接;该方法通过转动坩埚,使得磷可以充分的反应,从而保证生长的磷锆锌多晶体产率高,纯度高,且一次合成的磷锆锌多晶体的产量大,值得推广。



1. 一种磷锗锌多晶体的合成方法,其特征在于包括如下步骤:

(1) 装料与封装

按照化学计量比磷:锗:锌=1:1:2称量原料;将锌和锗充分混合均匀;先将磷通过辅助装料管(2)装入坩埚(1)的底端,然后将锌和锗的混合物通过辅助装料管(2)装入坩埚(1)内的圆筒(12)中,以上过程均在手套箱中完成;最后,将坩埚(1)从手套箱中取出,抽真空封结;

(2) 坩埚转动辅助生长

a) 将封结好的坩埚(1)置入加热炉(3)中,将置入磷的底端放在加热炉(3)的低温区,置入锌和锗的圆筒(12)放在加热炉(3)的高温区;接着,将转动坩埚(1)用的钢片卡口(32)接在防爆钢管(33)上,且放入相应的耐火砖;最后,所述钢片卡口(32)与电机(37)连接;

b) 将底端的温区的温度升至 500°C – 520°C ,圆筒(12)端的温区温度升至 1010°C – 1030°C ;然后,保持加热炉(3)各个温区的温度不变,持续5–8小时;且当低温端温度升至 400°C 时,启动电机(37)转动坩埚(1);保证磷缓慢升华;

c) 将底端的温区的温度升至 1020°C – 1035°C ,此时,圆筒(12)端的温区温度保持不变;接着,将底端温区的温度升至 1060°C – 1075°C ,圆筒(12)端的温区温度则升至 1040°C – 1045°C ;然后,保持将加热炉(3)各个温区的温度不变,持续20–25小时,且保持坩埚转动;直至磷锗锌多晶体基本生成;

(3) 退火并分离磷

磷锗锌多晶体基本生成后,将加热炉(3)全部温区温度缓慢降至 850°C – 900°C ,且当圆筒端温度低于 1010°C 时停止转动坩埚(1);接着,将加热炉(3)全部温区温度快速降至 600°C – 700°C ;然后,保持将加热炉(3)各个温区的温度不变,对磷锗锌多晶体退火;最后,将底端与圆筒端降至室温,分离剩余过量的磷。

2. 根据权利要求1所述的磷锗锌多晶体的合成方法,其特征在于:所述步骤(1)中,将坩埚抽真空至 10^{-4}Pa 。

3. 根据权利要求1所述的磷锗锌多晶体的合成方法,其特征在于:所述步骤(2)的b)中,将底端温区的温度以 2°C – $2.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 500°C – 520°C ,圆筒(12)端的温区温度以 2°C – $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1010°C – 1030°C ,坩埚(1)的转动速度为 2.8 r/min – 3.2 r/min 。

4. 根据权利要求1所述的磷锗锌多晶体的合成方法,其特征在于:所述步骤(2)的c)中,将底端温区的温度以 2°C – $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1020°C – 1035°C ,此时,圆筒(12)端的温区温度保持不变;然后,将底端温区的温度以 0.5°C – $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1060°C – 1075°C ,圆筒端的温区温度以 0.3°C – $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1040°C – 1045°C ;保持坩埚(1)的转动速度为 1 r/min – 2 r/min 。

5. 根据权利要求1所述的磷锗锌多晶体的合成方法,其特征在于:所述步骤(3)中,磷锗锌多晶体基本生成后,将加热炉(3)的全部温区温度以 $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 850°C – 900°C ,且当圆筒(12)端温度低于 1010°C 时,停止转动坩埚(1);接着,将加热炉(3)全部温区温度以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 600°C – 700°C ,保温约20小时,从而对磷锗锌多晶体适当退火;最后,将底端以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温,圆筒(12)端以 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温,分离剩余过量的磷。

一种磷锗锌多晶体的合成装置及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及磷锗锌多晶体的生长技术领域,特别涉及一种磷锗锌多晶体的合成装置及方法。

背景技术

[0002] 黄铜矿类半导体晶体属于非线性光学晶体。其具有两个突出的优点:非线性光学系数大和中远红外区透过波段宽。磷化锗锌晶体则是黄铜矿类半导体晶体中综合性能最好的。与其它黄铜矿类半导体晶体相比,磷化锗锌晶体还有着自身的特殊性质:1、透过波段宽,从 0.7 μ m 到 12 μ m;2、非线性系数大;3、热导率高,不易造成晶体和光学元件的损伤;4、硬度大,晶体具有较高的机械加工性能。因此,此种晶体的军事应用前景及民用前景都是十分广阔。其军事领域应用十分广泛:激光定向红外干扰、激光通讯、红外测距、红外遥感等,同时利用激光定向红外干扰,以对抗来袭新一代中红外制导导弹的军事应用中具有重大意义。而在民用领域中,其可应用于环境中对工业气体做环保监测、生物、医药等。

[0003] 磷锗锌晶体的合成主要分为两步:1、磷锗锌多晶体的合成;2、磷锗锌单晶体的合成。其中,多晶体的合成对单晶体的生长起着决定性的作用,故需先获得优质的磷锗锌多晶体。而目前磷锗锌多晶体的合成方法主要有两种:单温区法和双温区法。因为在磷锗锌合成的过程中,磷和锌会产生较高的蒸汽压,导致坍塌爆炸,所以单温区法很难一次获得质量较多的磷锗锌多晶体来满足单晶体的生长。而传统的双温区法多是因为反应过程中产生了难熔的二元化合物 Zn_3P_2 和 ZnP_2 而导致过量的磷未能发生反应,或是反应过程中先生成的磷锗锌多晶体包覆住了锗阻碍了反应进一步完成,最后磷蒸汽压过高导致坍塌爆炸,合成出来的单晶纯度也较低。

[0004] 因而,传统的磷锗锌多晶体的合成方法都未能满足一次性合成大量高纯单相的多晶体的要求,从而限制了磷锗锌单晶体的生长。为了避免上述问题,须使磷尽量完全反应同时避免磷锗锌包覆锗,才能保证整个合成过程的顺利进行。

[0005] 综上所述,目前磷锗锌多晶体的合成装置及方法存在的问题是:

[0006] 磷未充分反应且磷锗锌包覆锗使得难以满足一次性合成大量高纯单相的多晶体的要求;另外,反应过程中容易导致爆炸。

发明内容

[0007] 本发明专利所要解决的技术问题是提供一种一次性合成大量高纯单相且保证操作安全的磷锗锌多晶体的合成装置及方法。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:一种磷锗锌多晶体的合成装置,包括坩埚与加热炉,还包括电机,所述加热炉内设有防爆钢管,所述坩埚设于防爆钢管内,所述防爆钢管内通过连动杆与电机连接。

[0009] 优选地,所述坩埚包括依次连接的封结管、圆筒和输运管;所述封结管的内径 n 小于圆筒的内径 R ;所述圆筒的内径 R 为 10mm-14mm,其长度 s 为 90mm-110mm;所述封结管的

长度 f 为 190mm-210mm, 所述输运管的长度 k 为 750mm-800mm。

[0010] 优选地, 所述加热炉为八温区水平炉, 所述八温区水平炉内设有防爆钢管, 所述防爆钢管的管口设有钢片卡口, 所述钢片卡口通过连动杆与电机连接。

[0011] 优选地, 还包括辅助加料管, 所述辅助加料管包括导料管, 所述导料管一端设有装料口, 另一端设有出料口; 所述装料口的口径为 25mm-35mm, 所述出料口的口径为 8mm-12mm。

[0012] 优选地, 所述导料管的长度 x 大于坩埚的封结管和圆筒的长度之和 $f+s$, 即为: $x > f+s$; 所述导料管的长度 x 为 400mm-450mm, 且导料管的外径 m 生长坩埚的封结管的内径 n 。

[0013] 一种磷锆锌多晶体的合成方法, 包括如下步骤:

[0014] (1) 装料与封装

[0015] 按照化学计量比磷: 锆: 锌 = 1: 1: 2 称量原料; 将锌和锆充分混合均匀; 先将磷通过辅助装料管装入坩埚的底端, 然后将锌和锆的混合物通过辅助装料管装入坩埚内的圆筒中, 以上过程均在手套箱中完成; 最后, 将坩埚从手套箱中取出, 抽真空封结;

[0016] (2) 坩埚转动辅助生长

[0017] a) 将封结好的坩埚置入加热炉中, 将置入磷的底端放在加热炉的低温区, 置入锌和锆的圆筒放在加热炉的高温区; 接着, 将转动坩埚用的钢片卡口接在防爆钢管上, 且放入相应的耐火砖; 最后, 所述钢片卡口与电机连接;

[0018] b) 将底端温区的温度升至 500°C - 520°C , 圆筒端的温区温度升至 1010°C - 1030°C ; 然后, 保持加热炉各个温区的温度不变, 恒温 5-8 小时, 且当低温端温度升至 400°C 时, 启动电机转动坩埚; 保证磷缓慢升华;

[0019] c) 将底端温区的温度升至 1020°C - 1035°C , 此时, 圆筒端的温区温度保持不变; 接着, 将底端(低温端)温区的温度升至 1060°C - 1075°C , 圆筒端的温区温度则升至 1030°C - 1040°C ; 然后, 保持将加热炉各个温区的温度不变, 持续 20-25 小时, 且保持坩埚转动; 直至磷锆锌多晶体基本生成;

[0020] (3) 退火并分离磷

[0021] 磷锆锌多晶体基本生成后, 将加热炉全部温区温度缓慢降至 850°C - 900°C , 且当圆筒端温度低于 1010°C 时停止转动坩埚; 接着, 将加热炉全部温区温度快速降至 600°C - 700°C ; 然后, 保持将加热炉各个温区的温度不变, 对磷锆锌多晶体退火; 最后, 将底端与圆筒端降至室温, 分离剩余过量的磷。

[0022] 优选地, 所述步骤(1)中, 将坩埚抽真空至 10^{-4}Pa 。

[0023] 优选地, 所述步骤(2)的 b) 中, 将底端温区的温度以 2°C - $2.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 500°C - 520°C , 圆筒端的温区温度以 2°C - $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1010°C - 1030°C , 坩埚的转动速度为 2.8 r/min - 3.2 r/min 。

[0024] 优选地, 所述步骤(2)的 c) 中, 将底端温区的温度以 2°C - $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1020°C - 1035°C , 此时, 圆筒端的温区温度保持不变; 然后, 将底端温区的温度以 0.5°C - $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1060°C - 1075°C , 圆筒端的温区温度以 0.3°C - $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1040°C - 1045°C ; 保持坩埚的转动速度为 1 r/min - 2 r/min 。

[0025] 优选地, 所述步骤(3)中, 磷锆锌多晶体基本生成后, 将加热炉全部温区温度以 $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 850°C - 900°C , 且当圆筒端温度低于 1010°C 时, 停止转动坩埚; 接着, 将加

热炉全部温区温度以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 $600^{\circ}\text{C}-700^{\circ}\text{C}$, 保温约 20 小时, 从而对磷锆锌多晶体适当退火; 最后, 将底端以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温, 圆筒端以 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温, 分离剩余过量的磷。

[0026] 本发明相对于现有技术, 具有以下有益效果:

[0027] 1) 本发明磷锆锌多晶体的合成装置及方法由于采用了坩埚转动生长磷锆锌多晶体的方法, 使得磷可以充分的反应, 从而保证生长的磷锆锌多晶体产率高, 纯度高, 且一次合成的产量大;

[0028] 2) 本发明磷锆锌多晶体的合成装置及方法采用的坩埚, 其内嵌有圆筒的结构, 该结构可以防止磷锆锌多晶体流至整个坩埚, 保证磷锆锌多晶体处于一个相对稳定的温度区间, 从而保证磷锆锌多晶体的均一性; 而磷在反应过程中是以气态形式出现, 圆筒设计也不会阻碍磷的气相输运;

[0029] 3) 本发明磷锆锌多晶体的合成装置及方法采用了辅助加料管辅助加料, 配料加料过程相对简单, 容易操作;

[0030] 4) 本发明磷锆锌多晶体的合成装置及方法由于采用了防爆刚管、钢片卡口、连动杆和电机, 从而使得坩埚的转动比较简单, 且容易操作和控制;

[0031] 5) 本发明磷锆锌多晶体的合成装置及方法设备简单, 且容易控制生长工艺参数。

附图说明

[0032] 图 1 是本发明磷锆锌多晶体的合成装置的示意图;

[0033] 图 2 是本发明磷锆锌多晶体的合成装置的辅助加料管的示意图;

[0034] 图 3 是本发明磷锆锌多晶体的合成装置的坩埚的示意图;

[0035] 图 4 是本发明磷锆锌多晶体的合成方法的利用辅助加料管装入磷的示意图;

[0036] 图 5 是本发明磷锆锌多晶体的合成方法的利用辅助加料管装入锌和锆混合物的示意图;

[0037] 图 6 是实施例 1 的 X 射线粉末衍射图;

[0038] 图 7 是实施例 2 的 X 射线粉末衍射图。

具体实施方式

[0039] 下面结合实施例及附图对本发明作进一步详细的描述, 但发明的实施方式不限于此。

[0040] 实施例 1

[0041] 如图 1 所示, 一种磷锆锌多晶体的合成装置, 包括坩埚 1 与加热炉 3, 还包括电机 37。加热炉 3 设有炉体外壳 36, 其内设有防爆钢管 33, 坩埚 1 设于防爆钢管 33 内, 防爆钢管 33 内通过连动杆 31 与电机 37 连接。加热炉 3 为八温区水平炉, 八温区水平炉内设有防爆钢管 33, 防爆钢管 33 的管口设有钢片卡口 32, 钢片卡口 32 通过连动杆 31 与电机 37 连接。其中, 34 为锌和锆的混合物; 35 为磷。

[0042] 如图 3 所示, 坩埚 1 包括依次连接的封结管 11、圆筒 12 和输运管 13。封结管 11 的内径 n 小于圆筒 12 的内径 R ; 圆筒 12 的内径 R 为 10mm, 其长度 s 为 90mm; 封结管 11 的长度 f 为 190mm, 输运管 13 的长度 k 为 750mm。

[0043] 如图 2 所示,还包括辅助加料管 2,辅助加料管包括导料管 23,导料管一端设有装料口 21,另一端设有出料口 22;装料口 21 的口径为 25mm-35mm,出料口 23 的口径为 8mm-12mm。导料管 22 的长度 x 大于坩埚 1 的封结管 11 和圆筒 12 的长度之和 $f+s$,即为: $x > f+s$;导料管 22 的长度 x 为 400mm-450mm,且导料管 22 的外径 m 坩埚 1 的封结管 11 的内径 n 。

[0044] 如图 4 所示,为装入磷的示意图;如图 5 所示,为装入锌和锆混合物的示意图;一种磷锆锌多晶体的合成方法,包括如下步骤:

[0045] (1) 装料与封装

[0046] 按照化学计量比磷:锆:锌=1:1:2 称量原料;将锌和锆充分混合均匀;先将磷通过辅助装料管 2 装入坩埚 1 的底端,然后将锌和锆的混合物通过辅助装料管 2 装入坩埚 1 内的圆筒 12 中,以上过程均在手套箱中完成;最后,将坩埚 1 从手套箱中取出,将坩埚抽真空至 10^{-4} Pa 封结;

[0047] (2) 坩埚转动辅助生长

[0048] a) 将封结好的坩埚 1 置入加热炉中,将置入磷的底端放在加热炉的低温区,置入锌和锆的圆筒 12 放在加热炉的高温区;接着,将转动坩埚 1 用的钢片卡口 32 接在防爆钢管 33 上,且放入相应的耐火砖;最后,所述钢片卡口 32 与电机 37 连接;

[0049] b) 将底端温区的温度升至 500°C - 520°C ,圆筒 12 端的温区温度升至 1010°C - 1030°C ;然后,保持加热炉 3 各个温区的温度不变,持续 5-8 小时;且当低温端温度升至 400°C 时,启动电机 37 转动坩埚 1;保证磷缓慢升华;

[0050] c) 将底端温区的温度升至 1020°C - 1035°C ,此时,圆筒 12 端的温区温度保持不变;接着,将底端温区的温度升至 1060°C - 1075°C ,圆筒 12 端的温区温度则升至 1040°C - 1045°C ;然后,保持将加热炉 3 各个温区的温度不变,持续 20-25 小时,且保持坩埚转动;直至磷锆锌多晶体基本生成;

[0051] (3) 退火并分离磷

[0052] 磷锆锌多晶体基本生成后,将加热炉 3 全部温区温度缓慢降至 850°C - 900°C ,且当圆筒端温度低于 1010°C 时停止转动坩埚 1;接着,将加热炉 3 全部温区温度快速降至 600°C - 700°C ;然后,保持加热炉 3 各个温区的温度不变,对磷锆锌多晶体退火;最后,将底端与圆筒端降至室温,分离剩余过量的磷。

[0053] 具体地,步骤(2)的 b) 中,将底端温区的温度以 2°C - $2.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 500°C - 520°C ,圆筒 12 端的温区温度以 2°C - $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1010°C - 1030°C ,坩埚 1 的转动速度为 2.8 r/min - 3.2 r/min 。

[0054] 具体地,步骤(2)的 c) 中,将底端温区的温度以 2°C - $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1020°C - 1035°C ,此时,圆筒 12 端的温区温度保持不变;然后,将底端温区的温度以 0.5°C - $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1060°C - 1075°C ,圆筒端的温区温度以 0.3°C - $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1040°C - 1045°C ;保持坩埚 1 的转动速度为 1 r/min - 2 r/min 。

[0055] 具体地,步骤(3)中,磷锆锌多晶体基本生成后,将加热炉 3 的全部温区温度以 $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 850°C - 900°C ,且当圆筒 11 端温度低于 1010°C 时,停止转动坩埚 1;接着,将加热炉 3 全部温区温度以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 600°C - 700°C ,保温约 20 小时,从而对磷锆锌多晶体适当退火;最后,将底端以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温,圆筒 12 端以 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温,分离

剩余过量的磷。

[0056] 如图 6 所示,为本实施例的 X 射线粉末衍射图。该实施中,为生长总重 50g 的磷锆锌多晶体,具体地操作如下:

[0057] (1) 装料与封装

[0058] 按照化学计量比磷:锆:锌=1:1:2 称量原料;将锌和锆充分混合均匀;先将磷通过辅助装料管 2 装入坩埚 1 的底端,然后将锌和锆的混合物通过辅助装料管 2 装入坩埚 1 内的圆筒 12 中,以上过程均在手套箱中完成;最后,将坩埚 1 从手套箱中取出,将坩埚抽真空至 10^{-4} Pa 封结;

[0059] (2) 坩埚转动辅助生长

[0060] a) 将封结好的坩埚 1 置入加热炉中,将置入磷的底端放在低温区,置入锌和锆的圆筒 12 放在高温区;接着,将转动坩埚 1 用的钢片卡口 32 接在防爆钢管 33 上,且放入相应的耐火砖;最后,所述钢片卡口 32 与电机 37 连接;

[0061] b) 将底端(即低温端)温区的温度以 $2.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 520°C ,圆筒端的温区温度以 $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1030°C ,然后将水平炉各个温区的温度保持在这个温度分布下不变,持续 5 小时,保证气态磷基本反映完全;当低温端温度升至 400°C 时,保持坩埚以大约 $3.2\text{r}/\text{min}$ 的速度转动,以促进气态磷的反应;

[0062] c) 将底端(即低温端)温区的温度以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1035°C ,圆筒端的温区温度保持不变,然后将底端(即低温端)温区的温度以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1075°C ,圆筒端的温区温度以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1045°C ,接着将水平炉各个温区的温度保持在此温度分布下不变,持续 20 小时;且保持坩埚以 $2\text{r}/\text{min}$ 的速度转动。

[0063] (3) 退火并分离磷

[0064] 磷锆锌多晶体基本生成后,将加热炉全部温区的温度以 $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 850°C ;接着,将加热炉全部温区的温度以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至 600°C ;然后,保温约 20 小时,对多晶体适当退火;最后,将底端(即低温端)以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温,圆筒端的温区温度以 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降至室温,分离剩余的过量磷;且当圆筒端的温度低于 1010°C 时,停止转动坩埚。

[0065] 实施例 2

[0066] 本实施例除下述特征外,其他特征均与实施例 1 相同:如图 7 所示,为本实施例的 X 射线粉末衍射图;该实施例中,为生长总重 150g 的磷锆锌多晶体,具体地操作如下:

[0067] (1) 装料与封装

[0068] 按照化学计量比磷:锆:锌=1:1:2 称量原料;将锌和锆充分混合均匀;先将磷通过辅助装料管 2 装入坩埚 1 的底端,然后将锌和锆的混合物通过辅助装料管 2 装入坩埚 1 内的圆筒 12 中,以上过程均在手套箱中完成;最后,将坩埚 1 从手套箱中取出,将坩埚抽真空至 10^{-4} Pa 封结;

[0069] (2) 坩埚转动辅助生长

[0070] a) 将封结好的坩埚 1 置入加热炉中,将置入磷的底端放在低温区,置入锌和锆的圆筒 12 放在高温区;接着,将转动坩埚 1 用的钢片卡口 32 接在防爆钢管 33 上,且放入相应的耐火砖;最后,所述钢片卡口 32 与电机 37 连接;

[0071] b) 将底端(低温端)温区的温度以 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 500°C ,圆筒端的温区温度以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 1020°C ;然后,保持加热炉各个温区的温度不变,持续 8 小时,保证气态磷基本反映

完全；当低温端温度升至 400℃时，坩埚以大约 2.8r/min 转动，以促进气态磷的反应；

[0072] c) 将底端(低温端)温区的温度以 2℃ /min 升至 1020℃，圆筒端的温区温度保持不变；然后，将底端(低温端)温区的温度以 0.5℃ /min 升至 1065℃，圆筒端的温区温度以 0.3℃ /min 升至 1045℃；接着，保持加热炉各个温区的温度不变，持续 25 小时；以上过程均保持坩埚以 1r/min 的速度转动；

[0073] 3) 退火并分离磷

[0074] 磷锆锌多晶体基本生成后，将加热炉全部温区的温度以 0.1℃ /min 降至 900℃；接着，将加热炉全部温区的温度以 0.5℃ /min 降至 700℃；然后，保温约 20 小时，对多晶体适当退火；最后，将底端(低温端)以 1℃ /min 降至室温，圆筒端的温区温度 2℃ /min 降至室温，分离剩余的过量磷；且当圆筒端温度低于 1010℃时，停止转动坩埚。

[0075] 上述实施例仅为本发明的较佳实施例，并非用来限定本发明的实施范围。即凡依本发明内容所作的均等变化与修饰，都为本发明权利要求所要求保护的范围所涵盖。

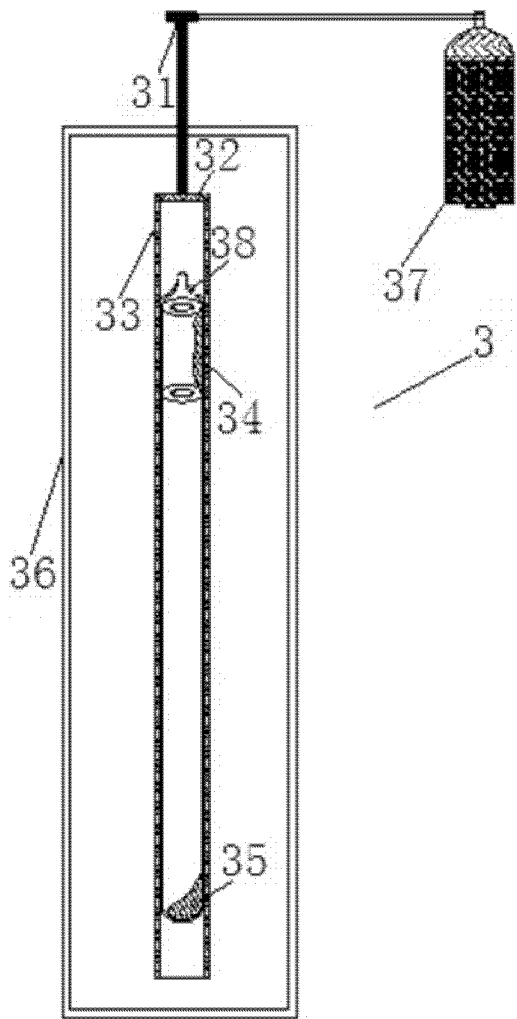


图 1

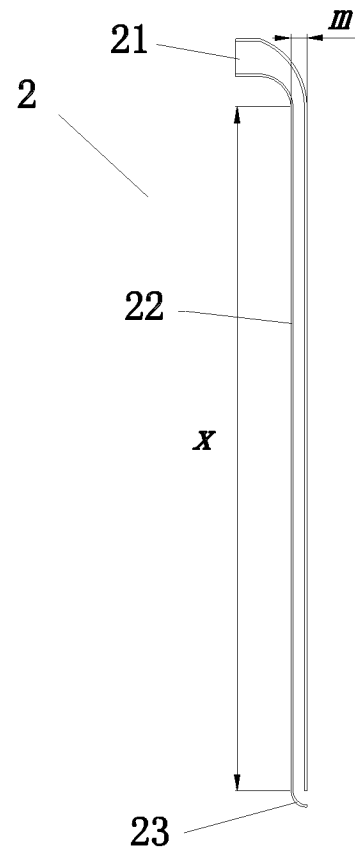


图 2

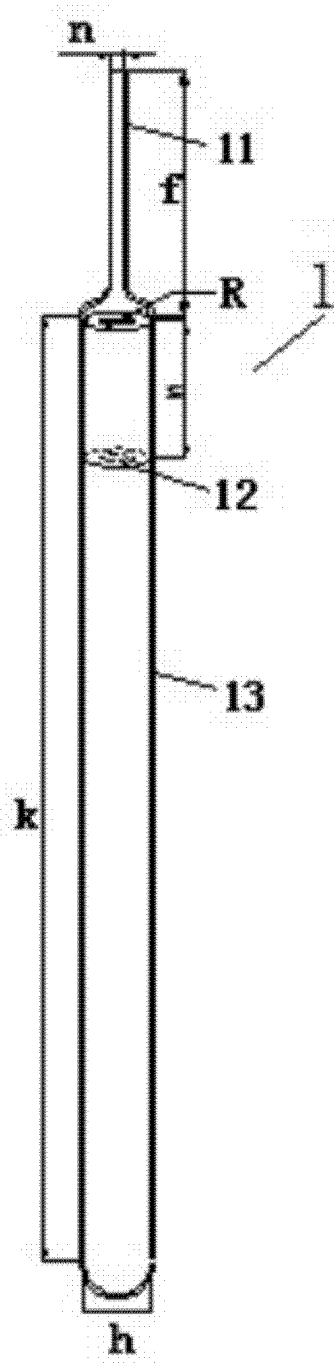


图 3

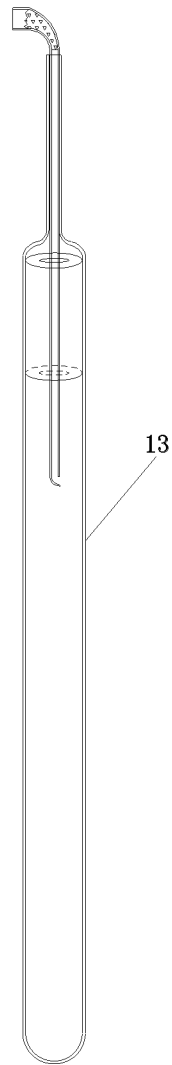


图 4

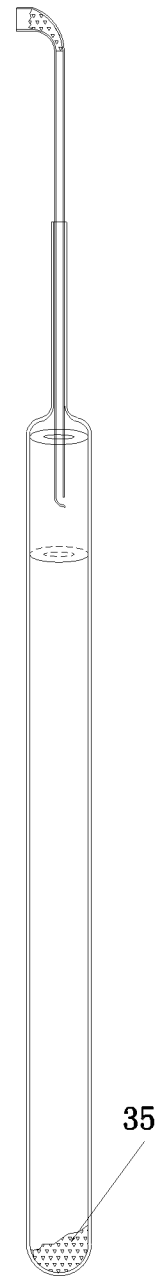


图 5

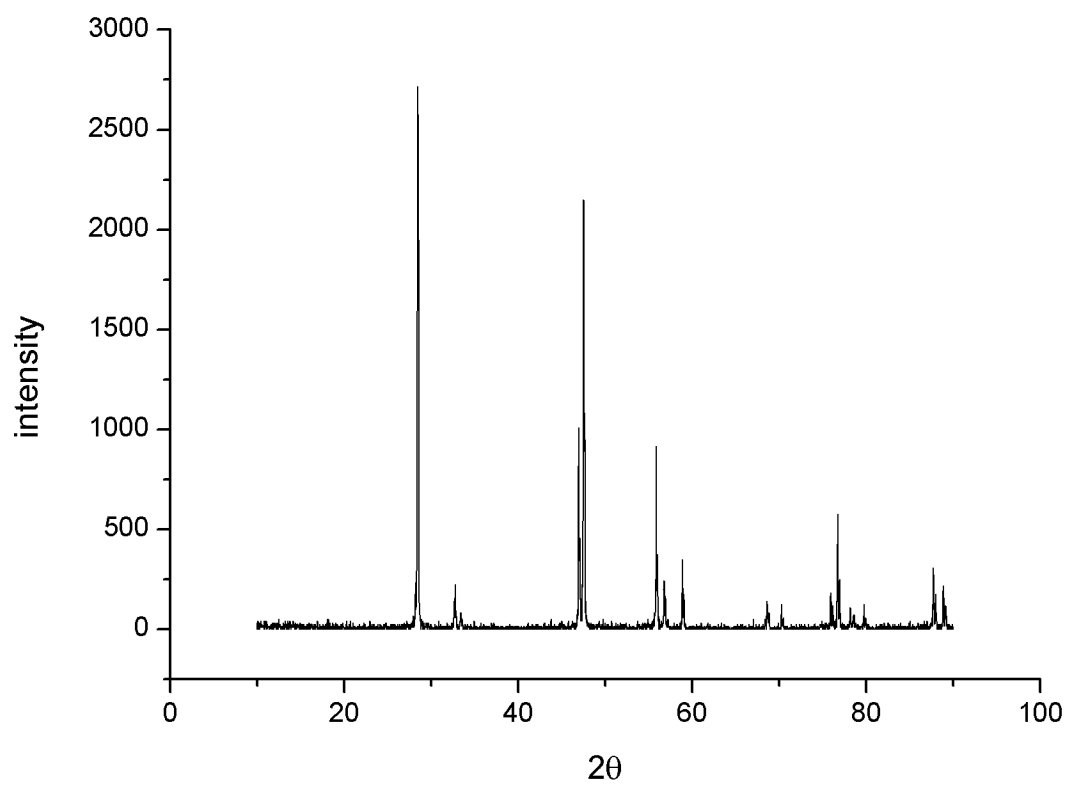


图 6

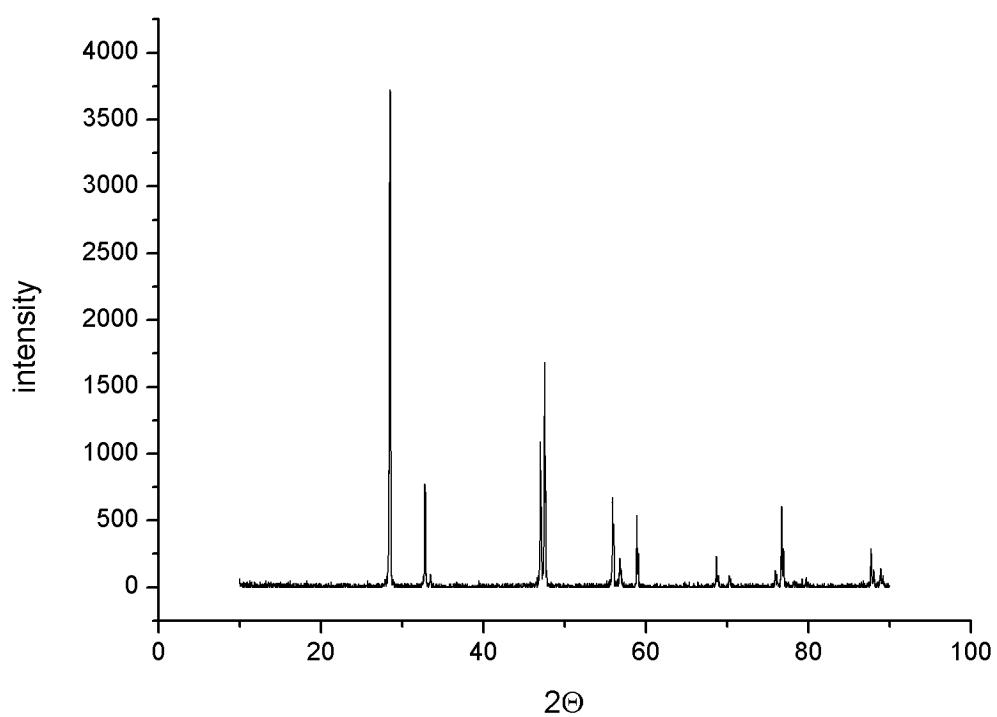


图 7