



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105648521 A

(43) 申请公布日 2016. 06. 08

(21) 申请号 201610056010. 6

(22) 申请日 2016. 01. 26

(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 朱允中 林少鹏

(74) 专利代理机构 广州新诺专利商标事务所有
限公司 44100

代理人 吴静芝

(51) Int. Cl.

C30B 15/08(2006. 01)

C30B 15/20(2006. 01)

C30B 15/30(2006. 01)

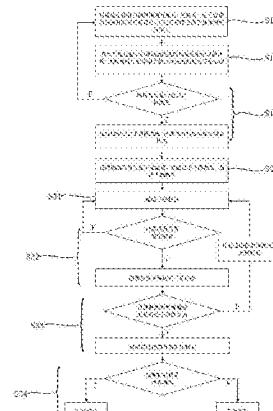
权利要求书2页 说明书7页 附图5页

(54) 发明名称

一种晶体生长方法和设备

(57) 摘要

本发明公开了一种晶体生长方法，包括 S1：捕获下晶温度；S2：使坩埚温度达到步骤 S1 中下晶温度；S3：根据坩埚温度以及籽晶质量变化进行下晶操作；具体的，对盛放晶体材料的坩埚进行加热，使其以一定升温速率恒速升温至目标温度；获取升温过程中的坩埚温度随时间变化所形成的曲线，选取曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度；使坩埚温度达到下晶温度；缓慢下移籽晶；当籽晶质量发生变化时，继续缓慢下移达到下晶深度；根据籽晶质量变化微调坩埚温度。本发明的晶体生长方法，可利用升温过程中温度随时间变化曲线获取晶体准确下晶温度；并且避免在下晶过程中由保温系统的温度梯度对籽晶造成热冲击，根据籽晶质量变化随时调整适合的温度。



1.一种晶体生长的方法,其特征在于:包括以下步骤:

S1:捕获下晶温度;

S2:使坩埚温度达到步骤S1所述的下晶温度;

S3:根据坩埚温度以及籽晶质量变化进行下晶操作;

其中,步骤S1包括以下步骤:

S11:对盛放晶体材料的坩埚进行加热,使其以一定升温速率恒速升温至目标温度,所述目标温度高于晶体材料的熔点;

S12:获取升温过程中的坩埚温度随时间变化所形成的曲线,选取曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度;

步骤S3包括以下步骤:

S31:缓慢下移籽晶;

S32:当籽晶质量发生变化时,继续缓慢下移达到下晶深度;

S33:监测籽晶质量增减速度,当籽晶质量增减速度范围处于阈值V内,对坩埚保持原有加热状态;当籽晶质量增加或减小速度范围超过阈值V,升高或降低坩埚的温度,然后上移籽晶,执行步骤S31,重新下晶。

2.根据权利要求1所述的晶体生长方法,其特征在于:步骤S1还包括步骤S13,当坩埚温度达到目标温度时,坩埚恒定于目标温度,使晶体材料熔体组分混合均匀。

3.根据权利要求1所述的晶体生长方法,其特征在于:步骤S3还包括步骤S34,根据籽晶质量变化的速率,选择升温缩颈或恒温缩颈。

4.根据权利要求3所述的晶体生长方法,其特征在于:步骤S34中,当籽晶质量增加速率 $0.5\sim-2g/h$,选择恒温缩颈;当籽晶质量增加速率超过 $0.5g/h$,选择升温缩颈。

5.根据权利要求1所述的晶体生长方法,其特征在于:所述步骤S11中的升温速率为 $3\sim7^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

6.根据权利要求1-5中任一权利要求所述的晶体生长方法,其特征在于:所述步骤S31中下移籽晶的速度为 $100\sim150\text{mm}/\text{h}$ 。

7.根据权利要求6所述的晶体生长方法,其特征在于:所述步骤S32中的下晶深度为 $0.5\sim1\text{mm}$ 。

8.一种晶体生长设备,其特征在于:包括炉壳、保温装置、坩埚、籽晶杆、加热装置、上重量传感器和/或下重量传感器、控制装置;所述炉壳为中空壳体,所述保温装置设置于炉壳内,所述加热装置和坩埚设置于保温装置内,所述加热装置对所述坩埚加热,所述控制装置分别与所述籽晶杆、加热装置、上重量传感器和/或下重量传感器电连接;所述控制装置获得加热装置的实时加热温度,并绘制温度随时间变化的温度曲线,选取温度曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度;并且所述控制装置检测籽晶质量增减速度,并根据籽晶的增减速度控制加热装置对坩埚的加热以及籽晶杆的上移、下移或旋转。

9.根据权利要求8所述的晶体生长设备,其特征在于:所述控制装置包括温控模块、温度曲线绘制模块、下晶温度选取模块、监控模块和提拉旋转控制模块;所述温控模块分别与下晶温度选取模块和提拉旋转控制模块电连接,所述温度曲线绘制模块与下晶温度选取模块电连接,所述监控模块与提拉旋转控制模块电连接;所述温控模块和温度曲线绘制模块分别加热装置电连接,所述提拉旋转控制模块与籽晶杆电连接,所述监控模块分别与上重

量传感器和/或下重量传感器电连接；所述温控模块实时测量坩埚温度并根据坩埚测量的温度控制加热装置；所述温度曲线绘制模块根据温控模块获取的实时温度绘制加热装置温度随时间变化曲线；所述下晶温度选取模块根据温度曲线绘制模块获取的温度随时间变化曲线，选取变化曲线中斜率最大点对应的温度为下晶温度；所述监控模块监控籽晶杆上籽晶重量和/或坩埚内晶体重量；所述提拉旋转控制模块根据温控模块获得的坩埚温度、以及监控模块获得的籽晶杆上籽晶重量和/或坩埚内晶体重量，调节籽晶杆提拉或旋转的速度。

10. 根据权利要求8或9所述的晶体生长设备，其特征在于：所述设备还包括一对流控制装置，所述对流控制装置包括对流控制器、风机、输气通道和调压器；所述对流控制器中心为镂空结构，其设置有以对流控制器轴线中心对称的第一进气口和第二进气口；所述风机通过输气通道分别与第一进气口和第二进气口连接；所述调压器与风机电连接；所述对流控制装置的对流控制器设置于炉壳内部的保温装置的上方，所述籽晶杆分别穿过对流控制器和保温装置的上方。

一种晶体生长方法和设备

技术领域

[0001] 本发明涉及晶体生长领域，尤其涉及一种晶体生长方法和设备。

背景技术

[0002] 下晶操作是晶体生长过程中决定晶体品质的关键步骤。而其中，下晶温度的选取是提拉法晶体生长过程中最重要的一步。下晶温度过高，会直接导致生长界面受到较强热冲击，缩颈时间过长，甚至籽晶直接熔化等严重影响晶体生产的问题。另一方面，下晶温度过低则会导致晶体生长界面处快速结晶，同时产生大量位错。这就必须熔化长出的部分，提高下晶温度，重新生长晶体。因此，准确的下晶温度是晶体顺利生长的保障。

[0003] 现有技术中，“判断下晶温度”这一关键技术依然完全依靠人工经验。尽管晶体生长设备的自动化程度已达到较高水平，甚至存在所谓的“自动下晶”设计，但都是基于人工预先设定好下晶温度的基础上进行操作。而下晶温度的自动判断这一核心问题，仍没有得到解决。

[0004] 通常，提拉法晶体生长过程中，下晶温度会调整为略高于晶体的熔化温度。根据晶体性质不同，其调整幅度稍有差异。由晶体材料性质所决定，每种晶体都具有特定的熔点。因此，理论上讲，晶体适合的下晶温度也应为一个较小的温度范围。但是，在实际生长晶体过程中，即便是同种晶体的下晶温度也存在很大差异。仅以铌酸锂晶体为例，即使同一保温系统搭建人员严格按照操作标准执行，人工所导致的不可避免的差异仍可能使晶体的下晶温度相差近100℃。这一现象主要由保温系统的微小差异造成。因此，晶体生长的下晶温度均不同。由于保温系统差异的问题完全无法避免，所以下晶温度的判断极难摆脱人工干预。

[0005] 在设定下晶温度后，开始下晶操作。现有技术中主要有手工摇下晶设备和自动下晶功能设备。手动下晶的主要缺陷是，容易造成籽晶尖端位错积累，甚至籽晶开裂。而自动下晶设备，利用电机均匀缓慢下移籽晶完成下晶操作。但是，虽然解决了运行过程中籽晶温度变化过快的问题，但仍无法判断下晶是否成功。下晶是否成功，以及籽晶在熔体中微弱的变化情况的判断，在行业内全部采用观察“籽晶光圈”的方法。这一方法的主要缺点就是，高度依靠人工经验，不同下晶工程师的观察可能得到完全不同的判断结果。而且，在熔点较低的晶体中，光圈不明显甚至难以发现，这就完全失去了判断籽晶变化的依据。

[0006] 此外，整个晶体生长过程，由于晶体生长环境的特殊性，系统长期工作于高温、高压、强电磁场环境中。常规的干预监测手段，例如机械臂，气流反馈，无线射频信号等装置无法在晶体生长环境中正常运转。而且，通常晶体生长温度很高(1000℃以上)，其必要的保温系统也处于较高温度。因此，一旦晶体生长系统开始正常运行，就完全无法对密封于炉腔内的保温罩作出任何调整。尤其对于生长周期长的大尺寸晶体，单个晶体生长周期近一千小时。期间即使发现温度梯度不适宜，也没有任何调整手段。因此，工作状态下，在炉腔内实时调整温场对晶体生长具有重要意义。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于克服现有技术中的缺点和不足,提供一种准确判断下晶温度、根据籽晶质量变化速度实时调整温度的晶体生长方法。

[0008] 本发明是通过以下技术方案实现的:一种晶体生长方法,包括以下步骤:

[0009] S1:捕获下晶温度;

[0010] S2:使坩埚温度达到步骤S1所述的下晶温度;

[0011] S3:根据坩埚温度以及籽晶质量变化进行下晶操作;

[0012] 其中,步骤S1包括以下步骤:

[0013] S11:对盛放晶体材料的坩埚进行加热,使其以一定升温速率恒速升温至目标温度,所述目标温度高于晶体材料的熔点;

[0014] S12:获取升温过程中的坩埚温度随时间变化所形成的曲线,选取曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度;

[0015] 步骤S3包括以下步骤:

[0016] S31:缓慢下移籽晶;

[0017] S32:当籽晶质量发生变化时,继续缓慢下移达到下晶深度;

[0018] S33:监测籽晶质量增减速度,当籽晶质量增减速度范围处于阈值V内,对坩埚保持原有加热状态;当籽晶质量增加或减小速度范围超过阈值V,升高或降低坩埚的温度,然后上移籽晶,执行步骤S31,重新下晶。

[0019] 相对于现有技术,本发明的晶体生长方法,仅通过简单的升温操作,即可利用升温过程中温度随时间变化曲线获取晶体准确下晶温度;在下晶操作过程中,避免在下晶过程中炉壳内的温度梯度对籽晶造成热冲击,根据籽晶质量变化随时调整坩埚温度,并且添加了下晶纠错机制,当发生籽晶生长过速和籽晶熔化现象时可通过调整下晶温度,重新下晶操作。

[0020] 进一步,步骤S1还包括步骤S13,当坩埚温度达到目标温度时,坩埚恒定于目标温度,使晶体材料熔体组分混合均匀。

[0021] 进一步,步骤S3还包括步骤S34,根据籽晶质量变化的速率,选择升温缩颈或恒温缩颈。

[0022] 进一步,步骤S34中,当籽晶质量增加速率为 $0.5\sim-2g/h$,选择恒温缩颈;当籽晶质量增加速率超过 $0.5g/h$,选择升温缩颈。

[0023] 进一步,所述步骤S11中的升温速率为 $3\sim7^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

[0024] 进一步,所述步骤S31中下移籽晶的速度为 $100\sim150\text{mm}/\text{h}$ 。

[0025] 进一步,所述步骤S32中的下晶深度为 $0.5\sim1\text{mm}$ 。

[0026] 本发明还提供了一种晶体生长设备,包括炉壳、保温装置、坩埚、籽晶杆、加热装置、上重量传感器和/或下重量传感器、控制装置;所述炉壳为中空壳体,所述保温装置设置于炉壳内,所述加热装置和坩埚设置于保温装置内,所述加热装置对所述坩埚加热,所述控制装置分别与所述籽晶杆、加热装置、上重量传感器和/或下重量传感器电连接;所述控制装置获得加热装置的实时加热温度,并绘制温度随时间变化的温度曲线,选取温度曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度;并且所述控制装置检测籽晶质量增减速度,并根据籽晶的增减速度控制加热装置对坩埚的加热以及籽晶杆的上移、下移或旋转。

[0027] 相对于现有技术,本发明的晶体生长设备,由控制装置的利用温度随时间变化选

取晶体准确的下晶温度，排除人工经验对下晶操作的影响，解决了受温场影响、热电偶测温差异等问题造成的下晶温度判断不准确的问题，还可以准确判断新型晶体的下晶温度。并且，本发明的下晶设备，实现全自动化下晶过程，使下晶操作脱离人工操作。

[0028] 进一步，所述控制装置包括温控模块、温度曲线绘制模块、下晶温度选取模块、监控模块和提拉旋转控制模块；所述温控模块分别与下晶温度选取模块和提拉旋转控制模块电连接；所述温度曲线绘制模块与下晶温度选取模块电连接，所述监控模块与提拉旋转控制模块电连接；所述温控模块和温度曲线绘制模块分别加热装置电连接，所述提拉旋转控制模块与籽晶杆电连接，所述监控模块分别与上重量传感器和/或下重量传感器电连接；所述温控模块实时测量坩埚温度并根据坩埚测量的温度控制加热装置；所述温度曲线绘制模块根据温控模块获取的实时温度绘制加热装置温度随时间变化曲线；所述下晶温度选取模块根据温度曲线绘制模块获取的温度随时间变化曲线，选取变化曲线中斜率最大点对应的温度为下晶温度；所述监控模块监控籽晶杆上籽晶重量和/或坩埚内晶体重量；所述提拉旋转控制模块根据温控模块获得的坩埚温度、以及监控模块获得的籽晶杆上籽晶重量和/或坩埚内晶体重量，调节籽晶杆提拉或旋转的速度。

[0029] 进一步，所述设备还包括一对流控制装置，所述对流控制装置包括对流控制器、风机、输气通道和调压器；所述对流控制器中心为镂空结构，其设置有以对流控制器轴线中心对称的第一进气口和第二进气口；所述风机通过输气通道分别与第一进气口和第二进气口连接；所述调压器与风机电连接；所述对流控制装置的对流控制器设置于炉壳内部的保温装置的上方，所述籽晶杆分别穿过对流控制器和保温装置的上方。所述对流控制装置能够调整设备的保温装置内的自然对流，进而调整保温装置内的温场。在晶体生长过程中可实时调整温场，提供最适宜的晶体生长环境。

[0030] 为了更好地理解和实施，下面结合附图详细说明本发明。

附图说明

- [0031] 图1是本发明晶体生长方法的步骤流程图。
- [0032] 图2是本发明步骤S1中升温过程温度和功率随时间变化的曲线。
- [0033] 图3是本发明步骤S3中籽晶的质量变化随时间变化的曲线。
- [0034] 图4是本发明晶体生长设备的结构示意图。
- [0035] 图5是本发明晶体生长设备的结构俯视图。
- [0036] 图6是本发明晶体生长设备的对流控制器的主视剖面图。
- [0037] 图7是本发明晶体生长设备的对流控制器的俯视图。
- [0038] 图8是本发明晶体生长设备的控制装置各模块的连接示意图。

具体实施方式

[0039] 晶体生长的下晶温度高于晶体材料的熔点，但由于温场不同，每次晶体生长实验的结果不一致。但申请人经过实验发现，晶体材料的固液相变过程的温度变化曲线极为一致。并且可以通过监测盛装晶体材料的坩埚的温度以及籽晶质量变化的状态来选择适当的下晶时机。基于此，申请人提出了一种晶体生长方法。

[0040] 本发明的晶体生长方法，请参阅图1，包括以下步骤：

- [0041] S1:捕获下晶温度；
- [0042] S2:使坩埚温度达到步骤S1所述的下晶温度；
- [0043] S3:根据坩埚温度以及籽晶质量变化进行下晶操作。
- [0044] 捕获下晶温度的步骤S1包括以下步骤：
- [0045] S11:对盛放晶体材料的坩埚进行加热，使其以一定升温速率恒速升温至目标温度，所述目标温度高于晶体材料的熔点。
- [0046] 具体的，目标温度的选择主要基于晶体材料熔点。目标温度高于晶体材料的熔点。对于新材料，通常目标温度会设置为高于熔点20℃。传统材料的具体目标温度可以根据熟练工艺选定。材料的熔点主要根据文献记载或者工艺经验选定。例如，纯的同成分铌酸锂材料的熔点为1240℃，根据工艺经验，设置目标温度为该材料的熔点即可。而对于掺杂铌酸锂晶体，由于准确熔点未知，通常设置高于预判熔点20℃为目标温度。升温速率需要根据不同晶体材料的性质进行选择，通常设置为3-7℃/min。当升温速率过高时，受加热电源功率所限，不易完成升温，并且温控的“过冲”效应明显；当升温速率过低时，固液相变处温度曲线变化不明显。因此选择升温速率的主要原则是，使升温过程中固液相变所对应的温度曲线最大化，明显的曲线可以提高对下晶温度选取的准确性，同时不能因为“过冲”现象影响下晶温度的选取。在升温过程中实时记录坩埚的温度T，并绘制坩埚温度T随时间t的变化曲线。在本实施例中，检测对坩埚加热的加热功率随时间的变化，以控制坩埚升温速率。
- [0047] S12:绘制升温过程中的坩埚温度随时间变化所形成的曲线，选取曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度。
- [0048] S13:当坩埚温度达到目标温度时，坩埚恒定于目标温度，使晶体材料熔体组分混合均匀。在本实施例中，当坩埚温度达到目标温度时，使坩埚恒定于目标温度1小时。
- [0049] 具体的，请参阅图2，其是本发明步骤S1升温过程中温度和功率随时间变化的曲线。由于坩埚恒速升温至目标温度，当晶料开始处于固液共存时，晶体熔化过程会吸收大量的热。为了维持恒定的升温速率，加热功率大幅增加，但即使达到额定功率也无法维持原有的升温速率。因而，当多晶料开始熔化处于固液共存态时，坩埚温度随时间的变化斜率明显减小，升温速率减小，但加热功率数值却十分高(接近或达到额定功率)。当晶体完全熔化，固液相变结束，晶体材料的熔体就不再大量吸热，但是加热功率不会迅速调整回原有水平。过高的功率会导致坩埚温度急剧升高，温度远高于目标温度并且升温速率急剧增加。在升温过程中获取坩埚温度随时间变化所形成的曲线，其中温度开始猛增的点是晶料完全熔化的温度点，而选取曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度。在本实施例中，所述升温速率为3-7℃/min。
- [0050] 当捕获下晶温度后，进行步骤S2的操作，使坩埚温度降低至下晶温度，并恒定于下晶温度，待进行步骤S3的下晶操作。
- [0051] 根据坩埚温度以及籽晶质量变化进行下晶操作的步骤S3，包括以下步骤：
- [0052] S31:缓慢下移籽晶。
- [0053] 具体的，下移籽晶的速度根据需要选择。当下移籽晶过慢时会影响工作效率；而当下移籽晶过快则会对籽晶产生热冲击，对籽晶造成损伤。在本实施例中，所述下移籽晶的速度为100~150mm/h。但籽晶的下移速度不局限于此。
- [0054] S32:当籽晶质量发生变化时，继续缓慢下移达到下晶深度。

[0055] 具体的,当籽晶接触熔化的晶体材料时,籽晶吸附熔化的晶体材料,籽晶质量增加。在本实施例中,所述下晶深度为0.5~1mm。但下晶深度不局限于此。

[0056] S33:监测籽晶质量增减速度,当籽晶质量增减速度范围处于阈值V内,对坩埚保持原有加热状态;当籽晶质量增加或减小速度范围超过阈值V,升高或降低坩埚的温度,然后上移籽晶,执行步骤S31,重新下晶。

[0057] 请参阅图3,其是本发明步骤S3中籽晶的质量变化随时间变化的曲线。当籽晶质量减小量或增加量小于步骤S32中的质量变化时,说明下晶成功。当籽晶质量快速增加或减小量大于步骤S32中的质量变化,说明下晶失败,重新下晶。具体的,步骤S33中,当籽晶质量增加速率范围超过阈值V,说明下晶温度偏低,熔化的晶体材料快速在籽晶周围结晶。此时升高坩埚的温度,熔化籽晶周围的结晶,然后重新进行下晶操作。当籽晶质量减小速率范围超过阈值V,说明下晶温度偏高,籽晶快速熔化。此时降低坩埚的温度,然后重新进行下晶操作。

[0058] S34:根据籽晶质量变化的速率,选择升温缩颈或恒温缩颈。具体的,当籽晶质量增减速度范围处于阈值V内时,说明下晶成功,此时根据籽晶质量变化的速率,选择升温缩颈或恒温缩颈,即加快上移籽晶的速率,并同时旋转籽晶,从而尽量消除籽晶内原有位错的延伸。当籽晶重量稳定后,籽晶的质量变化有三种:平缓、缓慢减小或缓慢增加。缩颈操作可以减少下晶过程中在籽晶表面由热冲击造成的位错。相比于普遍使用的固定缩颈套路,本发明可以根据下晶过程中的质量变化情况,选择合适的缩颈方式。缩颈操作可以归类为缓慢的籽晶熔化过程,通过在提拉籽晶的同时升温或恒温使籽晶和熔体的接触面减小。具体的,当籽晶质量增加速率为0.5~2g/h,选择恒温缩颈。当籽晶质量增加速率超过0.5g/h,选择升温缩颈。具体升温速率与质量变化速率存在函数关系。

[0059] 基于以上的晶体生长方法,本发明提供了一种晶体生长设备。请参与图4和图5,其分别是所述晶体生长设备的结构示意图和俯视图。所述晶体生长设备包括炉壳10、保温装置20、坩埚、籽晶杆30、加热装置40、上重量传感器50和/或下重量传感器60、控制装置70和对流控制装置80。所述炉壳10为中空壳体。所述保温装置20设置于炉壳10内。所述坩埚设置于保温装置20内。所述加热装置40设置于保温装置20内并对所述坩埚加热。所述籽晶杆30用于提拉和旋转晶体,其穿过保温装置20的上方,在保温装置20内上下运动,并且其下端可接触坩埚内的晶体材料。所述上重量传感器50设置于籽晶杆30上和/或所述下重量传感器60设置于坩埚底部。在本实施例中,所述籽晶杆30设置于保温装置20的轴线上。所述对流控制装置80设置于保温装置20的上方。所述保温装置20包括炉体和设置于炉体内部的保温罩。所述炉体和保温罩之间形成一空腔。

[0060] 所述对流控制装置80包括对流控制器81、风机82、输气通道83、调压器84、气体过滤单元和半导体制冷片。所述对流控制器81设置于炉壳10内部的保温罩的上方。所述对流控制器81的底面与所述保温罩的顶部平面贴合,并且对流控制器81与保温罩二者的轴相互重合。所述风机82设置于炉壳10内,并通过输气通道83与对流控制器81连接。所述调压器84设置于炉壳10外部。所述调压器84与所述风机82通过设置于炉壳10上的真空航空插头11实现电连接,通过控制调压器84的输入电压控制风机82出风的强弱。所述气体过滤单元设置于风机82的进风口,进而净化通过风机82的气体。所述半导体制冷片设置于风机82的进气口,可以增强对流控制器81的冷却效果。在本实施例中,所述籽晶杆30穿过对流控制器81和

保温装置20的上方。

[0061] 请同时参阅图6和图7,其分别是所述对流控制器的主视剖面图和俯视图。所述对流控制器81中心为镂空结构,其设置有两个进气口,分别为第一进气口812和第二进气口814。所述第一进气口812和第二进气口814以对流控制器81的轴线中心对称。所述对流控制器81采用耐火材料制成。在本实施例中,所述对流控制器81为氧化锆材料制成。

[0062] 所述风机82通过所述输气通道83分别与对流控制器81的第一进气口812和第二进气口814连接。所述输气通道83为柔性耐火材料。在本实施例中,所述输气通道83为硅胶管。

[0063] 所述控制装置70分别与所述籽晶杆30、加热装置40、上重量传感器50和/或下重量传感器60电连接。所述上重量传感器50监测籽晶的质量,为上称重系统。所述下重量传感器60监测坩埚内晶体的质量,为下称重系统控制装置。所述控制装置70获得加热装置40的实时温度,并绘制温度随时间变化的温度曲线,选取曲线中斜率最大的点对应的温度为下晶温度;所述控制装置70监测籽晶质量增减速度,并根据籽晶的增减速度控制加热装置40对坩埚的加热以及籽晶杆30的上移、下移或旋转。所述籽晶杆30上联动设置有光栅尺。

[0064] 所述控制装置70包括温控模块71、温度曲线绘制模块72、下晶温度选取模块73、功率监测模块74、监控模块75、提拉旋转控制模块76。请参阅图8,其是本发明的控制装置70各个模块的连接示意图。所述温控模块71分别与下晶温度选取模块73、功率监测模块74、提拉旋转控制模块76电连接。所述温度曲线绘制模块72与下晶温度选取模块73电连接。所述监控模块75与提拉旋转控制模块76电连接。所述温控模块71、温度曲线绘制模块72、功率监测模块74分别与加热装置40电连接。所述提拉旋转控制模块76与籽晶杆30电连接。所述监控模块75分别与上重量传感器50和/或下重量传感器60电连接。在捕获下晶温度时,所述温控模块71获得加热装置40实时的温度并根据该当前温度控制该加热装置40以一定的升温速率恒速升温至目标温度。所述温度曲线绘制模块72根据温控模块71获取的实时温度绘制加热装置40温度随时间变化曲线。所述下晶温度选取模块73根据温度曲线绘制模块72获取的实时温度绘制加热装置40温度随时间变化曲线选取变化曲线中斜率最大点对应的温度为下晶温度。所述功率监测模块74根据坩埚温度实时监测加热装置40加热功率P,以便更好的控制坩埚以一定的升温速率恒速升温至目标温度。当捕获下晶温度后,下晶温度选取模块73将选取的下晶温度传送至温控模块71,温控模块71控制加热装置40温度到达下晶温度,开始下晶操作。下晶操作过程中,所述温控模块71实时测量坩埚温度并根据坩埚测量的温度控制加热装置40。所述监控模块75监控籽晶杆30上籽晶重量和/或坩埚内晶体重量。所述提拉旋转控制模块76根据温控模块71获得的坩埚温度、以及监控模块75获得的籽晶杆30上籽晶重量和/或坩埚内晶体重量,调节籽晶杆30提拉或旋转的速度。

[0065] 下面结合本实施例对本发明所述的设备作进一步描述:

[0066] 根据文献记载或工艺经验确定晶体材料的熔点。将目标温度设置为高于熔点20℃或根据工艺选定合适的目标温度。温控模块71控制加热装置40升温至目标温度。

[0067] 随后根据晶体材料的性质选择合适的升温速率,以满足使固液相变所对应的温度曲线最大化,并且不能因为“过冲”现象影响捕获下晶温度的处理结果的原则。选定合适的升温速率后,温控模块71控制加热装置40以选定的升温速率,使晶体材料所处坩埚恒速升温。当实时温度达到晶体材料的熔点时,晶体材料开始熔化。

[0068] 当坩埚的实时温度T达到设定的目标温度时,温控模块71控制加热装置40停止升

温，并且恒定于目标温度一段时间，使晶体材料的熔体组分混合均匀。

[0069] 所述温度曲线绘制模块72根据温控模块71获取的实时温度绘制加热装置40温度随时间变化曲线，所述下晶温度选取模块73根据温度随时间变化曲线选取变化曲线中斜率最大点对应的温度为下晶温度。

[0070] 随后，下晶温度选取模块73将选取的下晶温度传送至温控模块71，温控模块71控制加热装置40温度到达下晶温度，开始下晶操作。

[0071] 提拉旋转控制模块76控制籽晶下移。根据不同晶体材料的性质，选择适当的籽晶下移速度，避免下晶过程过长或者对籽晶造成损伤。

[0072] 通过上称重系统监测质量是否发生变化，当质量发生变化时，说明籽晶进入液面。此时提拉旋转控制模块76控制籽晶持续下移0.5-1mm的下晶深度，然后停止下移。

[0073] 监控模块75监测质量变化，当籽晶质量增加或减小速度范围超过阈值V时，判断下晶温度偏低或偏高，温控模块71控制加热装置40提高或降低下晶温度，然后提拉旋转控制模块76控制籽晶上移，重新开始下晶操作。当籽晶质量增加或减小速度范围处于阈值V之内，温控模块71控制加热装置40微调下晶温度，使籽晶质量维持平稳不变或者小幅度的变化。当籽晶质量稳定后，恒定温度。最后，根据籽晶增加或减小的速率，判断并选择升温缩颈或恒温缩颈。

[0074] 由于籽晶质量和坩埚内熔体的质量是此消彼长的关系，因而通过下称重系统进行操作的步骤与前述通过上称重系统可达到同样的控制效果。

[0075] 当下晶操作过程中，炉体内温度不适宜时，启动风机82，并通过调压器84调整风机82的输入电压，调整在对流控制器81内部形成的风屏的气流强度，直至达到适宜的炉体内温度。然后进行正常的晶体生长操作。在晶体生长过程中，由于保温材料形变或单晶不断长出，会导致保温装置20内的温场发生变化，可以通过微调风机82的输入电压调整温场。

[0076] 此外，在现有的晶体生长设备工作过程中，经常出现保温罩的损坏，导致保温装置20内外的对流发生变化，此时通过对流控制装置80调整对流控制器81内的风屏强弱，进而调整保温装置20内部的温场，以维持晶体原有的生长环境。

[0077] 相对于现有技术，本发明的晶体生长方法，仅通过简单的升温操作，即可利用升温过程中温度随时间变化曲线获取晶体准确下晶温度；在下晶操作过程中，避免在下晶过程中炉壳内的温度梯度对籽晶造成热冲击，根据籽晶质量变化随时调整坩埚温度，并且添加了下晶纠错机制，当发生籽晶生长过速和籽晶熔化现象时可通过调整下晶温度，重新下晶操作。本发明的晶体生长设备，由控制装置的下晶温度选取模块利用温度随时间变化选取晶体准确的下晶温度，排除人工经验对下晶操作的影响，解决了受温场影响、热电偶测温差异等问题造成的下晶温度判断不准确的问题，还可以准确判断新型晶体的下晶温度。并且，本发明的下晶设备，实现全自动化下晶过程，使下晶操作脱离人工操作。

[0078] 本发明并不局限于上述实施方式，如果对本发明的各种改动或变形不脱离本发明的精神和范围，倘若这些改动和变形属于本发明的权利要求和等同技术范围之内，则本发明也意图包含这些改动和变形。

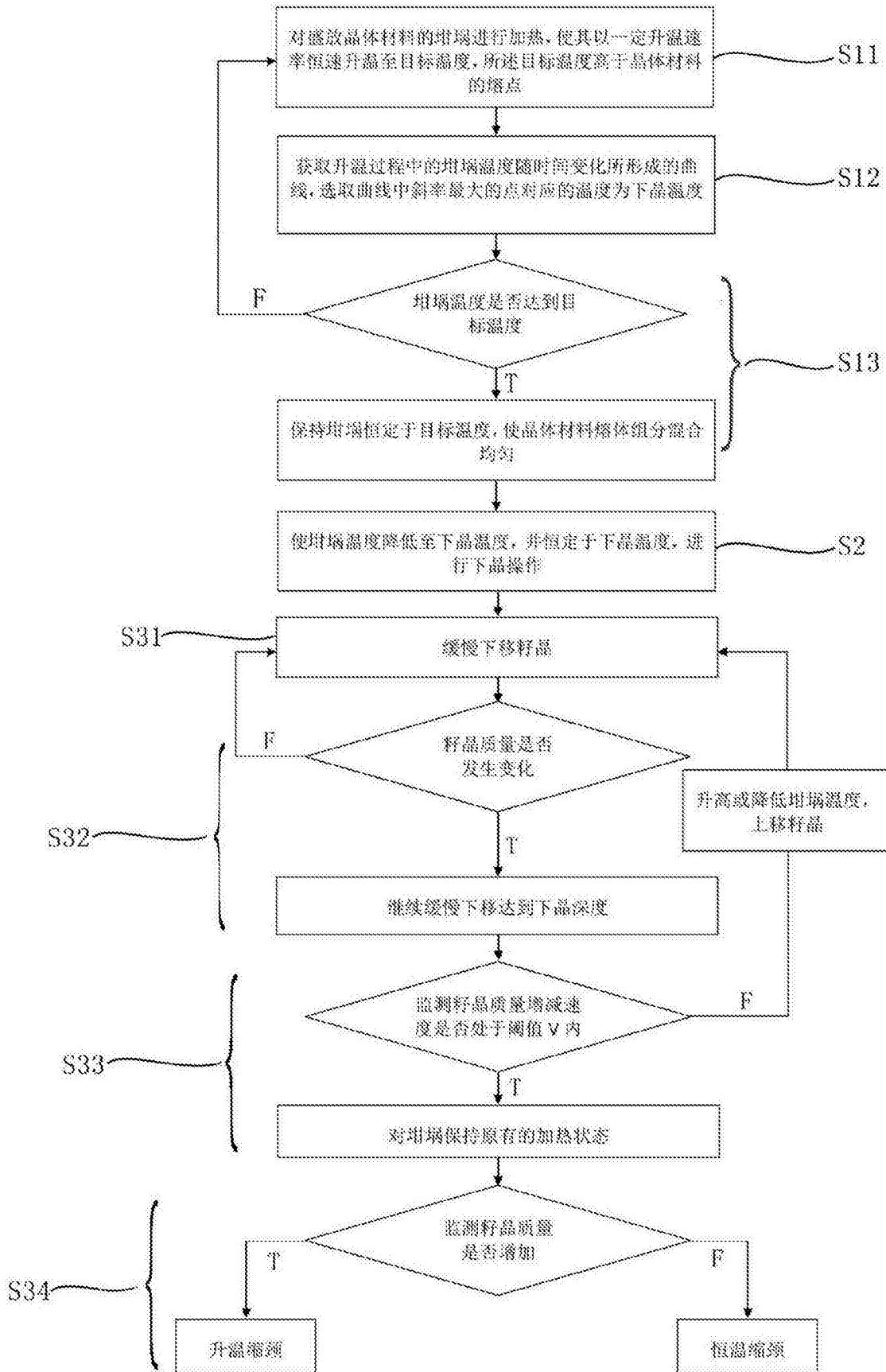


图1

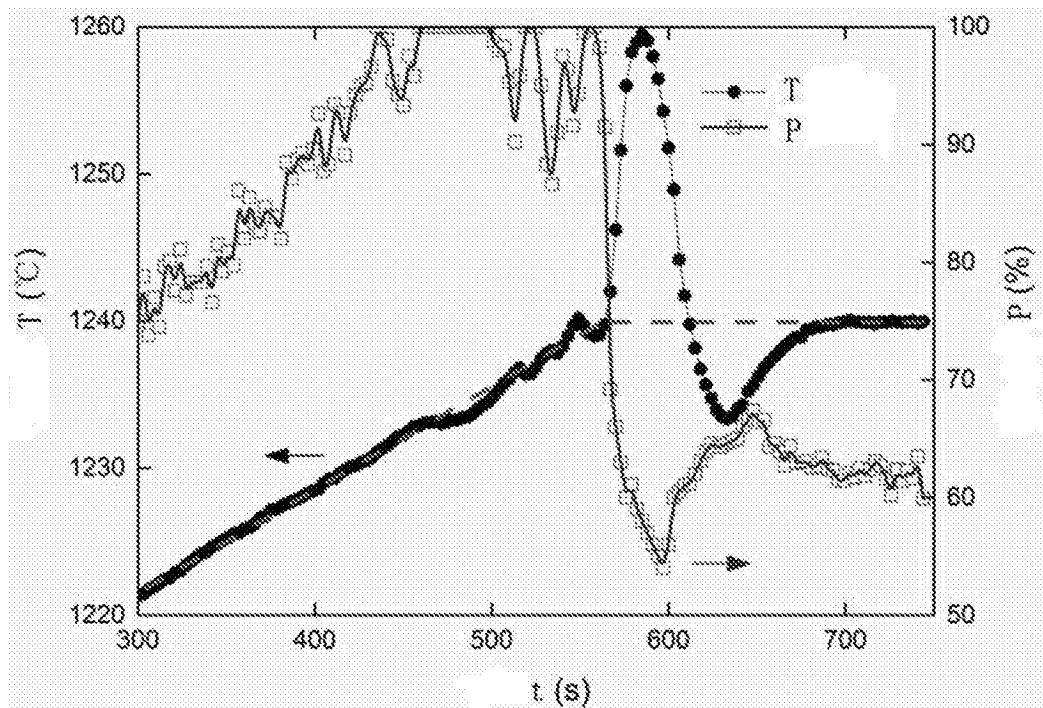


图2

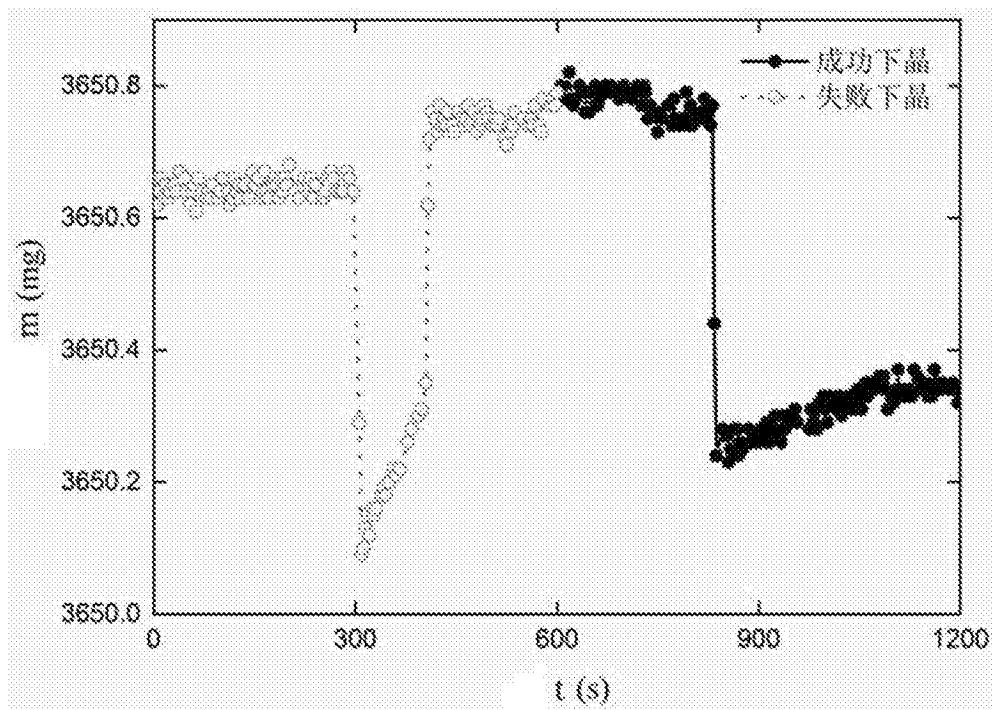


图3

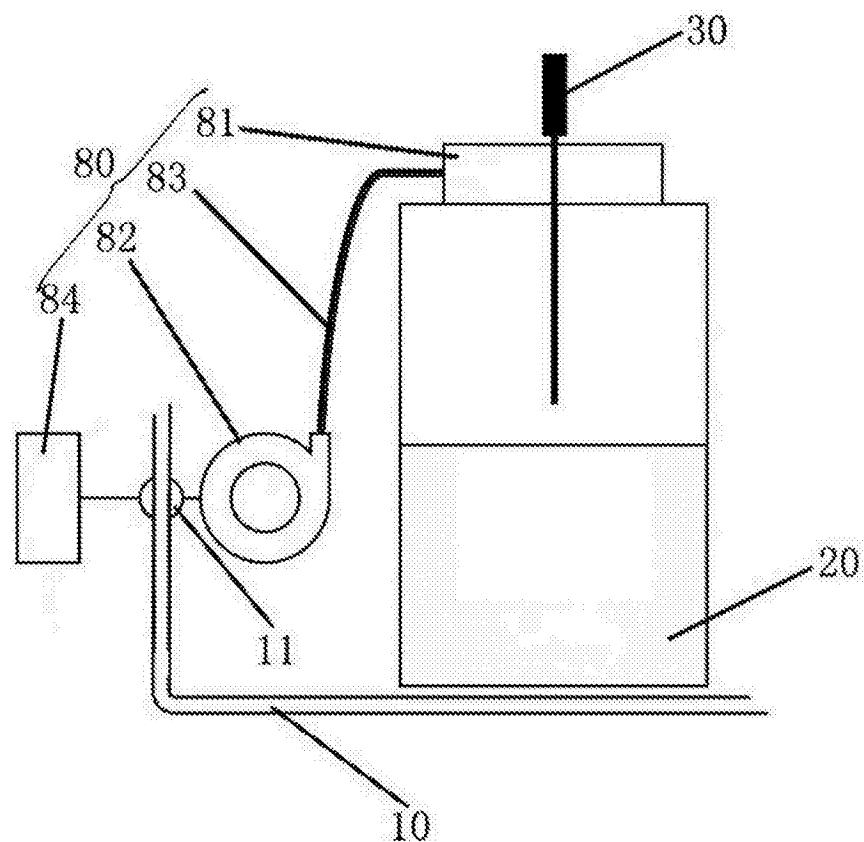


图4

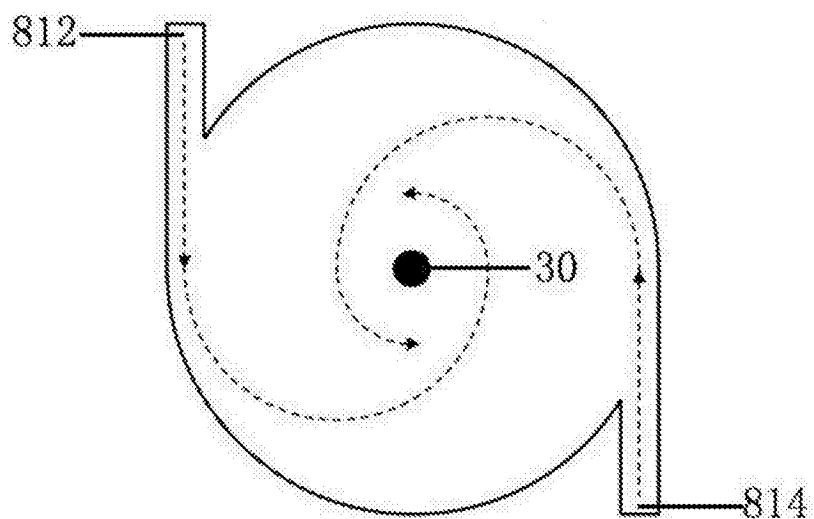


图5

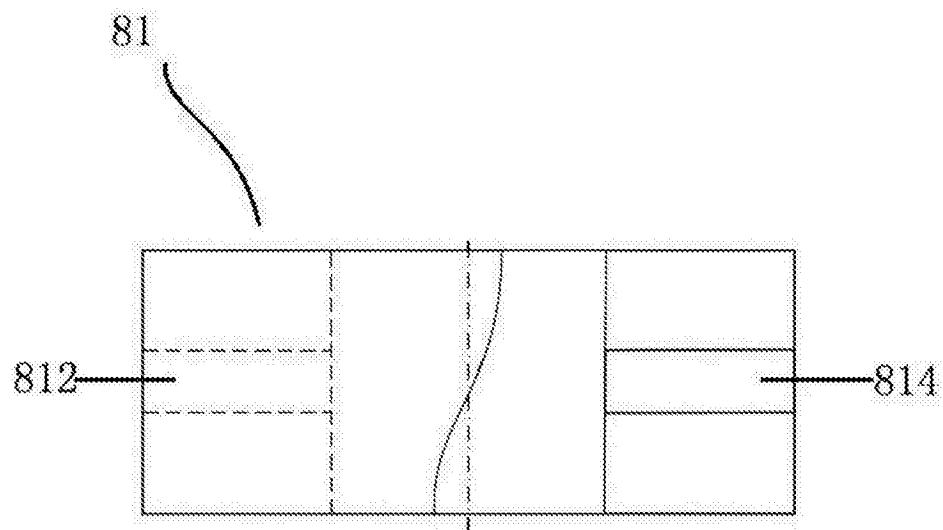


图6

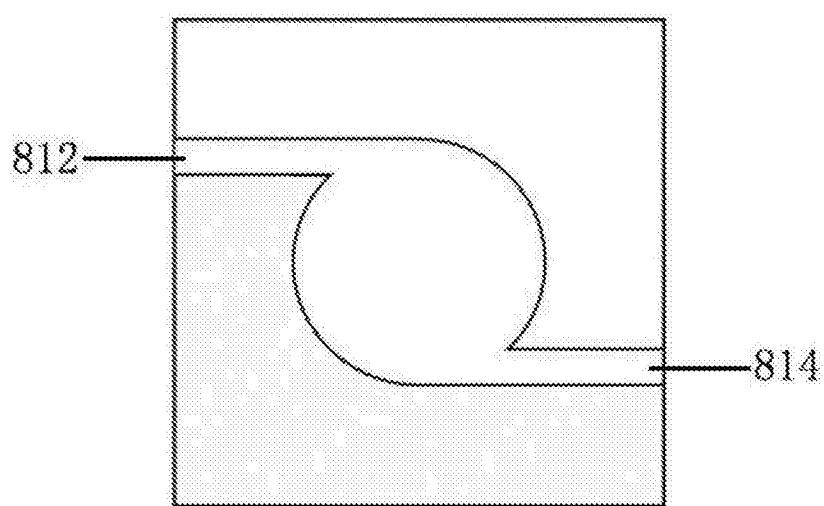


图7

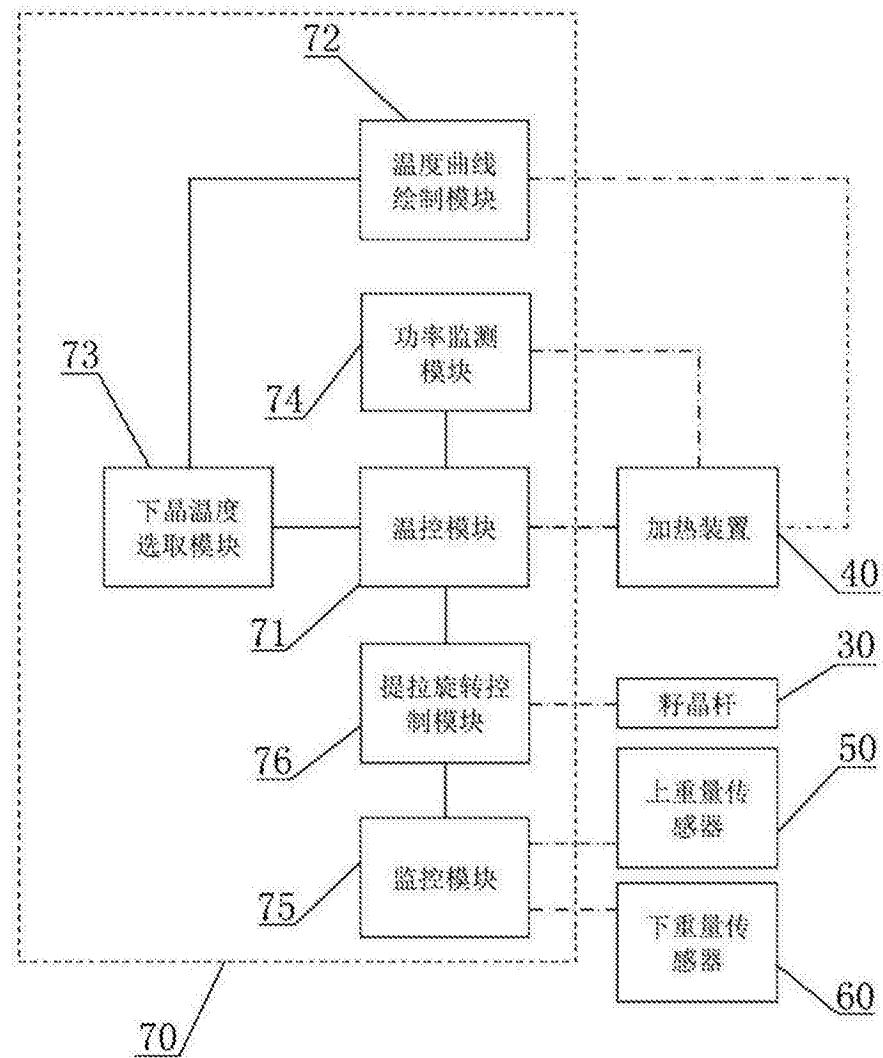


图8