



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102758251 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 31

(21) 申请号 201210279358. 3

(22) 申请日 2012. 08. 08

(71) 申请人 无锡鼎晶光电科技有限公司

地址 214145 江苏省无锡市新区鸿山街道办  
锡协路 208-6 号

(72) 发明人 贾宝申 张向锋

(74) 专利代理机构 无锡市大为专利商标事务所  
32104

代理人 曹祖良

(51) Int. Cl.

C30B 17/00 (2006. 01)

C30B 29/20 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

泡生法蓝宝石引晶形态控制方法

(57) 摘要

本发明涉及一种泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,其包括如下步骤:a. 将氧化铝原料装入单晶炉坩埚内,在籽晶杆上安装籽晶,启动真空系统及加热系统,调节加热系统的电压,以使得氧化铝原料全部融化并达到熔体表面对流稳定状态,并使得液面冷心与坩埚几何中心偏离小于 20mm;b. 缓慢调节籽晶位置,使得籽晶逐渐接近熔体液面,同时调节加热系统的工作电压,以避免籽晶熔融;c. 在籽晶的下端部与上述熔体液面 2~5mm 处预热 30min;d. 利用传统提拉工艺,旋转籽晶,调节加热系统的工作电压,控制结晶端部的直径小于 50mm,并使得结晶端部覆盖冷心后开始放肩。本发明能够较好地控制结晶端部的形态;操作方便,提高引晶成功率及成品率。

1. 一种泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,其特征是,所述蓝宝石引晶形态控制方法包括如下步骤:

(a)、将氧化铝原料装入单晶炉坩埚内,在籽晶杆上安装籽晶,启动真空系统及加热系统,调节加热系统的电压,以使得氧化铝原料全部融化并达到熔体表面对流稳定状态,并使得液面冷心与坩埚几何中心偏离小于 20mm;

(b)、缓慢调节籽晶位置,使得籽晶逐渐接近熔体液面,同时调节加热系统的工作电压,以避免籽晶熔融;

(c)、在籽晶的下端部与上述熔体液面 2~5mm 处预热 30min~60min;

(d)、利用传统提拉工艺,旋转籽晶,调节加热系统的工作电压,控制结晶端部的直径小于 50mm,并使得结晶端部覆盖冷心后开始放肩。

2. 根据权利要求 1 所述的泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,其特征是:所述步骤(d)中,籽晶旋转的速率为 2~3rpm,籽晶接触熔体液面初始阶段结晶端部的扩展速率小于 0.3mm/min,并根据所述扩展速率调节提拉高度,,以控制结晶端部的直径小于 50mm。

3. 根据权利要求 2 所述的泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,其特征是:所述结晶端部的扩展速率为 0.2mm~0.3mm/min 时,每 5min 提拉籽晶一次,每次提拉高度为 1.5~2mm。

4. 根据权利要求 2 所述的泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,其特征是:所述结晶端部的扩展速率为 0~0.2mm/min 时,每 5~10min 提拉籽晶一次,每次提拉高度为 1~1.5mm。

## 泡生法蓝宝石引晶形态控制方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种蓝宝石生长工艺,尤其是一种泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,属于蓝宝石制备的技术领域。

### 背景技术

[0002] 蓝宝石晶体(俗称刚玉),从真空、紫外、可见、近红外一直到中红外均具有高的光学透过率,还具有高机械强度,极低的吸收系数。蓝宝石晶体的高温耐熔性,良好的化学稳定性,是优良的激光基质材料,是各种光学元件和红外军事装置、卫星空间技术、高强度激光的窗口材料,是使用最普遍的蓝光半导体二极管 LED 和二极管 LD 的衬底材料,几乎遍及所有衬底应用领域。目前,蓝宝石的生长方法主要有提拉法(Cz),导模法(EFG),泡生法(Ky),热交换法(HEM)等。其中,泡生法生长系统拥有适合蓝宝石晶体生长的最佳温度梯度。在生长的过程中或结束时,晶体不与坩埚接触,大大减少了其应力,可获得高质量的大晶体,是目前蓝宝石晶体生长的主流方法。理想状态下,熔体冷心与坩埚几何中心重合,但在实际工作中,加热体的分布不能达到设计的理想状态,隔热屏与坩埚的距离和隔热屏内部的非均匀性,导致熔体冷心与坩埚的几何中心不重合。因此在泡生法生长蓝宝石的整个工艺过程中,引晶是最重要的一个步骤。在此过程中,使结晶端部覆盖冷心并自冷心处放肩。目前世界上所有的泡生法蓝宝石单晶炉均未实现引晶自动化操作,整个引晶过程依赖于引晶工程师的经验和操作水平,且没有统一量化的标准和操作规程。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是克服现有技术中存在的不足,提供一种泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,其操作方便,提高引晶成功率及成品率。

[0004] 按照本发明提供的技术方案,一种泡生法蓝宝石引晶形态控制方法,所述蓝宝石引晶形态控制方法包括如下步骤:

a、将氧化铝原料装入单晶炉坩埚内,在籽晶杆上安装籽晶,启动真空系统及加热系统,调节加热系统的电压,以使得氧化铝原料全部融化并达到熔体表面对流稳定状态,并使得液面冷心与坩埚几何中心偏离小于 20mm;

b、缓慢调节籽晶位置,使得籽晶逐渐接近熔体液面,同时调节加热系统的工作电压,以避免籽晶熔融;

c、在籽晶的下端部与上述熔体液面 2~5mm 处预热 30min~60min;

d、利用传统提拉工艺,旋转籽晶,调节加热系统的工作电压,控制结晶端部的直径小于 50mm,并使得结晶端部覆盖冷心后开始放肩。

[0005] 所述步骤 d 中,籽晶旋转的速率为 2~3rpm,籽晶接触熔体液面初始阶段结晶端部的扩展速率小于 0.3mm/min,并根据所述扩展速率调节提拉高度,,以控制结晶端部的直径小于 50mm。

[0006] 所述结晶端部的扩展速率为 0.2mm~0.3mm/min 时,每 5min 提拉籽晶一次,每次提

拉高度为 1.5~2mm。

[0007] 所述结晶端部的扩展速率为 0~0.2mm/min 时,每 5~10min 提拉籽晶一次,每次提拉高度为 1~1.5mm。

[0008] 本发明的优点:在引晶过程中配合籽晶旋转,避免了非旋转状态下结晶端部出现的“长单边”现象,并利于操作者在引晶过程中观察结晶端部的形态;利用传统的提拉法,并将提拉高度和两次提拉的间隔时间与结晶端部的扩展速率建立在量化的基础上,能够较好地控制结晶端部的形态;提拉过程中配合调节电压,能够控制结晶端部的尺寸,并使结晶端部覆盖冷心并开始放肩,操作方便,提高引晶成功率及成品率。

### 具体实施方式

[0009] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0010] 为了能够提高引晶成功率,并对蓝宝石引晶形态控制形成一种统一的量化标准,本发明蓝宝石引晶形态控制方法包括如下步骤:

a、将氧化铝原料装入单晶炉坩埚内,在籽晶杆上安装籽晶,启动真空系统及加热系统,调节加热系统的电压,以使得氧化铝原料全部融化并达到熔体表面对流稳定状态,并使得液面冷心与坩埚几何中心偏离小于 20mm;

一般地,在化料阶段,首先采用较高的速率升电压,一般为 1000mV/h,在接近原料熔点的时候停止,采用较小的速率调节电压,这样能够使原料受热充分,均匀,同时能够避免对坩埚造成伤害。

[0011] 具体实施时,化料电压一般在 11V 左右,对应蓝宝石的熔点为 2050℃。当电压升到 10.6 V 时停止高速率升电压,改用 50~200mV/h 的调节速率。为了化料充分,电压要升高到熔点之上,也就是 11 伏以上。

[0012] b、缓慢调节籽晶位置,使得籽晶逐渐接近熔体液面,同时调节加热系统的工作电压,以避免籽晶熔融;

由于为了使原料充分融化,熔体的温度高于熔点,也就高于引晶温度。在下降籽晶的过程中,利用称重传感器比较灵敏,如果发现籽晶重量下降,立即停止下降籽晶,同时降低电压 30~50mV,20min 以后继续下降籽晶,以利用籽晶的重量来寻找合适的引晶温度,确保引晶的顺利进行。

[0013] c、在籽晶的下端部与上述熔体液面 2~5mm 处预热 30min~60min;通过预热,来消除应力;

由于蓝宝石单晶炉内没有温度传感器,所有的温度调节都以对应的电压调节出现。预热的电压就是籽晶在液面上方 2~5mm 处,籽晶重量稳定,即不发生熔融时所对应的电压,预热的电压约为化料电压  $\pm 0.5v$  之内。也只有此时的电压,在籽晶接触液面后扩展速率才会在文中描述的范围之内。

[0014] d、利用传统提拉工艺,旋转籽晶,调节加热系统的工作电压,控制结晶端部的直径小于 50mm,并使得结晶端部覆盖冷心后开始放肩。

[0015] 其中,籽晶旋转的速率为 2~3rpm,籽晶接触熔体液面初始阶段结晶端部的扩展速率小于 0.3mm/min,并根据所述扩展速率调节提拉高度,,以控制结晶端部的直径小于 50mm。所述结晶端部的扩展速率为 0.2mm~0.3mm/min 时,每 5min 提拉籽晶一次,每次提拉

高度为 1.5~2mm。所述结晶端部的扩展速率为 0~0.2mm/min 时,每 5~10min 提拉籽晶一次,每次提拉高度为 1~1.5mm。

[0016] 现有技术引晶时,有的采用非旋转引晶,有的采用旋转引晶,有的采用不连续的旋转引晶,我们采用的是连续旋转引晶的方式,籽晶的旋转设定为 2~3rpm。连续旋转引晶利于操作者观察。本发明的在于利用籽晶重量寻找合适的引晶电压,因为目前蓝宝石单晶炉一般没有温度传感器,靠操作者经验确定引晶电压,不可靠,根据扩展速率来确定提拉时间、提拉高度的这些工艺,通过对上述这些工艺参数建立一个统一量化的标准,以提高引晶成功率。

[0017] 本发明在引晶过程中配合籽晶旋转,避免了非旋转状态下结晶端部出现的“长单边”现象,并利于操作者在引晶过程中观察结晶端部的形态;利用传统的提拉法,并将提拉高度和两次提拉的间隔时间与结晶端部的扩展速率建立在量化的基础上,能够较好地控制结晶端部的形态;提拉过程中配合调节电压,能够控制结晶端部的尺寸,并使结晶端部覆盖冷心并开始放肩。