

文件编号：Q/WU FLHA19110043R039

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

物质科学公共实验平台

质量管理文件

光学浮区炉 Crystal Systems
Corporation/FZ-T-12000-X
标准操作规程

2020 年 6 月 20 日发布

年 月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

修订页

| 修订日期 | 版本号 | 修订说明 | 修订 | 审核 | 批准 |
|------------|------|------|----|----|----|
| 2020.06.20 | V1.0 | 发布试行 | 聂颖 | 盛沛 | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

物质科学公共实验平台

目录

| | |
|--------------------------|----|
| 1. 目的 | 1 |
| 2. 范围 | 1 |
| 3. 职责 | 1 |
| 4. 性能测试实验室安全管理规范 | 1 |
| 5. 性能测试实验室仪器设备管理规范 | 1 |
| 5.1. 光学浮区炉使用制度 | 1 |
| 5.2. 预约制度及培训考核制度 | 2 |
| 6. 实验内容 | 2 |
| 6.1. 设备基本原理和系统组成 | 2 |
| 6.2. 原料棒制备 | 3 |
| 6.3. 晶体生长 | 3 |
| 6.3.1 仪器开机与原料棒放置 | 4 |
| 6.3.2 实验气体通入 | 9 |
| 6.3.3 晶体生长实验 | 12 |
| 7. 相关/支撑性文件 | 17 |
| 8. 记录 | 17 |

1. 目的

建立光学浮区炉标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用光学浮区炉的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本规程操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 性能测试实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守性能测试实验室的各项安全注意警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室应保持整洁, 禁止携带食物饮品等与实验不相关物品进入实验室。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。

4.5. 实验室内存放的药品、试剂、废液应标签、标识完整清晰。

4.6. 禁止生长易燃、易爆、易腐蚀、易挥发、含毒性和放射性同位素等样品。

4.7. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用; 经过培训的用户, 需使用预约系统, 使用本人的账号进行登录使用。

4.8. 非常规实验测试须经设备管理员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。

4.9. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向该实验室技术员反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。

4.10. 为保持实验室内环境温度及湿度, 保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

5. 性能测试实验室仪器设备管理规范

5.1. 光学浮区炉使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集

中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”（以下简称大仪共享）进行预约，并按照规定登记预约信息。

使用物质科学公共实验平台的仪器设备、或得到平台技术人员的支持协助，获得相应成果，应在发表的文章中对平台予以致谢，建议致谢方式参见<https://iscps.westlake.edu.cn/info/1129/1462.htm>。使用物质科学公共实验平台的仪器设备和技术支持发表文章后，请及时反馈至平台 lhpt@westlake.edu.cn。

5.2. 预约制度及培训考核制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，性能测试实验室制定了光学浮区炉 7*24 小时预约制度。

校内教师、学生均可提出培训申请，由技术员安排时间进行培训。培训考核合格后，给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因人为操作错误导致仪器故障者，除按要求承担维修赔偿费用之外，给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

6. 实验内容

6.1. 设备基本原理和系统组成

光学浮区炉用于生长高质量单晶，诸如：超导材料、介电材料、磁性材料、金属化合物、半导体、光学晶体、宝石等。

仪器主要技术指标：

- (1) 可生长晶体的温度范围：1000℃~3000℃；
- (2) 氙灯加热（3KW×4）、椭圆形反射镜聚焦，保证原料棒周围温度分布均匀；
- (3) 熔区压力：1 bar~9.5 bar；
- (4) 真空度：~6.7×10⁻³Pa；
- (5) 生长晶体长度：最大 150 mm；
- (6) 晶体生长提拉速率：0.01~300 mm/hr；
- (7) 料棒杆移动速率：6~150 mm/min；
- (8) 料棒杆旋转速率：5~100 rpm；
- (9) 保护气氛：空气、氩气、氧气等；
- (10) 仪器带有拍照和录像功能，在晶体生长过程中实时记录和拍摄；

(11) 仪器配有自动控制 (Computer) 和手动控制 (Hand-Control-Box) 模式。



图 6-1

6.2. 原料棒制备

多晶原料棒分为Feed rod和Seed rod两部分，直径最好在5mm~10mm之间。Feed rod长度最好在40mm~150mm之间，料棒需要可以被Mo丝或Ni丝稳定悬挂；Seed rod长度最好在30mm~40mm之间。两多晶料棒越致密越好，准直度应尽可能好，Feed rod应尽可能粗细均匀。平台配有辅助制样工具，如有需求可联系技术员培训后使用。

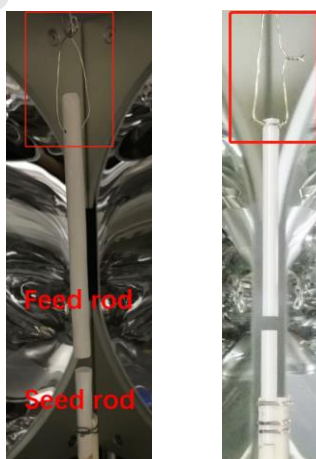


图 6-2

6.3. 晶体生长

6.3.1 仪器开机与原料棒放置

(1) 打开水冷机背后总开关, 水冷机启动。待屏幕上显示温度示数后, 按面板上 RUN/STOP按钮, 水冷机运行。



图 6-3

(2) 依次开启电源柜内Main Source、No.1、No.2、No.3和No.4空开, 电源柜外部显示屏上出现示数(此示数为氙灯电流数值)。



图 6-4

(3) 电脑控制柜启动: 从左至右(①→②→③)依次开启Primary ELB、Control NFB和Control Power (ON)。

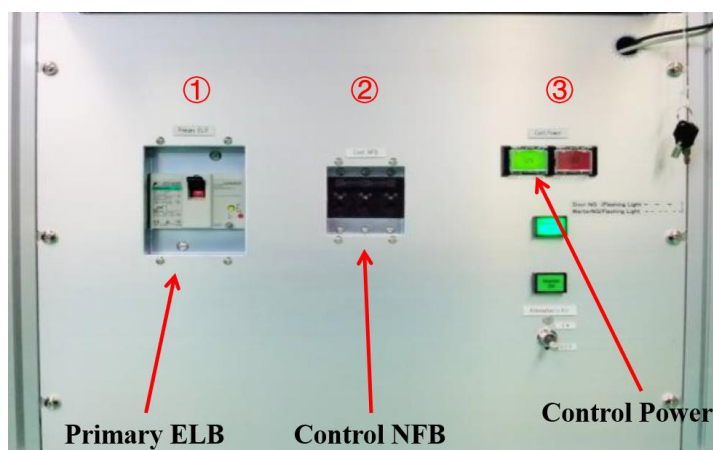


图 6-5

(4) 开启电脑开关, 电脑屏幕会显示出软件界面。



图 6-6

(5) 点击Unlock按钮, 指示键变红色后, 小心打开仪器前门。解锁弹簧扣, 沿导轨将两灯拉开, 露出Feed rod及Seed rod原料棒放置区及外部保护石英管。

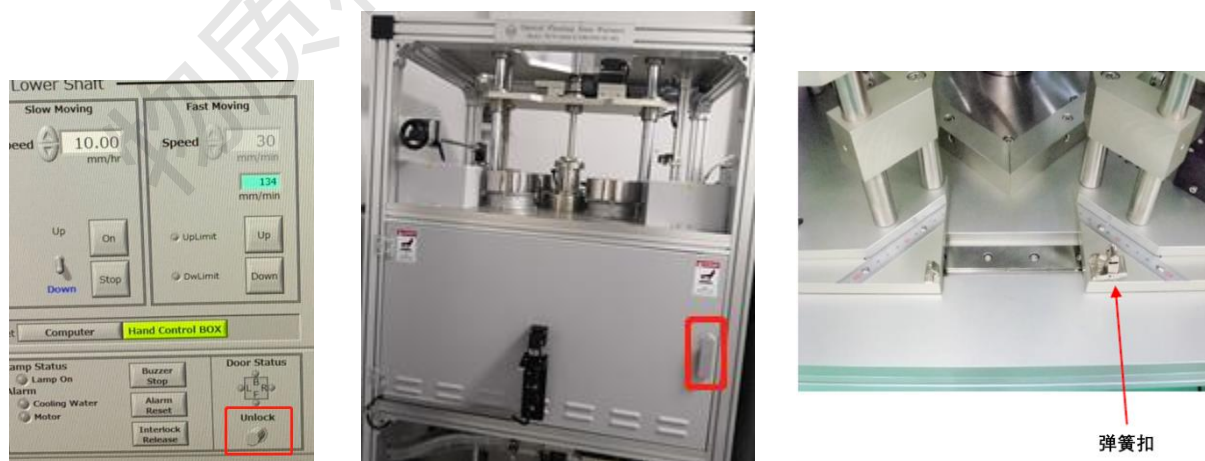


图 6-7

(6) 检查仪器控制柜上压力表示数。如示数为0, 表明石英管内为大气压强, 可直接进行下一步操作; 如示数为小于0的负压, 则需充入空气至示数为0。

充入空气方法：拨动空压机开关至ON；确认Gas OUT关闭；缓慢打开Gas IN旋钮和Air气路对应的Stop VL旋钮；缓慢打开Air气路气体流量计旋钮，气体流量计内浮珠会上升，空气开始注入石英管内（气体流量计示数不宜过大，在3左右即可）。观察压力表示数升至0后，立即关闭气体流量计旋钮、Stop VL旋钮、Gas IN旋钮，拨动空压机开关至OFF。

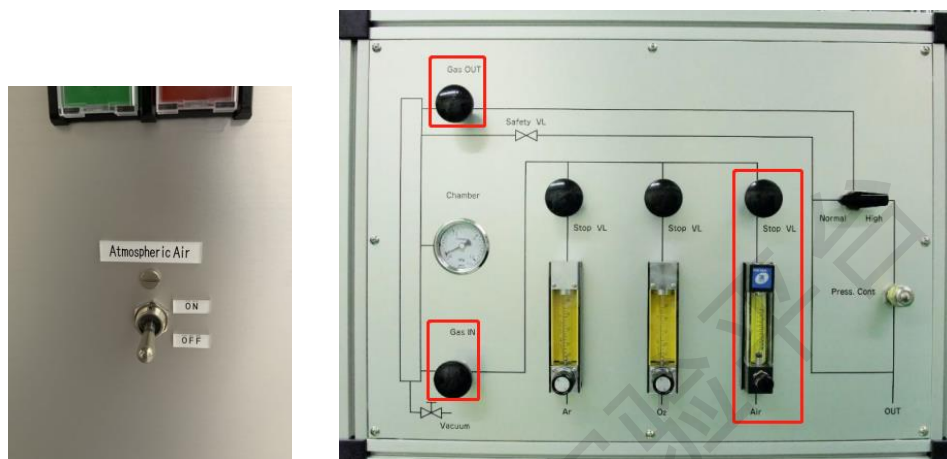


图 6-8

(7) 确认石英管内无Feed rod提拉杆及Seed rod提拉杆等阻挡（如有阻挡请手动改变提拉杆位置，详见（8））。旋松上下卡套，将石英管缓慢取下。务必将石英管上部的黑色及白色垫圈全部取出（共3个），整个操作过程小心轻动。

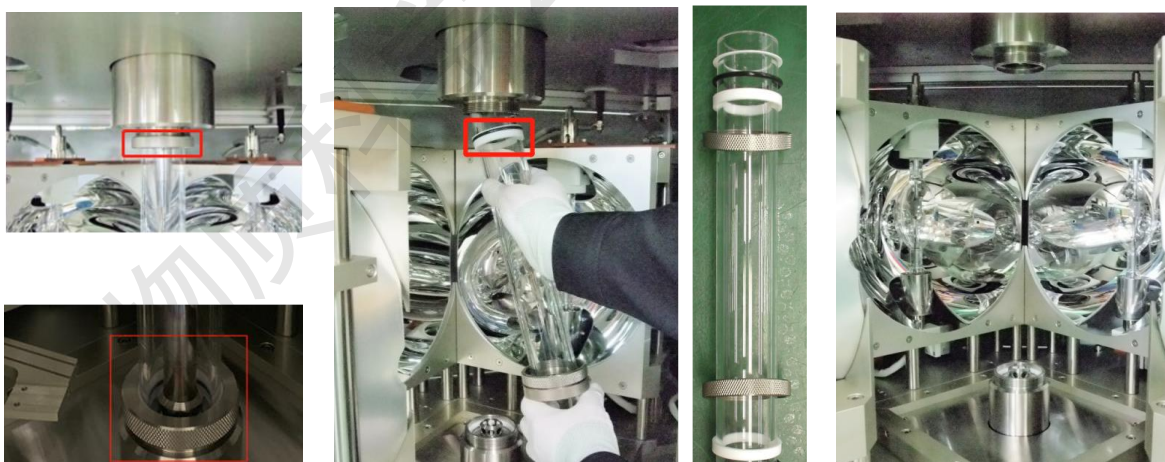


图 6-9

(8) 手动改变提拉杆上下位置。将限位装置卡住转轴，使转轴固定，缓慢松动上方卡箍，使上下提拉杆可以手动自由移动，至目标位置。在松动卡箍过程中，必须扶好提拉杆，防止提拉杆掉落。

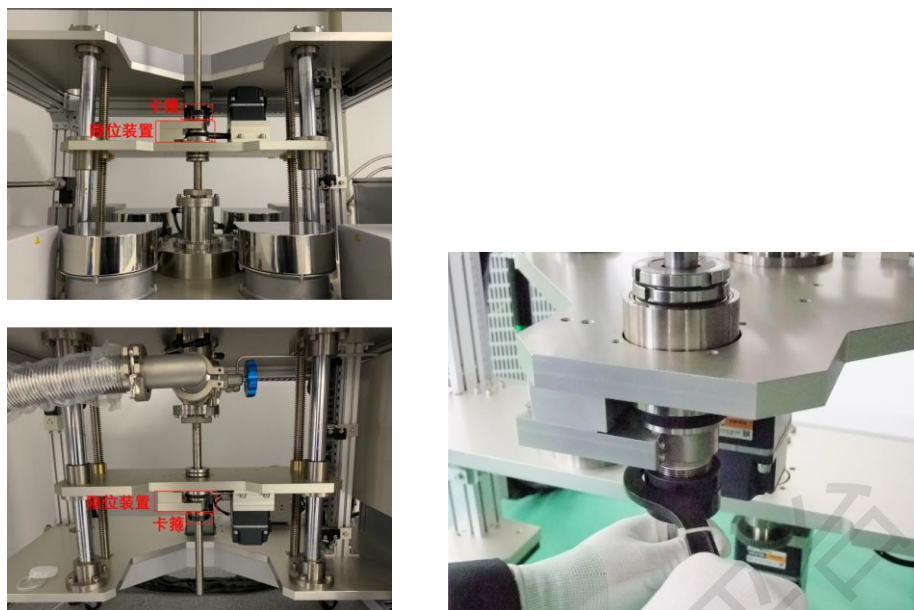
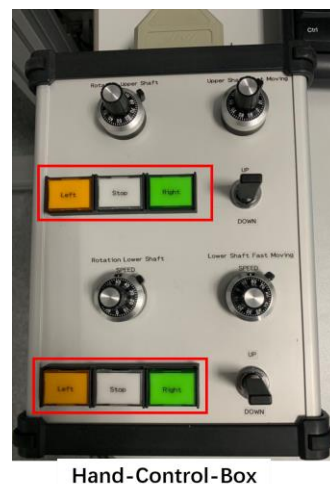
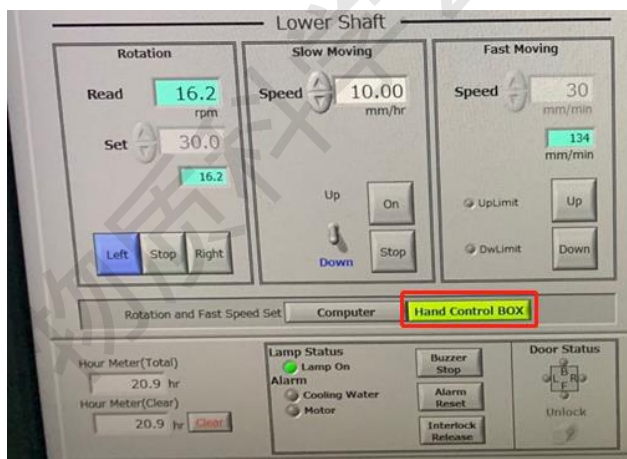


图6-10

(9) 手动装入Feed rod和Seed rod原料棒。调整两原料棒位置，使其处于同一直线上；移除限位装置，确认软件中Rotation and Fast Speed Set模式为Hand Control Box。通过Hand-Control-Box使上、下提拉杆沿相反方向旋转，持续观察两原料棒准直性，微调其位置，使其在旋转时尽可能保持在同一条直线上。待调整好位置后，停止上、下提拉杆旋转。



Hand-Control-Box

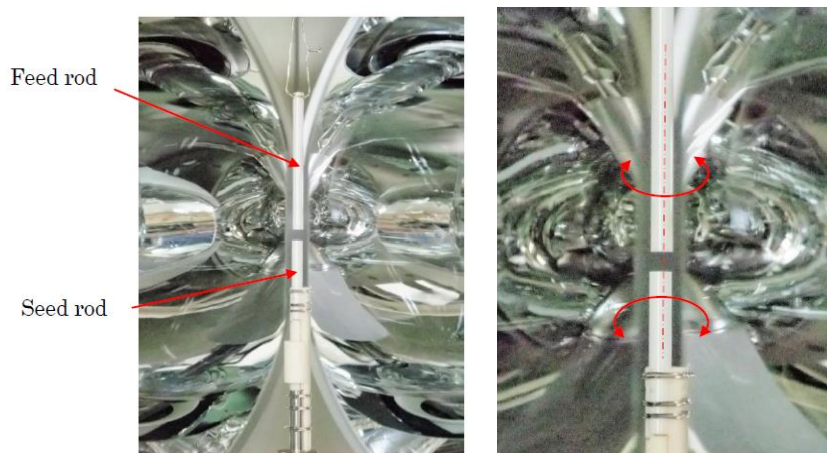


图 6-11

(10) 为石英管上黑色O圈涂抹薄薄一层真空润滑油（如O圈及其他垫圈已被擦拭干净，则此步可省略）。调整好Feed rod和Seed rod位置后，基于上述操作（7）~（8）的相反顺序安装石英管，注意石英管上端O圈的顺序。随后将Feed rod和Seed rod调整至合适位置。将上下提拉杆卡箍旋紧，移除限位装置。

注：整个操作过程小心进行，防止对反射镜及氙灯造成机械损坏。

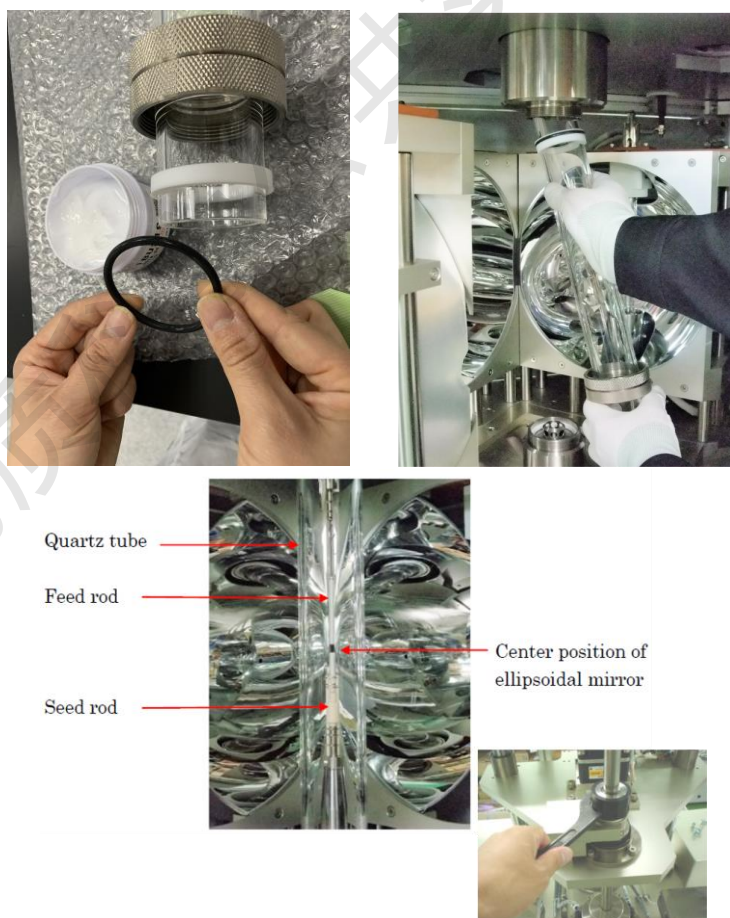


图 6-12

(11) 确认生长室内无杂物后，锁紧弹簧扣，关闭仪器前门。



图 6-13

6.3.2 实验气体通入

样品可在静态气氛、流动气氛及真空氛围下生长，气氛为空气、O₂、氩气等，生长气体压力范围为1bar~9.5bar。如不涉及到通入流动气体，可忽略此步。如在生长过程中通入流动气体可按以下步骤操作（以氩气为例）：

- (1) 开启真空泵背面主开关和ON/OFF按钮。



图 6-14

- (2) 缓慢开启蓝色真空阀，对石英管进行抽真空，真空度达预定值后再继续抽5min左右，关闭蓝色真空阀。随后充入少量氩气（即开启Gas IN、Ar气的Stop Valve和Ar的气体流量计旋钮）。重复此操作3次，充分置换石英管内气体。

注：当真空泵高速运转时，务必非常非常缓慢开启蓝色真空阀，并实时观察压力示数，防止过冲对于真空泵造成损坏。真空泵工作时，切勿移动及碰撞。

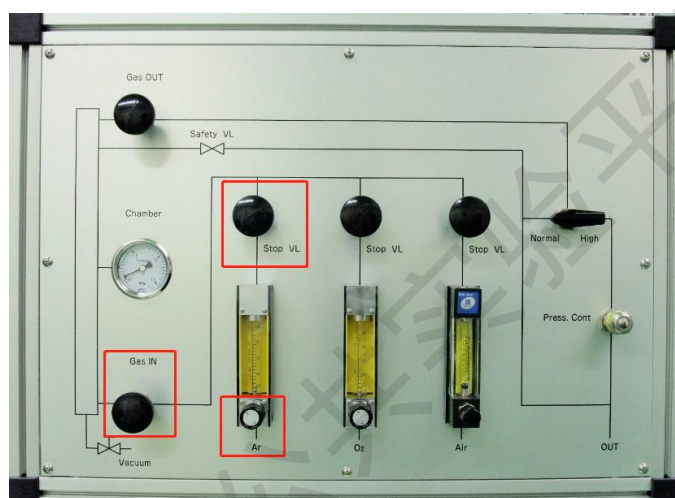
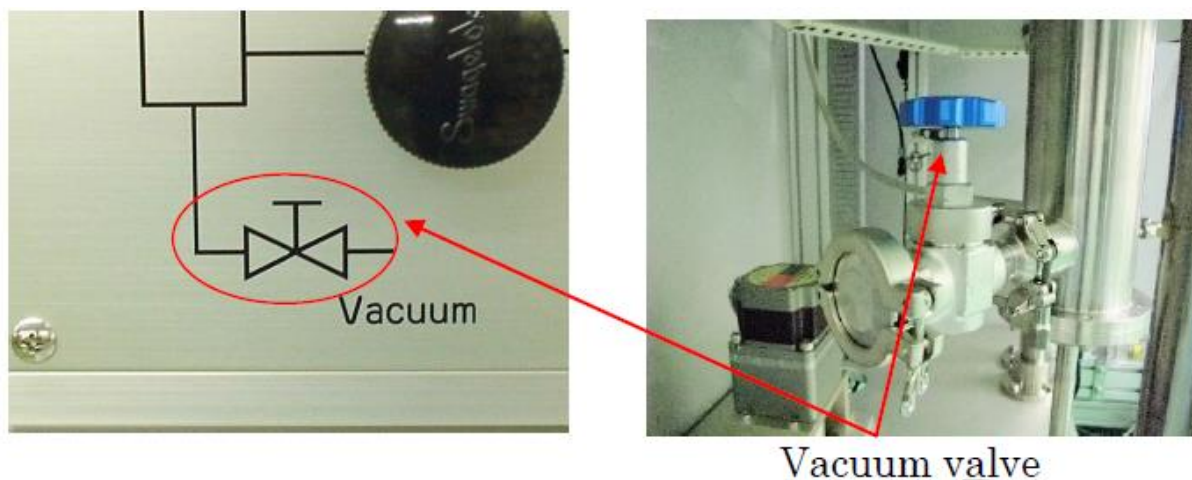


图 6-15

- (3) 如不使用真空环境生长样品，在步骤（2）完成后，确认蓝色真空阀处于关闭状态。随后点击ON/OFF按钮，待泵显示屏回到初始状态或大气压强后，关闭设备背后开关。

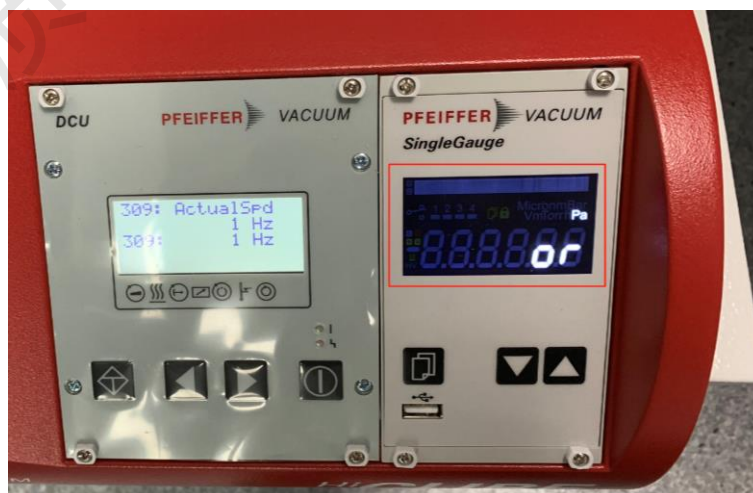


图6-16

- (4) 根据样品信息，设定晶体生长气氛压力及气体流量。

I. 常压下晶体生长（流动气体下）。

将黑色旋钮指向Normal，下图中黄线为Ar气气流路径。开启Gas IN、Ar气的Stop Valve、Ar的气体流量计旋钮和Gas OUT。实验过程中可实时微调Ar气体流量计、Gas IN、Stop Valve和Gas OUT流量，保证生长过程气流及压力稳定。

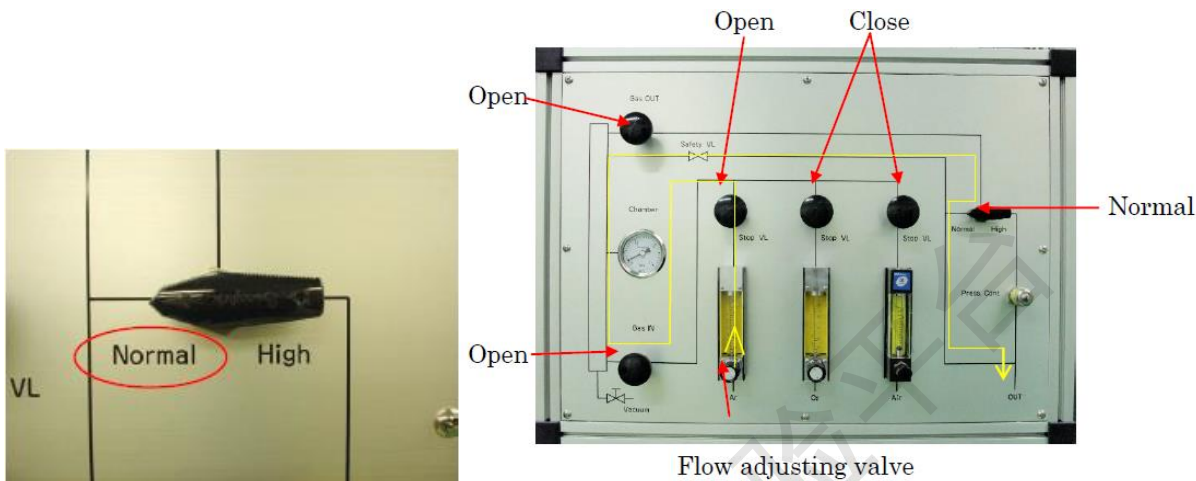


图6-17

II. 高压下晶体生长（生长压力不超过0.5MPa）。

① 将黑色旋钮指向High，下图中黄线为Ar气气流路径。确定Press. Cont旋钮完全旋至右侧。开启Gas IN、Ar气的Stop Valve、Ar的气体流量计旋钮和Gas OUT。

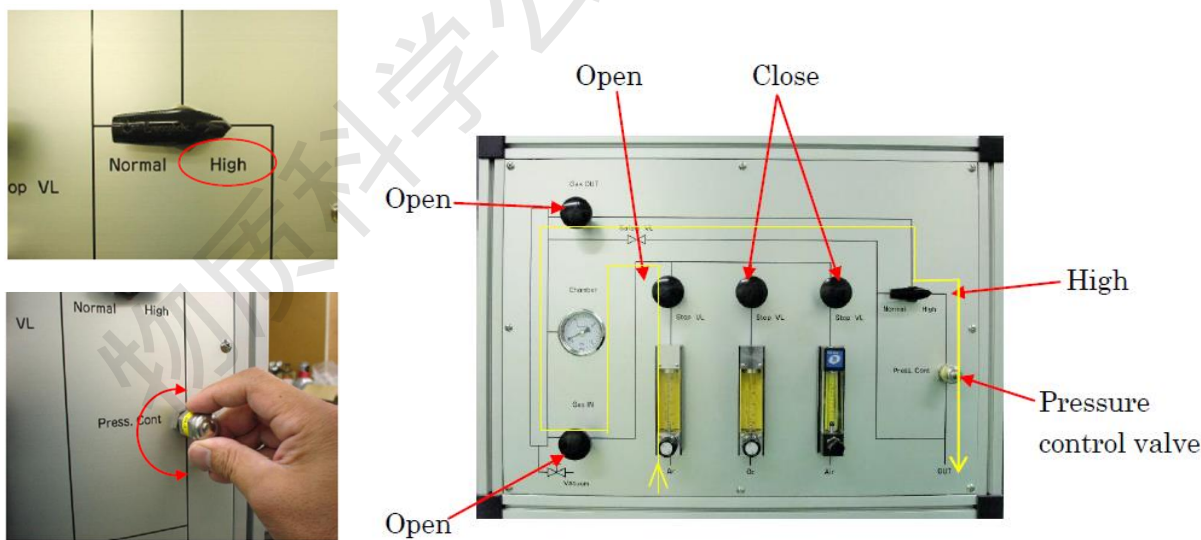


图6-18

② 缓慢增加气瓶减压表压力，此时设备面板上压力表示数同时增加，待示数稳定后（此时气体流量计为0），缓慢继续增加压力，重复数次后至目标压力值（最高至0.5MPa；如需要更大的压力值，请联系技术员）。

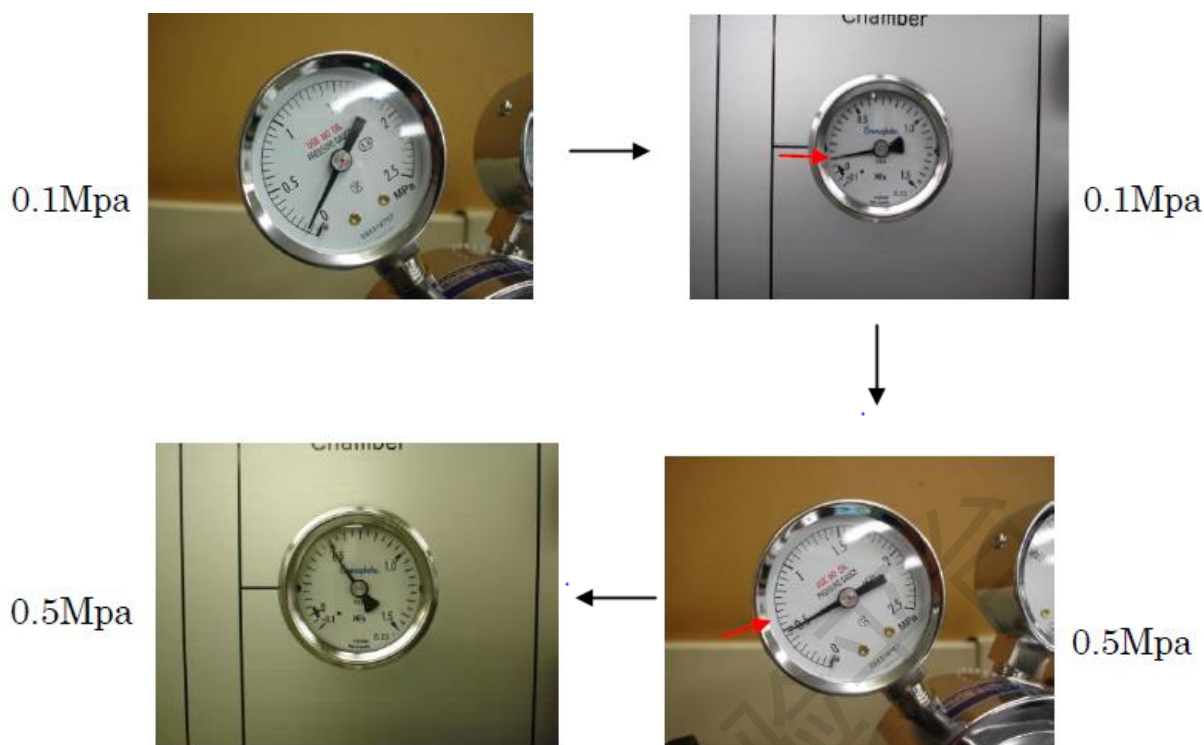


图 6-19

6.3.3 晶体生长

- (1) 点击操作软件中Lamp On, 此时会发现生长室内透出氙灯白光。
- (2) 分别启动电源柜上四个氙灯按钮STARTER 1、STARTER 2、STARTER 3和STARTER 4。此时屏幕上会出现Feed rod及Seed rod实时状态图像。最亮处为温度最高区域。通过Hand-Control-Box调整Feed rod及Seed rod位置至温度最高区域合适位置, 使上下两提拉杆以设定转速分别沿顺时针 (Right) 和逆时针 (Left) 转动。

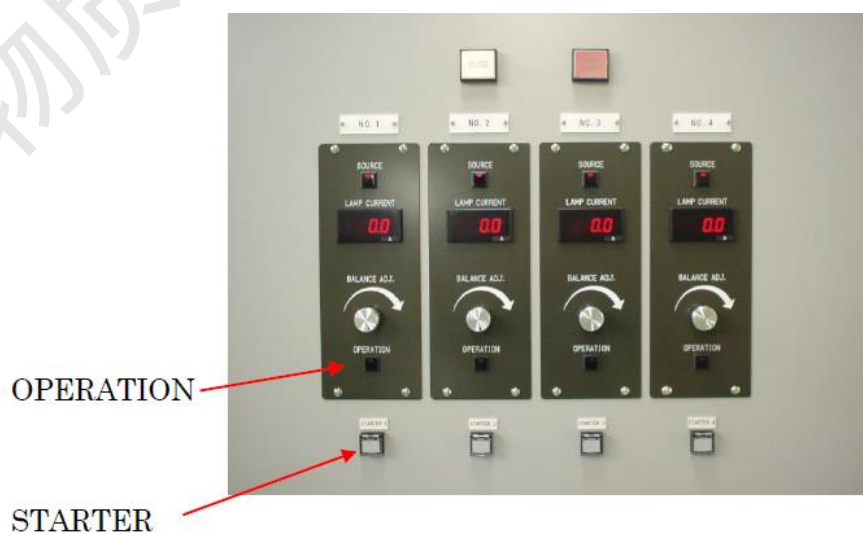




图6-20

(3) 根据样品熔点设置功率Power (%) 及升温时间Time (功率与温度正相关, 但非线性)。升功率速率不超过3%/min, 低Power (%) 下应不少于10min升至目标Power (%)。可设置多段程序。设置完成后点击Graph, 会显示Step 1程序曲线。

经验参考设置: ZrO_2 熔点约为 $2600^{\circ}C$, 对应Power约50%; TiO_2 熔点约为 $1850^{\circ}C$, 对应Power约10%。可不确定目标Power (%) 准确值, 后续可手动微调至最佳Power。

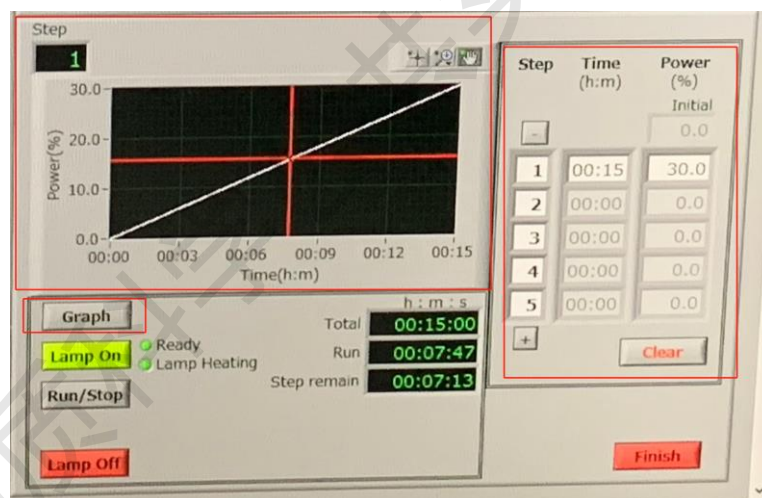


图6-21

(4) 点击Run/Stop按钮, 开始升功率Power (温度)。随着功率的升高可观察到Feed rod 末端及Seed rod顶端状态的变化。待升至设定功率时, Step栏显示为End。随后可根据样品情况手动点击上下按钮调节功率至最佳样品生长功率 (PV—实际功率; SV—设定功率)。

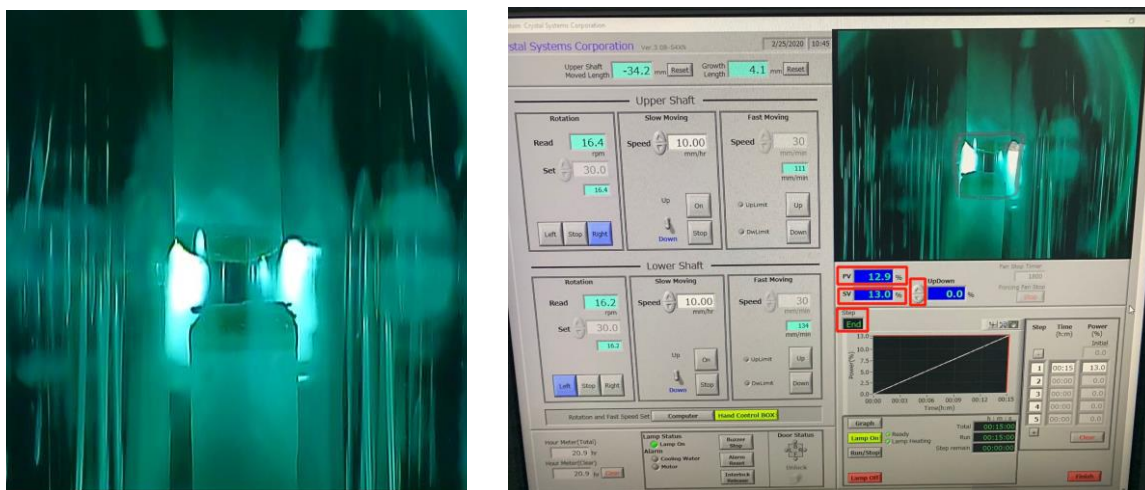


图 6-22

(5) 通过Hand-Control-Box，微调上、下提拉杆位置至Feed rod与Seed rod熔区连接。



图 6-23

(6) 待熔区稳定后，设定Upper Shaft和Lower Shaft的Rotation值，选择旋转方向为Left或Right（一般两杆沿相反方向旋转）。随后将Rotation and Fast Speed Set模式切换为Computer。根据样品特点设置生长速度，即Upper Shaft Slow Moving Speed值及Lower Shaft Slow Moving Speed值；Up或Down表示样品杆向上移动或向下移动；随后点击On开始。

随后立即Reset Upper Shaft Moved Length和Growth Length，从而可获得样品生长尺寸信息。



图 6-24

(7) 生长过程中需实时监测实验进程，可根据实际情况实时调整功率Power、转速Rotation、生长速度Speed等参数；如使用气体，可实时调控气体流量等。生长过程中可随时截取照片或视频。照片或视频存储在This PC>FZ(D:)>VIDEO中。

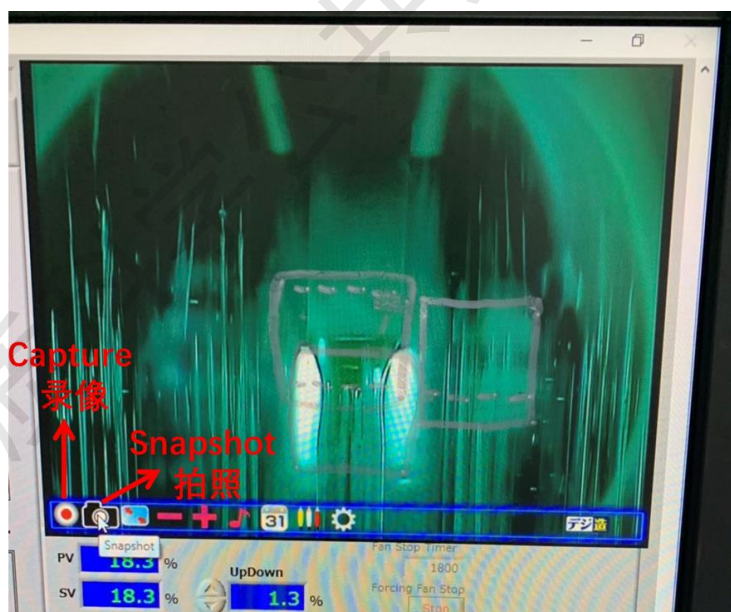


图 6-25

(8) 待生长结束时，将Feed rod与Seed rod分开，用户可根据样品特点采用以下两种方式或其他合适方式：①设置降功率（降温）程序，熔区逐渐变窄；在Hand Control Box模式下移动上杆或下杆，至原料棒两段分离；②设置降功率（降温）程序，熔区逐渐变窄；设置不同的Upper Shaft Slow Moving Speed和Lower Shaft Slow Moving Speed值，至原料棒两段分离。

(9) 降功率(降温)程序设置同前述步骤(3)。即: ①在Step中设置Time和Power (Power 值为0), 降温速率不可过快, 不超过1.5%/min或低Power(%)下应不少于20min降至Power 为0; ②点击Graph, 显示功率下降程序曲线; ③点击Run/Stop开始程序降温。

(10) 待Step显示为End后, 点击Lamp Off, 此时生长室内光亮消失。电源柜上LAMP CURRENT值在0~0.3A内波动。

(11) 等待至少1小时后, 点击Unlock按钮, 打开仪器前门, 依据前述6.3.1步骤(5)~

(9) 操作取出样品。



图6-26

(12) 清洗石英管。使用无水乙醇溶剂清洗石英管, 并烘干。如附着物无水乙醇溶剂无法清洗干净, 请联系技术员。

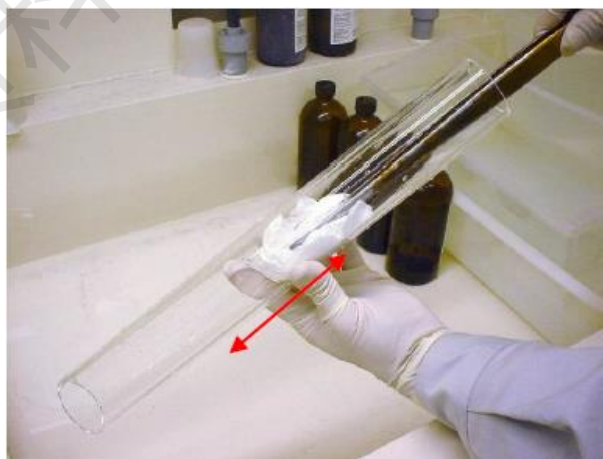


图6-27

(13) 将烘干后的石英管安装回仪器上, 旋紧卡箍。扣紧弹簧扣, 关闭仪器前门。

(14) 关闭电脑。随后关闭电脑控制柜各开关, 从右至左(③→②→①, 图6-5)依次关闭Control Power (OFF)、Control NFB和Primary ELB。依次关闭电源柜中No.1~No.4

空开和 Main Source空开。点击水冷机RUN/STOP按钮, 水冷机停止运行; 关闭水冷机背后总开关。确认真空泵关闭。

7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

Q/WU FLHS050 光学浮区炉使用记录表 V1.0

物质科学公共实验平台

仪器设备使用记录表

| | | | |
|--------------|--|------|--|
| 日期 | | 使用人 | |
| 导师 (PI) | | 联系电话 | |
| 样品简介 | 样品名称: 是否有毒: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 高温下是否分解: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 | | |
| 实验条件 | 最高温度 (功率 %): | | |
| | 最快升温速率 (%/min) | | |
| | 最快降温速率 (%/min) | | |
| 是否使用气体 | <input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明气体种类: ; 压强 MPa) <input type="checkbox"/> 否 | | |
| 是否使用真空 | <input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明真空度:) <input type="checkbox"/> 否 | | |
| 仪器状态 | 使用前: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常; 使用后: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常 | | |
| 机时 (起止时间) | 年 月 日 时 至 年 月 日 时 | | |
| 备注 | | | |

注: 使用前先检查仪器状况, 正常方可操作, 一旦实验使用, 默认为实验前仪器状况为正常。

| | | | |
|--------------|--|------|--|
| 日期 | | 使用人 | |
| 导师 (PI) | | 联系电话 | |
| 样品简介 | 样品名称: 是否有毒: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 高温下是否分解: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 | | |
| 实验条件 | 最高温度 (功率 %): | | |
| | 最快升温速率 (%/min) | | |
| | 最快降温速率 (%/min) | | |
| 是否使用气体 | <input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明气体种类: ; 压强 MPa) <input type="checkbox"/> 否 | | |
| 是否使用真空 | <input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明真空度:) <input type="checkbox"/> 否 | | |
| 仪器状态 | 使用前: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常; 使用后: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常 | | |
| 机时 (起止时间) | 年 月 日 时 至 年 月 日 时 | | |
| 备注 | | | |

注: 使用前先检查仪器状况, 正常方可操作, 一旦实验使用, 默认为实验前仪器状况为正常。