

文章编号: 1000-324X(2002)01-0024-05

## 晶体生长三维实时观察技术研究

苗 宇<sup>1</sup>, 金蔚青<sup>1</sup>, 潘志雷<sup>1</sup>, 蔡丽霞<sup>1</sup>, 郑列华<sup>2</sup>

(1. 中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050; 2. 中国科学院上海技术物理研究所, 上海 200083)

**摘 要:** 最近建立一套用于晶体三维实时观察的装置, 主要分为光学观察部分, 晶体生长部分, 结果处理部分. 采用二目观察法记录晶体生长和流体运动. 设计并制造适于 Bridgman 法晶体生长的生长炉和坩埚. 初步观察到  $\text{NaNO}_3$  晶体的固液界面形貌, 并通过图像处理软件还原为三维真实图像.

**关 键 词:** 熔体晶体生长; 三维实时观察; 图像处理

**中图分类号:** O 782 **文献标识码:** A

### 1 引言

人工晶体生长是一个复杂的过程, 不仅与晶体生长用的原料有关, 而且还与生长界面的温度梯度, 生长速率有关, 通常采用的生长环境大多是在密闭的条件下进行的. 只能通过事后分析生长形貌和晶体质量来推测影响因素. 特别对于空间晶体生长, 由于自然环境所限, 不能多次重复试验, 同时要求每次试验获取最大的实验数据. 如果能够借助实时观察, 则可以对空间晶体生长进行实时监测和实时控制, 不仅可以控制晶体生长而且能够获得生长时的各项参数, 从而了解空间晶体生长的机制.

实时观察技术是一门崭新的技术, 广泛的应用于生产和科研中. 借助实时观察技术可以得到晶体生长时的相关信息, 并由此准确的确定晶体生长时各种参数. 因此世界各国科学家采用不同的方法进行实时观察的研究, 希望得到有效的实验参数. D.K.Aswal<sup>[1]</sup> 等人利用高温显微镜观察圆环状陶瓷坩埚内的  $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3$  超导体的高温成核和扩散现象; N.Noel<sup>[2]</sup> 等人用光学显微镜实时观察了 Bridgman 生长条件下琥珀腈与丙酮 (0.5wt%) 混合物的固液界面形成; Koichi Kakimoto<sup>[3]</sup> 等人则借助 X 光摄像术观察了示踪粒子在熔体硅中的三维流体运动形式. K.Kinoshita<sup>[4]</sup> 等人通过录像设备实时记录了在微重力条件下  $\text{PbBr}_2\text{-PbCl}_2$  封装体系中的溶解和凝固过程.

在二维晶体生长实时观察的基础上<sup>[5,6]</sup>, 提出了空间熔体晶体生长三维实时观察方法, 其具体思路是在圆柱体透明坩埚内进行熔体晶体生长, 借助光学摄像系统从二个视点对同一物体进行观察, 通过计算机实时进行匹配和合成运算<sup>[7]</sup>, 得到三维立体图像.

收稿日期: 2000-12-22, 收到修改稿日期: 2001-02-21

基金项目: 国家高科技领域项目 (863-2-4-3); 国家科学技术部攀登计划资助项目 (攀-预-95-34); 国家自然科学基金重点资助项目 (59832080)

作者简介: 苗 宇 (1976-), 男, 硕士研究生.

本文介绍了我们所采用的二目立体成像法, 以及适合该方法观察的晶体生长炉的结构和特性, 并得到初步的固液界面观察图像, 以及合成后的三维图像.

## 2 三维晶体生长观察装置

根据三维实时观察的要求, 该装置的设计需要满足以下要求: 1) 选择合适的三维观察方法, 能够直观图示, 并能够正确再现三维图像; 2) 适于三维观察并能按照特定方法 (bridgman 法), 进行生长的坩埚和晶体生长炉; 3) 所有的设备应简化并具有较高的可靠性, 验证设计的要求.

基于上述要求设计并研制了一套晶体实时生长观察装置, 主要包括以下三个部分 (图 1): 光学观察部分、晶体生长部分、结果处理部分.

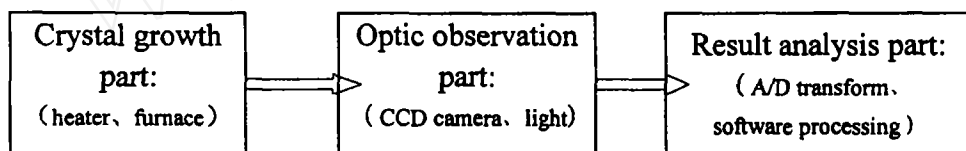


图 1 晶体实时生长观察装置示意图

Fig. 1 Schematic of the realtime observation instrument for crystal growth

### 2.1 光学观察法的原理

众所周知, 人眼所能观察到的立体图像是借助左右两眼对同一物体进行观察, 经过大脑合成得到的三维立体图像. 在实验中我们采用同样方法, 分别采用两架高分辨率的 CCD 摄像头, 水平相距 60~70cm, 同时对物体进行观察. 两组 CCD 摄像头分别获取图像, 传送给计算机, 视频捕捉卡采样量化, 得到物体在左右 CCD 摄像机上成的两幅二维图像, 计算机软件根据这两幅图像上的信息推算出物体的三维真实坐标, 其原理如图 2 所示.

定义  $X$  轴为两个摄像机中心的连线,  $Y$  轴是垂直于纸面方向,  $Z$  轴为摄像机的光轴. 原点在它们的中心处. 摄像头焦距为  $f$ , 两摄像机中心之间距离为  $d$ . 在图 2 位置坐标下, 由几何光学知识<sup>[7]</sup>可得到, 对于空间任意物体  $W$  上一点  $p$  的三维空间坐标  $(X_w, Y_w, Z_w)$ , 与它在左右图像上所成点的二维坐标  $(x_l, y_l)$  和  $(x_r, y_r)$ , 分别存在下列计算关系:

$$\frac{x_l}{f} = \frac{X_w + \frac{d}{2}}{Z_w} \quad (1)$$

$$\frac{x_r}{f} = \frac{X_w - \frac{d}{2}}{Z_w} \quad (2)$$

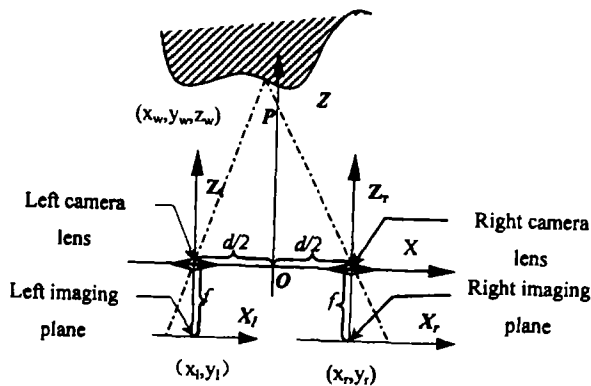


图 2 二目观察法示意图

Fig. 2 Schematic figure of the two-eyes observation method

和

$$\frac{y_l}{f} = \frac{y_r}{f} = \frac{Y_w}{Z_w} \quad (3)$$

由 (1) 和 (2) 容易求出  $Z$  轴坐标:

$$Z_w = d \cdot f \cdot \frac{1}{x_l - x_r} \quad (4)$$

联立 (3) 式, 进而分别求出  $p$  点在物体  $W$  上的  $X$  轴,  $Y$  轴坐标:

$$X_w = d \cdot \frac{x_l + x_r}{2} \cdot \frac{1}{x_l - x_r} \quad (5)$$

$$Y_w = d \cdot \frac{y_l + y_r}{2} \cdot \frac{1}{x_l - x_r} \quad (6)$$

因此知道物体在左右两个视点的二维图像坐标数值  $(x_l, y_l)$  和  $(x_r, y_r)$ , 经过匹配计算可得到物体在三维空间的真实坐标  $(X_w, Y_w, Z_w)$ . 对物体进行连续取样, 可得到物体在三维空间的变化参数.

## 2.2 晶体生长炉

该部分包括晶体生长炉, 坩埚和温度控制仪. 对平时使用的晶体生长炉进行了重新设计, 使其不仅符合 Bridgman 法晶体生长而且符合三维晶体观察需要. 高温晶体生长炉的尺寸为  $\phi 100\text{mm} \times 325\text{mm}$ , 炉体内部采用高温棉和轻质高铝砖填充. 为了便于实时观察, 在炉体的中间位置, 放置高度为 50mm 的环形石英玻璃管, 从而既可以透过光线进行观察, 又可起到保温的作用. 在环形石英玻璃管的上下位置, 各放置一个加热器, 在电压为 24V 时, 单个功率可达 360W. 炉内放置镍铬—镍铝热电偶, 与欧姆龙 E5AJ 型温度控制器联合作用进行温度升降的控制. 由上下两个加热器, 分别形成两个温区, 调节温控仪满足晶体生长过程时的温度条件.

为了能够便于进行高温晶体生长观察, 采用透明度高, 不易发生光学畸变, 耐高温的石英玻璃管作为坩埚, 其形状为圆柱状, 大小为  $\phi 18\text{mm} \times 200\text{mm}$ . 图 3 是晶体生长炉结构示意图.

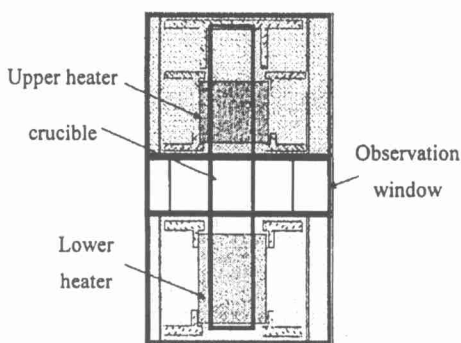


图 3 晶体生长炉示意图

Fig. 3 Schematic of the crystal growth furnace

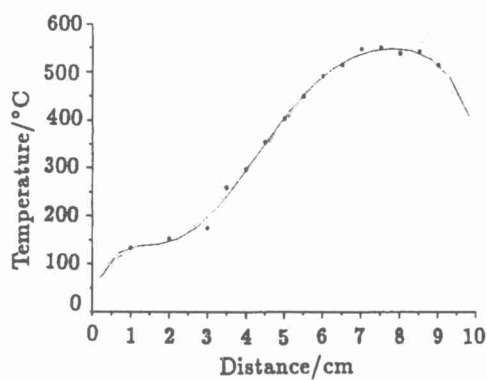


图 4 炉体径向温度分布

Fig. 4 Radial temperature distribution of the furnace

在加热电压为 36V 时, 测量得到的炉体径向温度分布图 (图 4), 可以看到晶体炉内温度分布符合 Bridgman 法晶体生长条件.

## 2.3 记录和结果处理部分

两组 CCD 摄像头进行跟踪摄像, 观察结果可储存在录像机或投影在显示屏上. 视频捕捉卡对信号进行采集, 得到单幅二维图像, 将同时得到的左右两幅二维图像传给计算机, 利用计算机图像处理软件分别对这两幅图像进行匹配和运算, 从而获得三维图像.

### 3 结果和讨论

采用氧化物晶体  $\text{NaNO}_3$ , 熔点  $309^\circ\text{C}$ , 熔体为透明状液体, 便于借助示踪粒子观察流体运动. 下面左右两图分别是在同一时刻, 得到  $\text{NaNO}_3$  的固液界面图像. 为了便于观察和图像处理, 在固液界面处沉积了部分示踪粒子.

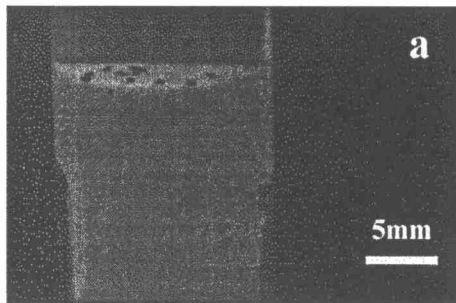


图 5a 左摄像机得到的图像

Fig. 5a Snap of left camera

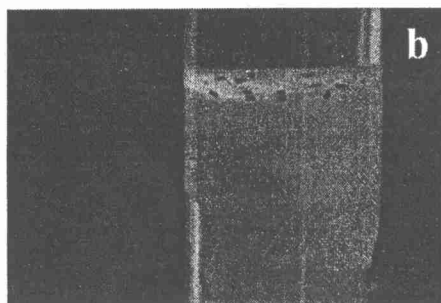


图 5b 右摄像机得到的图像

Fig. 5b Snap of right camera

通过图像处理软件, 从而得到的拟和图像 (图 6).

我们知道在晶体生长中, 固液界面形貌<sup>[9]</sup>影响到晶体生长的速度和性质. 在实际晶体生长中受生长条件所限, 在 Bridgman 条件下无法做到实时观察晶体生长中的固液界面, 而借助三维实时观察装置, 可以直接观察到固液界面形貌, 控制晶体生长, 调节温度等各种参数, 使晶体生长朝着稳态条件发展, 并得到固液界面形貌和温场分布的耦合信息, 指导晶体生长.

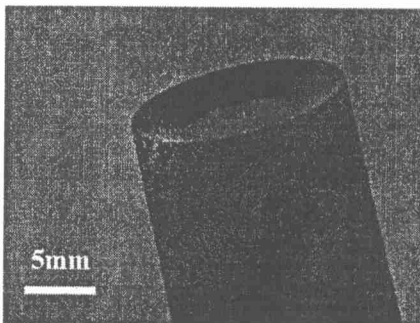


图 6 三维固液界面图像

Fig. 6 Three dimensional solid-liquid interface image

### 4 结论

从初步实验结果来看, 晶体三维实时观察装置可以得到固液界面图像, 并可初步拟合成三维图像. 与国内外同类装置相比具有自动控温, 自动成像的特点. 能够得到三维图像, 并可从固液界面形状的角度来研究晶体生长.

### 参考文献

- [1] Kaswal D, et al. *J. Crystal Growth*, 1998, **193**: 61-70.
- [2] Nouel N, Jamgotchian H, Billia B. *J. Crystal Growth*, 1997, **181**: 117-132.

- [3] Kakimoto K, Eguchi M, Watanabe H, *J. Crystal Growth*, 1988, **88**: 365–370.
- [4] Kinoshita K, *et al. J. Crystal Growth*, 1996, **166**: 266–270.
- [5] Jin W Q, Chen J Y, Li W S, *et al. Ferroelectrics*, 1993, **142**: 13–19.
- [6] Jin W Q, *et al. Microgravity Sci. technol.*, 1997, **11** (4): 194–196.
- [7] 郑列华, 等. 空间科学实验的三维立体观察技术研究, 中国国防科学技术报告, 2000. 27–36.
- [8] 杨国光主编. 近代光学测试技术, 杭州: 浙江大学出版社, 1997. 572–573.
- [9] Hurle D T J, *ed. Handbook of Crystal Growth. Netherlands: Elsevier Science Publishers B.V.*, 1993. 787–793.

## Three-dimensional Realtime Observation Instrument for Crystal Growth

MIAO Yu<sup>1</sup>, JIN Wei-Qing<sup>1</sup>, PAN Zhi-Lei<sup>1</sup>, CAI Li-Xia<sup>1</sup>, ZHENG Lie-Hua<sup>2</sup>

(1. Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China; 2. Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China)

**Abstract:** A three-dimensional real-time observation instrument was developed, which was consisted of crystal part, optic observation part, and result analysis part. The crystal growth and flow movement was observed by the two-eye observation method. A new growth furnace and crucible, being suitable for Bridgman method crystal growth, was developed. The solidliquid interface of  $\text{NaNO}_3$  was visualized. At last the image visualized was synthesized into three-dimensional image by a processing software.

**Key words** melt crystal growth; three-dimensional observation; image processing