



(21)申請案號：111149973 (22)申請日：中華民國 111 (2022) 年 12 月 26 日

(51)Int. Cl. : C30B15/20 (2006.01)

(30)優先權：2021/12/27 中國大陸 202111619092.8
2021/12/27 中國大陸 202111619103.2

(71)申請人：大陸商中環領先半導體材料有限公司 (中國大陸) ZHONGHUAN ADVANCED SEMICONDUCTOR MATERIALS CO., LTD (CN)
中國大陸

(72)發明人：王雙麗 WANG, SHUANGLI (CN) ；陳俊宏 CHEN, CHUN-HUNG (TW)

(74)代理人：李彥慶；林宗武

(56)參考文獻：

TW	202014565A	CN	1261928A
CN	108914201A	CN	110629283A
CN	112281210A	CN	112639175A
CN	113549997A		

審查人員：林峯州

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：22 共 45 頁

(54)名稱

單晶體的製備方法及矽晶體

(57)摘要

本申請公開了單晶體的製備方法及矽晶體，該製備方法包括：在等徑生長階段，根據線性方程 $G_h=k \cdot h+G_0$ 得到 G_h ，其中， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， k 為常數， h 為相對於固液界面高度，取值為 0~10mm， G_h 為距離固液界面高度 h 處晶棒軸向溫度梯度，單位為 K/cm；在固液界面至第一參考面的區域內調整溫度梯度至 G_h ，其中，所述第一參考面為固液界面上方 10mm 的界面。該方法通過調控固液界面至第一參考面的區域內晶棒軸向溫度梯度，使晶體中點缺陷充分地對流擴散和再複合，減少游離 V 型點缺陷和 I 型點缺陷濃度。

The present application discloses a preparation method of single crystal and a silicon crystal. The preparation method includes: in a equal-diameter growth stage, G_h is obtained according to the linear equation $G_h=k \cdot h+G_0$, wherein G_0 is the temperature gradient at a solid-liquid interface with a value of 35~55 K/cm, k is a constant, h is a height relative to the solid-liquid interface with a value of 0~10 mm, and G_h is an axial temperature gradient of the ingot at a height h from the solid-liquid interface with a unit of K/cm. The preparation method also includes: adjust the temperature gradient to G_h in a region from the solid-liquid interface to a first reference plane, wherein the first reference plane is an interface 10 mm above the solid-liquid interface. The method adjusts the axial temperature gradient of the ingot in the region from the solid-liquid interface to the first reference plane, so that point defects in the crystal can be fully diffused and recombined, and the concentration of free V-type point defects and I-type point defects can be reduced.

指定代表圖：

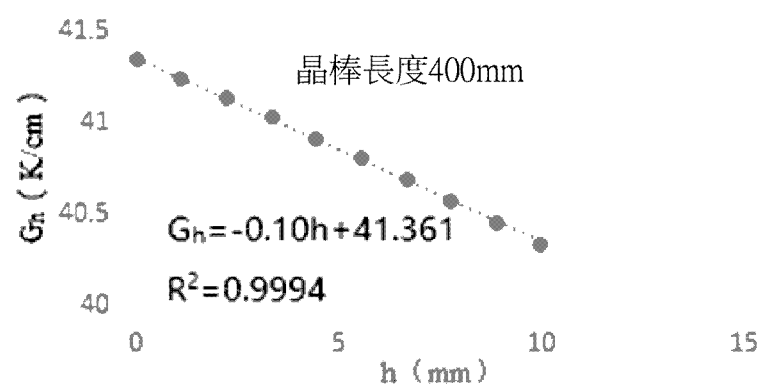


圖 1



I829486

【發明摘要】

【中文發明名稱】單晶體的製備方法及矽晶體

【英文發明名稱】Preparation method of single crystal and silicon crystal

【中文】

本申請公開了單晶體的製備方法及矽晶體，該製備方法包括：在等徑生長階段，根據線性方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 得到 G_h ，其中， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， k 為常數， h 為相對於固液界面高度，取值為 0~10mm， G_h 為距離固液界面高度 h 處晶棒軸向溫度梯度，單位為 K/cm；在固液界面至第一參考面的區域內調整溫度梯度至 G_h ，其中，所述第一參考面為固液界面上方 10mm 的界面。該方法通過調控固液界面至第一參考面的區域內晶棒軸向溫度梯度，使晶體中點缺陷充分地對流擴散和再複合，減少游離 V 型點缺陷和 I 型點缺陷濃度。

【英文】

The present application discloses a preparation method of single crystal and a silicon crystal. The preparation method includes: in a equal-diameter growth stage, G_h is obtained according to the linear equation $G_h = k \cdot h + G_0$, wherein G_0 is the temperature gradient at a solid-liquid interface with a value of 35~55 K/cm, k is a constant, h is a height relative to the solid-liquid interface with a value of 0~10 mm, and G_h is an axial temperature gradient of the ingot at a height h from the solid-liquid interface with a unit of K/cm. The preparation method also includes: adjust the temperature gradient to G_h in a region from the solid-liquid interface to a first reference plane, wherein the first

reference plane is an interface 10 mm above the solid-liquid interface. The method adjusts the axial temperature gradient of the ingot in the region from the solid-liquid interface to the first reference plane, so that point defects in the crystal can be fully diffused and recombined, and the concentration of free V-type point defects and I-type point defects can be reduced.

【指定代表圖】圖1

【代表圖之符號簡單說明】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】單晶體的製備方法及矽晶體

【英文發明名稱】Preparation method of single crystal and silicon crystal

【技術領域】

【0001】本公開屬於半導體領域，具體涉及一種單晶體的製備方法及矽晶體。

【0002】本公開請求於2021年12月27日向中國國家知識產權局提交的、專利申請號為202111619092.8，申請名稱均為「單晶體的製備方法和矽晶體」以及申請號為202111619103.2，申請名稱均為「單晶體的製備方法及矽晶體」的中國專利申請的優先權，並且其全部內容通過引用結合在本公開中。

【先前技術】

【0003】Voronkov 提出 V/G 理論，具體為提拉速度與長晶界面附近提拉方向的溫度梯度 G 比值即 V/G 在 CZ 長晶過程存在臨界值，當 V/G 比值小於臨界值時，晶格間隙型點缺陷（I 型點缺陷）濃度高於空孔型點缺陷（V 型點缺陷），晶體中殘留過多 I 型點缺陷，稱為 I-型矽晶體；當 V/G 比值大於臨界值時，晶格間隙型點缺陷（I 型點缺陷）濃度低於空孔型點缺陷（V 型點缺陷），晶體中則殘留過多 V 型點缺陷，稱為 V-型矽晶體；當 V/G 比值等於臨界值時，殘留在晶體中的 I 型點缺陷和 V 型點缺陷濃度很小，相差也不大，生長為點缺陷很少的晶體，即完美晶體。

【0004】但嚴格控制 V/G 值處於臨界值，即控制長晶固液界面處 I 型點缺陷和 V 型點缺陷濃度相當，其難度較高。

【0005】因此，現有製備完美晶體的技術有待探究。

第 1 頁，共 30 頁(發明說明書)

【發明內容】

【0006】 本公開旨在至少在一定程度上解決相關技術中的技術問題之一。為此，本公開的一個目的在於提出一種單晶體的製備方法及矽晶體，該方法通過調控固液界面至參考面的區域內晶棒軸向溫度梯度，使晶體中的點缺陷充分地對流擴散和再複合，減少游離 V 型點缺陷和 I 型點缺陷的濃度。

【0007】 在本公開的一個方面，本公開提出了一種單晶體的製備方法。根據本公開的實施例，所述方法包括：

在等徑生長階段，根據線性方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 得到 G_h ，其中， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， k 為常數， h 為相對於固液界面高度，取值為 0~10mm， G_h 為距離固液界面高度 h 處晶棒軸向溫度梯度，單位為 K/cm；

在固液界面至第一參考面的區域內調整溫度梯度至 G_h ，其中，所述第一參考面為固液界面上方 10mm 的界面。

【0008】 根據本公開實施例的晶體的製備方法，通過調控固液界面至參考面的區域內晶棒軸向溫度梯度，使長晶過程形成的 I 型點缺陷和 V 型點缺陷在固液界面附近區域充分擴散和再複合，從而減少游離的點缺陷的形成濃度。

【0009】 另外，根據本公開上述實施例的單晶體的製備方法還可以具有如下附加的技術特徵：

在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段的初期，取 $k = k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{h1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中，所述 k_1 、所述 v_1 和所述 d_1 滿足： $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{ mm}$ ；在等徑生長階段的中期，取 $k = k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{h2} 調節晶棒的提拉速度為

v_2 、液口距為 d_2 ，其中，所述 k_2 、所述 v_2 和所述 d_2 滿足： $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ；在等徑生長階段的後期，取 $k=k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{h3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，所述 k_3 、所述 v_3 和所述 d_3 滿足： $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ 。

【0010】在本公開的一些實施例中，所述等徑生長階段的初期，控制 ΔG_c 為 $0.2 \sim 1 \text{ K/cm}$ ， ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ， G_r 不大於 6 K/cm ；所述等徑生長階段的中期，控制 ΔG_c 為 $2 \sim 6 \text{ K/cm}$ ， ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ， G_r 不大於 10 K/cm ；所述等徑生長階段的後期，控制 ΔG_c 為 $0.2 \sim 1 \text{ K/cm}$ ， ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ， G_r 不大於 6 K/cm ，其中，晶棒中心位置的軸向溫度梯度變化量為 ΔG_c ，晶棒邊緣位置的軸向溫度梯度變化量為 ΔG_e ，晶棒的徑向溫度梯度為 G_r 。

【0011】在本公開的一些實施例中，所述方法還包括調節晶棒上溫度帶的寬度，所述溫度帶包括第一溫度帶、第二溫度帶和第三溫度帶，所述第一溫度帶的範圍為 1685 K 至 1605 K ，所述第二溫度帶的範圍為 1605 K 至 1355 K ，所述第三溫度帶的範圍為 1355 K 至 955 K 。

【0012】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段，所述第一溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_x = m * G_0 + b$ 調整溫度帶寬度，其中 G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 $35 \sim 55 \text{ K/cm}$ ， D_x 為溫度帶寬度，單位為 mm 。

【0013】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段的初期，取 $m=m_1$ ， $b=b_1$ ，計算得到 D_1 ，根據 D_1 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.1 \leq m_1 \leq -0.09$ ， $9 \leq b_1 \leq 9.1$ ；在等徑生長階段的後期，取 $m=m_2$ ， $b=b_2$ ，計算得到 D_2 ，根據 D_2 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.09 \leq m_2 \leq -0.05$ ， $7 \leq b_2 \leq 8.5$ ；在等徑生長階段的中期，所述中期的溫度帶寬度 D_3 處於所述初期的溫度帶寬度 D_1 和所述後期的溫度帶寬度 D_2 之間。

【0014】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段，所述第二溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_y = m \cdot G_0 + b$ 調整溫度帶寬度，其中 G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， D_y 為溫度帶寬度，單位為 mm。

【0015】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段的初期，取 $m = m_3$ ， $b = b_3$ ，計算得到 D_4 ，根據 D_4 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.27 \leq m_3 \leq -0.24$ ， $23.5 \leq b_3 \leq 25.5$ ；在等徑生長階段的後期，取 $m = m_4$ ， $b = b_4$ ，計算得到 D_5 ，根據 D_5 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.1 \leq m_4 \leq -0.06$ ， $16.5 \leq b_4 \leq 17.5$ ；在等徑生長階段的中期，所述中期的溫度帶寬度 D_6 處於所述初期的溫度帶寬度 D_4 和所述後期的溫度帶寬度 D_5 之間。

【0016】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段，所述第三溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_z = n \cdot L + c$ 調整溫度帶寬度， D_z 為溫度帶寬度，單位為 mm， L 為晶棒長度，單位為 mm。

【0017】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段的初期，取 $n = n_1$ ， $c = c_1$ ，計算得到 D_7 ，根據 D_7 調節水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.035 \leq n_1 \leq -0.015$ ， $35 \leq c_1 \leq 45$ ；在等徑生長階段的中期和後期，控制溫度帶寬度保持不變且所述中期的溫度帶寬度 D_8 等於所述初期的溫度帶寬度 D_7 。

【0018】在本公開的一些實施例中，在等徑生長階段，根據方程 $G_H = A \cdot H^2 + B \cdot h + G_0$ 得到 G_H ，其中， A 和 B 為常數， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， H 為相對於固液界面高度，取值為 -10~0mm， G_H 為距離固液界面高度 H 處邊界層的軸向溫度梯度，單位為 K/cm；在固液界面至第二參考面的區域內調整溫度梯度至 G_H ，其中，所述第二參考面為固液界面下方 10mm 的界面。由此，通過量化控制固液界面上方區域和下方區域內軸向溫度梯度，使長晶過程形成的 I 型點缺陷和 V 型點缺陷在固液

界面處擴散和再複合，減小點缺陷形成濃度，控制微缺陷的尺寸，增加完美晶體窗口寬度。另外，該方法特別適合大直徑晶棒的生長，也可提高大尺寸晶棒的完美晶體的良率。

【0019】在本公開的一些實施例中，所述等徑生長階段的初期，取 $A=A_1$ ， $B=B_1$ 計算得到 G_{H1} ，取 $k=k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{H1} 和 G_{h1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中，所述 A_1 、所述 B_1 、所述 k_1 、所述 v_1 和所述 d_1 滿足： $0.03 \leq A_1 \leq 0.05$ ， $-0.3 \leq B_1 \leq -0.1$ ， $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{mm}$ ；

所述等徑生長階段的中期，取 $A=A_2$ ， $B=B_2$ 計算得到 G_{H2} ，取 $k=k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{H2} 和 G_{h2} 調節晶棒的提拉速度為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中，所述 A_2 、所述 B_2 、所述 k_2 、所述 v_2 和所述 d_2 滿足： $0.01 \leq A_2 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_2 \leq -0.1$ ， $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{mm}$ ；

所述等徑生長階段的後期，取 $A=A_3$ ， $B=B_3$ 計算得到 G_{H3} ，取 $k=k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{H3} 和 G_{h3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，所述 A_3 、所述 B_3 、所述 k_3 、所述 v_3 和所述 d_3 滿足： $0.01 \leq A_3 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_3 \leq -0.1$ ， $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{mm}$ 。

【0020】在本公開的一些實施例中，在固液界面至第二參考面的區域內：所述等徑生長階段的初期，控制邊界層的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $2 \sim 3 \text{K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 $3.5 \sim 5.5 \text{K/cm}$ ；

所述等徑生長階段的中期，控制邊界層的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $4 \sim 6 \text{K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 不大於 5.4K/cm ；

所述等徑生長階段的後期，控制邊界層的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 2~3K/cm，控制邊界層的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 3.5~5.5K/cm；

其中，所述邊界層位於固液界面至第二參考面區域內。

【0021】在本公開的一些實施例中，在固液界面至第二參考面的區域內：所述等徑生長階段的初期，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2K/cm；所述等徑生長階段的中期，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 4K/cm；所述等徑生長階段的後期，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2K/cm。

【0022】在本公開的一些實施例中，根據方程 $T_L = g * L^3 + f * L^2 + q * L + T_0$ 計算得到 T_L ， g 、 f 和 q 為常數， T_0 為三相點處的平均溫度，單位為 K， L 為相對於固液界面高度，取值為 0~300mm， T_L 為距離固液界面距離 L 處晶棒附近區域溫度，單位為 K，

其中，所述晶棒附近區域是晶棒壁與水冷套內壁之間的中心區域。

【0023】在本公開的一些實施例中，取 $g = g_1$ ， $f = f_1$ 和 $q = q_1$ 計算得到 T_{L1} ，根據 T_{L1} 調節晶棒附近氣體流量，其中， g_1 取值為 $-8e^{-0.5} \sim -7e^{-0.5}$ ， f_1 取值為 0.0411~0.0477， q_1 取值為 -10.309~-9.6535。

【0024】在本公開的再一個方面，本公開提出了一種矽晶體。根據本公開的實施例，所述矽晶體採用上述的方法製備得到。

【0025】本公開的附加方面和優點將在下面的描述中部分給出，部分將從下面的描述中變得明顯，或通過本公開的實踐瞭解到。

【圖式簡單說明】

【0026】本公開的上述和/或附加的方面和優點從結合下面附圖對實施例的描述中將變得明顯和容易理解，其中：

圖 1 是等徑生長階段初期（晶棒長度 400mm）晶棒軸向溫度梯度 G_h 和相對於固液界面高度 h 的曲線圖（在固液界面至第一參考面）；

圖 2 是等徑生長階段中期（晶棒長度 700mm）晶棒軸向溫度梯度 G_h 和相對於固液界面高度 h 的曲線圖（在固液界面至第一參考面）；

圖 3 是等徑生長階段後期（晶棒長度 1000mm）晶棒軸向溫度梯度 G_h 和相對於固液界面高度 h 的曲線圖（在固液界面至第一參考面）；

圖 4 是等徑生長階段後期（晶棒長度 1300mm）晶棒軸向溫度梯度 G_h 和相對於固液界面高度 h 的曲線圖（在固液界面至第一參考面）；

圖 5 是第一溫度帶的 1685K~1665K 溫度帶內等徑生長階段初期和中期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 6 是第一溫度帶的 1685K~1665K 溫度帶內等徑生長階段後期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 7 是第一溫度帶的 1665K~1645K 溫度帶內等徑生長階段初期和中期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 8 是第一溫度帶的 1665K~1645K 溫度帶內等徑生長階段後期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 9 是第一溫度帶的 1645K~1625K 溫度帶內等徑生長階段初期和中期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 10 是第一溫度帶的 1645K~1625K 溫度帶內等徑生長階段後期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 11 是第一溫度帶的 1625K~1605K 溫度帶內等徑生長階段初期和中期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 12 是第一溫度帶的 1625K~1605K 溫度帶內等徑生長階段後期的溫度帶寬度曲線圖；

圖 13 是長晶過程中固液界面、邊界層的示意圖；

圖 14 是等徑生長階段的初期（晶棒長度 400mm），在固液界面至第二參考面，固液界面附近軸向溫度梯度 G_H 和相對於固液界面高度 H 曲線圖；

圖 15 是等徑生長階段的中期（晶棒長度 700mm），在固液界面至第二參考面，固液界面附近軸向溫度梯度 G_H 和相對於固液界面高度 H 曲線圖；

圖 16 是等徑生長階段的後期（晶棒長度 1000mm），在固液界面至第二參考面，固液界面附近軸向溫度梯度 G_H 和相對於固液界面高度 H 曲線圖；

圖 17 是等徑生長階段的後期（晶棒長度 1300mm），在固液界面至第二參考面，固液界面附近軸向溫度梯度 G_H 和相對於固液界面高度 H 曲線圖；

圖 18 是等徑生長階段的初期（晶棒長度 400mm），距離固液界面距離 L 處晶棒附近區域溫度 T_L 和相對於固液界面高度 L 曲線圖；

圖 19 是等徑生長階段的中期（晶棒長度 700mm），距離固液界面距離 L 處晶棒附近區域溫度 T_L 和相對於固液界面高度 L 曲線圖；

圖 20 是等徑生長階段的後期（晶棒長度 1000mm），距離固液界面距離 L 處晶棒附近區域溫度 T_L 和相對於固液界面高度 L 曲線圖；

圖 21 是等徑生長階段的後期（晶棒長度 1300mm），距離固液界面距離 L 處晶棒附近區域溫度 T_L 和相對於固液界面高度 L 曲線圖；

圖22是銅飾法表徵法的具體操作示意圖。

【實施方式】

【0027】下面詳細描述本公開的實施例，旨在用於解釋本公開，而不能理解為對本公開的限制。

【0028】本公開中，如無特殊說明，下述屬以及符號所表示的意義如下所定義的：液口距為導流筒的下端與固液界面處的間隔距離。本文中所使用

的術語「完美晶體」並不意指絕對完美的晶體或沒有任何缺陷的晶體，而是容許存在極少量的一種或多種缺陷，其不足以使晶體或得到的晶圓的某種電學或機械學特性產生大的變化而致使其製成電子器件的性能劣化。

【0029】直拉法製備晶體是把原料多晶矽塊放入石英坩堝中，然後對石英坩堝加熱，將裝在石英坩堝中的多晶矽熔化，然後將籽晶插入熔體表面進行熔接，同時轉動籽晶，再反轉坩堝，籽晶緩慢向上提升，經過引晶、放大、轉肩、等徑生長、收尾等過程製備晶棒的過程。並且在直拉法製備晶體過程中，晶棒中熱歷史對晶體缺陷分佈、種類和尺寸直接相關，而本申請正是為了使晶體中點缺陷充分對流擴散和再結合，減小游離 V 型點缺陷和 I 型點缺陷濃度。

【0030】為此，在本公開的一個方面，本公開提出了一種單晶體的製備方法。根據本公開的實施例，該方法包括：在等徑生長階段根據線性方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 得到 G_h ，其中， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， k 為常數， h 為相對於固液界面高度，取值為 0~10mm， G_h 為距離固液界面高度 h 處晶棒軸向溫度梯度，單位為 K/cm，在固液界面至第一參考面的區域內調整溫度梯度至 G_h ，其中，上述第一參考面為固液界面上方 10mm 的界面。由此，通過控制固液界面至第一參考面的區域內晶棒軸向溫度梯度，使長晶過程形成的 I 型點缺陷和 V 型點缺陷在固液界面附近區域充分擴散和再複合，從而減少點缺陷的形成濃度。

【0031】根據本公開的實施例，為了對固液界面至第一參考面的區域內晶棒溫度梯度精確控制，本申請分別對等徑生長階段的初期、等徑生長階段的中期和等徑生長階段的後期對應溫度梯度進行優化。需要說明的是，「等徑生長階段的初期」定義為生長的晶體長度不大於 400mm 的階段；「等徑生長階段的中期」定義為生長的晶體長度大於 400mm 且坩堝中矽熔體液面

進入坩堝 R 角前的階段；「等徑生長階段的後期」定義為坩堝中矽熔體液面進入坩堝 R 角後的階段。

【0032】具體的，在等徑生長階段的初期，根據上述線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據計算得到的 G_{h1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中，上述 k_1 、 v_1 和 d_1 滿足： $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{ mm}$ ，即根據線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_1$ 計算得到 G_{h1} 的理論值，然後在上述 v_1 和 d_1 對應範圍內通過調整提拉速度 v_1 和液口距 d_1 ，使得 G_{h1} 的實際值等於 G_{h1} 的理論值。可以的理解是當 G_{h1} 的實際值小於理論值時，減小液口距 d_1 ，使得 G_0 增加，則 G_{h1} 靠近理論值，同時在上述提拉速度 v_1 範圍內可降低提拉速度，使得晶體中形成點缺陷有一定時間充分擴散和再複合，則降低點缺陷的形成濃度；在等徑生長階段的中期，根據上述線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據計算得到的 G_{h2} 調節晶棒的提拉速度為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中，上述 k_2 、 v_2 和 d_2 滿足： $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ，即根據線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_2$ 計算得到 G_{h2} 的理論值，然後在上述 v_2 和 d_2 對應範圍內通過調整提拉速度 v_2 和液口距 d_2 ，使得 G_{h2} 的實際值等於 G_{h2} 的理論值。可以的理解是當 G_{h2} 的實際值大於理論值時，增大液口距 d_2 ，使得 G_0 減小，則 G_{h2} 靠近理論值，同時在上述提拉速度範圍內可降低提拉速度 v_2 ，使得晶體中形成的點缺陷有一定時間充分擴散和再複合，則降低點缺陷的形成濃度；在等徑生長階段的後期，根據上述線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據計算得到的 G_{h3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，上述 k_3 、 v_3 和 d_3 滿足： $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ ，即根據線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_3$ 計算得到 G_{h3} 的理論值，然後在上述 v_3 和 d_3 對應範圍內通過調整拉速度 v_3 和液口距 d_3 ，使得 G_{h3} 的實際值等於 G_{h3} 的理論值。可

以的理解是當 G_{h3} 的實際值小於 G_{h3} 的理論值，減小液口距 d_3 ，使得 G_0 增加，則 G_{h3} 靠近理論值，同時在上述提拉速度範圍內可降低提拉速度 v_3 ，使得晶體中形成點缺陷有一定時間充分擴散和再複合，則降低點缺陷的形成濃度。由此，依據上述的製備方法，通過分別控制等徑生長階段的初期、中期和後期的提拉速度和液口距，實現對各時期溫度梯度 G_h 的調整，使生長過程形成的 I 型點缺陷和 V 型點缺陷在固液界面附近區域充分擴散和再複合，減少游離 V 型點缺陷和 I 型點缺陷濃度。則長晶生長階段的提拉速度變化範圍可增加 10%，液口距變化範圍可增加 5%，進而擴大了工藝參數可調節的窗口，提高晶體品質和完美晶體的良率。其中，良率為生長出完美晶體的熔料量與投料量的比值。

【0033】進一步地，為了驗證上述線性方程的擬合性，對在長晶固液界面至第一參考面的區域內不同生長階段時期的晶棒軸向溫度梯度和相對於固液界面高度進行繪圖，如圖 1 所示，在等徑生長階段的初期（晶棒長度 400mm），以相對於長晶界面高度 h 為橫坐標，以晶棒軸向溫度梯度 G_h 為縱坐標繪製曲線，線性方程為 $G_h = -0.10h + 41.361$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9994$ ；如圖 2 所示，在等徑生長階段的中期（晶棒長度 700mm），以相對於長晶界面高度 h 為橫坐標，以晶棒軸向溫度梯度 G_h 為縱坐標繪製曲線，線性方程為 $G_h = -0.24.h + 47.031$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9988$ ；如圖 3 和 4 所示，在等徑生長階段後期（晶棒長度分別為 1000mm 和 1300mm），以相對於長晶界面高度 h 為橫坐標，以晶棒軸向溫度梯度 G_h 為縱坐標繪製曲線，晶棒長度為 1000mm 對應的線性方程為 $G_h = -0.2463h + 49.155$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.999$ ，晶棒長度為 1300mm 對應的線性方程為 $G_h = -0.1507h + 45.003$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.999$ 。總之，上述各個線性方程的擬合度都大於 0.998，說明擬合後的線性方程與實際情況非常符合，因此

根據該線性方程對應去調節提拉速度和液口距，可精確地控制固液界面到第一參考面的區域內軸向溫度梯度，有效地減少點缺陷的形成濃度。

【0034】根據本公開的實施例，為了進一步提高晶體品質和完美晶體的良率，在等徑生長階段的初期，控制晶棒的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 0.2~1K/cm，控制晶棒的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 5~10K/cm，控制晶棒的徑向溫度梯度 G_r 不大於 6K/cm；在等徑生長階段的中期，控制晶棒的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 2~6K/cm，控制晶棒的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 5~10K/cm，控制晶棒的徑向溫度梯度 G_r 不大於 10K/cm；在等徑生長階段的後期，控制晶棒的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 0.2~1K/cm，控制晶棒的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 5~10K/cm，控制晶棒的徑向溫度梯度 G_r 不大於 6K/cm。則在等徑生長階段的各個不同時期，通過控制晶棒的中心位置和邊緣位置的軸向溫度梯度變化量及徑向溫度梯度，保證固液界面形狀近似於平面，使得同一截面內軸向溫度梯度近似均勻，根據 V/G 理論可增大生長完美晶體的窗口，提高完美晶體的良率。

【0035】根據本公開的實施例，本申請上述方法還包括調節晶棒上 1685K~955K 溫度帶的寬度，其中，溫度帶包括第一溫度帶、第二溫度帶和第三溫度帶，第一溫度帶的範圍為 1685K 至 1605K，第二溫度帶的範圍為 1605K 至 1355K，第三溫度帶的範圍為 1355K 至 955K。

【0036】根據本公開的一個實施例，第一溫度帶包括 1685K~1665K、1665K~1645K、1645K~1625K、1625K~1605K 溫度帶，上述第一溫度帶包括若干個的小溫度帶，且上述各小溫度帶寬度差異小於 1.0mm，且生長過程中同一溫度帶寬度變化小於 0.5mm。在生長過程中並且在等徑生長階段

第一溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_x = m \cdot G_0 + b$ 調整溫度帶寬度，其中 G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， D_x 為溫度帶寬度，單位為 mm。可以的理解是依照上述線性方程來調整第一溫度帶寬度，使得在等徑生長階段的同一時期，第一溫度帶內各個小溫度帶寬度間的差異小於 1.0 mm，也就是說各個小溫度寬度比較相近，同時在等徑生長階段的各個時期，每個小溫度帶寬度差異變化小於 0.5 mm，也就是說每個小溫度帶寬度變化量較小，可精確地控制晶棒上第一溫度帶寬度的位置。

【0037】具體的，在等徑生長階段的初期，根據上述線性方程 $D_x = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_1$ ， $b = b_1$ ，計算得到 D_1 ，根據 D_1 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.1 \leq m_1 \leq -0.09$ ， $9 \leq b_1 \leq 9.1$ ，即根據線性方程 $D_x = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_1$ ， $b = b_1$ ，計算得到 D_1 的理論值，然後通過調節導流筒距固液界面的高度，使得 D_1 的實際值等於 D_1 的理論值。可以的理解是，通過調節導流筒距固液界面的高度實現對固液界面處溫度梯度 G_0 的調節，進而實現對 D_1 的調整。根據實際生產情形，導流筒距固液界面的高度 H 增大是通過坩堝軸旋轉使得石英坩堝下降而實現的，則石英坩堝較靠近加熱器，使得 G_0 減小，進而溫度帶寬度 D_1 增大；同理導流筒距固液界面的高度 H 減小是通過坩堝軸旋轉使得石英坩堝上升，則石英坩堝較遠離加熱器，使得 G_0 增加，進而溫度帶寬度 D_1 減小。在等徑生長階段的後期，根據上述線性方程 $D_x = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_2$ ， $b = b_2$ ，計算得到 D_2 ，根據 D_2 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.09 \leq m_2 \leq -0.05$ ， $7 \leq b_2 \leq 8.5$ ，即根據線性方程 $D_x = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_2$ ， $b = b_2$ ，計算得到 D_2 的理論值，然後通過調節導流筒距固液界面的高度，使得 D_2 的實際值等於 D_2 的理論值。可以理解為，通過調節導流筒距固液界面的高度 H 實現對固液界面處溫度梯度 G_0 的調節，進而實現對 D_2 的調整。根據實際生產情形，導流筒距固液界面的高度 H 增大是通過坩堝軸旋轉使得石

英坭坭下降，則石英坭坭較靠近加熱器，使得 G_0 減小，進而溫度帶寬度 D_2 增大；同理導流筒距固液界面的高度 H 減小是通過坭坭軸旋轉使得石英坭坭上升，則石英坭坭較遠離加熱器，使得 G_0 增加，進而溫度帶寬度 D_2 減小。同時在等徑生長階段的中期，中期的溫度帶寬度 D_3 處於初期的溫度帶寬度 D_1 和後期的溫度帶寬度 D_2 之間。在從初期經過中期到後期的過程中，從初期轉換為中期的時刻，此時中期的溫度帶寬度 D_3 與初期的溫度帶寬度 D_1 相等，從中期轉換為後期的時刻，此時中期的溫度帶寬度 D_3 與後期的溫度帶寬度 D_2 相等，在中期的期間內溫度帶寬度 D_3 在 D_1 與 D_2 之間變化。總之，依據各個時期的線性方程，通過調節導流筒距固液界面的高度，及時地調整第一溫度帶寬度，使其最終接近理論值，有效地控制晶棒的溫度分佈。

【0038】具體的，在第一溫度帶的 1685K~1665K 溫度帶內，如圖 5 為等徑生長階段初期和中期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0998G_0 + 9.0432$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9923$ ；如圖 6 為在等徑生長階段後期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0879G_0 + 8.5236$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9963$ ，圖中以固液界面處溫度梯度 G_0 為橫坐標，以溫度帶寬度 D_x 為縱坐標，繪製曲線。

【0039】具體的，在第一溫度帶的 1665K~1645K 溫度帶內，如圖 7 為在等徑生長階段的初期和中期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0971G_0 + 9.0516$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.989$ ；如圖 8 為在等徑生長階段的後期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0688G_0 + 7.7369$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9977$ ，圖中以固液界面處溫度梯度 G_0 為橫坐標，以溫度帶寬度 D_x 為縱坐標。

【0040】具體的，在第一溫度帶的 1645K~1625K 溫度帶內，如圖 9 為在等徑生長階段的初期和中期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0909G_0 + 8.872$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9763$ ；如圖 10 為在等徑生長階段的後期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0705G_0 + 7.8889$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9906$ ，圖中以固液界面處溫度梯度 G_0 為橫坐標，以溫度帶寬度 D_x 為縱坐標。

【0041】具體的，在第一溫度帶的 1625K~1605K 溫度帶內，如圖 11 為在等徑生長階段的初期和中期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.093G_0 + 9.0792$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9562$ ；如圖 12 為在等徑生長階段的後期的溫度帶寬度曲線，該溫度帶寬度的線性方程為 $D_x = -0.0582G_0 + 7.3744$ ，方程的擬合度 $R^2 = 0.9979$ ，圖中以固液界面處溫度梯度 G_0 為橫坐標，以溫度帶寬度 D_x 為縱坐標。

【0042】總之，第一溫度帶內各個小溫度帶寬度的線性方程的擬合度都大於 0.95 以上，說明擬合後的線性方程與實際情況非常符合。因此根據第一溫度帶的線性方程有指導性去調節導流筒距離固液界面的高度，可精確地調節第一溫度帶寬度，控制晶棒的熱歷史並抑制點缺陷長大，控制缺陷的尺寸，提高生長完美晶體的良率。

【0043】根據本公開的再一個實施例，第二溫度帶包括 1605K~1555K、1555K~1505K、1505K~1455K、1455K~1405K、1405K~1355K 溫度帶，上述第二溫度帶包括多個小溫度帶，且各個小溫度帶寬度差異小於 1.5mm，且生長過程中同一溫度帶寬度變化小於 1.0mm。並且在等徑生長階段第二溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_y = m \cdot G_0 + b$ 調整溫度帶寬度，其中 G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， D_y 為溫度帶寬度，單位為 mm。可以的理解是依照上述線性方程來調整第二溫度帶寬度，使得在等徑生長

階段的同一時期，第二溫度帶內各個小溫度帶寬度間的差異小於 1.5 mm，也就是說各個小溫度寬度幾乎相同，同時在等徑生長階段的各個時期，每個小溫度帶寬度差異變化小於 1.0 mm，也就是說每個小溫度帶寬度變化量小，可精確地控制晶棒上第一溫度帶寬度的位置。

【0044】具體的，在等徑生長階段的初期，根據線性方程 $D_y = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_3$ ， $b = b_3$ ，計算得到 D_4 ，根據 D_4 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.27 \leq m_3 \leq -0.24$ ， $23.5 \leq b_3 \leq 25.5$ ，即根據線性方程 $D = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_3$ ， $b = b_3$ ，計算得到 D_4 的理論值，然後通過調節水冷套距晶棒外壁的距離，使得 D_4 的實際值等於 D_4 的理論值。可以的理解是若 D_4 的實際值小於理論值，降低水冷套中冷卻水流量或增大水冷套與晶棒外壁的距離，則溫度帶寬度 D_4 增大，較靠近理論值；在等徑生長階段的後期，根據線性方程 $D = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_4$ ， $b = b_4$ ，計算得到 D_5 ，根據 D_5 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.1 \leq m_4 \leq -0.06$ ， $16.5 \leq b_4 \leq 17.5$ ，即根據線性方程 $D = m \cdot G_0 + b$ 中 $m = m_4$ ， $b = b_4$ ，計算得到 D_5 的理論值，然後通過調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，使得 D_5 的實際值等於 D_5 的理論值。可以的理解是若 D_5 的實際值大於理論值，增大水冷套中冷卻水流量或減小水冷套與晶棒外壁的距離，則溫度帶寬度 D_5 變小，較靠近理論值；在等徑生長階段的中期，中期的溫度帶寬度 D_6 處於初期的溫度帶寬度 D_4 和後期的溫度帶寬度 D_5 之間。可以的理解是在從初期經過中期到後期的過程中，從初期轉換為中期的時刻，此時中期的溫度帶寬度 D_6 與初期的溫度帶寬度 D_4 相等，從中期轉換為後期的時刻，此時中期的溫度帶寬度 D_6 與後期的溫度帶寬度 D_5 相等，在中期的期間內溫度帶寬度 D_6 在 D_4 與 D_5 之間變化。

【0045】同理採用第二溫度寬度的模擬方法，可得到第二溫度帶內各個小溫度帶寬度的線性方程的擬合度都大於 0.95 以上，在此不再贅述。因此根據第二溫度帶的線性方程有指導性去調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，可精確地調節第二溫度帶寬度，控制晶棒的熱歷史及缺陷的尺寸，提高生長完美晶體的良率。

【0046】根據本公開的又一個實施例，在等徑生長階段第三溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_z = n * L + c$ 調整溫度帶寬度， D_z 為溫度帶寬度，單位為 mm， L 為晶棒長度，單位為 mm。具體的，在等徑生長階段的初期，根據線性方程 $D = n * L + c$ 中 $n = n_1$ ， $c = c_1$ ，計算得到 D_7 ，根據 D_7 調節水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.035 \leq n_1 \leq -0.015$ ， $35 \leq c_1 \leq 45$ ，即根據線性方程 $D = n * L + c$ 中 $n = n_1$ ， $c = c_1$ ，計算得到 D_7 的理論值，然後通過調節水冷套內冷卻水流量，使得 D_7 的實際值等於 D_7 的理論值。可以的理解是若 D_7 的實際值大於理論值，則增大水冷套中冷卻水流量，則溫度帶寬度 D_7 增大，較靠近理論值；在等徑生長階段的中期和後期，控制溫度帶寬度保持不變且中期的溫度帶寬度 D_8 等於初期的溫度帶寬度 D_7 。可以的理解是在等徑生長階段，從初期到中期的時刻，溫度帶寬度 D_8 等於此刻初期的溫度帶寬度 D_7 ，在中期及後期的階段，溫度帶寬度 D_8 一直保持不變。

【0047】同理採用第三溫度寬度的模擬方法，可得到第三溫度帶的線性方程的擬合度也大於 0.95 以上，在此不再贅述。因此根據第三溫度帶的線性方程有指導性去調節水冷套內冷卻水流量，可精確地調節第三溫度帶寬度，控制晶棒的熱歷史及缺陷的尺寸，提高生長完美晶體的良率。

【0048】總之，通過對晶棒溫度帶寬度的精確控制，有效地抑制了微缺陷的形核和尺寸，生長完美晶體的良率提高了 10%-20%。

【0049】進一步地，依據晶體生長理論，液相變為固相生長出晶體，則固液界面與熔液間存在邊界層，邊界層對界面具有輸送作用，邊界層溫度分佈決定長晶驅動力的大小和固液界面溫度梯度，具體參考圖 13。可以的理解是邊界層處於固液界面至第二參考面(第二參考面為固液界面上方 10mm 的界面)的區域內。Voronkov 理論指出長晶固液界面附近形成晶格間隙型點缺陷(I 型點缺陷)和空孔型點缺陷(V 型點缺陷)，點缺陷在邊界層進行對流擴散和再結合。而邊界層的熱場結構由長晶提拉速度和液口距決定，因此對不同的熱場條件，可同時調整長晶提拉速度和液口距來實現或優化熱場結構，以實現邊界層溫度梯度分佈達到製備完美晶體的要求。且目前大尺寸(如 450 mm 及以上)晶棒的生長出完美晶體比較困難，因為晶棒的尺寸比較大，根據 V/G 理論，僅僅對晶棒溫度梯度進行控制，很難控制晶棒的軸向溫度均勻化，造成長晶過程中完美晶體的良率比較低。對此，發明人發現晶棒附近區域內溫度分佈及固液界面附近的溫度梯度分佈對大尺寸晶棒的生長有直接影響。

【0050】為此，發明人提出了對在固液界面至第一參考面的區域內調整溫度梯度的同時調整固液界面至第二參考面(第二參考面為固液界面上方 10mm 的界面)的區域內的溫度梯度。

【0051】根據本發明的實施例，在等徑生長階段，根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 得到 G_H ，其中，A 和 B 為常數， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm，H 為相對於固液界面高度，取值為 -10~0mm， G_H 為距離固液界面高度 H 處邊界層的軸向溫度梯度，單位為 K/cm；

【0052】在固液界面至第二參考面的區域內調整溫度梯度至 G_H ，其中，第二參考面為固液界面下方 10mm 的界面。

【0053】由此，通過量化控制固液界面至第一參考面的區域內溫度梯度和固液界面至第二參考面的區域內溫度梯度，也就是精確控制了固液界面處從第一參考面到第二參考面區域內的溫度梯度，而固液界面上下方區域處的溫度梯度直接影響到點缺陷的形成濃度。

【0054】根據本發明的實施例，為了對固液界面至第一參考面區域和固液界面至第二參考面區域內溫度梯度進行精確控制，本申請分別對等徑生長階段的初期、中期和後期對應溫度梯度進行優化。

【0055】具體的，在等徑生長階段的初期，根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 中 $A = A_1$ ， $B = B_1$ 計算得到 G_{H1} ，同時根據方程 $G_h = k * h + G_0$ 中 $k = k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{h1} 和 G_{H1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中，上述 A_1 、 B_1 、 k_1 、 v_1 和 d_1 滿足： $0.03 \leq A_1 \leq 0.05$ ， $-0.3 \leq B_1 \leq -0.1$ ， $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{ mm}$ ，即根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 中 $A = A_1$ ， $B = B_1$ 計算得到 G_{H1} 的理論值，根據方程 $G_h = k * h + G_0$ 中 $k = k_1$ 計算得到 G_{h1} 的理論值，然後在上述 v_1 和 d_1 對應範圍內通過調整提拉速度 v_1 和液口距 d_1 ，使得 G_{H1} 的實際值等於 G_{H1} 的理論值， G_{h1} 的實際值等於 G_{h1} 的理論值。可以理解是當 G_{H1} 和 G_{h1} 的實際值分別小於理論值時，減小液口距 d_1 ，使得 G_0 增加，則 G_{H1} 和 G_{h1} 靠近理論值，同時在上述提拉速度 v_1 範圍內可降低提拉速度，使得晶體中形成點缺陷有一定時間充分擴散和再複合，則降低點缺陷的形成濃度；在等徑生長階段的中期，根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 中 $A = A_2$ ， $B = B_2$ 計算得到 G_{H2} ，同時根據方程 $G_h = k * h + G_0$ 中 $k = k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{h2} 和 G_{H2} 調節晶棒的提拉速度為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中，上述 A_2 、 B_2 、 k_2 、 v_2 和 d_2 滿足： $0.01 \leq A_2 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_2 \leq -0.1$ ， $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ，即根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 中 $A = A_2$ ， $B = B_2$ 計算得到 G_{H2} 的理論值，根據方程

$G_h = k \cdot h + G_0$ 中 $k = k_2$ 計算得到 G_{h2} 的理論值，然後在上述 v_2 和 d_2 對應範圍內通過調整提拉速度 v_2 和液口距 d_2 ，使得 G_{h2} 的實際值等於 G_{h2} 的理論值， G_{H2} 的實際值等於 G_{H2} 的理論值。可以的理解是當 G_{H2} 和 G_{h2} 的實際值分別大於理論值時，增大液口距 d_2 ，使得 G_0 減小，則 G_{H2} 和 G_{h2} 靠近理論值，同時在上述提拉速度範圍內可降低提拉速度 v_2 ，使得晶體中形成的點缺陷有一定時間充分擴散和再複合，則降低點缺陷的形成濃度；在等徑生長階段的後期，根據方程 $G_H = A \cdot H^2 + B \cdot H + G_0$ 中 $A = A_3$ ， $B = B_3$ 計算得到 G_{H3} ，同時根據方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 中 $k = k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{h3} 和 G_{H3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，上述 A_3 、 B_3 、 k_3 、 v_3 和 d_3 滿足： $0.01 \leq A_3 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_3 \leq -0.1$ ， $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ ，即根據方程 $G_H = A \cdot H^2 + B \cdot H + G_0$ 中 $A = A_3$ ， $B = B_3$ 計算得到 G_{H3} 的理論值，根據方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 中 $k = k_3$ 計算得到 G_{h3} 的理論值，然後在上述 v_3 和 d_3 對應範圍內通過調整提拉速度 v_3 和液口距 d_3 ，使得 G_{h3} 的實際值等於 G_{h3} 的理論值， G_{H3} 的實際值等於 G_{H3} 的理論值。可以的理解是當 G_{h3} 和 G_{H3} 的實際值分別小於理論值，減小液口距 d_3 ，使得 G_0 增加，則 G_{h3} 和 G_{H3} 靠近理論值，同時在上述提拉速度範圍內可降低提拉速度 v_3 ，使得晶體中形成點缺陷有一定時間充分擴散和再複合，則降低點缺陷的形成濃度。由此，通過量化控制固液界面至第一參考面的區域內溫度梯度和固液界面至第二參考面的區域內溫度梯度，使長晶過程形成的 I 型點缺陷和 V 型點缺陷在固液界面處充分擴散和再複合，減小點缺陷形成濃度，控制微缺陷的尺寸，增加完美晶體窗口寬度。另外，該方法特別適合大直徑晶棒的生長，也可提高大尺寸晶棒的完美晶體的良率。

【0056】進一步地，為了驗證上述方程的擬合性，對在固液界面至第二參考面區域的不同生長階段時期的固液界面附近軸向溫度梯度和相對於固液

界面高度進行繪圖，如圖 14 所示，在固液界面至第二參考面區域內，在等徑生長階段的初期（晶棒長度 400mm），以相對於固液界面高度 H 為橫坐標，以固液界面附近的軸向溫度梯度 G_H 為縱坐標繪製曲線，方程為 $G_H=0.039H^2-0.2006H+4.1184$ ，該方程的擬合度 $R^2=0.9915$ ；如圖 15 所示，在等徑生長階段的中期（晶棒長度 700mm），以相對於長晶界面高度 H 為橫坐標，以固液界面附近的軸向溫度梯度 G_H 為縱坐標繪製曲線，方程為 $G_H=0.0188H^2-0.0946H+3.1755$ ，該方程的擬合度 $R^2=0.9952$ ；如圖 16 和 17 所示，在等徑生長階段的後期（晶棒長度分別為 1000mm 和 1300mm），以相對於固液界面高度 H 為橫坐標，以固液界面附近的軸向溫度梯度 G_H 為縱坐標繪製曲線，晶棒長度為 1000mm 其方程為 $G_H=0.0136H^2+0.0076H+2.0733$ ，該方程的擬合度 $R^2=0.9995$ ，晶棒長度為 1300mm 其方程為 $G_H=0.0163H^2-0.0924H+2.4074$ ，該方程的擬合度 $R^2=0.9983$ 。總之，上述各個方程的擬合度都大於 0.99，說明擬合後的方程與實際情況非常符合，因此根據該方程對應去調節提拉速度和液口距，可精確地控制固液界面到第一參考平面區域和固液界面到第二參考平面區域內的軸向溫度梯度，有效地減少點缺陷濃度。

【0057】需要說明的是，若相對於固液界面高度 H 數值為負數，則指其位於固液界面下方且其距離固液界面高度為 $|H|$ 的位置；反之相對於固液界面高度 h 數值為正數，則指其位於固液界面上方且其距離固液界面高度為 h 的位置。

【0058】根據本發明的實施例，為了進一步提高晶體品質和完美晶體的良率，在固液界面至第二參考面區域內：在等徑生長階段的初期，控制邊界層的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 2~3K/cm，控制邊界層的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 3.5~5.5K/cm，控制邊界層的徑向溫度梯度

G_r 不大於 2K/cm；在等徑生長階段的中期，控制邊界層的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 4~6K/cm，控制邊界層的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 不大於 5.4K/cm，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 4K/cm；在等徑生長階段的後期，控制邊界層的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 2~3K/cm，控制邊界層的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 3.5~5.5K/cm，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2K/cm。則在固液界面至第二參考面區域內，等徑生長階段的各個不同時期，通過控制邊界層的中心位置和邊緣位置的軸向溫度梯度變化量及徑向溫度梯度，使得固液界面下方區域的溫度梯度分佈均勻，保證固液界面形狀近似於平面，可提高完美晶體的良率，其中，邊界層位於固液界面至第二參考面區域內。

【0059】根據本發明的實施例，本申請上述方法還包括在固液界面至其上方的區域內，根據方程 $T_L = g * L^3 + f * L^2 + q * L + T_0$ 計算得到 T_L ， g 、 f 和 q 為常數， T_0 為三相點處的平均溫度，單位為 K， L 為相對於固液界面高度，取值為 0~300mm， T_L 為距離固液界面距離 L 處晶棒附近區域溫度，單位為 K。由此，通過量化晶棒附近區域溫度分佈，優化晶棒附近的熱場分佈，抑制微缺陷的長大，提高製備完美晶體的良率，並且需要說明的是，本文中，「晶棒附近區域」為晶棒壁與水冷套內壁之間的中心區域。

【0060】具體的，根據方程 $T_L = g * L^3 + f * L^2 + q * L + T_0$ 中 $g = g_1$ ， $f = f_1$ 和 $q = q_1$ 計算得到 T_{L1} ，根據 T_{L1} 調節晶棒附近氣體流量（氣體流量範圍為 90~120sL/pm），其中， g_1 取值為 $-8e^{-0.5} \sim -7e^{-0.5}$ ， f_1 取值為 0.0411~0.0477， q_1 取值為 -10.309~-9.6535，即根據方程 $T_L = g * L^3 + f * L^2 + q * L + T_0$ 中 $g = g_1$ ， $f = f_1$ 和 $q = q_1$ 計算得到 T_{L1} 的理論值，然後通過調節晶棒附近的氣體流量，使得 T_{L1} 的實際值等於 T_{L1} 的理論值。可以理解為當 T_{L1} 的實際值大於理論值時，

增大晶棒附近的氣體流量，使得 T_{L1} 靠近理論值；反之，當 T_{L1} 的實際值小於理論值時，減小晶棒附近的氣體流量，使得 T_{L1} 靠近理論值。

【0061】進一步地，為了驗證上述方程的擬合性，在固液界面至第二參考面區域內的不同長晶階段的晶棒附近區域溫度和相對於固液界面高度進行繪圖，如圖 18 所示，在等徑生長階段的初期（晶棒長度 400mm），以相對於長晶固液界面高度 L 為橫坐標，以晶棒附近區域溫度 T_L 為縱坐標繪製曲線，方程為 $T_L = -7e^{-0.5}L^3 + 0.0433L^2 - 9.9252L + 1532.4$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9943$ ；如圖 19 所示，在等徑生長階段的中期（晶棒長度 700mm），以相對於固液界面高度 L 為橫坐標，以晶棒附近區域溫度 T_L 為縱坐標繪製曲線，方程為 $T_L = -8e^{-0.5}L^3 + 0.0477L^2 - 10.309L + 1542.4$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.994$ ；如圖 20 和 21 所示，在等徑生長階段後期（晶棒長度分別為 1000mm 和 1300mm），以相對於固液界面高度 L 為橫坐標，以晶棒附近區域溫度 T_L 為縱坐標繪製曲線，晶棒長度為 1000mm 對應方程為 $T_L = -7e^{-0.5}L^3 + 0.0411L^2 - 9.6535L + 1558$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9977$ ，晶棒長度為 1300mm 對應方程為 $T_L = -8e^{-0.5}L^3 + 0.0474L^2 - 10.266L + 1555.2$ ，該方程的擬合度 $R^2 = 0.9937$ 。同理，上述各個方程的擬合度都大於 0.99，說明擬合後的方程與實際情況非常符合，因此根據該方程對應去調節晶棒附近的氣體流量，可以精確控制晶棒附近區域溫度分佈，進而影響到晶棒的溫度帶分佈，進一步抑制微缺陷的尺寸，提高製備完美晶體的良率。

【0062】總之，通過對固液界面上下方區域的溫度梯度的精確控制及調節晶棒附近的溫度分佈，有效地降低了點缺陷的形成濃度，也進一步抑制了微缺陷的尺寸，生長完美晶體的良率提高了 10%-20%。

【0063】在本公開的再一個方面，本公開提出了一種矽晶體。根據本公開的實施例，上述矽晶體採用上述的方法製備得到。由此，該矽晶體具有較高的品質。可以的理解是該矽晶體中屬完美晶體的窗口比例大。

【0064】下面參考具體實施例，對本公開進行描述，需要說明的是，這些實施例僅僅是描述性的，而不以任何方式限制本公開。

【0065】實施例 1

【0066】在等徑生長階段，按照如下方式調整固液界面至參考面的區域內溫度梯度至 G_h 及晶棒的溫度帶寬度，其中 G_0 取值為 35~55K/cm：

在等徑生長階段的初期，根據線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{h1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中， $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{ mm}$ ，同時控制晶棒的中心位置軸向方向溫度梯度 ΔG_c 為 0.2~1K/cm，控制晶棒的邊緣位置軸向方向溫度梯度 ΔG_e 為 5~10K/cm，控制晶棒的徑向溫度梯度 G_r 不大於 6K/cm，另外在等徑生長階段第一溫度帶 1685K 至 1605K 範圍內，根據線性方程 $D_x=m*G_0+b$ 中 $m=m_1$ ， $b=b_1$ ，計算得到 D_1 ，根據 D_1 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.1 \leq m_1 \leq -0.09$ ， $9 \leq b_1 \leq 9.1$ ；在等徑生長階段第二溫度帶 1605K 至 1355K 範圍內，根據線性方程 $D_y=m*G_0+b$ 調整中 $m=m_3$ ， $b=b_3$ ，計算得到 D_4 ，根據 D_4 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.27 \leq m_3 \leq -0.24$ ， $23.5 \leq b_3 \leq 25.5$ ，在等徑生長階段第三溫度帶 1355K 至 955K 範圍內，根據線性方程 $D_z=n*L+c$ 調整溫度帶寬度，其中取 $n=n_1$ ， $c=c_1$ ，計算得到 D_7 ，根據 D_7 調節水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.035 \leq n_1 \leq -0.015$ ， $35 \leq c_1 \leq 45$ ；

【0067】在等徑生長階段的中期，根據線性方程 $G_h=k*h+G_0$ 中 $k=k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{h2} 調節晶棒的提拉速度為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中，

$-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ，同時控制晶棒的中心位置軸向方向溫度梯度 ΔG_c 為 $2 \sim 6 \text{ K/cm}$ ，控制晶棒的邊緣位置軸向方向溫度梯度 ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ，控制晶棒的徑向溫度梯度 G_r 不大於 10 K/cm ；同時，該中期第一溫度帶 1685 K 至 1605 K 範圍內，控制溫度帶寬度 D_3 處於初期的溫度帶寬度 D_1 和後期的溫度帶寬度 D_2 之間；控制第二溫度帶 1605 K 至 1355 K 的溫度帶寬度 D_6 處於初期的溫度帶寬度 D_4 和後期的溫度帶寬度 D_5 之間；控制第三溫度帶 1355 K 至 955 K 的溫度帶寬度 D_z 與等徑生長階段前期的第三溫度帶範圍內溫度帶寬度 D_7 保持不變。

【0068】在等徑生長階段的後期，根據線性方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 中 $k = k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{h3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，上述 k_3 、 v_3 和 d_3 滿足： $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ ，同時控制晶棒的中心位置軸向方向溫度梯度 ΔG_c 為 $0.2 \sim 1 \text{ K/cm}$ ，控制晶棒的邊緣位置軸向方向溫度梯度 ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ，控制晶棒的徑向溫度梯度 G_r 不大於 6 K/cm 。在第一溫度帶 1685 K 至 1605 K 範圍內，取 $m = m_2$ ， $b = b_2$ ，計算得到 D_2 ，根據 D_2 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.09 \leq m_2 \leq -0.05$ ， $7 \leq b_2 \leq 8.5$ ；並且在第二溫度帶 1605 K 至 1355 K 範圍內，取 $m = m_4$ ， $b = b_4$ ，計算得到 D_5 ，根據 D_5 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.1 \leq m_4 \leq -0.06$ ， $16.5 \leq b_4 \leq 17.5$ ；在第三溫度帶 1355 K 至 955 K 範圍內，控制溫度帶寬度 D_8 與等徑生長階段前期的第三溫度帶範圍內溫度帶寬度 D_7 保持不變。

【0069】上述實施例中涉及到調整工藝參數的部分，請參照前文詳細描述的方式來調節，此處不再贅述。

【0070】對比例 1

【0071】採用現有的生長裝置及製備方法，提拉出晶棒，即與實施例工藝相比不進行溫度梯度和溫度帶的控制。

【0072】針對實施例 1 和對比例 1，分別截取晶棒長度 180mm、340 mm、650 mm、950 mm、1200 mm 和 1350mm 處的晶圓片，分別採用銅飾法對其缺陷進行表徵，其缺陷表徵結果如表 1 所示，其中實施例和對比例中的晶棒為矽晶棒。參考圖 22，銅飾法表徵的具體操作包括：首先用自來水對試片進行清洗，再用表面活性劑清洗試片表面，以去除試片表面的表面顆粒，然後採用化學拋光對試片表面進行拋光和清潔，再在清潔後的試片表面塗布硝酸銅，待熱處理後在試片表面形成銅析出物，然後在對試片表面進行拋光和清潔，最後進行蝕刻顯影，由於銅沉澱會在微缺陷的周圍區域產生壓縮應力，這些應力會通過矽原子的釋出而得以緩解，釋出的矽原子會在銅周圍形成新的位錯，銅沉澱隨後會在這些位錯上形成。其中，試片為矽晶圓片。由於微缺陷周圍形成許多銅沉澱及位錯，形成較大的區域，因此在顯微鏡下可以觀察到晶圓片的微缺陷。該微缺陷圖中黑色部分為完美區，白色部分為缺陷區。

表 1 採用上述銅飾法對實施例 1 和對比例 1 所得晶棒各個位置處的晶圓片缺陷檢測結果

晶圓片位置（ mm）	實施例 1	對比例 1
180	I 型缺陷	V 型缺陷
340	完美晶體	I 型缺陷
650	完美晶體	I 型缺陷
950	完美晶體	I 型缺陷
1200	完美晶體	I 型缺陷

1350	I 型缺陷	V 型缺陷
------	-------	-------

【0073】從上述表 1 檢測結果可知，對比例 1 採用現有技術方法，其生長出的晶棒的缺陷開始為 V 型缺陷，中間為 I 型缺陷，最後為 V 型缺陷，整個晶棒沒有出現完美晶體。實施例 1 採用本申請的製備方法，其生長出的晶棒在長度 340 mm、650 mm、950 mm、1200 mm 處都存在完美晶體且窗口較大（從銅飾缺陷圖中可直接看出），根據 V/G 理論在提拉速度一定範圍內（ $0.4\leq v\leq 0.8\text{mm/min}$ ），晶棒長度 340 mm 到長度 1200 mm 範圍內都存在完美晶體。則採用本申請的製備方法確實提高了完美晶體的良率。

【0074】實施例 2

【0075】生長 450 mm 的晶棒，並在固液界面至第一參考面的區域和固液界面至第二參考面的區域內，參考下列方程調整溫度梯度 G_h 和 G_H ，其中 G_0 取值為 35~55K/cm：

【0076】等徑生長階段的初期，根據方程 $G_H=A\cdot H^2+B\cdot H+G_0$ 取 $A=A_1$ ， $B=B_1$ 計算得到 G_{H1} ，取 $k=k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{h1} 和 G_{H1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中， A_1 、 B_1 、 k_1 、 v_1 和 d_1 滿足： $0.03\leq A_1\leq 0.05$ ， $-0.3\leq B_1\leq -0.1$ ， $-0.12\leq k_1\leq -0.1$ ， $0.4\leq v_1\leq 0.8\text{mm/min}$ ， $50\leq d_1\leq 52\text{mm}$ ，同時在固液界面至第二參考面區域，控制邊界層的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 2~3K/cm，控制邊界層的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 3.5~5.5K/cm，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2K/cm；另外在固液界面至第一參考面的區域，控制該區域內的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 0.2~1K/cm，控制該區域內的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 5~10K/cm，控制該區域內的徑向溫度梯度 G_r 不大於 6K/cm；

【0077】等徑生長階段的中期，根據方程 $G_H=A\cdot H^2+B\cdot H+G_0$ 取 $A=A_2$ ， $B=B_2$ 計算得到 G_{H2} ，取 $k=k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{h2} 和 G_{H2} 調節晶棒的提拉速度

為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中， A_2 、 B_2 、 k_2 、 v_2 和 d_2 滿足： $0.01 \leq A_2 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_2 \leq -0.1$ ， $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ，同時在固液界面至第二參考面的區域，控制邊界層的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $4 \sim 6 \text{ K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 不大於 5.4 K/cm ，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 4 K/cm ；另外在固液界面至第一參考面的區域，控制該區域內的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $2 \sim 6 \text{ K/cm}$ ，控制該區域內的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ，控制該區域內的徑向溫度梯度 G_r 不大於 10 K/cm ；

【0078】等徑生長階段的後期，根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 取 $A = A_3$ ， $B = B_3$ 計算得到 G_{H3} ，取 $k = k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{h3} 和 G_{H3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中， A_3 、 B_3 、 k_3 、 v_3 和 d_3 滿足： $0.01 \leq A_3 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_3 \leq -0.1$ ， $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ ，同時在固液界面至第二參考面的區域，控制邊界層的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $2 \sim 3 \text{ K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 $3.5 \sim 5.5 \text{ K/cm}$ ，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2 K/cm ；另外在固液界面至第一參考面的區域，控制該區域內的中心位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $0.2 \sim 1 \text{ K/cm}$ ，控制該區域內的邊緣位置軸向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 $5 \sim 10 \text{ K/cm}$ ，控制該區域內的徑向溫度梯度 G_r 不大於 6 K/cm 。

【0079】並且在固液界面至其上方的區域內，根據方程 $T_L = m * L^3 + n * L^2 + q * L + T_0$ 中 $m = m_1$ ， $n = n_1$ 和 $q = q_1$ 計算得到 T_{L1} ，根據 T_{L1} 調節晶棒附近氣體流量，其中， m_1 取值為 $-8e^{-0.5} \sim -7e^{-0.5}$ ， n_1 取值為 $0.0411 \sim 0.0477$ ， q_1 取值為 $-10.309 \sim -9.6535$ 。

【0080】對比例 2

【0081】採用現有的生長裝置及製備方法，提拉出 450 mm 的晶棒，即與實施例 2 工藝相比不進行固液界面附近的溫度梯度及晶棒附近溫度的控制。

【0082】針對實施例 2 和對比例 2，分別截取晶棒長度 100mm、400 mm、700 mm、1000 mm、1300 mm 處的晶圓片，分別採用銅飾法對其缺陷進行表徵，其缺陷表徵結果如表 2 所示，其中，實施例和對比例中的晶棒為矽晶棒。

表 2 採用上述銅飾法對實施例 2 和對比例 2 所得晶棒各個位置處的晶圓片缺陷檢測結果

晶圓片位置（ mm）	實施例 2	對比例 2
100	I 型缺陷	V 型缺陷
400	完美晶體	I 型缺陷
700	完美晶體	I 型缺陷
1000	完美晶體	I 型缺陷
1300	完美晶體	V 型缺陷

【0083】從上述表 2 檢測結果可知，對比例 2 採用現有技術方法，其生長出的晶棒的缺陷開始為 V 型缺陷，中間為 I 型缺陷、最後為 V 型缺陷，整個晶棒沒有出現完美晶體。實施例 2 採用本申請的製備方法，其生長出的晶棒在長度 400 mm、700 mm、1000 mm、1300 mm 處都存在完美晶體且窗口較大（從銅飾缺陷圖中可直接看出），根據 V/G 理論在提拉速度一定範圍內（ $0.4\leq v\leq 0.8\text{mm/min}$ ），晶棒長度 400 mm 到長度 1300 mm 範圍內都存在完美晶體。則採用本申請的製備方法確實提高了完美晶體的良率。

【0084】在本說明書的描述中，參考術語「一個實施例」、「一些實施例」、「示例」、「具體示例」、或「一些示例」等的描述意指結合該實施例或示例描述的具體特徵、結構、材料或者特點包含於本公開的至少一個實施例或示例中。在本說明書中，對上述術語的示意性表述不必須針對的是相同的實施例或示例。而且，描述的具體特徵、結構、材料或者特點可以在任一個或多個實施例或示例中以合適的方式結合。此外，在不相互矛盾的情況下，本發明所屬技術領域具有通常知識者可以將本說明書中描述的不同實施例或示例以及不同實施例或示例的特徵進行結合和組合。

【0085】上面結合附圖對本申請的實施例進行了描述，但是本申請並不局限於上述的具體實施方式，上述的具體實施方式僅僅是示意性的，而不是限制性的，本發明所屬技術領域具有通常知識者在本申請的啟示下，在不脫離本申請宗旨和請求項所保護的範圍情況下，還可做出很多形式，均屬本申請的保護之內。

【符號說明】

【0086】 無

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種單晶體的製備方法，包括：

在等徑生長階段，根據線性方程 $G_h = k \cdot h + G_0$ 得到 G_h ，其中， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 35~55K/cm， h 為相對於固液界面高度，取值為 0~10mm， k 為常數， G_h 為距離固液界面高度 h 處晶棒軸向溫度梯度，單位為 K/cm；

在固液界面至第一參考面的區域內調整溫度梯度至 G_h ，其中，所述第一參考面為固液界面上方 10mm 的界面；

其中在等徑生長階段的初期，取 $k = k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{h1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中，所述 k_1 、所述 v_1 和所述 d_1 滿足： $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{ mm}$ ；

在等徑生長階段的中期，取 $k = k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{h2} 調節晶棒的提拉速度為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中，所述 k_2 、所述 v_2 和所述 d_2 滿足： $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ；

在等徑生長階段的後期，取 $k = k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{h3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，所述 k_3 、所述 v_3 和所述 d_3 滿足： $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ 。

【請求項2】如請求項1所述的方法，所述等徑生長階段的初期，控制 ΔG_c 為 0.2~1K/cm， ΔG_e 為 5~10K/cm， G_r 不大於 6K/cm；

所述等徑生長階段的中期，控制 ΔG_c 為 2~6K/cm， ΔG_e 為 5~10K/cm， G_r 不大於 10K/cm；

所述等徑生長階段的後期，控制 ΔG_c 為 0.2~1K/cm， ΔG_e 為 5~10K/cm， G_r 不大於 6K/cm；

其中，晶棒中心位置的軸向溫度梯度變化量為 ΔG_c ，晶棒邊緣位置的軸向溫度梯度變化量為 ΔG_e ，晶棒的徑向溫度梯度為 G_r 。

【請求項3】如請求項1所述的方法，所述方法還包括調節晶棒上溫度帶的寬度，所述溫度帶包括第一溫度帶、第二溫度帶和第三溫度帶，所述第一溫度帶的範圍為1685K至1605K，所述第二溫度帶的範圍為1605K至1355K，所述第三溫度帶的範圍為1355K至955K；

其中在等徑生長階段，所述第一溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_x=m*G_0+b$ 調整溫度帶寬度，其中 G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為35~55K/cm， D_x 為溫度帶寬度，單位為mm；

在等徑生長階段的初期，取 $m=m_1$ ， $b=b_1$ ，計算得到 D_1 ，根據 D_1 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.1 \leq m_1 \leq -0.09$ ， $9 \leq b_1 \leq 9.1$ ；

在等徑生長階段的後期，取 $m=m_2$ ， $b=b_2$ ，計算得到 D_2 ，根據 D_2 調節導流筒距固液界面的高度，其中 $-0.09 \leq m_2 \leq -0.05$ ， $7 \leq b_2 \leq 8.5$ ；

在等徑生長階段的中期，所述中期的溫度帶寬度 D_3 處於所述初期的溫度帶寬度 D_1 和所述後期的溫度帶寬度 D_2 之間。

【請求項4】如請求項3所述的方法，在等徑生長階段，所述第二溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_y=m*G_0+b$ 調整溫度帶寬度，其中 G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為35~55K/cm， D_y 為溫度帶寬度，單位為mm；

其中在等徑生長階段的初期，取 $m=m_3$ ， $b=b_3$ ，計算得到 D_4 ，根據 D_4 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.27 \leq m_3 \leq -0.24$ ， $23.5 \leq b_3 \leq 25.5$ ；

在等徑生長階段的後期，取 $m=m_4$ ， $b=b_4$ ，計算得到 D_5 ，根據 D_5 調節水冷套距晶棒外壁的距離或水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.1 \leq m_4 \leq -0.06$ ， $16.5 \leq b_4 \leq 17.5$ ；

在等徑生長階段的中期，所述中期的溫度帶寬度 D_6 處於所述初期的溫度帶寬度 D_4 和所述後期的溫度帶寬度 D_5 之間。

【請求項5】如請求項3所述的方法，在等徑生長階段，所述第三溫度帶範圍內，根據線性方程 $D_z = n * L + c$ 調整溫度帶寬度， D_z 為溫度帶寬度，單位為 mm， L 為晶棒長度，單位為 mm；

在等徑生長階段的初期，取 $n = n_1$ ， $c = c_1$ ，計算得到 D_7 ，根據 D_7 調節水冷套內冷卻水流量，其中 $-0.035 \leq n_1 \leq -0.015$ ， $35 \leq c_1 \leq 45$ ；

在等徑生長階段的中期和後期，控制溫度帶寬度保持不變，且所述中期的溫度帶寬度 D_8 等於所述初期的溫度帶寬度 D_7 。

【請求項6】如請求項1所述的方法，在等徑生長階段，根據方程 $G_H = A * H^2 + B * H + G_0$ 得到 G_H ，其中， A 和 B 為常數， G_0 為固液界面處溫度梯度，取值為 $35 \sim 55 \text{ K/cm}$ ， H 為相對於固液界面高度，取值為 $-10 \sim 0 \text{ mm}$ ， G_H 為距離固液界面高度 H 處邊界層的軸向溫度梯度，單位為 K/cm ；

在固液界面至第二參考面的區域內調整溫度梯度至 G_H ，所述第二參考面為固液界面下方 10 mm 的界面；

其中所述等徑生長階段的初期，取 $A = A_1$ ， $B = B_1$ 計算得到 G_{H1} ，取 $k = k_1$ 計算得到 G_{h1} ，根據 G_{H1} 和 G_{h1} 調節晶棒的提拉速度為 v_1 、液口距為 d_1 ，其中，所述 A_1 、所述 B_1 、所述 k_1 、所述 v_1 和所述 d_1 滿足： $0.03 \leq A_1 \leq 0.05$ ， $-0.3 \leq B_1 \leq -0.1$ ， $-0.12 \leq k_1 \leq -0.1$ ， $0.4 \leq v_1 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $50 \leq d_1 \leq 52 \text{ mm}$ ；

所述等徑生長階段的中期，取 $A = A_2$ ， $B = B_2$ 計算得到 G_{H2} ，取 $k = k_2$ 計算得到 G_{h2} ，根據 G_{H2} 和 G_{h2} 調節晶棒的提拉速度為 v_2 、液口距為 d_2 ，其中，所述 A_2 、所述 B_2 、所述 k_2 、所述 v_2 和所述 d_2 滿足： $0.01 \leq A_2 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_2 \leq -0.1$ ， $-0.25 \leq k_2 \leq -0.23$ ， $0.4 \leq v_2 \leq 0.6 \text{ mm/min}$ ， $52 \leq d_2 \leq 53 \text{ mm}$ ；

所述等徑生長階段的後期，取 $A=A_3$ ， $B=B_3$ 計算得到 G_{H3} ，取 $k=k_3$ 計算得到 G_{h3} ，根據 G_{H3} 和 G_{h3} 調節晶棒的提拉速度為 v_3 、液口距為 d_3 ，其中，所述 A_3 、所述 B_3 、所述 k_3 、所述 v_3 和所述 d_3 滿足： $0.01 \leq A_3 \leq 0.03$ ， $-0.2 \leq B_3 \leq -0.1$ ， $-0.16 \leq k_3 \leq 0.14$ ， $0.6 \leq v_3 \leq 0.8 \text{ mm/min}$ ， $54 \leq d_3 \leq 55 \text{ mm}$ 。

【請求項7】如請求項6所述的方法，在固液界面至第二參考面的區域內：

所述等徑生長階段的初期，控制邊界層的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $2 \sim 3 \text{ K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 $3.5 \sim 5.5 \text{ K/cm}$ ；

所述等徑生長階段的中期，控制邊界層的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $4 \sim 6 \text{ K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 不大於 5.4 K/cm ；

所述等徑生長階段的後期，控制邊界層的中心位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_c 為 $2 \sim 3 \text{ K/cm}$ ，控制邊界層的邊緣位置軸向方向溫度梯度變化量 ΔG_e 為 $3.5 \sim 5.5 \text{ K/cm}$ ；

其中，所述邊界層位於固液界面至第二參考面區域內。

【請求項8】如請求項6或7任一項所述的方法，在固液界面至第二參考面的區域內：

所述等徑生長階段的初期，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2 K/cm ；

所述等徑生長階段的中期，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 4 K/cm ；

所述等徑生長階段的後期，控制邊界層的徑向溫度梯度 G_r 不大於 2 K/cm 。

【請求項9】如請求項1或6任一項所述的方法，根據方程

$T_L = g * L^3 + f * L^2 + q * L + T_0$ 計算得到 T_L ， g 、 f 和 q 為常數， T_0 為三相點處的平均溫度，

單位為K，L為相對於固液界面高度，取值為0~300mm， T_L 為距離固液界面距離L處晶棒附近區域溫度，單位為K，

其中，所述晶棒附近區域是晶棒壁與水冷套內壁之間的中心區域；

其中取 $g = g_i$ ， $f = f_i$ 和 $q = q_i$ 計算得到 T_{Li} ，根據 T_{Li} 調節晶棒附近氣體流量，其中， g_i 取值為 $-8e^{-0.5} \sim -7e^{-0.5}$ ， f_i 取值為 0.0411~0.0477， q_i 取值為 -10.309~-9.6535。

【發明圖式】

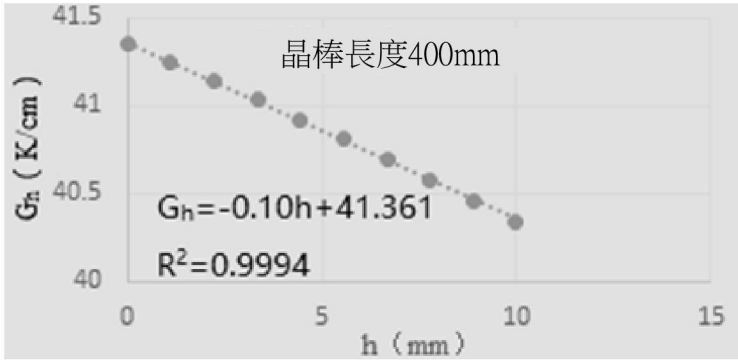


圖 1

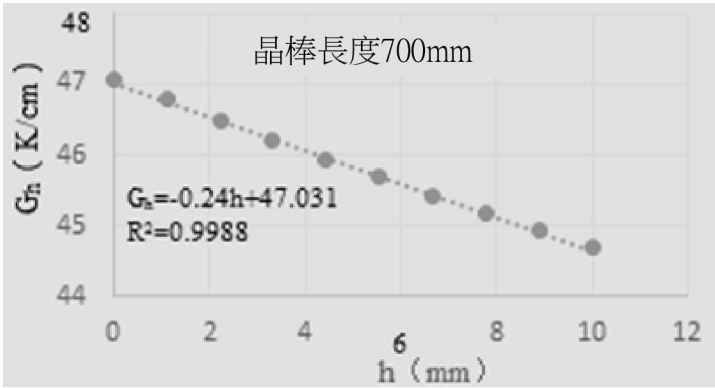


圖 2

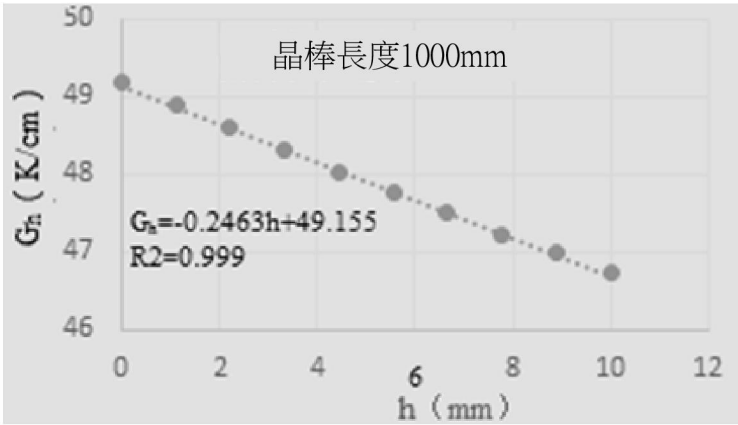


圖 3

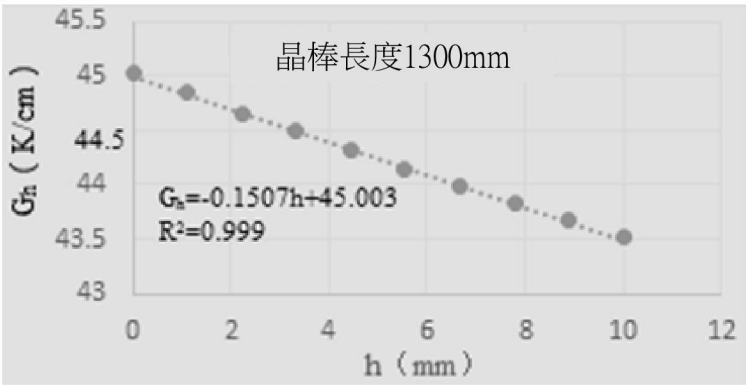


圖 4

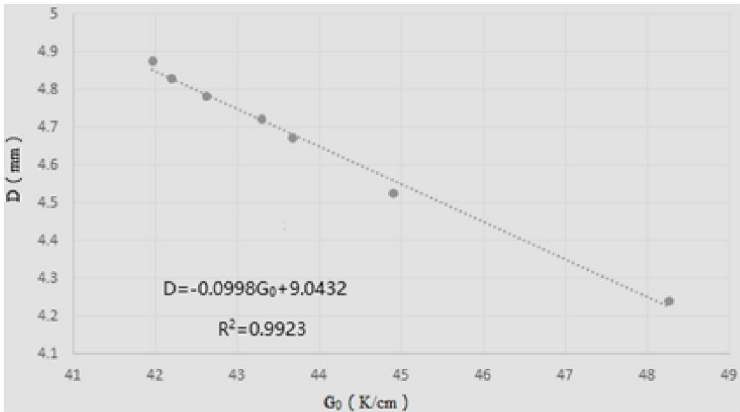


圖 5

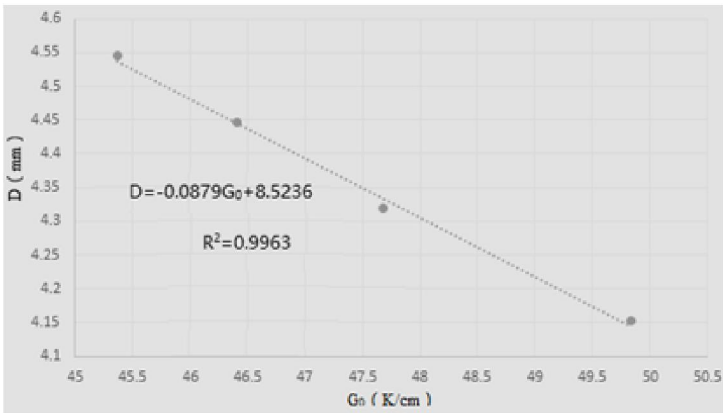


圖 6

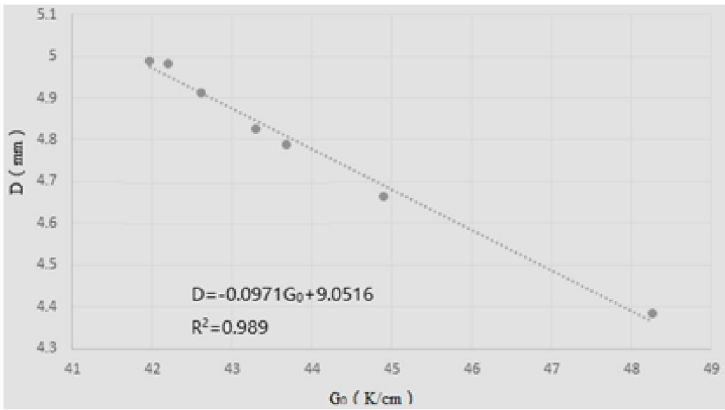


圖 7

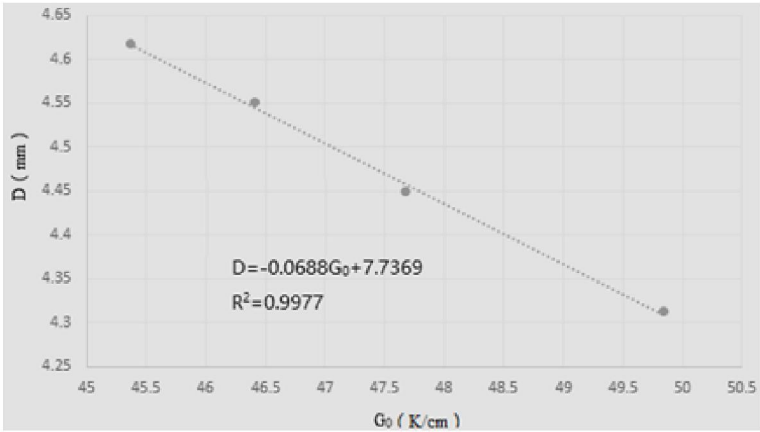


圖 8

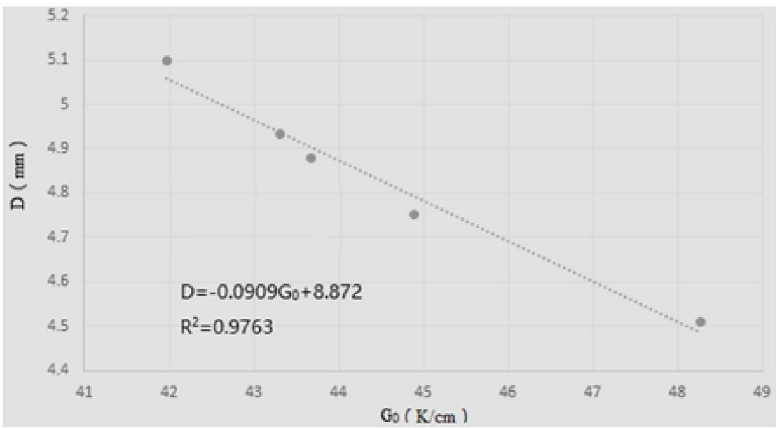


圖 9

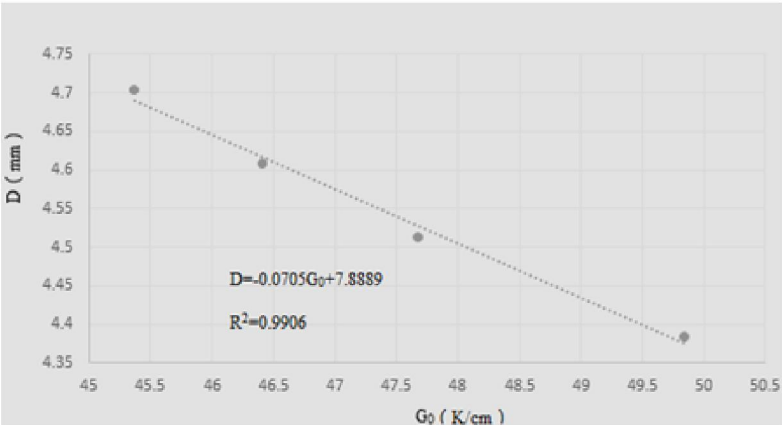


圖10

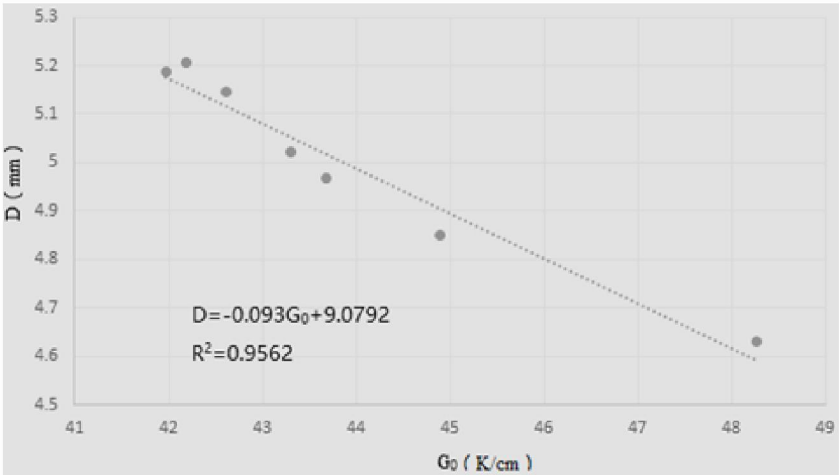


圖11

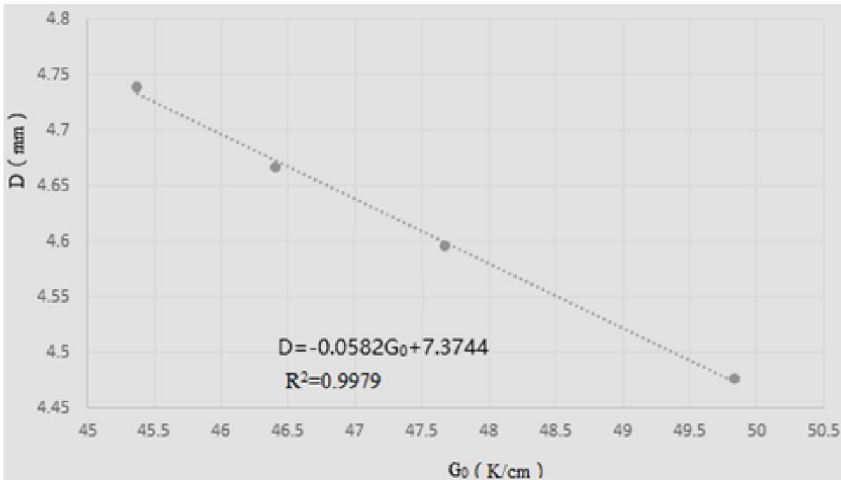


圖12

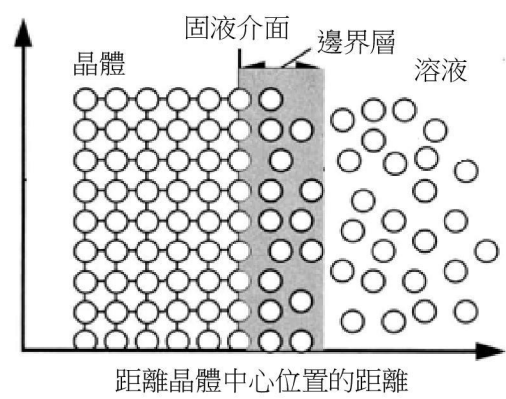


圖13

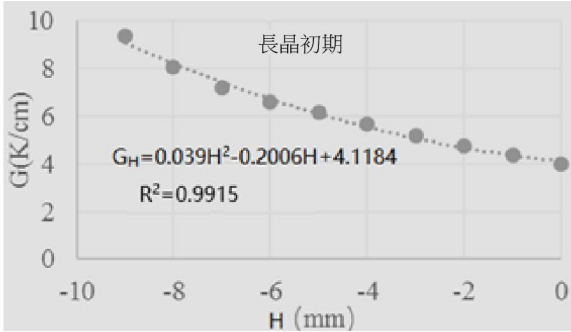


圖14

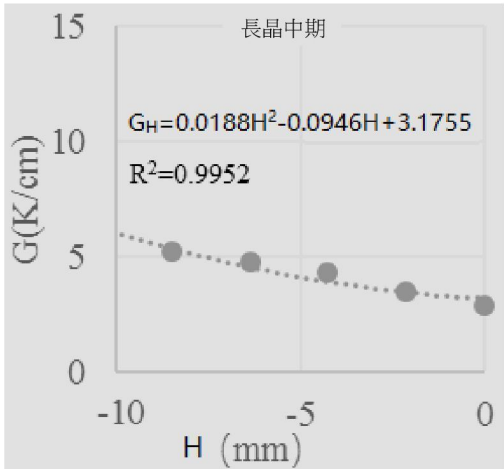


圖15

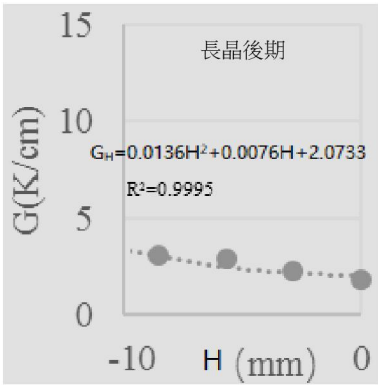


圖 16

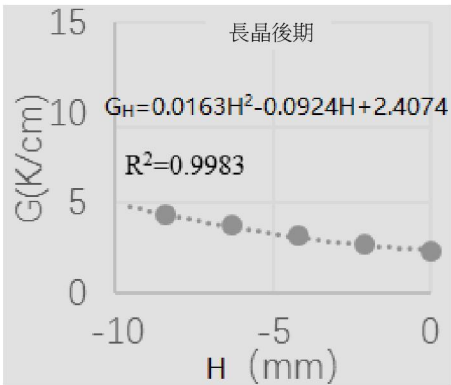


圖 17

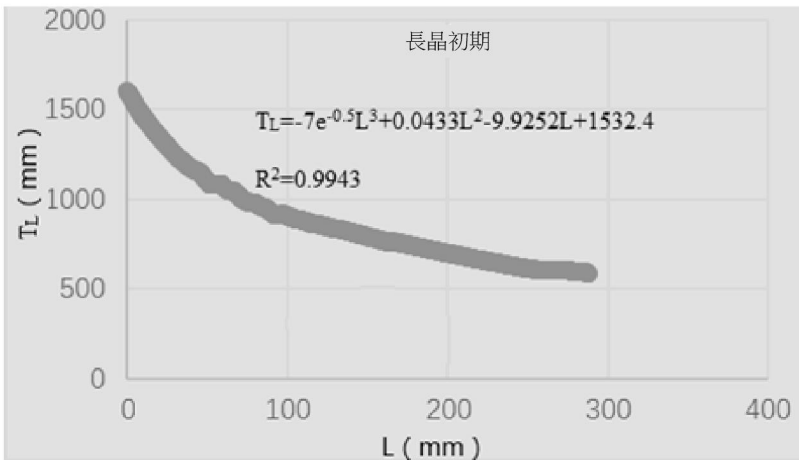


圖 18

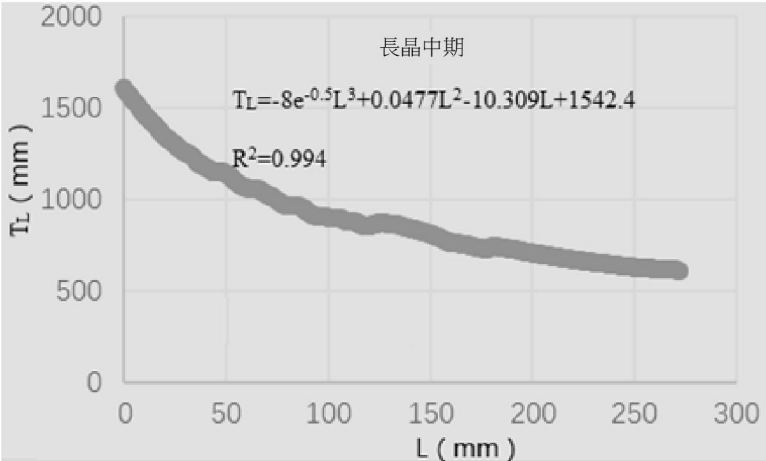


圖19

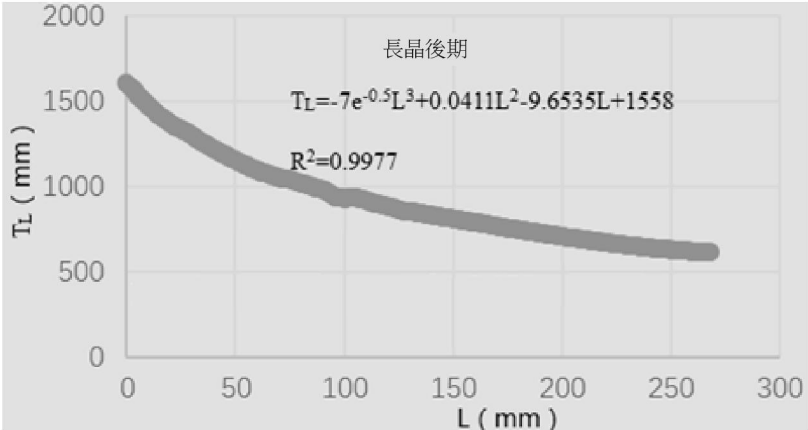


圖20

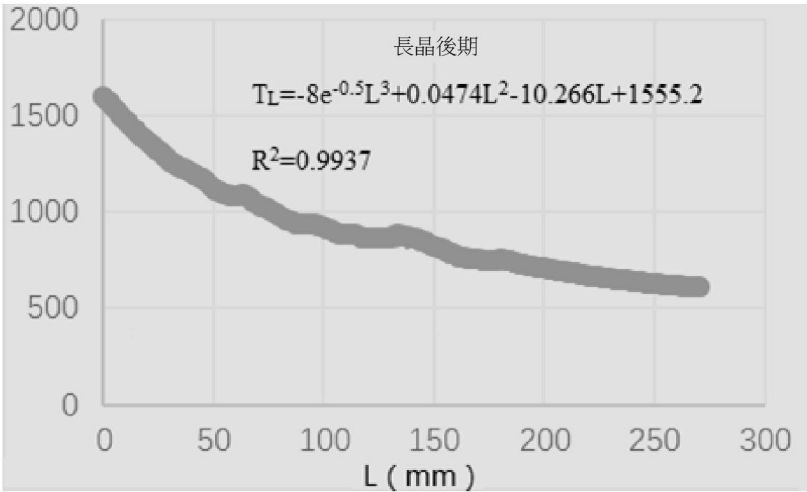


圖21

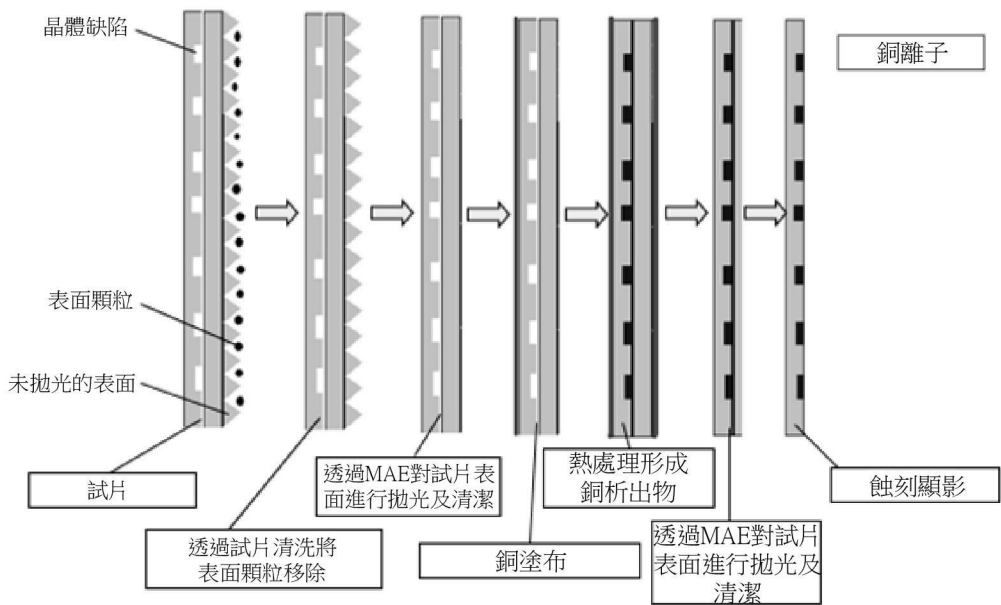


圖22