

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2024年8月22日 (22.08.2024)



(10) 国际公布号
WO 2024/169045 A1

(51) 国际专利分类号:
C30B 9/06 (2006.01) *C30B 29/36* (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2023/090284

(22) 国际申请日: 2023年4月24日 (24.04.2023)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
202310109001.9 2023年2月14日 (14.02.2023) CN

(71) 申请人: 中国科学院物理研究所 (INSTITUTE OF PHYSICS, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES) [CN/CN]; 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。

(72) 发明人: 陈小龙 (CHEN, Xiaolong); 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。李辉 (LI, Hui); 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。王国宾 (WANG, Guobin); 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。盛达 (SHENG, Da); 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。王文军 (WANG, Wenjun); 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。郭建刚 (GUO, Jiangan); 中国北京市海淀区中关村南三街8号, Beijing 100190 (CN)。

(74) 代理人: 北京泛华伟业知识产权代理有限公司 (PANAWELL & PARTNERS, LLC); 中国北京市朝阳区朝阳门外大街16号中国人寿大厦10层1002-1005, Beijing 100020 (CN)。

(54) Title: METHOD FOR PREPARING 3C-SiC SINGLE CRYSTAL

(54) 发明名称: 用于制备3C-SiC单晶的方法

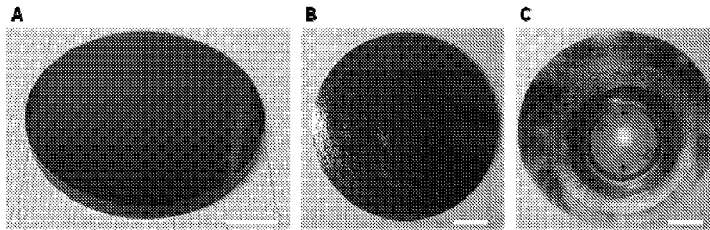


图 1

(57) Abstract: The present invention provides a method for preparing a 3C-SiC single crystal. The method comprises the following steps: (1) fixing a SiC seed crystal to a graphite seed crystal tray, and then fixing the graphite seed crystal tray to a graphite lift rod; (2) placing a fluxing agent containing Si and Al in a graphite crucible; (3) then, loading the graphite crucible and the graphite lift rod into a growth furnace; (4) vacuumizing the growth furnace, and then introducing a gas to control the air pressure in the growth furnace and the crystal form of 3C-SiC; (5) heating the graphite crucible until the fluxing agent is completely melted to form a melt and the growth temperature of SiC is reached; and (6) pushing down the graphite lift rod to bring the SiC seed crystal in contact with the melt, and further growing the 3C-SiC single crystal, wherein the fluxing agent further comprises a 3d-group transition metal with a melting point lower than the growth temperature of SiC. The method of the present invention can grow uniformly doped n-type, p-type and semi-insulating 3C-SiC single crystals which have high quality, a large size (such as 2-6 inches), low defects and a single crystal form.

(57) 摘要: 本发明提供了一种用于制备3C-SiC单晶的方法, 其包括以下步骤: (1)将SiC籽晶固定至石墨籽晶托, 然后将所述石墨籽晶托固定至石墨提拉杆; (2)将含Si和Al的助熔剂置于石墨坩埚中; (3)然后, 将所述石墨坩埚和石墨提拉杆装载到生长炉中; (4)对所述生长炉抽真空, 然后通入气体以控制生长炉内的气压和3C-SiC的晶型; (5)加热所述石墨坩埚至助熔剂完全熔化以形成熔体, 并达到SiC的生长温度; (6)下推所述石墨提拉杆使得所述SiC籽晶与熔体接触, 进而生长3C-SiC单晶; 其中, 所述助熔剂还包含熔点低于SiC生长温度的3d族过渡金属。本发明的方法能够生长出高质量、大尺寸(如2-6英寸)、低缺陷、单一晶型、掺杂均匀的n型、p型和半绝缘的3C-SiC单晶。

WO 2024/169045 A1

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

用于制备 3C-SiC 单晶的方法

技术领域

5 本发明属于半导体材料技术领域。具体地，本发明涉及用于制备 3C-SiC 单晶的方法。

背景技术

碳化硅 (SiC) 是一种具有优异性能的宽禁带化合物半导体，其击穿场
10 强和饱和电子漂移速率分别为 Si 的 10 倍和 Si 的 2 倍，热导率分别是 GaAs
的 10 倍和 Si 的 3 倍。这些优异的性能赋予了 SiC 在高温、高压、高频、高
温器件独特的应用优势。这些 SiC 器件在电动汽车、轨道交通、高压输变电、
光伏、5G 通讯等领域具有极大的应用潜力。

目前，应用广泛的主要为 4H-SiC。4H-SiC 是目前商业化结势垒肖特基
15 二极管 (JBS) 和金属氧化物半导体场效应晶体管 (MOSFETs) 器件中常用
的晶型。

由于 Si-C 双原子层采用不同堆垛方式形成的 SiC 晶体的结合能差异较
小，因此，在 SiC 中可形成不同的晶型。目前在 SiC 中发现的晶型有 200 多
种，常见的主要为立方、六方、和菱方结构的 SiC。与 4H-SiC 相比，立方
20 3C-SiC 禁带宽度更小 (2.40 eV)，各向同性电子迁移率更高 ($1000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ S}^{-1}$)，在 $\text{SiO}_2/3\text{C-SiC}$ 界面处缺陷态密度更低，是制备高频、高温、大功率、
高压器件以及其它薄膜材料潜在的理想衬底。例如，3C-SiC 可以作为生长
GaN 外延层的衬底材料，用于制造 SiC 基 GaN 微波射频器件。

3C-SiC 不稳定，当温度高于 $1900 \text{ }^\circ\text{C}$ ，3C-SiC 会转变为六方 SiC，此相
25 变温度低于物理气相传输 (PVT) 法生长 SiC 的最优温度 ($2000\text{-}2300 \text{ }^\circ\text{C}$)。
因此，采用目前最成熟的 PVT 法生长大尺寸、高质量的 3C-SiC 单晶衬底难
度很大，导致目前市场上几乎没有高质量、大尺寸的 3C-SiC 单晶衬底出售。
采用化学气相沉积 (CVD) 通常在 Si 单晶衬底上外延生长 SiC，但是由于
Si 与 3C-SiC 具有将近 20% 的晶格失配率，和大的热膨胀系数差，生长的
30 3C-SiC 单晶中具有高密度的缺陷，如反相晶界、堆垛层错等，而且采用 CVD
方法生长的 3C-SiC 的厚度一般只有几百微米。这严重阻碍了 3C-SiC 基器件
的研究进展。因此，亟需发展可生长高质量、大尺寸 3C-SiC 单晶的生长技
术。

相比 PVT 法，液相法尤其是顶部籽晶溶液法 (TSSG) 具有低的生长温
35 度 ($1700\text{-}1900 \text{ }^\circ\text{C}$)、可在近热力学平衡状态下实现 SiC 单晶的生长等优势，

有望生长出大尺寸、高质量的 3C-SiC 单晶衬底。文献 (Journal of Crystal Growth 318 (2011) 389-393; Journal of Crystal Growth 310 (2008) 1438-1442) 采用 TSSG 法, 以 Si 为助熔剂, 生长了 $18 \times 18 \text{ mm}^2$ 的 3C-SiC, 但是此方法只有在 0 度偏角的 6H-SiC 籽晶上才能获得 3C-SiC 单晶, 而且生长的晶体中
5 存在 6H-SiC 单晶, 基本上生长获得的为多晶颗粒, 没有得到单晶的晶锭和晶片。因此, 目前急需一种可生长高质量、大尺寸 3C-SiC 单晶的方法。

发明内容

本发明的目的在于提供一种用于生长 3C-SiC 单晶的方法, 该方法能够
10 生长高质量、大尺寸 (如 2-6 英寸) 的 3C-SiC 单晶, 并且可以生长半绝缘的 3C-SiC 单晶、*n* 型导电型的 3C-SiC 单晶或 *p* 型导电型的 3C-SiC 单晶。

本发明的上述目的是通过如下技术方案实现的。

本发明提供一种用于制备 3C-SiC 单晶的方法, 其包括以下步骤:

- 15 (1) 将 SiC 籽晶固定至石墨籽晶托, 然后将所述石墨籽晶托固定至石墨提拉杆;
- (2) 将含 Si 和 Al 的助熔剂置于石墨坩埚中;
- (3) 然后, 将所述石墨坩埚和石墨提拉杆装载到生长炉中;
- (4) 对所述生长炉抽真空, 然后通入气体以控制生长炉内的气压和 3C-SiC 的晶型;
- 20 (5) 加热所述石墨坩埚至助熔剂完全熔化以形成熔体, 并达到 SiC 的生长温度;
- (6) 下推所述石墨提拉杆使得所述 SiC 籽晶与熔体接触, 进而生长 3C-SiC 单晶;

其中, 所述助熔剂还包含熔点低于 SiC 生长温度的 3*d* 族过渡金属, 用
25 来调控助熔剂的性能如 C 的溶解度、表面张力等。

本申请的发明人出乎意料地发现, 当本发明的助熔剂中同时含有 Si 和 Al, 以及熔点低于 SiC 生长温度的 3*d* 族过渡金属, 并且混合气体中包含氮气或氧气时, 可以制备出各种类型的 3C-SiC 单晶, 如半绝缘的 3C-SiC 单晶、*n* 型导电型的 3C-SiC 单晶或 *p* 型导电型的 3C-SiC 单晶。

30 不希望受理论束缚, 在本发明中, 3*d* 族过渡金属可以起到调控助熔剂的性能如 C 的溶解度、表面张力等的作用。

优选地, 在本发明所述的方法中, 所述 3*d* 族过渡金属选自 Fe、Co、Ni、Ti 中的一种或几种。

35 优选地, 在本发明所述的方法中, 所述助熔剂中 Si、Al 与 3*d* 族过渡金属的原子摩尔比为 (30-70):(0.01-20):(30-70)。

在本发明的实施方案中，助熔剂中 Si、Al 与 3d 族过渡金属的原子摩尔比最好在上述优选的范围内，因为如果 Al 的含量过高，会导致 Al 大量掺杂到 SiC 单晶中，还存在 Al 挥发和 SiC 晶体开裂问题；Al 的含量过低，会导致助熔剂粘度增加。同样，如果 3d 族过渡金属含量过高，会导致 Si 含量的降低；如果 3d 族过渡金属含量太低，会导致助熔剂中 C 溶解度太低，不利于 SiC 单晶生长速度的提升。

优选地，在本发明所述的方法中，所述助熔剂还包含熔点低于 SiC 生长温度的稀土金属。不希望受理论束缚，在本发明中，稀土金属可以起到，调控助熔剂的性能如 C 的溶解度、表面张力等作用。

10 优选地，在本发明所述的方法中，所述稀土金属选自 La、Pr 和 Ce 中的一种或几种。

优选地，在本发明所述的方法中，所述助熔剂中 Si、Al、3d 族过渡金属与稀土金属的原子摩尔比为(30-70):(0.01-20):(30-70):(0.1-20)。

在本发明的实施方案中，助熔剂中 Si、Al、3d 族过渡金属与稀土金属摩尔比最好在上述优选的范围内，因为如果稀土金属的含量过高或过低，会导致助熔剂和石墨和 SiC 籽晶固-液界面能的改变，影响 SiC 单晶的生长。

15 优选地，在本发明所述的方法中，所述助熔剂还包含熔点低于 SiC 生长温度的除 Al 之外的 IIIA 金属和/或 IVA 金属。不希望受理论束缚，在本发明中，除 Al 之外的 IIIA 金属可以起到调控助熔剂性能如粘度、表面张力、C 溶解度的作用。

20 优选地，在本发明所述的方法中，所述除 Al 之外的 IIIA 和/或 IVA 金属选自 Ga、In、Ge、Sn 中的一种或几种。

优选地，在本发明所述的方法中，所述助熔剂中 Si、Al、3d 族过渡金属、稀土金属与除 Al 之外的 IIIA 金属的原子摩尔比为
25 (30-70):(0.01-20):(30-70):(0.1-20):(0.1-20)。

在本发明的实施方案中，助熔剂中 Si、Al、3d 族过渡金属、稀土金属与除 Al 之外的 IIIA 金属的摩尔比最好在上述优选的范围内，因为如果除 Al 之外的 IIIA 金属的含量过高，会导致助熔剂的严重挥发；除 Al 之外的 IIIA 金属的含量过低，会导致助熔剂粘度增加。

30 优选地，在本发明所述的方法中，所述步骤(4)中的对所述生长炉抽真空是将生长炉抽真空至小于 10^{-2} Pa。

优选地，在本发明所述的方法中，所述由氮气与选自氦气(He)、氩气(Ar)、氢气(H₂)中的一种或多种混合而成，或者由氧气与选自氦气(He)、氩气(Ar)中的一种或多种混合而成。

35 优选地，在本发明所述的方法中，所述气体中氮气或氧气的体积占

0.1%~50%。

优选地，在本发明所述的方法中，所述步骤（4）中的控制生长炉内的气压是在将生长炉内的气压控制为 0.2-2.0 atm 的条件下进行的。

5 优选地，在本发明所述的方法中，所述 SiC 籽晶为 0°、4°或 8°偏角的 2~6 英寸的 SiC 晶片。

优选地，在本发明所述的方法中，所述 SiC 籽晶为半绝缘的 SiC 单晶衬底、*n* 型导电型的 SiC 单晶衬底或 *p* 型导电型的 SiC 单晶衬底。

10 优选地，在本发明所述的方法中，所述石墨坩埚的内径比 SiC 籽晶的直径大 5 mm 以上；所述石墨坩埚的厚度大于等于 10 mm；所述石墨坩埚的内壁是致密的、多孔的、蜂窝的或者多沟槽的。

优选地，在本发明所述的方法中，所述步骤（6）中的生长 3C-SiC 单晶是在包括如下步骤的方法下进行的：

15 (i) 控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1700℃~1900℃，熔体由靠近 SiC 籽晶处的表面向石墨坩埚底部逐渐升温且温度梯度为 3~30℃/cm；

(ii) 对所述 SiC 籽晶和石墨坩埚进行周期性的加速和减速旋转，同时对 SiC 籽晶进行缓慢提拉。

20 优选地，在本发明所述的方法中，所述周期性的加速和减速旋转是在以下条件下进行的：所述石墨坩埚和 SiC 籽晶以相反方向进行周期性加速和减速旋转，旋转速度为±0~200 r/min，旋转加速度为±0~30 r/min²。

优选地，在本发明所述的方法中，所述提拉是在速率为 1~3000 μm/h 下进行的。

25 在本发明的具体实施方案中，助熔剂可以是金属颗粒，也可以是金属块的形式。此外，助熔剂中的各金属之间不形成熔点高于 SiC 单晶生长温度的化合物。

在本发明的具体实施方案中，所述石墨坩埚的内径比籽晶直径大 5 mm 以上，石墨坩埚的厚度不小于 10 mm，石墨坩埚内壁为致密、多孔、蜂窝、或多沟槽状，以增大熔体与石墨坩埚的接触面积、提高 C 在助熔剂熔体中的溶解速率和浓度，提高 SiC 的生长速率和质量。

30 在本发明的具体实施方案中，所述混合气体为氮气和氩气或氮气和氦气的混合气体，氮气的体积比为：0.1%~50%，充入混合气体直到高温生长炉中的压强达到 0.2-2.0 KPa。生长过程中，混合气体可以为流动的气氛，也可以为非流动气氛。

35 在本发明的具体实施方案中，石墨坩埚和石墨提拉杆以相反方向进行周期性加速和减速旋转，旋转速度为：±0~200 r/min，旋转加速度为：±0~30

r/min²。石墨提拉杆正反转时，石墨提拉杆的旋转速度为±0~200 r/min，正反转的时间皆可为 5~180 min。比如，石墨提拉杆正向旋转时旋转速度为 5~200 r/min，正向旋转时间为 5~180 min，然后将籽晶杆的正向旋转速度缓慢减速到 0 rpm，再反向加速到 5~200 r/min，加减和减速总时间为 1~60 min，石墨
5 提拉杆反向旋转时间也为 5~180 min，周期性旋转直至生长结束。

本发明具有以下有益效果：

本发明的生长温度为 1700-1900℃，其低于 3C-SiC 的相变温度。本发明的方法能够生长出高质量、大尺寸（如 2-6 英寸）、低缺陷、单一晶型、掺杂均匀的 3C-SiC 单晶，而且能够实现 *n* 型、*p* 型、半绝缘 3C-SiC 单晶的生长。
10 同时，本发明的方法还具有生长温度低、易扩径、生长成本低、适合大工业生产等优势。

附图的简要说明

以下，结合附图来详细说明本发明的实施方案，其中：

15 图 1 为实施例 1 生长的 2 英寸 3C-SiC 单晶和 1 mm 厚晶片的照片；图 1C 示出在强光下，晶片呈现为绿色；

图 2 为实施例 1 生长的 2 英寸 3C-SiC 单晶的霍尔测试结果；

图 3 为实施例 1 生长的 3C-SiC 单晶磨成粉末后测试的粉末 X 射线衍射图；

20 图 4 为实施例 3 生长的 3C-SiC 单晶的 Raman 图谱；

图 5 为实施例 4 生长的 3C-SiC 单晶的 (a) HRTEM 和 (b) SAED 图；

图 6 为实施例 6 生长的 3C-SiC 单晶的 (a) AFM 图和 (b) 台阶高度分布图；

图 7 为采用实施例 7 生长的 4 英寸 3C-SiC 单晶的照片；

25 图 8 为采用实施例 7 生长的 4 英寸 3C-SiC 单晶的缺陷照片；

图 9 为对比实施例 1 生长的 SiC 单晶的照片。

实施发明的最佳方式

下面结合具体实施方式对本发明进行进一步的详细描述，给出的实施
30 例仅为了阐明本发明，而不是为了限制本发明的范围。

实施例 1

将 0° 偏角的 2 英寸半绝缘型的 SiC 单晶籽晶衬底固定到厚度为 20 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 C 面为生

长面。将摩尔比为 60: 39.99: 0.01 的 Si: Ti: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并压实。石墨坩埚内径为 55 mm, 高度为 100 mm, 壁厚为 10 mm, 所用石墨坩埚的内壁为多孔状, 底部为平底状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中, 关闭高温生长炉的炉腔, 利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下, 并通入气体体积比为 70: 30 的氩气和氮气, 直至高温生长炉内的压强达到 0.2 atm。然后, 关闭气体阀门, 停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度, 使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1800°C 。下推石墨提拉杆, 使其与熔化的助熔剂接触, 开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中, 熔体的温度梯度为 $10^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 。固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 100 r/min 的速度进行正反向旋转, 旋转加速度为 $\pm 30 \text{ r}/\text{min}^2$, 开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min, 然后缓慢减速至 0 rpm, 再朝反方向加速至 100 r/min, 加减速时间总和为 10 min, 循环往复, 直至生长结束。石墨坩埚以 20 r/min 的速度进行正反向旋转, 旋转加速度为 $\pm 30 \text{ r}/\text{min}^2$, 开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 5 min, 然后缓慢减速至 0 rpm, 再朝反方向加速至 20 r/min, 加减速时间总和为 10 min, 循环往复, 直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 $60 \mu\text{m}/\text{h}$ 。生长 60 h 后, 以 $10 \text{ mm}/\text{h}$ 的速度向上提拉石墨提拉杆, 使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开, 停止加热。然后, 使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温, 待降到室温后, 打开高温生长炉的腔体, 取出生长的晶体。

图 1 为本实施例生长的 2 英寸 *n* 型 3C-SiC 单晶的照片。

图 2 为本实施例生长的 *n* 型 3C-SiC 单晶的霍尔测试结果。图 2 示出了生长的 *n* 型 3C-SiC 单晶的霍尔系数为 $-0.000898 \text{ m}^3/\text{C}$, 证明生长的 SiC 单晶的载流子类型为 *n* 型, 其载流子浓度为 $8.684 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, 晶体的电阻率为 $0.004761 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

图 3 为本实施例生长的 2 英寸的 *n* 型 3C-SiC 磨成粉末后测试的粉末 X 射线衍射图, 其证明生长得到的材料为 3C-SiC 单晶。

实施例 2

将 4° 偏角的 4 英寸 *n* 型 4H-SiC 籽晶单晶衬底固定到厚度为 40 mm 的石墨籽晶托上, 然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 C 面为生长面。将摩尔比为 70: 10: 20 的 Si: Fe: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实。石墨坩埚内径为 150 mm, 高度为 150 mm, 壁厚为 20

mm, 所用石墨坩埚的内壁为多沟槽状, 底部为中间凹两边凸的凹槽状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中, 关闭高温生长炉的炉腔。利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-4} Pa, 并通入流动的氩气和氮气, 气体体积比为 80: 20, 控制高温生长炉内的压强始终为 0.4 atm。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度, 使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1700°C 。下推石墨提拉杆, 使其与熔化的助熔剂接触, 开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中, 熔体的温度梯度为 $30^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 。固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 150 r/min 的速度进行正反向旋转, 旋转加速度为 ± 30 r/min², 开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min, 然后缓慢减速至 0 rpm, 再朝反方向加速至 150 r/min, 加减速时间总和为 10 min, 循环往复, 直至生长结束。石墨坩埚以 0 r/min 的速度进行正反向旋转, 旋转加速度为 ± 0 r/min², 直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 $100\ \mu\text{m}/\text{h}$ 。生长 80 h 后, 以 $10\ \text{mm}/\text{h}$ 的速度向上提拉粘有籽晶的石墨提拉杆, 使生长的晶体与助熔剂液面完全断开, 停止加热。然后, 使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温, 待降到室温后, 打开高温生长炉的腔体, 取出生长的晶体, 由于本实施例 SiC 单晶中具有 Al 和 N 的掺杂, 得到本发明所述的 4 英寸半绝缘的 3C-SiC 单晶。

实施例 3

将 8° 偏角的 6 英寸 *n* 型 4H-SiC 籽晶单晶衬底固定到厚度为 10 mm 的石墨籽晶托上, 然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 Si 面为生长面。将摩尔比为 30: 60: 5: 5 的 Si: Co: Y: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实。石墨坩埚内径为 200 mm, 高度为 150 mm, 壁厚为 20 mm, 所用石墨坩埚的内壁为致密的平面状, 底部为致密的平面状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中, 关闭高温生长炉的炉腔, 利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-5} Pa 以下, 并通入气体体积比为 95: 5 的氩气和氮气, 直至高温生长炉内的压强达到 0.2 atm。然后, 关闭气体阀门, 停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度, 使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C 。下推石墨提拉杆, 使其与熔化的助熔剂接触, 开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中, 熔体的温度梯度为 $10^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 。固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 20 r/min 的速度进行正反向旋转, 旋转加速度为 ± 5 r/min², 开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min, 然后缓慢减速至 0 rpm, 再朝反方向加速至 20 r/min, 加减速

速时间总和为 1 min，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 5 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 5 \text{ r/min}^2$ ，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 5 r/min，加减速时间总和为 1 min，循环往复，直至生长结束。。石墨提拉杆向上提拉的速率为 100 $\mu\text{m/h}$ 。生长 120 h 后，以 30 mm/h 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热。然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体。

图 4 为本实施例生长的 *p* 型 3C-SiC 单晶的 Raman 图。图 4 示出了生长获得的晶片均为 3C-SiC 单晶，不存在其他晶型。

实施例 4

将 0° 偏角的 2 英寸 *n* 型的 3C-SiC 单晶籽晶衬底固定到厚度为 20 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 Si 面为生长面。将摩尔比为 40: 30: 15: 14.9: 0.1 的 Si、Ni: Ce: Ga: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内径为 100 mm，高度为 150 mm，壁厚为 20 mm，所用石墨坩埚的内壁为蜂窝状，底部为平面状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 85: 15 的氮气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 0.2 atm。然后，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C。下推石墨提拉杆，使其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 10°C/cm。固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 200 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 30 \text{ r/min}^2$ ，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 20 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 200 r/min，加减速时间总和为 20 min，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 20 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 30 \text{ r/min}^2$ ，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 20 r/min，加减速时间总和为 10 min，循环往复，直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速率为 60 $\mu\text{m/h}$ 。生长 60 h 后，以 10 mm/h 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热。然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长

炉的腔体，取出生长的晶体。

图 5 为本实施例生长获得的 *n* 型 3C-SiC 单晶的 HRTEM 和 SAED 图。图 5 进一步确定了生长的 SiC 单晶为 3C-SiC 单晶。

5 实施例 5

将 0° 偏角的 2 英寸的 *p* 型 3CSiC 单晶片固定到厚度为 30 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 Si 面为生长面。将摩尔比为 40: 40: 10: 2: 8 的 Si、Ni: Ce: Ga: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内径为 100 mm，高度为 150 mm，壁厚为 10 mm，所用石墨坩埚的内壁为锯齿状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 95: 5 的氩气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 1 atm，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C。下推石墨提拉杆，使其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 10°C/cm。固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 150 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 ± 30 r/min²，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 60min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 150 r/min，加减速时间总和为 30 min，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 50 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 ± 30 r/min²，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 60 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 50 r/min，加减速时间总和为 30 min，循环往复，直至生长结束。。石墨提拉杆向上提拉的速度为 60 μ m/h。生长 60 h 后，以 10 mm/h 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热。然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体，本发明生长能获得 2 英寸的 *p* 型 3C-SiC 单晶晶体。

实施例 6

将 4° 偏角的 6 英寸的 *n*-SiC 单晶片固定到厚度为 40 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 Si 面为生长面。将摩尔比为 40: 40: 10: 10 的 Si、Ni: Ce: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内径为 200 mm，高度为 200 mm，壁厚为 30 mm，

所用石墨坩埚侧壁加工成锯齿状，将坩埚内底面加工成多孔状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 70: 30 的氩气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 0.8 atm，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C 。下推石墨提拉杆，使其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 $10^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ ，固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 200 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 12 \text{ r}/\text{min}^2$ ，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 180 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 200 r/min，加减速时间总和为 60 min，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 100 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 12 \text{ r}/\text{min}^2$ ，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 180 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 200 r/min，加减速时间总和为 60 min，循环往复，直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 $60 \mu\text{m}/\text{h}$ 。生长 80 h 后，以 $10 \text{ mm}/\text{h}$ 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热。然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体。

图 6 为本实施例生长的 *n* 型 3C-SiC 单晶的 (a) AFM 图和 (b) 台阶高度分布图。图 6 说明 3C-SiC 单晶按台阶流的方式进行生长，台阶流的高度在 15-35 nm 之间。

实施例 7

将 0° 偏角的 4 英寸的 *n* 型的 3C-SiC 单晶片固定到厚度为 10 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 C 面为生长面。将摩尔比为 50: 40: 9.99: 0.01 的 Si: Ti: Ce: Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内径为 150 mm，高度为 200 mm，壁厚为 10 mm，所用石墨坩埚侧壁加工成锯齿状，将坩埚内底面加工成多孔状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 80: 20 的氩气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 0.8 atm，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C 。下推石墨提拉杆，使

其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 $10^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ ，固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 $5\text{ r}/\text{min}$ 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 5\text{ r}/\text{min}^2$ ，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min ，然后缓慢减速至 0 rpm ，再朝反方向加速至 $5\text{ r}/\text{min}$ ，加减速时间总和为 1 min ，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 $5\text{ r}/\text{min}$ 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 5\text{ r}/\text{min}^2$ ，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 5 min ，然后缓慢减速至 0 rpm ，再朝反方向加速至 $5\text{ r}/\text{min}$ ，加减速时间总和为 1 min ，循环往复，直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 $150\text{ }\mu\text{m}/\text{h}$ 。生长 120 h 后，以 $20\text{ mm}/\text{h}$ 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热，然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体，得到本实施例所述的 4 英寸的 *n* 型 3C-SiC 单晶。图 7 为采用本实施例生长的 3C-SiC 单晶晶锭的照片。图 8 为采用本实施例生长的 3C-SiC 单晶的缺陷照片。可以看到，采用本发明生长的 3C-SiC 没有反相晶界缺陷，而且堆垛层错密度只有 $150/\text{cm}$ 。

实施例 8

将 0° 偏角的 6 英寸的半绝缘的 3C-SiC 单晶片固定到厚度为 30 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 Si 面为生长面。将摩尔比为 $50:40:9.9:0.1$ 的 Si、Ti、Ce、Al 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内径为 200 mm ，高度为 300 mm ，壁厚为 10 mm ，所用石墨坩埚侧壁加工成锯齿状，将坩埚内底面加工成多孔状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 $99.9:0.1$ 的氩气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 0.2 atm ，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1800°C 。下推石墨提拉杆，使其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 $5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ ，固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 $150\text{ r}/\text{min}$ 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 5\text{ r}/\text{min}^2$ ，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min ，然后缓慢减速至 0 rpm ，再朝反方向加速至 $5\text{ r}/\text{min}$ ，加减速时间总和为 1 min ，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 $30\text{ r}/\text{min}$ 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 $\pm 5\text{ r}/\text{min}^2$ ，开启石墨坩埚正反向旋转

后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 5 r/min，加减速时间总和为 10 min，循环往复，直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 150 $\mu\text{m}/\text{h}$ 。生长 84 h 后，以 20 mm/h 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热，然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体，得到本实施例所述的 6 英寸的半绝缘型 3C-SiC 单晶。

对比例 1

将 4° 偏角的 4 英寸的 *n*-SiC 单晶片固定到厚度为 10 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 C 面为生长面。将摩尔比为 50: 40: 10 的 Si、Ti: Ce 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内径为 150 mm，高度为 200 mm，壁厚为 10 mm，所用石墨坩埚侧壁加工成锯齿状，将坩埚内底面加工成多孔状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 80: 20 的氩气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 0.8 atm，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C。下推石墨提拉杆，使其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 10°C/cm，固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 5 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 ± 5 r/min²，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 5 r/min，加减速时间总和为 1 min，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 5 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 ± 5 r/min²，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 5 r/min，加减速时间总和为 1 min，循环往复，直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 150 $\mu\text{m}/\text{h}$ 。生长 120 h 后，以 20 mm/h 的速度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热，然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体，如图 9 所示，由于本对比例没有添加 Al，助熔剂粘度大，得到的晶体边界具有很多的沟槽。

对比例 2

将 0° 偏角的 4 英寸的半绝缘 SiC 单晶片固定到厚度为 10 mm 的石墨籽晶托上，然后将石墨籽晶托固定在石墨提拉杆上。采用 C 面为生长面。本实施例采用不含 Al 的 Si 和 Ce 为助熔剂，Si 和 Ce 的摩尔比为 90: 10。将 Si、Ce 单质颗粒混合均匀后放置于石墨坩埚中并且压实，石墨坩埚内
5 径为 150 mm，高度为 200 mm，壁厚为 10 mm，所用石墨坩埚侧壁加工成锯齿状，将坩埚内底面加工成多孔状。将石墨坩埚和石墨提拉杆装载到高温生长炉中，关闭高温生长炉的炉腔，利用机械泵和分子泵将炉腔的真空抽至 10^{-3} Pa 以下，并通入气体体积比为 80: 20 的氩气和氮气，直至高温生长炉内的压强达到 0.8 atm，关闭气体阀门，停止充气。加热石墨坩埚以
10 控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1900°C。下推石墨提拉杆，使其与熔化的助熔剂接触，开始生长 3C-SiC 单晶。生长过程中，熔体的温度梯度为 10°C/cm，固定有 SiC 籽晶的石墨提拉杆以 5 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 ± 5 r/min²，开启石墨提拉杆正反向旋转后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反
15 方向加速至 5 r/min，加减速时间总和为 1 min，循环往复，直至生长结束。石墨坩埚以 5 r/min 的速度进行正反向旋转，旋转加速度为 ± 5 r/min²，开启石墨坩埚正反向旋转后旋转时间为 5 min，然后缓慢减速至 0 rpm，再朝反方向加速至 5 r/min，加减速时间总和为 1 min，循环往复，直至生长结束。石墨提拉杆向上提拉的速度为 150 μ m/h。生长 120 h 后，以 20 mm/h 的速
20 度向上提拉石墨提拉杆，使生长的晶体与助熔剂熔体的液面完全断开，停止加热，然后，使生长的晶体和石墨坩埚缓慢降温，待降到室温后，打开高温生长炉的腔体，取出生长的晶体，本对比例中 Si 中 C 的溶解度低，在 SiC 籽晶上几乎没有看到生长到的晶体。

25 需要说明的是，以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制。虽然具体的工艺参数可以进行优化和调整，但是本发明的核心思想则是明确的。相关领域的技术人员应当理解，对本发明的技术方案进行修改或者等同替换，都不脱离本发明技术方案的精神和范围，其均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。

权 利 要 求

1. 一种用于制备 3C-SiC 单晶的方法，其包括以下步骤：

- 5 墨提拉杆；
- (1) 将 SiC 籽晶固定至石墨籽晶托，然后将所述石墨籽晶托固定至石墨坩埚中；
- (2) 将含 Si 和 Al 的助熔剂置于石墨坩埚中；
- (3) 然后，将所述石墨坩埚和石墨提拉杆装载到生长炉中；
- (4) 对所述生长炉抽真空，然后通入气体以控制生长炉内的气压和 3C-SiC 的晶型；
- 10 (5) 加热所述石墨坩埚至助熔剂完全熔化以形成熔体，并达到 SiC 的生长温度；
- (6) 下推所述石墨提拉杆使得所述 SiC 籽晶与熔体接触，进而生长 3C-SiC 单晶；

其中，所述助熔剂还包含熔点低于 SiC 生长温度的 3d 族过渡金属。

15 2. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述 3d 族过渡金属选自 Fe、Co、Ni、Ti 中的一种或几种。

3. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述助熔剂中 Si、Al 与 3d 族过渡金属的原子摩尔比为(30-70):(0.01-20):(30-70)。

4. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述助熔剂还包含熔点低于 SiC 20 生长温度的稀土金属。

5. 根据权利要求 4 所述的方法，其中，所述稀土金属选自 La、Pr 和 Ce 中的一种或几种；

优选地，所述助熔剂中 Si、Al、3d 族过渡金属与稀土金属的原子摩尔比为(30-70):(0.01-20):(30-70):(0.1-20)。

25 6. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述助熔剂还包含熔点低于 SiC 生长温度的除 Al 之外的 IIIA 和/或 IVA 金属。

7. 根据权利要求 6 所述的方法，其中，所述除 Al 之外的 IIIA 金属和/或 IVA 选自 Ga、In、Ge、Sn 中的一种或几种；

30 优选地，所述助熔剂中 Si、Al、3d 族过渡金属、稀土金属与除 Al 之外的 IIIA 和/或 IVA 金属的原子摩尔比为(30-70):(0.01-20):(30-70):(0.1-20):(0.1-20)。

8. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述步骤 (4) 中的对所述生长炉抽真空是将生长炉抽真空至小于 10^{-2} Pa；

优选地，所述气体由氮气与选自氦气、氩气、氢气中的一种或多种混合而成，或者由氧气与选自氦气、氩气中的一种或多种混合而成；优选地，所述气体中氮气或氧气的体积占 0.1%~50%；

5 优选地，所述步骤（4）中的控制生长炉内的气压是在将生长炉内的气压控制为 0.2-2.0 atm 的条件下进行的；

优选地，所述 SiC 籽晶为 0°、4°或 8°偏角的 2~6 英寸的 SiC 晶片；

优选地，所述 SiC 籽晶为半绝缘的 SiC 单晶衬底、*n* 型导电型的 SiC 单晶衬底或 *p* 型导电型的 SiC 单晶衬底；

10 优选地，所述石墨坩埚的内径比 SiC 籽晶的直径大 5 mm 以上；所述石墨坩埚的厚度大于等于 10 mm；所述石墨坩埚的内壁是致密的、多孔的、蜂窝的或者多沟槽的。

9. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述步骤（6）中的生长 3C-SiC 单晶是在包括如下步骤的方法下进行的：

15 (i) 控制 3C-SiC 单晶生长过程中的温度，使得单晶生长过程中 SiC 籽晶处温度为 1700℃~1900℃，熔体由靠近 SiC 籽晶处的表面向石墨坩埚底部逐渐升温且温度梯度为 3~30℃/cm；

(ii) 对所述 SiC 籽晶和石墨坩埚进行周期性的加速和减速旋转，同时对 SiC 籽晶进行缓慢提拉。

20 10. 根据权利要求 9 所述的方法，其中，所述周期性的加速和减速旋转是在以下条件下进行的：所述石墨坩埚和 SiC 籽晶以相反方向进行周期性加速和减速旋转，旋转速度为±0~200 r/min，旋转加速度为±0~30 r/min²；

优选地，所述提拉是在速率为 1~3000 μm/h 下进行的。

1/8

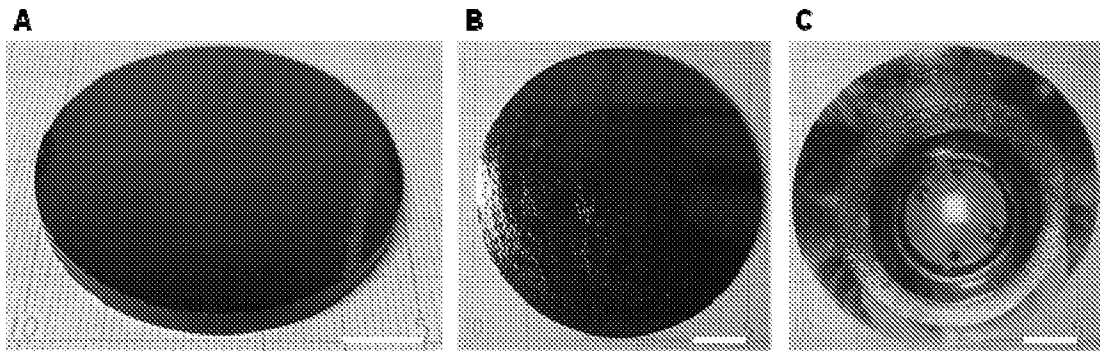


图 1

RESULTS SUMMARY

Rs: 0.05952 ohm/sq	RHs: -0.000898 m ² C	Ns: -6.947e+17 /cm ²
R : 0.004761 ohm-cm	Mob: 151 cm ² V ⁻¹ s	N : -6.684e+18 /cm ²

CONTACT CHECK

Pair	ohms
12	15
23	18
34	18
41	15
13	23
24	11

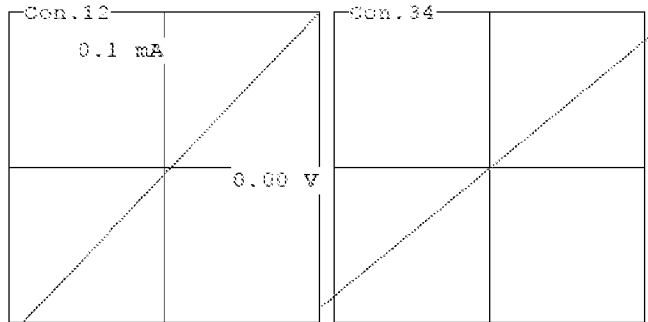


图 2

3/8

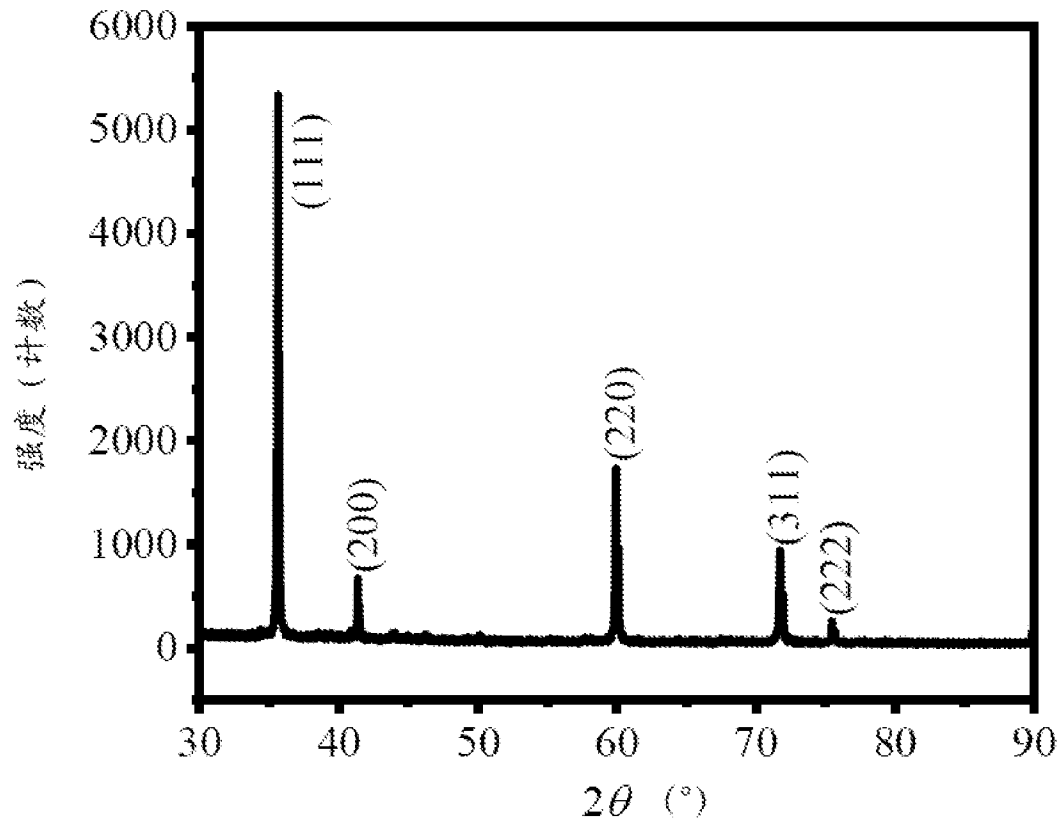


图 3

4/8

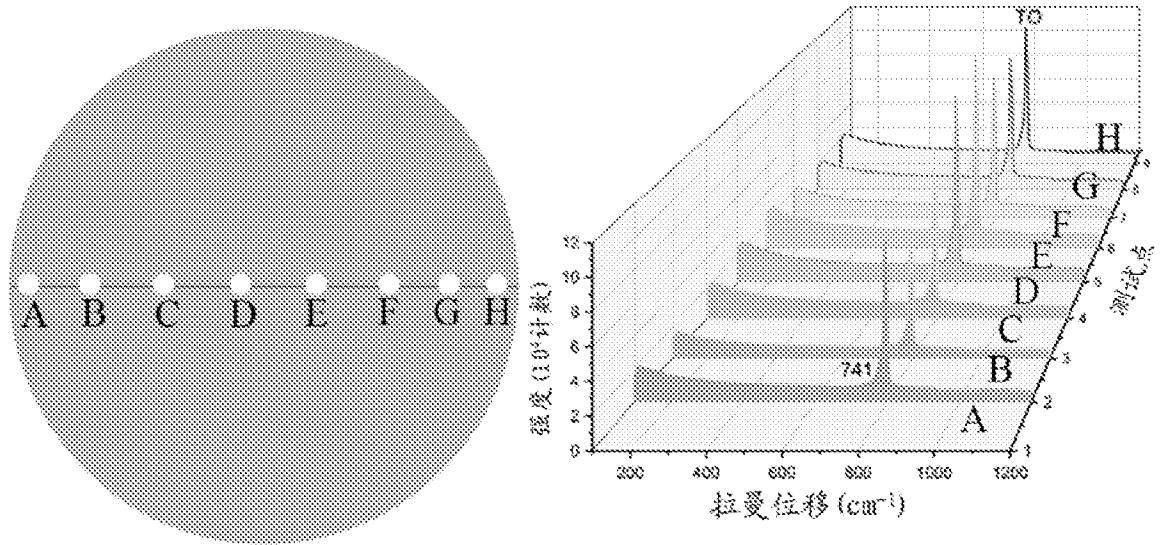


图 4

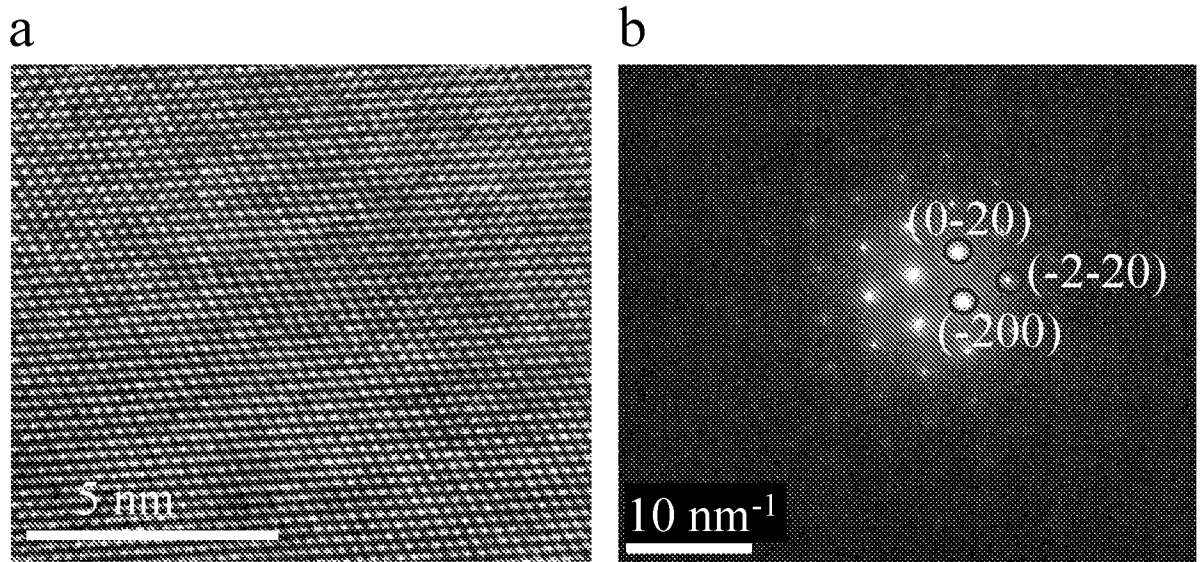


图 5

6/8

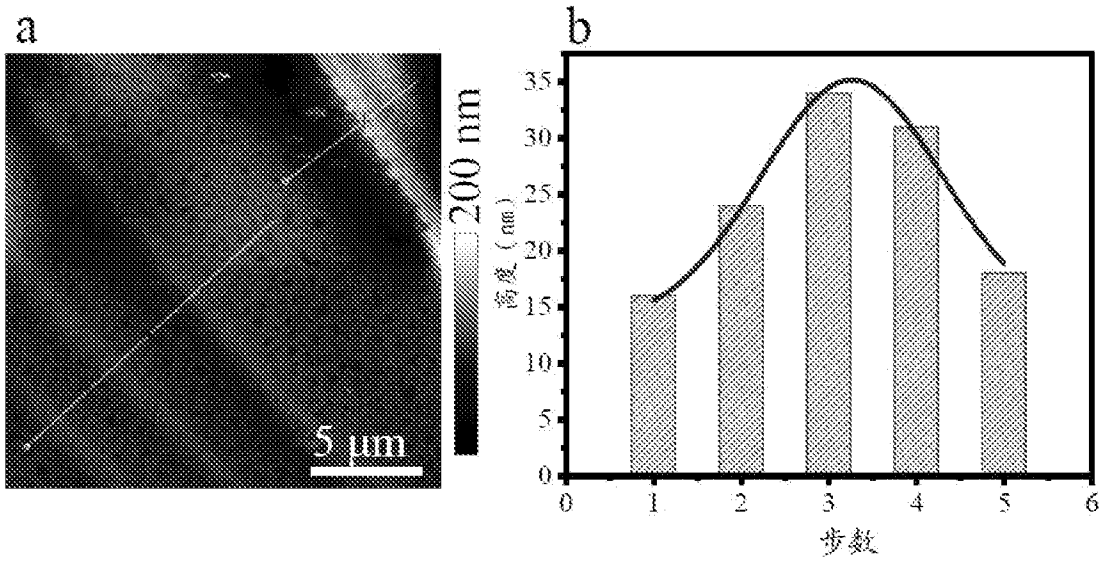


图 6

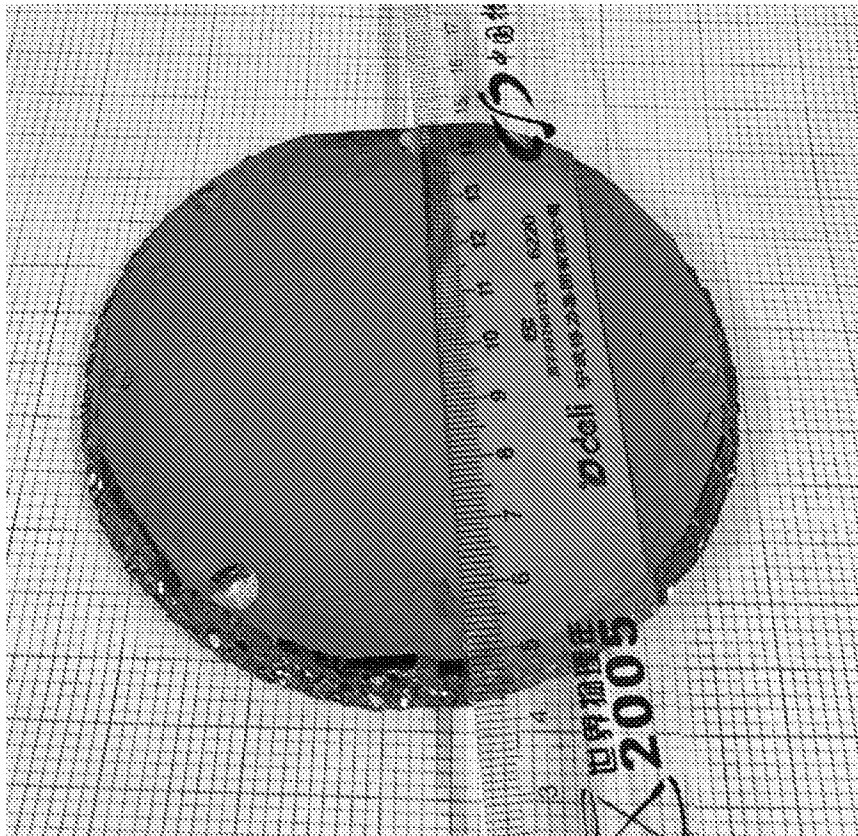


图 7

7/8

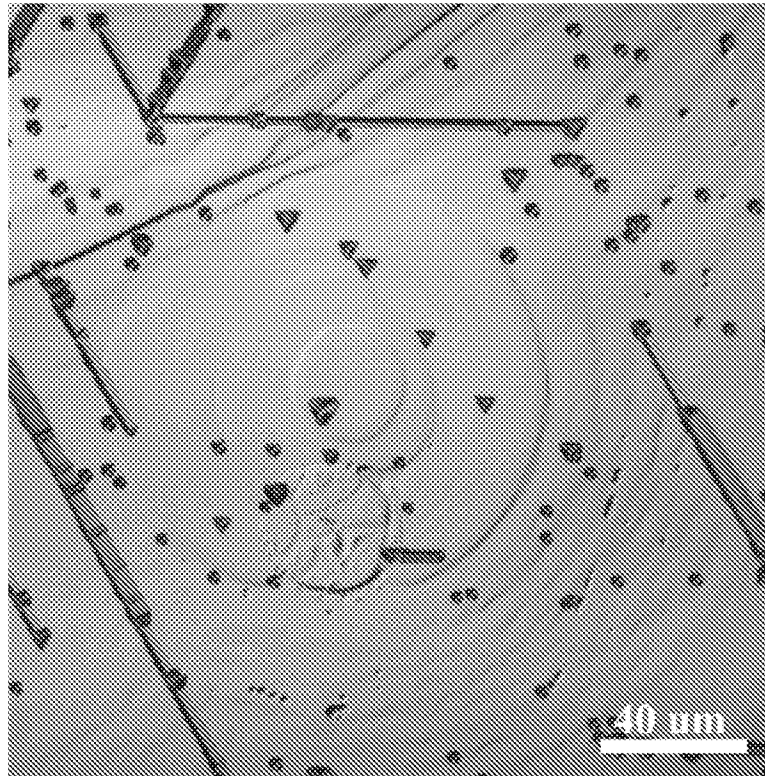


图 8

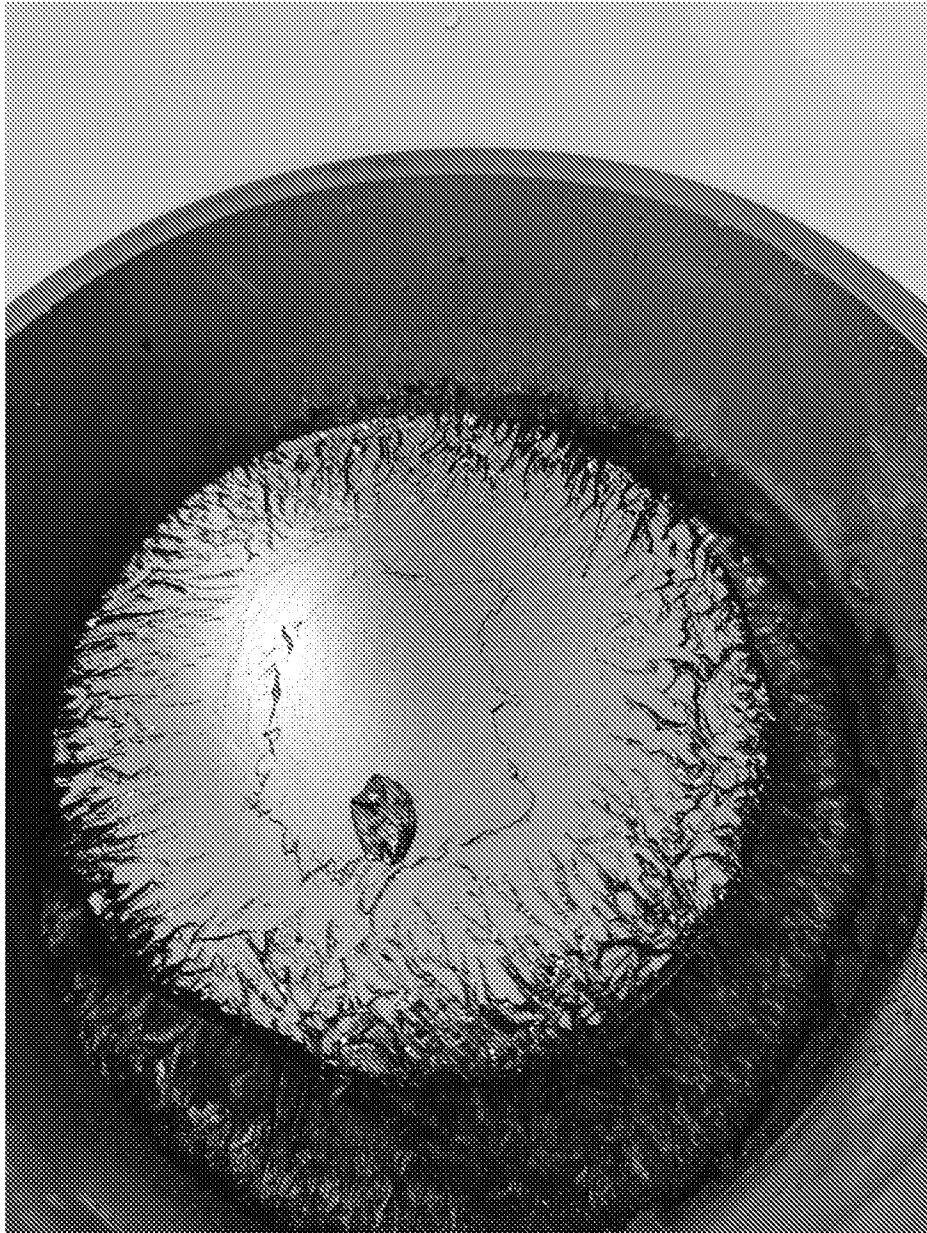


图 9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2023/090284

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B9/06(2006.01)i; C30B29/36(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC:C30B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNTXT; ENTXT; DWPI; WOTXT; USTXT; EPTXT; CJFD; CNKI; 万方; Web of Science; 智慧芽, ZHIHUIYA; 超星读秀, DUXIU; 晶种, 种晶, 仔晶, 籽晶, 立方, 铝, 碳化硅, 助熔, 助溶, seed, 3C, al, aluminum, sic, flux, co-solvent

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 115976625 A (INSTITUTE OF PHYSICS, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES) 18 April 2023 (2023-04-18) description, paragraphs [0007]-[0042]	1-10
X	CN 115627522 A (BEIJING QINGHE JINGYUAN SEMICONDUCTOR TECHNOLOGY CO., LTD.) 20 January 2023 (2023-01-20) description, paragraph [0066]	1-10
A	CN 110747504 A (INSTITUTE OF PHYSICS, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES) 04 February 2020 (2020-02-04) entire document	1-10
A	CN 114481316 A (BEIJING QINGHE JINGYUAN SEMICONDUCTOR TECHNOLOGY CO., LTD.) 13 May 2022 (2022-05-13) entire document	1-10
A	JP 2006321681 A (TOYOTA MOTOR CORP.) 30 November 2006 (2006-11-30) entire document	1-10

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“D” document cited by the applicant in the international application

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13 July 2023

Date of mailing of the international search report

24 July 2023

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration (ISA/
CN)
China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District,
Beijing 100088

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2023/090284

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	115976625	A	18 April 2023	None			
CN	115627522	A	20 January 2023	CN	115627522	B	21 March 2023
CN	110747504	A	04 February 2020	CN	110747504	B	23 March 2021
CN	114481316	A	13 May 2022	None			
JP	2006321681	A	30 November 2006	None			

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2023/090284

<p>A. 主题的分类 C30B9/06(2006.01)i; C30B29/36(2006.01)i</p> <p>按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类</p>																																		
<p>B. 检索领域</p> <p>检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号) IPC:C30B</p> <p>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献</p> <p>在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用)) CNTXT;ENTXT;DWPI;WOTXT;USTXT;EPTXT;CJFD;CNKI;万方;Web of Science;智慧芽;超星读秀;晶种, 种晶, 仔晶, 籽晶, 立方, 铝, 碳化硅, 助熔, 助溶, seed, 3C, al, aluminum, sic, flux, co-solvent</p>																																		
<p>C. 相关文件</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PX</td> <td>CN 115976625 A (中国科学院物理研究所) 2023年4月18日 (2023 - 04 - 18) 说明书第[0007]-[0042]段</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>CN 115627522 A (北京青禾晶元半导体科技有限责任公司) 2023年1月20日 (2023 - 01 - 20) 说明书第[0066]段</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 110747504 A (中国科学院物理研究所) 2020年2月4日 (2020 - 02 - 04) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 114481316 A (北京青禾晶元半导体科技有限责任公司) 2022年5月13日 (2022 - 05 - 13) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2006321681 A (TOYOTA MOTOR CORP) 2006年11月30日 (2006 - 11 - 30) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> </tbody> </table> <p><input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。 <input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p> <table border="0"> <tr> <td>* 引用文件的具体类型:</td> <td>“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件</td> </tr> <tr> <td>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件</td> <td>“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性</td> </tr> <tr> <td>“D” 申请人在国际申请中引证的文件</td> <td>“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性</td> </tr> <tr> <td>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利</td> <td>“&” 同族专利的文件</td> </tr> <tr> <td>“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)</td> <td></td> </tr> <tr> <td>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件</td> <td></td> </tr> <tr> <td>“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件</td> <td></td> </tr> </table>			类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	PX	CN 115976625 A (中国科学院物理研究所) 2023年4月18日 (2023 - 04 - 18) 说明书第[0007]-[0042]段	1-10	X	CN 115627522 A (北京青禾晶元半导体科技有限责任公司) 2023年1月20日 (2023 - 01 - 20) 说明书第[0066]段	1-10	A	CN 110747504 A (中国科学院物理研究所) 2020年2月4日 (2020 - 02 - 04) 全文	1-10	A	CN 114481316 A (北京青禾晶元半导体科技有限责任公司) 2022年5月13日 (2022 - 05 - 13) 全文	1-10	A	JP 2006321681 A (TOYOTA MOTOR CORP) 2006年11月30日 (2006 - 11 - 30) 全文	1-10	* 引用文件的具体类型:	“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件	“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件	“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性	“D” 申请人在国际申请中引证的文件	“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性	“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利	“&” 同族专利的文件	“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)		“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件		“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件	
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																																
PX	CN 115976625 A (中国科学院物理研究所) 2023年4月18日 (2023 - 04 - 18) 说明书第[0007]-[0042]段	1-10																																
X	CN 115627522 A (北京青禾晶元半导体科技有限责任公司) 2023年1月20日 (2023 - 01 - 20) 说明书第[0066]段	1-10																																
A	CN 110747504 A (中国科学院物理研究所) 2020年2月4日 (2020 - 02 - 04) 全文	1-10																																
A	CN 114481316 A (北京青禾晶元半导体科技有限责任公司) 2022年5月13日 (2022 - 05 - 13) 全文	1-10																																
A	JP 2006321681 A (TOYOTA MOTOR CORP) 2006年11月30日 (2006 - 11 - 30) 全文	1-10																																
* 引用文件的具体类型:	“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件																																	
“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件	“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性																																	
“D” 申请人在国际申请中引证的文件	“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性																																	
“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利	“&” 同族专利的文件																																	
“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)																																		
“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件																																		
“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件																																		
国际检索实际完成的日期 2023年7月13日	国际检索报告邮寄日期 2023年7月24日																																	
ISA/CN的名称和邮寄地址 中国国家知识产权局 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	授权官员 游巧 电话号码 (+86) 0512-88996969																																	

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2023/090284

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利	公布日 (年/月/日)
CN	115976625	A	2023年4月18日	无	
CN	115627522	A	2023年1月20日	CN 115627522	B 2023年3月21日
CN	110747504	A	2020年2月4日	CN 110747504	B 2021年3月23日
CN	114481316	A	2022年5月13日	无	
JP	2006321681	A	2006年11月30日	无	