



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102849743 B

(45) 授权公告日 2014. 03. 19

(21) 申请号 201210360069. 6

(22) 申请日 2012. 09. 25

(73) 专利权人 青岛隆盛晶硅科技有限公司

地址 266234 山东省青岛市即墨市普东镇太  
阳能产业基地

(72) 发明人 谭毅 姜大川

(51) Int. Cl.

C01B 33/037(2006. 01)

审查员 姚星

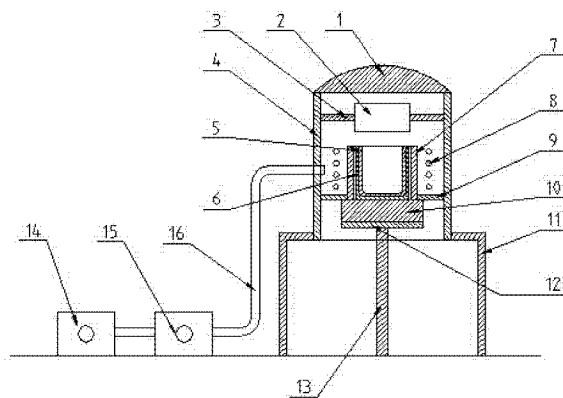
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法及设备

(57) 摘要

本发明属于冶金提纯技术领域,特别涉及一种反向诱导提纯多晶硅的方法,另外还涉及其设备。该方法采用感应线圈将硅料加热熔化形成硅熔体,调小感应线圈的功率,水冷旋转杆向下拉锭,使硅熔体由底部向顶部凝固,凝固到80%~90%时,开启落粉装置,使高纯硅粉散落到上层硅熔体中,高纯硅粉作为形核剂使上层硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭。本发明的显著效果是在凝固尾声阶段,利用落料装置将硅粉均匀散落到硅熔体表面,硅粉作为形核剂使杂质含量较高的上层硅熔体迅速凝固,有效抑制了上层硅熔体中含量较高的杂质在保温过程中向已凝固的低浓度区域扩散,起到了反向诱导凝固提纯多晶硅的目的。



1. 一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,其特征是:首先采用感应线圈(8)将石英坩埚(5)中的硅料加热至 1450 ~ 1550℃使之熔化形成硅熔体,之后启动水冷旋转杆(13)向下运动进行拉锭,使硅熔体由石英坩埚(5)底部向顶部进行凝固,当凝固达到 80% ~ 90%时,通过水冷旋转杆(13)旋转石英坩埚(5),同时开启落粉装置(2)使高纯硅粉散落到杂质含量较高的上层硅熔体中,高纯硅粉作为形核剂使上层硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭。

2. 根据权利要求 1 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,所采用的具体步骤是:

第一步前处理:向石英坩埚(5)中添加石英坩埚体积 90% ~ 100%的纯度为 99.9% ~ 99.95%硅原料,向落粉装置(2)中装入高纯硅粉,盖好炉盖(1),保持炉体(4)内的密封性,分别用机械泵(14)和罗茨泵(15)将炉体(4)内抽真空至 1 ~ 10Pa;

第二步熔料、拉锭:打开电源,启动感应线圈(8),将硅料加热至 1450 ~ 1550℃,使硅料完全熔化,并在 1450 ~ 1550℃下保温 50 ~ 80min,同时控制熔体内温差,之后开启水冷旋转杆(13),使之以 0.1-1mm/min 的速度向下运动,带动凝固保温装置以同样速率下降拉锭,使硅熔体由石英坩埚(5)底部向顶部进行定向凝固;

第三步反向凝固提纯:当硅熔体凝固达到 80% ~ 90%时,通过水冷旋转杆(13)旋转石英坩埚(5),同时开启落粉装置(2),高纯硅粉落进熔体内,高纯硅粉随着石英坩埚(5)的转动而均匀分布在熔体表面,随着温度的进一步降低,加入的高纯硅粉作为形核剂,使杂质含量较高的硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭,其纯度将达到 99.999%~99.9999%。

3. 根据权利要求 1 或 2 任一所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,其特征是:所述高纯硅粉的纯度为 99.9999% ~ 99.99999%。

4. 一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,由炉盖(1)、炉体(4)以及支撑基座(11)组成外部结构,其特征是:水冷旋转杆(13)穿过炉体(4)底部与水冷托盘(12)固定连接,散热板(10)固定安装于水冷托盘(12)之上,凝固保温装置放置于散热板(10)之上,保温套筒(7)套于凝固保温装置外围,保温套筒(7)通过固定支架(9)固定安装于炉体(4)内壁,感应线圈(8)套于保温套筒(7)之外,落粉装置(2)通过支撑架(3)固定于炉体(4)内部,且位于凝固保温装置正上方,机械泵(14)和罗茨泵(15)放置于炉体(4)之外,通过真空管道(16)连接,真空管道(16)一端通向炉体(4)内部。

5. 根据权利要求 4 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,其特征是:所述水冷旋转杆(13)为圆柱状,内置冷却水管道。

6. 根据权利要求 4 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,其特征是:所述水冷托盘(12)为圆盘状,内置冷却水管道。

7. 根据权利要求 4 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,其特征是:所述散热板(10)为圆盘状,由铜制成。

8. 根据权利要求 4 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,其特征是:所述凝固保温装置至少由石英坩埚(5)和石墨坩埚(6)组成,采用石墨坩埚(6)放置于散热板(10)之上,石英坩埚(5)嵌于石墨坩埚(6)之内。

9. 根据权利要求 4 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,其特征

是：所述保温套筒(7)为两端无盖的圆筒状，由碳纤维材料制成。

## 一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法及设备

### 技术领域

[0001] 本发明属于冶金提纯技术领域,特别涉及一种反向诱导凝固提纯的方法,另外还涉及其设备。

### 背景技术

[0002] 目前,我国已成为世界能源生产和消费大国,但人均能源消费水平还很低。随着经济和社会的不断发展,我国能源需求将持续增长,针对目前的能源紧张状况,世界各国都在进行深刻的思考,并努力提高能源利用效率,促进可再生能源的开发和应用,减少对进口石油的依赖,加强能源安全。

[0003] 作为可再生能源的重要发展方向之一的太阳能光伏发电近年来发展迅猛,其所占比重越来越大。据初步统计,我国 2010 年新增并网光伏发电装机 53 万 kW,累计装机达到 83 万 kW,其中地面大型并网光伏发电累计装机 70 万 kW,建筑一体化并网光伏发电装机约 13 万 kW。全球光伏发电市场 2010 年新增装机预计同比增加超过 120%,达到 1700 万 kW 以上,带动我国太阳能光伏产业规模迅速扩大。

[0004] 太阳能光伏产业的发展依赖于对硅原料的提纯。在对硅原料进行提纯的过程中,存在一个关键的、必不可少的环节,就是对硅原料进行定向凝固提纯,所用到的定向凝固技术广泛应用于冶金提纯领域。利用硅原料中硅与杂质之间的分凝系数存在较大差异的这一特点,在凝固过程中,坩埚底端的硅液首先开始凝固,为达到分凝平衡,分凝系数小的杂质从凝固的硅中向液态不断扩散分离出来而聚集在液态,随着凝固不断进行,杂质在液态中的浓度越来越高,最后在铸锭的顶端凝固下来,凝固完成后在较高温度下保温一段时间,使各成分充分扩散以达到分凝平衡,最后将杂质含量较高的一端去除,得到提纯的多晶硅铸锭。

[0005] 然而铸锭在保温的过程中,那些含量高的杂质会向杂质含量低的部位扩散,使得硅纯度随着保温时间的延长反而逐渐降低,这影响了提纯效果,且在这种情况下,切除的尾部废料高达 25%~35%,即成品率仅为 65-75%,造成能源和原料的极大浪费,也因此增加了制造成本。

### 发明内容

[0006] 本发明目的是为克服以上不足,提供了一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,该方法使用硅粉作为形核剂,将杂质固定在铸锭的尾端,抑制杂质的反向扩散,提高了纯度,且可以将所需切除的尾料降低到 5%~20%,大大节约了能量和生产成本,本发明的另一目的是提供一种反向诱导凝固提纯多晶硅的设备,该设备结构简单,易于操作,有效实现反向诱导凝固提纯的目的。

[0007] 为实现上述目的所采用的技术方案是:一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,首先采用感应线圈将石英坩埚中的硅料加热至 1450~1550℃ 使之熔化形成硅熔体,之后启动水冷旋转杆向下运动进行拉锭,使硅熔体由石英坩埚底部向顶部进行凝固,当凝固达到

80%~90%时,通过水冷旋转杆旋转石英坩埚,同时开启落粉装置使高纯硅粉散落到杂质含量较高的上层硅熔体中,高纯硅粉作为形核剂使上层硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭。

[0008] 所述的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,所采用的具体步骤是:

[0009] 第一步前处理:向石英坩埚中添加石英坩埚体积90%~100%的纯度为99.9%~99.95%硅原料,向落粉装置中装入高纯硅粉盖好炉盖,保持炉体内的密封性,分别用机械泵和罗茨泵将炉体内抽真空至 $1\sim 10\text{Pa}$ ;

[0010] 第二步熔料、拉锭:打开电源,启动感应线圈,将硅料加热至 $1450\sim 1550^{\circ}\text{C}$ ,使硅料完全熔化,并在 $1450\sim 1550^{\circ}\text{C}$ 下保温 $50\sim 80\text{min}$ ,同时控制熔体内温差,之后开启水冷旋转杆,使之以 $0.1\sim 1\text{mm}/\text{min}$ 的速度向下运动,带动凝固保温装置以同样速率下降拉锭,使硅熔体由石英坩埚底部向顶部进行定向凝固;

[0011] 第三步反向凝固提纯:当硅熔体凝固达到80%~90%时,通过水冷旋转杆旋转石英坩埚,同时开启落粉装置,高纯硅粉落进熔体内,高纯硅粉随着石英坩埚的转动而均匀分布在熔体表面,随着温度的进一步降低,加入的高纯硅粉作为形核剂,使杂质含量较高的硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭,其纯度将达到99.99%~99.999%,成品率达到80~95%。

[0012] 所述高纯硅粉的纯度为99.999%~99.9999%。

[0013] 一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法所采用的设备,由炉盖、炉体以及支撑基座组成外部结构,其特征是:水冷旋转杆穿过炉体底部与水冷托盘固定连接,散热板固定安装于水冷托盘之上,凝固保温装置放置于散热板之上,保温套筒套于凝固保温装置外围,保温套筒通过固定支架固定安装于炉体内壁,感应线圈套于保温套筒之外,落粉装置通过支撑架固定于炉体内部,且位于凝固保温装置正上方,机械泵和罗茨泵放置于炉体之外,通过真空管道连接,真空管道一端通向炉体内部。

[0014] 所述水冷旋转杆为圆柱状,内置冷却水管道。

[0015] 所述水冷托盘为圆盘状,内置冷却水管道。

[0016] 所述散热板为圆盘状铜散热板。

[0017] 所述凝固保温装置至少由石英坩埚和石墨坩埚组成,采用石墨坩埚放置于散热板之上,石英坩埚嵌于石墨坩埚之内。

[0018] 所述保温套筒为两端无盖的圆筒状碳纤维材料保温套筒。

[0019] 本发明的显著效果是:在凝固尾声阶段,利用落料装置将硅粉均匀散落到硅熔体表面,硅粉作为形核剂使杂质含量较高的上层硅熔体迅速凝固,有效抑制了上层硅熔体中含量较高的杂质在保温过程中向已凝固的低浓度区域扩散,达到了反向诱导凝固提纯多晶硅的目的,该设备具有提纯效果好,操作简单,可控性强的优点。

## 附图说明

[0020] 图1. 一种反向诱导凝固提纯多晶硅的设备结构示意图

[0021] 图中,1、炉盖,2、落粉装置,3、支撑架,4、炉体,5、石英坩埚,6、石墨坩埚,7、保温套筒,8、感应线圈,9、固定支架,10、散热板,11、支撑基座,12、水冷托盘,13、水冷旋转杆,14、机械泵,15、罗茨泵,16、真空管道。

## 具体实施方式

[0022] 下面结合具体实施例和附图详细说明本发明,但本发明并不局限于具体实施例。

### [0023] 实施例 1

[0024] 如图 1 所示的一种反向诱导凝固提纯多晶硅的设备,由炉盖 1、炉体 4 以及支撑基座 11 组成外部结构,水冷旋转杆 13 穿过炉体 4 底部与水冷托盘 12 固定连接,水冷旋转杆 13 的目的是在提纯过程中起到带动坩埚转动,使落粉均匀洒落在熔体表面,同时使坩埚以一定速率向下运动,进行拉锭,水冷托盘 12 起到散热和支撑的作用,散热板 10 固定安装于水冷托盘 12 上方,其主要目的是加快坩埚底部的散热,使坩埚顶部到底部之间形成一个温度梯度,便于坩埚底部熔体的凝固,形成铸锭,凝固保温装置放置于散热板 10 之上,凝固保温装置至少由石英坩埚 5 和石墨坩埚 6 组成,采用石墨坩埚 6 放置于散热板 10 之上,石英坩埚 5 嵌于石墨坩埚 6 之内,是进行凝固提纯的核心部件,固定支架 9 和保温套筒 7 垂直固定在一起,并固定安装于炉体内部,感应线圈 8 套于保温套筒 7 外围,对硅原料提供热量使其熔化、保温,落粉装置 2 放置在坩埚上方,通过支撑架 3 固定于炉体 4 内部,落粉装置用于向熔体表面提供高纯硅粉,高纯硅粉作为形核剂,使表面杂质含量较高的硅熔体迅速凝固,起到反向诱导凝固提纯的作用,机械泵 14 和罗茨泵 15 放置于炉体 4 之外,通过真空管道 16 连接,真空管道 16 一端通向炉体 4 内部,用于对炉体内部进行抽真空,使凝固提纯在高真空下进行。

### [0025] 实施例 2

[0026] 采用实施例 1 所述的设备来进行反向诱导凝固提纯多晶硅,首先采用感应线圈 8 将石英坩埚 5 中的硅料加热至 1450℃ 使之熔化形成硅熔体,之后将感应线圈 8 的功率调小,启动水冷旋转杆 13 向下运动进行拉锭,使硅熔体由石英坩埚 5 底部向顶部进行凝固,当凝固达到 80% 时,通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,同时开启落粉装置 2 使高纯硅粉散落到杂质含量较高的上层硅熔体中,高纯硅粉作为形核剂使上层硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭。

[0027] 上述一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,所采用的具体步骤是:

[0028] 第一步前处理:向石英坩埚 5 中添加石英坩埚体积 90% 的纯度为 99.9% 硅原料,向落粉装置 2 中装入纯度为 99.999% 高纯硅粉盖好炉盖 1,保持炉体 2 内的密封性,分别用机械泵 14 和罗茨泵 15 将炉体内抽真空至 10Pa;

[0029] 第二步熔料、拉锭:打开电源,启动感应线圈 8,将硅料加热至 1450℃,使硅料完全熔化,并在 1450℃ 下保温 50min,同时控制熔体内温差,之后开启水冷旋转杆 13,使之以 1mm/min 的速度向下运动,带动凝固保温装置以同样速率下降拉锭,使硅熔体由石英坩埚 5 底部向顶部进行定向凝固;

[0030] 第三步反向凝固提纯:当硅熔体凝固达到 80% 时,通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,同时开启落粉装置 2,高纯硅粉落进熔体内,同时通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,高纯硅粉随着石英坩埚 5 的转动而均匀分布在硅熔体表面,随着温度的进一步降低,加入的高纯硅粉作为形核剂,使杂质含量较高的硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭,其纯度将达到 99.99%,成品率达到 80%。

**[0031] 实施例 3**

**[0032]** 采用实施例 1 所述的设备来进行反向诱导凝固提纯多晶硅,首先采用感应线圈 8 将石英坩埚 5 中的硅料加热至 1500℃ 使之熔化形成硅熔体,之后将感应线圈 8 的功率调小,启动水冷旋转杆 13 向下运动进行拉锭,使硅熔体由石英坩埚 5 底部向顶部进行凝固,当凝固达到 85% 时,通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,同时开启落粉装置 2,使高纯硅粉散落到杂质含量较高的上层硅熔体中,高纯硅粉作为形核剂使上层硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭。

**[0033]** 上述一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,所采用的具体步骤是:

**[0034]** 第一步前处理:向石英坩埚 5 中添加石英坩埚体积 95% 的纯度为 99.93% 硅原料,向落粉装置 2 中装入纯度为 99.9994% 高纯硅粉盖好炉盖 1,保持炉体 2 内的密封性,分别用机械泵 14 和罗茨泵 15 将炉体内抽真空至 5Pa;

**[0035]** 第二步熔料、拉锭:打开电源,启动感应线圈 8,将硅料加热至 1500℃,使硅料完全熔化,并在 1500℃ 下保温 60min,同时控制熔体内温差,之后开启水冷旋转杆 13,使之以 0.4mm/min 的速度向下运动,带动凝固保温装置以同样速率下降拉锭,使硅熔体由石英坩埚 5 底部向顶部进行定向凝固;

**[0036]** 第三步反向凝固提纯:当硅熔体凝固达到 85% 时,通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,同时开启落粉装置 2,高纯硅粉落进硅熔体内,同时通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,高纯硅粉随着石英坩埚 5 的转动而均匀分布在熔体表面,随着温度的进一步降低,加入的高纯硅粉作为形核剂,使杂质含量较高的硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭,其纯度将达到 99.995%,成品率达到 90%。

**[0037] 实施例 4**

**[0038]** 采用实施例 1 所述的设备来进行反向诱导凝固提纯多晶硅,首先采用感应线圈 8 将石英坩埚 5 中的硅料加热至 1550℃ 使之熔化形成硅熔体,之后将感应线圈 8 的功率调小,启动水冷旋转杆 13 向下运动进行拉锭,使硅熔体由石英坩埚 5 底部向顶部进行凝固,当凝固达到 90% 时,通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,同时开启落粉装置 2,使高纯硅粉散落到杂质含量较高的上层硅熔体中,高纯硅粉作为形核剂使上层硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭。

**[0039]** 上述一种反向诱导凝固提纯多晶硅的方法,所采用的具体步骤是:

**[0040]** 第一步前处理:向石英坩埚 5 中添加石英坩埚体积 100% 的纯度为 99.95% 硅原料,向落粉装置 2 中装入纯度为 99.9999% 高纯硅粉盖好炉盖 1,保持炉体 2 内的密封性,分别用机械泵 14 和罗茨泵 15 将炉体内抽真空至 1Pa;

**[0041]** 第二步熔料、拉锭:打开电源,启动感应线圈 8,将硅料加热至 1550℃,使硅料完全熔化,并在 1550℃ 下保温 80min,同时控制熔体内温差,之后开启水冷旋转杆 13,使之以 0.1mm/min 的速度向下运动,带动凝固保温装置以同样速率下降拉锭,使硅熔体由石英坩埚 5 底部向顶部进行定向凝固;

**[0042]** 第三步反向凝固提纯:当硅熔体凝固达到 90% 时,通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,同时开启落粉装置 2,高纯硅粉落进硅熔体内,同时通过水冷旋转杆 13 旋转石英坩埚 5,高纯硅粉随着石英坩埚 5 的转动而均匀分布在熔体表面,随着温度的进一步降低,加入

的高纯硅粉作为形核剂,使杂质含量较高的硅熔体迅速反向凝固,待凝固完成后切去上层反向凝固得到的部分,得到的下层铸锭即为高纯硅铸锭,其纯度将达到 99.999%,成品率达到 95%。



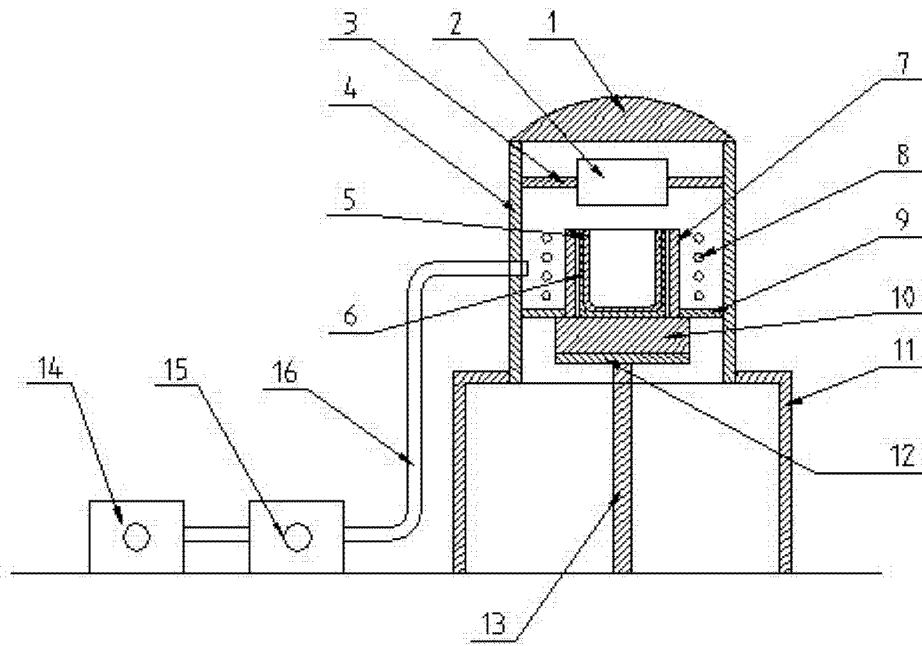


图 1