(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104294358 B
(45)授权公告日 2017.08.01

(21)申请号 201410632434.3
(22)申请日 2014.11.11
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104294358 A
(43)申请公布日 2015.01.21
(73)专利权人 江苏协鑫硅材料科技发展有限公司
地址 221004 江苏省徐州市经济开发区杨山路88号
(72)发明人 张帅 朱常任 郭晓琛 王双丽
(74)专利代理机构 广州华进联合专利商标代理有限公司 44224
代理人 唐清凯
(51)Int.Cl.
C30B 28/06(2006.01)
C30B 29/06(2006.01)
审查员 程愉悻

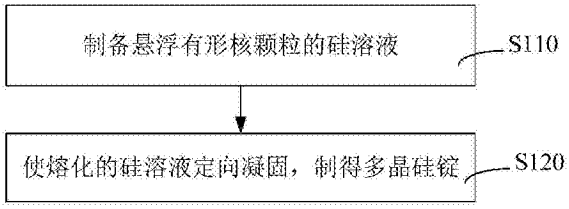
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种多晶硅锭的制备方法及多晶硅锭

(57)摘要

本发明涉及一种多晶硅锭的制备方法及由该方法制得的多晶硅锭，其中多晶硅锭的制备方法包括以下步骤：制备悬浮有形核颗粒的硅溶液；使熔化的硅溶液定向凝固，制得多晶硅锭。硅溶液中悬浮有形核颗粒，促使铸锭过程中不断形核生长，从而能均匀控制制得的多晶硅锭的晶粒的尺寸和缺陷密度，提升硅片的转换效率。



CN 104294358 B

1.一种多晶硅锭的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

制备均匀悬浮有形核颗粒的硅熔液；

使熔化的硅熔液自下至上定向凝固，制得多晶硅锭。

2.根据权利要求1所述的多晶硅锭的制备方法，其特征在于，所述制备悬浮有形核颗粒的硅熔液的步骤包括：

将混杂有形核颗粒的多晶硅料投入坩埚；

加热熔化所述混杂有形核颗粒的多晶硅料。

3.根据权利要求1所述的多晶硅锭的制备方法，其特征在于，所述制备悬浮有形核颗粒的硅熔液的步骤包括：

将多晶硅料投入坩埚；

加热熔化所述多晶硅料形成硅熔液；

向所述硅熔液中加入形核颗粒。

4.根据权利要求1所述的多晶硅锭的制备方法，其特征在于，所述制备悬浮有形核颗粒的硅熔液的步骤包括：

向坩埚内投入形核颗粒；

在另一个坩埚中加热固体硅料，制得熔融状态的硅料，并将所述熔融状态的硅料浇注至设有形核颗粒的坩埚内。

5.根据权利要求1至4中任一项所述的多晶硅锭的制备方法，其特征在于，所述形核颗粒为固体硅与氧化硅的复合体。

6.根据权利要求1至4中任一项所述的多晶硅锭的制备方法，其特征在于，所述形核颗粒的颗粒度为0.1～1mm。

7.根据权利要求1至4中任一项所述的多晶硅锭的制备方法，其特征在于，所述形核颗粒的密度为2.5-2.6g/cm^3。

一种多晶硅锭的制备方法及多晶硅锭

技术领域

[0001] 本发明涉及太阳能光伏材料制备领域，具体涉及一种多晶硅锭的制备方法。

背景技术

[0002] 目前多晶铸锭过程，主要方式为将硅料熔化后，通过铸锭炉进行单向导热，底部达到一定过冷度后发生成核，晶核在定向凝固过程中垂直生长，并随着高度增加逐渐长大。但是由于位错在初期产生后便随着晶体生长而增殖，所以晶粒生长时间越长，长得越大，位错密度就越高。这种成核和生长方式导致了多晶硅片的转换效率在硅锭生长初期位置达到一定高度后便开始下降。

发明内容

[0003] 基于此，有必要提供一种能提升多晶硅片转化效率的多晶硅锭的制备方法。

[0004] 一种多晶硅锭的制备方法，包括以下步骤：

[0005] 制备悬浮有形核颗粒的硅溶液；

[0006] 使熔化的硅液定向凝固，制得多晶硅锭。

[0007] 在其中一个实施例中，所述制备悬浮有形核颗粒的硅溶液的步骤包括：

[0008] 将混杂有形核颗粒的多晶硅料投入坩埚；

[0009] 加热熔化所述混杂有形核颗粒的多晶硅料。

[0010] 在其中一个实施例中，所述制备悬浮有形核颗粒的硅溶液的步骤包括：

[0011] 将多晶硅料投入坩埚；

[0012] 加热熔化所述多晶硅料形成硅溶液；

[0013] 向所述硅溶液中加入形核颗粒。

[0014] 在其中一个实施例中，所述制备悬浮有形核颗粒的硅溶液的步骤包括：

[0015] 向坩埚内投入形核颗粒；

[0016] 在另一个坩埚中加热固体硅料，制得熔融状态的硅料，并将所述熔融状态的硅料浇注至设有形核颗粒的坩埚内。

[0017] 在其中一个实施例中，所述形核颗粒为固体硅与氧化硅的复合体。

[0018] 在其中一个实施例中，所述形核颗粒的颗粒度为0.1～1mm。

[0019] 在其中一个实施例中，所述形核颗粒的密度为2.5-2.6g/cm^3。

[0020] 还提出一种多晶硅锭，其是通过前述任一项所述的方法制得。

[0021] 上述多晶硅锭的制备方法，硅溶液中悬浮有形核颗粒，促使铸锭过程中不断形核生长，从而能均匀控制晶粒的尺寸和缺陷密度，提升硅片的转换效率。

[0022] 通过上述方法制得的多晶硅锭，晶粒的尺寸均匀，缺陷密度低，制得的硅片的转换效率较高。

附图说明

[0023] 图1为多晶硅锭的制备方法的流程图。

具体实施方式

[0024] 请参考图1，本发明提供一种多晶硅锭的制备方法，包括以下步骤。

[0025] 步骤S110、制备悬浮有形核颗粒的硅溶液。首先制备出硅溶液，其中悬浮有形核颗粒。

[0026] 形核颗粒的材料选择原则为：选择熔点高于硅，密度与硅液接近，且不会对硅晶少子寿命产生影响，在硅液中能够形成悬浮状态，并在凝固之后硬度不影响切片的材料作为成核材料。本发明中，这种材料是固体硅和氧化硅的复合体。由于固体硅的密度(2.33g/cm^3))小于液体硅(2.53g/cm^3))，而二氧化硅的密度(2.65g/cm^3))大于液体硅，所以可通过控制硅粉氧化程度，使复合体的密度与液体硅接近，而二氧化硅的熔点(1670℃)高于硅的熔点(1423℃)，从而该成核颗粒可以悬浮在熔融硅液中。为达到既能成核均匀又不增加硅锭杂质的目的，形核材料的颗粒度应该控制在0.1～1mm之间。

[0027] 制备悬浮有形核颗粒的硅溶液至少可以通过以下几种方式获得。

[0028] 方式一、将混杂有形核颗粒的多晶硅料投入坩埚，然后加热熔化混杂有形核颗粒的多晶硅料。

[0029] 方式二、将多晶硅料投入坩埚；加热熔化多晶硅料形成硅溶液；向硅溶液中加入形核颗粒。

[0030] 方式三、向坩埚内投入形核颗粒；在另一个坩埚中加热固体硅料，制得熔融状态的硅料，并将熔融状态的硅料浇注至设有形核颗粒的坩埚内。

[0031] 上述三种方式均可以获得悬浮有形核颗粒的硅溶液。

[0032] 步骤S120、使熔化的硅溶液定向凝固，制得多晶硅锭。本步骤中，使用定向凝固法使熔化的硅液定向凝固，并得到多晶硅锭。定向凝固法指的是在同一个坩埚中熔炼，利用杂质元素在固相和液相中的分凝效应达到提纯之目的，同时通过单向热流控制，使坩埚中的熔体达到一定温度梯度，从而获得沿生长方向整齐排列的柱状晶组织。定向凝固法本身为本领域技术人员所熟知，不再赘述。

[0033] 本步骤中，形核颗粒在硅液中均匀悬浮。在硅锭生长初期，从坩埚底部开始，由这种形核颗粒诱发成核，使硅晶核形成。随着多晶硅锭的逐步增高，悬浮的复合体形核颗粒不断作为新的核心，促使新的晶核出现。在整个多晶硅锭的生产过程中，该形核颗粒在硅液中悬浮形成新的晶核，由于多晶晶粒形成初期的位错密度较低，从而能有效控制晶粒内的缺陷密度，同时晶核的不断形成，使多晶晶粒的尺寸能得到均匀控制，进一步抑制位错的增殖，转化效率得到有效提高。

[0034] 利用上述方法制得的多晶硅锭，晶粒的尺寸均匀，缺陷密度低，制得的硅片的转换效率较高。

[0035] 下面通过具体实施例来进一步说明。

[0036] 实施例1

[0037] 将密度介于2.5-2.6g/cm^3之间的硅和氧化硅的复合体10kg作为形核材料与790kg的多晶硅原料混合后投入坩埚内，其中硅和氧化硅的复合体的颗粒度为0.1mm。

[0038] 然后加热熔化混杂有形核颗粒的多晶硅料形成硅溶液，使硅溶液定向凝固，制得

多晶硅锭。

[0039] 通过测试，本实施例的多晶硅锭，较未设置形核材料制得的多晶硅锭，硅片的转换效率要高0.4%。

[0040] 实施例2

[0041] 将密度介于2.5-2.6g/cm^{3}之间的硅和氧化硅的复合体10kg作为形核材料与790kg的多晶硅原料混合后投入坩埚内，其中硅和氧化硅的复合体的颗粒度为0.5mm。

[0042] 然后加热熔化混杂有形核颗粒的多晶硅料形成硅溶液，使硅溶液定向凝固，制得多晶硅锭。

[0043] 通过测试，本实施例的多晶硅锭，较未设置形核材料制得的多晶硅锭，硅片的转换效率要高0.35%。

[0044] 实施例3

[0045] 将790kg的多晶硅原料投入坩埚。加热熔化多晶硅原料，形成硅溶液。

[0046] 将密度介于2.5-2.6g/cm^{3}之间的硅和氧化硅的复合体10kg作为形核材料加入硅溶液中，硅和氧化硅的复合体的颗粒度为1mm。然后使硅溶液定向凝固，制得多晶硅锭。

[0047] 通过测试，本实施例的多晶硅锭，较未设置形核材料制得的多晶硅锭，硅片的转换效率要高0.4%。

[0048] 实施例4

[0049] 将790kg的多晶硅原料投入坩埚。加热熔化多晶硅原料，形成硅溶液。

[0050] 将密度介于2.5-2.6g/cm^{3}之间的硅和氧化硅的复合体10kg作为形核材料加入硅溶液中，硅和氧化硅的复合体的颗粒度为0.8mm。然后使硅溶液定向凝固，制得多晶硅锭。

[0051] 通过测试，本实施例的多晶硅锭，较未设置形核材料制得的多晶硅锭，硅片的转换效率要高0.25%。

[0052] 实施例5

[0053] 将密度介于2.5-2.6g/cm^{3}之间的硅和氧化硅的复合体10kg作为形核材料投入坩埚中。

[0054] 将790kg的多晶硅原料投入另一个坩埚。加热熔化多晶硅原料，形成硅溶液。

[0055] 将硅溶液浇注至设有形核材料的坩埚中。然后，使其定向凝固，制得多晶硅锭。

[0056] 通过测试，本实施例的多晶硅锭，较未设置形核材料制得的多晶硅锭，硅片的转换效率要高0.3%。

[0057] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式，其描述较为具体和详细，但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是，对于本领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明构思的前提下，还可以做出若干变形和改进，这些都属于本发明的保护范围。因此，本发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。

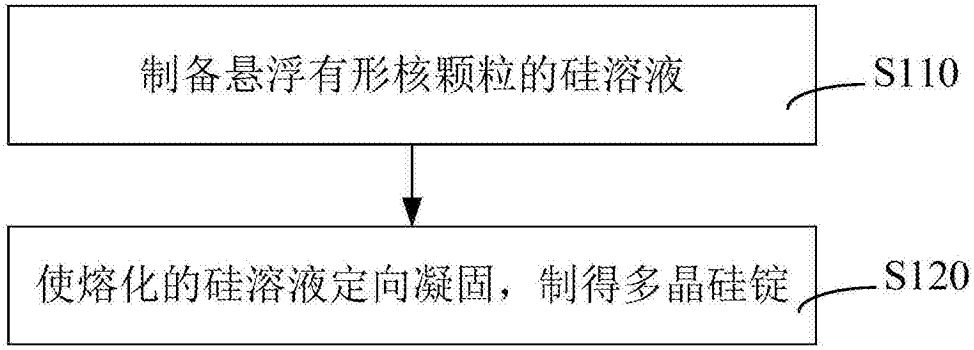


图1