



## (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106087065 A

(43)申请公布日 2016.11.09

(21)申请号 201610693915.4

(22)申请日 2016.08.19

(71)申请人 西安华晶电子技术股份有限公司

地址 710077 陕西省西安市高新区锦业二  
路91号

(72)发明人 刘波波 贺鹏 薛文 宗红梅

(74)专利代理机构 西安创知专利事务所 61213

代理人 谭文琰

(51)Int.Cl.

C30B 33/02(2006.01)

C30B 29/06(2006.01)

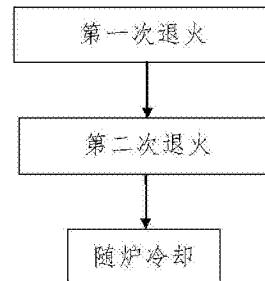
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种多晶硅铸锭用退火工艺

(57)摘要

本发明公开了一种多晶硅铸锭用退火工艺，包括以下步骤：步骤一、第一次退火：多晶硅铸锭过程中长晶结束后，经50min～70min将多晶硅铸锭炉的加热温度降至T<sub>1</sub>，并保温2h～3h；其中，T<sub>1</sub>＝1250℃～1280℃；步骤二、第二次退火：经50min～70min将多晶硅铸锭炉的加热温度由T<sub>1</sub>降至T<sub>2</sub>，并保温2h～3h；T<sub>2</sub>＝900℃～950℃。本发明工艺步骤简单、设计合理且实现简便、使用效果好，分两次进行退火，第一次退火根据低压状态下硅的软化点合理设定退火温度，第二次在低温条件下进行退火使硅晶格应力得到有效释放，提高多晶硅铸锭成品质量。



1. 一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于,该工艺包括以下步骤:

步骤一、第一次退火:多晶硅铸锭过程中长晶结束后,经50min~70min将多晶硅铸锭炉(3)的加热温度降至T1,并保温2h~3h;其中,T1=1250℃~1280℃;

步骤二、第二次退火:经50min~70min将多晶硅铸锭炉(3)的加热温度由T1降至T2,并保温2h~3h;T2=900℃~950℃。

2. 按照权利要求1所述的一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于:步骤一中进行第一次退火过程中和步骤二中进行第二次退火过程中,均向所述多晶硅铸锭炉(3)内充入惰性气体并将多晶硅铸锭炉(3)内的气压保持在Q1,其中Q1=180Pa~250Pa。

3. 按照权利要求1或2所述的一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于:步骤一中进行第一次退火时,经1h将多晶硅铸锭炉(3)的加热温度降至T1;步骤二中进行第二次退火时,经1h将多晶硅铸锭炉(3)的加热温度由T1降至T2。

4. 按照权利要求1或2所述的一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于:步骤二中第二次退火完成后,完成所加工多晶硅铸锭的退火过程,再将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温。

5. 按照权利要求4所述的一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于:将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温时,按照90℃/h~120℃/h的降温速率进行冷却。

6. 按照权利要求1或2所述的一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于:步骤一中所述的多晶硅铸锭过程中长晶结束后,经50min~70min将多晶硅铸锭炉(3)的加热温度由T3降至T1;其中T3为长晶结束后所述多晶硅铸锭炉(3)的加热温度,且T3=1395℃~1405℃。

## 一种多晶硅铸锭用退火工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于多晶硅铸锭技术领域,尤其是涉及一种多晶硅铸锭用退火工艺。

### 背景技术

[0002] 光伏发电是当前最重要的清洁能源之一,具有极大的发展潜力。制约光伏行业发展的关键因素,一方面是光电转化效率低,另一方面是成本偏高。光伏硅片是生产太阳能电池和组件的基本材料,用于生产光伏硅片的多晶硅纯度必须在6N级以上(即非硅杂质总含量在1ppm以下),否则光伏电池的性能将受到很大的负面影响。近几年,多晶硅片生产技术有了显著进步,多晶铸锭技术已从G4(每个硅锭重约270公斤,可切 $4 \times 4 = 16$ 个硅方)进步到G5( $5 \times 5 = 25$ 个硅方),然后又进步到G6( $6 \times 6 = 36$ 个硅方)。并且,所生产多晶硅铸锭的单位体积逐步增大,成品率增加,且单位体积多晶硅铸锭的制造成本逐步降低。

[0003] 实际生产过程中,太阳能多晶硅铸锭时,需使用石英坩埚来填装硅料,且将硅料投入石英坩埚后,通常情况下还需经预热、熔化(也称熔料)、长晶(也称定向凝固结晶)、退火、冷却等步骤,才能完成多晶硅铸锭过程。其中,退火是多晶硅铸锭过程中极其重要的一个工艺步骤,退火效果不好直接影响铸锭成品内部的应力分布状态,对多晶硅铸锭成品的质量影响较大。而目前对多晶硅铸锭进行退火处理时,没有一个统一、标准且规范的方法可供遵循,实际加工时不可避免地存在操作比较随意、花费时间长、退火效果较差等问题。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题在于针对上述现有技术中的不足,提供一种多晶硅铸锭用退火工艺,其工艺步骤简单、设计合理且实现简便、使用效果好,分两次进行退火,第一次退火根据低压状态下硅的软化点合理设定退火温度,第二次在低温条件下进行退火使硅晶格应力得到有效释放,提高多晶硅铸锭成品质量。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征在于,该工艺包括以下步骤:

[0006] 步骤一、第一次退火:多晶硅铸锭过程中长晶结束后,经50min~70min将多晶硅铸锭炉的加热温度降至T1,并保温2h~3h;其中,T1=1250℃~1280℃;

[0007] 步骤二、第二次退火:经50min~70min将多晶硅铸锭炉的加热温度由T1降至T2,并保温2h~3h;T2=900℃~950℃。

[0008] 上述一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征是:步骤一中进行第一次退火过程中和步骤二中进行第二次退火过程中,均向所述多晶硅铸锭炉内充入惰性气体并将多晶硅铸锭炉内的气压保持在Q1,其中Q1=180Pa~250Pa。

[0009] 上述一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征是:步骤一中进行第一次退火时,经1h将多晶硅铸锭炉的加热温度降至T1;步骤二中进行第二次退火时,经1h将多晶硅铸锭炉的加热温度由T1降至T2。

[0010] 上述一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征是:步骤二中第二次退火完成后,完成所

加工多晶硅铸锭的退火过程,再将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温。

[0011] 上述一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征是:将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温时,按照90℃/h~120℃/h的降温速率进行冷却。

[0012] 上述一种多晶硅铸锭用退火工艺,其特征是:步骤一中多晶硅铸锭过程中长晶结束后,经50min~70min将多晶硅铸锭炉的加热温度由T3降至T1;其中T3为长晶结束后所述多晶硅铸锭炉的加热温度,且T3=1395℃~1405℃。

[0013] 本发明与现有技术相比具有以下优点:

[0014] 1、工艺步骤简单、设计合理且实现方便,投入成本低。

[0015] 2、能有效减少多晶硅铸锭过程中的退火时间,与现有多晶硅铸锭过程中的退火工艺相比,各次退火温度均相对较低,并且退火处理时间较短,能有效提高多晶硅铸锭效率。

[0016] 3、退火效果好,能有效提高多晶硅铸锭成品的成品率,并且,由于多晶硅铸锭过程在真空环境下进行,并且退火过程一般都在低压环境下进行,而低压环境下,硅的熔点降低,相应硅的软化点也降低,但现有退火工艺中,仍按照常压状态下硅的熔点和软化点设计退火温度,导致实际退火温度较高(通常情况下,第一退火温度为1370℃~1390℃),影响退火效果。而本发明中,考虑到低压环境下硅的熔点和软化点均降低,第一退火温度设计为1250℃~1280℃,退火温度设计合理,并且能有效节省退火时间。同时,第二次退火温度设计为900℃~950℃,在该温度条件下,硅氧发生相变,硅易于氧发生反应并生成二氧化硅等,发生相变过程中能有效释放硅晶格应力,从而达到低温退火释放硅晶格应力的目的,同时能有效减少退火时间。

[0017] 4、多晶硅铸锭炉内加热器采用双电源进行单独控制,不需要更改多晶硅铸锭炉内的加热器结构,投入成本低且实现方便,顶部加热器和侧部加热器采用各自独立的电源,顶部加热器和侧部加热器能进行单独控制且二者的加热功率能分开单独进行控制,此时控制方式具有以下优点:第一、更加节能,不必须顶部加热器和侧部加热器采用同样的加热功率,从而达到减少加热电力的目的,同时能有效减少单位时间内冷却水带走的热量,从而间接地减少了动力制冷设备的负荷;第二、能更好地控制热场,由于顶部加热器和侧部加热器能进行单独控制,能简便实现顶部加热器和侧部加热器分开加热的目的,从而能达到有效控制热场的目的;第三、对于晶体生长过程及退火过程具有很大的改善作用,有利于在多晶硅铸锭炉内部形成更均匀的垂直梯度热场,从而更好地控制长晶速率和退火效果,使得长晶界面更加平缓,从而减少阴影、红区等不利因素,加热效果更佳;同时使铸锭内部热场分布均匀,进一步提高退火效果;第四、能有效减轻主线路上承载的负荷,有效减少主线路上的电流叠加量,从而减少线路负载量,对于母线和配电室有一定的保护作用;第五、能延长内部热场的使用寿命。

[0018] 5、使用效果好,退火温度设计合理,能有效改善多晶硅铸锭成品内的应力状态,并能形成更均匀的垂直梯度热场,尤其对于尺寸较大的铸锭而言,退火过程中热场分布均匀,退火效果更佳,能有效避免因温度加热温度分布不均匀导致的退火效果较差、影响多晶硅铸锭成品质量等问题。

[0019] 综上所述,本发明工艺步骤简单、设计合理且实现简便、使用效果好,分两次进行退火,第一次退火根据低压状态下硅的软化点合理设定退火温度,第二次在低温条件下进行退火使硅晶格应力得到有效释放,提高多晶硅铸锭成品质量。

[0020] 下面通过附图和实施例,对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

## 附图说明

- [0021] 图1为本发明的方法流程框图。
- [0022] 图2为本发明多晶硅铸锭炉内顶部加热器与侧部加热器的布设位置示意图。
- [0023] 图3为本发明顶部加热器、侧部加热器与加热功率调节装置的电路原理框图。
- [0024] 附图标记说明:
  - [0025] 1—坩埚; 2—顶部加热器; 2-1—顶部加热电源;
  - [0026] 3—多晶硅铸锭炉; 4—侧部加热器; 4-1—侧部加热电源;
  - [0027] 5—DS块; 6—加热功率调节装置; 7—坩埚护板;
  - [0028] 8—保温筒; 9—托杆。

## 具体实施方式

- [0029] 实施例1
- [0030] 如图1所示的一种多晶硅铸锭用退火工艺,包括以下步骤:
- [0031] 步骤一、第一次退火:多晶硅铸锭过程中长晶结束后,经1h将多晶硅铸锭炉3的加热温度降至T1,并保温2.5;其中,T1=1260℃;
- [0032] 步骤二、第二次退火:经1h将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T1降至T2,并保温2.5h;T2=920℃。
- [0033] 本实施例中,步骤一中进行第一次退火过程中和步骤二中进行第二次退火过程中,均向所述多晶硅铸锭炉3内充入惰性气体并将多晶硅铸锭炉3内的气压保持在Q1,其中Q1=200Pa。
- [0034] 并且,所述惰性气体为氩气。
- [0035] 实际加工时,可根据具体需要,对T1、T2和Q1的取值大小分别进行相应调整。
- [0036] 本实施例中,步骤二中第二次退火完成后,完成所加工多晶硅铸锭的退火过程,再将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温。
- [0037] 本实施例中,将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温时,按照100℃/h的降温速率进行冷却。
- [0038] 实际进行冷却时,可根据具体需要,对降温速率进行相应调整。
- [0039] 本实施例中,步骤一中多晶硅铸锭过程中长晶结束后,经50min~70min将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T3降至T1;其中T3为长晶结束后所述多晶硅铸锭炉3的加热温度,且T3=1398℃。
- [0040] 实际使用时,可根据具体需要,对T3的取值大小进行相应调整。
- [0041] 目前,多晶硅铸锭方法主要有半熔铸锭法和全熔铸锭法两种,半熔铸锭法也称为有籽晶铸锭多晶硅法,是指采用毫米级硅料作为形核中心进行外延生长,铸造低缺陷高品质的多晶硅铸锭;全熔铸锭法也称为无籽晶铸锭多晶硅法或无籽晶高效多晶硅技术,是指采用非硅材料在坩埚底部制备表面粗糙的异质形核层,通过控制形核层的粗糙度与形核时过冷度来获得较大形核率,铸造低缺陷高品质多晶硅铸锭。此处,多晶硅铸锭工艺采用全熔铸锭法,因而步骤一中进行第一退火之前,按照常规多晶硅全熔铸锭法中的装料、预热、熔

料和长晶方法,完成多晶硅铸锭的装料、预热、熔料和长晶过程。其中,预热、熔料和长晶过程中,向多晶硅铸锭炉3内充入惰性气体并将多晶硅铸锭炉3内气压保持在Q2,其中Q2=550mbar~650mbar。

[0042] 实际使用过程中,可根据具体需要,对Q2的取值大小进行相应调整。

[0043] 实际进行装料时,先按照常规全熔铸锭法的装料方法进行装料。装料完成后,将坩埚1放置于多晶硅铸锭炉3内的DS块5上。其中,DS块5为石墨块,所述石墨块的导热性很强。所述DS块5也称为定向固化块或DS-BLOCK。所述多晶硅铸锭炉3内设置有保温筒8。之后,再按照常规半熔铸锭法的预热方法对坩埚1内的硅料进行预热。预热完成后,再开始进行熔化。

[0044] 本实施例中,所述多晶硅铸锭炉3为G5型铸锭炉。并且,所述多晶硅铸锭炉3具体为浙江晶盛机电股份有限公司生产的G5型铸锭炉。所述坩埚1为石英坩埚且其为G5坩埚,并且生产出来的多晶硅铸锭为G5锭。

[0045] 实际使用时,所述石英坩埚的装料量为600kg左右。

[0046] 本实施例中,所述石英坩埚的装料量为560kg。实际使用过程中,可以根据具体需要,对所述石英坩埚的装料量进行相应调整。

[0047] 本实施例中,如图2、图3所示,步骤一中所述顶部加热器2通过第一电极与顶部加热电源2-1连接,四个所述侧部加热器4均通过第二电极与侧部加热电源4-1连接;所述顶部加热电源2-1和侧部加热电源4-1均与加热功率调节装置6连接,所述加热功率调节装置6为对顶部加热电源2-1和侧部加热电源4-1的输出功率分别进行调节的功率调节装置。

[0048] 所述顶部加热电源2-1和侧部加热电源4-1均为功率可调节电源,并且顶部加热器2和四个所述侧部加热器4分别采用两个不同的电源(即所述顶部加热电源和所述侧部加热电源),能实现顶部加热器2和侧部加热器4的单独控制,使用操作简便且使用效果好。

[0049] 本实施例中,所述加热功率调节装置6中包括两个加热功率调节设备,两个所述加热功率调节设备分别为对顶部加热器2的加热功率进行调节的第一加热功率调节设备和对四个所述侧部加热器4的加热功率进行同步调节的第二加热功率调节设备。

[0050] 实际使用时,两个所述加热功率调节设备也可以共用一个所述加热功率调节设备,只需能达到对两个所述电源分别进行控制的目的即可。

[0051] 本实施例中,所述顶部加热器2和侧部加热器4均为现有多晶硅铸锭炉采用的现有加热器,所述顶部加热器2和四个所述侧部加热器4的结构和布设位置均为现有多晶硅铸锭炉相同。每个所述侧部加热器4均与位于其内侧的坩埚1的侧壁呈平行布设。

[0052] 所述坩埚1的四个侧壁外侧均设置有坩埚护板7,所述侧部加热器4位于坩埚护板7外侧;所述坩埚护板7为呈竖直向布设的石墨板。

[0053] 同时,所述坩埚1下方还设置有托杆9。

[0054] 实际安装时,所述顶部加热器2和四个所述侧部加热器4均通过吊装件吊装在多晶硅铸锭炉3的顶盖上。

[0055] 本实施例中,步骤一中进行第一次退火之前,进行长晶时,将多晶硅铸锭炉3的加热温度降至T4后,开始进行定向凝固并进入长晶过程,其中T4为多晶硅结晶温度;长晶过程如下:

[0056] 步骤A1、将多晶硅铸锭炉3的加热温度控制在T4,并保温50min~70min;本步骤中,

所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度为60mm~100mm；

[0057] 步骤A2、将所述多晶硅铸锭炉3的加热温度控制在T4，并保温100min~140min；本步骤中，所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度与步骤A1中的提升高度相同；

[0058] 步骤A3、将多晶硅铸锭炉3的加热温度控制在T4，并保温160min~200min；本步骤中，所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度为105mm~115mm；

[0059] 步骤A4、将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T4逐渐降至T5，降温时间为7h~9h；本步骤中，所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度为205mm~215mm；其中， $T_5 = 1405^{\circ}\text{C} \sim 1425^{\circ}\text{C}$ ；

[0060] 步骤A5、将多晶硅铸锭炉3的加热温度控制在T5，并保温7h~9h；本步骤中，所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度与步骤A4中的提升高度相同；

[0061] 步骤A6、将多晶硅铸锭炉3的加热温度控制在T5，并保温7h~9h；本步骤中，所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度与步骤A4中的提升高度相同；

[0062] 步骤A7、将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T5逐渐降至T3，降温时间为4h~5.5h；本步骤中，所述多晶硅铸锭炉3的隔热笼提升高度与步骤A4中的提升高度相同。

[0063] 实际加工时，可根据具体需要，将T4在 $1420^{\circ}\text{C} \sim 1440^{\circ}\text{C}$ 范围内进行相应调整。

[0064] 其中，步骤A4中将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T4逐渐降至T5过程中和步骤A7中将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T5逐渐降至T3中，通过减小四个所述侧部加热器4的加热功率或减少四个所述侧部加热器4的加热时间对多晶硅铸锭炉3的加热温度进行降低。

[0065] 实际进行多晶硅铸锭时，通常均在真空环境下进行，并且退火过程一般都在低压环境下进行。由于低压环境下，硅的熔点降低，相应硅的软化点也降低。而现有退火工艺中，仍按照常压状态下硅的熔点和软化点设计退火温度，导致实际退火温度较高（通常情况下，第一退火温度为 $1370^{\circ}\text{C} \sim 1390^{\circ}\text{C}$ ），影响退火效果。而本发明中，考虑到低压环境下硅的熔点和软化点均降低，第一退火温度设计为 $1250^{\circ}\text{C} \sim 1280^{\circ}\text{C}$ ，退火温度设计合理，并且能有效节省退火时间。同时，第二次退火温度设计为 $900^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$ ，在该温度条件下，硅氧发生相变，硅易于氧发生反应并生成二氧化硅等，发生相变过程中能有效释放硅晶格应力，提高铸锭成品质量，从而达到低温退火释放硅晶格应力的目的，同时能有效减少退火时间。

[0066] 与常规的退火工艺相比，采用本发明公开的退火工艺能使多晶硅铸锭成品的成品率提高5%以上。

[0067] 并且，加工成型铸锭成品的表面无杂质，无粘埚现象，少子寿命 $>5.5\mu\text{s}$ （微秒），硬质点比例 $<0.5\%$ ，成品率为68%以上。

[0068] 实施例2

[0069] 本实施例中，与实施例1不同的是：步骤一中多晶硅铸锭过程中长晶结束后，经70min将多晶硅铸锭炉3的加热温度降至T1，并保温3h；其中， $T_1 = 1250^{\circ}\text{C}$ ；步骤二中经70min将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T1降至T2，并保温3h， $T_2 = 900^{\circ}\text{C}$ ； $Q_1 = 180\text{Pa}$ ， $T_3 = 1395^{\circ}\text{C}$ ；将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温时，按照 $90^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 的降温速率进行冷却。

[0070] 本实施例中，其余方法步骤和工艺参数均与实施例1相同。

[0071] 并且，加工成型铸锭成品的表面无杂质，无粘埚现象，少子寿命 $>5.5\mu\text{s}$ （微秒），硬质点比例 $<0.5\%$ ，成品率为65%以上。

[0072] 实施例3

[0073] 本实施例中，与实施例1不同的是：步骤一中多晶硅铸锭过程中长晶结束后，经

50min将多晶硅铸锭炉3的加热温度降至T1，并保温2h，T1=1280℃；步骤二中经50min将多晶硅铸锭炉3的加热温度由T1降至T2，并保温2h，T2=950℃；Q1=250Pa，T3=1405℃；将所加工多晶硅铸锭随炉冷却至室温时，按照120℃/h的降温速率进行冷却。

[0074] 本实施例中，其余方法步骤和工艺参数均与实施例1相同。

[0075] 并且，加工成型铸锭成品的表面无杂质，无粘埚现象，少子寿命>5.5us(微秒)，硬质点比例<0.5%，成品率为65%以上。

[0076] 以上所述，仅是本发明的较佳实施例，并非对本发明作任何限制，凡是根据本发明技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、变更以及等效结构变化，均仍属于本发明技术方案的保护范围内。

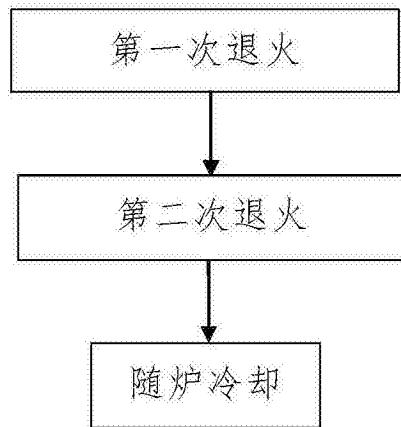


图1

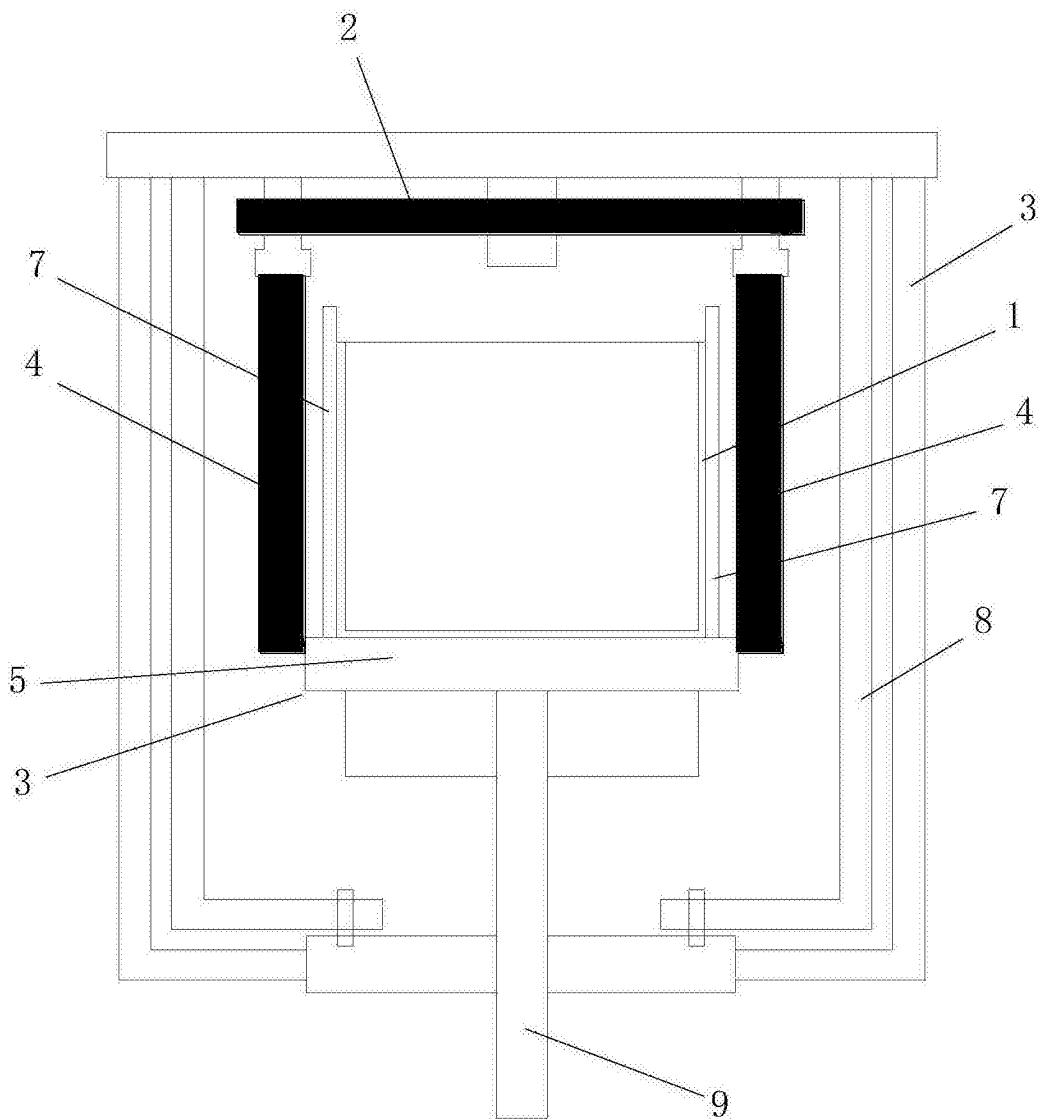


图2

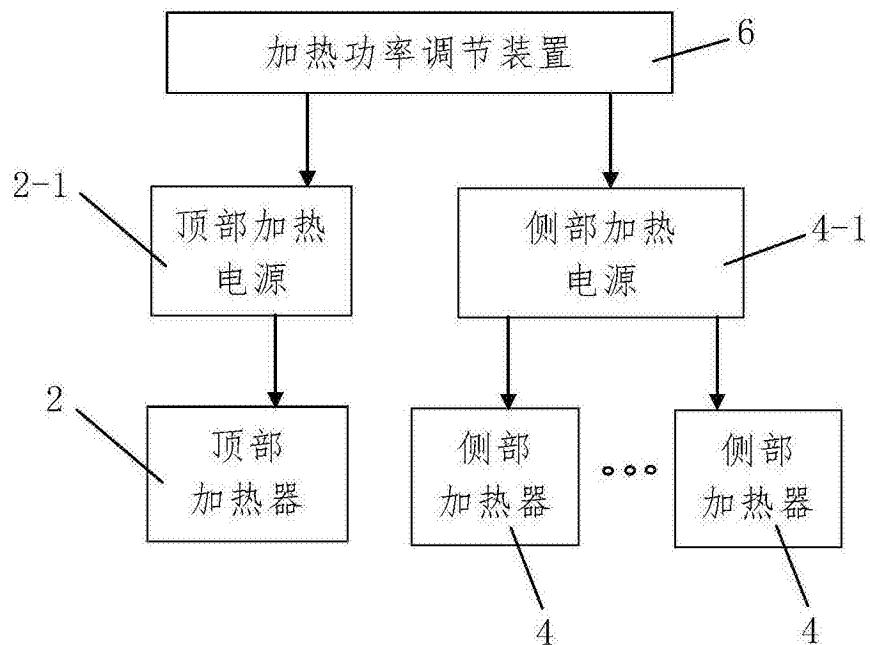


图3