



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103469302 A

(43) 申请公布日 2013. 12. 25

(21) 申请号 201310373487. 3

(22) 申请日 2013. 08. 23

(71) 申请人 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 李鹏廷 王峰 安广野
姜大川 熊华江 黄佳琪

(51) Int. Cl.

C30B 28/06 (2006. 01)

C30B 33/02 (2006. 01)

C30B 29/06 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺

(57) 摘要

本发明属于多晶硅铸锭领域,具体涉及一种缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,包括装料抽真空并预热、熔化保温、长晶、退火、降温 and 开方,其中,长晶包括中央长晶阶段和边角长晶阶段,其特征在于边角长晶阶段进行到 $1/4 \sim 1/6$ 时即进行下一步的退火阶段。本发明的优点在于:(1)通过缩短边角长晶阶段的时间,提前进入退火阶段,有效的缩短了整个工艺时间 $2 \sim 3h$,并且还能有效防止铸锭顶部杂质的反扩散,提高多晶硅铸锭的质量;(2)由于工艺时间的缩短,减少了电力和人力成本的支出,使得整个铸锭工艺的成本降低5%左右。

1. 一种缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,包括装料抽真空并预热、熔化保温、长晶、退火、降温 and 开方,其中,长晶包括中央长晶阶段和边角长晶阶段,其特征在于边角长晶阶段进行到 $1/4 \sim 1/6$ 时即进行下一步的退火阶段。

2. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的装料抽真空并预热是将多晶硅料装入铸锭炉中的石英坩埚内,然后抽真空至 $0.5 \sim 0.9\text{Pa}$,开启预热,在 $2 \sim 3\text{h}$ 内石英坩埚内温度达到 $1100 \sim 1200^\circ\text{C}$ 。

3. 根据权利要求 2 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的多晶硅料的纯度为 $5 \sim 6\text{N}$ 。

4. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的熔化保温是向铸锭炉内通入氩气作为保护气,使炉内压力保持在 $40 \sim 60\text{KPa}$,然后加热升温,使得石英坩埚内温度在 $4 \sim 6\text{h}$ 内达到 $1550 \sim 1570^\circ\text{C}$ 并保温 $8 \sim 9\text{h}$ 。

5. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的中央长晶阶段是先将炉内压力调整至 $50 \sim 70\text{KPa}$,然后经 0.5h 内将石英坩埚内温度降到 $1420 \sim 1430^\circ\text{C}$,然后温度从 $1420 \sim 1430^\circ\text{C}$ 经过 $27 \sim 29\text{h}$ 降低到 $1410 \sim 1415^\circ\text{C}$ 。

6. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的边角长晶阶段是在 0.5h 降温到 $1405 \sim 1410^\circ\text{C}$,完成边角长晶阶段的 $1/4 \sim 1/6$ 。

7. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的退火是将多晶硅铸锭在 0.5h 内降温到 $1310 \sim 1370^\circ\text{C}$ 并保温 $2 \sim 4\text{h}$ 。

8. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的降温是向铸锭炉内通入循环氩气冷却,控制降温速率为 $60 \sim 80^\circ\text{C}/\text{h}$,降至 400°C 后取出多晶硅铸锭。

9. 根据权利要求 1 所述的缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,其特征在于所述的开方是将多晶硅铸锭经过切除顶部杂质及四周边角料后,置于开方机中进行开方。

缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺

技术领域

[0001] 本发明属于多晶硅铸锭领域,具体涉及一种缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺。

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。根据《可再生能源中长期发展规划》,到 2020 年,中国力争使太阳能发电装机容量达到 1.8GW (百万千瓦),到 2050 年将达到 600GW。预计到 2050 年,中国可再生能源的电力装机将占全国电力装机的 25%,其中光伏发电装机将占到 5%。预计 2030 年之前,中国太阳能装机容量的复合增长率将高达 25% 以上。

[0004] 太阳能光伏产业的发展依赖于对多晶硅原料的提纯。多晶硅原料的提纯工艺目前主要依赖以下几种工艺:西门子法、硅烷法、气体流化床法和冶金法。以上几种方法都会涉及到多晶硅最终的铸锭工艺,铸锭过程主要分为六个阶段,包括装料抽真空并预热、熔化保温、长晶、退火、降温和开方。

[0005] 在长晶阶段中,从硅液底部开始凝固长晶,由于长晶界面是凸形,所以中央部位会先凝固长晶到硅液上表面,即完成中央长晶阶段;然后顶部两侧再慢慢长晶完成,即完成边角长晶阶段。目前,太阳能发电成本相比火力发电仍然很高,这使得如何降低成本成为研究的一个方向。其中,在长晶阶段中用时很长,一般需要 60 小时以上,这使得铸锭过程中的人力、电力等成本居高不下。因此,尽可能缩短铸锭周期是非常必要的。

发明内容

[0006] 根据以上现有技术的不足,本发明的目的是提出一种缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,通过缩短边角长晶的时间,以达到节约人力和电力成本,以此降低太阳能发电的成本。

[0007] 本发明所述的一种缩短边角长晶时间的多晶硅铸锭工艺,包括装料抽真空并预热、熔化保温、长晶、退火、降温和开方,其中,长晶包括中央长晶阶段和边角长晶阶段,边角长晶阶段进行到 $1/4 \sim 1/6$ 时即进行下一步的退火阶段。

[0008] 其中,所述的装料抽真空并预热优选方案如下:将多晶硅料装入铸锭炉中的石英坩埚内,然后抽真空至 $0.5 \sim 0.9\text{Pa}$,开启预热,在 $2 \sim 3\text{h}$ 内石英坩埚内温度达到 $1100 \sim 1200^\circ\text{C}$ 。

[0009] 所述的多晶硅料的纯度优选为 $5 \sim 6\text{N}$ ($99.999\% \sim 99.9999\%$)。多晶硅铸锭阶段要求硅料的纯度要高,对于太阳能电池来说,通常要求在 $5 \sim 6\text{N}$,因此只要满足这个要求即

可。

[0010] 所述的熔化保温优选方案如下：向铸锭炉内通入氩气作为保护气，使炉内压力保持在 40 ~ 60KPa，然后加热升温，使得石英坩埚内温度在 4 ~ 6h 内达到 1550 ~ 1570℃并保温 8 ~ 9h。

[0011] 所述的中央长晶阶段优选方案如下：先将炉内压力调整至 50 ~ 70KPa，然后经 0.5h 内将石英坩埚内温度降到 1420 ~ 1430℃，然后温度从 1420 ~ 1430℃经过 27 ~ 29h 降低到 1410 ~ 1415℃。

[0012] 所述的边角长晶阶段优选方案如下：在 0.5h 降温到 1405 ~ 1410℃，完成边角长晶阶段的 1/4 ~ 1/6。

[0013] 所述的退火优选方案如下：将多晶硅铸锭在 0.5h 内降温到 1310 ~ 1370℃并保温 2 ~ 4h。

[0014] 所述的降温优选方案如下：向铸锭炉内通入循环氩气冷却，控制降温速率为 60 ~ 80℃/h，降至 400℃后取出多晶硅铸锭。

[0015] 所述的开方优选方案如下：将多晶硅铸锭经过切除顶部杂质及四周边角料后，置于开方机中进行开方。

[0016] 在本发明工艺中，边角长晶阶段只进行到 1/4 ~ 1/6 程度时即可，不需要剩余部分全部长晶完成。主要原因在于多晶硅铸锭过程中，其中的杂质受到分凝系数的影响会在上表层集中凝固，因此铸锭完成后，需要切除硅锭顶部 3 ~ 4cm，而边角长晶阶段的厚度也为 3 ~ 4cm，所以从根本上并不需要边角长晶完成，只需要在后续的退火工艺中凝固即可。而只进行到 1/4 ~ 1/6 的地步，是为了顶部杂质的反扩散考虑的。

[0017] 本发明的优点在于：(1) 通过缩短边角长晶阶段的时间，提前进入退火阶段，有效的缩短了整个工艺时间 2 ~ 3h，并且还能有效防止铸锭顶部杂质的反扩散，提高多晶硅铸锭的质量；(2) 由于工艺时间的缩短，减少了电力和人力成本的支出，使得整个铸锭工艺的成本降低 5% 左右。

具体实施方式

[0018] 以下结合实施例对本发明做进一步说明。

[0019] 实施例 1：

[0020] 按照以下工艺进行多晶硅铸锭：

[0021] (1) 装料抽真空并预热：将纯度为 5N 多晶硅料装入铸锭炉中的石英坩埚内，然后抽真空至 0.5Pa，开启预热，在 2h 内石英坩埚内温度达到 1100℃。

[0022] (2) 熔化保温：向铸锭炉内通入氩气作为保护气，使炉内压力保持在 40KPa，然后加热升温，使得石英坩埚内温度在 4h 内达到 1550℃并保温 8h。

[0023] (3) 中央长晶阶段：先将炉内压力调整至 50KPa，然后经 0.5h 内将石英坩埚内温度降到 1420℃，然后温度从 1420℃经过 27h 降低到 1410℃。

[0024] (4) 边角长晶阶段：在 0.5h 降温到 1405℃，完成边角长晶阶段的 1/6。

[0025] (5) 退火：将多晶硅铸锭在 0.5h 内降温到 1310℃并保温 2h。

[0026] (6) 降温：向铸锭炉内通入循环氩气冷却，控制降温速率为 60℃/h，降至 400℃后取出多晶硅铸锭。

[0027] (7)开方 :将多晶硅铸锭经过切除顶部杂质及四周边角料后,置于开方机中进行开方。

[0028] 实施例 2 :

[0029] (1)装料抽真空并预热 :将纯度为 6N 多晶硅料装入铸锭炉中的石英坩埚内,然后抽真空至 0.9Pa,开启预热,在 3h 内石英坩埚内温度达到 1200℃。

[0030] (2)熔化保温 :向铸锭炉内通入氩气作为保护气,使炉内压力保持在 60KPa,然后加热升温,使得石英坩埚内温度在 6h 内达到 1570℃并保温 9h。

[0031] (3)中央长晶阶段 :先将炉内压力调整至 70KPa,然后经 0.5h 内将石英坩埚内温度降到 1430℃,然后温度从 1430℃经过 29h 降低到 1415℃。

[0032] (4)边角长晶阶段 :在 0.5h 降温到 1410℃,完成边角长晶阶段的 1/4。

[0033] (5)退火 :将多晶硅铸锭在 0.5h 内降温到 1370℃并保温 4h。

[0034] (6)降温 :向铸锭炉内通入循环氩气冷却,控制降温速率为 80℃ /h,降至 400℃后取出多晶硅铸锭。

[0035] (7)开方 :将多晶硅铸锭经过切除顶部杂质及四周边角料后,置于开方机中进行开方。