

(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
2022年7月14日 (14.07.2022)



(10) 国际公布号
WO 2022/148402 A1

(51) 国际专利分类号:
C30B 29/06 (2006.01) C30B 15/20 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2022/070545

(22) 国际申请日: 2022年1月6日 (06.01.2022)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
202110024166.7 2021年1月8日 (08.01.2021) CN
202110984273.4 2021年8月25日 (25.08.2021) CN

(71) 申请人: 隆基绿能科技股份有限公司 (LONGI GREEN ENERGY TECHNOLOGY CO., LTD.) [CN/CN]; 中国陕西省西安市长安区航天中路388号, Shaanxi 710100 (CN)。

(72) 发明人: 邓浩 (DENG, Hao); 中国陕西省西安市长安区航天中路388号, Shaanxi 710100 (CN)。

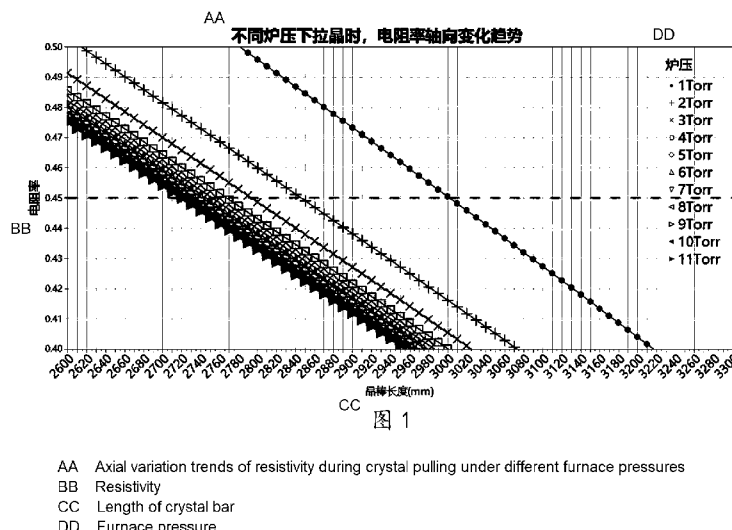
谢志宴 (XIE, Zhiyan); 中国陕西省西安市长安区航天中路388号, Shaanxi 710100 (CN)。 靳乾 (JIN, Qian); 中国陕西省西安市长安区航天中路388号, Shaanxi 710100 (CN)。

(74) 代理人: 北京润泽恒知识产权代理有限公司 (BEIJING RUN ZEHENG INTELLECTUAL PROPERTY LAW FIRM); 中国北京市海淀区中关村南大街甲18号北京国际C座6层606, Beijing 100081 (CN)。

(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, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL,

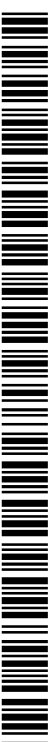
(54) Title: CRYSTAL PULLING PROCESS FOR SINGLE-CRYSTAL SILICON

(54) 发明名称: 一种单晶硅拉晶工艺方法



(57) Abstract: A crystal pulling process for single-crystal silicon doped with a volatile dopant. The crystal pulling process comprises using a low furnace pressure of no more than 18 Torr in a single-crystal furnace during an equal-diameter stage of crystal growth, and keeping the flow of argon gas introduced into the single-crystal furnace in a constant range, so as to achieve equal-diameter crystal pulling under a low furnace pressure. By means of the process, the axial resistivity attenuation slope of the single crystal doped with the volatile dopant, especially gallium, can be reduced, and the resistivity effective length thereof can be increased.

(57) 摘要: 一种掺有挥发性掺杂剂单晶硅拉晶工艺方法, 所述拉晶工艺方法包括在晶体生长的等径阶段单晶炉采用不超过18Torr的低炉压, 单晶炉炉内通入氩气流量保持在恒定范围内, 实现在较低炉压下进行等径拉晶。通过该工艺方法, 可以降低掺有挥发性掺杂剂, 尤其是镓的单晶的轴向电阻率衰减斜率, 提高其电阻率有效长度。



WO 2022/148402 A1

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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ,
NA, RW, 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, 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))。

一种单晶硅拉晶工艺方法

相关申请的交叉引用

本申请要求在 2021 年 08 月 25 日提交中国专利局、申请号为 202110984273.4、名称为“一种单晶硅拉晶工艺方法”；以及在 2021 年 01 月 08 日提交中国专利局、申请号为 202110024166.7、名称为“一种单晶硅拉晶工艺方法”的中国专利申请的优先权，其全部内容通过引用结合在本申请中。

技术领域

本公开属于单晶硅生长技术领域，尤其涉及一种给定目标电阻率的 CZ 拉制掺有掺杂剂(包括挥发性掺杂剂)的单晶硅拉晶工艺方法，特别涉及掺镓单晶硅拉晶工艺方法。在晶体生长工艺中控制晶棒的头部电阻率准确性，提高生产效率和成品率。

背景技术

随着全球气候变化带来的环境危机和化石能源过度开采引起的能源危机，人们越来越重视清洁能源的发展，而光伏发电作为最具代表性的清洁能源，日益受到全球的重视并得到大力发展。

目前，光伏发电主要的基础材料为掺镓的 P 型单晶，相比传统的掺硼单晶，由于其避免了 BO 复合体的产生，有效降低了初始光致衰减(LID)，保证了 P 型光伏组件能够长期保持高效稳定可靠运行。

然而，镓的分凝系数很低，只有 0.008。掺镓单晶头部与尾部电阻率一般分别设定为 1.0 和 0.4，根据分凝原理可知，在晶棒生长过程中，晶棒的电阻率会随其长度增长而逐渐降低，限制了电阻率有效范围内的晶棒长度，同时氧含量增加，晶棒少子寿命变低。

概述

本公开旨在解决掺有掺杂剂(尤其是挥发性掺杂剂，如镓)单晶轴向电阻率衰减速度较快，电阻率有效长度范围在原理上受限制的问题。

题、氧含量增加及少子寿命变低的问题。

本公开具体技术方案如下：

1. 一种单晶硅拉晶工艺方法，所述拉晶工艺方法包括在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压不超过 18Torr，单晶炉炉内通入氩气流量保持在恒定范围内，所述单晶硅掺有掺杂剂。

2. 根据项 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，在晶体生长的等径阶段随晶棒长度增加逐步降低单晶炉炉压。

3. 根据项 2 所述的单晶硅拉晶工艺方法，在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压不超过 15Torr；优选地，单晶炉炉压不超过 10Torr。

4. 根据项 2 所述的单晶硅拉晶工艺方法，当单晶硅等径长度在大于 0mm 且小于 250mm 范围内任一长度时，控制单晶炉炉压为 U_{5a} ， U_{5a} 取值在 8-15Torr 范围内；当单晶硅等径长度在大于或等于 250mm 且小于 600mm 范围内时，控制单晶炉炉压为 U_{5b} ， U_{5b} 取值在 4-12Torr 范围内；当单晶硅等径长度在 600mm 及以上时，控制单晶炉炉压为 U_{5c} ， U_{5c} 取值在 2-8Torr 范围内；其中 $U_{5c} < U_{5b} < U_{5a}$ 。

5. 根据项 2 所述的单晶硅拉晶工艺方法，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：

当晶体生长到预设长度时，获取单晶炉炉压值 U ；

比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_5 ，当 $U > U_5$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_5$ 。

6. 根据项 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：

当晶体生长到预设长度时，获取单晶炉炉压值 U ；

比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_5 ，

当 $U \leq U_5$ 时，保持真空泵频率不变；

当 $U > U_5$ 时，增大真空泵频率，随后检测单晶炉炉压 U ，并比较 U 和 U_5 的大小，当 $U \leq U_5$ 时，保持真空泵频率不变。

7. 根据项 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 100mm 且小于 350mm 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{51} , 当 $U > U_{51}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{51}$, 其中 U_{51} 取值在 6-14Torr 范围内, 优选 U_{51} 取值在 8-12Torr 范围内;

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 350mm 且小于 600mm 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{52} , 当 $U > U_{52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{52}$, 其中 U_{52} 取值在 4-10Torr 范围内, 优选 U_{52} 取值在 5-8Torr 范围内;

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 600mm 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{53} , 当 $U > U_{53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{53}$, 其中 U_{53} 取值在 2-8Torr 范围内, 优选 U_{53} 取值在 2-6Torr 范围内;

其中 $U_{53} < U_{52} < U_{51}$ 。

8. 根据项 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 逐步降低单晶炉炉压的过程包括:

当单晶硅等径长度为小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{51} , 当 $U > U_{51}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{51}$, 其中 U_{51} 取值在 4-10Torr 范围内;

当单晶硅等径长度为大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{52} , 当 $U > U_{52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{52}$, 其中 U_{52} 取值在 2-4Torr 范围内;

当单晶硅等径长度为大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{53} , 当 $U > U_{53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{53}$, 其中 U_{53} 取值在 0-2Torr 范围内;

其中 $U_{53} < U_{52} < U_{51}$ 。

9. 根据项 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法,

当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{5501} , U_{5501} 取值在 1-3Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时,控制单晶炉炉压为 U_{S502} , U_{S502} 取值在 0.3-2Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时,控制单晶炉炉压为 U_{S503} , U_{S503} 取值在 0.01-0.3Torr;

其中 $U_{S503} < U_{S502} < U_{S501}$ 。

10. 根据项 9 所述的单晶硅拉晶工艺方法,

当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10%范围内任一长度时,获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S51} , 当 $U > U_{S51}$ 时,降低炉压直至 $U \leq U_{S51}$, U_{S51} 取值在 1-3Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时,获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S52} , 当 $U > U_{S52}$ 时,降低炉压直至 $U \leq U_{S52}$, U_{S52} 取值在 0.3-2Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时,获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S53} , 当 $U > U_{S53}$ 时,降低炉压直至 $U \leq U_{S53}$, U_{S53} 取值在 0.01-0.3Torr 范围内;

其中 $U_{S53} < U_{S52} < U_{S51}$ 。

11. 根据项 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法,

当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10%范围内任一长度时,控制单晶炉炉压为 U_{S501} , U_{S501} 不超过 500mTorr;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时,控制单晶炉炉压为 U_{S502} , U_{S502} 不超过 300mTorr;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时,控制单晶炉炉压为 U_{S503} , U_{S503} 不超过 100mTorr;

其中 $U_{S503} < U_{S502} < U_{S501}$ 。

12. 根据项 11 所述的单晶硅拉晶工艺方法,

当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10%范围内任一长度时,获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S51} , 当 $U > U_{S51}$ 时,降低炉压直至 $U \leq U_{S51}$, U_{S51} 不超过 500mTorr;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S52} , 当 $U > U_{S52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S52}$, U_{S52} 不超过 300mTorr;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S53} , 当 $U > U_{S53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S53}$, U_{S53} 不超过 100mTorr;

其中 $U_{S53} < U_{S52} < U_{S51}$ 。

13. 根据项 1-3 任一项所述的单晶硅拉晶工艺方法, 所述方法还包括在等径阶段之前的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段对炉内压力进行控制;

优选地, 在所述熔料/加料、引晶、放肩、转肩阶段中, 炉压不超过 18Torr, 进一步优选地, 炉压不超过 2Torr。

14. 根据项 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 在晶体生长的等径阶段至少一个时刻单晶炉炉压 U 、晶棒等径长度百分比 L 、氩气流量 P 、真空泵频率 F 之间满足:

$$U = A * L + B * P + D * F + C,$$

其中,

$$1 \leq A \leq 10, 0.01 \leq B \leq 0.02, -0.6 \leq D \leq -0.2, 10 \leq C \leq 25;$$

单晶炉炉压 U 单位为 Torr、晶棒等径长度百分比 L 为已拉制长度占总晶棒长度的百分比、氩气流量 P 单位为 slpm、真空泵频率 F 单位为 HZ。

15. 根据项 14 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 炉压 $0.001\text{Torr} \leq U \leq 15\text{Torr}$, 氩气流量 $0\text{slpm} < P \leq 70\text{slpm}$; 真空泵频率 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 。

16. 根据项 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于, 在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压范围为 0-15Torr, 优选 2-10Torr。

17. 根据项 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于, 所述单晶炉炉内通入氩气流量为 40-100slpm, 优选 50-70slpm。

18. 根据权项 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，在晶体生长的等径阶段至少一个时刻单晶炉炉压 U、晶棒等径长度百分比 L、氩气流量 P、真空泵频率 F 之间满足：

$$U = A * L + B * P + D * F + C,$$

其中，

$$5 \leq A \leq 10, 0.01 \leq B \leq 0.02, -0.6 \leq D \leq -0.2, 15 \leq C \leq 20;$$

单晶炉炉压 U 单位为 Torr、晶棒等径长度百分比 L 为已拉制长度占总晶棒长度的百分比、氩气流量 P 单位为 slpm、真空泵频率 F 单位为 HZ。

19. 根据项 18 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，炉压 $2\text{Torr} \leq U \leq 10\text{Torr}$ ，氩气流量 $50\text{slpm} \leq P \leq 70\text{slpm}$ ；真空泵频率 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 。

20. 根据项 1-19 任一项所述的单晶硅拉晶工艺方法，所述掺杂剂为镓。镓的质量百分含量优选为 0.01%-0.03%。

根据本公开的一个实施方式，所述拉晶工艺方法中，所述真空泵优选为干泵。

本公开中 Torr 为压强单位，1Torr 即 1mmHg，1Torr=1000mtorr；slpm 为 stard liter per minute 缩写，即标准公升每分钟流量值。

本公开的技术方案具有如下技术效果：

(1) 本公开采用低炉压拉晶工艺，加快了包括镓在内的杂质元素的挥发速度，溶液中杂质元素减少，从而抑制晶棒电阻率衰减速率，增长电阻率有效范围内的晶棒长度，当尾部电阻率为 0.45 时，晶棒长度增加明显，拉出比增加提高，少子寿命大幅提升，可达 10%以上，改善效果明显。

(2) 在本公开的低炉压下，硅的熔点下降，环境温度会发生一定程度的下降，坩埚壁受热温度随之下下降，坩埚溶解速率也会降低，导致氧含量降低，有效控制晶体中的氧含量，晶棒头部氧含量降低明显，

降氧效果明显。

附图简述

图 1-根据本公开具体实施方式部分理论模型模拟不同炉压下拉晶时轴向电阻率衰减趋势图。

图 2-图 1 方框部分的局部放大图。

详细描述

说明书后续描述为实施本公开的较佳实施方式，所述描述是以说明书的一般原则为目的，并非用以限定本公开的范围。本公开的保护范围当以权利要求所界定的范围为准。下面将参照附图更详细地描述本公开的具体实施方式。虽然附图中显示了本公开的具体实施例，然而应当理解，可以以各种形式实现本公开而不应被这里阐述的实施例所限制。

本公开提供了一种低炉压单晶硅拉晶工艺方法。

本公开采用切克劳斯基法(简称为 CZ 法)制作单晶硅，该方法通过将多晶硅硅料放置在石英坩埚内融化，在直拉单晶过程中，首先让籽晶和熔体接触，使固液界面处的熔硅沿着籽晶冷却结晶，并通过缓慢拉出籽晶而生长，引晶完成之后通过降低拉速和/或熔体温度来放大晶体生长直径直至达到目标直径；转肩之后，通过控制拉速和熔体温度使晶体生长进入“等径生长”阶段；最后，通过增大拉速和提高熔体温度使晶体生长面的直径逐步减小形成尾锥，直至最后晶体离开熔体表面，即完成了单晶硅棒的生长。

具体来说，以生长硅棒为例，向坩埚内装料，将硅料全部融化，获得熔体。并待熔体稳定后，进入到上述调温作业阶段。接着降下籽晶至离熔体液面一定距离后，使籽晶预热，以减小籽晶与熔体的温度差，抑制籽晶与熔体接触时籽晶内部产生热应力。待籽晶与熔体之间的温度差满足温度要求范围后，进入引晶阶段。在引晶阶段，将籽晶插入熔体内，使籽晶与熔体熔接。之后，通常采用高拉速将晶体直径缩小到长度要求范围内，以防止生长的晶棒内产生位错。引晶阶段完

成后需要将晶体直径放大到目标直径。具体的，当细颈生长到足够长度，并且达到一定的提拉速率后，可适当降低提拉速率进入放肩阶段。当放肩阶段的晶体直径接近预设的目标直径时，为使得放肩阶段生长出的晶体能够平滑，且直径均匀地过渡到等径阶段，需要进行转肩阶段。待晶体直径生长到预设目标直径后，进入到等径阶段。在等径阶段，为保持晶体的等温面为平面，坩埚的高度会随着晶体的升高而发生变化。待晶体的等径长度满足预设的目标等径长度后，进行收尾阶段。收尾阶段的作用是防止晶体在突然脱离熔体液面时出现位错反延现象，确保等径作业阶段生长出的晶棒具有良好的品质。待收尾阶段结束后，根据实际生长情况选择继续加料，进行连续拉晶，或进入停炉阶段，完成拉晶工作。

本公开提供了一种单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，所述拉晶工艺方法包括在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压不超过 18Torr，单晶炉炉内通入氩气流量保持在恒定范围内，所述单晶硅掺有掺杂剂。

在本公开的一个实施方式中，所述工艺方法可选地包括：熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段、等径阶段，具体如下：

熔料/加料阶段 S100：将硅块放置到石英坩埚中，通入氩气，控制炉压 0.5-15Torr，熔料功率 60-110Kw，硅料加热融化形成均一的硅熔体，融料起始阶段控制氩气流量为 10-100SLPM，待坩埚内料块完全熔化为液体后，熔料阶段结束，随后进入稳温阶段，热场稳定到合适的引晶温度，为籽晶与硅熔体熔接做好准备，稳温阶段控制炉压 0.5-10Torr，氩气流量为 10-100SLPM；

引晶阶段 S200：籽晶与硅熔体熔接，排除固液接触时产生的位错，控制炉压 0.5-15Torr，氩气流量为 10-100SLPM，最高不得超过 120SLPM，为熔接过程提供一个稳定的环境，避免籽晶在溶解过程中出现晃动，为了提高成晶率，控制熔接直径上限为 16.5mm，熔接直径下限为 13mm，最小直径值为 10mm，调整引晶增益值为 0.085；

放肩阶段 S300：调整温度和拉速，将直径放大到所需晶体直径，单晶硅棒直径为 240-310mm，放肩阶段控制氩气流量为 10-100SLPM，控制炉压 0.5-15Torr；

转肩阶段 S400: 晶体直径达到规定要求后, 调节拉速和温度, 进行转肩, 使得晶体能够进入到等直径生长的阶段, 转肩阶段控制氩气流量为 10-100SLPM, 控制炉压 0.5-15Torr;

等径阶段 S500: 硅棒达到规定直径后进入等径阶段, 通过控制单晶硅棒的拉速和炉内熔体的温度控制单晶生长过程, 这一阶段晶体生长趋于稳定, 过程中随晶棒长度增加逐步降低炉压, 等径 200mm 后保持炉压不超过 2Torr, 氩气流量降低。并同步调整功率等其他拉晶参数。等径全程由系统自动化控制;

收尾阶段: 随着晶体生长, 坩埚中熔硅不断减少, 剩料到达一定重量后, 通过改变拉速和温度使单晶硅棒直径变小, 通过减少热冲击对晶体脱离液面时产生的位错长度, 这一阶段可将氩气流量升高到 40-100SLPM, 炉压控制在 0-15Torr。

.....

循环往复, 直至本炉完结。

在本公开的一个实施方式中, 在晶体生长的等径阶段随晶棒长度增加逐步降低单晶炉炉压。

在本公开的一个实施方式中, 在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压不超过 15Torr; 优选地, 单晶炉炉压不超过 10Torr;

例如, 单晶炉炉压可以为 0.001、0.01、0.02、0.03、0.04、0.05、0.06、0.07、0.08、0.09、0.1、0.15、0.2、0.25、0.3、0.35、0.4、0.45、0.5、0.55、0.6、0.65、0.7、0.75、0.8、0.85、0.9、0.95、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4、4.5、5、5.5、6、6.5、7、7.5、8、8.5、9、9.5、10、10.5、11、11.5、12、12.5、13、13.5、14、14.5、15 或其之间的任意范围。

在本公开的一个实施方式中, 当单晶硅等径长度在大于 0mm 且小于 250mm 范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{5a} , U_{5a} 取值在 8-15Torr 范围内; 当单晶硅等径长度在大于或等于 250mm 且小于 600mm 范围内时, 控制单晶炉炉压为 U_{5b} , U_{5b} 取值在 4-12Torr 范围内; 当单晶硅等径长度在 600mm 及以上时, 控制单晶炉炉压为 U_{5c} , U_{5c} 取值在 2-8Torr 范围内; 其中 $U_{5c} < U_{5b} < U_{5a}$ 。

在本公开的一个实施方式中，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：
当晶体生长到预设长度时，获取单晶炉炉压值 U ；
比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_5 ，当 $U > U_5$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_5$ 。

在本公开的一个实施方式中，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：
当晶体生长到预设长度时，获取单晶炉炉压值 U ；
比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_5 ，
当 $U \leq U_5$ 时，保持真空泵频率不变；
当 $U > U_5$ 时，增大真空泵频率，随后检测单晶炉炉压 U ，并比较 U 和 U_5 的大小，当 $U \leq U_5$ 时，保持真空泵频率不变。

在本公开的一个实施方式中，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：
当单晶硅等径长度生长到大于或等于 100mm 且小于 350mm 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ；比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{51} ，当 $U > U_{51}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{51}$ ，其中 U_{51} 取值在 6-14Torr 范围内，优选 U_{51} 取值在 8-12Torr 范围内；

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 350mm 且小于 600mm 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ；比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{52} ，当 $U > U_{52}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{52}$ ，其中 U_{52} 取值在 4-10Torr 范围内，优选 U_{52} 取值在 5-8Torr 范围内；

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 600mm 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ；比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{53} ，当 $U > U_{53}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{53}$ ，其中 U_{53} 取值在 2-8Torr 范围内，优选 U_{53} 取值在 2-6Torr 范围内；

其中 $U_{53} < U_{52} < U_{51}$ 。

在本公开的一个实施方式中，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：
当单晶硅等径长度为小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ；比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{51} ，当 $U > U_{51}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{51}$ ，其中 U_{51} 取值在 4-10Torr 范围内；

当单晶硅等径长度为大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ；比较获取的单晶炉

炉压值 U 与预设的炉压值 U_{52} , 当 $U > U_{52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{52}$, 其中 U_{52} 取值在 2-4Torr 范围内;

当单晶硅等径长度为大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{53} , 当 $U > U_{53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{53}$, 其中 U_{53} 取值在 0-2Torr 范围内;

在本公开的一个优选实施方式中, 当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S501} , U_{S501} 取值在 1-3Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S502} , U_{S502} 取值在 0.3-2Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S503} , U_{S503} 取值在 0.01-0.3Torr;

其中 $U_{S503} < U_{S502} < U_{S501}$, 其中 U_{S501} 小于引晶、放肩、转肩任一阶段的预设炉压值。

具体地, 当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S51} , 当 $U > U_{S51}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S51}$, U_{S51} 取值在 1-3Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S52} , 当 $U > U_{S52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S52}$, U_{S52} 取值在 0.3-2Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S53} , 当 $U > U_{S53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S53}$, U_{S53} 取值在 0.01-0.3Torr 范围内;

其中 $U_{S53} < U_{S52} < U_{S51}$, 其中, U_{S51} 小于引晶、放肩、转肩任一阶段的预设炉压值。

在本公开的一个优选实施方式中，当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时，控制单晶炉炉压为 U_{S501} ， U_{S501} 不超过 500mTorr；

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，控制单晶炉炉压为 U_{S502} ， U_{S502} 不超过 300mTorr；

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，控制单晶炉炉压为 U_{S503} ， U_{S503} 不超过 100mTorr；

其中 $U_{S503} < U_{S502} < U_{S501}$ ，其中 U_{S501} 小于引晶、放肩、转肩任一阶段的预设炉压值。

具体地，当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ，比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S51} ，当 $U > U_{S51}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{S51}$ ， U_{S51} 不超过 500mTorr；

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ，比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S52} ，当 $U > U_{S52}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{S52}$ ， U_{S52} 不超过 300mTorr；

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ，比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S53} ，当 $U > U_{S53}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{S53}$ ， U_{S53} 不超过 100mTorr；

其中 $U_{S53} < U_{S52} < U_{S51}$ ，其中 U_{S51} 小于引晶、放肩、转肩任一阶段的预设炉压值。

在本公开的一个实施方式中，所述方法还包括在等径阶段之前的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段对炉内压力进行控制；优选地，在所述熔料/加料、引晶、放肩、转肩阶段中，炉压不超过 18Torr，进一步优选地，炉压不超过 2Torr；

例如，熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段的炉压可以为 0.001、0.01、0.02、0.03、0.04、0.05、0.06、0.07、0.08、0.09、0.1、0.15、0.2、0.25、0.3、0.35、0.4、0.45、0.5、0.55、0.6、0.65、0.7、0.75、0.8、0.85、0.9、0.95、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4、4.5、5、5.5、6、6.5、7、7.5、8、8.5、9、9.5、10、

10.5、11、11.5、12、12.5、13、13.5、14、14.5、15、15.5、16、16.5、17、17.5、18Torr 或其之间的任意范围。

在本公开的一个实施方式中，在晶体生长的等径阶段至少一个时刻单晶炉炉压 U、晶棒等径长度百分比 L、氩气流量 P、真空泵频率 F 之间满足：

$$U = A * L + B * P + D * F + C,$$

其中，

$$1 \leq A \leq 10, 0.01 \leq B \leq 0.02, -0.6 \leq D \leq -0.2, 10 \leq C \leq 25;$$

单晶炉炉压 U 单位为 Torr、晶棒等径长度百分比 L 为已拉制长度占总晶棒长度的百分比、氩气流量 P 单位为 slpm、真空泵频率 F 单位为 HZ；其中，炉压 $0.001\text{Torr} \leq U \leq 15\text{Torr}$ ，氩气流量 $0\text{slpm} < P \leq 70\text{slpm}$ ；真空泵频率 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 。

在本公开的一个实施方式中，单晶硅掺有掺杂剂。

在本公开的一个优选实施方式中，所述掺杂剂为镓。

单晶炉是一种在惰性气体环境中，用石墨加热器将多晶硅等多晶材料融化，并用直拉法生长无错位硅单晶的设备。采用单晶炉生产硅单晶过程中，为了满足电池片加工的要求，在晶体硅生长过程中添加掺杂剂，满足电学性能的要求。五族元素常用作单晶硅的 N 型掺杂剂，主要有磷、砷、锑等。三族元素常用作单晶硅的 P 型掺杂剂，主要有硼、铝、镓等。但是实际采用单晶炉生产硅单晶过程中，由于上述掺杂剂的掺杂元素在硅单晶内生长界面处固液两相中的扩散速度不同，从而导致拉制成型硅单晶晶体的纵向电阻率不一致，即拉制成型硅单晶晶体的电阻率由头部至尾部逐渐降低。尤其是对于 N 型硅单晶来说，其硅单晶晶体头尾之间的电阻率相差特别大。例如，目前所生产半导体级单晶硅的电阻率由头部至尾部衰减较为严重，半导体级单晶硅头部的电阻率约 $38 \Omega \cdot \text{cm}$ ，半导体级单晶硅中部的电阻率约 $32 \Omega \cdot \text{cm}$ ，而其尾部的电阻率约 $20 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

其中，因硼在硅中的分凝系数 (0.8) 较接近 1，制得的掺硼硅晶体电阻率分布较均匀。然而，掺硼硅片制备的电池片使用后会呈现光致衰减现象，降低电池的转换效率，目前主要认为是掺杂硼原子和晶

体硅中的氧原子在太阳光照射下形成的硼-氧复合体有关。

通过掺入镓可以避免硼-氧复合体的生成，抑制光衰减现象。但镓的分凝系数较小(0.008)导致得到的晶体硅的电阻率范围较宽，尤其是在长晶过程中最后生长出的晶体硅部分(直拉单晶硅的尾部、定向凝固的多晶硅锭或类单晶硅的头部)的镓掺杂浓度较高，电阻率偏低，电阻率满足要求的区域($1-3\Omega \cdot \text{cm}$)过少，可用于制备高效太阳能电池的晶体硅的收率只有50%-60%，这使得生长晶体硅的成本过高。

在本公开技术方案中，采用低炉压拉晶工艺，甚至达到毫托级，当炉压接近镓原子饱和蒸气压 0.01Torr 时，镓原子挥发速度加快，此时包括 P、As、Zn、Mg、Ca、Mn 等元素的饱和蒸气压均 $>0.01\text{Torr}$ ，在此条件下也会快速挥发，因此在此条件下熔硅中的杂质会快速减少。随着镓原子的快速挥发，溶液中镓原子快速减少，从而可抑制晶棒电阻率衰减速率，增长电阻率有效范围内的晶棒长度，拉晶过程中的电阻率均匀性提高，电阻率变化范围波动小，控制在 ± 0.1 内，少子寿命大幅提升，可达 10% 以上，电阻率分布均匀，达到了很好的技术效果。

术语“少子寿命”指非平衡少数载流子的平均生存时间称为少数载流子寿命，简称少子寿命。晶体硅(Crystalline silicon)太阳能电池的少数载流子(少子)寿命是评估太阳能电池的重要参数之一，它与材料的完整性和杂质含量有极密切的关系。少子寿命反映了太阳能电池表面和基体对光生载流子的复合速度，即反映了光生载流子的利用程度。

术语中的“氧含量”指晶体中的氧浓度，是晶体品质的核心参数之一，主要来源于石英坩埚，在熔融状态下，熔硅与石英坩埚反应生成 SiO 熔与硅熔体中，在拉晶过程中，硅熔体中绝大部分 SiO 经熔体表面自由挥发掉，一部分由于分凝进入单晶体内，一部分则留在硅熔体中。由于在刚开始等径过程中，坩埚内硅熔体较多，与坩埚接触面积最大，因此此时氧含量较高，在氧含量高于一定程度后，会形成空位氧缺陷环，在晶体冷却过程中会形成热失主或氧沉淀，最终影响少子寿命或电阻率。

氧含量/少子寿命：表征单晶硅内在品质的技术参数（在光伏领

域，通常氧含量越低越好，少子寿命越高越好）。

直拉单晶硅：一种生长单晶硅的生长技术，不同的导电类型单晶硅需掺入不同元素，例如，掺入硼（B）为 P 型单晶硅，掺入磷（P）为 N 型单晶硅。

电阻率公式表示为 $\rho = 1/qp\mu$ （其中 ρ 为电阻率， q 为单位电荷量， p 为 p 型硅中的空穴浓度或者 n 型硅中的电子浓度， μ 为多数载流子迁移率）。在非补偿硅中，该式中 μ 和 p 的关系已经通过以往大量实验得到了明确，可以通过测试电阻率直接换算成硅晶体中载流子浓度。但是在存在补偿效应的硅晶体中，施主和受主的杂质总浓度、补偿度都将造成迁移率偏离原有的 μ - p 关系，并且这种偏离难以预先测量。

术语“尾部电阻率 0.45 时的晶棒长度”表示晶棒尾部电阻率为 0.45 $\Omega \cdot \text{cm}$ 时，拉制晶棒的长度。

术语“尾部电阻率 0.45 时的拉出比”表示晶棒尾部电阻率为 0.45 $\Omega \cdot \text{cm}$ 时，拉出晶棒的重量与坩埚初始总投料量的比例。

通过实施例可以对本公开做进一步详细说明，这些实施例仅用来说明本公开，并不限制本公开的范围。本公开的实施例部分由“实施例”、“对比例”、“比较例”、“实验例”组成。

下面将详细地描述本公开的具体实施例。虽然在此显示了本公开的具体实施例，然而应当理解，可以以各种形式实现本公开而不应被这里阐述的实施例所限制。相反，提供这些实施例是为了能够更透彻地理解本公开，并且能够将本公开的范围完整的传达给本领域的技术人员。

实施例 1

掺有镓的单晶硅晶体生长过程（CZ 法）如下：

熔料阶段，保持炉压为 11-15Torr（压强单位，1Torr 即 1mmHg），氩气流量为 100slpm（stard liter per minute，即标准公升每分钟流量值）。

调温、引晶、放肩阶段，保持炉压为 11-15torr。

等径阶段，随晶棒长度增加逐步降低炉压，降低至 0-10Torr。
等径全程由系统自动化控制，通过调节氩气流量和/或干泵频率来控制炉压。参数如下表 1 所示：

表 1

等径长度 (mm)	炉压 (Torr)
0	11-15
150	10-14
250	8-12
350	6-10
600	4-8
1500	3-7
2500	2-6
3250	2-6
3400	2-6

收尾阶段，炉压逐步恢复至正常水平。

进入下一循环。

采用干泵调节炉压，为了保护干泵，设定了干泵频率上限，避免其满负荷运载，影响使用寿命。

对比例 1

对比例 1 和实施例 1 的区别仅在于下表炉压等参数不同，本对比例中炉压数据如下对比表 1：

对比表 1

等径长度 (mm)	炉压 (Torr)
0	70
150	50-60
250	40-50
350	30-40
600	20-30
1500	15-20
2500	10-15

比较例 1

实施例 1、对比例 1 所得 2500mm 单晶硅晶棒头部电阻率和有效晶棒尾部电阻率比较如下比较表 1:

比较表 1

	实施例 1	对比例 1
晶棒头部电阻率	1.01	1.01
有效晶棒尾部电阻率	0.50	0.46

参见上比较表 1, 所得 2500mm 单晶硅晶棒在头部电阻率相等的情况下, 实施例 1 中有效晶棒尾部电阻率高于对比例 1。

实施例 2

掺有镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下:

在晶体生长的熔料阶段、调温阶段、引晶阶段、放肩阶段, 保持单晶炉的炉压为 11-15Torr, 氩气流量 100slpm。

在等径阶段, 按照如下表 2 控制晶棒等径长度百分比、单晶炉炉压, 通过调节氩气流量和/或干泵频率来控制炉压使其相互对应。

表 2

等径长度百分比	炉压 (Torr)
0%	10
4%	7
7%	5
10%	4
18%	3
44%	2
74%	2
96%	2
100%	2

对比例 2

对比例 2 和实施例 2 的区别仅在于下表所示参数不同，对比例 2 中炉压等数据如下对比表 2：

对比表 2

等径长度百分比	炉压 (Torr)
0%	70
4%	70
7%	70
10%	70
18%	68
44%	58
74%	40
96%	20
100%	10

实施例 3

掺有镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下:

在晶体生长的熔料阶段、调温阶段、引晶阶段、放肩阶段, 保持单晶炉的炉压 11-15Torr, 氩气流量 100slpm。

等径阶段, 按照如下表 3 控制晶棒等径长度百分比为 L、单晶炉炉压 U、氩气流量 P、干泵频率 F 使其相互对应, 并始终保持其相互之间满足 $U = A * L + B * P + D * F + C$,

其中 $5 \leq A \leq 10$, $0.01 \leq B \leq 0.02$, $-0.6 \leq D \leq -0.2$, $15 \leq C \leq 20$ 。

其中, 炉压取值在 $2\text{Torr} \leq U \leq 10\text{Torr}$ 范围内, 氩气流量取值在 $50\text{slpm} \leq P \leq 70\text{slpm}$ 范围内; 干泵频率取值在 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 范围内
本实施例中相关参数如下表 3 所示:

表 3 晶体生长的等径阶段的参数

等径长度百分比	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)	干泵频率 (HZ)
0%	10	70	20
4%	7	70	20
7%	5	70	30
10%	4	60	30
18%	3	60	35
44%	2	60	35
74%	2	50	40
96%	2	50	50
100%	2	50	60

比较例 2

实施例 2、3、对比例 2 所得 100%单晶硅晶棒头部电阻率和有效晶棒尾部电阻率比较如下比较表 2:

比较表 2

	实施例 2	实施例 3	对比例 2
晶棒头部电阻率	1.01	1.01	1.01
有效晶棒尾部电阻率	0.50	0.49	0.46

参见上比较表 2, 所得 100%单晶硅晶棒在头部电阻率相等的情况下, 实施例 2、实施例 3 中有效晶棒尾部电阻率均高于对比例 2。

实施例 4

掺有镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下:

在晶体生长的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段, 保持单晶炉的炉压为 5-11Torr, 氩气流量为 70slpm, 干泵频率为 20 Hz;

等径阶段, 按照如下表 4 控制晶棒等径长度百分比为 L、单晶炉炉压 U、氩气流量 P、干泵频率 F 使其相互对应, 并始终保持其相互之间满足 $U = A * L + B * P + D * F + C$,

其中 $1 \leq A \leq 10$, $0.01 \leq B \leq 0.02$, $-0.6 \leq D \leq -0.2$, $10 \leq C \leq 25$ 。

其中, 炉压取值在 $0.01\text{Torr} \leq U \leq 4\text{Torr}$ 范围内, 氩气流量取值在 $5\text{slpm} \leq P \leq 50\text{slpm}$ 范围内; 干泵频率取值在 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 范围内

本实施例中相关参数如下表 4 所示:

表 4 晶体生长的等径阶段的参数

等径长度百分比	炉压 (Torr)	氩气流量 (slm)	干泵频率 (Hz)
1%	4	50	20
4%	2	40	25
7%	1.5	30	30
10%	1	20	40
17%	0.8	15	40
45%	0.3	12	50
73%	0.08	10	54
85%	0.03	7	56
100%	0.01	5	58

实施例 5

掺有镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下:

在晶体生长的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段, 保持单晶炉的炉压为 5-11Torr, 氩气流量为 70slm, 干泵频率为 20 Hz;

等径阶段, 按照如下表 5 控制晶棒等径长度百分比为 L、单晶炉炉压 U、氩气流量 P、干泵频率 F 使其相互对应, 并始终保持其相互之间满足 $U = A * L + B * P + D * F + C$,

其中 $1 \leq A \leq 10$, $0.01 \leq B \leq 0.02$, $-0.6 \leq D \leq -0.2$, $10 \leq C \leq 25$ 。

其中, 炉压取值在 $0.01\text{Torr} \leq U \leq 1.5\text{Torr}$ 范围内, 氩气流量取值在 $5\text{slm} \leq P \leq 35\text{slm}$ 范围内; 干泵频率取值在 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 范围内

本实施例中相关参数如下表 5 所示:

表 5 晶体生长的等径阶段的参数

等径长度百分比	炉压 (Torr)	氩气流量 (slm)	干泵频率 (Hz)
1%	1.5	35	35
4%	1.2	30	35
7%	1	20	40
10%	1	20	40
17%	0.8	15	40
45%	0.3	12	50
73%	0.08	10	54
85%	0.03	7	56
100%	0.01	5	58

实施例 6

掺有镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下:

在晶体生长的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段, 保持单晶炉的炉压为 5-11Torr, 氩气流量为 70slm, 干泵频率为 20 Hz;

等径阶段, 按照如下表 6 控制晶棒等径长度百分比为 L、单晶炉炉压 U、氩气流量 P、干泵频率 F 使其相互对应, 并始终保持其相互之间满足 $U = A * L + B * P + D * F + C$,

其中 $1 \leq A \leq 10$, $0.01 \leq B \leq 0.02$, $-0.6 \leq D \leq -0.2$, $10 \leq C \leq 25$ 。

其中, 炉压取值在 $1\text{mTorr} \leq U \leq 500\text{mTorr}$ 范围内, 氩气流量取值在 $5\text{slm} \leq P \leq 35\text{slm}$ 范围内; 干泵频率取值在 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 范围内

本实施例中相关参数如下表 6 所示:

表 6 晶体生长的等径阶段的参数

等径长度百分比	炉压 (mTorr)	氩气流量 (slm)	干泵频率 (Hz)
1%	500	35	35
4%	420	30	35
7%	380	20	40
10%	300	20	40
17%	200	15	40
45%	100	12	50
73%	50	10	54
85%	10	7	56
100%	1	5	58

实施例 7

实施例 7 与实施例 5 相比, 区别在于晶体生长的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段, 保持单晶炉的炉压不超过 2Torr, 其余参数相同, 等径阶段的参数同实施例 5。

实施例 8

实施例 8 与实施例 6 相比, 区别在于晶体生长的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段, 保持单晶炉的炉压不超过 2Torr, 其余参数相同, 等径阶段的参数同实施例 6。

实验例 1

对比条件: 电阻率要求: 0.4—1.0, 热场尺寸 26 寸, 单炉投料量: 330kg, 炉压 11Torr, 氩气流量: 80L/min, 圆棒尺寸: 228mm;

实验条件: 电阻率要求: 0.4—1.0, 热场尺寸 26 寸, 单炉投料量: 330kg, 炉压 < 1.5Torr, 氩气流量: 5—70L/min, 圆棒尺寸: 228mm;

表征方法: 电阻率: 四探针法检测; 氧含量: 傅里叶红外检测; 少子寿命: BCT400 设备检测。

其他实验条件按本领域通常的实验条件进行

比较例 3

实施例 4-8 所得 100%单晶硅晶棒头部电阻率和有效晶棒尾部电阻率比较如下比较表 3:

比较表 3

	实施例 4	实施例 5	实施例 6	实施例 7	实施例 8	实施例 2
晶棒头部电阻率	1.01	1.01	1.01	1.01	1.01	1.01
尾部电阻率 0.45 时的晶棒长度 (mm)	2450	2550	2800	2600	2950	2150
尾部电阻率 0.45 时的拉出比	70.63%	73.52%	80.73%	74.96%	85.00%	61.99%
晶棒长度 100%时的少子寿命 (%)	335us	367us	408us	385us	421us	280us

从比较表 3 可知,从实施例 4-6 可知,熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段,保持单晶炉的炉压为 5-11Torr,而在等径阶段,炉压控制得越低,尾部电阻率 0.45 时的晶棒长度越长,尾部电阻率 0.45 时的拉出比越高,晶棒长度 100%时的少子寿命越低。

从实施例 7 与实施例 5、从实施例 8 和实施例 6 可以看出,在等径阶段炉压相同的情况下,当熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段,保持单晶炉的炉压不超过 2Torr 时,尾部电阻率 0.45 时的晶棒长度越长,尾部电阻率 0.45 时的拉出比越高,晶棒长度 100%时的少子寿命越低,即技术效果越好。

现有技术中,通常采用较高的固定炉压控制掺镓单晶,其轴向电阻率衰减速率恒定。本公开通过在晶体生长的等径阶段控制炉压等参数,实现在等径阶段变炉压的拉晶工艺,促进镓的挥发,从而降低其衰减速率,提升电阻率有效长度。

本公开依据的理论模型如下:

$$L = \frac{(\rho_T - \rho_W) \times 0.5L_0}{\rho_T - \left[\frac{1.305 \times 10^{16}}{C(0)E(1-0.5)^{K-1}} + \frac{1.133 \times 10^{17}}{C(0)E(1-0.5)^{K-1} [1 + (2.58 \times 10^{-19} \times C(0)E(1-0.5)^{K-1-0.737}]} \right]}$$

$$E = \left[\frac{(1-0.5) \left(\frac{Z_1}{Z_0} - 1 \right)}{\frac{Z_1}{Z_0} - (1-0.5)} \right]^{\frac{\kappa T^{0.75} p_{Bx}^0 (1-m^2)}{K C_{Si} m^2 Z_1 P R}}$$

其中： L 为已拉制长度占总晶棒长度的百分比，即等径长度百分比；

ρ_T 为电阻率管控上限，即晶棒头部电阻率；

ρ_w 为电阻率管控下限，即有效晶棒的尾部电阻率；

L_0 为将所有硅液拉制为晶棒的长度；

$C(0)$ 为等径开始时刻硅液中镓浓度；

K 为镓分凝系数；

E 为挥发系数；

Z_1 为坩埚高度；

Z_0 为初始硅液高度；

κ 为气体扩散系数常数；

T 为硅液温度 (K)；

P_{Bx}^0 为镓蒸汽压；

m 为晶棒直径与坩埚内径之比；

K 为玻尔兹曼常数；

C_{Si} 为硅液中硅原子浓度；

P 为炉内气压；

R 为晶体生长速度。

在头部电阻率相等的情况下，炉压越低，电阻率轴向衰减的斜率越低。根据上述理论模型模拟不同炉压下拉晶时轴向电阻率衰减趋势，得到如图 1 和图 2 所示，炉压 2Torr 相比炉压 11Torr 拉晶电阻率为 0.45 时的长度增加了约 130mm。由此可以在理论上证明，低炉压拉晶对改善掺镓单晶的轴向电阻率衰减及提升电阻率有效长度是可行的。

根据上述理论模型，通过等径炉压控制等径时工艺参数，可稳定在低炉压条件下控制掺镓单晶。

与本公开相关的拉晶工艺方法中，所示工艺方法可选地包括：

S1、熔料阶段，保持正常炉压和氩气流量。通常，正常炉压为11-15Torr，氩气流量为40-100slm。熔料功率为50-90kw，待坩埚内料块完全熔化为液体后，熔料阶段结束。下降籽晶至调温高度。

S2、调温、引晶、放肩阶段，保持正常炉压。将籽晶浸入硅液中，直至出现四个晶点，表示熔接成功，可上升籽晶进行引晶，引晶长度一般为100-250mm，目的是排除位错。引晶结束后，进入放肩阶段，晶体直径逐渐变大，形成锥形肩部，直至直径达到等径直径，进行转肩，转肩完成后进入等径阶段。

S3、等径阶段，随晶棒长度增加逐步降低炉压，一般降低至0-10Torr。并同步调整真空泵功率等其他拉晶参数。等径全程由系统自动化控制。

S4、收尾阶段，炉压和其他参数逐步恢复至正常水平。等径长度达到要求时，退出等径阶段，逐步将晶棒提离液面。

S5、熔料阶段，保持正常炉压

.....

循环往复，直至本炉完结。

其中S1、S2、S3可在装料阶段进行，S4可在收尾阶段进行。

与现有技术相比，本公开的一个方面有益效果在于：通过在等径阶段控制干泵频率和/或氩气流量，可稳定在较低炉压下控制掺镓单

晶，有效降低掺镓单晶轴向电阻率衰减速率，增大电阻率有效范围内的晶棒长度。

实施例 9

掺有 0.014% (质量百分含量) 镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下：

S1、熔料阶段，保持正常炉压和氩气流量。正常炉压为 11-15Torr (压强单位，1Torr 即 1mmHg)，氩气流量为 100slpm (standard liter per minute，即标准公升每分钟流量值)。

S2、调温、引晶、放肩阶段，保持正常炉压。

S3、等径阶段，随晶棒长度增加逐步降低炉压，降低至 0-10Torr。等径全程由系统自动化控制。参数如下表 7 所示：

表 7

等径长度 (mm)	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)
0	11-15	50-70
150	10-14	50-70
250	8-12	50-70
350	6-10	50-70
600	4-8	50-70
1500	3-7	50-70
2500	2-6	50-70
3250	2-6	50-70
3400	2-6	50-70

S4、收尾阶段，炉压逐步恢复至正常水平。

S5、熔料阶段，保持正常炉压。

采用干泵调节炉压，为了保护干泵，设定了干泵频率上限，避免其满负荷运载，影响使用寿命。

实施例 10

实施例 10 和实施例 9 的区别仅在于单晶炉氩气流量不同，实施例 10 中氩气流量数据如下表 8：

表 8

等径长度 (mm)	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)
0	11-15	71-100
150	10-14	71-100
250	8-12	71-100
350	6-10	71-100
600	4-8	71-100
1500	3-7	71-100
2500	2-6	71-100
3250	2-6	71-100
3400	2-6	71-100

对比例 3

对比例 3 和实施例 9 的区别仅在于下表炉压等参数不同, 本对比例中炉压数据如下对比表 3:

对比表 3

等径长度 (mm)	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)
0	70	50-80
150	50-60	50-80
250	40-50	50-80
350	30-40	50-80
600	20-30	50-80
1500	15-20	50-80
2500	10-15	50-80

比较例 4

实施例 9 和 10、对比例 1 所得 2500mm 单晶硅晶棒头部电阻率和有效晶棒尾部电阻率比较如下比较表 4:

比较表 4

	实施例 1	实施例 2	对比例 1
晶棒头部电阻率	1.01	1.01	1.01
有效晶棒尾部电阻率	0.50	0.48	0.46

参见上比较表 4, 所得 2500mm 单晶硅晶棒在头部电阻率相等的情况下, 实施例 9 和实施例 10 中有效晶棒尾部电阻率均高于对比例 1。

实施例 11

掺有 0.014% (质量百分含量) 镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下:

S1、在晶体生长的熔料阶段、调温阶段、引晶阶段、放肩阶段，保持单晶炉的炉压 11-15Torr，氩气流量 100slpm。

S2、在等径阶段，当晶棒等径长度百分比达到如表 3' 设定值时，通过单晶炉内的检测结果获取此刻对应的炉压；

S3、根据等径阶段，晶棒等径长度百分比 L 与对应的预设单晶炉炉压 U_0 对照表（表 3'），比较预设的单晶炉炉压 U_5 与检测的炉压 U 的大小。当 $U_5 \geq U$ 时，则保持干泵频率 F_1 ，氩气流量为 70slpm；当 $U_0 < U$ 时，增大干泵频率 F_1 ，逐步增大干泵频率至 F_2 ，随后检测单晶炉炉压 U ，并比较 U 和 U_5 的大小，当 $U_5 \geq U$ 时，保持干泵频率为 F_2 ；当 $U_5 < U$ 时，继续增大干泵频率，直至等径阶段单晶炉炉压小于或等于 U_5 。

优选地，选取预设单晶炉炉压在 $2\text{Torr} \leq U_5 < 10\text{Torr}$ 范围之内；干泵频率 $20\text{HZ} \leq F < 60\text{HZ}$ 范围之内。

本实施例中相关参数如下表 9 所示：

表 9

等径长度百分比 L	预设的单晶 炉炉压 U_5 (Torr)	氩气流量 (slpm)
0%	10	70
4%	7	70
7%	5	70
10%	4	70
18%	3	70
44%	2	70
74%	2	70
96%	2	70
100%	2	70

S4、收尾阶段，炉压和其他参数逐步恢复至等径前的数值范围。

实施例 12

掺有 0.014% (质量百分含量) 镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法)

如下：

S1、在晶体生长的熔料阶段、调温阶段、引晶阶段、放肩阶段，保持单晶炉的炉压 11-15Torr，氩气流量 100slpm。

S2、在等径阶段，按照如下表 10 控制晶棒等径长度百分比、单晶炉炉压、氩气流量、干泵频率使其相互对应。

表 10

等径长度百分比	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)	干泵频率 (HZ)
0%	10	70	20
4%	7	70	20
7%	5	70	30
10%	4	70	40
18%	3	70	50
44%	2	70	52
74%	2	70	54
96%	2	70	55
100%	2	70	58

对比例 4

对比例 4 和实施例 12 的区别仅在于下表所示参数不同，对比例 4 中炉压等数据如下对比表 2：

对比表 4

等径长度百分比	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)	干泵频率 (HZ)
0%	70	70	20
4%	70	70	20
7%	70	70	30
10%	70	70	40
18%	68	70	50
44%	58	70	52
74%	40	70	54
96%	20	70	55
100%	10	70	58

实施例 13

掺有 0.014% (质量百分含量) 镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法) 如下：

S1、在晶体生长的熔料阶段、调温阶段、引晶阶段、放肩阶段，保持单晶炉的炉压 11-15Torr，氩气流量 100slpm。

S2、在等径阶段，当晶棒等径长度百分比为 L 时，通过单晶炉内的检测结构获取此刻对应的炉压 U；

S3、等径阶段，单晶炉炉压 U、晶棒等径长度百分比 L、氩气流量 P、干泵频率 F 之间满足 $U = A * L + B * P + D * F + C$ ，

其中 $5 \leq A \leq 10$ ， $0.01 \leq B \leq 0.02$ ， $-0.6 \leq D \leq -0.2$ ， $15 \leq C \leq 20$ 。

其中，炉压取值在 $2\text{Torr} \leq U \leq 10\text{Torr}$ 范围内，氩气流量取值在 $50\text{slpm} \leq P \leq 70\text{slpm}$ 范围内；干泵频率取值在 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 范围内

本实施例中相关参数如下表 11 所示：

表 11

等径长度百分比	炉压 (Torr)
0%	10
4%	7
7%	5
10%	4
18%	3
44%	2
74%	2
96%	2
100%	2

实施例 14

掺有 0.014% (质量百分含量) 镓的单晶硅晶体生长过程 (CZ 法)

如下：

S1、在晶体生长的熔料阶段、调温阶段、引晶阶段、放肩阶段，保持单晶炉的炉压 11-15Torr，氩气流量 100slpm。

S2、等径阶段，按照如下表 6' 控制晶棒等径长度百分比为 L、单晶炉炉压 U、氩气流量 P、干泵频率 F 使其相互对应，并始终保持其相互之间满足 $U = A * L + B * P + D * F + C$ ，

其中 $5 \leq A \leq 10$ ， $0.01 \leq B \leq 0.02$ ， $-0.6 \leq D \leq -0.2$ ， $15 \leq C \leq 20$ 。

其中，炉压取值在 $2\text{Torr} \leq U \leq 10\text{Torr}$ 范围内，氩气流量取值在 $50\text{slpm} \leq P \leq 70\text{slpm}$ 范围内；干泵频率取值在 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 范围内

本实施例中相关参数如下表 12 所示：

表 12

等径长度百分比	炉压 (Torr)	氩气流量 (slpm)	干泵频率 (HZ)
0%	10	70	20
4%	7	70	20
7%	5	70	30
10%	4	60	30
18%	3	60	35
44%	2	60	35
74%	2	50	40
96%	2	50	50
100%	2	50	60

比较例 5

实施例 11 至 14、对比例 2 所得 100%单晶硅晶棒头部电阻率和有效晶棒尾部电阻率比较如下比较表 5:

比较表 5

	实施例 3'	实施例 4'	实施例 5'	实施例 6'	对比例 2'
晶棒头部电阻率	1.01	1.01	1.01	1.01	1.01
有效晶棒尾部电阻率	0.49	0.50	0.49	0.49	0.46

参见上比较表 5, 所得 100%单晶硅晶棒在头部电阻率相等的情况下, 实施例 11 至实施例 14 中有效晶棒尾部电阻率均高于对比例 2。

以上所述, 仅是本公开的较佳实施例而已, 并非是对本公开作其它形式的限制, 任何熟悉本专业的技术人员可能利用上述揭示的技术内容加以变更或改型为等同变化的等效实施例。但是凡是未脱离本公开技术方案内容, 依据本公开的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与改型, 仍属于本公开技术方案的保护范围。

权利要求

1. 一种单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，所述拉晶工艺方法包括在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压不超过 18Torr，单晶炉炉内通入氩气流量保持在恒定范围内，所述单晶硅掺有掺杂剂。

2. 根据权利要求 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，在晶体生长的等径阶段随晶棒长度增加逐步降低单晶炉炉压。

3. 根据权利要求 2 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压不超过 15Torr；优选地，单晶炉炉压不超过 10Torr。

4. 根据权利要求 2 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，当单晶硅等径长度在大于 0mm 且小于 250mm 范围内任一长度时，控制单晶炉炉压为 U_{5a} ， U_{5a} 取值在 8-15Torr 范围内；当单晶硅等径长度在大于或等于 250mm 且小于 600mm 范围内时，控制单晶炉炉压为 U_{5b} ， U_{5b} 取值在 4-12Torr 范围内；当单晶硅等径长度在 600mm 及以上时，控制单晶炉炉压为 U_{5c} ， U_{5c} 取值在 2-8Torr 范围内；其中 $U_{5c} < U_{5b} < U_{5a}$ 。

5. 根据权利要求 2 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：

当晶体生长到预设长度时，获取单晶炉炉压值 U ；

比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_5 ，当 $U > U_5$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_5$ 。

6. 根据权利要求 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：

当晶体生长到预设长度时，获取单晶炉炉压值 U ；

比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_5 ，

当 $U \leq U_5$ 时，保持真空泵频率不变；

当 $U > U_5$ 时，增大真空泵频率，随后检测单晶炉炉压 U ，并比较 U 和 U_5 的大小，当 $U \leq U_5$ 时，保持真空泵频率不变。

7. 根据权利要求 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，逐步降低单晶炉炉压的过程包括：

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 100mm 且小于 350mm 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{51} , 当 $U > U_{51}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{51}$, 其中 U_{51} 取值在 6-14Torr 范围内, 优选 U_{51} 取值在 8-12Torr 范围内;

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 350mm 且小于 600mm 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{52} , 当 $U > U_{52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{52}$, 其中 U_{52} 取值在 4-10Torr 范围内, 优选 U_{52} 取值在 5-8Torr 范围内;

当单晶硅等径长度生长到大于或等于 600mm 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{53} , 当 $U > U_{53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{53}$, 其中 U_{53} 取值在 2-8Torr 范围内, 优选 U_{53} 取值在 2-6Torr 范围内;

其中 $U_{53} < U_{52} < U_{51}$ 。

8. 根据权利要求 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于, 逐步降低单晶炉炉压的过程包括:

当单晶硅等径长度为小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{51} , 当 $U > U_{51}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{51}$, 其中 U_{51} 取值在 4-10Torr 范围内;

当单晶硅等径长度为大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{52} , 当 $U > U_{52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{52}$, 其中 U_{52} 取值在 2-4Torr 范围内;

当单晶硅等径长度为大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U ; 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{53} , 当 $U > U_{53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{53}$, 其中 U_{53} 取值在 0-2Torr 范围内;

其中 $U_{53} < U_{52} < U_{51}$ 。

9. 根据权利要求 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于,

当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10%范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S501} , U_{S501} 取值在 1-3Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S502} , U_{S502} 取值在 0.3-2Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S503} , U_{S503} 取值在 0.01-0.3Torr;

其中 $U_{S503} < U_{S502} < U_{S501}$ 。

10. 根据权利要求 9 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于, 当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10%范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S51} , 当 $U > U_{S51}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S51}$, U_{S51} 取值在 1-3Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S52} , 当 $U > U_{S52}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S52}$, U_{S52} 取值在 0.3-2Torr 范围内;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 获取单晶炉炉压值 U , 比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S53} , 当 $U > U_{S53}$ 时, 降低炉压直至 $U \leq U_{S53}$, U_{S53} 取值在 0.01-0.3Torr 范围内;

其中 $U_{S53} < U_{S52} < U_{S51}$ 。

11. 根据权利要求 5 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于, 当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10%范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S501} , U_{S501} 不超过 500mTorr;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10%且小于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S502} , U_{S502} 不超过 300mTorr;

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45%范围内任一长度时, 控制单晶炉炉压为 U_{S503} , U_{S503} 不超过 100mTorr;

其中 $U_{S503} < U_{S502} < U_{S501}$ 。

12. 根据权利要求 11 所述的单晶硅拉晶工艺方法, 其特征在于,

当单晶硅等径长度小于总晶棒长度 10% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ，比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S51} ，当 $U > U_{S51}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{S51}$ ， U_{S51} 不超过 500mTorr；

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 10% 且小于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ，比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S52} ，当 $U > U_{S52}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{S52}$ ， U_{S52} 不超过 300mTorr；

当单晶硅等径长度大于或等于总晶棒长度 45% 范围内任一长度时，获取单晶炉炉压值 U ，比较获取的单晶炉炉压值 U 与预设的炉压值 U_{S53} ，当 $U > U_{S53}$ 时，降低炉压直至 $U \leq U_{S53}$ ， U_{S53} 不超过 100mTorr；

其中 $U_{S53} < U_{S52} < U_{S51}$ 。

13. 根据权利要求 1-3 任一项所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，所述方法还包括在等径阶段之前的熔料/加料阶段、引晶阶段、放肩阶段、转肩阶段对炉内压力进行控制；

优选地，在所述熔料/加料、引晶、放肩、转肩阶段中，炉压不超过 18Torr，进一步优选地，炉压不超过 2Torr。

14. 根据权利要求 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，在晶体生长的等径阶段至少一个时刻单晶炉炉压 U 、晶棒等径长度百分比 L 、氩气流量 P 、真空泵频率 F 之间满足：

$$U = A * L + B * P + D * F + C,$$

其中，

$$1 \leq A \leq 10, 0.01 \leq B \leq 0.02, -0.6 \leq D \leq -0.2, 10 \leq C \leq 25;$$

单晶炉炉压 U 单位为 Torr、晶棒等径长度百分比 L 为已拉制长度占总晶棒长度的百分比、氩气流量 P 单位为 slpm、真空泵频率 F 单位为 HZ。

15. 根据权利要求 14 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，炉压 $0.001\text{Torr} \leq U \leq 15\text{Torr}$ ，氩气流量 $0\text{slpm} < P \leq 70\text{slpm}$ ；真空泵频率 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 。

16. 根据权利要求 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，在晶体生长的等径阶段单晶炉炉压范围为 0-15Torr，优选 2-10Torr。

17. 根据权利要求 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，所述单晶炉炉内通入氩气流量为 40-100slpm，优选 50-70slpm。

18. 根据权利要求 1 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，在晶体生长的等径阶段至少一个时刻单晶炉炉压 U、晶棒等径长度百分比 L、氩气流量 P、真空泵频率 F 之间满足：

$$U = A * L + B * P + D * F + C,$$

其中，

$$5 \leq A \leq 10, 0.01 \leq B \leq 0.02, -0.6 \leq D \leq -0.2, 15 \leq C \leq 20;$$

单晶炉炉压 U 单位为 Torr、晶棒等径长度百分比 L 为已拉制长度占总晶棒长度的百分比、氩气流量 P 单位为 slpm、真空泵频率 F 单位为 HZ。

19. 根据权利要求 18 所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，炉压 $2\text{Torr} \leq U \leq 10\text{Torr}$ ，氩气流量 $50\text{slpm} \leq P \leq 70\text{slpm}$ ；真空泵频率 $20\text{HZ} \leq F \leq 60\text{HZ}$ 。

20. 根据权利要求 1-19 任一项所述的单晶硅拉晶工艺方法，其特征在于，所述掺杂剂为镓。

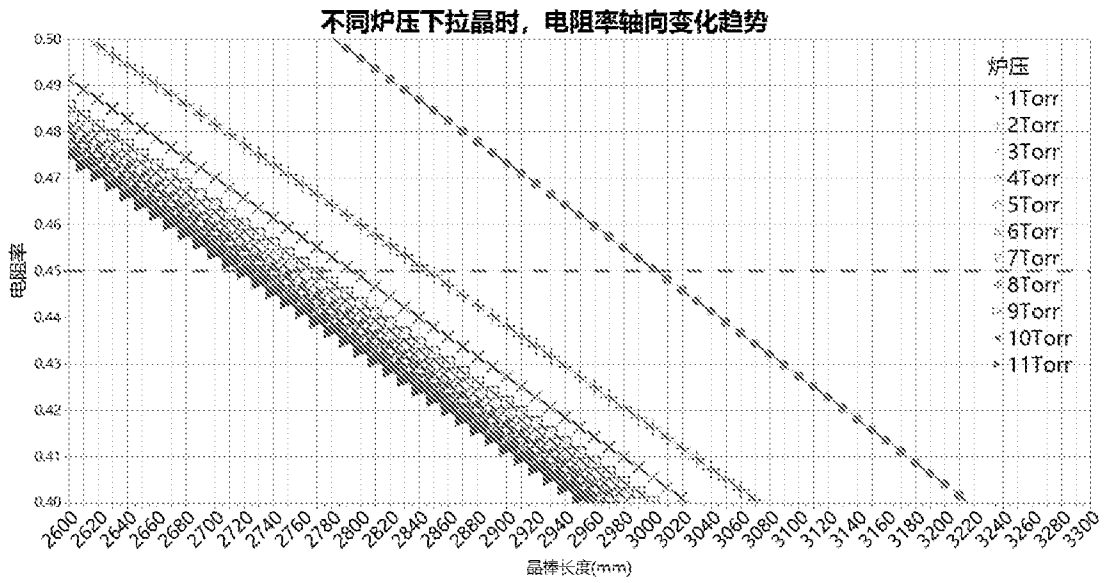


图 1

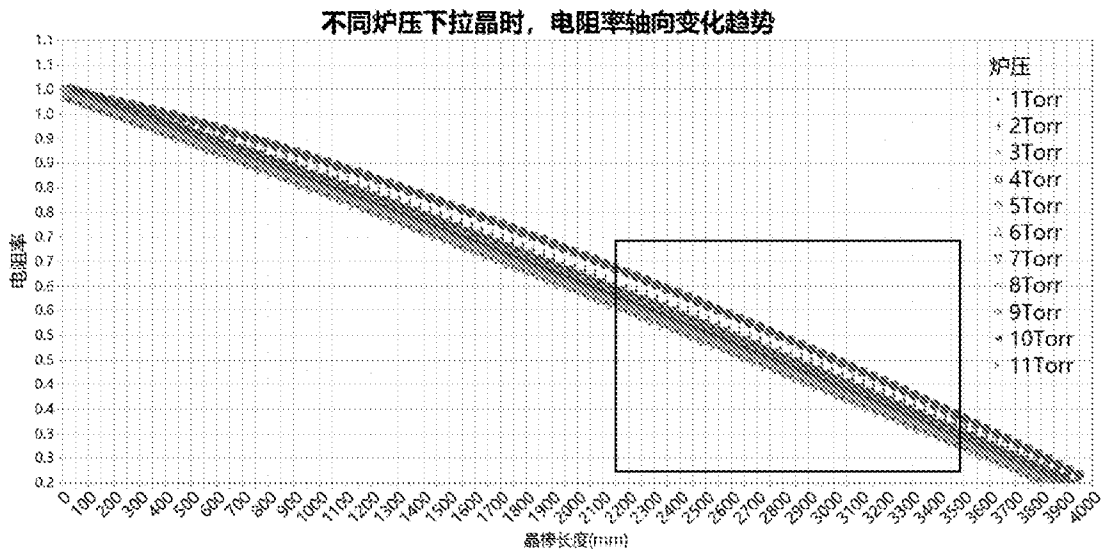


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2022/070545

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B 29/06(2006.01)i; C30B 15/20(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)

C30B29/-; C30B15/-

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)

CNPAT, CNKI, EPODOC, WPI, 等径, 炉压, 压力, 电阻率, 掺杂, straight, pressure, dope+, resistivity

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 112981520 A (LONGI GREEN ENERGY TECHNOLOGY CO., LTD.) 18 June 2021 (2021-06-18) claims 1-12, embodiments 1-6	1-8, 16-20
PX	CN 113652737 A (LONGI GREEN ENERGY TECHNOLOGY CO., LTD.) 16 November 2021 (2021-11-16) claims 9-15	9-15
X	CN 104357901 A (INNER MONGOLIA ZHONGHUAN SOLAR MATERIAL CO., LTD.) 18 February 2015 (2015-02-18) embodiment 1	1, 13, 16, 17, 20
Y	CN 104357901 A (INNER MONGOLIA ZHONGHUAN SOLAR MATERIAL CO., LTD.) 18 February 2015 (2015-02-18) embodiment 1	2-12, 14, 15, 18, 19
Y	CN 102162124 A (TIANJIN HUAN-OU SEMICONDUCTOR MATERIAL TECHNOLOGY CO., LTD.) 24 August 2011 (2011-08-24) description, paragraphs 5-6	2-12, 14, 15, 18, 19
A	JP 2012206874 A (COVALENT MAT CORP.) 25 October 2012 (2012-10-25) entire description	1-20

 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

“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

18 February 2022

Date of mailing of the international search report

01 March 2022

Name and mailing address of the ISA/CN

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

Authorized officer

Facsimile No. (86-10)62019451

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2022/070545

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	112981520	A	18 June 2021	None			
CN	113652737	A	16 November 2021	None			
CN	104357901	A	18 February 2015	None			
CN	102162124	A	24 August 2011	CN	102162124	B	22 August 2012
JP	2012206874	A	25 October 2012	JP	5595318	B2	24 September 2014

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2022/070545

<p>A. 主题的分类 C30B 29/06(2006.01)i; C30B 15/20(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 检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号) C30B29/-; C30B15/-</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)) CNPAT, CNKI, EPODOC, WPI, 等径, 炉压, 压力, 电阻率, 掺杂, straight, pressure, dope+, resistivity</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 112981520 A (隆基绿能科技股份有限公司) 2021年6月18日 (2021 - 06 - 18) 权利要求1-12, 实施例1-6</td> <td>1-8, 16-20</td> </tr> <tr> <td>PX</td> <td>CN 113652737 A (隆基绿能科技股份有限公司) 2021年11月16日 (2021 - 11 - 16) 权利要求9-15</td> <td>9-15</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>CN 104357901 A (内蒙古中环光伏材料有限公司) 2015年2月18日 (2015 - 02 - 18) 实施例1</td> <td>1, 13, 16, 17, 20</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 104357901 A (内蒙古中环光伏材料有限公司) 2015年2月18日 (2015 - 02 - 18) 实施例1</td> <td>2-12, 14, 15, 18, 19</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 102162124 A (天津市环欧半导体材料技术有限公司) 2011年8月24日 (2011 - 08 - 24) 说明书第5-6段</td> <td>2-12, 14, 15, 18, 19</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2012206874 A (COVALENT MAT CORP) 2012年10月25日 (2012 - 10 - 25) 说明书全文</td> <td>1-20</td> </tr> </tbody> </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 112981520 A (隆基绿能科技股份有限公司) 2021年6月18日 (2021 - 06 - 18) 权利要求1-12, 实施例1-6	1-8, 16-20	PX	CN 113652737 A (隆基绿能科技股份有限公司) 2021年11月16日 (2021 - 11 - 16) 权利要求9-15	9-15	X	CN 104357901 A (内蒙古中环光伏材料有限公司) 2015年2月18日 (2015 - 02 - 18) 实施例1	1, 13, 16, 17, 20	Y	CN 104357901 A (内蒙古中环光伏材料有限公司) 2015年2月18日 (2015 - 02 - 18) 实施例1	2-12, 14, 15, 18, 19	Y	CN 102162124 A (天津市环欧半导体材料技术有限公司) 2011年8月24日 (2011 - 08 - 24) 说明书第5-6段	2-12, 14, 15, 18, 19	A	JP 2012206874 A (COVALENT MAT CORP) 2012年10月25日 (2012 - 10 - 25) 说明书全文	1-20
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																					
PX	CN 112981520 A (隆基绿能科技股份有限公司) 2021年6月18日 (2021 - 06 - 18) 权利要求1-12, 实施例1-6	1-8, 16-20																					
PX	CN 113652737 A (隆基绿能科技股份有限公司) 2021年11月16日 (2021 - 11 - 16) 权利要求9-15	9-15																					
X	CN 104357901 A (内蒙古中环光伏材料有限公司) 2015年2月18日 (2015 - 02 - 18) 实施例1	1, 13, 16, 17, 20																					
Y	CN 104357901 A (内蒙古中环光伏材料有限公司) 2015年2月18日 (2015 - 02 - 18) 实施例1	2-12, 14, 15, 18, 19																					
Y	CN 102162124 A (天津市环欧半导体材料技术有限公司) 2011年8月24日 (2011 - 08 - 24) 说明书第5-6段	2-12, 14, 15, 18, 19																					
A	JP 2012206874 A (COVALENT MAT CORP) 2012年10月25日 (2012 - 10 - 25) 说明书全文	1-20																					
<p><input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p>																							
<p>* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “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</p> <p>“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 “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 “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 “&” 同族专利的文件</p>																							
国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期																						
2022年2月18日	2022年3月1日																						
ISA/CN的名称和邮寄地址	授权官员																						
中国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	陈春淳																						
传真号 (86-10)62019451	电话号码 86-(10)-53962329																						

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2022/070545

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	112981520	A	2021年6月18日	无			
CN	113652737	A	2021年11月16日	无			
CN	104357901	A	2015年2月18日	无			
CN	102162124	A	2011年8月24日	CN	102162124	B	2012年8月22日
JP	2012206874	A	2012年10月25日	JP	5595318	B2	2014年9月24日