[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C30B 15/02 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02822314.4

[45] 授权公告日 2007 年 5 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 1314842C

[22] 申请日 2002.11.12 [21] 申请号 02822314.4
[30] 优先权
[32] 2001.11.15 [33] US [31] 10/002,862
[86] 国际申请 PCT/US2002/036169 2002.11.12
[87] 国际公布 WO2003/044249 英 2003.5.30
[85] 进入国家阶段日期 2004.5.10
[73] 专利权人 MEMC 电子材料有限公司
地址 美国密苏里州
[72] 发明人 J·D·霍尔德
[56] 参考文献
US5588993A 1996.12.31
CN1267751A 2000.9.27
WO9920815A 1999.4.29
WO0042243A 2000.7.20
审查员 刘 冰

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所
代理人 马江立 吴 鹏

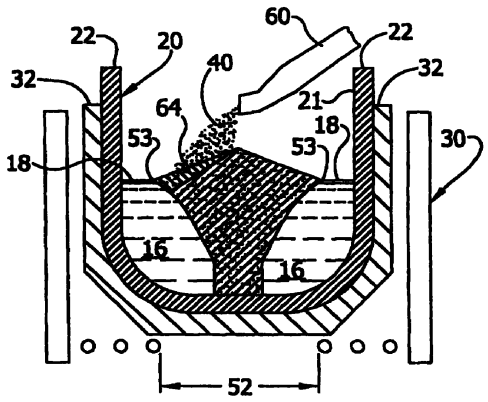
权利要求书 7 页 说明书 17 页 附图 5 页

[54] 发明名称

用于增加多晶硅熔化速率的间歇式加料技术

[57] 摘要

一种用于在坩埚中制备硅熔体供在用直拉法生长单晶硅锭时使用的方法。 坩埚首先用块状多晶硅装料，并加热以便部分地熔化装料。 然后将粒状多晶硅加料到露出的未熔化的块状多晶硅上，以便完成坩埚中硅的装料。 粒状多晶硅用多个交替的工作周期和停歇周期间歇式输送。 在每个工作周期期间，使粒状多晶硅通过一个将粒状多晶硅导引到未熔化的块状多晶硅上的加料装置流动。 在每个停歇周期期间，使粒状多晶硅的流动中断。 将装料的块状多晶硅和加料的粒状多晶硅熔化，以便形成硅熔体。



1. 一种用于在坩埚中制备硅熔体供在用直拉法生长单晶硅锭时使用的方法，上述方法包括：

a. 在坩埚中形成一种部分熔化的装料，该部分熔化的装料包括熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅具有一个上表面，该未熔化的硅包括一个在该熔化的硅的上表面上方的露出的部分；

b. 使坩埚旋转；

c. 通过将附加的多晶硅间歇式输送出坩埚中的加料管并输送到露出的未熔化的多晶硅上，把附加的多晶硅加料到上述旋转的坩埚中，该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使附加的多晶硅通过一个将附加的多晶硅流动导引到坩埚中部分熔化的装料的未熔化的多晶硅上的加料装置流动一个工作持续时间，每个停歇周期包括使附加的多晶硅流动中断一个停歇持续时间；及

d. 熔化该未熔化的多晶硅和该附加的多晶硅，以便在生长单晶硅锭的坩埚中形成硅熔体。

2. 一种用于在坩埚中制备硅熔体供在用直拉法生长单晶硅锭时使用的方法，上述方法包括：

a. 用多晶硅给坩埚装料；

b. 使装料的坩埚旋转；

c. 加热装料的多晶硅，以便形成熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅包括一个上表面，该未熔化的硅包括一个在该熔化的硅的上表面上方的露出的部分；

d. 通过将附加的多晶硅间歇式输送出坩埚中的加料管并输送到露出的未熔化的多晶硅上，把附加的多晶硅加料到上述旋转的坩埚中，该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使附加的多晶硅通过一个将附加的多晶硅流动

导引到未熔化的多晶硅上的加料装置流动一个工作持续时间，每个停歇周期包括使附加的多晶硅流动中断一个停歇持续时间；及

e. 熔化该装料的多晶硅和该附加的多晶硅，以便在生长单晶硅锭的坩埚中形成硅熔体。

3. 一种用于在坩埚中制备硅熔体供在用直拉法生长单晶硅锭时使用的方法，上述方法包括：

a. 用多晶硅给坩埚装料，该坩埚包括一个内壁并具有一个内径 D；

b. 使装料的坩埚以一个速率 r 旋转；

c. 加热装料的多晶硅，以便形成熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅包括一个上表面，该未熔化的多晶硅包括一个在该熔化的硅的上表面上方的露出的部分，该露出的未熔化的多晶硅具有一个中心和一个宽度 d，该宽度 d 相当于沿着该露出的未熔化的多晶硅与该熔化的硅的上表面之间的界面的两个点之间的最长距离；

d. 通过将附加的多晶硅以一个加料速率 F 间歇式输送出坩埚中的加料管并输送到该露出的未熔化的多晶硅上而将附加的多晶硅加料到旋转的坩埚中，由此保持该露出的未熔化的多晶硅的宽度 d，该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使附加的多晶硅通过一个将附加的多晶硅导引到该露出的未熔化的多晶硅上的加料装置以一个流动速率 f 流动一个持续时间 t_{on}，其中每个停歇周期包括使附加的多晶硅通过该加料装置的流动中断一个持续时间 t_{off}；及

e. 熔化该装料的多晶硅和该附加的多晶硅，以便在生长单晶硅锭的坩埚中形成硅熔体。

4. 如权利要求 3 所述的方法，其特征是，该未熔化的多晶硅和该熔化的硅的上表面之间的界面与该未熔化的多晶硅的中心近似等距离。

5. 如权利要求 4 所述的方法，其特征是，该未熔化的多晶硅和该熔化的硅的上表面之间的界面与坩埚的内壁近似等距离。

6. 如权利要求 5 所述的方法，其特征是，装料到坩埚中的多晶硅为块状多晶硅，而加料到坩埚中的附加的多晶硅为粒状多晶硅。

7. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，该装料的多晶硅包括硅熔体重量的 40%-65%。

8. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，d 在 D 的 65%-85% 范围内。

9. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，r 为至少 1 rpm。

10. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，r 在 2 rpm-3 rpm 范围内。

11. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，F 为至少 1 kg/hr。

12. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，F 在 10 kg/hr-20 kg/hr 的范围内。

13. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，f 为至少 1 g/s。

14. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，f 在 10 g/s-25 g/s 范围内。

15. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，t_{on} 为至少 1 秒。

16. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，t_{on} 在 2 秒-10 秒范围内。

17. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，t_{off} 为至少 1 秒。

18. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，t_{off} 为至少 5 秒。

19. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，t_{off} 在 10 秒-30 秒范围内。

20. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，该粒状多晶硅的流动在该停歇周期期间用一个休止角阀中断。

21. 如权利要求 6 所述的方法，其特征是，该加料装置将粒状

多晶硅导引到该露出的未熔化的多晶硅的一部分上。

22. 如权利要求 21 所述的方法，其特征是，使粒状多晶硅从中流动的该加料装置是一种垂直式加料管，该垂直式加料管设置成使它不在该露出的未熔化的多晶硅的中心的正上方。

23. 如权利要求 21 所述的方法，其特征是，使粒状多晶硅从中流动的该加料装置是一种喷洒式加料管。

24. 如权利要求 21 所述的方法，其特征是，粒状多晶硅输送于其上的该露出的未熔化的多晶硅的那一部分是一种楔形体，该楔形体从中心周围径向向外延伸到该未熔化的多晶硅与该熔化的硅的上表面之间的界面。

25. 如权利要求 24 所述的方法，其特征是，该楔形体具有一个为 180° 的楔角。

26. 如权利要求 24 所述的方法，其中楔形体具有一个小于 180° 的楔角。

27. 如权利要求 24 所述的方法，其特征是，该楔形体具有一个在 40° -72° 范围内的楔角。

28. 如权利要求 24 所述的方法，其特征是，在该露出的未熔化的多晶硅上的每个楔形体与紧前面的楔形体重叠少于 30%。

29. 如权利要求 28 所述的方法，其特征是，在将粒状多晶硅再堆积于任何楔形体上之前，粒状多晶硅堆积在整个该露出的未熔化的多晶硅上。

30. 如权利要求 29 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体邻近紧前面的楔形体并在紧前面的楔形体之后在坩埚的一个旋转之内堆积。

31. 如权利要求 29 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体邻近紧前面的楔形体并在紧前面的楔形体之后接着坩埚的至少一个旋转后堆积。

32. 如权利要求 29 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形

体与紧前面的楔形体几乎相对、邻近第二最近的楔形体并在第二最近的楔形体之后在坩埚的一个旋转之内堆积。

33. 如权利要求 29 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体与紧前面的楔形体几乎相对、邻近第二最近的楔形体并在第二最近的楔形之后接着坩埚的至少一个旋转后堆积。

34. 如权利要求 28 所述的方法，其特征是，在粒状多晶硅堆积在整个该露出的未熔化的多晶硅上之前，将粒状多晶硅再堆积在一个楔形体上。

35. 一种用于在坩埚中制备硅熔体供在用直拉法生长单晶硅锭时使用的方法，上述方法包括:

a. 使坩埚以一个速率 r 旋转;

b. 在旋转的坩埚中形成一种经过消耗的熔化硅装料，该经过消耗的熔化硅装料具有一重量 w，该坩埚包括一个内壁并具有一个内径 D;

c. 通过将多晶硅输送到该经过消耗的熔化硅装料上而将多晶硅加料到旋转的坩埚中，以便形成一种部分装料，该部分装料包括熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅包括一个上表面，该未熔化的多晶硅包括一个在该熔化的硅的表面上方的露出的部分，该露出的未熔化的多晶硅具有一个中心和宽度 d，该宽度 d 相当于沿着该露出的未熔化的多晶硅与该熔化的硅的上表面之间的界面的两点之间的最长距离;

d. 通过将附加的多晶硅间歇式输送出坩埚中的加料管并输送到该露出的未熔化的多晶硅上而把附加的多晶硅加料到旋转的坩埚中，由此保持该露出的未熔化的多晶硅的宽度 d，该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使附加的多晶硅通过一个将附加的多晶硅导引到该露出的未熔化的多晶硅上的加料装置以流率 f 流动一个持续时间 t_{on}，其中每个停歇周期包括使附加的多晶硅通过该加料装置的流动中断一个持续时

间 t_{off}；及

e. 熔化该未熔化的多晶硅和该附加的多晶硅，以便在生长单晶硅锭的坩埚中形成硅熔体。

36. 如权利要求 35 所述的方法，其特征是，w 是硅熔体重量的 15%-40%。

37. 如权利要求 35 所述的方法，其特征是，该未熔化的多晶硅和该熔化的硅的上表面之间的界面与该未熔化的多晶硅的中心近似等距离及与坩埚的内壁近似等距离。

38. 如权利要求 37 所述的方法，其特征是，加到坩埚中的多晶硅和附加的多晶硅为粒状多晶硅。

39. 如权利要求 38 所述的方法，其特征是，d 在 D 的 65%-85% 的范围内。

40. 如权利要求 39 所述的方法，其特征是，r 是在 1 rpm-5 rpm 范围内。

41. 如权利要求 40 所述的方法，其特征是，f 是在 5 g/s-35 g/s 范围内。

42. 如权利要求 41 所述的方法，其特征是，t_{on} 是在 2 秒-10 秒范围内。

43. 如权利要求 42 所述的方法，其特征是，t_{off} 为至少 5 秒。

44. 如权利要求 43 所述的方法，其特征是，该加料装置将粒状多晶硅导引到该露出的未熔化的多晶硅的一部分上。

45. 如权利要求 44 所述的方法，其特征是，粒状多晶硅输送于其上的该露出的未熔化的多晶硅的那一部分是一种楔形体，该楔形体从该中心周围径向向外延伸到该未熔化的多晶硅与该熔化的硅的上表面之间的界面。

46. 如权利要求 45 所述的方法，其特征是，该楔形体具有一个小于 180° 的楔角。

47. 如权利要求 45 所述的方法，其特征是，该楔形体具有一

个在 40° -72° 范围内的楔角。

48. 如权利要求 45 所述的方法，其特征是，该露出的未熔化的多晶硅上的每个楔形体与紧前面的楔形体重叠少于 30%。

49. 如权利要求 48 所述的方法，其特征是，在将粒状多晶硅再堆积在任何楔形体上之前，将粒状多晶硅堆积在整个该露出的未熔化的多晶硅上。

50. 如权利要求 49 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体邻近紧前面的楔形体并在紧前面的楔形体之后在坩埚的一个旋转之内堆积。

51. 如权利要求 49 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体邻近紧前面的楔形体并在紧前面的楔形体之后接着坩埚的至少一个旋转后堆积。

52. 如权利要求 49 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体与紧前面的楔形体几乎相对、邻近第二最近的楔形体并在第二最近的楔形体之后在坩埚的一个旋转之内堆积。

53. 如权利要求 49 所述的方法，其特征是，每个随后的楔形体与紧前面的楔形体几乎相对、邻近第二最近的楔形体并在第二最近的楔形体之后接着坩埚的至少一个旋转后堆积。

54. 如权利要求 48 所述的方法，其特征是，在粒状多晶硅堆积在整个该露出的未熔化的多晶硅上之前，将粒状多晶硅再堆积在一个楔形体上。

55. 如权利要求 1、2、3 或 35 所述的方法，其特征是还包括利用直拉法从坩埚中的硅熔体生长单晶硅锭。

用于增加多晶硅熔化速率的间歇式加料技术

技术领域

本发明一般涉及单晶硅的生产，具体地说，涉及一种用于在制备硅熔体时加进粒状多晶硅的方法。

背景技术

用于微电子电路制造的大多数单晶硅都是用直拉法（CZ 法）制备。在这种方法中，单晶硅锭通过下述步骤生产：在一个坩埚中熔化多晶硅；将一个籽晶浸入硅熔体；以一种足够达到晶锭所希望直径的方式提拉籽晶；并在那个直径下生长单晶。熔化形成硅熔体的多晶硅通常是用 Siemens（西门子）法制备的不规则形状的块状多晶硅，或者是可供选择地，通常是用流态床反应法制备的自由流动的一般是球形的粒状多晶硅。块状和粒状多晶硅的制备和特性在 Academic Press（San Diego CA, 1989）出版的 F. Shimura 所著的半导体硅晶体工艺学（Semiconductor Silicon Crystal Technology）一书第 116-121 页中已有详述，并且该文在此引用作为参考。

起初块型多晶硅装料到坩埚中并将其熔化可能将不希望有的杂质和缺陷带进单晶硅锭中。例如，当坩埚起初全部用块状多晶硅装料时，在满装料负荷下一些块体的边缘可能擦伤和刮削坩埚壁，导致坩埚损伤和坩埚的颗粒物浮在硅熔体上或悬浮在硅熔体中。这些杂质显著增加了在单晶内形成位错的可能，并降低了无位错单晶的生产率和生产能力。在起始装料期间小心安排（布置）多晶硅可以使热应力减至最小。然而，随着熔化进行，装料可以移动，或者块状多晶硅的下面部分可以熔掉并留下粘附到熔体上方的坩埚壁上的未熔化材料的“吊钩”，或者留下在熔体上方坩埚壁相对侧之间桥接的未熔化材料的“桥”。当装料移动或者吊钩或者桥坍塌时，可能溅起熔化的硅和/或产生对坩埚有害的机械应力。此外，起初装入 100% 块状多晶硅，由于这种块状材料差的装填密度而限制了可以装料的材料体

积。上述体积限制直接影响单晶生产能力。

当 CZ 坩埚起初全部用粒状多晶硅装料时，也存在一些问题。由于粒状多晶硅的低热导率，所以需要大量功率（电力）来熔化粒状多晶硅。由于暴露于这种大熔化功率下而在坩埚中所诱生的热应力可能引起坩埚的变形，并使坩埚的颗粒物疏松和悬浮在熔体中。象机械应力一样，这些热应力导致零缺陷晶体的生产率和生产能力降低。因此，为了避免热应力，100%粒状多晶硅装料通常为小规模，这样降低了总生产能力。

无论起初是装入块状还是粒状多晶硅，在许多方法中都希望用一种加料/计量系统将多晶硅加到熔体中，以增加熔化的硅量。已知利用这种附加的加添多晶硅的装料用于分批法、半连续法或连续法系统中。例如，在分批法系统中，附加的硅可装入现有的熔体中，以便根据起始多晶硅装料熔化后体积减小而达到全部坩埚容量。日本实用新型专利申请 No. 50-11788 (1975)是示范性的。在半连续和连续 CZ 系统中，将附加的多晶硅装料到硅熔体中，以便补充作为单晶提拉出的硅。见 Academic Press (San Diego CA, 1989)出版的 F. Shimura 所著半导体硅晶体工艺学，第 175-83 页。

尽管粒状多晶硅由于它的自由流动形式而一般被选作补充分批式、半连续和连续 CZ 系统的材料，但也不是没有它的缺点。如 Kajimoto 等人在美国专利 No. 5, 037, 503 中所述，用硅熔法制备的粒状多晶硅含有氢，当硅粒浸入熔化的硅时，其中所含的氢量足以使硅粒爆破或爆炸。多晶硅粒的爆炸或爆破使散射的硅滴聚集在坩埚和拉晶机中其它部件的表面上，这些硅滴可以落入熔化的硅中并使晶体生长中断。作为这种问题的一个解决方案，Kajimoto 等人提出通过在一分开的加热装置内在惰性气氛中预热粒状多晶硅来减少粒状多晶硅的氢含量，直至 H_2 浓度按重量计为 7.5 ppm（210 ppma）或更低。尽管这种方法趋于减小颗粒的爆炸力，但它不能消除这种爆炸现象。相反，在粒状多晶硅具有氢浓度低于按重量计 1 ppm（28 ppma）的情况下，仍然可以遇到爆破现象。迄今为止，粒状多晶硅可按工业用量购买，上述工业用量粒状多晶硅具有氢浓度在按重量计约 0.4-约 0.7 ppm（11-20 ppma）范围内。

Holder 在美国专利 No. 5, 588, 993 中公开了对这个问题的另一种可供

选择的解决方案，其中将块状多晶硅部分熔化，然后将粒状多晶硅连续地加到块状多晶硅露出的未熔化部分上（见第 4 栏，第 66 行-第 5 栏，第 4 行）。粒状多晶硅以一个速率加料，该速率可让它达到一个高于约 1200℃的温度，并在熔化之前于这个温度下保温约 30 秒。用这种方式加热粒状多晶硅可让它在浸入硅熔体中之前脱氢。用这种方法的不太理想的方面是，粒状多晶硅的连续加料局限于一种较慢的速率（比如约 8-12 kg/hr），这种较慢的速率延长了加料时间，因而增加了制备硅熔体所需的时间。例如，制备 80 kg 硅熔体通常所需的时间为约 7-8 小时，因此起了减少拉晶机生产能力的作用，尤其是当粒状多晶硅加料的平均氢含量超过约 10 ppma 时更是如此。对于 100 和 120 kg 硅熔体，典型的熔化时间分别为约 10 和 12 小时。这种较慢的加料速率大部分是由于上述坩埚的限制。具体地说，为增加粒状多晶硅的熔化速率所必需的功率会使坩埚变形并导致坩埚颗粒物悬浮在熔体中。

结果，需要继续找出一种方法，用这种方法多晶硅可以更迅速地熔化形成硅熔体，而同时保持由这些熔体所生产的无位错单晶硅锭的生产率。

发明内容

因此，本发明的目的是：提供一种方法，用该方法可以更快地熔化多晶硅以便形成硅熔体；提供一种多晶硅加料和熔化方法，所述方法保持由这些熔体所生产的无位错单晶硅锭的生产率；提供一种加料方法，所述加料方法让所加的粒状多晶硅在浸入硅熔体中之前脱氢；以及提供一种方法，用该方法控制多晶硅加料的位置。

因此，简要地说，本发明针对用于在坩埚中制备硅熔体供在用直拉法生长单晶硅锭时使用的方法。该方法包括在坩埚中形成一种部分熔化的装料，该部分熔化的装料包括熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅具有一个上表面，该未熔化的硅包括一个在该熔化的硅的上表面上方的露出的部分。该方法还包括使坩埚旋转（转动），并通过将多晶硅间歇式输送到露出的未熔化的多晶硅上把多晶硅加料到上述旋转的坩埚中。该间歇式输送包括多个交替的工作周期（加料周期）和停歇周期（停止加料周期），

其中每个工作周期包括使加料的多晶硅通过一个将加料的多晶硅流动导引到未熔化的多晶硅上的加料装置流动一个工作持续时间，每个停歇周期包括使加料的多晶硅流动中断一个停歇持续时间。该方法还包括熔化该未熔化的多晶硅和该加料的多晶硅，以便形成硅熔体。

本发明还针对一种用于在坩埚中制备硅熔体的方法。该方法包括用多晶硅给坩埚装料并使装料的坩埚旋转。给装料的多晶硅加热，以便形成熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅包括一个上表面，该未熔化的硅包括一个在该熔化的硅的上表面上方的露出的部分。然后通过将多晶硅间歇式输送到露出的未熔化的多晶硅上，把多晶硅加料到上述旋转的坩埚中，该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使加料的多晶硅通过一个将加料的多晶硅流动导引到未熔化的多晶硅上的加料装置流动一个工作持续时间，每个停歇周期包括使加料的多晶硅流动中断一个停歇持续时间。熔化该装料的多晶硅和该加料的多晶硅，以便形成硅熔体。

本发明还针对一种用于在坩埚中制备硅熔体供用直拉法生长单晶硅锭用的方法。该方法包括用多晶硅给坩埚装料，该坩埚包括一个内壁并具有一个内径（D），并使装料的坩埚以一个速率（r）旋转。给该装料的多晶硅加热，以便形成熔化的硅和未熔化的多晶硅，该熔化的硅包括一个上表面，该未熔化的多晶硅包括一个在该熔化的硅的上表面上方的露出的部分。该露出的未熔化的多晶硅具有一个中心和一个宽度（d），该宽度（d）相当于沿着该露出的未熔化的多晶硅与该熔化的硅的上表面之间的界面的两个点之间的最长距离。该方法还包括通过将一部分多晶硅以一个加料速率（F）间歇式输送到该露出的未熔化的多晶硅上而将一种多晶硅加料到旋转的坩埚中，由此保持该露出的未熔化的多晶硅的宽度（d）。该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使多晶硅通过一个将多晶硅导引到该露出的未熔化的多晶硅上的加料装置以一个流动速率（f）流动一个持续时间（t_{on}），其中每个停歇周期包括使多晶硅通过该加料装置的流动中断一个持续时间（t_{off}）。而且，熔化该装料的多晶硅和该加料的多晶硅，以便形成硅熔体。

本发明还针对一种用于在坩埚中制备硅熔体的方法。该方法包括使坩埚以一个速率(r)旋转并在旋转的坩埚中形成一种经过消耗的熔化硅装料，该经过消耗的熔化硅装料具有一重量 w，该坩埚包括一个内壁并具有一个内径（D）。该方法还包括通过将多晶硅输送到该经过消耗的熔化硅装料上而将多晶硅加料到旋转的坩埚中，以便形成一种部分装料，该部分装料包括熔化的硅和未熔化的多晶硅。该熔化的硅包括一个上表面。该未熔化的多晶硅包括一个在该熔化的硅的表面上方的露出的部分，该露出的未熔化的多晶硅具有一个中心和宽度（d），该宽度（d）相当于沿着该露出的未熔化的多晶硅与该熔化的硅的上表面之间的界面的两点之间的最长距离。该方法还包括通过将多晶硅间歇式输送到该露出的未熔化的多晶硅上而把多晶硅加料到旋转的坩埚中，由此保持该露出的未熔化的多晶硅的宽度（d），该间歇式输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使多晶硅通过一个将多晶硅导引到该露出的未熔化的多晶硅上的加料装置以流率（f）流动一个持续时间（t_{on}），其中每个停歇周期包括使多晶硅通过该加料装置的流动中断一个持续时间（t_{off}）。该方法还包括熔化该未熔化的多晶硅和该间歇式输送的多晶硅，以便形成硅熔体。

本发明的另一些目的和特点一部分是显而易见的，而另一部分将在下面指出。

附图说明

图 1 是示出起初装载块状多晶硅的直拉坩埚剖视图。

图 2 是示出本发明间歇式加料法开始的剖视图，其中用偏离中心的垂直加料管将粒状多晶硅加入坩埚中。

图 3 是示出本发明间歇式加料法一个随后的工作周期剖视图，其中用偏离中心的垂直加料管将粒状多晶硅加入坩埚中。

图 4 是示出粒状多晶硅加料完成的剖视图。

图 5 是示出硅熔体的剖视图。

图 6 是示出本发明间歇式加料法开始的剖视图，其中粒状多晶硅用一种喷洒加料管加入坩埚中。

图 7 是示出本发明间歇式加料法一个随后的工作周期剖视图，其中粒状多晶硅用一种喷洒加料管加入坩埚中。

图 8 包括可以用本发明间歇式加料法产生的 3 种加料模式（图形）视图。

图 9 包括可以用本发明间歇式加料法产生的 3 种加料模式视图。

图 10 包括一种可以用本发明间歇式加料法产生的加料模式视图。

具体实施方式

在本发明中，在一个直拉（CZ）坩埚中形成一种部分熔化的装料，该部分熔化的装料包括熔化的硅和未熔化的多晶硅，熔化的硅具有一个上表面，未熔化的多晶硅包括一个在熔化的硅上表面上方的露出的部分。通常，部分熔化的装料是通过下列方法的其中之一或组合形成的：（a）起初用多晶硅装载坩埚，并加热装载的多晶硅以便形成熔化的硅和未熔化的多晶硅；和/或（b）将多晶硅加料到经过消耗的熔化的硅装料上，以便形成一部分装料，上述部分装料包括熔化的硅和未熔化的多晶硅。按照本发明，附加的多晶硅是通过用一种方式间歇地将多晶硅加到露出的未熔化的多晶硅上来加入坩埚中，上述方式与连续加料法相比可有利地减少制备完全熔化的硅熔体所需的时间量。下面参照附图更详细地说明本发明，其中在几个附图中同样的要件（事项）的标号相同。

现在参见图 1，将多晶硅 10 装入标准直拉坩埚 20 中。尽管起始装料可以用粒状多晶硅或者块状多晶硅，但块状多晶硅是优选的。起始装料用粒状多晶硅可以造成比较低的生产率和在单晶硅锭中形成大空隙（空洞）缺陷的高发生率。据信，粒状多晶硅在坩埚 20 的底部 24 处捕集气体如氩或氢，这些气体后来在晶体生长期间作为气泡释放到硅熔体中。一些气泡会在晶体生长界面处附着到晶体上，因此形成许多空隙缺陷。起始装载用块状多晶硅避免了这些空隙缺陷的形成，并且一般形成较高的生产率。

起始装入坩埚中的多晶硅量优选的是根据单晶硅锭的质量和生产产量进行优化。如果将太多的块状多晶硅装入坩埚，则产生较高的机械应力，并且还有增加装料移动或形成桥接或吊钩的可能性。经济性、可用性或粒

状多晶硅的其它有利因素也能鼓励将起始装料中块状多晶硅的量减至最少。然而，如果装入太少的块状多晶硅，则需要相当大量的功率来熔化装料。利用这种较高功率随之而来的较高壁温可导致坩埚过早劣化。除了这些因素之外，初始装料规模（尺寸）也将随坩埚设计、热区设计和所生产的晶体产品的类型而变化。优选的是，块状多晶硅初始装料的重量为熔体总重量的约 40%-约 65%，而更优选的是为熔体总重量的约 50%-约 60%。

优选的是，块状多晶硅的起始装料在坩埚中安排成使多晶硅 10 的中心 12 高于边缘 14。例如，当准备 80 Kg 总装料量的起初 40 Kg 装料时，其中心优选的是比边缘高约 23.5-约 31 mm。这种优选的安排与起初装料的块体优选量一起，保证块状多晶硅在边缘 14 处的高度低于完成的硅熔体高度，因而防止在硅熔体上方形成吊钩和/或桥接。在熔化期间，坩埚 20 的位置是这样的，即它的顶部边缘 22 是在侧面加热器 30 的顶部边缘 32 的上方约 10-80 mm，而优选的是约 50 mm。这个坩埚位置优选的是在熔化期间保持固定不变。

如图 2 所示，将装载的多晶硅 10 加热（同时以一速率（r）旋转坩埚），以便形成熔化的硅 16 和未熔化的多晶硅 11。熔化的硅 16 具有一个上表面 18，在上表面 18 的上方露出一部分未熔化的多晶硅 11。露出的未熔化的多晶硅具有一个中心 12 和一个宽度 52，宽度 52 相当于（对应于）沿着露出的未熔化的多晶硅和熔化的硅的上表面之间的界面 53 的两个点之间的最长距离。优选的是，界面 53 基本上是圆形，或者换另一种方式说，界面 53 与露出的未熔化的多晶硅的中心近似等距离（比如，变化小于约 20%，而优选的是小于约 10%）。露出的未熔化的多晶硅 11 基本上是一个被熔化的硅 16 所包围的小岛，上述熔化的硅 16 是通过用侧面加热器 30 加热坩埚 20 形成的。例如，为了部分地熔化在一个 20 英寸（约 51cm）直径的坩埚中的起初 40 kg 块状的多晶硅装料，将侧面加热器 30 保持为 118 kW 的功率水平。尽管露出的未熔化的多晶硅的位置在坩埚中可能变化（亦即小岛可由于漂浮而移动），但坩埚的中心轴线 50 优选的是通过在中心 12 附近（亦即在约 5 cm 之内）的露出的未熔化的多晶硅。因此，界面 53 优选的是与坩埚内壁 21 保持近似等距离（比如，变化小于约 20%，而优选的

是小于约 10%）。

将起初的多晶硅装料熔化以形成多晶硅小岛的程度，可以具体地根据熔化的硅 16 和未熔化的多晶硅 11 的相对量来限定。通过这种措施，在部分熔化的装料中熔化的硅 16 与未熔化的多晶硅 11 之间的比例按重量计是在约 3:2 和约 4:1 之间。可供选择地，熔化的程度可以相对于坩埚的直径来限定。优选的是，露出的未熔化的多晶硅的宽度 52（d）是在坩埚直径（D）的约 65%-约 85%之间，而更优选的是为坩埚直径的约 75%。40 kg 装料用上面所述的加热器功率值在约 4 小时内被部分熔化。

按照本发明，在部分熔化坩埚中的起初装料之后，通过间歇式将附加的多晶硅输送出坩埚中的加料管 42（图 2 和图 3）并输送到露出的未熔化的多晶硅上，将附加的多晶硅加入坩埚中，从而保持露出的未熔化的多晶硅的宽度（d）是在上述数值之内。间歇输送包括多个交替的工作周期和停歇周期，其中每个工作周期包括使多晶硅以一个流率（f）通过一个加料装置流动一段持续时间（t_{on}），该加料装置将多晶硅导引到露出的未熔化的多晶硅上，而每个停歇周期包括使多晶硅的流动中断一段持续时间（t_{off}）。间歇输送的流率（f）、工作周期持续时间（t_{on}）和停歇周期持续时间（t_{off}）导致在一个加料速率（F）下将多晶硅加入坩埚中。

如上所述，上述加料参数被优选地控制成将多晶硅加到露出的未熔化的多晶硅上，从而保持小岛的直径在坩埚直径的约 65%和约 85%之间，而更优选的是保持为坩埚直径的约 75%，用于最有效的熔化而不会因过度加热坩埚而造成坩埚损坏。具体地说，如果小岛变得太大（比如大于坩埚直径的约 85%），则小岛可能触及坩埚壁，并且由于吸热（热壑）效应（亦即固体的辐射能力（辐射系数）比液体硅高得多）而“冻结”。另一方面，如果岛太小（比如小于坩埚直径的约 65%），则坩埚由于比所需温度更热而损坏。

迄今为止的实验结果表明，坩埚的转速（r）为至少约 1 rpm，粒状多晶硅的流率（f）为至少约 1 g/s，每个工作周期的持续时间（t_{on}）为至少约 1 秒，每个停歇周期的持续时间（t_{off}）为至少约 1 秒，及间歇式输送粒状多晶硅的加料速率（F）为至少约 1 kg/hr。优选的是，旋转速率（r）在约

1 rpm-约 5 rpm 范围内，而更优选的是在约 2 rpm-约 3 rpm 范围内。优选的是，粒状多晶硅的流率（f）在约 5 g/s-约 35 g/s 范围内，而更优选的是在约 10 g/s-约 25 g/s 范围内。优选的是每个工作周期的持续时间（t_{on}）在约 2 秒-约 10 秒范围内，而更优选的是在约 4 秒-约 10 秒范围内。优选的是，每个停歇周期的持续时间（t_{off}）为至少约 5 秒，更优选的是它在约 10 秒-约 30 秒范围内，还更优选的是在约 10 秒-约 20 秒范围内，及甚至更优选的是在约 10 秒-约 15 秒范围内。优选的是，间歇式输送粒状多晶硅的加料速率（F）在约 1.5 kg/hr-约 65 kg/hr 范围内，更优选的是在约 5 kg/hr-约 30 kg/hr 范围内，及还更优选的是在约 10 kg/hr-约 20 kg/hr 范围内。

加到露出的未熔化的多晶硅上的多晶硅优选的是粒状多晶硅。优选的是，粒状多晶硅是无粉尘的，并且 90%颗粒(按重量计)具有落入约 400 μm-约 1400 μm 范围内的粒径分布。在本发明的优选实施例中所用的粒状多晶硅的类型和氢浓度不是关键，只要控制加料速率和其它过程参数以保证足够的脱氢作用就行。本发明允许用具有大的氢浓度范围，其中包括高达约 500 ppma 氢浓度的粒状多晶硅。优选的是，加到未熔化的多晶硅上的粒状多晶硅中氢浓度低于约 400 ppma，更优选的是低于约 50 ppma,及最优选的是低于约 20 ppma。

当按照本发明所述的方法形成硅熔体时，优选的是，粒状多晶硅的流动，或计量，利用一个输送装置来进行控制，上述输送装置包括通常称做的休止角阀(angle of repose valve)。优选的是，本发明利用 Boone 等人申请的美国专利 No. 5, 059, 410 中详细说明的装置实施，上述装置可从德国哈瑙（Hanau）的 Crystal Growth Systems 买到。其中利用包括一个休止角阀的装置的好处之一是，增加了生长成的硅锭的纯度和由于减少了来自有摩擦力的粒状多晶硅的磨损而有更长的设备使用寿命。

现已发现，熔化可以通过控制将粒状多晶硅加到露出的未熔化的多晶硅上的方式而进一步受到影响。具体地说，按照本发明所述的方法，多晶硅优选的是用一种使多晶硅的流动对准在露出的未熔化的多晶硅的一个考虑周到的（慎重的）部分上的方式加料。相反，连续加料法，如 Holder 申请的美国专利 No. 5, 588, 993 中所介绍的方法，将多晶硅堆积在露出的未熔化的多晶硅上，这样导致形成一种具有一个对应于该休止角斜度的未

熔化的多晶硅锥形体。当粒状多晶硅加在锥体的中心（顶部）上时，它沿着随机的路线沿锥形体的斜边下落。

在本发明的一个实施例中，多晶硅是如图 2 和 3 所示加到露出的未熔化的多晶硅上。具体地说，粒状多晶硅 40 是通过一个垂直式石英玻璃加料管 42（如可从俄亥俄洲克利夫兰市的 Quartz Scientific 购买的那些）加到露出的未熔化的多晶硅 11 上。在粒状多晶硅加料之前和加料期间，将加料管 42 活动式定位成稍微离开坩埚 20 的中心线 50（比如约 10 mm-约 20 mm），和/或稍微远离露出的未熔化的多晶硅 11 的中心 12 的正上方。当如上所述形成部分熔化的装料时，加料开始。通过将垂直式加料管 42 偏离中心设置，粒状多晶硅 40 不是随机地堆积在整个露出的未熔化的多晶硅上，而是堆积在露出的未熔化的多晶硅的一部分上。优选的是，那一部分是从未熔化的多晶硅的中心 12 周围径向向外延伸到未熔化的多晶硅与熔化的硅的上表面之间的界面 61 的楔形体 63。

通过控制熔化的参数（比如，加热器功率，旋转速率，工作周期持续时间，停歇周期持续时间，流率等）与偏离中心的加料管 42 相结合，粒状多晶硅最好在露出的未熔化的多晶硅 11 的表面 13 上方形成一个小岛 44，小岛 44 的斜度等于粒状多晶硅 40 的休止角（堆积角）。对于可从 MEMC Electronic Materials Inc.（MEMC 电子材料有限公司）购买的粒状多晶硅，该休止角大约为 31°。尽管粒状多晶硅 40 的颗粒物驻留在小岛 44 上，但颗粒物的温度迅速升高，以便颗粒物在浸入熔化的硅 16 中之前形成快速脱氢作用。粒状多晶硅的脱氢作用可以在与在 CZ 坩埚内制备硅熔体的技术中已知的相同类型气氛条件下，通常是在惰性气体下进行。脱氢之后，颗粒物中的氢浓度低于在硅熔点下硅中的氢饱和浓度。也就是说，在脱氢之后氢的浓度低于 1 ppma（按重量计 0.036 ppm）。

在本发明的另一个实施例中，多晶硅如图 6 和 7 所示加到露出的未熔化的多晶硅上。具体地说，粒状多晶硅 40 是通过一种喷洒式（喷射式）石英玻璃加料管 60（可从德国哈瑙的 Crystal Growth Systems 购买）加到露出的未熔化的多晶硅 11 上，上述喷洒式石英玻璃加料管 60 产生一股朝具有一水平分量的方向上行进的多晶硅射流。喷洒式加料管 60 优选的是设置在坩埚 20 的上方，以便多晶硅射流以一楔形体 64 堆积在露出的未熔化的

多晶硅 11 上，上述楔形体 64 通常大于用垂直式加料管所产生的楔形体。

按照本发明所述的方法，熔化过程可以通过控制粒状多晶硅楔形体的尺寸及堆积在露出的未熔化的多晶硅上的楔形体的模式进一步发生变化。加到露出的未熔化的多晶硅上的楔形体尺寸大部分由旋转速率和工作周期持续时间（t_{on}）决定。例如，加料粒状多晶硅约 7.5 秒的持续时间（t_{on}），而同时以约 2 rpm 的速率（r）旋转坩埚，产生一种具有约 90° 楔角的楔形体。优选的是，楔形体具有一小于约 180° 的楔角。根据特定的拉晶操作工艺（过程）条件，楔形体的尺寸可以几乎无限地改变。然而，迄今为止经验表明，楔角优选的是小于约 180°，更优选的是小于约 120°，还更优选的是小于约 90°，及甚至更优选的是在约 40° -约 72° 范围内。

如上所述，露出的未熔化的多晶硅与熔化的硅之间的界面优选的是基本上圆形，并且在本发明的一个实施例中，楔角这样选定，以便可以将一基本上是圆形的露出的未熔化的多晶硅分成若干近似等尺寸的分段（区段），如表 A 中所示。

表 A

楔角	相等尺寸的分段数
180°	2
120°	3
90°	4
72°	5
60°	6
51.4°	7
45°	8
40°	9
36°	10
32.7°	11
30°	12
27.7°	13

优选的是，一些熔体形成参数如坩埚转速（r），工作周期持续时间（t_{on}）和停歇周期持续时间（t_{off}）如此控制，以使粒状多晶硅流动通过加料装置的导引到露出的未熔化的多晶硅的一部分（比如一个楔形体）上，上述的这部分不与紧前面工作周期中多晶硅加料堆积于其上的露出的未熔化的多晶硅的那一部分（比如紧前面的楔形体）基本上重叠。在本文中基本上重叠定义为大于约 30%。更优选地，重叠少于约 30%，还更优选的是少于约 20%，甚至更优选的是少于约 10%，还更优选的是少于约 5%，及最优选的是没有重叠。

根据粒状多晶硅的楔形体堆积时的位置和/或时间，加入的粒状多晶硅的熔化速率显著地变化。迄今为止实验结果表明，与在把粒状多晶硅重新堆积在任何楔形体上之前通过将多晶硅堆积在整个露出的未熔化的多晶硅上的连续加料过程相比，间歇加料过程可以显著地缩短加料时间。这可以利用各种加料模式完成，其中某些加料模式如下：

（a）每个随后的楔形体（后一个楔形体）邻近紧前面的楔形体（前一个楔形体）并在紧前面的楔形体之后在坩埚的一个旋转之内堆积（见比如，图 8A 中所示的 6 分段加料模式，其中楔形体堆积的顺序用楔形体内的数字表示）；

（b）每个随后的楔形体邻近紧前面的楔形体并在紧前面的楔形体之后接着坩埚的至少一个旋转后堆积。

（c）每个随后的楔形体几乎与紧前面的楔形体相对、邻近第二个最近的楔形体并在第二个最近的楔形体之后在坩埚的一个旋转之内堆积（见比如，图 9A, 9B 和 9C 中所示的 3, 7 和 13 分段的加料模式）；及

（d）每个随后的楔形体几乎与紧前面的楔形体相对、邻近第二最近的楔形体并在第二最近的楔形体之后接着坩埚的至少一个旋转后堆积。

另一方面，迄今为止实验结果表明，与连续加料法相比，粒状多晶硅更频繁的堆积在露出的未熔化的多晶硅的特定部分上，可以大大延长加料时间。或者换另一种方式说，多晶硅是在粒状多晶硅堆积在整个露出的未

熔化的多晶硅上之前再堆积在一个楔形体上。例如，参见图 8B，在坩埚旋转约每 108° 之后堆积 36° 楔形体，这样造成粒状多晶硅每 3 个工作周期堆积在相同位置上。同样，图 8C 中所示的加料模式导致粒状硅在每个其它工作周期再堆积在相同位置上。延长加料时间的加料模式在加热器只能以低加料速率（比如少于约 15 kg/hr）熔化粒状多晶硅，以使露出的未熔化的多晶硅不超过坩埚直径的约 85%的情况下，可能是有利的。

侧面加热器 30 通常是在粒状多晶硅 40 加料到未熔化的多晶硅 11 上期间保持通电。例如，当形成 80 kg 熔体时，侧面加热器的功率水平保持在约 118 kW。如图 3 所示，在粒状多晶硅加料期间的连续加热的综合效果是产生一个在小岛 44 下面形成的固化的硅体 46。在优选实施例中，固化的硅体 46 包括初始装料的块状多晶硅和后面加料的粒装多晶硅二者。

加料按照间歇式输送法所述的参数，持续至最终硅熔体中所希望的硅体的总量已装入坩埚 20 中为止。对于其中起初装料用 40 kg 块状多晶硅的 80 Kg 总熔体质量，必需通过加料管 42 装料 40 kg 粒状多晶硅 40。然而，在坩埚 20 可以容纳附加硅熔体的情况下，也可以利用更大的总装料量。在粒状多晶硅 40 的加料完成之后，加料管 42 可以远离坩埚 20 的中心定位，以便能够拉晶。此时，如图 4 所示，坩埚 20 中的大量硅是熔化的硅 16，同时留下比较少量的固化的硅体 46。

粒状多晶硅和未熔化的多晶硅，共同地包括固化的硅体 46，它们进一步熔化以便形成硅熔体。如图 5 所示，硅熔体包括 100%熔化的硅 16。当形成 80 kg 熔体时，侧面加热器 30 的功率水平优选的是保持在 118 kW，以便在大约 30 分钟内完成最终熔化。

为了帮助选择间歇式输送参数，表 B 包含了对各种不同的工作/停歇周期的组合和以约 2 rpm 旋转坩埚时的多晶硅加料速率计算的加料速率。

表 B

分段	3	4	5	7	6	9	8	13	10	12
工作时间（s）	10.0	7.5	6.0	4.3	5.0	3.3	3.8	2.3	3.0	2.5
停歇时间（s）	10.0	15.0	12.0	12.9	20.0	13.3	22.5	13.8	24.0	25.0
多晶硅流率（g/s）	计算的加料速率（kg/hr）									
5	9.0	6.0	6.0	4.5	3.6	3.6	2.6	2.6	2.0	1.6
10	18.0	12.0	12.0	9.0	7.2	7.2	5.1	5.1	4.0	3.3
15	27.0	18.0	18.0	13.5	10.8	10.8	7.7	7.7	6.0	4.9
20	36.0	24.0	24.0	18.0	14.4	14.4	10.3	10.3	8.0	6.5
25	45.0	30.0	30.0	22.5	18.0	18.0	12.9	12.9	10.0	8.2
30	54.0	36.0	36.0	27.0	21.6	21.6	15.4	15.4	12.0	9.8
35	63.0	42.0	42.0	31.5	25.2	25.2	18.0	18.0	14.0	11.5

加料速率按照下面公式计算:

$$\text{加料速率}(kg/hr)=\frac{3600(s/hr)\times\text{工作时间}(s)\times\text{多晶硅流率}(g/s)}{[\text{工作时间}(s)+\text{停歇时间}(s)]\times 1000(g/kg)}$$

作为例子，在图 9A, 9B 和 9C 中分别示出 3, 7 和 13 分段的堆积模式。

尽管上面的讨论针对起始装料（多晶硅的装料和加料）及在坩埚中熔化多晶硅以形成硅熔体，但本发明也针对含有一种经过消耗的熔化硅装料的坩埚的再装料。经过消耗的熔化装料通常是由于从先前形成的硅熔体中提拉单晶硅锭而形成的；在晶锭与硅熔体分离之后一部分硅熔体留在坩埚中。优选的是，从先前形成的硅熔体中提拉的晶锭留下经过消耗的熔化硅装料，上述留下的熔化硅装料具有的重量（w）为要由再装料所形成的硅熔体重量的约 15%-约 40%。更优选地，经过消耗的熔化硅装料的重量（w）为要由再装料所形成的硅熔体重量的约 20%-约 30%。按照本发明，多晶

硅是通过将多晶硅输送到经过消耗的熔化硅装料上加入旋转的坩埚中，以便形成包括熔化硅和未熔化的多晶硅的部分装料，熔化的硅包括一个上表面，未熔化的多晶硅包括在熔化的硅表面上方的露出部分，该露出的未熔化的多晶硅具有一个中心和一个宽度 d，宽度 d 相当于沿着露出的未熔化的多晶硅与熔化的硅的上表面之间界面的两点之间的最长距离。加入坩埚中以形成部分装料的多晶硅可以通过任何合适的方法（比如，通过连续加料和/或间歇式输送）加料。然而，优选的是，该部分装料按照本文详细说明的间歇式输送形成。例如，为了迅速建立露出的未熔化的多晶硅，如图 8B 和 8C 中所示，频繁地将多晶硅堆积在经过消耗的熔化硅和/或露出的未熔化的多晶硅的特定部分上可能是有益的。该再装料通过间歇式输送多晶硅到露出的未熔化的多晶硅上而持续将多晶硅加入旋转的坩埚中，从而保持了露出的未熔化的多晶硅的宽度（d），如本文详细说明的。使未熔化的多晶硅和间歇式输送的多晶硅熔化以便形成硅熔体。

例 1

将大约 40 kg 块状多晶硅装入一个 20 英寸（51 cm）直径的坩埚中并加热，以便形成熔化的硅和未熔化的多晶硅。利用一个稍微偏离坩埚中心线（约 15 mm）和在熔体表面上方大约 10 英寸（25 cm）设置的垂直式加料管，将约 40 kg 粒状多晶硅加入到坩埚中，达到总装料量为约 80 kg。粒状多晶硅流率（f）为大约 17 克/秒从料斗穿过注射器管并进入坩埚中。

炉侧加热器功率为约 118 kW，坩埚转速（r）为约 2 RPM（转/分）。块状多晶硅在约 3.5 小时后部分地熔化（亦即，定心在坩埚中的多晶硅小岛的直径约为坩埚直径的 75%）。起初，工作周期的持续时间（t_{on}）设定为约 5 秒和停歇周期的持续时间（t_{off}）设定为约 20 秒，以便提供约 11.5 kg/hr 的加料速率（F）。选定起初的工作/停歇周期组合，以便提供一个加料速率，该加料速率根据在连续加料情况下的经验，将小岛的未熔化的多晶硅（小岛）直径的宽度（d）保持为坩埚直径（D）的约 75%（亦即约 38 cm），上述设定产生如图 8A 所示的 6 分段加料模式。

在 t_{on} / t_{off} 设定为 5s/20s 时，熔化速率比预期的熔化速率快得多，并且

露出的未熔化的多晶硅（小岛）尺寸上收缩到小于坩埚直径的约 75%。在约 1 小时后，t_{off}减少到约 15 秒，以便提供约 14.5 kg/hr 的加料速率。在这种 t_{on} / t_{off}组合情况下，小岛尺寸迅速生长到坩埚直径的约 75%。在 5s/15s 设定下（在图 8B 中示出）约 2 小时后，必需将 t_{off}降到约 10 秒，以使小岛的直径保持在坩埚直径的约 75%处。5s/10s 组合（图 8C 中所示）产生一个约 19.2 kg/hr 的加料速率。40 kg 粒状多晶硅添加在约 3 小时 15 分钟内完成，并且小岛在另外 30 分钟后完成熔化。总熔化时间为约 7 小时 15 分钟。

与连续式将粒状多晶硅加到块状多晶硅起初装料上相比——这通常能以约 8-12 kg/hr 加料/熔化粒状多晶硅而同时使小岛的宽度保持为坩埚直径的约 75%，以 5s/20s 加料的粒状多晶硅熔化速率令人惊奇地快（亦即小岛尺寸收缩小于坩埚直径的约 75%）。令人惊奇的是，在 5s/15s 和 5s/10s 下的加料/熔化速率对已分别增加到约 52 kg 和 60 kg 的熔体质量来说，令人惊奇地慢。

例 2

根据例 1 详述的试验，可以确定，间歇式加料法可以大大增加加料速率（F），在该加料速率（F）下，可以保持合适的小岛宽度，因而与连续加料法相比，减少了加料时间。具体地说，可以确定，使依次（相继）堆积的楔形体之间的旋转度最大和使加料材料重新（再）堆积在多晶硅小岛一特定部分或分段上之前的工作周期数最大，大大增加了可以保持 75%坩埚直径的小岛尺寸的流率。

鉴于上述原理，确定和试验了最佳参数组，以便使粒状多晶硅在装载坩埚中的加料/熔化速率达到最大。与例 1 中一样，坩埚开始用 40 kg 块状多晶硅装载，重力加料器以约 17 g/s 的流率（f）输送粒状多晶硅，侧面加热器功率为约 118 kW。图 10 中所示的堆积模式与约 5s/12s 的工作/停歇周期组合一起选用。可以确定，根据下面公式，坩埚应以约 2.1 rpm 的速率（r）旋转：

RPM=60s/(1×工作周期秒数+2 × 停歇周期秒数)。

按照上述参数，粒状多晶硅以约 20 kg/hr 的速率（F）下加料到露出的未熔化的多晶硅（小岛）上，而同时使小岛的宽度保持为坩埚直径的约 75%。这样，间歇式加料法将加料时间减少到约 2 小时，这个时间约为连续加料法所需时间的一半。

根据本发明的详细说明和上述实例，显然可看出，本发明的几个目的都达到了。

本文所提供的解释和举例说明打算让该技术的技术人员了解本发明，它的原理及它的实际应用。本技术领域的技术人员可以用本发明的许多形式采用和应用本发明，因为本发明可能最适合于一种特定应用的一些要求。因此，如上所述的本发明特殊实施例不打算作为穷举的或是限制本发明。

当介绍本发明或本发明的一些优选实施例中的各要件时，冠词“一”，“一个”，“该”和“上述”打算意思是指有要件中的一个或多个。术语“包含”，“包括”和“具有”打算是包括在内的，并且意思是指除了所列举的要件之外还可以有一些附加的要件。

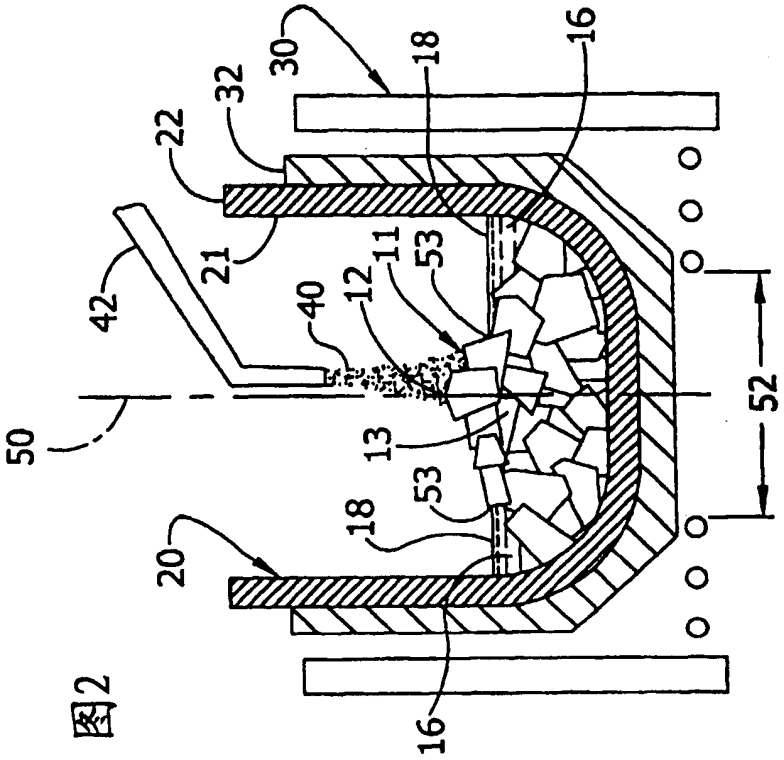

30
18
16
32
22
21
11
53
42
40
12
52
50
13
53
18
20
16

图2

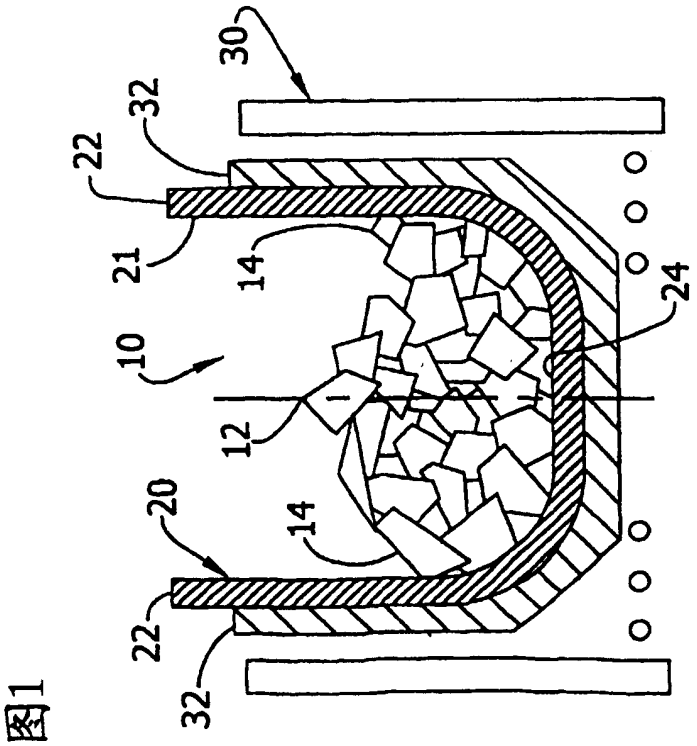

30
32
22
21
14
24
10
12
20
14
22
32

图1

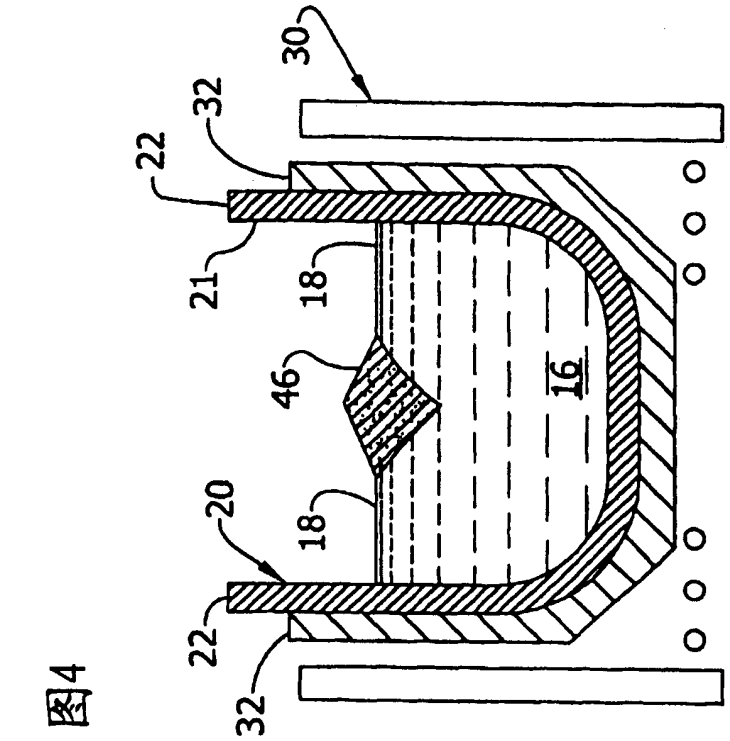

30
32
22
21
18
46
16
20
18
22
32

图4

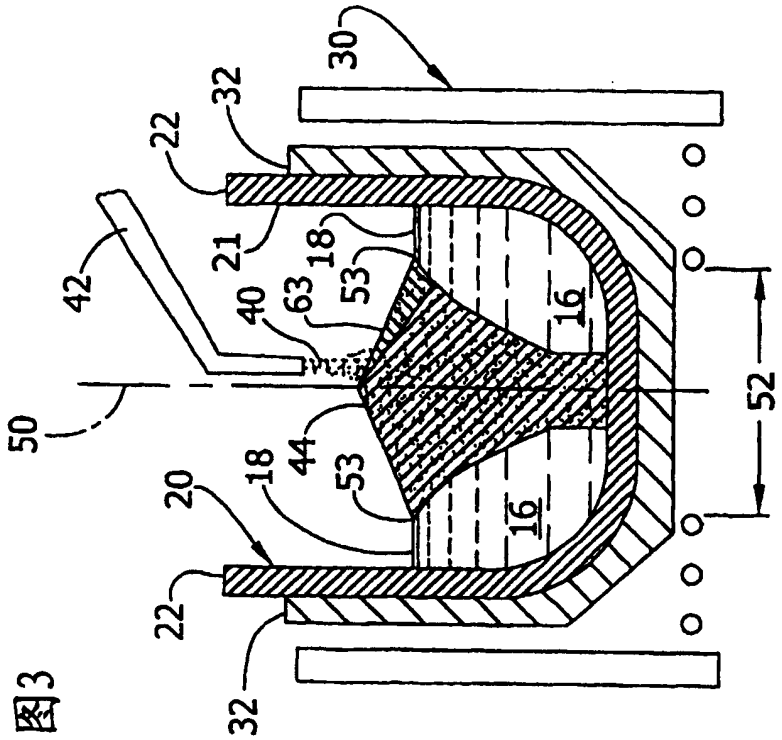

30
32
22
21
18
42
63
53
40
16
50
52
44
53
18
20
16
22
32

图3

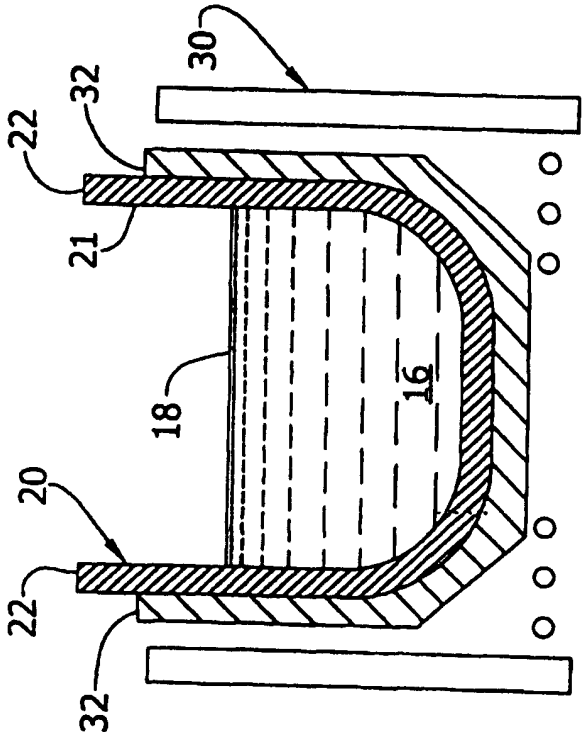


图5

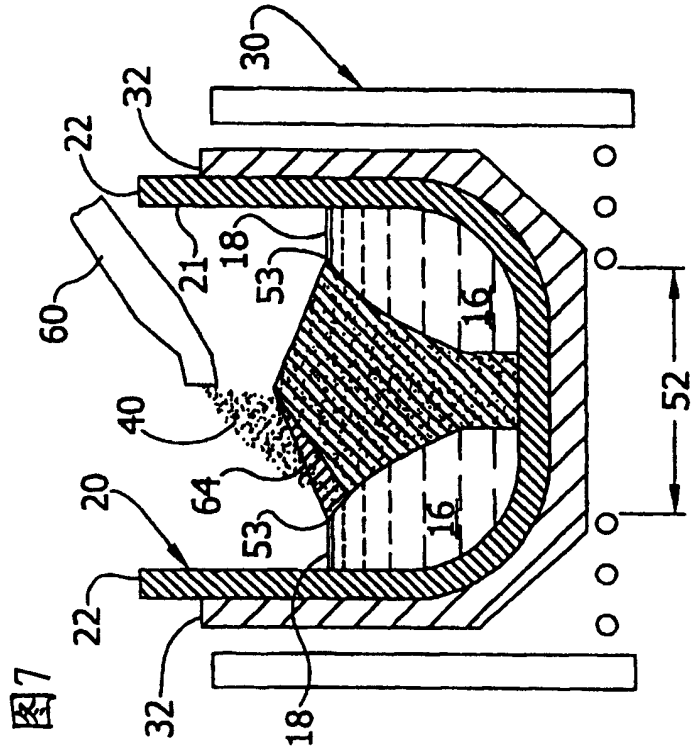

30
32
22
60
21
18
53
16
40
52
64
20
53
16
22
32
18

图7

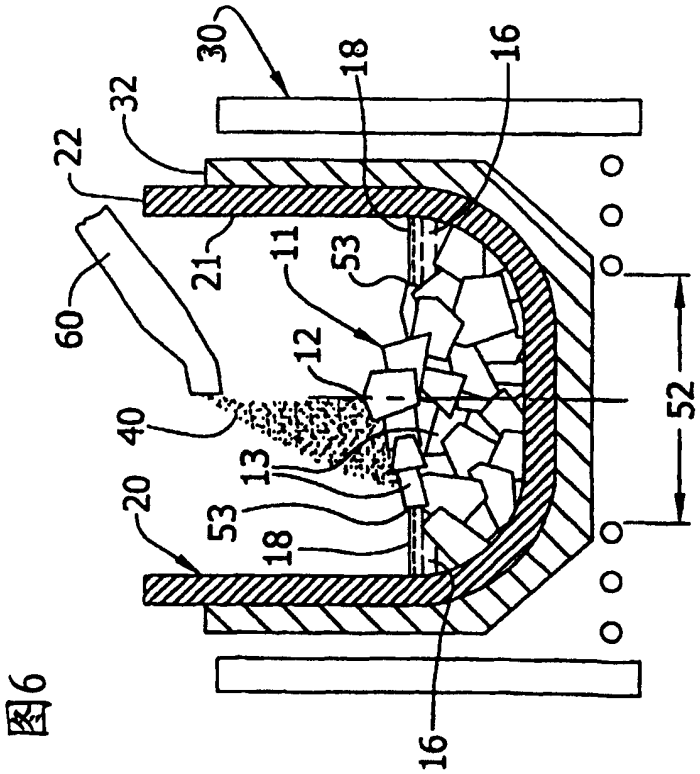

30
18
16
32
22
60
21
11
53
12
40
52
13
20
53
18
16

图6

图8A

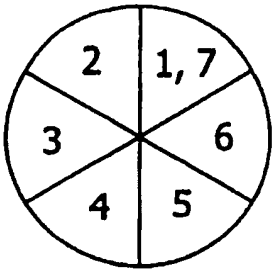


图8B

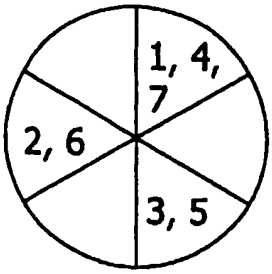


图8C

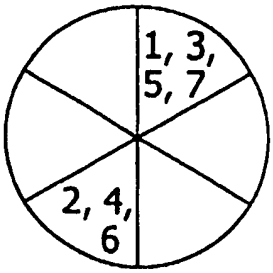


图9A

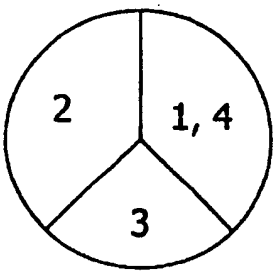


图9B

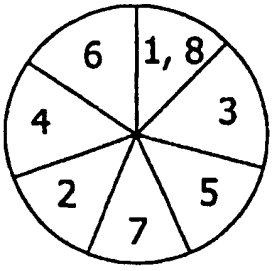


图9C

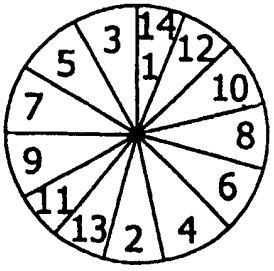


图10

