

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C30B 29/06 (2006.01)

C30B 15/00 (2006.01)



[12] 实用新型专利说明书

专利号 ZL 200720096818.3

[45] 授权公告日 2008 年 5 月 14 日

[11] 授权公告号 CN 201058893Y

[22] 申请日 2007.7.19

[21] 申请号 200720096818.3

[73] 专利权人 任丙彦

地址 300130 天津市红桥区丁字沽一号路八
号河北工业大学材料学院信息功能材
料研究所

[72] 发明人 任丙彦 任 丽

[74] 专利代理机构 天津市杰盈专利代理有限公司

代理人 赵 敬

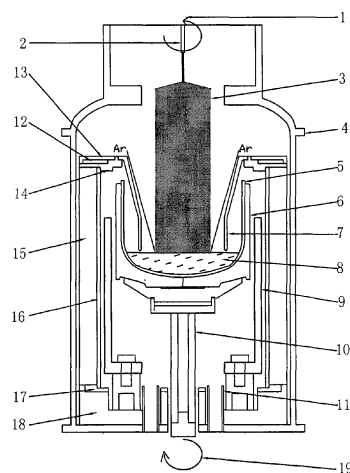
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

[54] 实用新型名称

直拉法生长掺镓硅单晶的装置

[57] 摘要

本实用新型涉及一种直拉法生长掺镓硅单晶的装置。它包括单晶炉、加热器、导流筒、石英坩埚、石墨坩埚、保温盖、保温筒、托盘、固化保温碳毡、固化炉底护盘和排气孔。加热器外围处安装石墨保温筒，保温筒外面安装固化保温碳毡；石墨保温筒上沿也被石墨上托盘的下子口定位，导流筒上沿由在石墨上托盘的上子口定位，上保温盖由石墨上托盘的上面外子口定位。石墨坩埚杆支撑石墨坩埚，石英坩埚座落在石墨坩埚内，石英坩埚上沿高出石墨坩埚上沿。本实用新型使热场系统内充满氩气，结构简单合理，能提高硅单晶质量，可得到掺镓硅单晶纵向电阻率完全符合要求的大直径低位错密度的掺镓硅单晶，能满足高效太阳能电池衬底材料的要求，有广泛的应用价值。



1、一种直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于该装置包括单晶炉、加热器、导流筒、石英坩埚、石墨坩埚、保温盖、保温筒、托盘、固化保温碳毡、固化炉底护盘和排气孔；

所述的单晶炉炉膛内安装加热器，加热器外围处安装石墨保温筒，保温筒外面安装固化保温碳毡；石墨保温筒座落在固化炉底护盘上的石墨下托盘的子口内，石墨保温筒上沿也被石墨上托盘的下子口定位，导流筒上沿由在石墨上托盘的上子口定位，上保温盖由石墨上托盘的上面外子口定位；石墨坩埚杆支撑石墨坩埚，石英坩埚座落在石墨坩埚内，石英坩埚上沿高出石墨坩埚上沿。

2、按照权利要求1所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的加热器外围15mm处安装石墨保温筒。

3、按照权利要求1所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的石英坩埚上沿高出石墨坩埚上沿20~25mm。

4、按照权利要求1所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的加热器按32等分开瓣缝，电极位置不开缝，实际为30瓣。

5、按照权利要求4所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的开瓣缝宽10mm，开缝高度285mm。

6、按照权利要求4所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的加热器外径495mm，内径458mm，电极开孔间距320mm。

7、按照权利要求1所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的加热器有效高度在330~375mm范围，加热器总高度为480mm。

8、按照权利要求1所述的直拉法生长掺镓硅单晶的装置，其特征在于所述的单晶炉炉膛内径为 $\phi=620\sim700\text{mm}$ 。

直拉法生长掺镓硅单晶的装置

技术领域

本实用新型涉及掺镓直拉硅单晶的制备技术，特别一种直拉法生长掺镓硅单晶的方法和装置。在晶体生长工艺中压缩晶锭的纵向电阻率分布范围，使其完全分布在目前晶硅太阳能电池制备的电阻率范围之内。

技术背景

国内外有不少关于掺 Ga 硅单晶电阻率分布工艺及特性研究的文献报道。裴素华等报道了(Ga 在 SiO_2/Si 系下的扩散模型与分布规律，稀有金属材料与工程，2005，6，920-923.) 利用二次离子质谱分析、薄层电阻测量方法，对 Ga 在 SiO_2/Si 系下的扩散特性、硅表面及体内分布进行了装置研究，并得出结论。日本也有掺镓硅单晶的生产方法，为了改进掺镓的硅单晶在拉轴方向的电阻率分布和生产具有统一的电阻率的硅单晶，提出了一种基于直拉法生产掺镓硅单晶的方法，其中包含在拉硅单晶的时候降低大气压力（ABE TAKAO. METHOD FOR PRODUCING Ga-DOPED SILICON SINGLE CRYSTAL. :JP 2002154896, 2002-05-28）。

直拉法（CZ 法）生长掺镓硅单晶最大的困难是由于镓在硅中的分凝系数非常小 $k_0=0.08$ （而硼在硅中的分凝系数为 0.8），因此用普通直拉法生长的掺镓硅单晶锭头部和尾部电阻率相差很大，头部电阻率与尾部电阻率之比达 50 倍~60 倍，只能有一少部分应用于太阳能电池制作。美国专利（US 6, 815, 605）虽然报道了有关掺镓硅单晶的生产方法，但它是用一种原晶和熔化的硅联合并且被循环拉制成一种硅单晶锭，而且其电阻率的范围从 $5\Omega\cdot\text{cm}\sim 0.1\Omega\cdot\text{cm}$ （50 倍），其缺点在于需要事先准备原晶而且循环拉制，工艺复杂成本高，并且拉出晶锭的纵向电阻率范围大，不能工业化推广。

发明内容

本实用新型的目的是提供一种直拉法生长掺镓硅单晶的装置，可以克服现有技术的缺点。它是对现有直拉法生长单晶装置的改进。本实用新型提供了一种专门用于生长掺镓硅单晶的热场装置，晶转坩转拉速组合，多层高度隔热的漏斗型热屏，形成优化的快速结晶潜热携带氩气流场。使热场系统内充满氩气，保护掺镓硅单晶生长，提高硅单晶质量，结构简单合理，得到掺镓硅单晶纵向电阻率完全符合要求的大直径低位错密度的掺镓硅单晶，能满足高效太阳能电池衬底材料的要求，有广泛的应用价值。

本实用新型提供的一种直拉法生长掺镓硅单晶的装置包括单晶炉、加热器、导流筒、石英坩埚、石墨坩埚、保温盖、保温筒、托盘、固化保温碳毡、固化炉底护盘和排气孔。

本实用新型是采用通用的单晶炉（炉膛内径为 $\phi=620\sim 700\text{mm}$ ）炉膛内安装加热器的热装置。加热器外围处安装石墨保温筒，保温筒外面安装固化保温碳毡；石墨保温筒座落在固化炉底护盘上的石墨下托盘的子口内，石墨保温筒上沿也被石墨上托盘的下子口定位，导流筒上沿由在石墨上托盘的上子口定位，上保温盖由石墨上托盘的上面外子

口定位。石墨坩杆支撑石墨坩埚，石英坩埚座落在石墨坩埚内，石英坩埚上沿高出石墨坩埚上沿。

所述的加热器外围 15mm 处安装石墨保温筒，所述的石英坩埚上沿高出石墨坩埚上沿 20~25mm。

所述的加热器按 32 等分开瓣，电极位置不开缝，实际为 30 瓣。缝宽 10mm，开缝高度 285mm。加热器外径 495mm，内径 458mm，电极开孔间距 320mm。

所述的加热器有效高度在 330~375mm 范围，加热器总高度为 480mm，

使用本实用新型的方法和装置，用纯度为 6 个 9 的镓，用太阳能级的块状多晶硅（ $B \leq 0.1 \text{ppba}$, $D \leq 0.9 \text{ppba}$, $C \leq 0.5 \text{ppma}$ ）均可以得到头部和尾部电阻率之比为 5~6 倍的优质单晶硅。即 $0.5 \Omega \cdot \text{cm} \sim 3 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

由于镓的分凝系数很小 $k_0 = 0.08$ ，而且易挥发，电阻率极难控制。使用本实用新型的特制导流筒，不仅极大地挡住了加热器向晶棒的辐射热，使晶体的纵向温度梯度加大，而且氩气导流的方向直吹结晶前沿使结晶潜热散发迅速可改善结晶。导流筒下沿放置距液面 5~25cm，克服了炉内氩气流场的湍流现象。另外，本实用新型的晶转、坩转和拉速的配比也保证了硅中镓在非正常分凝下进入晶体。

用本实用新型生长的掺镓硅单晶的物理参数为导电类型 P 型，晶向 $\langle 100 \rangle$ ， $\Phi 154 \text{mm}$ ，电阻率 ρ 为 $0.5 \Omega \cdot \text{cm} \sim 3 \Omega \cdot \text{cm}$ ，间隙氧含量为 $[O_i] \leq 17.5 \text{ppma}$ ，替位碳含量为 $[Cs] \leq 0.5 \text{ppma}$ ，非平衡少数寿命 $\tau \geq 150 \mu \text{s}$ ，位错密度 $\text{EPD} \leq 500/\text{cm}^2$ 。

本实用新型提供的掺镓 P 型 $\langle 100 \rangle$ 晶向硅单晶直拉法生长装置，使整根掺镓硅单晶的电阻率从头部至尾部完全分布在电池制作所需的电阻率范围之内。使用特定热装置和特定工艺生产，在投料量 42~45 公斤的 $\Phi 16''$ 热场装置下生长的 $\Phi 150 \text{mm}$ ，P 型 $\langle 100 \rangle$ 晶向硅单晶的电阻率，可以控制在 $0.5 \Omega \cdot \text{cm} \sim 3 \Omega \cdot \text{cm}$ 范围之内，为高效太阳能电池的提高效率并抑制效率衰减创造了工业化的基础。

本实用新型的晶体生长方法实用、效率高、成本低，能得到纵向电阻率范围完全符合要求的大直径低位错密度的掺镓硅单晶，能满足高效太阳能电池衬底材料的要求。

本实用新型提供的直拉法生长掺镓硅单晶的装置是对现有直拉法生长单晶装置的明显改进。使用本发明的热装置，晶转坩转拉速组合，导流筒充分引导氩气的定向流动，多层高度隔热的漏斗型热屏，形成优化的快速结晶潜热携带氩气流场。使热系统内总是充满最新鲜的低温氩气，固化隔热材料作为保温材料的应用等。使用加热器在于减小高温熔体的热对流，有利于结晶前沿的熔硅平稳。保证掺镓硅单晶正常生长。提高硅单晶质量，结构简单合理，有广泛的应用价值。

附图说明

图 1 为本实用新型直拉法生长掺镓硅单晶的热场装置剖面示意图。

图 2 为本实用新型导流筒部件示意图。

图 3 为本实用新型导流筒部件安装示意图。

图 4 为本实用新型加热器示意图。

图 5 为本实用新型石墨坩埚示意图。

图 6 为本实用新型保温材料安装示意图。

图 7 为本实用新型炉底护盘示意图。

图 8 为本实用新型加热器安装示意图。

具体实施方式

本实用新型参照附图详细说明如下：

如图所示，1 是晶转方向，2 是籽晶，3 是单晶硅棒，4 是炉体，5 是石英坩埚，6 是石墨坩埚（a 是多晶硅 b 是镓），7 是导流筒，8 是熔硅，9 是加热器，10 是石墨坩埚杆，11 是排气孔，12 是上保温盖碳毡，13 是上保温盖，14 是石墨上托盘，15 是固化保温碳毡，16 是石墨保温筒，17 是石墨下托盘，18 是固化炉底护盘，19 是坩埚转方向。

本实用新型是在炉膛内径为 $\Phi=620\text{mm}$ 单晶炉内安装以加热器 9 为核心的复合式热装置，加热器外围 15mm 处安装石墨保温筒 16，石墨保温筒 16 外面安装固化保温碳毡 15。石墨保温筒 16 座落在固化炉底护盘 18 上的石墨下托盘 17 的子口内，石墨保温筒 16 上沿也被石墨上托盘 14 的下子口定位，导流筒 7 上沿由在石墨上托盘 14 的上子口定位，上保温盖 13 也由石墨上托盘 14 的上面外子口定位。石墨坩埚杆 10 支撑石墨坩埚 6，石英坩埚 5 座落在石墨坩埚 6 内，石英坩埚 5 上沿需高出石墨坩埚 6 上沿 20 mm(20~25 mm 均可)。

所述的加热器按 32 等分开瓣，电极位置不开缝，实际为 30 瓣。缝宽 10mm，开缝高度 285mm。加热器外径 495mm，内径 458mm，电极开孔间距 320mm。

所述的加热器有效高度在 350mm 范围，加热器总高度为 480mm。

本实用新型使用太阳能级的块状多晶硅（ $B \leq 0.1\text{ppba}$, $D \leq 0.9\text{ppba}$, $C \leq 0.5\text{ppma}$ ），镓（纯度 99.9999%）是由中国有色金属研究总院生产。

应用实施例：使用本实用新型直拉法生长掺镓硅单晶的方法包括装料、加热、拉晶等步骤：

第一步：按常规方法将单晶炉清炉，抽真空，真空泄漏率达到 1Pa/3min,并确认无故障时，开炉、装料，并将镓放至石英坩埚内多晶硅原料的中心部位。充氩气至炉压 2000Pa。

第二步：低坩埚位化料，坩埚转为零，待确认化料中塌料后，将坩埚转方向调至 1 转/分钟，化料完毕，熔硅温度 1500℃。

第三步：化料完毕，加热功率电控欧路切入自动，降温至液面有过冷度，待熔硅温度稳定 30 分钟后，将籽晶降至距熔硅液面 90mm 处预热 30 分钟，开始下降引细径，此时晶转调至 7 转，浸熔 30 分钟后提拉，拉速为 5.5mm/min，细径长度不小于 160mm，直径 $\leq 3\text{mm}$ 。

第四步：转肩拉速 2.4mm/min，转肩 1/2 后拉速调至 1.2mm/min。

第五步：等径生长，炉压调至 2500Pa，拉速 0.9mm/min，氩气流速调至 25L/h，晶转在 6~30 转/分钟内调节，调坩埚位保持导流筒下沿与液面之间距离 15mm，坩埚转在 10 转/分钟，按常规工艺调节、收尾和冷却。实验测定结果：投料量 42 公斤的 $\Phi 16''$ 热场装置下生长的 $\Phi 150\text{mm}$, P 型 $\langle 100 \rangle$ 晶向，硅单晶棒的电阻率，头部 $\rho \leq 3 \Omega \cdot \text{cm}$ ，尾部 $\rho \geq 0.5 \Omega \cdot \text{cm}$ 。间隙氧含量为 $[\text{O}_i] \leq 17.5\text{ppma}$ ，替位碳含量为 $[\text{Cs}] \leq 0.5\text{ppma}$ ，非平衡少子寿命 $\tau \geq 150 \mu\text{s}$ ，位错密度 $\text{EPD} \leq 500/\text{cm}^2$ 。

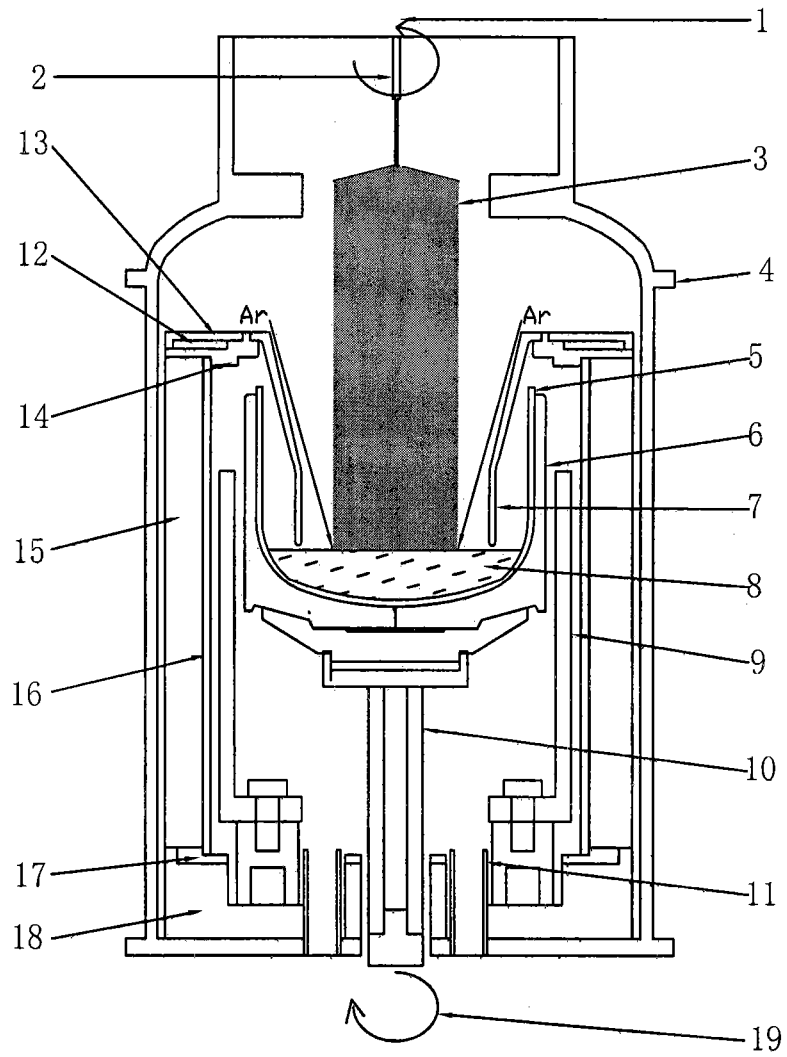


图 1

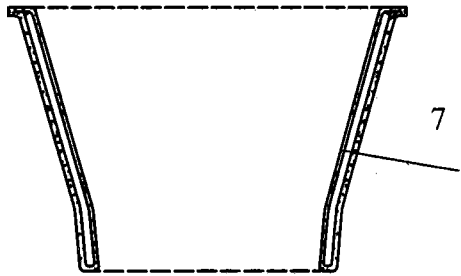


图 2

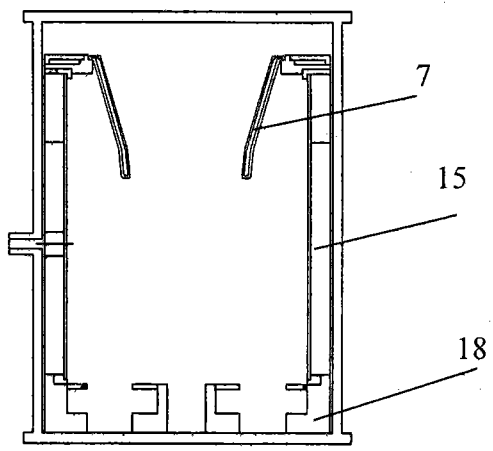


图 3

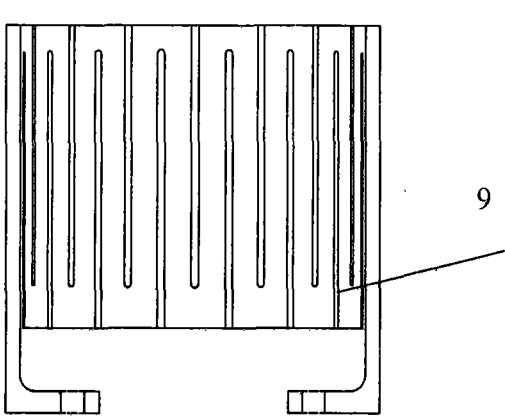


图 4

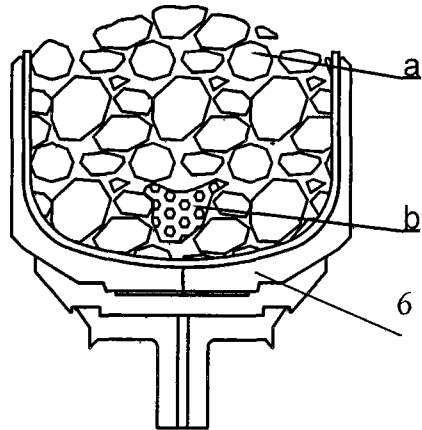


图 5

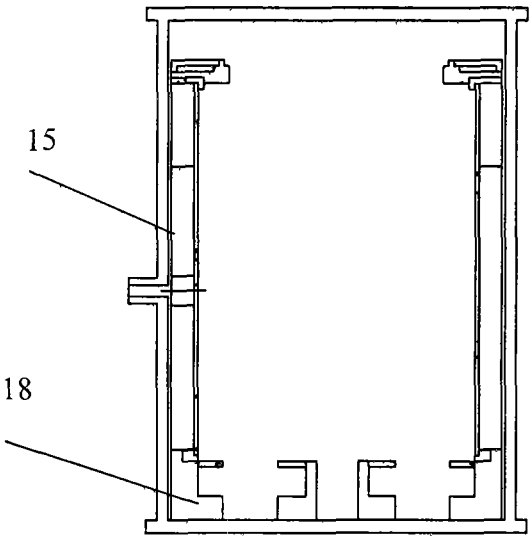


图 6

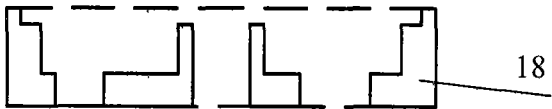


图 7

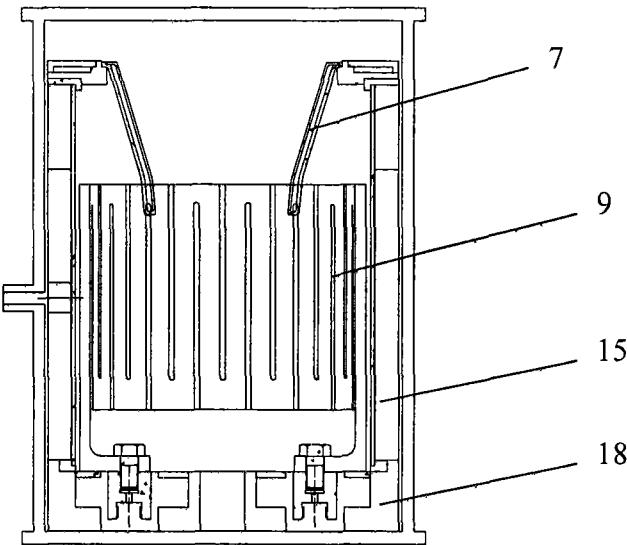


图 8