

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101928980 B

(45) 授权公告日 2012. 10. 03

(21) 申请号 201010284948. 6

CN 201362752 Y, 2009. 12. 16,

(22) 申请日 2010. 09. 17

US 7601618 B2, 2009. 10. 13,

(73) 专利权人 浙江碧晶科技有限公司

CN 201362752 Y, 2009. 12. 16,

地址 312300 浙江省绍兴市上虞市人民西路
567 号

US 3973750, 1976. 08. 10,

审查员 王维佳

(72) 发明人 李乔 马远

(74) 专利代理机构 杭州天勤知识产权代理有限
公司 33224

代理人 胡红娟

(51) Int. Cl.

C30B 11/00 (2006. 01)

C30B 29/06 (2006. 01)

(56) 对比文件

CA 2680780 A1, 2008. 10. 02,

EP 0105823 A1, 1984. 04. 18,

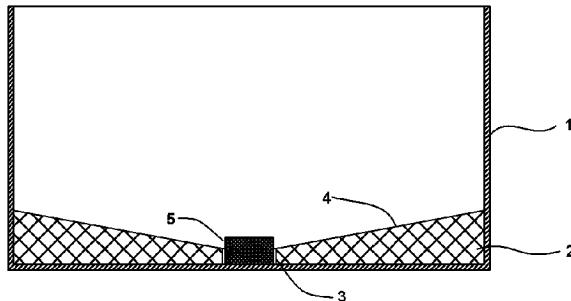
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种用于定向凝固法生长硅晶体的引晶导向
模

(57) 摘要

本发明公开了一种用于定向凝固法生长硅晶体的引晶导向模，放置在石英坩埚内的底部，包括籽晶容器和引晶段，所述的籽晶容器设有用于放置籽晶的第一空腔，所述的引晶段由连接在所述的籽晶容器周围的一个或多个块体构成，所述的块体与放置在所述的石英坩埚内的硅原料相接触的面为坡面，所述的坡面围成一个近似的梯形锥面，所述的梯形锥面的底部与所述的第一空腔的顶端相接触，所述的梯形锥面的顶部与所述的石英坩埚的侧壁相接触。本发明无需改变现有定向凝固炉和石英坩埚的结构，即可解决籽晶放置问题，并使籽晶在引晶过程中消除位错，从而有效地生长单晶硅或者生长大晶粒的多晶硅铸锭。本发明的引晶导向模成本低，易于加工。



1. 一种用于定向凝固法生长硅晶体的引晶导向模, 放置在石英坩埚内的底部, 其特征在于, 包括籽晶容器和引晶段, 所述的籽晶容器设有用于放置籽晶的第一空腔, 所述的引晶段由连接在所述的籽晶容器周围的一个或多个块体构成, 所述的块体与放置在所述的石英坩埚内的硅原料相接触的面为坡面, 所述的坡面围成一个近似的梯形锥面, 所述的梯形锥面的底部与所述的第一空腔的顶端相接触, 所述的梯形锥面的顶部与所述的石英坩埚的侧壁相接触。

2. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的籽晶容器的第一空腔的中心轴线与所述的引晶导向模的中心轴线相同。

3. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的第一空腔的截面为圆形或正方形。

4. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的第一空腔的截面面积为 $0.25 \sim 40000\text{mm}^2$, 高度为 $5 \sim 50\text{mm}$ 。

5. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的坡面的底部与顶部之间的高度为 $5 \sim 100\text{mm}$ 。

6. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的引晶导向模由石墨、炭炭复合材料、石英或氮化硼材料中的一种加工而成。

7. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的引晶导向模表面覆盖有一层氮化硅或氮化硼涂层, 所述的涂层的厚度为 $0.001 \sim 5\text{mm}$ 。

8. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的第一空腔的横截面处处相同。

9. 如权利要求 1 所述的引晶导向模, 其特征在于 : 所述的块体的内部设有空腔。

一种用于定向凝固法生长硅晶体的引晶导向模

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制造硅单晶的设备,特别涉及一种定向凝固法生长硅单晶的热场中用于硅晶体引晶导向的模具,即,用于定向凝固法生长硅晶体的放置在石英坩埚内的引晶导向模。

背景技术

[0002] 硅单晶和硅多晶铸锭是晶体硅太阳能电池最常用的材料。通常,使用硅单晶材料制造的太阳能电池比使用硅多晶材料制造的太阳能电池具有更高的光电转换效率。目前,硅单晶最常用的制造方法有提拉法 (Czochralski 法) 和区熔法 (Floating Zone 法);硅多晶的制造方法则通常采用定向凝固法 (即铸造法)。定向凝固法是将硅原料放置在多晶铸锭炉内的坩埚中,通过改变温度场使硅原料从下向上定向结晶而成硅多晶。

[0003] 目前,采用定向凝固法生长而成的硅晶体通常为硅多晶,而不能得到硅单晶,其主要原因在于,定向凝固的初始过程并没有采用特定晶向的籽晶进行引导,凝固通常是从石英坩埚壁面开始,自发形成多个凝固核心并逐渐长大,使其最终形成的晶体为多晶而不是单晶。因此,采用定向凝固法生长硅单晶需要满足特定的条件,其中最重要的是在凝固开始时需要采用籽晶完成引晶过程。而目前市场上没有具有籽晶引晶功能的用于硅单晶生长的坩埚产品。如图 1 所示,在专利号为 ZL 200920115886.9 的中国实用新型专利中公开了一种用于定向凝固法生长硅单晶的坩埚,其中坩埚底部设有放置籽晶的籽晶套管。另外,为了防止硅熔液在熔化后随着套管的缝隙而泄漏,在所述的籽晶套管远离坩埚主体的一端用石英塞子进行密封。然而,由于硅的粘度很小,使得硅有极强的流动性和渗透性。上述坩埚的设计,即使在采用石英塞子的情况下,也没有完全解决硅熔液从籽晶套管泄漏的问题。另外,专利号为 ZL 200920115886.9 的中国实用新型专利中需要对石英坩埚做特殊的加工,增加了石英坩埚的制造成本。

发明内容

[0004] 本发明提供了一种用于定向凝固法生长硅晶体的引晶导向模,无需改变现有的定向凝固炉和石英坩埚的结构,即可解决籽晶放置问题,并使籽晶在引晶过程中消除位错,从而有效地生长单晶硅或者生长大晶粒的多晶硅铸锭。

[0005] 一种用于定向凝固法生长硅晶体的引晶导向模,放置在石英坩埚内的底部,其包括籽晶容器和引晶段,所述的籽晶容器设有用于放置籽晶的第一空腔,所述的引晶段由连接在所述的籽晶容器周围的一个或多个块体构成,所述的块体与放置在所述的石英坩埚内的硅原料相接触的面为坡面,所述的坡面围成一个近似的梯形锥面,所述的梯形锥面的底部与所述的第一空腔的顶端相接触,所述的梯形锥面的顶部与所述的石英坩埚的侧壁相接触。

[0006] 所述的籽晶容器的第一空腔的中心轴线与所述的引晶导向模的中心轴线相同,当所述的引晶导向模放置在所述的石英坩埚内的底部,并且将所述的籽晶放置在所述的第一

空腔内时,所述的籽晶位于所述的石英坩埚的底部的中心,这样有利于借助籽晶诱发形成硅单晶,并保证硅单晶品质的均匀性和一致性,更利于高品质硅单晶的生长。

[0007] 所述的第一空腔的形状与籽晶的形状相适应,因此所述的第一空腔的形状主要是针对现有籽晶的形状而设计的。对于大型籽晶而言,规则的方形或圆形籽晶更容易获得。所以,所述的第一空腔的截面优选为圆形或正方形。如果采用大型籽晶(截面积大于 2500mm^2),则圆籽晶可为采用提拉法(Czochralski法)生长的一段截断单晶,方籽晶可为采用定向凝固法生长的单晶经过开方(切方)后得到的一段截断单晶。

[0008] 所述的第一空腔为筒状,优选为等截面的细长筒状,即所述的第一空腔的横截面处处相同,考虑到加工的方便一般选用圆筒或方筒状。

[0009] 所述的第一空腔的截面面积决定了放置在其中的籽晶的截面积的大小。所述的第一空腔直径没有严格限制,但是太大的籽晶增加了采购籽晶的成本,而太小的籽晶会导致籽晶的加工困难。因此,所述的第一空腔(即籽晶容器)的截面面积可在 $0.25 \sim 40000\text{mm}^2$ 范围内选择,既容易加工获得,又能适当控制成本。

[0010] 所述的第一空腔的高度优选为 $5 \sim 50\text{mm}$ 。籽晶容器的第一空腔高度太高会过多地占用石英坩埚的容积,高度太低则不利用籽晶引晶的温度场控制。所述的第一空腔的高度在 $5 \sim 50\text{mm}$ 范围内选择,既不会占用太多石英坩埚的容积,又便于籽晶引晶的温度场控制。

[0011] 在石英坩埚的底部设置本发明的引晶导向模并用于硅晶体生长中,以放置在所述的籽晶容器的第一空腔中的籽晶诱导形核,自引晶段的块体与放置在所述的石英坩埚内的硅原料相接触的面上生长硅晶体。该接触面采用坡面,一个或多个坡面围成一个近似的梯形锥面,梯形锥面的底部与所述的第一空腔的顶端相接触,梯形锥面的顶部与所述的石英坩埚的侧壁相接触,所述的梯形锥面的底部与顶部之间的高度构成引晶段的有效高度,这样,从籽晶开始生长的硅晶体的生长过程将通过一个逐渐放大的引晶段,更有利于温度场的控制,抑制硅熔液在容器的壁面(包括石英坩埚和引晶导向模)处过冷,最终避免了自发成核的现象发生,使硅晶体一直保持为单晶状态。所述的梯形锥面的底部与顶部之间的高度优选为 $5 \sim 100\text{mm}$,高度太高,会过多地占用石英坩埚的容积;高度太低,则不利用籽晶的引晶过程和温度场控制。因此,选择在 $5 \sim 100\text{mm}$ 的高度,既不会占用太多石英坩埚的容积,又有利籽晶的引晶过程和温度场控制。

[0012] 制备所述的引晶导向模的主要原料可选用常用的石墨或炭炭复合材料(CFC)。当采用石墨材料制造时,所述的引晶导向模可采用整块石墨采用机加工的方法做出籽晶容器的第一空腔和引晶段的块体的近似的梯形锥面。所述的引晶导向模也可以采用氮化硼、石英、炭炭复合材料(CFC)等其他材料加工而成。

[0013] 为了便于硅晶体制备完成后的脱模,所述的引晶导向模表面用喷涂法覆盖有一层氮化硅(Si_3N_4)或氮化硼(BN)涂层,所述的涂层的厚度为 $0.001 \sim 5\text{mm}$ 。

[0014] 另外,由于所述的引晶导向模是放置在石英坩埚内部的,它的体积占用了原有石英坩埚的有效容量。为了尽量少地占用石英坩埚盛放硅原料的容量,引晶导向模的整体高度要尽量低。然而,太低的籽晶高度(对应于第一空腔的高度)或太低的引晶段的有效高度(对应于所述的块体的梯形锥面的底部与顶部之间的高度),均不利于控制晶体生长中的温度,难以实现籽晶的部分熔化和在晶体生长时消除位错。

[0015] 为了提高所述的引晶导向模引晶的质量,所述的第一空腔在靠近其顶端的部分至

少一段直径收缩形成缩口段。就缩口段本身而言可以是等径的也可以是锥形的。由于所述的缩口段具有逐渐缩小的直径，籽晶生长时通过缩口段的细长通道时，可以更好地消除从籽晶增长出的位错。

[0016] 为了更好地引晶，更好地控制温度梯度，在所述的块体的内部设有空腔，使得籽晶所在位置的温度与坩埚四周的温差更大，使硅熔液在保持过热的状态下，籽晶处的温度正好在熔点附近。

[0017] 本发明的引晶导向模能有效解决籽晶放置问题，并使籽晶在引晶过程中消除位错，不需要从根本上改变现有的定向凝固炉（比如：多晶铸锭炉）的结构，也不必改变现有的用于定向凝固炉的石英坩埚的结构，即可有效地生长单晶硅或者生长大晶粒的多晶硅铸锭。本发明的引晶导向模成本低，易于加工。

附图说明

[0018] 图 1 是现有技术中的石英坩埚的立体结构示意图；

[0019] 图 2 是放置在现有技术石英坩埚内的本发明的引晶导向模的立体结构示意图；

[0020] 图 3 是放置在现有技术石英坩埚内的本发明的引晶导向模的剖面结构示意图；

[0021] 图 4 是放置在现有技术石英坩埚内的本发明的引晶导向模的另一种实施方式的剖面结构示意图；

[0022] 图 5 是放置在现有技术石英坩埚内的本发明的引晶导向模的第三种实施方式的剖面结构示意图；

[0023] 图 6 是放置在现有技术石英坩埚内的本发明的引晶导向模的第四种实施方式的立体结构示意图（剖开的结构）；

[0024] 图 7 是放置在现有技术石英坩埚内的本发明的引晶导向模的第五种实施方式的剖面结构示意图；

[0025] 图中标号为：石英坩埚 1、引晶导向模 2、籽晶容器 3、引晶段 4、籽晶 5、中心线 6。

具体实施方式

[0026] 图 1 所示为现有技术中的石英坩埚（以方坩埚为例）的立体结构示意图。

[0027] 实施例 1：

[0028] 如图 2 和图 3 所示的一种引晶导向模 2，由石墨材料加工而成并放置在现有技术石英坩埚 1 内的底部，包括籽晶容器 3 和引晶段 4，籽晶容器 3 中间有方筒形的第一空腔，用于放置籽晶 5，第一空腔截面积为 10000mm^2 ，高度为 30mm，截面形状为正方形；引晶段 4 由连接在籽晶容器 3 周围的四个块体构成，每个块体与放置在石英坩埚 1 内的硅原料相接触的面为坡面，该坡面的底部与第一空腔的顶端相接触，该坡面的顶部与石英坩埚 1 的侧壁相接触，该坡面的底部与顶部之间的高度为 15mm。图 3 中给出了该引晶导向模的剖面图。

[0029] 籽晶容器 3 的第一空腔的中心轴线与引晶导向模 2 的中心轴线相同，这样，将引晶导向模 2 放置在石英坩埚 1 的底部，将籽晶 5 放置在籽晶容器 3 的第一空腔内时，籽晶 5 位于石英坩埚 1 的底部的中心，有利于借助籽晶诱发形成硅单晶，并保证硅单晶品质的均匀性和一致性，更利于高品质硅单晶的生长。

[0030] 引晶导向模 2 中籽晶容器 3 和引晶段 4 的内表面涂有氮化硅涂层，以方便硅晶体

生长完成后脱模。

[0031] 上述的放置有引晶导向模 2 的方形平底石英坩埚 1 在使用时,首先将柱状的<100>晶向的籽晶(籽晶为 100mm×100mm×高 40mm 的长方体)放置在籽晶容器 3 的第一空腔内;然后在石英坩埚 1 内填入硅原料。然后加热硅原料,通过控制温度的分布,使硅原料全部熔化,并同时使靠近硅原料的一部分籽晶熔化后,残留 15mm 长的一段未熔化的籽晶,当温度稳定一段时间后,即可进行定向凝固。由于未熔化的籽晶的引晶作用,定向凝固形成的单晶首先从籽晶处生长。通过调节热场,可使石英坩埚 1 内部保持一个稳定温度场和缓慢上升的凝固界面,并且保持凝固界面中央的温度低于石英坩埚 1 周边的温度,使得凝固界面凸向液相,这样就能够保证晶体不在坩埚壁上形成结晶核而破坏单晶结构,从而最终形成一个完整的单晶硅。

[0032] 实施例 2:

[0033] 如图 4 所示,采用与实施例 1 相同的方式,不同之处在于为了引晶,更好地控制温度梯度,在引晶段的每个块体的内部均设有空腔,使得籽晶所在位置的温度与坩埚四周的温差更大,使硅溶液在保持过热的状态下,籽晶处的温度正好在熔点附近。

[0034] 实施例 3:

[0035] 如图 5 所示,采用与实施例 2 相同的方式,不同之处在于为了更好地引晶并消除位错,将引晶导向模 2 的籽晶容器 3 的形状做了调整,即籽晶容器 3 的第一空腔在靠近其顶端的部分有一段直径收缩形成长 10mm 的缩口段,缩口段本身是等径的,但由于缩口段具有逐渐缩小的直径,籽晶生长时通过缩口段的细长通道时,可以更好地消除从籽晶增长出的位错。

[0036] 实施例 4:

[0037] 如图 6 所示,采用与实施例 1 相同的方式,不同之处在于所述的锥面为圆锥坡面,所述的籽晶容器 3 中间的空腔为圆桶状。该圆锥坡面为斜直线绕中心线 6 的旋转面。

[0038] 实施例 5:

[0039] 如图 7 所示,采用与实施例 4 相同的方式,不同之处在于所述的圆锥坡面为弧线绕中心线 6 的旋转面。

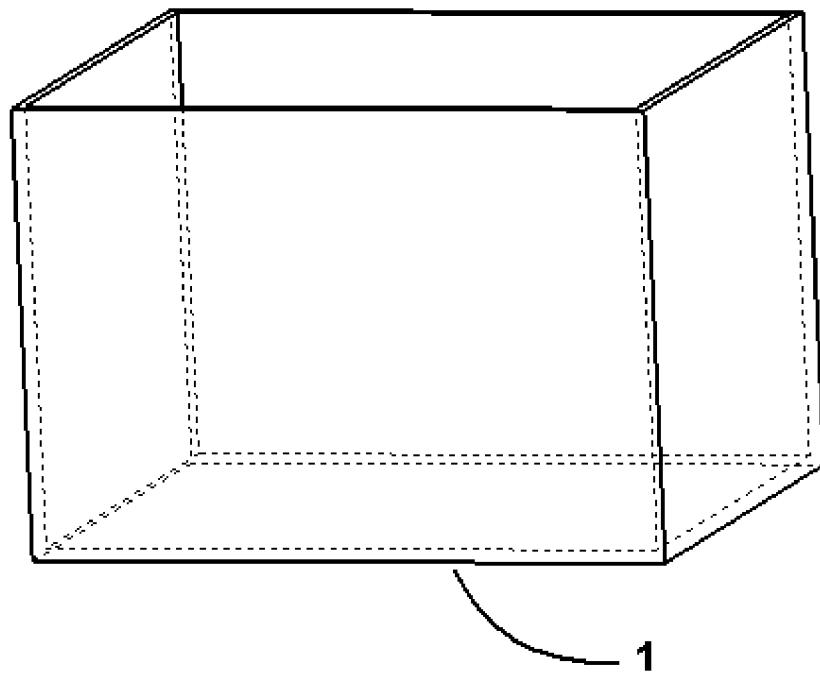


图 1

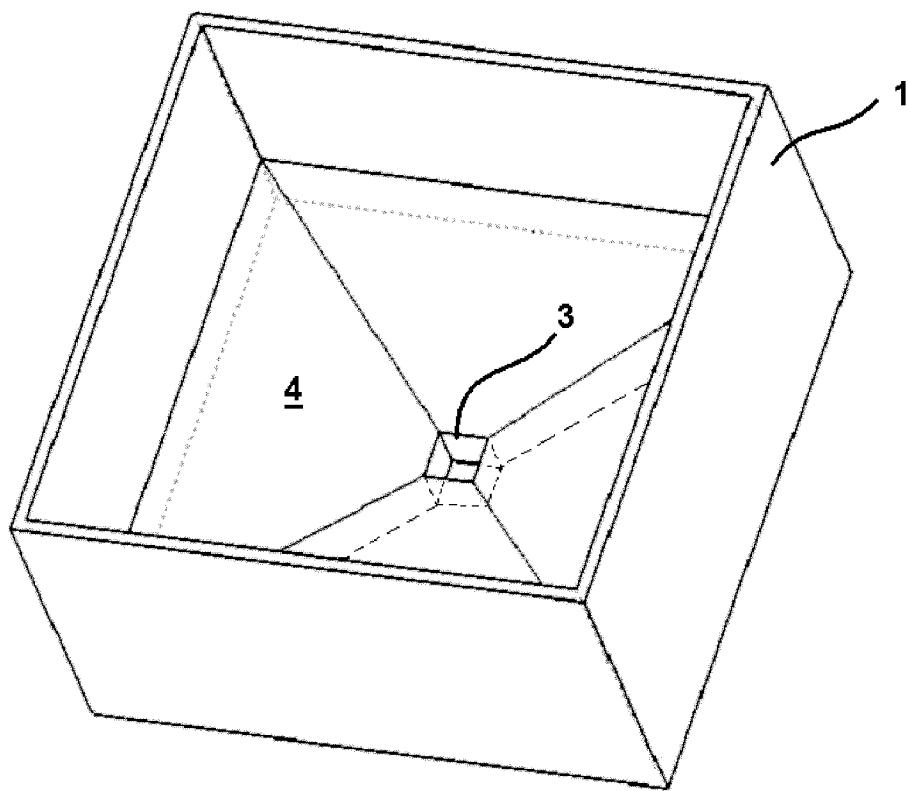


图 2

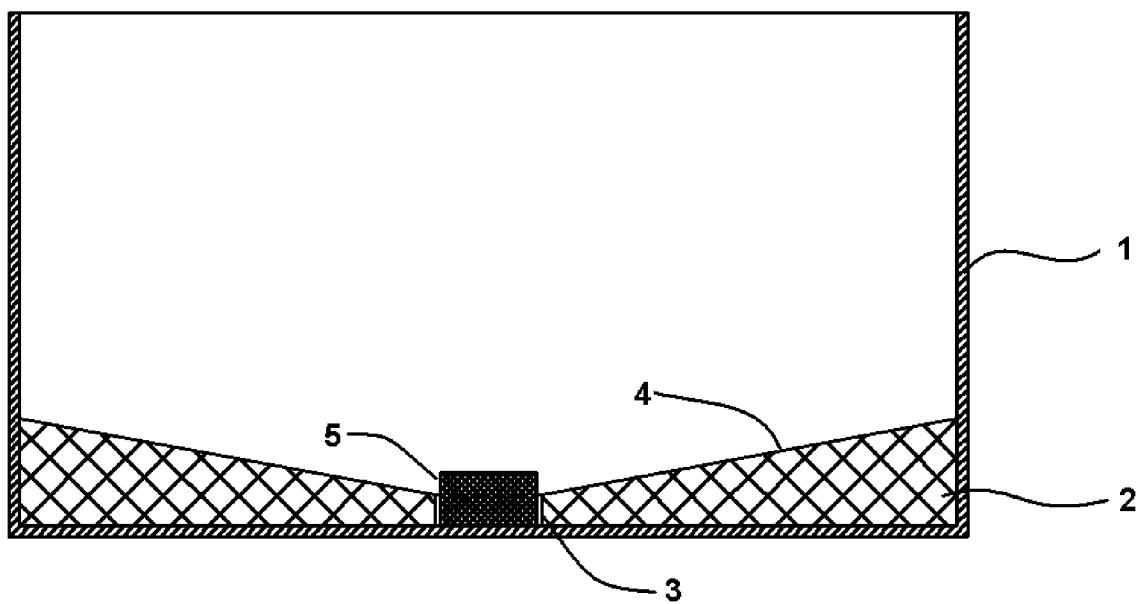


图 3

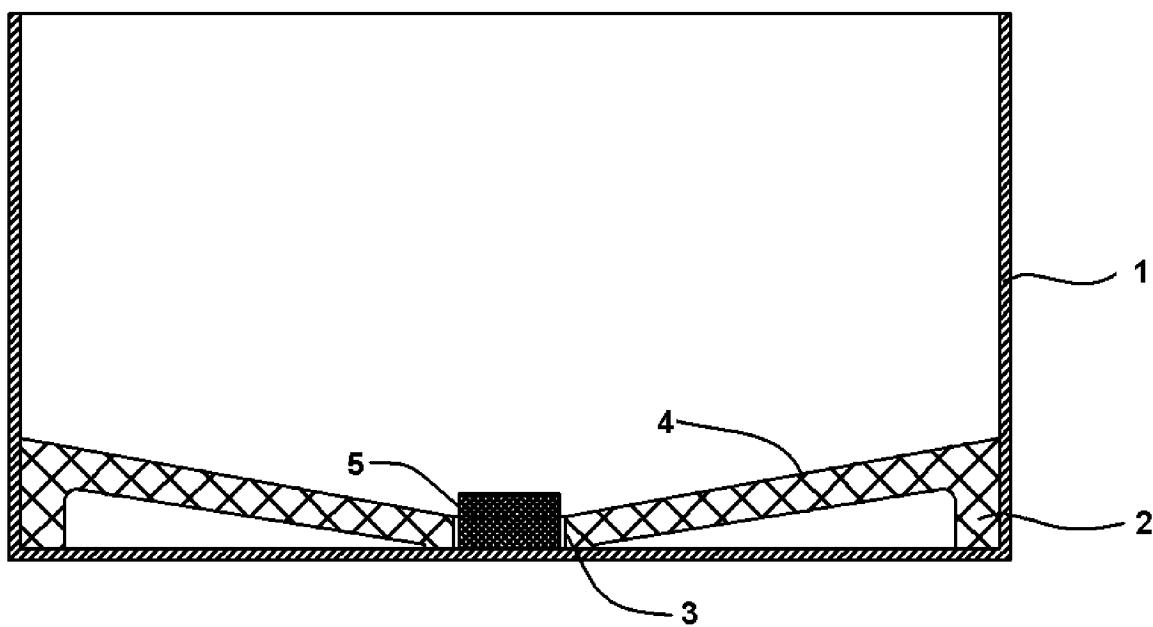


图 4

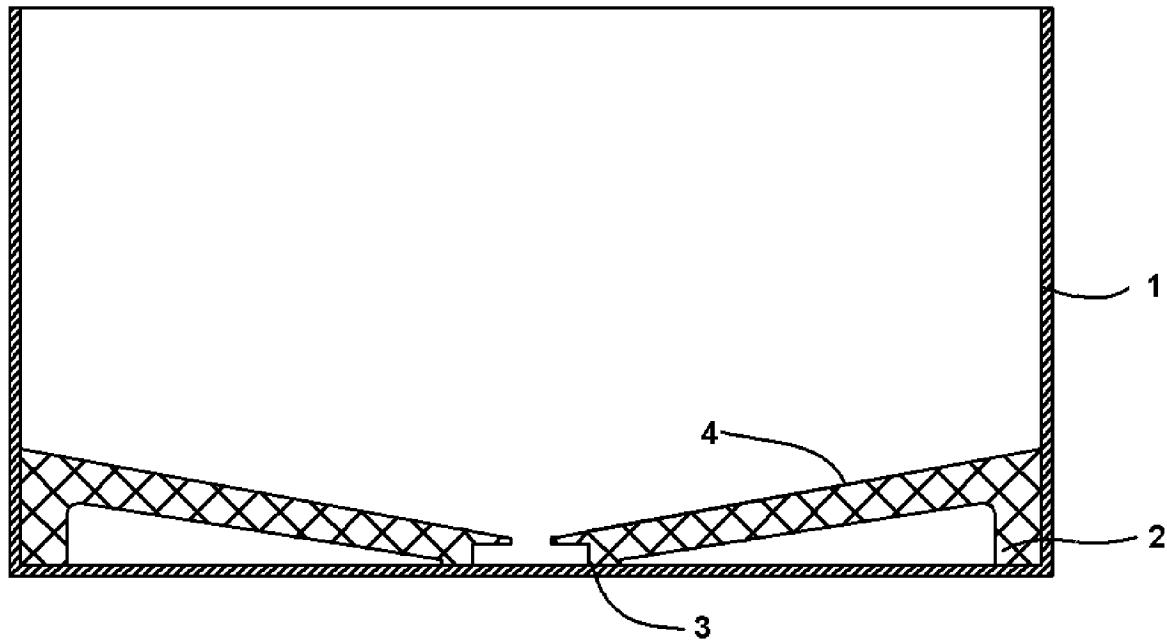


图 5

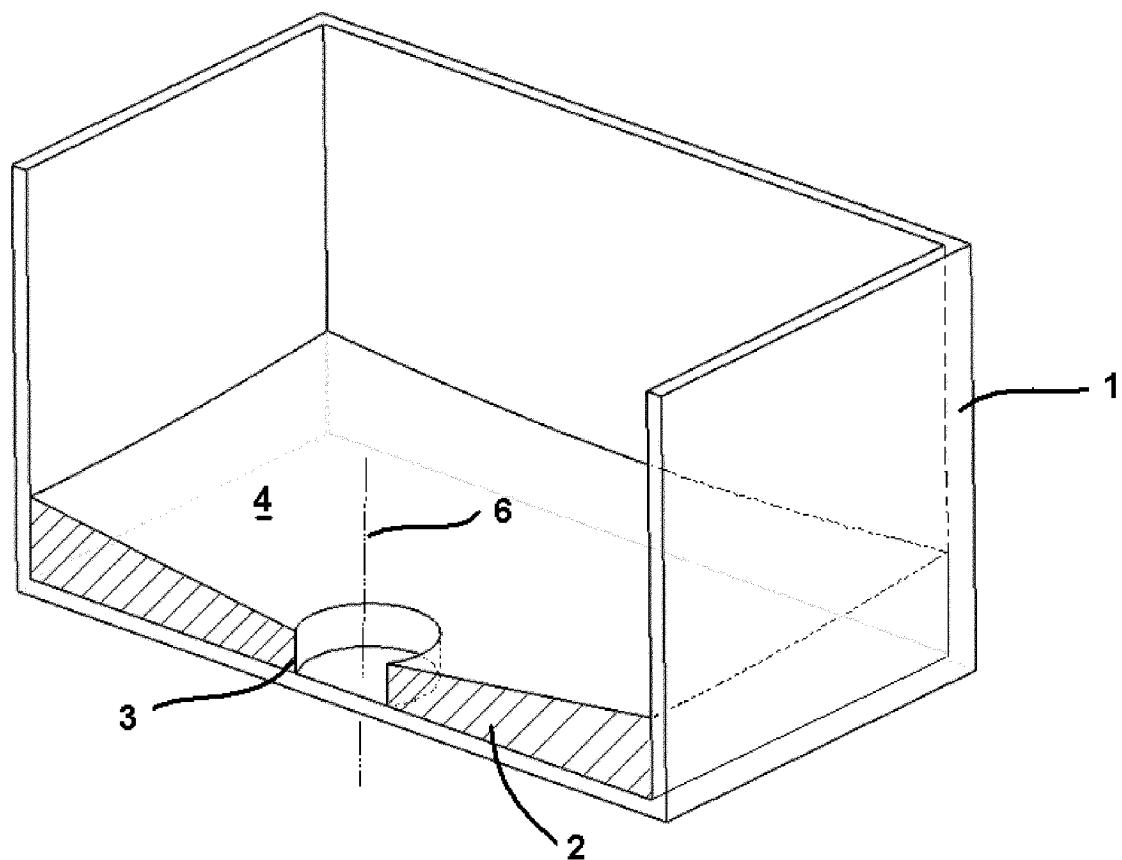


图 6

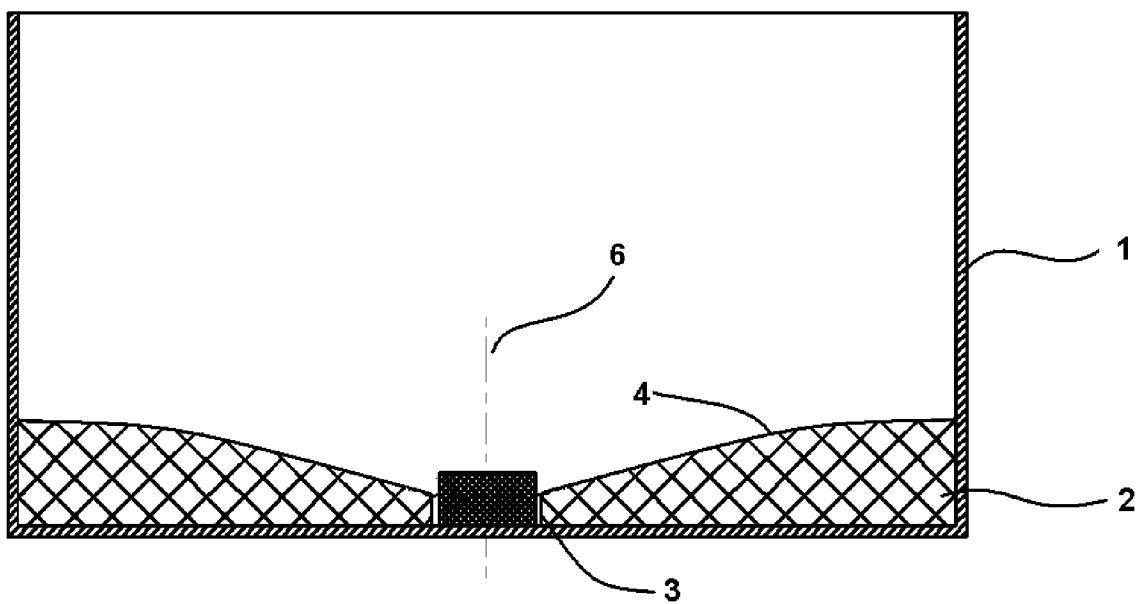


图 7