复合式热屏对 200mm CZSi 单晶生长速率 和氧含量的影响

任丙彦! 赵 龙! 傅洪波! 曹中谦? 张学强?

(1 河北工业大学材料学院, 天津 300130) (2 河北晶龙实业集团, 宁晋 055550)

摘要:对 200mm太阳能 CZSi 单晶生长的传统热场进行了改进,施加了复合式热屏.对改进前后热场温度梯度、单晶氧含量进行了实验分析,并对该系统的氩气流场进行了数值模拟.研究了复合式热屏影响拉速和单晶氧含量的机理,实验表明本文采用的复合式热屏和氩气流场可以提高拉速,降低硅单晶氧含量.

关键词:热屏;氧含量;温度梯度;拉速

PACC: 7820N, 8110F, 8160C

1 引言

随着太阳能光伏产业的飞速发展,对提高光电 转换效率、降低成本的呼声越来越高. 提高太阳能硅 单晶的单产,降低硅片成本成为降低太阳电池的重 要环节,而降低单晶氧碳含量是提高光电转换效率 的关键[1]. 欲提高单产则必须增大晶体直径,提高拉 速. 大直径生长必须大投料, 150mm 过渡到 200mm,投料量由每炉 45kg 增加到 60kg. 大熔硅 的体积以及严重的热对流使单晶氧含量增大[2].为 了解决这一问题,人们在生长大直径硅单晶时,采取 了磁场拉晶的办法,得到了氧含量较低的大直径硅 单晶[3]. 但是这样成本太高,不适用于太阳能硅单 晶. 而改造普通单晶炉的热场为复合式热场是降低 氧含量的一个有效途径[4]. 晶体直径的增大也使结 晶潜热的散发更加困难,结晶速率难以提高.结晶潜 热的散发主要受到以下四个方面的影响:(1)晶体热 传导;(2)晶体热辐射;(3)加热器对晶体的热辐射影 响;(4) 氩气流场对结晶潜热的携带散发. 针对以上 情况,我们采用了新型复合式热屏,研究了复合式热 屏对拉速和单晶氧含量的影响,并对氩气流场进行 了数值模拟.

2 实验和数值模拟

本文使用 TDR-80 型单晶炉,采用新型复合式 热屏对热系统进行了重新设计.图 1 为单晶炉热系 统示意图.

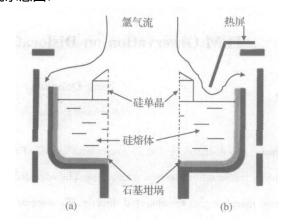


图 1 单晶炉热系统示意图 (a)传统热系统;(b)改造后热系统

Fig. 1 Schematic diagram of hot zone (a) Conventional system; (b) Modified system

2.1 熔体纵向温度梯度测定试验

实验采用双铂铑热电偶(B型)进行温度的测

定,在 500~1800 范围内精度为 ±0.5%. 温度显示用 XMTB 电子式温度指示调节仪,在 23 的室温下对温度显示仪器进行校准. 测试的时候热电偶是连接在籽晶轴上,从熔体表面至底部依次测量 8 个点,每点间距为总距离的 1/10,测量熔体中心处的纵向温度分布.

本实验对不同的热系统熔体进行了静态温场的测试,具体为:(1)双加热器,单一式热屏;(2)双加热器,复合式热屏;(3)双加热器,加强复合式热屏.

2.2 单晶氧含量对比测试

在晶体生长过程中,要通入氩气流,这里热屏也起到导流筒的作用.我们只改变热场导流系统的参数,分别是:(1)没有热屏;(2)有热屏.炉室气压恒定,其他基本实验条件是相同的.每改变一次氩气流场,取其稳定生长批次的 10 颗单晶测试,只测试单晶氧含量较高的头部,将样片制成厚度为 600µm 的样品,并进行化学抛光和超净清洗,测试其中心部位的氧含量.测试在 Nicolet Fourier 变换红外光谱仪上进行,按照 ASTM 标准进行测量.

2.3 数值模拟

支配氩气流场的主要方程是:

$$[(V \times \nabla)V] = \mu V - \nabla p + g$$

$$C_{p}(V \times \nabla)T = KT$$

$$\nabla \times (V) = 0$$

其中 g 为重力加速度; μ 为动力粘滞系数;G 为定压热容;K 为热传导系数; 为密度.

为了求解上述方程组,我们采用有限元法编程计算.对于温度边界条件,晶体和液面部分根据 Kinney 等人[5]的工作确定,导流系统的温度通过灰体之间的辐射来计算.计算中氩气的入口速度及温度、氩气流场的温度边界条件等数据已知,其他物理性质和工艺参数如表1所示.

表 1 基本实验条件

Table 1 Basic experimental conditions

数值
450mm
60kg
200mm
p 100 3 ~ 6 ⋅cm
12r/ min
- 5r/ min
1000Pa

计算中采用 Boussinesq 近似,假定:(1) 密度差异只是由温差引起的;(2) 物性参数,如比热、热传导系数等都为常数,取氩气流场平均温度的相应值;(3) 由于温度变化引起的密度可近似的表示为 = $_0(1-T)$,其中 为热膨胀系数;(4) 流体为Newton 型的,内部没有热源,耗散和热辐射均略去

3 结果和讨论

3.1 热场改进对氩气流场和单晶氧含量的影响

测得的晶体氧浓度数据如图 2 所示.

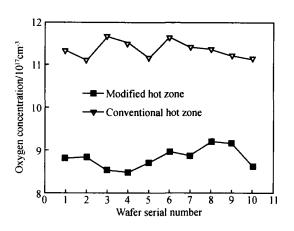


图 2 热场改进对单晶氧含量的影响

Fig. 2 Effect of the modified hot zone

从图中可以看出,加入热屏后,生长的单晶氧含量大大降低了.

由于直拉硅中氧主要来自石英坩埚内壁 SiO₂ 的溶入 ,SiO₂ 分解成 SiO 并溶入熔硅中. 在熔体热对流中 SiO 靠熔体流动很快输运至整个硅熔体 ,此时 SiO 在熔硅中溶解度达到饱和状态. 只是由于 SiO 在熔硅自由表面挥发 ,才使得 99 %的氧被蒸发掉 ,1 %左右的氧结合到晶体中. 因此 ,在晶体生长的热场中 SiO 能否及时地挥发成为能否降低硅单晶中氧含量的关键环节.

根据传统的分压理论^[6,7],炉内气氛中 SiO 的分压对于 SiO 的挥发起着控制作用. 如 SiO 的分压达到饱和,则 SiO 的挥发受到抑制,硅单晶中氧含量将增加. 如果 SiO 的分压较小而欠饱和,熔硅与气氛中的 SiO 的浓度差将促使 SiO 加速挥发,使熔硅中氧含量降低,晶体中氧含量随之下降.

通过数值模拟的结果可以发现,加入热屏后,氩 气得到了有效导流,氩气出口速度得到了提高.

在图 3 所示的传统氩气流场中,氩气流的出口速度较小,在熔体上方出现了一个相对稳定的氩气环境.随着 SiO 的挥发,气氛中 SiO 分压将趋于饱和,SiO 的挥发大大降低. 所以在传统流场下,硅单晶中的氧含量较高. 而在图 4 可控氩气流场下,氩气出口速度增大;熔硅表面能被氩气有效吹拂,熔硅表面的氩气更新速度变快,挥发的 SiO 被迅速抽走;气氛中 SiO 的分压减小,SiO 的挥发增强,单晶中氧含量得到降低.

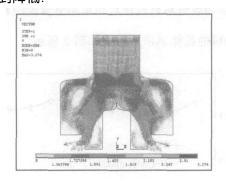


图 3 传统氩气流场示意图

Fig. 3 Velocity of argon flow in the conventional hot zone

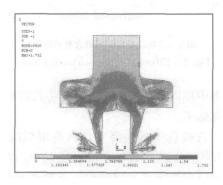


图 4 改进后的氩气流场示意图

Fig. 4 Velocity of argon flow in the modified hot zone

3.2 热场改进对温场和拉速的影响

温场是指热系统中的温度分布,对晶体的生长极其重要.温场分为静态温场和动态温场.不进行晶体生长时的温场称为静态温场,决定于加热器和保温系统的形状和尺寸.进行晶体生长时的温场称之为动态温场.结晶过程中有结晶潜热释放,拉速越快,结晶速率越高,释放的潜热越多.晶体直径、长度和坩埚位置的变化以及熔体的流动对温场均产生较大的影响.由这方面的因素改变了静态温场,因此要

经过拉晶工艺的动态跟随试验对静态温场加以修 正,才能使得动态温场满足晶体生长的要求.

在熔体中,纵向温度梯度适当地增大,有利于结晶过程的顺利进行.在晶体中,纵向温度梯度应适当的大,有利于结晶潜热散发中的热传导进行.温场的纵向温度分布示意图大致如图 5 所示^[8].

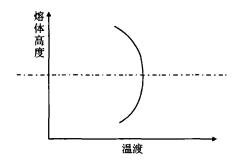


图 5 熔体温场纵向温度分布示意图

Fig. 5 Temperature distribution of the melt

图 6 为静态温场实验测试结果. 从图 6 中可以看到,采用加强复合式热屏系统相比于其他热系统,熔体纵向温度梯度增加了. 加强型热屏减弱了加热器对晶体的热辐射,同时也减弱了对固-液界面热辐射力度,在一定程度上增加了熔硅的纵向温度梯度.对比图 3 和图 4 的数值模拟结果,可以发现采用热屏后,加强了氩气流对固-液界面的吹拂,增强了氩气流携带结晶潜热的作用;同时由于加热器对固-液界面的热辐射被削弱了,晶体生长界面变得比较平坦,有利于单晶生长.

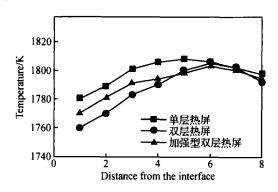


图 6 熔体中心处的纵向温度分布图

Fig. 6 Axial temperature distribution

晶体结晶过程有结晶潜热的释放,增大熔硅的 纵向温度梯度,能促进结晶潜热的释放,提高结晶速 率,进而提高拉晶速率.

图 7 是热场改造前后的拉晶速率实测曲线,从图中可以看出,施加热屏后拉晶速率有一定程度的提

高.

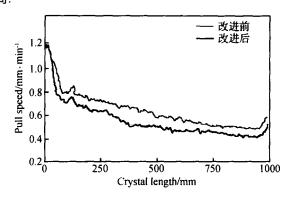


图 7 热场改造前后的拉晶速率

Fig. 7 Before and after hot zone is modified

4 结论

在 200mm CZSi 热系统中,施加的热屏起到了导流筒的作用,改进了氩气流场,促进了 SiO 的挥发,使单晶中的氧含量有所下降.在采用新型复合式热屏后,熔体纵向温度梯度有适当增大,结晶潜热的散发得到改善,晶体生长速率得到明显提高.

参考文献

[1] Wang Lirong. The investigation of oxygen and carbon in solar CZSi. Proceedings of Semiconductor Material, Xi 'an, 2000: 159 (in Chinese) [王丽蓉. 太阳能电池用直拉硅单晶中氧碳性质的研究. 全国半导体材料论文集.西安.2000:159]

- [2] Geng X, Wu XB, Guo Z Y. Numerical simulation of combined flow in Czochralski crystal growth. J Cryst Growth, 1997, 179:309
- [3] Hirata H, Hoshikawa K. Three-dimension numerical analyses of the effects of a cups magnetic field on the flows, oxygen transport and heat transfer in a Czachralski silicon melt. J Cryst Growth, 1992, 125:181
- [4] Ren Bingyan ,Liu Caichi ,Zhang Zhicheng ,et al. Improvement and numeric simulation for heat zone in large diameter silicon crystal furnace. Journal of Synthetic Crystals ,2000 ,29 ,381 (in Chinese) [任丙彦 ,刘彩池 ,张志成 ,等. 大直径直拉硅单晶炉 热场的改造及数值模拟. 人工晶体学报 ,2000 ,29 :381]
- [5] Kinney T A ,Bornside D E ,Brown R A. Quantitative assessment of an integrated hydrodynamic thermal-capillary model for large-diameter Czochralski growth of silicon:comparison of predicted temperature field with experiment. J Cryst Growth ,1993 ,126:413
- [6] Lin W, Hill D. Silicon processing ASTM STP 804,1983:24
- [7] Machida N, Suzuki Y, Abe K, et al. The effects of argon gas flow rate and furnace pressure on oxygen concentration in Czochralski-grown silicon crystals. J Cryst Growth, 1998, 186:362
- [8] Que Duanlin, Chen Xiuzhi. Silicon material science and technology. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2000: 208 (in Chinese) [阙端麟,陈修治. 硅材料科学与技术. 杭州:浙江大学出版社,2000:208]

Effects of a Heat Shield on Pull Speed and Oxygen Concentration in a 200mm CZSi

 $Ren\ Bingyan^1\ ,\ Zhao\ Long^1\ ,\ Fu\ Hongbo^1\ ,\ Cao\ Zhongqian^2\ ,\ and\ Zhang\ Xueqiang^2$

(1 School of Material Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

(2 Hebei Jinglong Industry Group, Ningjin 055550, China)

Abstract: The conventional hot zone of a 200mm CZSi is modified, and a compound heat shield is installed. An experimental analysis is carried out concerning the temperature gradient of the hot zone and the oxygen concentration of single crystals. Numerical simulation of Argon gas flow is made. The influence of the compound heat shield to the pull speed and the oxygen concentration is researched. The experiments show that the compound heat shield can increase the pull speed and reduce the oxygen concentration in a single crystal.

Key words: heat shield; oxygen concentration; temperature gradient; pull speed

PACC: 7820N; 8110F; 8160C

Article ID: 0253-4177 (2005) 09-1764-04