

## 分析测试

# 多晶硅还原炉硅棒直径检测及生长过程研究

姜海明, 曹 忠, 刘淑萍

(内蒙古神舟硅业有限责任公司, 内蒙古 呼和浩特 010070)

**摘要:**还原炉是多晶硅生产的核心设备,在还原炉的运行控制中,硅棒直径是反应沉积效果的重要参数。笔者设计了一种硅棒直径检测方法,通过试用获得还原炉运行中硅棒直径检测数据,并综合各控制参数进行多晶硅棒生长过程的研究,其结论能够为还原炉运行优化提供参考依据。

**关键词:**多晶硅;还原炉;硅棒直径;检测;生长过程

中图分类号:TQ127.2

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2015)03-0169-02

## Diameter detection and deposition process of CVD polysilicon reactor

JIANG Hai-ming, CAO Zhong, LIU Shu-ping

(ORISI Silicon Co., Ltd., Hohhot 010070, China)

**Abstract:** The diameter is a key parameter of controlling growth process of the polysilicon rods in the CVD reactor. A method for diameter detection is designed and applied to the actual producing process. By systematically analyzing the diameter data and other parameters of the deposition process, the obtained results can be a reference for optimizing practical deposition process of polysilicon in the CVD reactor.

**Key words:** polysilicon; CVD reactor; diameter; detection; deposition process

还原炉是多晶硅生产的核心设备,还原炉的运行控制决定了多晶硅生产的电耗、原辅料消耗等,对成本起着至关重要作用。在还原炉的运行控制方面,目前大多数是根据硅棒沉积生长的不同阶段,给定相匹配的反应原料三氯氢硅和氢气的流量及配比,并通过调节硅棒加热功率达到适宜的硅棒表面温度,使多晶硅逐渐沉积生长<sup>[1-2]</sup>。由于对硅棒直径检测方面缺少有效的手段,所以在生产阶段判断上,多采用以沉积时间或人工肉眼观察的方法作参考,难以达到精确的控制效果。

笔者设计了一种硅棒直径检测方法,并加以试用,获得了还原炉运行中硅棒直径这一重要参数,并通过计算得出不同生长阶段的沉积速度、瞬时电耗和瞬时转化率等,进而综合各运行参数对生长过程进行全面的,为还原炉运行优化提供参考依据。

## 1 检测装置及方法

检测装置主要由耐高温定焦数字摄像头、工业计算机构成,将摄像头固定于还原炉视镜处进行连续图像采集,由工业计算机对摄像头采集的图像进

行处理,通过采集图像的像素及现实的比例关系即可计算获得正对面2根硅棒的间距,进而计算出其他所需数据,检测装置如图1所示。

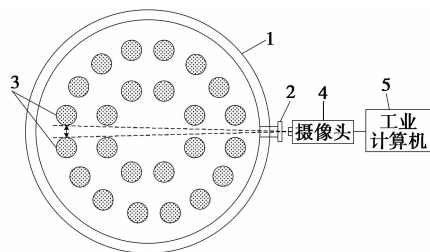


图1 多晶硅棒直径检测装置

装置采集的图像如图2、图3所示,检测的对象即为中心2根硅棒的间距。

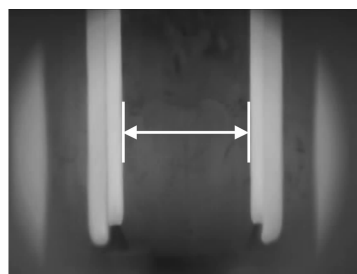


图2 检测装置采集的图像(硅棒生长早期)

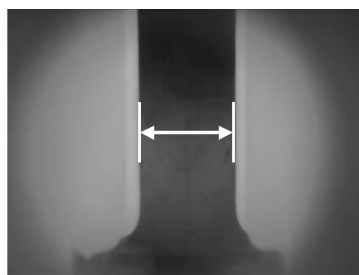


图 3 检测装置采集的图像(硅棒生长后期)

根据采集硅棒间距图像的像素值与实际距离的比例,可计算出硅棒间距  $S$ ,进而得到硅棒径向生长速度  $V$  及硅棒直径  $D$ :

$$S = C \times P \quad (1)$$

$$D = S - S_0 + D_0 \quad (2)$$

$$V = (S_{T_2} - S_{T_1}) / (T_2 - T_1) \quad (3)$$

式中,  $C$  为硅棒间距图像像素值与实际像素比例值,  $P$  为硅棒间距图像像素值,  $S_0$  为初始检测硅棒间距值,  $D_0$  为硅棒初始直径(硅芯直径),  $S_{T_2}$ 、 $S_{T_1}$  为相邻 2 次检测计算所得的硅棒间距值,  $T_2$ 、 $T_1$  为相邻 2 次检测的时间。

进一步结合加热功率、物料流量等控制参数,可计算获得瞬时电耗  $P$  和瞬时原料转化率  $Q$ :

$$P = UI / 75.4\rho DVL \quad (4)$$

$$Q = (364.5\rho DVL / F) \times 100\% \quad (5)$$

式中,  $U$  为硅棒总电压,  $I$  为硅棒总电流,  $\rho$  为多晶硅密度(根据一般沉积情况取  $2.3 \sim 2.33 \text{ g/cm}^3$ ),  $L$  为硅棒长度,  $F$  为物料三氯氢硅流量。

## 2 检测结果及分析

### 2.1 还原炉不同运行阶段的棒径和生长速度

利用该棒径检测装置对还原炉完整生长过程中各阶段的棒径和生长速度进行跟踪监测,并选取运行效果较好的共 9 炉次进行了汇总。根据还原炉硅棒生长控制的要求,早期由于硅棒直径细,表面积小,所以炉内辐射热量小,硅棒表面温度需控制较

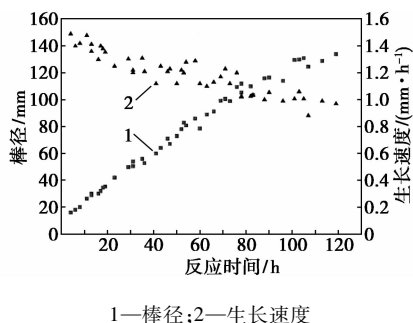
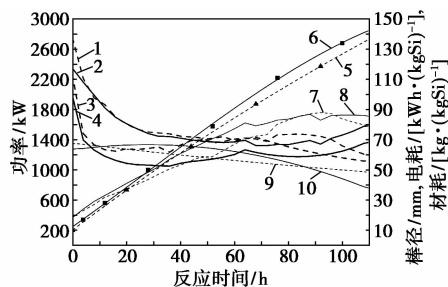


图 4 还原炉运行过程各阶段棒径及生长速度

高,硅棒沉积生长较快;后期由于硅棒直径大,辐射热量大,为保证表面的致密,硅棒表面温度需控制较低,硅棒生长速度慢<sup>[3]</sup>。根据实际检测数据,还原炉内不同阶段多晶硅生长速度范围:前期为  $1.3 \sim 1.5 \text{ mm/s}$ ,中期为  $1.0 \sim 1.2 \text{ mm/s}$ ,后期为  $0.8 \sim 1.0 \text{ mm/s}$ ,棒径和生长速度趋势如图 4 所示。

### 2.2 还原炉硅棒生长过程的分析

还原炉运行的主要优化控制目标为多晶硅产品的单位还原电耗低、单位物料消耗低,在获得棒径、生长速度数据的基础上,可根据功率、物料流量等控制参数计算瞬时电耗、瞬时原料消耗,从而了解到不同生长阶段的运行效果情况。笔者选取了较具代表性的 2 炉次,结合电压、电流、功率、物料流量等控制参数及计算的瞬时电耗、瞬时原料消耗等进行分析,各参数趋势如图 5 所示。



1—瞬时电耗(第一炉);2—瞬时电耗(第二炉);  
3—瞬时料耗(第一炉);4—瞬时料耗(第二炉);  
5—硅棒直径(第一炉);6—硅棒直径(第二炉);  
7—加热功率(第一炉);8—加热功率(第二炉);  
9—生长速度(第一炉);10—生长速度(第二炉)

图 5 还原炉运行过程综合趋势曲线

根据 2 炉的运行参数趋势得到以下结论:

(1)在整个还原炉运行过程中,前期瞬时单位电耗、瞬时单位物料消耗都较高,这主要是由于前期硅棒直径细,沉积的多晶硅质量低,随着棒径的逐渐沉积长粗,沉积的质量不断增加,单位电耗、单位物料消耗逐渐下降;

(2)在沉积的后期,约第 60 h 以后,瞬时电耗根据控制的不同,会出现上升或下降的趋势,这主要取决于生长速度,由于功率、物料流量均已不再继续提升,如生长速度较慢,则瞬时电耗和瞬时物料流量都会出现拐点,所以如果在后期能够保持一定的生长速度,约  $0.9 \sim 1.0 \text{ mm/s}$  或以上,则有利于整体电耗、物料消耗的降低。

(3)对比 2 炉的产量及电耗、原料转化率的差异,主要来自于中期的生长速度不同,与硅棒表面温度及不同炉的设备状况相关。

料、淋洗剂对分离效果的影响,同时采用紫外法结合标准紫外图谱、标准曲线实现了煤沥青中苯并[a]芘的准确测定。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

UV-1601 紫外可见分光光度计,北京瑞利分析仪器公司生产;旋转蒸发仪 RE-52A,上海亚荣生化仪器厂生产;225-1723 电子天平,美国 SKC 公司生产;SB-5200DT 超声仪,浙江宁波新芝生物科技股份有限公司生产;索氏提取器,太原市玻璃仪器厂生产;玻璃层析柱,太原市玻璃加工厂生产;标准筛,100 目,上海丝网商店。

环己烷、甲苯、正戊烷、二氯甲烷(分析纯);标准物质(美国 Sigma-Aldrich):苯并[a]芘(纯度 98%);层析硅胶、中性氧化铝(80~100 目);中温煤沥青。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 煤沥青中 BaP 的提取

将煤沥青用研钵研成粉末,过 100 目标准筛,取 2.000 g 粉末用滤纸包好并置于索氏提取器,提取溶剂为戊烷,体积为 300 mL,提取至回流液呈无色。将提取液低温(小于 40℃)减压蒸发至 2~5 mL 左右后待层析分离。

#### 1.2.2 提取液二次柱层析分离

取玻璃层析柱(100 cm × 1.6 cm),将柱用硅胶填充至规格高度,用脱脂棉将浓缩物充分转移至柱顶,脱脂棉事先经环己烷浸泡并被烘干。常压下淋洗,淋洗剂为环己烷,调节柱底流速至 0.6~1 滴/s,用接收瓶接收黄绿色组分。将黄绿色组分低温旋蒸至 1~2 mL,用脱脂棉转移至另一玻璃层析柱(60 cm × 1.0 cm),淋洗剂为正己烷-二氯甲烷(体积比为 4:1),流速为 0.6~1 滴/s,接取第 150~

220 mL 馏分,将馏分浓缩、离心,滤膜过滤后用环己烷定容至 25 mL。

#### 1.2.3 紫外测定条件

紫外测定条件:光度扫描;1 cm 石英池;波长间隔 0.1 nm;扫描范围为 350~400 nm;参比为环己烷;扫描次数为 3 次。

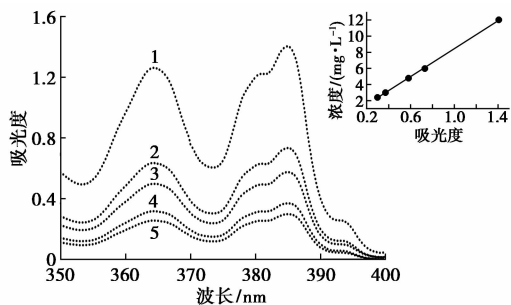
#### 1.2.4 标准液配制

用电子天平称取 0.030 0 g 苯并[a]芘于 50 mL 棕色容量瓶中,再用环己烷溶解并定容至刻度线,配置成 0.6 g/L 的标准溶液。取标准溶液,并用环己烷稀释至 5 种浓度(2.4、3、4.8、6、12 mg/L)。

## 2 结果讨论

### 2.1 标准曲线的建立及检出限

用紫外分光光度计分别测量标准溶液在 350~400 nm 处的吸光度曲线。考察不同质量浓度标准液在 385 nm(最大吸收峰)处的吸光度与浓度的关系并建立标准曲线<sup>[3]</sup>,如图 1 所示。该标准曲线在 2.4~12 mg/L 之间线性关系良好,重复测定最低浓度 BaP 标准溶液 5 次,以标准偏差的 3 倍计算的检出限为 0.056 mg/L,以标准偏差的 10 倍计算出定量限为 0.059 mg/L,如表 1 所示。



1—12 mg/L;2—6 mg/L;3—4.8 mg/L;4—3 mg/L;5—2.4 mg/L

图 1 不同质量浓度 BaP 标准溶液的紫外光谱

(上接第 170 页)

## 3 结束语

近年来多晶硅市场形势不佳,各多晶硅生产企业都亟需不断开展技术优化,深入挖掘潜力,降低产品成本。笔者结合生产实际,在还原炉运行控制优化方面进行了积极探索,通过设计硅棒检测的方法并加以应用,综合物料流量、电压、电流等控制参数,并对计算的瞬时电耗、瞬时料耗、每小时沉积质量等

趋势进行分析,为还原炉的精确控制及参数优化提供重要的参考依据。

### 参考文献

- [1] 余思明. 半导体硅材料学[M]. 湖南:中南工业大学出版社, 1992:287-288.
- [2] 梁骏吾. 电子级多晶硅的生产工艺[J]. 中国工程科学, 2000, 2(12):34-39.
- [3] 李国栋,张秀玲,胡仰栋. 电子级多晶硅生产工艺的热力学分析[J]. 过程工程学报, 2007, 7(3):520-525. ■