

淬火技术对酸洗法提纯多晶硅的催化作用

刘振东, 牛兴平, 戴玉强, 朱登雷

(安阳工学院数理学院, 安阳 455000)

摘 要: 采用淬火技术和酸洗络合技术提纯多晶硅。采用ICP测试多晶硅纯度, 采用XRD、红外光谱、拉曼光谱、扫描显微镜、扫描电镜和能谱技术分析淬火对多晶硅提纯的催化机理, 结果表明: 1) 淬火能减弱多晶硅杂质元素与硅之间的键能和键力, 使多晶硅晶体出现缺陷和缩小硅体晶面间距; 2) 多晶硅杂质相主要由非晶金属氧化物或金属硅化物构成; 3) 采用酸洗络合技术和二次凝固技术可使多晶硅中B的移除率达到90%, 同时其他金属杂质的移除率均在55%以上, 提纯硅的纯度基本满足太阳电池的需求。

关键词: 多晶硅; 提纯; 淬火; 酸洗法; 催化作用

中图分类号: TF031

文献标识码: A

0 引 言

多晶硅杂质可分为晶体粘附性杂质和晶体结构性杂质两类^[1-3]。粘附性杂质通常位于多晶硅晶界处, 分凝系数较小^[4], 多为金属间化合物或金属硅化物, 一般采用酸洗法、定向凝固法、真空冶炼法、电解法等技术很容易将其从多晶硅中移除^[5]; 而结构性杂质主要指P(分凝系数0.35)和B(分凝系数0.85), 与粘附性杂质相比, 分凝系数较大^[1], 采用定向凝固法将其移除效果欠佳。尤其是B, 饱和蒸汽压(6.78×10^{-7} Pa)远低于Si的饱和蒸汽压(4×10^{-1} Pa), 无法采用真空冶炼法将其从Si中移除^[1], B和P是多晶硅中最难移除的2种元素^[6-8], 亦是多晶硅提纯的关键所在。目前采用造渣法以及金属熔炼法将其移除, 技术繁琐, 能源消耗较大, 效果不理想, 因此在理论和实践上迫切需要探索新的技术, 满足多晶硅提纯的需要。酸洗法作为多晶硅提纯的一种手段^[9], 当杂质含量低于质量分数的 10^{-4} 时, 提纯效果仅在相同数量级有所提高。在元素周期表中, B和P分别位于Si左上角和右侧, 原子物理性质与Si相似, 常以替位方式以共价键形式熔于硅晶格中, 将其移除必须首先折断其与Si之间的联系, 与外来原子形成中间化合物^[10-12], 再采取其他技术将其与Si分离。

关于多晶硅提纯的机理问题, 国内外学者取得一定的研究成果^[13, 14], 例如 Haruhiko Morito 等^[1]在900 °C蒸发Si-Na熔液, Si重新结晶, 结晶Si杂质B的浓度从质量分数的 9.1×10^{-6} 降至质量分数的 0.3×10^{-6} , 其他杂质浓度亦显著降低。孙艳辉等^[2]采用酸洗络合法和煅烧淬火法提纯多晶硅, B的含量从质量分数的 128.0×10^{-6} 降至质量分数的 10.9×10^{-6} , 硅的损失率12.9%。Johnston 等^[3]采用Ca和Ti作为吸杂剂提纯多晶硅, 多晶硅的纯度能提高2个数量级。2016年, 邱实等^[4]探讨定向凝固过程参数对多晶硅提纯效果的影响, 理论和实践揭示当Si晶体生长速率为 3×10^{-6} m/s时, Fe元素浓度可从质量分数的 300×10^{-6} 降至质量分数的 1×10^{-6} 。本文在淬火技术辅助下采用酸洗络合法提纯多晶硅, 剖析淬火对多晶硅提纯的催化机理, 探讨淬火对多晶硅微结构的影响, 为物理法提纯多晶硅寻找新的途径。

1 材料和方法

1.1 多晶硅处理

1.1.1 多晶硅淬火

实验用硅粉由林州市中升半导体硅材料有限公司提供, 褐色粉末状, 80%的粒径在 $41.67 \sim 129.6 \mu\text{m}$, 纯度如表1所示。该硅粉原用于流化床法提纯多

收稿日期: 2016-11-03

基金项目: 国家自然科学基金(51075003; 21302003)

通信作者: 牛兴平(1977—), 男, 硕士、讲师, 主要从事功能材料应用方面的研究。niuxingping@sina.com

晶硅, 密度 2.33 g/cm^3 , 将其置于 $\Phi 5 \text{ cm}$, 高度 5 cm 的圆底形刚玉坩埚(主要成分 Al_2O_3)内, 在电阻炉中煅烧, 同时开启真空泵, 氩气流量为 30 mL/min , 升温 $5 \text{ }^\circ\text{C/min}$, 加热至 $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, 保温 1.5 h , 然后取出, 在室温($12 \text{ }^\circ\text{C}$)下自然冷却 0.5 h 。

1.1.2 酸洗

将淬火后的多晶硅 20.25 g 置于聚四氟乙烯烧杯内酸洗 5 h , 温度 $50 \text{ }^\circ\text{C}$, 酸洗液 500 mL : 质量分数 40% 的氢氟酸 50 mL , 密度为 1.4 g/mL 的硝酸 45 mL , 质量分数 99.0% 的丙三醇 20 mL , 去离子水 380 mL , 磁力搅拌速率 750 r/min 。若酸洗时间超过 6 h , Si 颗粒钝化, 有相当部分的酸洗产物覆盖于 Si 颗粒表面。酸洗后多晶硅为 12.14 g , 酸洗损失率为 39.52% 。

1.1.3 多晶硅熔化

将酸洗后的多晶硅装入刚玉坩埚内, 在氩气保护下, 用电阻炉加热至 $1550 \text{ }^\circ\text{C}$, 熔化 1.5 h , 然后以 $3 \text{ }^\circ\text{C/min}$ 降温至 $1350 \text{ }^\circ\text{C}$, 继续以 $5 \text{ }^\circ\text{C/min}$ 降温至室温, 所得硅块称为熔化硅。

1.2 多晶硅测试

1.2.1 多晶硅杂质含量测试

多晶硅杂质含量由 Optima 2100DV 型 ICP-OES 电感耦合等离子体原子发射光谱仪测试, RF 高频发生器功率为 1.10 kW , 雾化压力 158.58 kPa , 辅助气流量 0.6 L/min , 进样量 2.22 mL/min , 分析谱线波长 208.96 nm , 测试精度质量分数的 1×10^{-8} 。

对照试剂为天津市兴复精细化研究所制备的 50 mL 多元素混合标液, 浓度 $100 \text{ } \mu\text{g/L}$ 。6 次测定溶解多晶硅所用去离子水和 NaOH 溶液杂质含量, 用其平均值作为多晶硅溶液的空白值, 杂质含量检出限为多晶硅空白值的 3 倍标准偏差。

1.2.2 多晶硅形态分析

多晶硅形态由 D8 Advance X 射线粉末衍射仪(XRD)分析。 2θ 扫描范围 $0^\circ \sim 90^\circ$, 扫描步长 0.02° 。样品干燥、颗粒均匀。

1.2.3 多晶硅形貌及成分分析

多晶硅形貌及代表点成分分析采用 OLS4100 激光扫描显微镜、KYKY-2800B 扫描电镜及 EMA X 射线能谱仪(日本日立公司, EDS), 放大倍率介于 $15 \sim 25000$; 分辨率小于 3.5 nm 。能谱仪可检测 B 元素至 U 元素之间的所有元素。

多晶硅分子结构由 Nicolet is10 型傅里叶变换红外光谱仪和 bitaikei-RAMAN Plus 便携式拉曼光谱仪(必达泰克光电科技(上海)有限公司)测试。红外光谱仪分辨率优于 0.4 cm^{-1} , 波数精度优于 0.01 cm^{-1} 。拉曼光谱仪波长范围 $200 \sim 2700 \text{ cm}^{-1}$, 分辨率 10 cm^{-1} , 波长稳定性优于 1 cm^{-1} , 输出稳定性 4% , 功率 $90 \sim 290 \text{ mW}$ 。

2 结果与分析

2.1 淬火对多晶硅表面形态的影响

图 1 为多晶硅激光扫描显微镜图像。原料硅(图 1a)表面存在大量划痕, 长度呈抛物线状, 沟深呈“V”字形, 这是多晶硅在研磨时, 磨料与颗粒之间相互碰撞、挤压、剪切和擦痕所致, 表面粘附有碎屑。

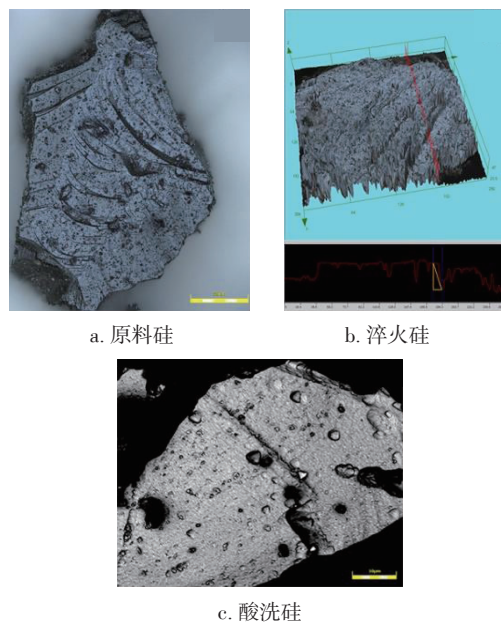


图1 多晶硅表面形态

Fig. 1 Silicon appearance

淬火多晶硅表面呈现若干又细又长又深的微细裂纹(图 1b), 宽 $1 \sim 10 \text{ } \mu\text{m}$, 其中一条裂纹长 $23.34 \text{ } \mu\text{m}$, 深 $21.17 \text{ } \mu\text{m}$, 宽 $9.83 \text{ } \mu\text{m}$, 与研磨擦痕有明显区别, 推测为多晶硅在高温煅烧后($1050 \text{ }^\circ\text{C}$)急剧淬火, 散热不均匀产生的热应力和剪切力遇冷炸出的裂纹。由于 Si 晶界处比较脆弱, 这些裂纹沿着 Si 晶界炸裂, 使 Si 的杂质相, 尤其是结构性杂质 P 和 B 充分暴露于多晶硅表面, 为酸洗液与之反应提供一个通道, 利于酸洗液将其移走。多晶硅淬火之

后,表面结构松散,削弱了 B 和 P 以及其他杂质元素与 Si 之间的键能,利于 B、P 以及多晶硅杂质相与酸洗液反应,然后被移除。

酸洗多晶硅表面沟壑更深更宽,这是酸洗液侵蚀酸洗的结果,Si 晶粒表面粘附有被酸洗液氧化的 SiO₂ 颗粒^[2](图 1c)。

2.2 淬火对酸洗络合法提纯多晶硅的催化作用

多晶硅杂质脱除率 $\eta=100\%\times(\text{原料多晶硅杂质含量}-\text{提纯后杂质含量})/\text{原料多晶硅杂质含量}$,多晶硅杂质含量测试结果如表 1 所示。

表 1 多晶硅酸洗前后杂质含量测试

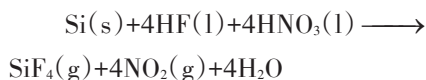
Table 1 Chemical comparison before and after silicon leached

元素	B	P	Al	Fe	Zn	Ti
原料硅	16.48	0.81	7.56	3.73	1.65	0.40
酸洗硅	9.10	未检出	3.42	0.94	未检出	0.14
熔化硅	1.23	未检出	3.37	1.08	未检出	0.06
$\eta/\%$	90.77		55.42	71.05		85.0

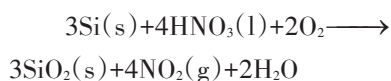
注:①熔化硅内部杂质含量;②单位:质量分数的 $\times 10^{-6}$ 。

P 和 Zn 在酸洗硅和熔化硅中的含量低于检出限,其中一个原因,P 和 Zn 的饱和蒸汽压远大于 Si^[6,7],在淬火时蒸发被真空泵抽气带走所致。Fe 在熔化硅中的含量高于淬火硅的含量,可能是熔化硅在取样时铁制品污染所致。

酸洗多晶硅 5 min,有棕红色 NO₂ 气体产生,3 min 后消失。在下述反应方程式中,l 表示液体,s 表示固体,g 表示气体。



观察酸洗多晶硅表面形态(图 1c),有大量黑洞显现,这是酸洗液腐蚀多晶硅所致。多晶硅粘附性杂质(用 M 代表)以及结构型杂质 B 和 P^[2,10,11]与酸洗液充分反应,生成水溶性物质:



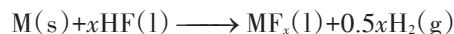
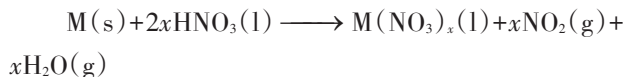
H₂SiF₆在冷水溶液中比较稳定,但在 50 ℃亦可分解,释放出氟化氢气体:



硼酸(H₃BO₃)在 50 ℃时溶解度仅为 11%,为了加快反应进程和反应深度,在酸洗液中添加丙三醇,硼酸与丙三醇络合反应:



BC₃H₅O₃的溶解度远大于 H₃BO₃,可提高硼元素从 Si 中的移除率。



在高温煅烧状态下,多晶硅内部杂质元素吸收能量,热振动幅度增大,加大了金属杂质元素在多晶硅晶界处的聚集速率,淬火固定了杂质元素的运动状态,阻止杂质元素向多晶硅内部渗透。采用淬火酸洗络合和熔炼技术可使 B 的移除率达 90%以上,其他金属杂质元素的纯净度亦得到明显提高(表 1)。

2.3 淬火对多晶硅形态的影响

图 2 为多晶硅 XRD 图谱。多晶硅经过淬火和酸洗之后,晶形未发生根本变化,属于立方晶系,Fd-3m(227)晶胞空间群,但晶面(111)衍射峰强度逐渐变弱,其他衍射峰强度亦发生不同程度的变化,暗示多晶硅微结构发生变化,晶格出现塌陷、扭曲,晶形发生微弱畸变^[8,9],Si 与杂质元素之间的化学键能可能发生变动^[12]。多晶硅经过酸洗之后,晶面(400)缺失,指示多晶硅晶面(400)耐腐蚀性差,被酸洗液浸蚀消耗完全。

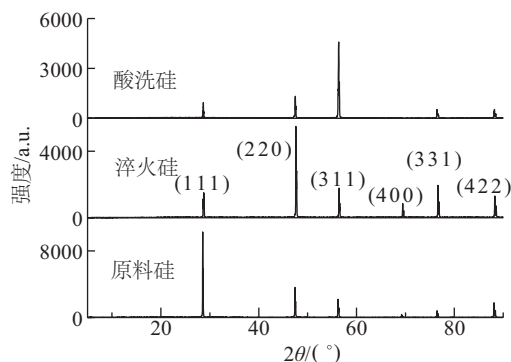


图 2 多晶硅 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of silicon

表 2 显示,从原料多晶硅到淬火多晶硅到酸洗多晶硅,晶面(111)衍射角向高度角偏移,晶面间距逐渐变小,淬火使多晶硅发生微弱位错^[14]。

表2 多晶硅晶面(111)间距变化

Table 2 Variation trend of silicon face (111) spacing

	原料硅	淬火硅	酸洗硅
衍射角 $2\theta/(\circ)$	28.5402	28.6385	28.6778
晶面间距 $d/\text{\AA}$	3.1402	3.1186	3.1098
衍射峰强度 $I/\text{a.u.}$	10303	1123	941

2.4 淬火对多晶硅分子结构的影响

图3为多晶硅红外光谱,峰位位置受晶体内部结构和外部化学环境的改变而发生位移,分子之间的氢键亦能使分子化学键吸收振动峰向低频方向偏移。同样的基团在不同分子和不同外界环境中,振动频率可能会有一个较大的变化范围。化学键振动频率用波数表示为:

$$v\%(\text{波数}) \approx 1307 \sqrt{\frac{k}{\mu}} \text{ cm}^{-1} \quad (1)$$

式中, k ——化学键键力常数; μ ——形成化学键的2个原子或基团的相对折合质量。红外光谱吸收峰的移动实质是分子振动频率变化的结果。由此推测,若化学键振动频率降低,振动波数减小,则化学键键力和键能亦减小^[9]。多晶硅杂质相键能减弱有利于酸洗进程的实现。

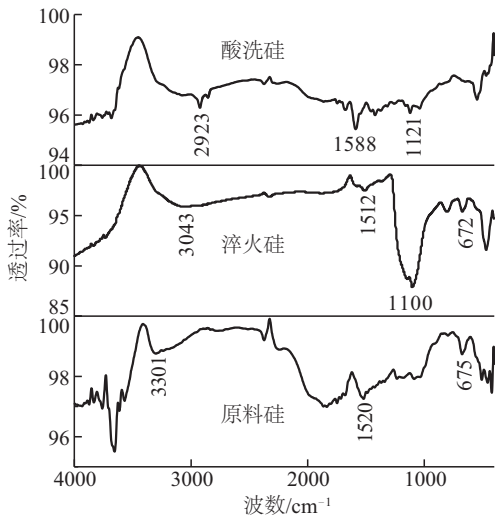


图3 多晶硅红外光谱

Fig. 3 FT-IR spectra of silicon

淬火多晶硅与原料多晶硅相比,淬火多晶硅红外光谱峰较少,一些峰位消失或错位,可能与杂质元素在高温下的运移和扩散相关。尽管金属元素的红外光谱图无明显的峰,但杂质元素例如Ca、Mg、Fe、Ni、As、Zn和Na等与官能团N—H, C—H,

O—H的伸缩振动存在一定的相关性^[15]。

淬火多晶硅C—Si键对称伸缩振动峰 672 cm^{-1} 比原料多晶硅 675 cm^{-1} 峰向低频方向偏移 3 cm^{-1} ,多晶硅在淬火过程中,受热膨胀,C—Si键长增加,键力减小,键能削弱,因此红外吸收峰出现红移现象。淬火多晶硅C—H键振动峰 1512 cm^{-1} 比原料多晶硅C—H键振动峰 1520 cm^{-1} 向低频方向偏移 8 cm^{-1} ,淬火使多晶硅C—H键键能削弱。多晶硅淬火后,有团聚现象,颗粒之间存在氢键,这亦可能是淬火多晶硅C—H键振动频率红移的原因之一。淬火多晶硅Si—O—Si键反对称伸缩振动峰 1100 cm^{-1} ,半高宽约 38 cm^{-1} ,它的强度与氧原子的浓度呈正比,用此方法可测量多晶硅中氧原子的浓度。

多晶硅淬火之后,表面氧原子浓度普遍增高,这与多晶硅淬火时氧原子扩散和被空气氧化相关。 3043 cm^{-1} 处的宽峰为淬火多晶硅结构水—OH键反伸缩振动吸收峰,它比原料多晶硅—OH键振动频率 3301 cm^{-1} 红移更多。多晶硅在淬火时,随着温度的升高,结构水羟基振动峰向低波数方向移动,峰形逐渐变宽,羟基键能减弱,较易被脱除^[9]。其他峰应为多晶硅杂质峰。

与原料多晶硅相比,酸洗多晶硅红外光谱峰明显减少,峰强变弱,这是多晶硅经过酸洗之后被纯净之结果。多晶硅在 1588 cm^{-1} 处的C=C振动峰明显增强,属于醇类化学键,这与多晶硅在酸洗进程添加丙三醇络合剂相关,目的是提高多晶硅B的移除效率。 1121 cm^{-1} 吸收振动峰与氧沉淀相关。

图4为多晶硅拉曼光谱。 511 cm^{-1} 是原料多晶硅Si—Si振动峰,峰尖锐,半高宽仅为 12.12 cm^{-1} ,并在低频段发生不对称宽化,暗示多晶硅结晶完好,但含有杂质,因为杂质会引起拉曼谱峰红移或蓝移及不对称宽化。 587 cm^{-1} 峰是ZnO的振动峰,峰低矮而宽化,半高宽 35.2 cm^{-1} 。 1033 cm^{-1} 是硅氧四面体Si—O—Si反对称伸缩振动峰,峰低而尖锐。 308 cm^{-1} 是多晶硅 302 cm^{-1} 的蓝移峰,峰低而宽,半高宽达到 57.99 cm^{-1} 。半高宽一般反应晶体物质的结晶完好程度,半高宽越宽,非晶物质含量越高^[9]。由此推测,多晶硅杂质相应为非结晶物质。拉曼峰的位置反映结晶物质的分子结构特征。

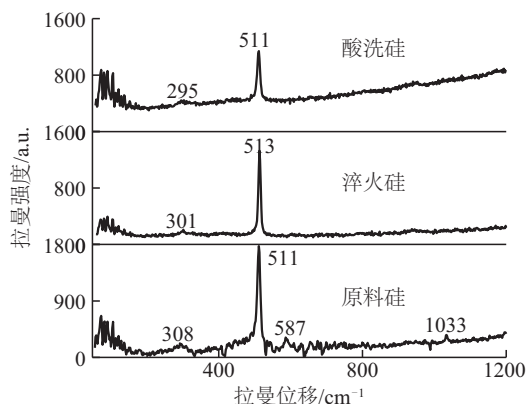


图4 多晶硅拉曼光谱

Fig. 4 Raman spectra of silicon

与原料多晶硅拉曼位移相比,淬火多晶硅 513 cm^{-1} 的 Si—Si 振动峰蓝移 2 cm^{-1} , 峰振动能量增加, 晶体能隙增加。淬火对晶体物质化学键的振动状态有不同程度的影响。 1033 cm^{-1} 振动峰和 587 cm^{-1} 振动峰消失, 淬火打破了 Si—O—Si 反对称伸缩振动键和 Zn—O 振动键。

酸洗多晶硅 Si—Si 键不对称宽化消失, 暗示多晶硅的纯度进一步得到提高。

2.5 淬火和熔融对多晶硅杂质微结构的影响

根据元素含量质量百分比和常见化合物的组成和结构, 原子相对质量表, 排列组合和归一化原理, 推测多晶硅杂质相成分和结构。

图 5 为淬火多晶硅 SEM 图像及 EDS 分析结果。多晶硅在室内淬火时, 表面有氧化现象, 生成的

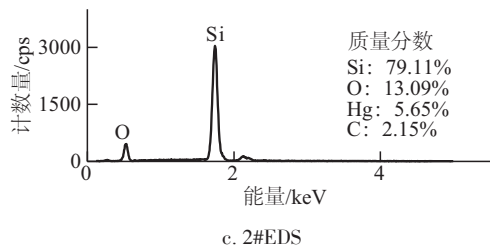


图5 淬火多晶硅SEM图像及EDS分析

Fig. 5 SEM images and EDS analysis of quenched silicon

产物为 SiO 或 SiO_2 , 厚度在 $30\sim 50\text{ nm}$ 。原料多晶硅表面粘附的碎屑易被氧化为 SiO_2 颗粒。

图 6 为酸洗多晶硅表面形态, 呈橘皮状, 不再粘附碎屑颗粒。表面黑洞为酸洗液腐蚀所致, 内部主要成分为 Si。

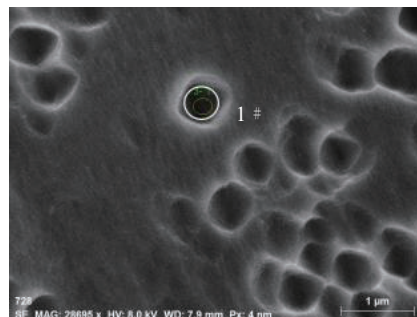
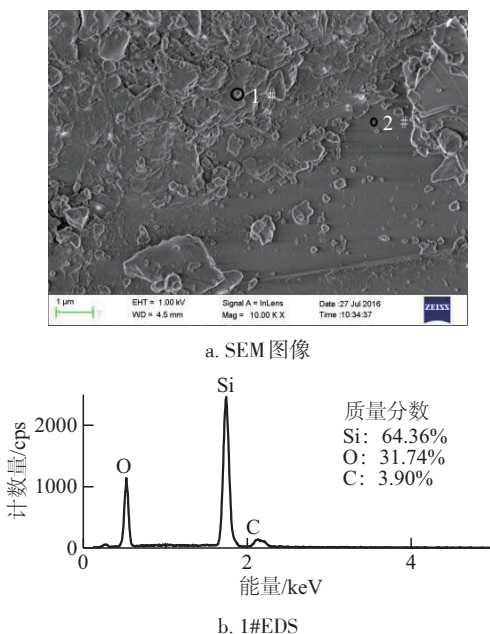


图6 酸洗多晶硅SEM图像及EDS分析

Fig. 6 SEM images and EDS analysis of leached silicon

为了探讨杂质元素在硅中的存在状态, 对酸洗多晶硅重新熔炼凝固。图 7 为熔化硅形态, 表面光滑, 有微量 SiO_2 存在, 晶界呈折线状, 用肉眼可以辨析。Metelava-Fischer 等^[6]研究认为当熔融硅液冷却速度在 $1\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 晶粒可生长到 1 mm^3 甚至更大。与原料硅相比, 多晶硅熔化后晶体结构未发生显著变化, 粘附性杂质相多分布于多晶硅晶粒边缘处。对熔化硅边缘区域做能谱分析, 主要成分有 SiO_2 和 Al_2O_3 、 MgO 、 Na_2O 、 CaO 等金属氧化物或金属硅化物 MgSi 等^[12~14], 厚度约 $30\text{ }\mu\text{m}$, 呈树枝状堆积, 这些杂质相中含有 Ca 元素。含 Ca 的杂质相对 P



有粘附效应^[6,13,14]。采用酸洗法可有效移除粘附性杂质相。对多晶硅二次熔化凝固时,多晶硅铸块内部杂质含量降低。

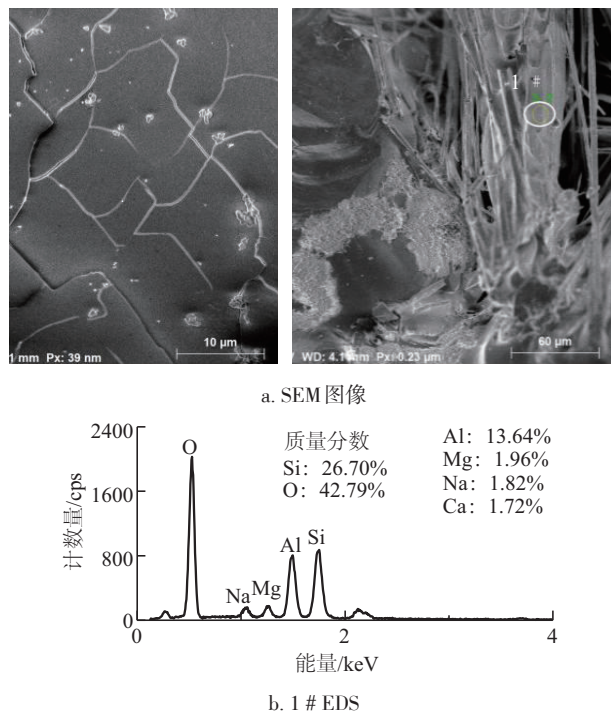


图7 熔化硅SEM图像及EDS分析

Fig. 7 SEM images and EDS analysis of the silicon

3 结 论

采用淬火技术和酸洗络合技术提纯多晶硅,淬火在多晶硅提纯过程起催化作用。采用红外光谱和拉曼光谱、XRD、SEM 和 EDS 研究催化技术的催化机理,结论如下:

1) 淬火削弱了多晶硅杂质相与 Si 之间的键能和键力,使硅晶体出现缺陷,使晶面(111)间距缩小 0.69%。采用酸洗络合技术和二次凝固技术,可使多晶硅中 B 的移除率达到 90%,其他金属杂质移除率均在 55%以上,结晶硅的纯度基本满足太阳能电池的需求。

2) 淬火使多晶硅杂质元素发生运移和扩散,使其光谱峰位消失或错位。

3) 多晶硅杂质相以非晶金属氧化物或金属硅化物为主。

[参考文献]

[1] Haruhiko Morito, Masahito Uchikoshi, Hisanori

Yamane. Boron removal by dissolution and recrystallization of silicon in a sodium-silicon solution [J]. Separation and Purification Technology, 2013, 118: 723—726.

[2] Sun Yanhui, Ye Qihui, Guo Changjuan, et al. Purification of metallurgical-grade silicon via acid leaching, calcination and quenching before boron complexation [J]. Hydrometallurgy, 2013, 139: 64—72.

[3] Johnston M D, Barati M. Calcium and titanium as impurity getter metals in purification of silicon [J]. Separation and Purification Technology, 2013, 107: 129—134.

[4] Qiu Shi, Wen Shutao, Fang Ming, et al. Process parameters influence on the growth rate during silicon purification by vacuum directional solidification [J]. Vacuum, 2016, 125: 40—47.

[5] 贾明, 田忠良, 赖延清, 等. 电解精炼制备太阳级硅杂质行为研究 [J]. 物理学报, 2010, 59(3): 1938—1945.

[5] Jia Ming, Tian Zhongliang, Lai Yanqing, et al. Study on the removal of impurities in silicon by electrorefining [J]. Acta Physica Sinica, 2010, 59(3): 1938—1945.

[6] Meteleva-Fischer Y V, Yang Y, Boom R, et al. Microstructure of metallurgical grade silicon during alloying refining with calcium [J]. Intermetallics, 2012, 25: 9—17.

[7] Wen Shutao, Jiang Dachuan, Li Pengting, et al. Back diffusion of iron impurity during silicon purification by vacuum directional solidification [J]. Vacuum, 2015, 119: 270—275.

[8] Li Yanlong, Wu Jijun, Ma Wenhui, et al. Boron removal from metallurgical grade silicon using a refining technique of calcium silicate molten slag containing potassium carbonate [J]. Silicon, 2015, 7: 247—252.

[9] Chohdi Amri, Rachid Ouertani, Abderrahmen Hamdi. Effect of acid vapor etching on morphological and optoelectric properties of flat silicon and silicon nanowire arrays: A comparative study [J]. Superlattices and Microstructures, 2016, 91: 278—289.

[10] Ludwig T H, Schonhvd Dæhlen E, Schaffer P L, et al. The effect of Ca and P interaction on the Al-Si eutectic in a hypoeutectic Al-Si alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 586: 180—190.

[11] Wang Panpan, Lu Huimin, Lai Yuanshi. Control of silicon solidification and the impurities from an Al-Si

- melt [J]. Journal of Crystal Growth, 2014, 390: 96—100.
- [12] 于站良, 谢克强, 郑叶芳, 等. 从冶金级硅中加压去除杂质铝的动力学[J]. 中国有色金属学报, 2012, 22(10): 2970—2976.
- [12] Yu Zhanliang, Xie Keqiang, Zheng Yefang, et al. Kinetics of aluminum removal from metallurgical grade silicon with pressure leaching[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2012, 22(10): 2970—2976.
- [13] Lee Jun-Kyu, Lee Jin-Seok, Jang Boyun, et al. Impurity segregation behavior in polycrystalline silicon ingot grown with variation of electron-beam power[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2014, 53: 08NJ05-1—08NJ05-6.
- [14] Li Yaqiong, Tan Yi, Li Jiayan, et al. Effect of Sn content on microstructure and boron distribution in Si-Al alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 583: 85—90.
- [15] Shao Xueguang, Ning Yu, Liu Fengxia, et al. Application of near-infrared spectroscopy in micro inorganic analysis[J]. Acta Chimica Sinica, 2012, 70: 2109—2114.

CATALYTIC EFFECT OF QUENCHING TECHNOLOGY ON PURIFICATION OF SILICON BY ACID LEACHING

Liu Zhendong, Niu Xingping, Dai Yuqiang, Zhu Denglei

(Department of Mathematics and Physics, Anyang Institute of Technology, Anyang 455000, China)

Abstract: The polysilicon is purified by quenching technology and acid leaching and complexation technique. Employing ICP to test the purity of the silicon, using XRD, infrared spectroscopy, Raman spectroscopy, SEM and EDS to research the mechanism of the quenching on poly-silicon purification, the results show that: ①quenching weakens the bond energy and bond strength between the polysilicon impurity elements and the silicon, produces polysilicon defect, reduces the silicon interplanar spacing; ②the silicon impurity phase are mainly amorphous metallic oxides or metallic silicides; ③ the boron removal efficiency from polysilicon can be reached 90% via the acid leaching and complexation technique and solidification technique, meanwhile the removal efficiency of other metal impurities elements are above 55%. The purity of the purified silicon can basically meet the needs of the solar cells.

Keywords: poly-silicon; purification; quenching; acid leaching; catalysis