



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104934315 B

(45)授权公告日 2017.08.22

(21)申请号 201510364840.0

H01L 21/316(2006.01)

(22)申请日 2015.06.29

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 104934315 A

US 2004/0203181 A1,2004.10.14,

US 2010/0018573 A1,2010.01.28,

CN 202308019 U,2012.07.04,

(43)申请公布日 2015.09.23

CN 104051564 A,2014.09.17,

(73)专利权人 韩华新能源(启东)有限公司  
地址 226200 江苏省南通市启东市经济开发  
区林洋路888号

CN 103855243 A,2014.06.11,

CN 104037257 A,2014.09.10,

(72)发明人 沈专 赵福祥 朱敏杰 徐世永  
金起弘

审查员 纪金国

(74)专利代理机构 南通市永通专利事务所  
32100

代理人 葛雷

(51)Int.Cl.

H01L 21/31(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种晶体硅湿法氧化工艺

(57)摘要

本发明公开了一种晶体硅湿法氧化工艺,提供一种新的氧化化学溶液组分,通过更改去磷硅片工艺步骤顺序(依次包括上料、去磷硅玻璃、喷淋漂洗、边缘刻蚀、喷淋漂洗、碱洗、喷淋漂洗、湿法氧化、喷淋漂洗、干燥、下料等步骤)。本发明提供氧化化学溶液配方,合理的设计工艺,减少残留的磷硅玻璃等对氧化化学药液的影响,确保氧化钝化效果。

1. 一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:依次包括以下步骤:

(1) 上料:将晶体硅片放入在线式湿化学设备轨道;

(2) 去磷硅玻璃:在室温条件下,将晶体硅片浸泡于HF溶液,去除晶体硅两面及各边的磷硅玻璃;

(3) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

(4) 边缘刻蚀:用由HF酸、HNO<sub>3</sub>酸、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>酸组成的刻蚀溶液进行边缘刻蚀;

(5) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

(6) 碱洗:去多孔硅,中和酸;

(7) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

(8) 湿法氧化:采用氧化化学溶液进行氧化处理;

(9) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

(10) 干燥:高温压缩空气干燥;

(11) 下料,准备流入下道工序。

2. 根据权利要求1所述的晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(2)中,在室温条件下,将晶体硅片浸泡于浓度为1%~10%的HF溶液,去除晶体硅两面及各边的磷硅玻璃,表面为疏水状态。

3. 根据权利要求1所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(3)中,在室温条件下,循环水由喷洒管注入,漂洗去除磷硅玻璃残留及HF酸。

4. 根据权利要求1所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(5)中,在室温条件下,循环水由喷洒管注入,漂洗去除HF酸、HNO<sub>3</sub>酸、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>酸残留。

5. 根据权利要求1所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(6)中,在温度20℃~25℃的条件下,用0.1%~6%的KOH溶液,去多孔硅,中和前道的酸,处理时间为10秒~60秒。

6. 根据权利要求1所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(8)中,氧化化学溶液由下列质量百分比的成分混合组成,氯气0~1%;次氯酸0~3%;氯酸0~1%;盐酸0~20%;双氧水0~3%;臭氧0~2%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0~0.5%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0~0.5%;余量为水;氧化处理时,将上述氧化化学溶液与纯水按体积比1:1~20混合使用,氧化处理时间为5秒~90秒。

7. 根据权利要求6所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:氧化化学溶液由下列质量百分比的成分混合组成,氯气0.1~1%;次氯酸0.1~3%;氯酸0.1~1%;盐酸0.1~20%;双氧水0.1~3%;臭氧0.1~2%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0.1~0.5%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0.1~0.5%;余量为水。

8. 根据权利要求1所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(10)中,通过30℃~80℃的压缩空气干燥硅片表面。

9. 根据权利要求1所述的一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:步骤(4)中,刻蚀溶液中HF的浓度为1%~10%,HNO<sub>3</sub>的浓度为10%~30%,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的浓度为10%~30%,余量为纯水,处理时间为60秒~130秒。

## 一种晶体硅湿法氧化工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种晶体硅湿法氧化工艺。

### 背景技术

[0002] 传统的晶体硅刻蚀及氧化工艺流程,包括以下几个步骤:上料-湿法刻边-喷淋漂洗1-碱洗-喷淋漂洗2-去磷硅玻璃-喷淋漂洗3-湿法氧化-喷淋漂洗4-干燥-下料。存在的问题是由于残留的磷硅玻璃等,污染氧化化学药液,导致钝化效果不好。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种新的氧化化学溶液配方,通过更改去磷硅片工艺步骤顺序,减少残留的磷硅玻璃等对氧化化学药液的影响确保氧化钝化效果。

[0004] 本发明的技术解决方案是:

[0005] 一种晶体硅湿法氧化工艺,其特征是:依次包括以下步骤:

[0006] (1) 上料:将晶体硅片放入在线式湿化学设备轨道;

[0007] (2) 去磷硅玻璃:在室温条件下,将晶体硅片浸泡于HF溶液,去除晶体硅两面及各边的磷硅玻璃;

[0008] (3) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

[0009] (4) 边缘刻蚀:用由HF酸、 $\text{HNO}_3$ 酸、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 酸组成的刻蚀溶液进行边缘刻蚀;

[0010] (5) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

[0011] (6) 碱洗:去多孔硅,中和酸;

[0012] (7) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

[0013] (8) 湿法氧化:采用氧化化学溶液进行氧化处理;

[0014] (9) 喷淋漂洗:纯水喷淋漂洗;

[0015] (10) 干燥:高温压缩空气干燥;

[0016] (11) 下料,准备流入下道工序。

[0017] 步骤(2)中,在室温条件下,将晶体硅片浸泡于浓度为1%~10%的HF溶液,去除晶体硅两面及各边的磷硅玻璃,表面为疏水状态。

[0018] 步骤(3)中,在室温条件下,循环水由喷洒管注入,漂洗去除磷硅玻璃残留及HF酸。

[0019] 步骤(5)中,在室温条件下,循环水由喷洒管注入,漂洗去除HF酸、 $\text{HNO}_3$ 酸、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 酸残留。

[0020] 步骤(6)中,在温度 $20^\circ\text{C}$ ~ $25^\circ\text{C}$ 的条件下,用0.1%~6%的KOH溶液,去多孔硅,中和前道的酸,处理时间为10秒~60秒。

[0021] 步骤(8)中,氧化化学溶液由下列质量百分比的成分混合组成,氯气0~1%;次氯酸0~3%;氯酸0~1%;盐酸0~20%;双氧水0~3%;臭氧0~2%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0~0.5%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0~0.5%;余量为水;氧化处理时,将上述氧化化学溶液与纯水按体积比1 : 1~20混合使用,氧化处理时间为5秒~90秒。

[0022] 氧化化学溶液由下列质量百分比的成分混合组成,氯气0.1~1%;次氯酸0.1~3%;氯酸0.1~1%;盐酸0.1~20%;双氧水0.1~3%;臭氧0.1~2%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0.1~0.5%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0.1~0.5%;余量为水。

[0023] 步骤(10)中,通过30℃~80℃的压缩空气干燥硅片表面。

[0024] 步骤(4)中,刻蚀溶液中HF的浓度为1%~10%,HNO<sub>3</sub>的浓度为10%~30%,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的浓度为10%~30%,余量为纯水,处理时间为60秒~130秒。

[0025] 本发明晶体硅片通过湿法氧化工艺,完成氧化过程,制备出均匀的具有很好钝化效果的二氧化硅膜。

[0026] 本发明确保湿法氧化其钝化效果,后期可进行热处理或者退火等工艺。

[0027] 本发明提供一种新的氧化化学溶液配方,具有合理的设计工艺步骤,减少残留的磷硅玻璃等对氧化化学药液的影响,确保氧化钝化效果,工艺成本低,设备要求简单。

[0028] 下面结合实施例对本发明作进一步说明。

## 具体实施方式

[0029] 实施例1

[0030] 一种晶体硅湿法氧化工艺,依次包括以下几个步骤:

[0031] (1)上料:将晶体硅片放入在线式湿化学设备轨道;

[0032] (2)去磷硅玻璃:在室温条件下,将晶体硅片浸泡于浓度为1%~10%(例1%、5%、10%)的HF溶液,处理时间为20秒~90秒(例20秒、60秒、90秒),去除晶体硅两面及各边的磷硅玻璃,表面为疏水状态;

[0033] (3)喷淋漂洗1:纯水喷淋漂洗,在室温条件下,循环水由喷洒管(上方和下方独立)注入,漂洗去除磷硅玻璃残留及HF酸;

[0034] (4)边缘刻蚀:用HF酸,HNO<sub>3</sub>酸,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>酸组成的刻蚀溶液,刻蚀溶液中HF的浓度为1%~10%(例1%、5%、10%),HNO<sub>3</sub>的浓度为10%~30%(例10%、20%、30%),H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的浓度为10%~30%(例10%、20%、30%),余量为纯水,处理时间为60秒~130秒(例60秒、100秒、130秒);具有去掉硅片背面及周边p-n结的作用;

[0035] (5)喷淋漂洗2:纯水喷淋漂洗,在室温条件下,循环水由喷洒管(上方和下方独立)注入,漂洗去除HF酸,HNO<sub>3</sub>酸,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>酸等残留;

[0036] (6)碱洗:在温度20℃~25℃(例20℃、22℃、25℃)的条件下,用0.1%~6%(例0.1%、3%、6%)的KOH溶液,去多孔硅,中和前道的酸,处理时间为10秒~60秒(例10秒、30秒、60秒);

[0037] (7)喷淋漂洗3:纯水喷淋漂洗,在室温条件下,循环水由喷洒管(上方和下方独立)注入,漂洗去除碱及金属离子;

[0038] (8)湿法氧化:采用氧化化学溶液进行氧化处理;氧化化学溶液有下列质量百分比的成分混合组成:氯气0.1%;次氯酸2%;氯酸1%;盐酸10%;双氧水0.1%;臭氧1%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0.1%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0.3%;余量为水;氧化处理时,将上述氧化化学溶液与纯水按体积比1:1~20(例1:1、1:10、1:20)混合使用,氧化处理时间为5秒~90秒(例5秒、50秒、90秒),生长不同厚度的均匀的氧化层;

[0039] (9)喷淋漂洗4:纯水喷淋漂洗,在室温条件下,循环水由喷洒管(上方和下方独立)注入,漂洗去除氧化化学药液残留;

[0040] (10)干燥:通过30℃~80℃(例30℃、50℃、80℃)的压缩空气干燥硅片表面,不影响下道工序工艺效果;

[0041] (11)下料,晶体硅片通过湿法氧化工艺,完成氧化过程,制备出均匀的具有很好钝化效果的二氧化硅膜,准备流入下道工序;

[0042] 为确保湿法氧化其钝化效果,后期还可进行热处理或者退火等工艺。

[0043] 实施例2

[0044] 氧化化学溶液有下列质量百分比的成分混合组成:氯气0.5%;次氯酸3%;氯酸0.1%;盐酸20%;双氧0.1%;臭氧1%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0.3%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0.5%。其余同实施例1。

[0045] 实施例3:

[0046] 氧化化学溶液有下列质量百分比的成分混合组成:氯气1%;次氯酸0.1%;氯酸0.5%;盐酸1%;双氧水3%;臭氧2%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0.5%;阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠0.1%。其余同实施例1。

[0047] 实施例4:

[0048] 氧化化学溶液有下列质量百分比的成分混合组成:次氯酸1.5%;氯酸0~1%;盐酸13%;双氧水1%;含氟表面活性剂全氟癸烯对氧苯磺酸钾盐0.5%。其余同实施例1。