



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103590113 B

(45) 授权公告日 2016. 08. 17

(21) 申请号 201310576502. 4

(22) 申请日 2013. 11. 18

(73) 专利权人 银川隆基硅材料有限公司

地址 750021 宁夏回族自治区银川市(国家
级)经济技术开发区开元东路 15 号

专利权人 西安隆基硅材料股份有限公司
宁夏隆基硅材料有限公司
无锡隆基硅材料有限公司

(72) 发明人 王新强 邓浩 马自成

(74) 专利代理机构 西安弘理专利事务所 61214

代理人 罗笛

(51) Int. Cl.

C30B 33/10(2006. 01)

C23F 1/24(2006. 01)

G01N 21/00(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102931282 A, 2013. 02. 13,

CN 102776570 A, 2012. 11. 14,

审查员 史博颖

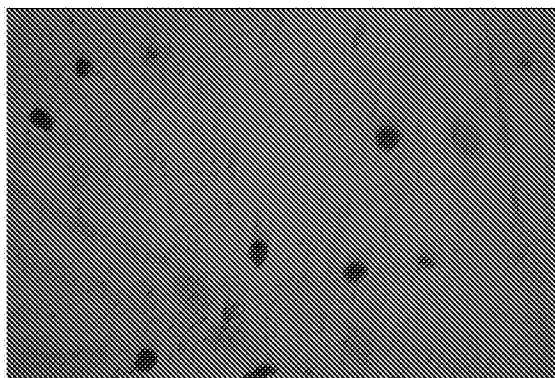
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

单晶硅位错腐蚀剂及检测方法

(57) 摘要

本发明公开了一种单晶硅位错腐蚀剂,由氢氟酸、硝酸和缓释剂组成,所述缓释剂为硼酸溶液。该单晶硅位错腐蚀剂能腐蚀出低密度位错,且无刺激性气味,环境友好。本发明单晶硅位错检测方法为将待检测的单晶硅浸入单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀,方法简单,检测效果好。



1. 单晶硅位错腐蚀剂,其特征在於:由氢氟酸、硝酸和缓释剂组成,所述缓释剂为硼酸溶液,按体积分数计,氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:5.5-6.5,其中,氢氟酸的质量浓度为40-42%,硝酸的质量浓度为65%,硼酸溶液的质量浓度为10%。

2. 根据权利要求1所述单晶硅位错腐蚀剂进行错位检测的方法,其特征在於:将待检测的单晶硅浸入所述单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀。

3. 根据权利要求2所述单晶硅位错腐蚀剂进行错位检测的方法,其特征在於:待检测的单晶硅为单晶硅棒,腐蚀时间为18分钟至40分钟。

4. 根据权利要求2所述单晶硅位错腐蚀剂进行错位检测的方法,其特征在於:待检测的单晶硅为单晶硅片,腐蚀时间为8分钟至20分钟。

5. 根据权利要求2-4任一项所述单晶硅位错腐蚀剂进行错位检测的方法,其特征在於:将待检测的单晶硅进行腐蚀之后,对其进行清洗,然后进行观察。

6. 根据权利要求5所述单晶硅位错腐蚀剂进行错位检测的方法,其特征在於:所述观察是用肉眼直接观察或借助显微镜观察。

单晶硅位错腐蚀剂及检测方法

技术领域

[0001] 本发明属于单晶硅缺陷检测技术领域,涉及一种单晶硅位错腐蚀剂,还涉及单晶硅位错检测方法。

背景技术

[0002] 随着世界经济的不断发展,现代化建设对高效能源需求不断增长。光伏发电作为绿色能源以及人类可持续发展的主要能源的一种,日益受到世界各国的重视并得到大力发展。单晶硅片作为光伏发电的基础材料的一种,有着广泛的市场需求。单晶硅棒生长过程中,热冲击或热应力等原因在晶体中引入位错。位错的产生不仅影响少数载流子的寿命、迁移率等,还影响P-N结的性能,如此,直接关系到太阳能电池的光电转化效率。

[0003] 单晶硅棒或硅片位错的检测,通常使用金相腐蚀显示法,即,先使用位错腐蚀剂对样品进行腐蚀处理,再观察位错的密度等特征。常用一种腐蚀剂为Sirtl腐蚀液,含有重金属铬离子,因污染环境而逐渐被禁用。另一种Dash腐蚀液,难以腐蚀出低密度的位错,不能适应对硅片高品质的需求。另外,该腐蚀液含有的乙酸具有强烈的刺激性气味,也给实际操作带来诸多不便。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种单晶硅位错腐蚀剂,解决现有的腐蚀剂不环保或者难检测出低位错密度的问题。

[0005] 本发明的第二个目的是提供利用上述腐蚀剂进行单晶硅位错检测的方法。

[0006] 本发明的技术方案是,单晶硅位错腐蚀剂,由氢氟酸、硝酸和缓释剂组成,缓释剂为硼酸溶液。

[0007] 本发明的特点还在于:

[0008] 按体积分数计,氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:3.0-10.0,其中,氢氟酸的质量浓度为40-49%,硝酸的质量浓度为65-68%,硼酸溶液的质量浓度为10%。

[0009] 优选,氢氟酸的质量浓度为40-42%,硝酸的质量浓度为65%,硼酸溶液的质量浓度为10%。

[0010] 优选,按体积分数计,氢氟酸、硝酸和缓释剂的比例为1.0:3.0:5.5-6.5。

[0011] 本发明的第二个技术方案是,利用上述单晶硅位错腐蚀剂进行位错检测的方法,将待检测的单晶硅浸入上述单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀。

[0012] 待检测的单晶硅为单晶硅棒,腐蚀时间为18分钟至40分钟。

[0013] 待检测的单晶硅为单晶硅片,腐蚀时间为8分钟至20分钟。

[0014] 将待检测的单晶硅进行腐蚀之后,对其进行清洗,然后进行观察。

[0015] 上述观察是用肉眼直接观察或借助显微镜观察。

[0016] 本发明具有如下有益效果:

[0017] 1、本发明位错腐蚀剂由氢氟酸、硝酸和缓释剂组成,无刺激性气味,无污染,且能

腐蚀出低密度的位错,能满足对硅片高品质的需求。

[0018] 2、本发明位错检测方法简单易行,腐蚀效果好。

附图说明

[0019] 图1是本发明第一实施例的单晶硅片腐蚀后的表面照片;

[0020] 图2是本发明第三实施例的单晶硅棒取样片腐蚀后的表面照片。

具体实施方式

[0021] 下面结合附图和多个实施例对本发明的单晶硅位错腐蚀剂及位错检测方法及进行详细说明。

[0022] 实施例1,单晶硅位错检测方法,首先,提供单晶硅位错腐蚀剂和待检测的单晶硅。

[0023] 单晶硅位错腐蚀剂由氢氟酸、硝酸和缓释剂组成。缓释剂为硼酸溶液。氢氟酸的质量浓度为40-49%,硝酸的质量浓度为65-68%。本实施例中,待检测的单晶硅为单晶硅片。氢氟酸和硝酸均为市售的试剂,氢氟酸的质量浓度为40-42%,硝酸的质量浓度为65%。硼酸溶液的质量浓度为10%,可将硼酸粉末与纯水按1:9的质量比配制而成。氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:3.1,也可以为1.0:3.0:3.3、1.0:3.0:3.5、1.0:3.0:3.9、1.0:3.0:4.0、1.0:3.0:4.3、1.0:3.0:4.7、1.0:3.0:4.8、1.0:3.0:5.1、1.0:3.0:5.3、1.0:3.0:5.6、1.0:3.0:5.9、1.0:3.0:6.1或1.0:3.0:6.4。优选地,氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:5.5。

[0024] 然后,将待检测的单晶硅片浸入单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀。

[0025] 在腐蚀之前,需要对单晶硅片先进行清洁以除去其表面的灰尘的污渍等,再对其进行化学抛光以除去表面的机械损伤层。将单晶硅片全部浸入单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀,腐蚀时间为8分钟至20分钟。本实施例中,腐蚀时间为15分钟。

[0026] 接着,对单晶硅进行清洁。可将单晶硅片置入漂洗槽内清洗,必要时,可进行多次漂洗。

[0027] 最后,观察单晶硅。本实施例中,将单晶硅片置于显微镜下,放大400倍时,可观察到如图1所示的图片,图中可见明显的腐蚀坑。经统计,位错密度约为400个/cm²。

[0028] 实施例2,单晶硅位错检测方法,其步骤与第一实施例的基本相同,其区别在于,使用的单晶硅位错腐蚀剂中,氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:9.0。待检测的单晶硅也为单晶硅片,且取自与第一实施例的单晶硅片同一根单晶硅棒的同一长度处。观察单晶硅片的腐蚀结果时,得到类似图1的图片,统计的位错密度约为400个/cm²。

[0029] 实施例3,单晶硅位错检测方法,首先,提供单晶硅位错腐蚀剂和待检测的单晶硅。单晶硅位错腐蚀剂由氢氟酸、硝酸和硼酸溶液组成,本实施例中,氢氟酸的质量浓度为40-42%,硝酸的质量浓度为65%,硼酸溶液的质量浓度为10%。氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:5.8,也可以为1.0:3.0:6.3、1.0:3.0:6.8、1.0:3.0:6.9、1.0:3.0:7.1、1.0:3.0:7.4、1.0:3.0:7.8、1.0:3.0:8.1、1.0:3.0:8.3、1.0:3.0:8.7、1.0:3.0:9.2、1.0:3.0:9.3、1.0:3.0:9.5或1.0:3.0:9.9。优选地,氢氟酸、硝酸和硼酸溶液的比例为1.0:3.0:6.5。待检测的单晶硅为单晶硅棒,本实施例中,为单晶硅圆棒。

[0030] 本实施例中,设置对比实验,使用由质量浓度为40-42%的氢氟酸、质量浓度为65%

的硝酸和质量浓度为99.5%乙酸以1.0:3.0:9.0的体积比组成的Dash腐蚀液,将待检测的单晶硅即单晶硅圆棒浸入所述Dash腐蚀液进行腐蚀。腐蚀30分钟后,取出单晶硅圆棒,采用肉眼直接观察,未能观察到位错线。

[0031] 然后,将待检测的单晶硅浸入上述单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀。

[0032] 清洁单晶硅圆棒,将其置入本实施提供的单晶硅位错腐蚀剂中进行腐蚀,腐蚀时间为18分钟至40分钟。本实施例中,腐蚀时间为30分钟。

[0033] 接着,对单晶硅进行清洁。

[0034] 最后,观察单晶硅。本实施例中,用肉眼直接观察,可在单晶硅圆棒表面看到位错线。可见,使用本技术方案实施例的单晶硅位错腐蚀剂,可腐蚀出现有的腐蚀剂不能腐蚀出的位错。

[0035] 为进一步的确认单晶硅圆棒的位错程度,可在单晶硅圆棒的位错线终止处取样片,清洁并化学抛光之后,采用前述的单晶硅位错腐蚀剂腐蚀。清洁后将所述样片置于显微镜下,放大400倍可观察到如图2所示的图片,图中可见明显的腐蚀坑。经统计,位错密度约为3000个/cm²。

[0036] 本发明提供了一种单晶硅位错腐蚀剂,解决了现有单晶硅位错腐蚀剂的不环保或者难检测出低位错密度的问题。

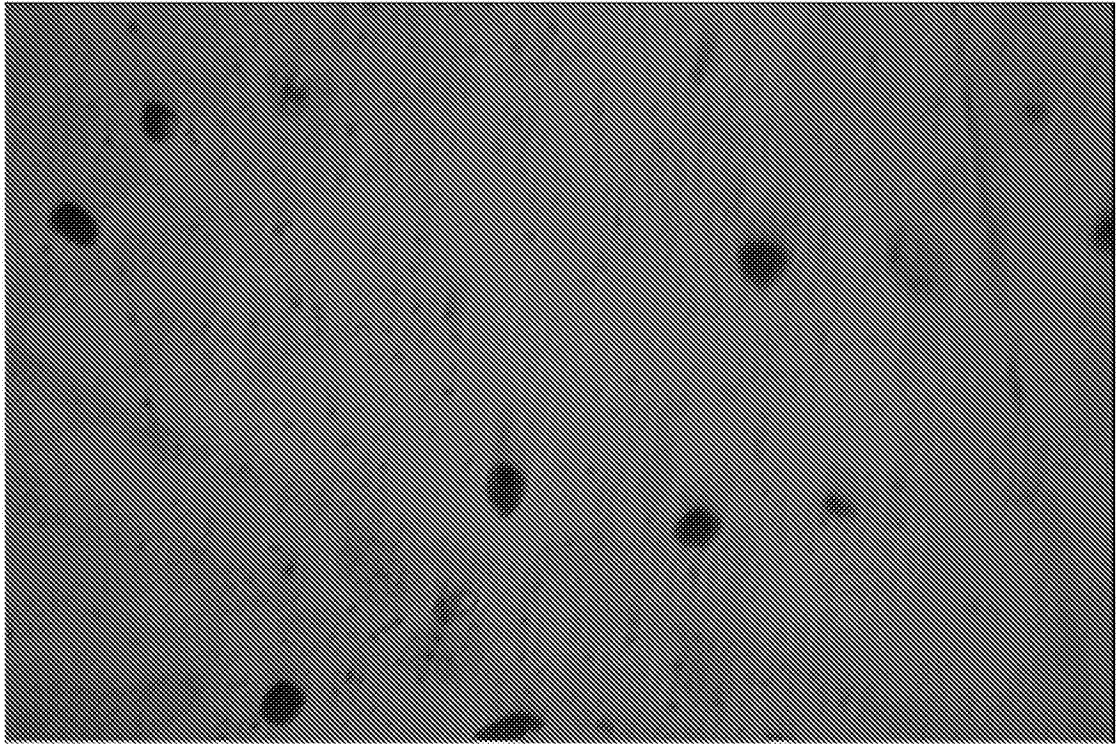


图1

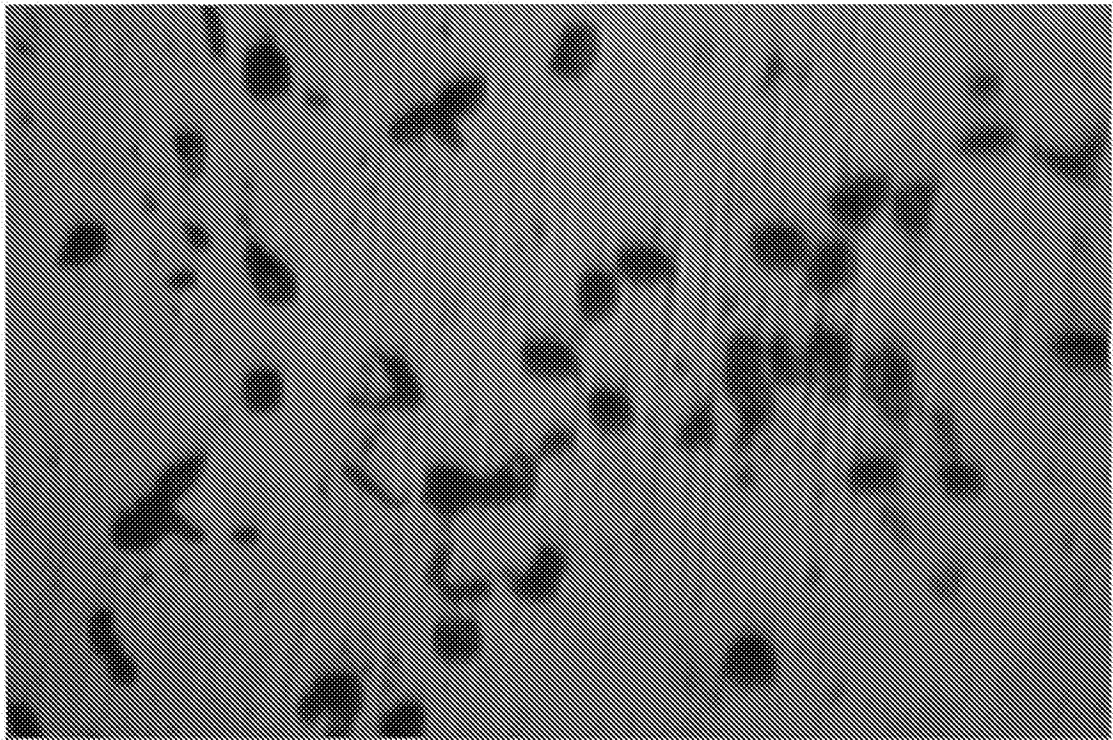


图2