

200A 可控硅 整流元件(平板型)工艺

活 页 技 术 资 料

编 号 0 2 1

机 械 工 业 出 版 社

**200A 可控硅
整流元件(平板型)工艺**
(只限国内发行)

*

机械工业出版社出版 (北京阜外百万庄南街一号)

(北京市书刊出版业营业许可出字第 117 号)

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

*

1971 年 5 月北京第一版·1971 年 5 月北京第一次印刷

*

统一书号: 15033·(内)416·定价 0.04 元

毛主席语录

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

200A 可控硅

整流元件（平板型）工艺

北京椿树整流器厂

北京椿树整流器厂革命职工，遵照伟大领袖毛主席关于“走自己工业发展道路”、“一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平”的教导，在党的“九大”精神鼓舞下，组成了以工人为主体的“三结合”试制小组，沿着独立自主、自力更生的道路，发扬彻底革命精神，先后试制和生产了多种硅整流和硅可控元件。为了互通情报，交流经验，现把我厂 200A 可控硅整流元件（平板型）工艺介绍如下。

一、硅单晶材料要求

1. 硅单晶参数要求

电阻率 ρ : 15~30 欧姆·厘米（正（反）向阻断峰值电压约为 700~1000 伏）

少子寿命 τ : 100 微秒以上。

位错密度 N_D : 3×10^3 个/厘米² 以下。

直径 ϕ : 30 毫米以上。

型号: n —型。

2. 硅片尺寸

硅片直径 $\phi 26$ 最后用 M14 金刚砂研磨，厚度为 $0.32 \sim 0.33^{+0.01}$ 毫米（要求中心割圆），腐蚀后硅片厚度为 $0.28 \sim 0.29$ 毫米。

若电阻率较高需适当增加硅片厚度。

二、工艺要求及管芯主要尺寸

扩散结深: 60~65微米。

扩散杂质表面浓度: $1\sim4\times 10^{17}/\text{厘米}^3$

合金深度: 约20~25微米。

n 基区厚度: 约150~170微米。

直径: $\phi 26$ 毫米。

阴极(金-锑-砷-铋合金)片: $\phi_{\text{外}}=21.5$ 毫米, $\phi_{\text{内}}=3.5$ 毫米
(厚度为0.02~0.03毫米)。

控制极(纯铝)片 $\phi = 2$ 毫米 厚度: 0.35毫米。

阳极(纯铝)片 $\phi = 25.5$ 毫米 厚度: 0.04~0.045毫米。

钼片 $\phi = 26$ 毫米 厚度: $1.5\sim 1.8^{\pm 0.05}$ 毫米。

管芯磨角: 双斜角 ($7^\circ + 15^\circ$)。

三、杂质源硅镓粉的配制

1. 材料: 硅边料、三氧化二镓(光谱纯)。

2. 配制过程:

(1) 石英管处理工艺下同扩散石英管处理工艺。

(2) 硅粉制备:

① 用硫酸(H_2SO_4)将硅边料煮至发烟,并约经10分钟,倒净硫酸用去离子水冲洗数次,再用 H_2SO_4 煮一次,再用热去离子水冲洗数次,并煮三次以上。

② 用HF: $\text{HNO}_3=1:6$ (优级纯),腐蚀1~2分钟,去离子水冲洗干净。

③ 用王水(HCl (优级纯): HNO_3 (优级纯)=3:1),煮两次,每次约5分钟,中间用热去离子水冲洗数次。

④ 再用去离子水煮沸3~5次。

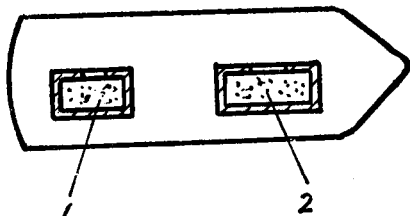
⑤ 在 120°C 真空烘干箱中烘 1~2 小时。

⑥ 将硅边料放于干净玛瑙研钵中细心研成硅粉，最大颗粒度不能大于 0.1 毫米，装在干净称量瓶中保存好。

(3) 配制:

① 按硅粉: 三氧化二镓 = 40:0.2 称量好。

② 将硅粉、三氧化二镓粉分别装在二个石英舟中，并将石英舟装在石英管内，在 10^{-4} 毫米汞柱真空度下封管，如图 1 所示。



③ 在 1250°C 扩散炉中，扩散 50 小时左右。

图 1 杂质源硅镓粉配制示意图:

④ 打开石英管，取出

1—三氧化二镓; 2—硅粉。

硅粉，用干净刀片或夹子轻轻刮去表面一层硅粉。

⑤ 放于干净的玛瑙研钵中将硅粉再行研细。

⑥ 装在清洁称量瓶中，密闭保存。

⑦ 按扩散工艺，取一定量硅镓粉（约几至几十毫克），扩散 3~5 次，摸出表面浓度和硅镓粉量的关系，即可进行使用。

注意事项:

硅镓粉是作杂质源，使用前不再清洁处理，必须非常注意清洁度，并要妥善保存，配制一次能用几百次。

四、阴极(金-锑-砷-铋合金)片的制作

1. 材料:

金 (Au) 纯度: 5 个“9”。

锑 (Sb)、砷 (As)、铋 (Bi) 纯度均系 4 个“9”。

2. 配制过程:

(1) 将石英管(内径约 15~20 毫米)用去污粉擦洗干净,在洗液中约泡 12 小时以上,然后用去离子水冲洗干净。

(2) 用 $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}=1:1$ (或 $1:2$) 泡 1 小时左右,用热去离子水冲洗 15 次以上,放在 120°C 真空烘干箱中烘 1 小时以上。

(3) 按金:锑:砷:铋 = $99.48:0.4:0.02:0.1$ 配比,在万分之一精密天平中称量好,装入石英管中(每管约 60~80 克)最多不要超过 100 克(注意:铋量可以少一些,绝不能多,否则碾压时容易破裂)。

(4) 在 10^{-3} 毫米汞柱真空度下用火焰稍稍烤干水汽后密封(注意温度不要高于 90°C ,否则砷将蒸发)并烧上石英管作为把手。

(5) 在 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 扩散炉中,熔合 2 小时,约 10 分钟左右摇晃一次,然后迅速拉出扩散炉外冷却。

(6) 打碎石英管,取出合金,在 320°C 左右的真空炉中退火一次。

(7) 在碾压机上压成厚度约 0.045~0.05 毫米。

(8) 冲成无毛刺圆片,其形状如图 2 所示。

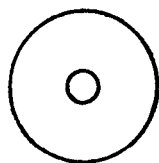


图 2 阴极片图形。

五、石英管及硅片的清洁处理、封管、扩散

1. 石英管的清洁处理:

(1) 石英管用去污粉刷洗干净。

(2) 用洗液泡 12 小时以上,拿出后用去离子水冲洗干净。

(3) 用 $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}=1:1$ (或 $1:2$) 泡 1 小时,用热去离子水冲洗数次直至干净。

(4) 用王水:水 = $2:1$ 约煮 30 分钟,用热去离子水冲洗数次。

(5) 用去离子水煮 5~6 次,再用热去离子水冲洗数次。

(6) 在真空烘干箱中 120°C 烘 2 小时。

2. 硅片的清洁处理、腐蚀:

(1) 扩散所需的硅片稍磨一下。

(2) 用去离子水冲洗后, 用超声波清洗数次。

(3) 用浓硫酸煮两次, 用去离子水冲洗数次。

(4) 用热去离子水超数次后冲数次。

(5) 用 CP_6 ($\text{HNO}_3:\text{HF}:\text{HAC}=2:1:1$) 腐蚀液腐蚀到一定厚度, 冲洗数次。

(6) 用热去离子水冲洗数次。

(7) 用浓王水煮沸两次, 每次约 10 分钟。

(8) 用热去离子水冲洗数次。

(9) 用异丙醇 500 毫升 + 150 毫克硝酸钴溶液脱水两次, 每次用超声波打几分钟, 取出放在小烧杯中, 使硅片重叠放置。

(10) 在 120°C 真空烘干箱中烘 2 小时。

3. 封管:

(1) 按硅镓粉配制工艺中, 找出的杂质量 (约几至几十毫克) 称量好放入小石英舟中。

(2) 把小石英舟放入大石英管后, 将硅片放入。

(3) 在 10^{-4} 毫米汞柱真空度下“三套管”封管, 如图 3 所示。

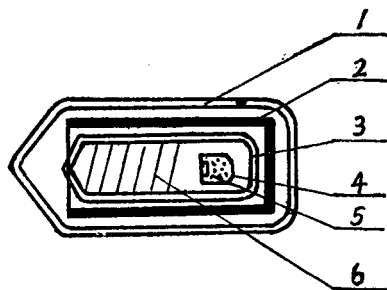


图 3 “三套管”封管示意图:

1—石英管; 2—石墨筒; 3—石英管;

4—石英舟; 5—硅镓粉; 6—硅片。

4. 扩散:

注: 石墨筒用前放在温度为 800°C , 真空度为 10^{-3} 毫米汞柱以上的烧结炉中去气半小时。

扩散温度约1250°C, 扩散时间38~40小时。

扩散后测结深 X_j , 表面杂质浓度 N_s 。

六、合金燒結

1. 燒結前的准备——清洁处理

(1) 硅片处理

① 用HF泡2~3分钟后用冷去离子水大量冲洗。②用HF:HNO₃=1:9腐蚀10~15" (参考 N_s 及 X_j 大小适当加长或缩短腐蚀时间), 后用热去离子水冲洗干净。③用无水乙醇脱水烘干。

(2) 阴极(Au-Sb-As-Bi合金)片处理

① 将阴极片放入H₂SO₄加热至发烟少许倒净H₂SO₄, 然后用去离子水冲洗。②用稀王水(王水:水=1:3)加热腐蚀后用去离子水冲洗(冷热交叉进行)腐蚀到所需厚度为止。③用无水乙醇脱水烘干。

(3) 钼片处理

① 用甲苯、丙酮、无水乙醇先后在超声波中超5分钟, 用去离子水冲。②用H₂O₂(双氧水)和NaOH(氢氧化钠)少许混合液腐蚀, 其后用大量自来水冲洗, 再用冷去离子水冲洗。③用无水乙醇脱水, 放在干净滤纸上阴干待用。

(4) 铝片处理

① 去油与上述钼片工艺相同。②用HF:HNO₃=1:2腐蚀到所需厚度, 用大量去离子水冲洗。③用无水乙醇脱水阴干。

2. 装模

将烘干的石墨粉在石墨模内压紧, 将石墨模壁用毛笔刷干净, 同时用吸耳球吹干净, 再用真空镊子将Au-Sb-As-Bi合金片(阴极)及铝片(控制极)放在正中, 再放硅片、钼片(阳极)、钼片, 最后钼片上面再放石墨粉压紧(用力均匀而平), 上面用一钼

片盖上，放入钢模中拧紧，待烧结。

3. 烧结

一般在真空度抽至 10^{-3} 毫米汞柱以上加热至 700°C ，恒温4'，烧结温度选择条件可根据扩散后硅片表面浓度 N_s 及结果 X_j ，可适当降低或升高。

4. 注意事项

(1) 硅片、金-锑-砷-铋合金片、铝片及钼片腐蚀后开始用去离子水冲洗时最好别露出水面以免氧化。

(2) 装石墨模前石墨粉最好提前烘干，装时且注意石墨颗粒别掉在合金片与硅片表面，以免造成沾润不好，引起局部穿通。压石墨粉时压力要适当，而又均匀。

(3) 烧结要快升温，慢降温。

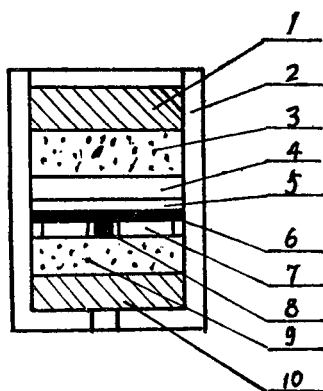


图4 装模示意图：

1—钼片；2—石墨筒；3—石墨粉；4—钼片；5—铝片；6—硅片；7—金-锑-砷-铋合金片；8—铝片；9—石墨粉；10—钼片。

七、管芯磨边、腐蚀、保护、测量

1. 阴极、控制极的清洁处理

把烧结好的管芯，用甲苯在超声波中超声去油两次，取出晾干，然后放在红外灯下烤20分钟左右，取出用毛笔蘸黑胶的甲苯溶液，涂覆在控制极与阴极之间的硅片及阴极边缘的硅片与阳极钼片上，晾干后腐蚀阴极表面，腐蚀剂用 $\text{HF}:\text{HNO}_3=1:6$ 使之阴极表面发亮（大约25秒钟左右）然后用冷去离子水冲洗干净，丙酮脱水后用甲苯超声去黑胶两次。

2. 磨边

把腐蚀好阴极的管芯放在红外灯下烤 20 分钟浸涂黑胶,晾干待磨,磨料用 M14 金刚砂。

磨角时,把涂有黑胶的管芯,放在磨角器上,阴极朝下,阳极(钼片)朝上,进行磨角。一般先磨 15 度斜角,再磨 7 度斜角,磨后用自来水冲洗干净(磨完后的管芯切忌用手摸),然后待腐蚀(最好再用去离子水冲洗几次)。

3. 腐蚀清洁处理

磨角后的管芯用 $\text{HF}:\text{HNO}_3=1:6$ 腐蚀剂腐蚀 1 分 30 秒左右,然后用大量冷去离子水冲洗,丙酮脱水后放入盛有甲苯的烧杯内用超声波去黑胶约 4~5 次以上,直至干净,取出放在红外灯下烘干待测。

4. 测量

将烘干后的管芯在测试台测其正反向转折电压、正反向平均漏电流、控制极电压、控制极电流等,合格者进行表面保护。

5. 表面保护

经测试合格的管芯,涂清漆(聚胺基甲酸酯)于斜面上,涂好清漆的管芯放在 50℃ 的烘箱中烘 2 小时然后升温到 120℃ 烘 1~2 小时。

6. 管芯钼片的腐蚀

先用黑胶把金-锑-砷-铋合金面和硅片保护好,用加热的双氧水 + NaOH 少许腐蚀,双氧水变黄后用去离子水冲洗数遍,看其氧化部分是否去干净,没去干净再腐蚀一遍,直至去干净为止。用甲苯去黑胶,超声波超洗 4~5 次,烘干。

八、封 装

1. 金属陶瓷管壳

(1) 金属陶瓷管壳的处理:将管壳(漏气的和不漏气的)

用纯氢氟酸擦其内外陶瓷面，擦白为止（用镊子夹棉花沾氢氟酸擦）然后用自来水大量冲洗。再用热去离子水反复冲洗数次。冲后烘干。

（2）检查漏电：（将万用电表插头插在 $1K\Omega$ 挡上）量金属陶瓷管壳下盖（阳极盖）表针不动（约 $2000K\Omega$ 以上）为合格，动一点（约 $2000K\Omega$ 以下）为废品。量金属陶瓷管壳上盖（阴极盖） $500K\Omega$ 为合格。

（3）合格者涂清漆，用毛笔涂管壳的内壁焊口处（金属陶瓷管壳的内表面焊接处也涂上）涂完后在室温内放置一段时间，于烘箱内先在 $50^{\circ}C$ 烘 2 小时，接着在 $120^{\circ}C$ 烘 1 小时。为第一次涂漆。

（4）第一次涂漆烘干后，进行第二次涂漆，涂在金属陶瓷管壳的外壁焊口处陶瓷外表面也涂上，涂完后重复第一次步骤。

（5）金属陶瓷管壳上盖和下盖可伐片部分，圆形面上涂锡，涂好锡后待用。

2. 控制极外引线的制作

把 5A 硅可控整流元件报废的绝缘子大管剪下，两端压扁，压扁长度各 3 毫米。一头点焊上 5A 硅可控整流元件大焊片，然后两头沾锡待用。

3. 控制极内引线的制作

小弹簧的制作，用 $\phi 0.3$ 毫米的弹簧钢丝绕在 $\phi 1.5$ 毫米的芯柱上，然后拉长，弹簧的间距 ≈ 0.7 毫米，然后截成 7 毫米长即为 1 个小弹簧，再把弹簧两头沾上锡点。

银片的制作，用 $\phi 0.3$ 毫米的银丝在辗压机上压成 0.1 毫米厚的银片，截成 25 毫米长的银带。

把沾锡的小弹簧一头焊上银片即为控制极内引线。

控制极内引线的清洁处理，先用热去离子水冲洗几遍，再用

丙酮、无水乙醇在超声波中各超两次，烘干待用。

4. 控制极与阴极绝缘瓷管和套管的制作和清洁处理

成品小瓷管，装弹簧一头外边缘上的毛刺在砂纸上磨掉，后用热去离子水冲洗数遍，再用丙酮、无水乙醇各超 2~3 次烘干待用。

烘干的小瓷管装弹簧的一头涂上清漆，再进行烘干。

绝缘套管用 $\phi 2$ 塑料王管截成长 12.5 毫米短管，用甲苯、丙酮、无水乙醇各超一次，烘干待用。

5. 阴极内电极的清洁处理

镀好银的阴极内电极，两平面用铜刷子沾肥皂刷洗发亮为止，用自来水冲洗干净，再用热去离子水冲洗数次，用无水乙醇脱水，在 180°C 真空烘干箱内烘干 2~3 小时。

6. 控制极同阴极内电极的装配

先把控制极内引线小弹簧，装在绝缘瓷管里，再把瓷管装在阴极内电极的大孔里，银片从侧孔穿出，然后再把绝缘套管放在阴极内电极的侧孔中，保证控制极同阴极绝缘。

7. 封装

把管芯放在金属陶瓷管壳下盖的银碗里，钼片向下，金-锑-砷-铋合金面向上，再放上控制极，阴极内电极，放上金属陶瓷管壳上盖，用 45 瓦电烙铁沾松香焊锡，把上下盖焊在一起，再把控制极外引线焊在下盖上，用酒精棉把锡焊口上的松香擦干净，凉干。用万用表量一下控制极、阴极是否短路，如果短路拆开重焊。

把上下盖可伐合金片部分和锡焊口涂上清漆，烘干。

200 A 可控硅整流元件 (平板型) 工艺流程简图

