

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005101272/04, 20.01.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.01.2005

(43) Дата публикации заявки: 27.06.2006

(45) Опубликовано: 10.11.2006 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 4242842 A, 06.01.1981. SU 1142493
A, 28.02.1985. SU 1781270 A1, 15.12.1992. SU
1113394 A, 15.09.1984.

Адрес для переписки:

246019, г.Гомель, ул. Советская, 104,
Учреждение образования "Гомельский
государственный университет им. Франциска
Скорины"

(72) Автор(ы):

Гайшун Владимир Евгеньевич (BY),
Тюленкова Ольга Ивановна (BY),
Мельниченко Игорь Михайлович (BY),
Косенок Янина Александровна (BY)

(73) Патентообладатель(и):

Учреждение образования "Гомельский
государственный университет им. Франциска
Скорины" (BY)

(54) СТАБИЛИЗИРУЮЩАЯ ДОБАВКА К АБРАЗИВНОЙ СУСПЕНЗИИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к составу
стабилизирующей добавки, используемой для
улучшения технологических характеристик
шлифовальных суспензий на основе порошков
оксида алюминия. Сущность: добавка содержит вмольных частях: вода: глицерин: тонкодисперсный
диоксид кремния: карбоксиметилцеллюлоза - 1:
0,085-0,1:0,0003-0,008:0,000001-0,00001.Технический результат - улучшение качества
обработки пластин на операции шлифовки. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 287 004** ⁽¹³⁾ **C2**

(51) Int. Cl.

C09K 3/14 (2006.01)

C09G 1/02 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2005101272/04**, **20.01.2005**

(24) Effective date for property rights: **20.01.2005**

(43) Application published: **27.06.2006**

(45) Date of publication: **10.11.2006 Bull. 31**

Mail address:

**246019, g.Gomel', ul. Sovetskaja, 104,
Uchrezhdenie obrazovanija "Gomel'skij
gosudarstvennyj universitet im. Frantsiska Skoriny"**

(72) Inventor(s):

**Gajshun Vladimir Evgen'evich (BY),
Tjulenkova Ol'ga Ivanovna (BY),
Mel'nichenko Igor' Mikhajlovich (BY),
Kosenok Janina Aleksandrovna (BY)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie obrazovanija "Gomel'skij
gosudarstvennyj universitet im. Frantsiska
Skoriny" (BY)**

(54) STABILIZING ADDITIVE TO ABRASIVE SUSPENSION

(57) Abstract:

FIELD: polishing materials.

SUBSTANCE: invention relates to a composition of stabilizing additive used for improving technological indices of polishing suspensions based on aluminum oxide powders. Proposed additive comprises, in mole parts: water : glycerol : finely dispersed silicon oxide :

carboxymethylcellulose = 1:(0.085-0.1):(0.0003-0.008):(0.000001-0.00001), respectively.

Invention provides improving quality in treatment of plates in the polishing process.

EFFECT: improved and valuable properties of additive.

1 tbl, 27 ex

RU 2 287 004 C2

RU 2 287 004 C2

Изобретение относится к получению состава модифицирующей добавки, используемой для улучшения технологических характеристик шлифовальной суспензии на основе порошков окиси алюминия.

Известно использование в качестве добавки к водным абразивным суспензиям этиленгликоля или глицерина, которые выполняют функции повышения вязкости суспензии и предотвращения испарения жидкой фазы [1]. Однако стабилизирующее действие таких добавок невелико.

Известно использование в качестве стабилизирующей добавки, предотвращающей оседание абразива в водных суспензиях, тонкодисперсного оксида кремния, который добавляют в количестве 5-10% по массе [2]. Однако такая добавка не решает задачи комплексного улучшения технологических и эксплуатационных характеристик абразивной суспензии.

В качестве стабилизирующей добавки к водным суспензиям для обработки полупроводниковых материалов используются водорастворимые карбоксиполиметилены, которые оказывают стабилизирующее действие за счет своего высокого молекулярного веса [3]. Однако чаще всего они применяются для стабилизации полирующих суспензий.

Наиболее близким к заявляемому составу добавки является состав, включающий в себя глицерин, дистиллированную воду, карбоксиполиметилен и триэтаноламин [4]. Использование глицерина как основного компонента добавки снижает ее стабилизирующие свойства, что приводит к уменьшению выхода годных изделий.

Предлагаемое изобретение решает задачу получения высокоэффективной модифицирующей добавки к абразивной суспензии на основе окиси алюминия для операции шлифовки пластин монокристаллического кремния.

Технический результат изобретения заключается в увеличении выхода годных пластин при шлифовке. Достижение указанного технического результата обеспечивается тем, что стабилизирующая добавка, содержащая дистиллированную воду, глицерин и натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы, дополнительно содержит тонкодисперсный диоксид кремния, а компоненты добавки взяты в следующих мольных частях: дистиллированная вода 100; глицерин 8,5-10; дисперсный диоксид кремния 0,3-0,8; натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы 0,0001-0,001.

Диоксид кремния и натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы в указанных соотношениях выполняют стабилизирующую функцию, а в совокупности с другими компонентами повышают эффективность рабочей суспензии и улучшают качество шлифовки кремниевых пластин. За счет этого увеличивается выход годных пластин при шлифовке. Отклонения от заявляемых оптимальных соотношений в составе модифицирующей добавки снижают стабильность добавки и процент выхода годных пластин при шлифовке.

За счет использования при изготовлении добавки органических компонентов, экологически безвредных и биоразлагаемых, повышается экологичность добавки.

Процесс приготовления модифицирующей добавки производился в стеклянном цилиндрическом сосуде, при непрерывном УЗ-воздействии и интенсивном перемешивании фторопластовой лопастной мешалкой.

Полученный продукт представляет собой вязкую жидкость серого цвета, не содержащую посторонних механических включений, видимых невооруженным глазом и имеет следующие характеристики:

- удельная плотность добавки не менее	1,30 г/см ³
- динамическая вязкость добавки не менее	1,25 Па
- pH добавки при 20°C	9,0-9,5

Для изготовления модифицирующей добавки в стеклянный цилиндрический сосуд заливают необходимый объем дистиллированной воды и добавляют тонкодисперсный диоксид кремния, затем этот сосуд помещают в ультразвуковую ванну и при непрерывном ультразвуковом диспергировании производят перемешивание фторопластовой лопастной мешалкой ($V=250 \text{ об./мин}$) в течение 30 минут. После этого добавляют карбоксиметилцеллюлозу, глицерин и продолжают перемешивание еще 30 минут.

Полученную смесь фильтруют через капроновое сито.

Примеры составов стабилизирующей добавки.

Для приготовления стабилизирующей добавки использовались следующие вещества: натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) (марки Т-20, ТУ-6-15-1288-92);

5 дистиллированный глицерин (марки Ч, ГОСТ 6824-96); диоксид кремния марки А-175 и дистиллированная вода.

Пример 1. В стеклянный цилиндрический сосуд заливаем 1800 мл дистиллированной воды (100 моль) и добавляем 40 г тонкодисперсного оксида кремния (0,66 моль), затем сосуд помещаем в УЗ-ванну и при непрерывном УЗ-диспергировании производим
10 перемешивание фторопластовой лопастной мешалкой в течение 30 минут. Потом добавляем в сосуд 90 г КМЦ (0,0005 моль) и 660 мл (9 моль) глицерина и продолжаем перемешивание еще 30 минут. Полученную смесь фильтруем через капроновое сито и оцениваем свойства полученного продукта. Последний представляет собой вязкую жидкость серого цвета, не содержащую посторонних механических включений, видимых
15 невооруженным глазом. Другие свойства полученного продукта приведены в таблице.

Примеры 2-20. Эти примеры осуществляли аналогично примеру 1. Отличия примеров состояли в различных соотношениях исходных компонентов. Отличия в составах примеров, а также свойства полученных при этом продуктов приведены в таблице.

Пример 21. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что для
20 приготовления добавки использовали 850 мл глицерина (11,62 моль). Полученная добавка не обеспечивала необходимой скорости и качества шлифовки.

Пример 22. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что для приготовления добавки использовали 550 мл (7,52 моль) глицерина. Полученная добавка не обладает достаточными стабилизирующими свойствами.

Пример 23. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что для
25 приготовления добавки использовали 15 г тонкодисперсного диоксида кремния. Полученная добавка не обеспечивает необходимого качества шлифовки и не обладает достаточными стабилизирующими свойствами.

Пример 24. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что для
30 приготовления добавки использовали 55 г тонкодисперсного диоксида кремния (0,91 моль). Полученная добавка не обладала достаточной однородностью и стабильностью.

Пример 25. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что для приготовления добавки использовали 15 г КМЦ (0,00008 моль). Полученная добавка не обладает достаточной стабильностью.

Пример 26. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что для
35 приготовления добавки использовали 214 г КМЦ (0,0012 моль). Полученная добавка не обеспечивает необходимого качества шлифовки.

Пример 27. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что в
40 процессе приготовления добавки отсутствовало УЗ-диспергирование. Таким образом, время приготовления стабилизирующей добавки увеличилось в 3 раза, а также не была достигнута необходимая однородность и стабильность полученного продукта.

Испытания полученной согласно изобретению модифицирующей добавки к абразивной суспензии осуществляли путем оценки стабильности добавки и ее влияния на качество обработки кремниевых пластин.

45 Стабильность добавки оценивали визуально, на основании наблюдений. После 6 месяцев испытаний добавка (примеры 1-21,26) сохранила все первоначальные свойства.

Для проведения испытаний были взяты пластины монокристаллического кремния марки КДБ12. Шлифовка пластин проводилась на станках марки СДШ-150 №1 и №2. Для
50 испытаний были приготовлены составы согласно примерам заявки. Шлифовальная суспензия готовилась согласно техпроцессу. Процесс шлифовки проводился при следующих режимах: давлении $P=34 \text{ кг.с/см}^2$, скорости вращения шлифовальников $W=250 \text{ об/мин}$. После использования добавки выход годных пластин составил 91-93% (примеры 1-20).

Таблица						
№ п/п	Содержание компонентов, моль				Стабильность добавки, не	Выход годных пластин на операции
	H ₂ O	C ₃ H ₈ O ₃	SiO ₂	КМЦ	менее 6 мес.	шлифовки в %
1	100	9	0,66	0,0005	6 мес.	93
2	100	8,5	0,66	0,0005	- -	93
3	100	8,5	0,3	0,0003	- -	92,5
4	100	8,5	0,5	0,0001	- -	93
5	100	8,5	0,3	0,0001	- -	92
6	100	8,5	0,8	0,001	- -	93
7	100	8,5	0,8	0,0005	- -	93
8	100	8,5	0,66	0,001	- -	93
9	100	10	0,5	0,0003	- -	93
10	100	10	0,5	0,0001	- -	93
11	100	10	0,66	0,001	- -	93
12	100	10	0,8	0,001	- -	93
13	100	10	0,8	0,0005	- -	93
14	100	10	0,3	0,0005	- -	92
15	100	9,5	0,3	0,0001	- -	93
16	100	9,5	0,8	0,001	- -	92,5
17	100	9,5	0,3	0,001	- -	91
18	100	9,5	0,8	0,0001	- -	93
19	100	9,5	0,66	0,001	- -	92
20	100	9	0,5	0,0001	- -	93
21	100	11,6	0,66	0,0005	- -	85
22	100	7,5	0,66	0,0005	4 мес.	88
23	100	9	0,25	0,0005	5 мес.	81,5
24	100	9	0,9	0,0005	4 мес.	72
25	100	9	0,66	0,00008	1 мес.	57
26	100	9	0,66	0,00126	6 мес.	58

Источники информации

1. Готра З.Ю. Технология микроэлектронных устройств: Справочник. - М.: Радио и связь, 1991. - 528 с.

2. Рапота А.А. Усовершенствование качества поверхности и процесса доводки сферических поверхностей изделий из технической керамики. Автореферат диссертации канд. физ.-мат. наук: 09.0008 / Донецкий национальный технический университет. - Донецк, 2002 г. - 35 с.

3. Патент США №4260396, МПК С 09 К, опублик. 1981.

4. Патент США №4242842, МПК С 08 J, опублик. 1981 (прототип).

Формула изобретения

Стабилизирующая добавка к абразивной суспензии, содержащая глицерин, карбоксиметилцеллюлозу и дистиллированную воду, отличающаяся тем, что она содержит тонкодисперсный диоксид кремния, а ее компоненты взяты при следующем соотношении, мол.ч.: вода : глицерин : диоксид кремния : карбоксиметилцеллюлоза соответственно 1: 0,085-1:0,003-0,008:0,000001-0,00001.