



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107088552 B

(45)授权公告日 2019.05.31

(21)申请号 201710283866.1

B08B 3/02(2006.01)

(22)申请日 2017.04.26

B08B 3/08(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

F26B 21/00(2006.01)

申请公布号 CN 107088552 A

(43)申请公布日 2017.08.25

(73)专利权人 上海申和热磁电子有限公司

地址 200444 上海市宝山区宝山城市工业
园区山连路181号

(72)发明人 惠朝先 贺贤汉 刘攀峰 吴小杰

(74)专利代理机构 上海顺华专利代理有限责任
公司 31203

代理人 顾雯

(51)Int.Cl.

B08B 3/10(2006.01)

B08B 3/12(2006.01)

(56)对比文件

CN 101152651 A,2008.04.02,全文.

CN 101217101 A,2008.07.09,全文.

CN 1379121 A,2002.11.13,全文.

CN 101226874 A,2008.07.23,全文.

CN 101224458 A,2008.07.23,全文.

DE 3434128 A1,1986.03.20,全文.

审查员 常琳

权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法

(57)摘要

本发明涉及陶瓷部件的清洗工艺领域,具体是一种温和的中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法。本发明的方法不但可以降低部件清洗后化学试剂残留的风险,而且可以规避高温条件下部件表层釉质的损伤和内部结构的变化,在半导体、TFT等高精度工业生产设备中产品良率的提升有较高的参考价值 and 实用价值。



1. 一种中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法,其特征在于,包括以下步骤:

a、取1mol/L的氨水溶液、1mol/L的双氧水溶液,1mol/L的NaOH溶液,以体积比2:1:1的比例混合;

b、将待处理的陶瓷部件放入步骤a的混合溶液中,辅以超声波和水浴加热,直至部件表面没有气泡产生且印记状态无变化,反应结束;

c、将反应完全但印记无法去除的部件用纯水冲洗表层后真空烘干,真空度0.1Pa,500±50℃烘烤4小时,然后自然冷却;

d、重复步骤b和步骤c一次;

e、将通过上述工艺清洗后的部件放入水浴纯水超声波中清洗,然后使用氮气吹干,重复步骤c进行干燥处理。

2. 根据权利要求1所述的中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法,其特征在于,所述的步骤b中超声波强度设置为10W/inch²,水浴温度控制为80℃。

3. 根据权利要求1所述的中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法,其特征在于,所述的步骤c中烘干时升温速率5℃/min。

4. 根据权利要求1所述的中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法,其特征在于,所述的步骤e中超声波清洗30min。

一种中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及TFT、半导体精密设备中陶瓷部件的清洗工艺领域,具体地说,是一种温和的中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法。

背景技术

[0002] 陶瓷部件本身具有高度的化学惰性和优良的物理性能,在TFT、半导体高新技术等产业领域中应用非常广泛。然而,伴随其使用次数的增多和环境温度的影响,高纯度、高精度和结构强度的陶瓷部件内部不可避免受到分子扩散、漂移等的影响,杂质原子在陶瓷部件本体中聚集却无法轻易去除,影响部件设备的正常使用和产品良率的提升。

[0003] 传统的陶瓷部件清洗中采用的强酸、强碱等工艺方法可以很方便的去掉部件表层杂质,对于残留部件内部的杂质采用强氧化剂、强还原剂、高温烘烤等方法去除,效果良好但存在诸多弊端,如:强氧化剂、强还原剂的使用易存在化学试剂残留的风险且无法完全去除内部残留杂质,高温烘烤的方法会造成陶瓷部件表层釉质层的损伤且可能造成部件结构性能的变化。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种温和的中低温条件下清洗陶瓷部件的工艺方法,不但可以降低部件清洗后化学试剂残留的风险,而且可以规避高温条件下部件表层釉质的损伤和内部结构的变化。

[0005] 为了实现上述目的,本发明提供一种中低温去除精密陶瓷部件内部杂质原子的方法,包括以下步骤:

[0006] a、取1mol/L的氨水溶液、1mol/L的双氧水溶液,1mol/L的NaOH溶液,以体积比为2:1:1的比例混合(氨水、双氧水化学性质温和,体积浓度比例可以适当改变);

[0007] b、将待处理的陶瓷部件放入步骤a的混合溶液中,辅以超声波和水浴加热,直至部件表面没有气泡产生且印记状态无变化,反应结束;

[0008] c、将反应完全但印记无法去除的部件用纯水冲洗表层后真空烘干,真空度0.1Pa左右,500±50℃(优选500℃)烘烤4小时,然后自然冷却(其中,烘烤温度太高对部件结构影响较大,需要适当控制;烘烤温度太低时部件内部印记分子活性不足,则印记无法去除);

[0009] d、重复步骤b和步骤c一次;

[0010] e、将通过上述工艺清洗后的部件放入水浴纯水超声波中清洗,然后使用氮气吹干,重复步骤c进行干燥处理。

[0011] 优选的,所述的步骤b中超声波强度设置为10W/inch²,水浴温度控制为80℃。

[0012] 优选的,所述的步骤c中烘干时升温速率5℃/min。

[0013] 优选的,所述的步骤e中超声波清洗30min。

[0014] 本发明优点在于:

[0015] 1、本发明提供一种温和的中低温条件下清洗陶瓷部件的工艺方法,不但可以降低

部件清洗后化学试剂残留的风险,而且可以规避高温条件下部件表层釉质的损伤和内部结构的变化,在半导体、TFT等高精度工业生产设备中产品良率的提升有较高的参考价值和实用价值。

[0016] 2、本发明提到的工艺方法成本较低,且有良好的实用性和可兼容性,符合工业化生产要求。

[0017] (1) 采用的化学试剂:弱酸、弱碱作为杂质原子引导剂,起到诱导杂质分子向外扩散的作用;

[0018] (2) 中低真空作业环境,易满足工业生产中部件结构尺寸的要求;

[0019] (3) 500℃以内的温度烘烤条件,对陶瓷部件整体结构影响很小,同时可以起到降低部件局部结构内应力的作用。

附图说明

[0020] 图1. 超声波水浴清洗;

[0021] 图2. 真空烘箱干燥;

[0022] 图3. 印记去除前后效果对比。

具体实施方式

[0023] 下面结合实施例对本发明提供的具体实施方式作详细说明。

[0024] 实施例1

[0025] 半导体设备中使用的陶瓷多为功能类陶瓷,如氧化铝陶瓷具有高强度、耐高温、耐磨损等优良性能,但同时具有脆性大、抗热振性差,不能承受环境温度突然变化的缺点,本实施例以氧化铝陶瓷为本体,印记成分是铜及硅的化合物为例,其清洗工艺如下:

[0026] 1. 化学试剂:氨水、双氧水、NaOH的混合溶液。

[0027] 分别配取1mol/L的氨水溶液、1mol/L的双氧水溶液,1mol/L的NaOH溶液,然后以氨水溶液:双氧水溶液:NaOH溶液=2:1:1(体积比)的比例加入同一个烧杯中。

[0028] 2. 将部件放入烧杯,同时辅以超声波和水浴加热,超声波强度设置为10W/inch²,水浴温度控制为80℃。观察部件直至反应完全,部件表面无气泡且印记状态无变化,反应结束。

[0029] 3. 将反应完全但印记无法去除的部件用纯水冲洗表层后放入真空烘箱中(如图2),抽真空至0.1Pa左右。调节真空烘箱参数,升温速率5℃/min,500℃烘烤4小时,然后自然冷却。

[0030] 4. 重复2、3工艺步骤一次

[0031] 5. 将通过上述工艺清洗后的部件放入水浴纯水超声波中清洗30min(如图1),然后使用氮气吹干,重复3工艺步骤进行干燥处理。

[0032] 6. 观察、测量:主要观察部件表层釉质结构是否损伤,以及孔隙内是否有尚未去除的印记杂质等。

[0033] 工艺原理:

[0034] (1) 氨水溶液与金属,特别是重金属类会产生络合反应,H₂O₂溶液的添加对其起到一定的增强作用;

[0035] 例： $2\text{Cu}+8\text{NH}_3+\text{O}_2+2\text{H}_2\text{O}\rightarrow 2[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$

[0036] (2) NaOH溶液用于反应部件中残留的硅分子及其化合物，水浴加热在一定程度上可以加快反应的速率；

[0037] (3) 充分反应后的部件，残留印记部分以氨水络合物和其它水溶性化合物成分存在，采用真空抽离和500℃烘烤的方法，可以将印记部分形成的化合物带至部件表面，从而达到去除印记的目的。

[0038] 如图3所示，采用上述方法处理后的陶瓷部件，内部杂质分子去除率很高，且在该工艺条件下，部件表层釉质损伤很小，无化学试剂残留等。

[0039] 因实际生产过程中形成印记的化学成分、结构等多种多样，以此为基础使用的其他化学试剂成分、参数设计等方面也应当属于本发明的涵盖范畴。

[0040] 对于不同的印记元素，化学试剂种类和配比需要适当的变更，如：

[0041] Mo、Ag等重金属原子扩散进入陶瓷部件内部，采用氨水和双氧水的混合溶液即可，其操作步骤方法与上述类同；

[0042] 仅有Si原子扩散进入陶瓷部件内部，采用低浓度的氢氧化钠/氢氟酸溶液即可，其操作步骤方法与上述类同。

[0043] 以上已对本发明创造的较佳实施例进行了具体说明，但本发明创造并不限于所述实施例，熟悉本领域的技术人员在不违背本发明创造精神的前提下还可做出种种的等同的变型或替换，这些等同的变型或替换均包含在本申请权利要求所限定的范围内。

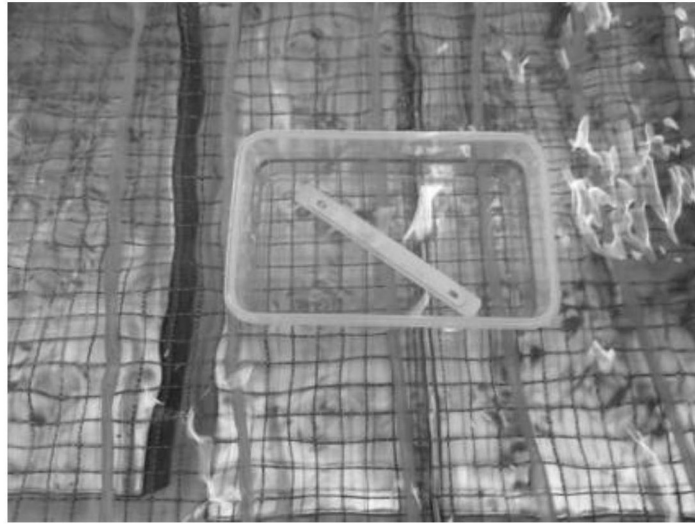


图1



图2

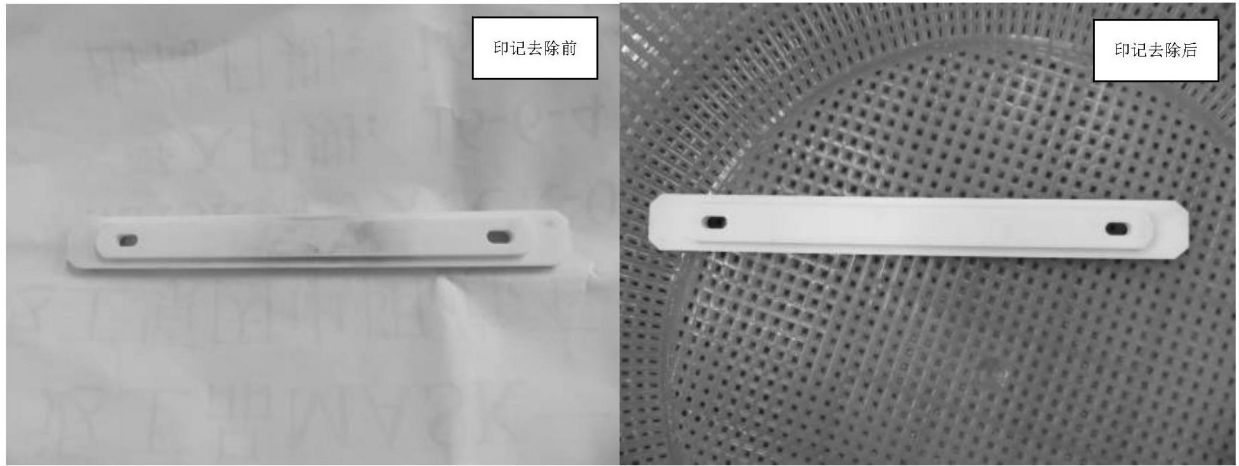


图3