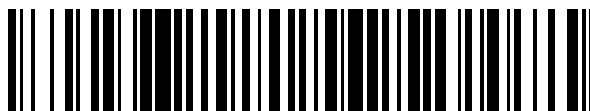


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 417 204**

51 Int. Cl.:

B24B 27/06 (2006.01)

C09K 3/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.02.2009** **E 09710857 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2013** **EP 2252432**

54 Título: **Polvo de granos abrasivos**

30 Prioridad:

07.02.2008 FR 0850776

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.08.2013

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN CENTRE DE RECHERCHES ET
D'ETUDES EUROPÉEN (100.0%)
Les Miroirs 18 Avenue d'Alsace
92400 Courbevoie , FR**

72 Inventor/es:

**BOUSSANT-ROUX, YVES;
MOSBY, JOSTEIN;
POPA, ANA-MARIA;
MENNE, ARNE y
BAKSHI, ABHAYA, KUMAR**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 417 204 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Polvo de granos abrasivos.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un polvo de granos abrasivos, destinado en particular al mecanizado de lingotes de silicio, a una herramienta abrasiva, y en particular un hilo abrasivo, que comprende dichos granos, y a un procedimiento de aserrado de un lingote que utiliza dicho polvo o dicha herramienta abrasiva.

10 **Estado de la técnica**

Clásicamente, la fabricación de obleas de silicio, denominadas "wafers" en inglés, comprende una etapa de aserrado en láminas de lingotes de silicio. Para ello, los lingotes de silicio son empujados contra un hilo abrasivo que gira en bucle recargándose cuando pasa a través de una barbotina que contiene unos granos abrasivos en suspensión.

Unos procedimientos de aserrado de lingotes de silicio y unas máquinas que se pueden utilizar para realizar estos procedimientos se describen en particular en los documentos US 2006/249134, US nº 5.937.844 o WO 2005/095076.

Las obleas de silicio pueden estar destinadas a aplicaciones electrónicas o a la fabricación de células fotovoltaicas. En particular en esta última aplicación, existe una necesidad para fabricar unas obleas de silicio de un grosor reducido, del orden de 200 µm, con el fin de limitar la cantidad de silicio necesario para producir un vatio.

25 Existe asimismo una necesidad de velocidades de aserrado elevadas, con el fin de aumentar la productividad.

Estas restricciones de bajo grosor y de alta velocidad de aserrado conducen sin embargo a unos índices de desecho insatisfactorios. En efecto, una proporción importante de las obleas fabricadas presenta unas variaciones de grosor según su longitud, unas deformaciones o defectos en su superficie. Algunas obleas presentan incluso unas fisuras incipientes, o se rompen durante el aserrado.

Se han llevado a cabo, por lo tanto, unas investigaciones con el fin de mejorar las prestaciones de las barbotinas utilizadas. En particular, el documento JP 10-180 608 preconiza la utilización de granos abrasivos en forma de plaquetas que presentan un grosor como máximo igual a la cuarta parte de su longitud y de su anchura.

35 El documento JP 2003-041240 preconiza una dispersión de los tamaños de granos ceñida alrededor del tamaño medio. El documento JP 2003-041240 precisa asimismo que la relación de aspecto media debería ser superior o igual a 0,59. Los granos dados a conocer en el documento JP 2003-041240 permitirían reducir las variaciones de grosor a lo largo de las obleas fabricadas. El documento JP 2003-041240 no se interesa sin embargo por la forma de los granos dentro de un tramo granulométrico determinado.

Un objetivo de la invención es resolver por lo menos parcialmente uno o varios de los problemas mencionados anteriormente, y en particular mejorar la productividad de los procedimientos de fabricación de obleas de silicio.

45 **Sumario de la invención**

La invención propone un polvo de granos abrasivos, destinado en particular al mecanizado de lingotes de silicio, siendo dicho polvo tal que la fracción granulométrica D₄₀-D₆₀ comprende más del 15% y menos del 80%, incluso menos del 70%, o menos del 50%, o menos del 40%, en porcentajes en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85, siendo los percentiles D₄₀ y D₆₀ los percentiles de la curva de distribución granulométrica acumulada de los tamaños de granos del polvo correspondientes a los tamaños de granos que permiten separar las fracciones del polvo constituidas por el 40% y por el 60% en porcentajes en volumen, respectivamente, de los granos del polvo que presentan los mayores tamaños.

55 Como se verá con mayor detalle en la continuación de la descripción, las prestaciones del polvo según la invención para aserrar unos lingotes son particularmente notables.

Este resultado es inexplicable y sorprendente.

60 En primer lugar porque, durante una operación de aserrado, son los granos más gruesos los que atacan mayoritariamente el lingote a serrar. El experto en la materia habría sido por lo tanto incitado a favorecer el alargamiento de los granos para las fracciones granulométricas correspondientes a los tamaños de granos más grandes, sin imaginar que la presencia de una cantidad importante de granos alargados en unos tramos granulométricos intermedios podría haber mejorado las prestaciones del polvo.

65 Después, porque los inventores han descubierto que, al contrario de la enseñanza del documento JP 10-180 608, la

cantidad de granos alargados en estas fracciones granulométricas intermedias debe ser limitada. Una mezcla de granos alargados y de granos redondeados permite ventajosamente un buen apilamiento y un perfil de distribución adaptado de los granos alargados, en particular en una aplicación con una herramienta abrasiva, en particular sobre un hilo de soporte. El desgaste de la herramienta abrasiva es además más homogéneo.

Las reivindicaciones subordinadas 2 a 13 se refieren a modos de realización preferidos del polvo según la invención.

La invención se refiere también a una herramienta que comprende unos granos abrasivos según la invención fijados sobre un soporte o aglomerados unos a los otros, en particular mediante un ligante. La herramienta es un hilo de soporte revestido de una barbotina según la invención, por ejemplo un hilo abrasivo destinado al aserrado de lingotes, y en particular de lingotes de silicio.

La invención se refiere asimismo a un procedimiento de aserrado de un lingote mediante una herramienta según la invención, y en particular mediante un hilo abrasivo según la invención. El lingote puede comprender más del 50%, más del 80%, más del 90%, más del 95%, más del 99%, más del 99,9%, incluso el 100% de un constituyente seleccionado de entre un material semiconductor, en particular el silicio mono o policristalino, un arseniuro, en particular el arseniuro de galio (GaAs), el fosforo de indio (InP), un óxido metálico, una ferrita. El procedimiento puede estar adaptado para obtener, al final del aserrado, una oblea de un grosor inferior a 200 μm , inferior a 150 μm , incluso inferior o igual a 100 μm .

Definiciones

- Por "grano" se entiende un producto sólido individualizado en un polvo o fijado sobre un soporte.
- Para mejor claridad, se denomina en la presente memoria "grano alargado" un grano que presenta una circularidad inferior a 0,85, y "grano redondeado" un grano que presenta una circularidad superior o igual a 0,85.
- Se denomina "tamaño" D_p de un grano la media de su mayor dimensión dM y de su menor dimensión dm $(dM + dm)/2$.
- La "circularidad" de un grano se determina clásicamente de la manera siguiente: se ponen en suspensión en un fluido los granos con el fin de evitar cualquier floculación de los granos, es decir cualquier aglomeración. Los inventores han realizado por ejemplo una suspensión en la que un polvo de SiC está dispersado en agua con la ayuda de sosa NaOH.

Se toma una fotografía de la suspensión y se trata mediante un aparato de tipo SYSMEX FPIA 3000. Para evaluar la circularidad de un grano, se determina el perímetro P_d del disco D que presenta un área igual al área A_p del grano G en la fotografía (véase la figura 2). Se determina por otro lado el perímetro P_p de este grano. La circularidad es igual a la relación de P_d/P_p . Cuanto más alargada es la forma del grano, más baja es la circularidad.

El manual de utilización del SYSMEX FPIA 3000 describe asimismo este procedimiento (véase "detailed specification sheets" en www.malvern.co.uk).

- se denomina clásicamente "curva de distribución granulométrica acumulada de los tamaños de granos del polvo", a la curva de distribución granulométrica que da:
 - en ordenadas, unos porcentajes tales que un porcentaje de $p\%$ representa la fracción del polvo que reúne los $p\%$, en volumen, de los granos que presentan los tamaños mayores, y
 - en abscisas, los tamaños de grano D_p , siendo D_p el tamaño más pequeño posible de los granos en la fracción del polvo representada por el porcentaje $p\%$ en abscisas.

Dicha curva granulométrica se puede realizar con la ayuda de un granulómetro láser. El dispositivo SYSMEX FPIA 3000 permite ventajosamente obtener dichas curvas. Se denomina clásicamente "percentil" o "centil" D_p al tamaño de grano (en abscisas en la curva mencionada anteriormente) que corresponde al porcentaje, en volumen, de $p\%$ en abscisas. Por ejemplo, el 10%, en volumen, de los granos del polvo tienen un tamaño superior o igual a D_{10} , y el 90% de los granos, en volumen, tienen un tamaño estrictamente inferior de D_{10} .

Se designa mediante " D_p - D_q " la fracción granulométrica que comprende el conjunto de los granos que presentan un tamaño superior o igual a D_q e inferior o igual a D_p .

Se designa mediante " $S(D_p$ - $D_q)$ " el porcentaje en volumen de granos alargados en la fracción granulométrica D_p - D_q .

Se designa mediante " Δ_{n-m-p} " la relación $(S(D_n$ - $D_m)$ - $S(D_m$ - $D_p))$ / $S(D_m$ - $D_p)$ en porcentaje. Por ejemplo $\Delta_{3-10-20} = (S(D_3$ - $D_{10})$ - $S(D_{10}$ - $D_{20}))$ / $S(D_{10}$ - $D_{20})$. Δ_{n-m-p} indica por lo tanto el crecimiento relativo de la proporción de granos alargados de

la fracción granulométrica D_n - D_m a la fracción granulométrica D_m - D_p .

Breve descripción de las figuras

- 5 Otras características y ventajas de la invención aparecerán también con la lectura de la descripción siguiente y el examen del dibujo, en el que
- la figura 1 representa la evolución, de una fracción granulométrica a la siguiente, de la proporción de granos alargados, para diferentes polvos ensayados, y
 - la figura 2 ilustra el método utilizado para determinar la circularidad de los granos.

Descripción detallada

Procedimiento de fabricación

Se puede utilizar cualquier procedimiento conocido para fabricar unos granos abrasivos con el fin de fabricar unos granos redondeados y unos granos alargados. Para fabricar unos granos alargados, se puede hacer referencia en particular a la descripción del documento JP 2003-041240.

En función de la proporción de granos alargados fabricados, pueden ser necesarias unas etapas de clasificación, de selección, por ejemplo por tamizado, o de mezcla de diferentes fracciones granulométricas con el fin de obtener unas proporciones de granos alargados que corresponden a las de un polvo según la invención.

Un polvo según la invención puede, por ejemplo, ser fabricado según un procedimiento que comprende por lo menos las etapas siguientes:

- a) síntesis de un cuerpo macizo, preferentemente por lo menos milimétrico, es decir en el que todas las dimensiones superan por lo menos 1 mm, preferentemente por reacción, en particular por carborreducción, por ejemplo por carborreducción de la sílice con el fin de producir un carburo de silicio (SiC), sinterización bajo presión ("IP"), prensado isostático en caliente ("HIP"), SPS ("Spark Plasma Sintering" o sinterizado ultrarrápido), o también por fusión, en particular por electrofusión;
- b) reducción eventual de dicho cuerpo macizo en un conjunto de partículas, eventualmente por aplastamiento;
- c) preferentemente, selección, por ejemplo por tamizado, de las partículas que presentan un tamaño superior al tamaño máximo de los granos $D_{0,5}$ del polvo a fabricar y, preferentemente, selección de las partículas que presentan un tamaño por lo menos 2 veces superior a este tamaño máximo y/o inferior a 4 veces este tamaño máximo;
- d) trituración del cuerpo macizo obtenido en la etapa a) o de las partículas obtenidas en la etapa b) o en la etapa c), preferentemente en unas condiciones que favorecen las tensiones de cizallamiento, en particular por medio de una trituradora con rodillos;
- e) llegado el caso, selección de granos procedentes de la etapa d) y que pertenecen a unas zonas granulométricas determinadas, de manera que el polvo obtenido sea conforme a la invención;
- f) opcionalmente, eliminación del hierro con el fin de eliminar las eventuales partículas magnéticas introducidas durante la trituración realizada en la etapa d);
- g) opcionalmente, tratamiento térmico o químico que permite la eliminación de especies químicas indeseables, por ejemplo la sílice o un exceso de carbono en el caso de un polvo de carburo de silicio (SiC);
- h) opcionalmente, verificación de la calidad del polvo, preferentemente por muestreo.

En la etapa a), el objetivo es fabricar unos cuerpos macizos que presentan una resistencia suficiente para "estallar" durante la trituración. Dicho de otra manera, los cuerpos macizos preparados no pueden ser simples aglomeraciones de granos susceptibles de pulverizarse durante la trituración, no permitiendo dicha pulverización obtener suficientes granos alargados para una explotación industrial. Se puede considerar cualquier procedimiento de síntesis, permitiendo unos simples ensayos buscar las condiciones más favorables.

En la etapa b), opcional, los cuerpos macizos son reducidos, por ejemplo aplastados, con el fin de aumentar la cantidad de partículas susceptibles de ser seleccionadas durante la etapa opcional c).

La etapa c), opcional, tiene por objetivo garantizar que después del estallido de las partículas introducidas en la trituradora, los granos obtenidos a la salida de la trituradora presenten unos tamaños suficientes para que el polvo

permanezca relativamente basto.

Para ello, es preferible que el tamaño mínimo de los cuerpos macizos o de las partículas que entran en la trituradora sea por lo menos dos veces superior al tamaño máximo de los granos del polvo a fabricar.

En la etapa d), se utiliza una trituradora que favorece las tensiones de cizallamiento, preferentemente una trituradora con rodillos.

Las trituradoras por atrición no están adaptadas para fabricar eficazmente una cantidad elevada de granos alargados.

En el caso de una trituradora con rodillos, la separación de los rodillos puede estar ajustada de manera que el polvo triturado sea un polvo según la invención.

Se puede llevar a cabo a continuación una etapa suplementaria e), opcional si el polvo obtenido al final de la etapa d) es conforme a la invención, con el fin de seleccionar las zonas granulométricas preferidas. Esta etapa puede comprender una clasificación, preferentemente por elutriación, es decir por separación según la densidad por agitación en agua. Esta técnica está, en efecto, bien adaptada a la granulometría fina de los granos de un polvo según la invención.

Una etapa opcional f) también se puede llevar a cabo con el fin de eliminar las partículas magnéticas por eliminación de hierro, en particular las introducidas durante la etapa d). Preferentemente, esta etapa se realiza con la ayuda de un eliminador de hierro de alta intensidad.

Llegado el caso, en una etapa ulterior opcional h), se verifica la calidad del polvo obtenido tras la trituración, preferentemente por muestreo, por ejemplo con microscopio, microscopio electrónico de barrido o mediante cualquier medio conocido que permita controlar la forma de los granos.

Al final de este procedimiento, se obtiene un polvo según la invención.

Polvo

Sea cual sea el modo de realización principal considerado, un polvo de granos según la invención puede presentar una o varias de las características descritas a continuación, en la medida en la que estas características no son incompatibles con este modo de realización principal.

Los granos abrasivos son preferentemente de un material que presenta una microdureza Vickers $HV_{0,5}$ superior a 7 GPa.

La naturaleza de los granos abrasivos puede ser en particular la de los granos abrasivos utilizados hasta ahora como materiales de pulido o de aserrado. En particular, los granos pueden ser de un material seleccionado de entre el grupo constituido por el carburo de silicio, el óxido de cerio, el diamante, el nitruro de boro, la alúmina, la zircona, la sílice y unas combinaciones de uno o varios de estos materiales. Dichos granos abrasivos están disponibles en el comercio. A título de ejemplo, se puede citar el carburo de silicio GC^{TM} (Green Silicon Carbide) y C^{TM} (Black Silicon Carbide) fabricados por FUJIMI Inc o SIKATM fabricados por Saint-Gobain Materials en Lillesand en Noruega. Los polvos de alúmina se pueden seleccionar por ejemplo de entre FO ((Fujimi Optical Emery), A (Regular Fused Alumina), WA (White Fused Alumina) y PWA (Platelet Calcined Alumina) fabricados por FUJIMI Inc.

Son particularmente ventajosos unos granos de carburo de silicio.

En un modo de realización preferido, los granos abrasivos comprenden más del 95% de carburo de silicio, en porcentaje másico. Los últimos 2,5% pueden ser unas impurezas. Por "impurezas" se entienden los constituyentes inevitables, introducidos necesariamente con las materias primas durante la fabricación de los granos. En particular, los compuestos que forman parte del grupo de los óxidos, nitruros, oxinitruros, carburos, oxicarburos, carbonitrutos y especies metálicas de sodio y otros alcalinos, hierro, vanadio y cromo son generalmente unas impurezas. A título de ejemplos, se pueden citar CaO , Fe_2O_3 o Na_2O .

Los granos de carburo de silicio presentan preferentemente una densidad superior a 3,0. Preferentemente, el carburo de silicio está cristalizado en forma alfa.

En un modo de realización, el percentil D_{20} es superior a 9 μm , superior a 11 μm , incluso superior a 12 μm y/o inferior a 15 μm , inferior a 14 μm , incluso inferior a 13 μm .

El percentil D_{40} puede ser superior a 10 μm , superior a 15 μm , incluso superior a 18 μm o superior a 20 μm y/o ser inferior a 25 μm , incluso inferior a 23 μm , o inferior a 22 μm .

El tamaño medio D_{50} puede ser inferior a 60 μm , inferior a 50 μm , inferior a 40 μm , inferior a 30 μm , inferior a 25 μm , inferior a 20 μm y/o superior a 1 μm , superior a 3 μm , superior a 5 μm , superior a 7 μm , superior a 10 μm , superior a 12 μm , superior a 15 μm , incluso superior a 18 μm .

- 5 El percentil D_{60} puede ser superior a 8 μm , superior a 10 μm , superior a 14 μm , incluso superior a 16 μm y/o inferior a 20 μm , o inferior a 19 μm , incluso inferior a 18 μm .

La fracción granulométrica D_{20} - D_{40} puede comprender más del 12%, más del 15%, más del 17%, más del 20%, más del 23%, incluso más del 25%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.

- 10 La fracción granulométrica D_{40} - D_{60} puede comprender más del 17%, más del 20%, más del 23%, incluso más del 25%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.

- 15 En un modo de realización particular, la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende más del 17%, incluso más del 20%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85, y el tamaño medio es superior a 12 μm , 15 μm , incluso 17 μm o 18 μm .

- 20 En un modo de realización particular, la fracción granulométrica D_{20} - D_{40} comprende más del 15%, más del 18%, incluso más del 20% o más del 21%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85, y el tamaño medio es superior a 12 μm , incluso inferior a 10 μm .

En un modo de realización, la fracción granulométrica D_{20} - D_{40} comprende más del 5%, incluso más del 6%, en porcentaje en número, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.

- 25 En un modo de realización, la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende más del 5%, más del 6%, incluso más del 7%, más del 8%, más del 10%, incluso más del 11%, y/o menos del 20%, menos del 15%, menos del 13%, incluso menos del 12%, en porcentajes en número, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85. Esta característica es en particular aplicable a un polvo que presenta un tamaño medio D_{50} comprendido entre 12 y 20 μm .

- 30 Sin embargo, los inventores han descubierto que, al contrario de la enseñanza del documento JP 10-180 608, no es ventajoso que el conjunto de los granos presente una forma alargada. En particular, en las fracciones granulométricas D_{20} - D_{40} o D_{40} - D_{60} , el porcentaje en volumen de granos presenta una circularidad inferior a 0,85 y preferentemente limitado al 40%.

- 35 El porcentaje en volumen de estos granos en las fracciones granulométricas D_{20} - D_{40} y/o D_{40} - D_{60} , puede ser inferior al 35%, incluso al 30%, o incluso al 26%.

- 40 La relación entre el porcentaje en volumen $S(D_{40}$ - $D_{60})$ de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} y el diámetro medio D_{50} , o "relación R_{40-60} ", puede ser superior a 0,85, e inferior a 2.

Cuando se utilizan sobre un hilo abrasivo, estos granos permiten ventajosamente limitar la deformación y la tensión del hilo.

- 45 Esta relación puede ser superior a 0,9, superior a 1,0, superior a 1,1, superior a 1,2, superior a 1,3, incluso superior a 1,4.

En un modo de realización, esta relación puede ser inferior a 1,4.

- 50 Barbotina

Un polvo según la invención se puede utilizar en particular para fabricar una barbotina.

- 55 Una barbotina comprende clásicamente un polvo de granos abrasivos en suspensión en un ligante líquido o pastoso. El ligante puede ser, en particular, un ligante orgánico. El ligante comprende generalmente agua, un material de base y uno o varios aditivos.

La cantidad de agua está comprendida preferentemente entre el 10 y el 75% en masa con respecto a la masa de la barbotina.

- 60 El material de base se puede seleccionar de entre los hidróxidos de metales alcalinos, como el hidróxido de litio, el hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio, los hidróxidos de alcalinotérreos, tales como el hidróxido de magnesio, el hidróxido de calcio y el hidróxido de bario, y unas combinaciones de estos diferentes materiales. El contenido de este material de base está comprendido clásicamente entre 3,5% y 20% en masa con respecto a la masa total líquida de la barbotina.

- 65

Entre los aditivos, se utiliza generalmente por lo menos un lubricante.

Un lubricante puede ser seleccionado en particular de entre el polietilenglicol, el benzotriazol, el ácido oleico y unas mezclas de estos últimos. Un lubricante puede ser por ejemplo el Rikamultinole fabricado por la compañía Rikashokai o el Lunacoolant fabricado por Daichikagaku. El contenido en lubricante está comprendido preferentemente entre 0 y 50% en masa con respecto a la masa de la barbotina.

La barbotina puede ser fabricada mezclando simplemente las materias primas mencionadas anteriormente. Un procedimiento de fabricación de una barbotina se describe en particular en el documento US 2006/0 249 134.

Herramientas

Para el aserrado de lingotes de silicio, la barbotina está dispuesta clásicamente sobre un hilo de soporte que presenta, por ejemplo, un grosor comprendido entre 0,06 mm y 0,25 mm.

El hilo de soporte puede estar constituido en particular en acero duro o en una aleación tal como una aleación de níquel y cromo o una aleación de hierro y níquel, o en un metal que presenta un punto de fusión elevado tal como el tungsteno o el molibdeno, o ser de fibra de poliamida.

Procedimiento de mecanización

Según un procedimiento clásico de aserrado, como se ha explicado en la introducción, un hilo abrasivo, guiado por unas ruedecillas, gira en bucle pasando a través de una barbotina con el fin de recargarse de granos abrasivos. Frota sobre un lingote a serrar, típicamente del orden de 200 mm de longitud y diámetro, con el fin de cortar una lámina, u "oblea", de este lingote.

El lingote puede ser en particular un lingote de silicio policristalino de pureza superior a 99,99% en masa.

Según un modo de realización del procedimiento de mecanización según la invención, se sierra la oblea de manera que presente un grosor inferior a 200 µm, inferior a 180 µm, inferior a 150 µm, inferior a 130 µm, inferior a 120 µm, incluso inferior a 100 µm.

Ensayos

Se han ensayado diferentes mezclas de granos de carburo de silicio.

La tabla 1 siguiente da los valores de los diferentes percentiles de estas diferentes mezclas.

Tabla 1

Ejemplo	1	Ref. 1	2	Ref. 2	3	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5
Percentil (µm)								
D ₉₇	10,1	12,0	6,7	7,6	4,9	5,8		
D ₈₀	14,3	15,1	10,4	10,1	7,4	8,5		
D ₆₀	17,0	16,6	12,8	21,0	9,0	10,1	7,0	7,2
D ₅₀	19,2	17,6	14,4	12,9	9,6	10,8	7,6	7,6
D ₄₀	21,0	19,3	15,3	13,6	10,5	11,8	8,4	8,35
D ₂₀	26,6	23,0	19,4	15,8	12,6	13,7	0,0	10,0
D ₁₀	32,6	27,5	23,1	17,8	14,2	15,4	11,6	11,2
D ₃	51,8	42,4	29,1	21,4	18,9	27,5	13,5	20,6

La tabla 2 proporciona, para estas mezclas, el porcentaje en volumen de granos alargados S% en los diferentes tramos granulométricos.

Tabla 2

	S%							
	1	Ref. 1	2	Ref. 2	3	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5
D ₈₀ -D ₉₇	15,5	5,4	12,9	7,3	6,6	7,7		
D ₆₀ -D ₈₀	20,4	3,1	16,6	5,9	13,2	8,8		
D ₄₀ -D ₆₀	25,4	5,4	21,2	6,7	17,4	8,7	12,2	4,6
D ₂₀ -D ₄₀	31,5	14,9	24,4	10,2	21,9	12,9	37,5	20,9
D ₁₀ -D ₂₀	42,3	31,4	36,4	22,0	25,4	20,9		
D ₃ -D ₁₀	54,0	69,0	46,7	41,2	40,3	34,7	16,3	6,4

La tabla 3 proporciona, para las mezclas ensayadas, el porcentaje en número de granos alargados N% en ciertos tramos granulométricos.

Tabla 3

5

Ejemplo	Fracción	N%
1	D ₃ -D ₁₀	1,4
	D ₂₀ -D ₄₀	5,5
	D ₄₀ -D ₆₀	11,6
Ref. 1	D ₃ -D ₁₀	2,6
	D ₂₀ -D ₄₀	7,2
	D ₄₀ -D ₆₀	14,8
2	D ₃ -D ₁₀	1,1
	D ₂₀ -D ₄₀	4,6
	D ₄₀ -D ₆₀	7,9
Ref. 2	D ₃ -D ₁₀	3,0
	D ₂₀ -D ₄₀	8,9
	D ₄₀ -D ₆₀	12,9
3	D ₃ -D ₁₀	1,8
	D ₂₀ -D ₄₀	6,9
	D ₄₀ -D ₆₀	10,4
Ref. 3	D ₃ -D ₁₀	2,4
	D ₂₀ -D ₄₀	6,6
	D ₄₀ -D ₆₀	12,0
Ref 4	D ₃ -D ₁₀	0,8
	D ₂₀ -D ₄₀	6,4
	D ₄₀ -D ₆₀	10,5
Ref. 5	D ₃ -D ₁₀	0,85
	D ₂₀ -D ₄₀	5,8
	D ₄₀ -D ₆₀	10,8

Los ejemplos de referencia Ref. 1, Ref. 2, Ref. 3, Ref. 5 son unas mezclas comercializadas por la compañía Saint-Gobain Materials bajo la marca SIKa y con las referencias F500, F600, F800 y F1000, respectivamente.

10 Se prepararon después unas barbotinas a partir de estos diferentes polvos, de manera similar a la del ejemplo descrito en el documento JP 2003-041240. La proporción era de 1 kg de SiC por 1 l de polietilenglicol de tipo PEG, de masa molecular 200. Las barbotinas se han utilizado a continuación con el fin de aserrar un lingote de silicio, según el protocolo descrito en el ejemplo del documento JP 2003-041240.

15 La velocidad de mecanización del lingote de silicio por el hilo abrasivo (que frota sobre el lingote en un plano perpendicular a la dirección del avance del lingote de silicio), es decir que se ha medido cada vez en las mismas condiciones el número de lingotes serrados por unidad de tiempo.

20 Las velocidades obtenidas con unas barbotinas fabricadas a partir de los polvos 1, 2 y 3, se han comparado con las velocidades obtenidas con unas barbotinas fabricadas a partir de los polvos abrasivos "Ref. 1", "Ref. 2", y "Ref. 3", respectivamente, que son de la misma naturaleza y presentan sustancialmente los mismos tamaños medios que los polvos 1, 2 y 3, respectivamente. La relación entre la velocidad obtenida con las barbotinas 1, 2, 3 y la velocidad obtenida con las barbotinas "Ref. 1", "Ref. 2", y "Ref. 3", denominada "ganancia G", permite en particular medir el impacto de la distribución granulométrica particular de los polvos según la invención de tamaño medio

25 sustancialmente constante.

La ganancia G' para los ejemplos "Ref. 4" y "Ref. 5" corresponden a unas comparaciones con los resultados obtenidos en el ejemplo "Ref. 3".

30 Se ha calculado la relación R, igual a S% dividida por el tamaño medio D₅₀.

Resultados

Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 4 siguiente:

Tabla 4

Ejemplo	Fracción	D ₅₀ (μm)	N%	S%	R = S%/D ₅₀	R ₄₀₋₆₀ = S(D ₄₀ -D ₆₀)/D ₅₀	G' (%)
1	D ₄₀ -D ₆₀	19,2	11,6	25,4	1,32	1,32	154
Ref. 1	D ₄₀ -D ₆₀	17,6	14,8	5,4	0,30	0,31	100
2	D ₄₀ -D ₆₀	14,4	7,9	21,2	1,47	1,47	156
Ref. 2	D ₄₀ -D ₆₀	12,8	12,9	6,7	0,52	0,52	100
3	D ₄₀ -D ₆₀	9,6	6,9	17,4	1,81	1,81	112
	D ₂₀ -D ₄₀			21,9	2,28		
Ref. 3	D ₄₀ -D ₆₀	10,8	12,0	8,7	0,81	0,80	100
	D ₂₀ -D ₄₀			12,9	1,19		
Ref 4	D ₃ -D ₁₀		0,8	16,3	2,14		85
	D ₂₀ -D ₄₀	7,6	6,4	37,5	4,93		
	D ₄₀ -D ₆₀			12,2	1,60	1,60	
Ref. 5	D ₃ -D ₁₀		0,85	6,4	0,84		85
	D ₂₀ -D ₄₀	7,6	5,8	20,9	2,75		
	D ₄₀ -D ₆₀			4,6	0,60	0,61	

Salvo para el ejemplo "Ref. 5", "Ref." indica que el ejemplo es un ejemplo de referencia para el ejemplo que le precede en la tabla. Para el ejemplo "Ref. 5", el ejemplo de referencia es el ejemplo "Ref. 3".

Los resultados obtenidos muestran que, para tamaños medios D₅₀ superiores a 8 μm, los polvos de granos según la invención conducen a unas prestaciones claramente muy superiores a las obtenidas con unos polvos de referencia comparables. Un polvo según la invención permite así una velocidad de aserrado elevada, es decir una buena productividad, pero también la fabricación de obleas, en particular de silicio, de un grosor muy fino, y en particular inferior a 180 μm, incluso inferior a 150 μm, incluso del orden de 100 μm, con una tasa de desechos bajo.

El polvo del ejemplo 1 está considerado como preferido de entre todos, siendo la velocidad de aserrado máxima para este ejemplo.

Para los polvos que presentan unos tamaños medios D₅₀ inferiores a 8 μm, las prestaciones son más bajas.

Por otra parte, se han comparado las distribuciones de los granos alargados en las diferentes fracciones granulométricas de los polvos ensayadas. Si la proporción de granos alargados evoluciona en el mismo sentido cuando se pasa de un tramo granulométrico al siguiente, los inventores han constatado, como se muestra en la tabla 5 siguiente, que esta evolución es mucho más regular con los polvos según la invención.

Tabla 5

Ejemplo	Δ ₃₋₁₀₋₂₀	Δ ₁₀₋₂₀₋₄₀	Δ ₂₀₋₄₀₋₆₀	Δ ₄₀₋₆₀₋₈₀	Δ ₆₀₋₈₀₋₉₇
1	28	34	24	24	32
Ref. 1	120	111	173	74	-42
2	28	49	15	28	28
Ref. 2	88	116	52	14	-20
3	59	16	26	32	99
Ref. 3	66	62	49	-2	15
Ref. 4	58	45	33	70	62
Ref. 5	183	15	38	11	4

La figura 1 permite visualizar estos resultados en forma de un gráfico.

Parece que los polvos según la invención presentan unas variaciones en el contenido en granos alargados más bajas, en valores absolutos, que los otros polvos, en los tramos granulométricos intermedios, y en particular para los valores de Δ₂₀₋₄₀₋₆₀. De manera notable, Δ₂₀₋₄₀₋₆₀ es, en particular, siempre inferior al 30%, incluso inferior al 25%.

Las variaciones de Δ₄₀₋₆₀₋₈₀ de los polvos según la invención están todas comprendidas entre el 24% y el 32%.

Las variaciones de Δ₁₀₋₂₀₋₄₀ de los polvos según la invención están todas comprendidas entre el 16% y el 49%.

Como aparece claramente ahora, la invención proporciona un polvo de granos particularmente eficiente como polvo abrasivo, en particular para cortar unas obleas de silicio. Con un polvo según la invención, es posible así fabricar en particular unas células fotovoltaicas que presentan un rendimiento entre la cantidad de energía eléctrica y la cantidad de silicio utilizada particularmente interesante.

Evidentemente, la invención no está limitada a los modos de realización descritos anteriormente, proporcionados a título de ejemplos ilustrativos.

- 5 En particular, un polvo de granos según la invención podría ser utilizado en otras aplicaciones diferentes de un hilo abrasivo. Podría ser utilizada en particular para fabricar otras herramientas de aserrado o, más generalmente, otras herramientas de mecanización.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Polvo de granos abrasivos, destinados en particular al mecanizado de lingotes de silicio, siendo dicho polvo tal que la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende más del 15% y menos del 80%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (S) inferior a 0,85, siendo los percentiles D_{40} y D_{60} los percentiles de la curva de distribución granulométrica acumulada de los tamaños de granos del polvo, que corresponde a los tamaños de granos que permiten separar las fracciones del polvo constituidas por el 40% y por el 60% en porcentajes en volumen, respectivamente, de los granos del polvo que presentan los mayores tamaños.
- 10 2. Polvo según la reivindicación anterior, en el que la relación R_{40-60} del porcentaje en volumen $S(D_{40}-D_{60})$ de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} dividida por el diámetro medio D_{50} es superior a 0,85 e inferior a 3,5.
- 15 3. Polvo según la reivindicación anterior, en el que la relación R_{40-60} del porcentaje en volumen $S(D_{40}-D_{60})$ de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} dividida por el diámetro medio D_{50} es superior a 0,85 e inferior a 2,0.
- 20 4. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que

$$10\% < \Delta_{20-40-60} < 30\%, \text{ o}$$

$$15\% < \Delta_{40-60-80} < 60\%.$$
 siendo Δ_{n-m-p} la relación $(S(D_n-D_m)-S(D_m-D_p))/S(D_m-D_p)$ en porcentaje,
- 25 5. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que

$$10\% < \Delta_{20-40-60} < 30\%, \text{ y}$$

$$15\% < \Delta_{40-60-80} < 60\%.$$
- 30 6. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la fracción granulométrica D_{20} - D_{40} comprende más del 15%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (S) inferior a 0,85.
- 35 7. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la fracción granulométrica D_{20} - D_{40} y/o la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende más del 20%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (S) inferior a 0,85.
- 40 8. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la fracción granulométrica D_{20} - D_{40} y/o la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende menos del 30%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.
- 45 9. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tamaño medio D_{50} es inferior a 30 μm .
10. Polvo según la reivindicación anterior, en el que el tamaño medio D_{50} es inferior a 20 μm .
11. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tamaño medio D_{50} es superior a 3 μm .
- 50 12. Polvo según la reivindicación anterior, en el que el tamaño medio D_{50} es superior a 5 μm .
13. Polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende menos del 50%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (S) inferior a 0,85.
- 55 14. Hilo abrasivo destinado al aserrado de bloques, en particular de bloques de silicio, que comprende un hilo de soporte, un polvo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores y un ligante que fija, rígidamente o no, los granos de dicho polvo sobre dicho hilo de soporte.
- 60 15. Procedimiento de aserrado de un bloque a base de silicio por medio de un hilo abrasivo según la reivindicación anterior, adaptado con el fin de obtener, al final de dicho aserrado, una oblea de un grosor inferior a 200 μm .
16. Procedimiento según la reivindicación anterior, en el que la oblea presenta un grosor inferior o igual a 100 μm .

Fig. 1

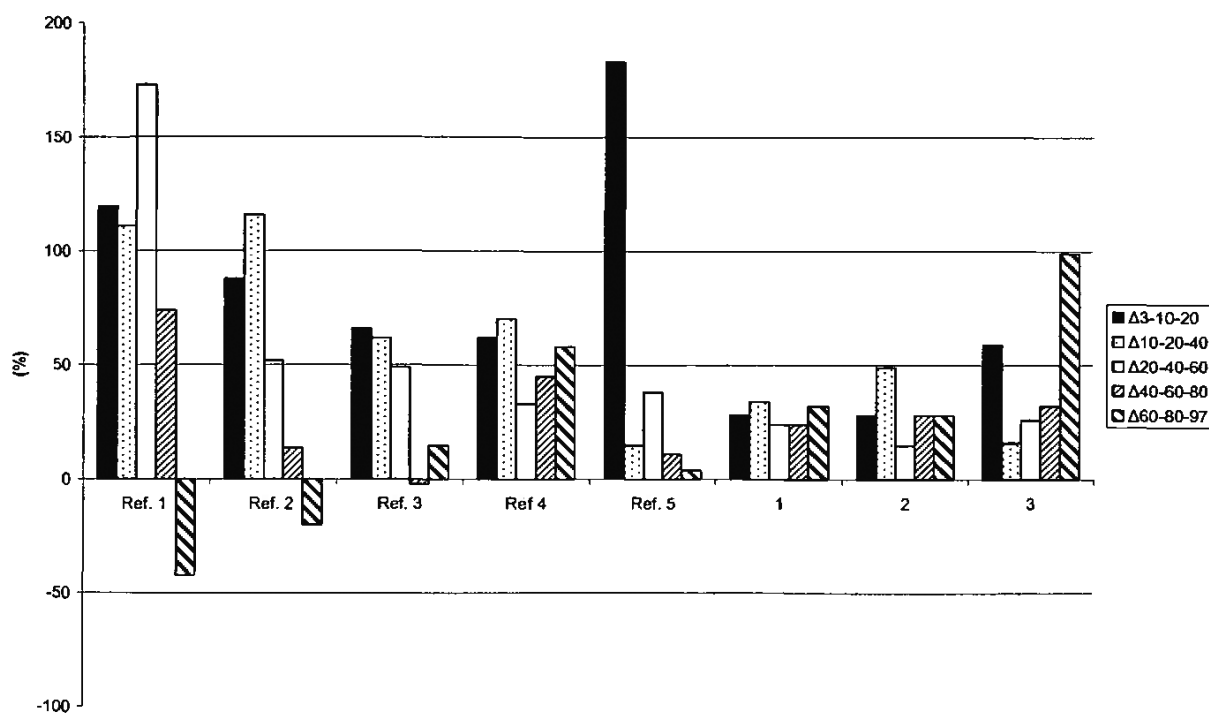


Fig. 2

