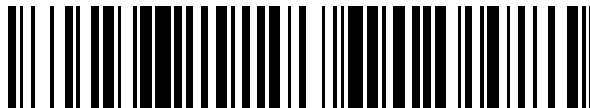


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 421 751**

51 Int. Cl.:

C09K 3/14 (2006.01)

B24B 27/06 (2006.01)

B28D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.07.2010 E 10740358 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013 EP 2451884**

54 Título: **Suspensión de granos abrasivos**

30 Prioridad:

09.07.2009 FR 0954792

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

05.09.2013

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**POPA, ANA-MARIA;
ROSZINSKI, JAN OLAF;
EMANUELSEN, SIV M. y
NEUMAN, FABIO**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 421 751 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

Suspensión de granos abrasivos.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una suspensión de granos abrasivos, destinada en particular al mecanizado de lingotes de silicio, a una herramienta abrasiva, y en particular un hilo abrasivo, que comprende dicha suspensión, y a un procedimiento de serrado de un lingote que utiliza dicha suspensión o dicha herramienta abrasiva.

10

Estado de la técnica

Clásicamente, la fabricación de obleas de silicio, denominadas "wafers" en inglés, comprende una etapa de serrado 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 suspensión de granos abrasivos.

15

Unos procedimientos de serrado 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.

20

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 necesaria para producir un vatio.

25

Existe asimismo una necesidad de velocidades de serrado elevadas con el fin de aumentar la productividad.

Estas restricciones de bajo grosor y de alta velocidad de serrado conducen sin embargo a unas tasas de desecho insatisfactorias. 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 unos inicios de fisuras, o se rompen durante el serrado.

30

Se han llevado a cabo, por lo tanto, unas investigaciones con el fin de mejorar las prestaciones de las suspensiones 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.

40

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.

Sumario de la invención

45

La invención propone una suspensión, o "barbotina", destinada en particular al mecanizado de lingotes de silicio, que comprende un conjunto de granos abrasivos y un ligante, estando dicha suspensión caracterizada porque:

50

- la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} de dicho conjunto de granos abrasivos comprende más del 15%, más del 18%, más del 22%, preferentemente más del 25%, y menos del 80%, menos del 70%, o menos del 60%, preferentemente menos del 50%, preferentemente menos del 40%, en porcentajes en volumen, de granos que presentan una circularidad 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 que corresponden a los tamaños de granos que permiten separar las fracciones constituidas por el 40% y 60% en porcentajes en volumen, respectivamente, de los granos que presentan los mayores tamaños, y

55

- los granos abrasivos representan más del 25%, más del 30%, más del 35%, más del 37% y menos del 49,5%, incluso menos del 46%, preferentemente menos del 45%, preferentemente menos del 43% de la masa de dicha suspensión.

60

Como se verá más en detalle en la continuación de la descripción, una suspensión según la invención es particularmente efectiva para serrar unos lingotes. Para poder explicarlo teóricamente, los inventores han descubierto que las suspensiones que contienen una proporción elevada de granos alargados entre los grandes granos son ventajosas y que, para estas suspensiones específicamente, existe un intervalo óptimo para el contenido en masa de granos. De manera sorprendente, han demostrado que es ventajoso este intervalo óptimo para el contenido en masa inferior a los preconizados habitualmente.

65

Los inventores han descubierto asimismo que, en un modo de realización preferido de la invención, una suspensión según la invención no genera ninguna marca sobre las obleas mecanizadas (debido a la fricción de la herramienta abrasiva) y permite una buena renovación de los granos sobre esta herramienta durante su recarga.

5 Cuando el tamaño medio D_{50} del conjunto de granos abrasivos es superior a $5\ \mu\text{m}$, incluso superior a $6\ \mu\text{m}$ e inferior a $9\ \mu\text{m}$, incluso inferior a $8\ \mu\text{m}$, los granos abrasivos presentan preferentemente más del 30% y menos del 46% de la masa de dicha suspensión.

10 Cuando el tamaño medio D_{50} del conjunto de granos abrasivos es superior a $8\ \mu\text{m}$, incluso superior a $9\ \mu\text{m}$ e inferior a $12\ \mu\text{m}$, incluso inferior a $10\ \mu\text{m}$, los granos abrasivos representan preferentemente más del 35% y menos del 47% de la masa de dicha suspensión.

15 Cuando el tamaño medio D_{50} del conjunto de granos abrasivos es superior a $12\ \mu\text{m}$ e inferior a $20\ \mu\text{m}$, incluso inferior a $15\ \mu\text{m}$, los granos abrasivos representan preferentemente más del 31% y menos del 48% de la masa de dicha suspensión.

20 En un modo de realización, la relación del porcentaje en volumen $S(D_{40}-D_{60})$ de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica $D_{40}-D_{60}$ de dicho conjunto de granos abrasivos dividido por el tamaño medio D_{50} , o "relación R_{40-60} ", es superior a 1 e inferior a 5, preferentemente inferior a 3, incluso inferior a 2,7, siendo la circularidad y los percentiles tales como se han definido anteriormente.

Esta relación puede ser superior a 1,5, incluso superior a 1,7.

25 En un modo de realización, el conjunto de granos abrasivos es tal que

30 $10\% < \Delta_{3-10-20} < 60\%$, y/o
 $5\% < \Delta_{10-20-40} < 40\%$, y/o
 $20\% < \Delta_{20-40-60} < 50\%$, y/o
 $0\% < \Delta_{40-60-80} < 20\%$, y/o
 $5\% < \Delta_{60-80-97} < 40\%$,

siendo Δ_{n-m-p} " la relación $(S(D_n-D_m)-S(D_m-D_p))/S(D_m-D_p)$ en porcentaje,

35 siendo " $S(D_i-D_j)$ " el porcentaje en volumen de granos que presenta una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_i-D_j .

En un modo de realización,

40 $\Delta_{40-60-80} < 7\%$;

preferentemente

45 $20\% < \Delta_{20-40-60} < 50\%$, y
 $0\% < \Delta_{40-60-80} < 20\%$, incluso $\Delta_{40-60-80} < 7\%$.

En un modo de realización

50 $5\% < \Delta_{10-20-40} < 40\%$, incluso $\Delta_{10-20-40} < 20\%$, y
 $0\% < \Delta_{40-60-80} < 20\%$, incluso $\Delta_{40-60-80} < 7\%$.

En un modo de realización preferido:

55 $10\% < \Delta_{3-10-20} < 60\%$, y
 $5\% < \Delta_{10-20-40} < 40\%$, y
 $20\% < \Delta_{20-40-60} < 50\%$, y
 $0\% < \Delta_{40-60-80} < 20\%$, y
 $5\% < \Delta_{60-80-97} < 40\%$.

60 $\Delta_{3-10-20}$ puede ser superior al 20%, incluso superior al 25%
 $\Delta_{10-20-40}$ puede ser inferior al 35%, incluso inferior al 30%, o inferior al 25%.
 $\Delta_{20-40-60}$ puede ser superior al 15%, incluso superior al 25%, o superior al 35%.
 $\Delta_{40-60-80}$ puede ser inferior al 15%, inferior al 10% o inferior al 7%, incluso inferior al 5%.
 $\Delta_{60-80-97}$ puede ser superior al 10%, incluso superior al 15%, incluso superior al 20%.

Preferentemente, se satisfacen varias de estas condiciones.

5 De manera muy significativa, estas condiciones permiten limitar las variaciones de la proporción de granos alargados de una fracción granulométrica a la siguiente. Los inventores han descubierto que resulta de ello una mejora de las prestaciones durante el serrado de los lingotes.

Una suspensión según la invención puede presentar también en particular una o varias de las características opcionales siguientes:

- 10
- La fracción granulométrica D_{20} - D_{40} puede comprender más del 15%, preferentemente más del 20%, incluso más del 25%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (C) inferior a 0,85.
 - 15 - La fracción granulométrica D_{10} - D_{20} puede comprender más del 15%, preferentemente más del 25% incluso más del 30%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (C) inferior a 0,85.
 - La fracción granulométrica D_3 - D_{10} puede comprender más del 30%, preferentemente más del 40%, incluso más del 50%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad (C) inferior a 0,85.
 - 20 - La fracción granulométrica D_{20} - D_{40} y la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} pueden comprender simultáneamente más del 15%, más del 20% y/o menos del 40%, menos del 35%, en porcentajes en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.
 - 25 - El tamaño medio D_{50} puede ser inferior a 30 μm , incluso inferior a 20 μm y/o superior a 3 μm , superior a 5 μm , incluso superior a 8 μm .
 - El material de los granos abrasivos puede presentar una microdureza de tipo Vickers $HV_{0,5}$ superior a 7 GPa. Esta microdureza se puede determinar por una media sobre por lo menos 10 mediciones de huellas realizadas con una punta de diamante de base cuadrada y de ángulo en el vértice entre las caras igual a 136°
 - 30 - Los granos abrasivos pueden comprender en particular más del 95%, preferentemente más del 97,5%, de carburo de silicio SiC, en porcentaje en masa, estando el carburo de silicio preferentemente en forma cristalizada alfa.
 - 35 - Los granos abrasivos presentan una superficie específica preferentemente superior a 1,0 m^2/g , incluso superior a 1,2 m^2/g para un tamaño medio comprendido entre 5 y 15 micrones. La superficie específica se calcula clásicamente mediante el método BET (Brunauer Emmet Teller) tal como se describe en Journal of American Chemical Society 60 (1938), páginas 309 a 316.
 - 40 - El conjunto de los granos abrasivos presenta preferentemente un contenido en masa en oxígeno comprendido entre el 0,2% y el 0,6% y comprendido preferentemente entre el 0,4 y el 0,5%. El contenido en masa en oxígeno se mide mediante el método LECO.

45 En un modo de realización particular, el tamaño medio D_{50} es superior a 8 μm y la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende más del 15%, o más del 20%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.

El ligante es preferentemente un ligante orgánico.

50 Preferentemente, una suspensión según la invención presenta una viscosidad comprendida entre 20 y 30 cPas, medida con el viscosímetro Brookfield "DV-II+ Pro", utilizando la aguja 63 y una velocidad de rotación de 200 rpm (revoluciones por minuto).

55 La invención se refiere asimismo a una herramienta que comprende unos granos abrasivos fijados sobre un soporte o aglomerados unos a los otros por medio de una suspensión según la invención. La herramienta puede ser un hilo de soporte revestido de una suspensión según la invención, por ejemplo un hilo abrasivo destinado al serrado de lingotes, y en particular de lingotes de silicio.

60 La invención se refiere asimismo a un procedimiento de mecanización de un lingote, y en particular a un procedimiento de serrado de un lingote mediante una herramienta según la invención, y en particular de 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 fosfuro de indio (InP), un óxido metálico, una ferrita. El procedimiento se puede adaptar para obtener, al final del serrado, una oblea de un grosor inferior a 200 μm , inferior a 150 μm , incluso inferior o igual a 100 μm .

65

Preferentemente, la herramienta se recarga pasando a través de una suspensión según la invención.

La invención se refiere asimismo a una oblea obtenida según un procedimiento de mecanización según la invención.

Por otra parte, los inventores han descubierto que el contenido en masa en granos abrasivos en la suspensión que es óptimo para maximizar la velocidad de serrado depende de la superficie específica del polvo, medida clásicamente por BET. Cuanto más grande sea esta superficie específica, más elevado debe ser dicho contenido en masa.

La invención se refiere por lo tanto asimismo a un procedimiento de mecanización de un lingote, que comprende las operaciones siguientes:

- a. preparación de una suspensión mezclando un polvo de granos abrasivos y un ligante;
- b. mecanizado de dicho lingote por medio de una herramienta abrasiva recargada pasando a través de dicha suspensión;

destacándose este procedimiento porque, para la preparación de dicha suspensión, se ajusta el contenido en masa en granos abrasivos en dicha suspensión en función de la superficie específica de dicho polvo.

La suspensión puede ser en particular una suspensión según la invención.

Definiciones

- Por "grano" se entiende un producto sólido individualizado en una suspensión o fijado sobre un soporte.
- Para mayor claridad, se distingue en este caso el "polvo" de granos, que es la materia prima particulada utilizada para fabricar una suspensión, y el "conjunto" de granos, que está constituido por los granos en la suspensión. Dicho de otra manera, un polvo se vuelve un conjunto de granos cuando se introduce en la suspensión. Evidentemente, la distribución granulométrica de un conjunto de granos es idéntica a la del polvo correspondiente,
- En aras de la claridad, se denomina en la presente memoria "grano alargado" a un grano que presenta una circularidad inferior a 0,85, y "grano redondeado" a un grano que presenta una circularidad superior o igual a 0,85.
- la "circularidad" de un grano se determina clásicamente de la manera siguiente: los granos son puestos en suspensión en un fluido de manera que se evita 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 podrían utilizar sin embargo, otros agentes dispersantes conocidos para dispersar las partículas de SiC.

Se toma una fotografía de la suspensión y se trata mediante un aparato de tipo SYSMEX FPIA 3000.

Para evaluar la circularidad "C" 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 1).

Se determina por otra parte el perímetro P_p de este grano, la circularidad es igual a la relación de P_d/P_p , así

$$C = \frac{2 * \sqrt{\pi A_p}}{P_p}$$

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 conjunto de los granos de una suspensión", a la curva de distribución granulométrica que da:
 - en ordenadas, unos porcentajes tales que un porcentaje acumulado de p% representa la fracción de este conjunto que reagrupa los p%, en volumen, de los granos que presentan los tamaños más grandes, y
 - en abscisas, los tamaños de grano D_p , siendo D_p el tamaño de granos más pequeño posible en la fracción representada por el porcentaje acumulado p% en ordenadas.

Dicha curva granulométrica se puede realizar con la ayuda de un granulómetro láser. El dispositivo SYSMEX

FPIA 3000 permite ventajosamente obtener dichas curvas. En los ejemplos siguientes, se han determinado los tamaños con dicho dispositivo.

5 Se denomina clásicamente "percentil" o "centil" D_p el tamaño de grano (en abscisas en la curva mencionada anteriormente) que corresponde al porcentaje, en volumen, de $p\%$ en ordenadas. Por ejemplo, el 10%, en volumen, de los granos tienen un tamaño superior o igual a D_{10} , y el 90% de los granos, en volumen, tienen un tamaño estrictamente inferior a D_{10} .

10 Se denomina clásicamente "tamaño medio" al percentil D_{50} .

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

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

20 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 .

Se designa por "suspensión" un líquido que contiene un polvo dispersado de manera sustancialmente homogénea, pudiendo una suspensión contener opcionalmente un agente dispersante.

25 Breve descripción de las figuras

Otras características y ventajas de la invención se pondrán más claramente de manifiesto a partir de la lectura de la descripción siguiente y del examen del dibujo, en el que la figura 1 ilustra el método utilizado para determinar la circularidad de los granos.

30 Descripción detallada

Procedimiento de fabricación

35 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.

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

45 Un polvo que puede servir para la fabricación de una suspensión según la invención, a continuación "polvo de base", puede ser fabricado por ejemplo 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 carburo de silicio (SiC), sinterizado 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;

55 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;

60 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 condiciones que favorecen las tensiones de cizallamiento, en particular por medio de una trituradora con rodillos;

65 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 pueda constituir un conjunto de granos de una suspensión de acuerdo con 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, no es preciso que los cuerpos macizos preparados sean simples aglomeraciones de granos susceptibles de ser pulverizadas 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 presentarán 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 consideradas como aptas para fabricar eficazmente una cantidad elevada de granos alargados.

En el caso de una trituradora con rodillos, se puede regular la distancia de los rodillos para modificar la distribución granulométrica y la proporción de los granos alargados.

Se puede llevar a cabo a continuación una etapa suplementaria e), opcional si el polvo obtenido al final de la etapa d) es satisfactorio, 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.

Una etapa opcional f) se puede llevar a cabo asimismo con el fin de eliminar hierro de las partículas magnéticas, 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 de base de granos abrasivos.

Polvo de base

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 la actualidad como materiales de pulido o de serrado. 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, el circonio, 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 GCTM (Green Silicon Carbide) y CTM (Black Silicon Carbide) fabricados por FUJIMI Inc o SIKATM fabricados por Saint-Gobain Materials en Lissesand 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%, incluso más del 97,5% de carburo de silicio, en porcentaje en masa. 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, carbonitruros y especies metálicas de sodio y otros alcalinos, hierro, vanadio y cromo son generalmente unas impurezas. A título de ejemplos, se pueden citar CaO, Fe₂O₃ o Na₂O.

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

10 En un modo de realización, el percentil D₂₀ es superior a 9 µm, superior a 11 µm y/o inferior a 15 µm, inferior a 14 µm, incluso inferior a 13 µm.

El percentil D₄₀ puede ser superior a 5 µm, incluso superior a 8 µm y/o ser inferior a 20 µm, incluso inferior a 15 µm, o inferior a 10 µm.

15 El tamaño medio D₅₀ puede ser inferior a 30 µm, inferior a 20 µm, inferior a 15 µm, y/o superior a 1 µm, superior a 3 µm, superior a 5 µm, superior a 7 µm, incluso superior a 9 µm.

Suspensión

20 Una suspensión resulta clásicamente de una mezcla de un polvo de base en un ligante líquido.

El ligante permite fijar los granos abrasivos sobre un soporte, y en particular sobre un hilo de soporte destinado al serrado de lingotes, y en particular de lingotes de silicio. Esta fijación puede ser rígida, o por el contrario, clásicamente, dejar una posibilidad de movilidad de los granos unos con respecto a los otros.

25 El ligante es preferentemente un ligante orgánico. El ligante puede comprender agua, un material de base y uno o varios aditivos.

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

35 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 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 del líquido de la suspensión.

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

40 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 suspensión.

45 El ligante puede comprender un polímero o un copolímero formado por monómeros de etilenglicol, preferentemente de polietilenglicol. Otros ligantes orgánicos tal como el PVA o el PMMA pueden convenir por cuanto que pueden estar en forma líquida o ser puestos en disolución.

50 La suspensión puede ser fabricada mezclando simplemente las materias primas mencionadas anteriormente. Un procedimiento de fabricación de una suspensión se describe en particular en el documento US 2006/0249134.

Herramientas

55 Para el serrado de lingotes de silicio, la suspensión se dispone clásicamente sobre un hilo de soporte que presenta, por ejemplo, un grosor comprendido entre 100 y 200 µm.

60 El hilo de soporte puede estar constituido en particular por acero duro o por una aleación tal como una aleación de níquel y cromo o una aleación de hierro y níquel, o por 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

65 Según un procedimiento clásico de serrado, como se ha explicado en la introducción, un hilo abrasivo, guiado por unas ruedecillas, gira en bucle pasando a través de una suspensión 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.

ES 2 421 751 T3

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

- 5 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

- 10 Se han ensayado diferentes suspensiones de granos de carburo de silicio.
- Las tablas siguientes caracterizan los polvos de granos utilizados para fabricar estas suspensiones.
- S% designa el porcentaje en volumen de granos alargados en los diferentes intervalos granulométricos.
- 15 N% designa el porcentaje en número de granos alargados en los diferentes intervalos granulométricos.

Tabla 1

Percentil (μm)		
Ejemplo	P1	P2
D ₉₇	5,2	6,2
D ₈₀	6,9	7,8
D ₆₀	8,5	9,3
D ₅₀	9,2	10
D ₄₀	9,9	10,7
D ₂₀	11,8	12,4
D ₁₀	13,5	13,6
D ₃	16,2	15,6

20

Tabla 2

S%		
	P1	P2
D ₈₀ -D ₉₇	18,6	8,6
D ₆₀ -D ₈₀	22,8	8,9
D ₄₀ -D ₆₀	23,7	9,6
D ₂₀ -D ₄₀	32,7	12,7
D ₁₀ -D ₂₀	38,5	15,1
D ₃ -D ₁₀	52,6	29,2

25

Tabla 3

Ejemplo	Fracción	N%
P1	D ₃ -D ₁₀	1,8
	D ₂₀ -D ₄₀	6,9
	D ₄₀ -D ₆₀	10,4
P2	D ₃ -D ₁₀	2,4
	D ₂₀ -D ₄₀	6,6
	D ₄₀ -D ₆₀	12,0

Tabla 4

Ejemplo	Fracción	D ₅₀ (Mm)	R = S%/D ₅₀	R ₄₀₋₆₀ = S(D ₄₀ -D ₆₀)/D ₅₀
P1	D ₄₀ -D ₆₀	9,2	2,57	2,57
	D ₂₀ -D ₄₀		3,55	
P2	D ₄₀ -D ₆₀	10	0,96	0,96
	D ₂₀ -D ₄₀		1,27	

30

Tabla 5

Ejemplo	$\Delta_{3-10-20}$	$\Delta_{10-20-10}$	$\Delta_{20-10-60}$	$\Delta_{10-60-80}$	$\Delta_{60-80-97}$
P1	36,6	17,7	37,9	3,9	22,5
P2	93,4	18,9	32,3	7,8	3,4

5 Se realizaron los ejemplos a partir de diferentes suspensiones preparadas a partir de estos polvos, de manera similar a la del ejemplo descrito en el documento JP 2003-041240. El ligante es polietilenglicol, de masa molecular 200 proporcionado por VWR. Se añadieron diferentes cantidades de polvo al ligante. La tabla 6 proporciona el contenido en masa en granos de las diferentes suspensiones así obtenidas, en porcentaje sobre la base de la masa de la suspensión. Las suspensiones se han utilizado a continuación para serrar un lingote de silicio, según el protocolo descrito en el ejemplo del documento JP 2003-041240.

10 Se ha medido 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 el número de lingotes serrados por unidad de tiempo, cada vez en las mismas condiciones.

15 Las velocidades obtenidas con las diferentes suspensiones se han comparado con la velocidad obtenida con la suspensión del ejemplo "Ref. 2". La relación entre la velocidad obtenida con una suspensión y la velocidad obtenida con la suspensión del ejemplo de la "Ref. 2", denominada "ganancia G", permite en particular medir el impacto del polvo de granos utilizado (P1 o P2) y del contenido en masa de granos.

Resultados

20 Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 6 siguiente:

Polvo	Ejemplo	Contenido en masa de granos	G' (%)
P1	Ref. 1	30	93
	1	37	112
	2	43	113
	3	45	105
	Ref. 2	50	85
P2	Ref. 1'	30	99
	1'	37	103
	2'	43	104
	3'	45	103
	Ref. 2'	50	100

25 Los resultados obtenidos muestran que las prestaciones de las suspensiones ensayadas según la invención son superiores a las obtenidas con unas suspensiones de referencia con contenidos en masa de granos más bajos o más elevados. Una suspensión según la invención fabricada a partir de un polvo de granos alargados de tipo P1 presenta mejores prestaciones que una suspensión fabricada a partir de un polvo P2.

30 Una suspensión según la invención permite así una velocidad de serrado 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 un porcentaje de rechazo muy bajo.

Las suspensiones según los ejemplos 1 y 2 se consideran preferidas entre todas, siendo la velocidad de serrado máxima para estos ejemplos.

35 Como aparece claramente ahora, la invención proporciona una suspensión particularmente eficaz para cortar unas obleas de silicio. Con una suspensión según la invención, es posible así fabricar en particular unas células fotovoltaicas que presentan un rendimiento entre la cantidad de energía eléctrica generada y la cantidad de silicio utilizada, particularmente interesante.

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

45 En particular, se podría utilizar una suspensión según la invención en otras aplicaciones diferentes de un hilo abrasivo. Se podría utilizar en particular para fabricar otras herramientas de serrado o, más generalmente, otras herramientas de mecanización.

REIVINDICACIONES

1. Suspensión que comprende un conjunto de granos abrasivos y un ligante, estando dicha suspensión caracterizada porque:
- 5
- la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} de dicho conjunto de granos abrasivos comprende más del 15% y menos del 80%, en porcentajes en volumen, de granos que presentan una circularidad 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 que corresponden a los tamaños de granos que permiten separar las fracciones constituidas por el 40% y el 60% en porcentajes en volumen, respectivamente, de los granos que presentan los tamaños más grandes, y

10

 - los granos abrasivos representan más del 25% y menos del 46% de la masa de dicha suspensión.
- 15
2. Suspensión según la reivindicación anterior, en la que la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} de dicho conjunto de granos abrasivos comprende menos del 40% de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85, en porcentaje en volumen.
3. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que los granos abrasivos representan más del 37% y menos del 43% de la masa de dicha suspensión.
- 20
4. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la relación R_{40-60} del porcentaje en volumen de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} dividida por el tamaño medio D_{50} es superior a 1 e inferior a 5.
- 25
5. Suspensión según la reivindicación anterior, en la que la relación R_{40-60} del porcentaje en volumen de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} dividida por el tamaño medio D_{50} es superior a 1,5 e inferior a 3.
- 30
6. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que:
- $$25\% < \Delta_{20-40-80} < 50\%, \text{ y/o}$$
- $$0\% < \Delta_{40-60-80} < 20\%,$$
- 35
- siendo " Δ_{n-m-p} " la relación $(S(D_n-D_m)-S(D_m-D_p))/S(D_m-D_p)$ en porcentaje,
- siendo " $S(D_i-D_j)$ " el porcentaje en volumen de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85 en la fracción granulométrica D_i - D_j .
- 40
7. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la fracción granulométrica D_{20} - D_{40} comprende más del 15%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.
8. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la fracción granulométrica D_{10} - D_{20} comprende más del 15%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.
- 45
9. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la fracción granulométrica D_3 - D_{10} comprende más del 30% y/o la fracción granulométrica D_{40} - D_{60} comprende menos del 50%, en porcentaje en volumen, de granos que presentan una circularidad inferior a 0,85.
- 50
10. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el tamaño medio D_{50} es superior a $3 \mu\text{m}$ y/o inferior a $30 \mu\text{m}$.
11. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dichos granos abrasivos son 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 circonita, la sílice y combinaciones de uno o varios de estos materiales.
- 55
12. Suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que presenta una viscosidad comprendida entre 20 y 30 cPas, medida con el viscosímetro Brookfield "DV-II+ Pro", utilizando la aguja 63 y una velocidad de rotación de 200 rpm.
- 60
13. Hilo abrasivo destinado al serrado de bloques, en particular de bloques de silicio, que comprende unos granos abrasivos fijados sobre un soporte o aglomerados unos con los otros por medio de una suspensión según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 65
14. Procedimiento de serrado de un bloque a base de silicio por medio de un hilo abrasivo según la reivindicación anterior, adaptado de manera que se obtiene, al final de dicho serrado, una oblea de grosor inferior a $200 \mu\text{m}$.

15. Procedimiento de mecanización de un lingote, que comprende las operaciones siguientes:

- 5
- a. preparar una suspensión mezclando un polvo de granos abrasivos y un ligante;
 - b. mecanizar dicho lingote por medio de una herramienta abrasiva recargada pasando a través de dicha suspensión;

10

caracterizado porque, para la preparación de dicha suspensión, se ajusta el contenido en masa de granos abrasivos en dicha suspensión en función de la superficie específica de dicho polvo, siendo la suspensión según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.