



(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C03C 15/00 (2024.08); C09K 13/02 (2024.08); C09K 13/08 (2024.08); B08B 3/08 (2024.08); C03C 17/10 (2024.08); C03C 3/083 (2024.08)

(21)(22) Заявка: 2024108639, 02.04.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
02.04.2024

Дата регистрации:

19.11.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 02.04.2024

(45) Опубликовано: 19.11.2024 Бюл. № 32

Адрес для переписки:

620062, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности,
Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Комарова Галина Шайхнелисламовна (RU),
Комаров Евгений Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: US 2013102109 A1, 25.04.2013. US
6553788 B1, 29.04.2009. US 2003148401 A1,
07.08.2003. CN 109647782 A, 19.04.2019.
Болотнов А.С. и др. ТЕХНОЛОГИЯ
ОБРАБОТКИ СИТАЛЛА НА ПРИМЕРЕ
ТРАВЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ МОНОБЛОКА
КОЛЬЦЕВОГО ЛАЗЕРА, Ж.: Вестник МГТУ
им. Н.Э. Баумана, серия
ПРИБОРОСТРОЕНИЕ, 2020, с. 4-14.(54) СПОСОБ ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ СИТАЛЛА СТ-50-1 ПОД ХИМИЧЕСКОЕ
НАНЕСЕНИЕ ТОКОПРОВОДЯЩИХ И ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПЛЕНОК

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к технологии подготовки поверхности ситаллов под химическое нанесение токопроводящих покрытий или полупроводниковых пленок, например, сульфидов свинца или кадмия, и может быть использовано в производстве микрочипов и фотоэлементов. Способ подготовки поверхности ситалла СТ-50-1 включает подтравливание поверхности ситалла 5 об.% водным раствором фтористоводородной кислоты в течение 1,5-2 мин при комнатной температуре,

травление ситалла 40 мас.% водным раствором КОН или NaOH при температуре 60-70°C в течение 15-20 мин и последующую активацию 0,02 М водным раствором AgNO₃ в течение 15-20 мин при комнатной температуре. Технический результат заключается в обеспечении упрощенным способом подготовки ситалла для равномерного нанесения токопроводящего или полупроводникового покрытия с высоким сцеплением с ситалловой основой. 7 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C03C 15/00 (2006.01)
C03C 17/10 (2006.01)
B08B 3/08 (2006.01)
C09K 13/08 (2006.01)
C09K 13/02 (2006.01)
C03C 3/083 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C03C 15/00 (2024.08); *C09K 13/02* (2024.08); *C09K 13/08* (2024.08); *B08B 3/08* (2024.08); *C03C 17/10* (2024.08); *C03C 3/083* (2024.08)

(21)(22) Application: **2024108639, 02.04.2024**

(24) Effective date for property rights:
02.04.2024

Registration date:
19.11.2024

Priority:

(22) Date of filing: **02.04.2024**

(45) Date of publication: **19.11.2024** Bull. № 32

Mail address:

**620062, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU, Tsentr
intellektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Komarova Galina Shaikhnelislamovna (RU),
Komarov Evgenii Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **METHOD OF PREPARING GLASS CERAMIC GLASS SURFACE “CT-50-1” FOR CHEMICAL APPLICATION OF CURRENT-CONDUCTING AND SEMICONDUCTOR FILMS**

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: present invention relates to the glass ceramic surface preparation technology for the chemical application of current-conducting coatings or semiconductor films, for example, lead or cadmium sulphides, and can be used in production of microchips and photocells. Method for preparation of glass ceramic surface “CT-50-1” involves undercutting glass ceramic surface with 5 vol.% aqueous solution of hydrofluoric acid for 1.5–2 minutes at room temperature, etching

glass ceramic with 40 wt.% aqueous solution of KOH or NaOH at temperature of 60–70 °C for 15–20 minutes and subsequent activation with 0.02 M aqueous solution of AgNO₃ for 15–20 minutes at room temperature.

EFFECT: providing a simple method of preparing glass ceramic for uniform application of a current-conducting or semiconductor coating with high adhesion to the glass ceramic base.

1 cl, 7 ex

1
C
7
4
3
0
8
3
2
R
U

R
U
2
8
3
0
4
3
7
C
1

Изобретение относится к способу подготовки поверхности ситалла СТ-50-1 под химическое нанесение токопроводящих и полупроводниковых покрытий, включающему подготовку поверхности ситалла под нанесение токопроводящих покрытий или полупроводниковых пленок. Электроизоляционные свойства ситалла, высокая твердость и механическая прочность используются в радиотехнике и электронной промышленности как диэлектрическая основа в производстве микросхем и микрочипов.

В настоящее время в открытой печати для нанесения покрытий на ситалловую основу для подготовки поверхности ситалла используют ультразвуковую обработку (Ультразвуковая толстопленочная металлизация неметаллических материалов в производстве изделий электронной техники. Технол. в электрон. пром-сти, 2008, №3, с. 44 - 47, 7 пл., Библ.15, Рус.). Металлизацию ситаллов осуществляют методом молекулярно-лучевой эпитаксии или напылением (Панин А.В., Шугуров А.Р., Лисовская Т.И., Игумнов И.К. «Способ получения наночастиц на поверхности подложки» Пат. 2373303, Россия, МПК С23С 14/58), В82В3/00 (2006.01) Омск, гос. ун-т №2008130221/02, заявл 21.07.2008, опубл. 20.11.2009. рус.).

Обработка ситалла ультразвуковым методом сопровождается некоторым разрушением поверхностных свойств керамической основы, т.к. структура ситалла чрезвычайно мелкокристаллическая. Металлизация напылением также носит разрушающий характер для ситалла и требует последующего шлифования покрытия. Кроме того, производство микрочипов на ситаллах таким способом требует сложной аппаратуры.

Предлагаемое изобретения представляет способ химической подготовки поверхности ситалла, обеспечивающий равномерное нанесение токопроводящего покрытия или полупроводниковых пленок сульфидов свинца или кадмия. Процесс производится в растворах, поэтому поверхность образца находится в объеме, что обеспечивает равномерность подготовки. Предлагаемые условия травления обеспечивают высокое сцепление нанесенной пленки с кремниевой основой.

Техническим результатом предлагаемого способа подготовки ситалла СТ-50-1 является равномерное нанесение токопроводящего покрытия меди и полупроводниковых прокрытий сульфидных пленок свинца или кадмия, с помощью которого достигается высокое сцепление покрытия с ситалловой основой. Все процессы производятся в растворах, поэтому такая обработка обеспечивает равномерность покрытия, а предлагаемые условия травления обеспечивают высокое сцепление наносимой пленки с ситалловой основой. В отличие от существующих способов обработки ситалла под нанесение пленочных покрытий не требуется сложной аппаратуры, а используется стандартная линейка производства печатных плат. Предлагаемая технология не разрушает ситалл в отличии от известных способов металлизации ситалла.

Сущность способа заключается в том, что обработка 5 об.% водным раствором фтористоводородной кислоты в течение 1,5-2 мин необходима для создания микрошероховатости на поверхности ситалла.

Последующая обработка ситалла раствором 40 вес.% щелочи (КОН или NaOH) при температуре 60-70°C в течение 15-20 мин для ситалла СТ-50-1 закладывает химически активные центры, которые после активации 0,02 М водным раствором азотнокислого серебра в течение 15-20 мин создает группы, обеспечивающие высокое сцепление медного покрытия или сульфидных пленок с ситаллом.

Способ обработки ситалла СТ-50-1 представлен следующими примерами:

Пример 1

1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):

Na_2CO_3 - 10; Na_3PO_4 - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C. Промыть проточной водой, ополоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5% водным раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 1,5 мин промыть проточной и дистиллированной водой.

3. Обработать образцы 40 %-м раствором щелочи при температуре 70°C в течение 15 мин, промыть проточной водой с последующим ополаскиванием дистиллированной водой.

4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 20 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла. Осаждение медного покрытия происходит в течение 20-30 мин равномерно по поверхности ситалла. При нанесении насечки покрытие остается на месте, т.е. адгезия меди с кремниевой основой достаточная.

5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. (L.G. Skornyakov, A.A. Uritskaya. Thin solid film. 735, (2021), 138878. Effect of diffusion on the formation of chemically deposited films of CdS and other chalcogenides). Пленка PbS получается ровная и плотная.

5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

Пример 2

1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):
 Na_2CO_3 - 10; Na_3PO_4 - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C. Промыть проточной водой, сполоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5 об.% водным раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 1,5 мин, промыть проточной и дистиллированной водой.

3. Обработать образцы 40 вес.%-м водным раствором щелочи при температуре 70°C в течение 5 мин, промыть проточной водой с последующим споласкиванием дистиллированной водой.

4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 20 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла. Осаждение медного покрытия при этих условиях подготовки поверхности ситалла не произошло в течение более 1 часа.

5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. Пленка PbS получается очень тонкая и неровная.

5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается тонкая и неровная.

5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS не осадилась.

Пример 3

1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):
 Na_2CO_3 - 10; Na_3PO_4 - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C. Промыть проточной водой, сполоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5% водным раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 1,5 мин, промыть проточной и дистиллированной водой.

3. Обработать образцы 40%-м водным раствором щелочи при температуре 70°C в течение 15 мин, промыть проточной водой с последующим споласкиванием дистиллированной водой.

4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 5 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла. Осаждение медного покрытия при этих условиях подготовки поверхности ситалла не произошло.

5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. Пленка PbS получается очень тонкая и неровная.

5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается тонкая и неровная.

5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS осадилась слабой и неровной.

Пример 4

1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):
 Na_2CO_3 - 10; Na_3PO_4 - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C. Промыть проточной водой, сполоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5% водным раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 1,5 мин промыть проточной и дистиллированной водой.

3. Обработать образцы 40 %-м водным раствором щелочи при температуре 70°C в течение 20 мин, промыть проточной водой с последующим споласкиванием дистиллированной водой.

4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 20 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла. Осаждение медного покрытия происходит в течение 20-30 мин равномерно по поверхности ситалла. При нанесении насечки покрытие остается на месте, т.е. адгезия меди с ситаллом достаточная.

5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. Пленка PbS получается плотная, ровная.

5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

Пример 5

1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):
 Na_2CO_3 - 10; Na_3PO_4 - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C. Промыть проточной водой, сполоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5% водным раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 2 мин, промыть проточной и дистиллированной водой.

3. Обработать образцы 40%-м водным раствором щелочи при температуре 70°C в течение 20 мин, промыть проточной водой с последующим споласкиванием

дистиллированной водой.

4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 30 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла.

5 Осадение медного покрытия происходит в течение 20-30 мин равномерно по поверхности ситалла. При нанесении насечки покрытие остается на месте, т.е. адгезия меди с кремниевой основой достаточная.

5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. Пленка PbS получается плотная, ровная.

10 5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

Пример 6

15 1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):
Na₂CO₃ - 10; Na₃PO₄ - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C.

Промыть проточной водой, сполоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5% водным раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 1,5 мин, промыть проточной и дистиллированной 20 водой.

3. Обработать образцы 40 %-м водным раствором щелочи при температуре 70°C в течение 10 мин, промыть проточной водой с последующим споласкиванием дистиллированной водой.

25 4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 20 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла. Осаждение медного покрытия происходит ровное и тонкое, но при нанесении насечки сцепление оказывается недостаточным и на некоторых участках происходит отшелушивание покрытия.

30 5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. Пленка PbS получается неровная.

5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается слабая и неровная.

35 5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS получается слабая, неровная.

Пример 7

1. Образцы ситалла обрабатываются моющим раствором состава (г/л):
Na₂CO₃ - 10; Na₃PO₄ - 10÷20, СМС - 10 в течение 5-10 мин при температуре 50-70°C.

40 Промыть проточной водой, сполоснуть дистиллированной водой.

2. Образцы обработать 5% раствором фтористоводородной кислоты при комнатной температуре в течение 1,5 мин промыть проточной и дистиллированной водой.

3. Обработать образцы 40 %-м раствором щелочи при температуре 70°C в течение 15 мин, промыть проточной водой с последующим споласкиванием дистиллированной 45 водой.

4. Активировать поверхность образцов ситалла 0,02 М раствором азотнокислого серебра в течение 15 мин. Промыть в проточной и дистиллированных водах.

5а. Осадить медное покрытие из тартратного комплекса на поверхность ситалла. Осаждение медного покрытия происходит в течение 20-30 мин равномерно по

поверхности ситалла. При нанесении насечки покрытие остается на месте, т.е. адгезия меди с кремниевой основой достаточная.

5в. Осаждение сульфидной пленки свинца из аммиачного комплекса. Пленка PbS получается плотная, ровная.

5 5с. Осаждение сульфидной пленки кадмия из аммиачного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

5d. Осаждение сульфидной пленки кадмия из цитратного комплекса. Пленка CdS получается плотная, ровная.

10 (57) Формула изобретения

Способ подготовки поверхности ситалла СТ-50-1 под химическое нанесение токопроводящих и полупроводниковых пленок, включающий подтравливание поверхности ситалла 5 об.% водным раствором фтористоводородной кислоты в течение 1,5-2 мин при комнатной температуре с последующим травлением ситалла 40 вес.% водным раствором щелочи КОН или NaOH при температуре 60-70°C в течение 15-20 мин и активацию 0,02 М водным раствором азотнокислого серебра в течение 15-20 мин при комнатной температуре.

20

25

30

35

40

45