

KARAKTERIZACIJA TEKUĆINE ZA HLAĐENJE, ISPIRANJE I PODMAZIVANJE NAKON OBRADBE Si I SiO₂

CHARACTERIZATION OF COOLING LIQUID AFTER MACHINING Si AND SiO₂

Ljiljana Pedišić¹, Lidija Ćurković², Gordana Matijašić³, Milan Sladojević⁴

¹MAZIVA-ZAGREB d.o.o., Radnička c.175, 10000 Zagreb

²Fakultet strojarstva i brodogradnje, Ivana Lučića 1, 10000 Zagreb

³Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Maruliće trg 19, 10000 Zagreb

⁴Applied Ceramics, Hrvatska, 44000 Sisak

Izvorni znanstveni rad / Original scientific paper

Sažetak: Tijekom grubog i finog brušenja monokristalnog Si i taljenog SiO₂ korištena je 5 %-tna vodena otopina INA-sintetične tekućine. U radu je provedena karakterizacija INA-sintetične tekućine koja se koristila za obradbu Si i SiO₂. U tu svrhu određeni su fizikalno-kemijski parametri, svojstva zaštite od korozije, svojstva pjenjenja, te svojstva hlađenja i podmazivanja. Navedeni parametri su određeni prije strojne obradbe te nakon grubog i finog brušenja. Tekućina nakon grubog i finog brušenja sadrži čestice materijala koji se obrađivao. Prije ponovne uporabe tekućine potrebno je prethodno odijeliti odgovarajućim postupkom (filtracijom ili sedimentacijom) čestice materijala. U tu svrhu određena je i raspodjela veličina čestica u tekućini nakon obradbe. Rezultati ispitivanja pokazuju da se fizikalno-kemijska svojstva INA-sintetične tekućine ne mijenjaju nakon obradbe, te da se ona nakon postupka odjeljivanja čestica Si i SiO₂ može ponovno koristiti u procesu obradbe.

Ključne riječi: INA-sintetična tekućina, grubo i fino brušenje, monokristal Si, taljeni SiO₂.

Abstract: INA-synthetic liquid (5 % water solution) was used during the coarse and fine grinding of single crystal Si and fused SiO₂. In order to characterize INA-synthetic liquid, its physical and chemical properties, corrosion protection, foaming, coolant and lubricant properties were determined. These parameters were determined before the machining as well as after coarse and fine grinding. Liquid contains particles of treated material after coarse and fine grinding. Therefore, particle size distribution was determined in order to select method for solid removal prior to liquid reuse. Results of investigation indicated that the physical and chemical properties of INA-synthetic liquid did not change after machining, which means that liquid can be reused after adequate solid-liquid separation method.

Key words: INA-synthetic liquid, coars and fine grinding, single crystal Si, fused SiO₂.

1. UVOD

Taljeni SiO_2 se dobiva taljenjem prirodnog kvarca, koji se nalazi u kvarcnom pijesku, te hlađenjem pri čemu nastaje amorfnu tvar poznata kao kvarcno staklo. Temperatura taljenja je oko $1900\text{ }^\circ\text{C}$. Glavna su svojstva taljenog SiO_2 visoka čistoća, odlična optička transmisivna svojstva, dobra otpornost na toplinske šokove, niska vodljivost, dobra kemijska postojanost, visoka toplinska i električna otpornost. Zbog navedenih svojstava taljeni SiO_2 se koristi u poluvodičkoj industriji, te u industriji optičkih vlakana, a predstavlja i odličan materijal za izradu posuda za taljenje i proizvodnju monokristala Si koji ima široku primjenu u poluvodičkoj industriji. Monokristalni silicij se dobiva kristalizacijom iz taline, primjer je Czochralski metoda (metoda izvlačenja monokristala iz taline). Iz takvih se kristala izrađuju procesori, memorijski čipovi, tranzistori, diode i mnogobrojni drugi dijelovi elektroničkih uređaja [1-4]. Na slici 1A prikazan je ingot monokristala Si koji je dobiven postupkom izvlačenja monokristala iz taline. Obradom monokristalnog Si ingota (slika 1A) i taljenog SiO_2 (slika 1B) mogu se dobiti proizvodi različitih oblika prema zahtjevima kupca za poluvodičku industriju (slika 1 C i 1D).



Slika 1. (A) Ingot monokristala Si, (B) taljeni SiO_2 , (C) proizvodi od monokristala Si i (D) proizvod od taljenog SiO_2 .

Zbog visokih zahtjeva koji se postavljaju na točnost dimenzija, raznovrsnost oblika i stanje površine, tijekom obradbe dijelova od Si i SiO_2 nužna je primjena suvremenih alatnih strojeva kojima se mogu postići uske tolerancije. Visoke tvrdoće navedenih materijala zahtijevaju u obradbi korištenje dijamantnih reznih alata čija se zaštita tijekom postupka brušenja postiže dodatkom odgovarajućeg sredstva za hlađenje te ispiranjem i podmazivanjem (tekućina za hlađenje). Prilikom obradbe navedenih materijala, pomoću tekućine za hlađenje ujedno se odnose čestice obrađenog materijala iz radne zone te se alat i drugi strojni dijelovi zaštićuju

od korozije. U radu je provedena karakterizacija INA-sintetične tekućine koja se koristila za obradbu Si i SiO₂.

2. EKSPERIMENTALNI DIO

2.1. Obrada Si i SiO₂

Grubo i fino brušenje monokristalnog Si i taljenog SiO₂ provedeno je u tvrtki Applied Ceramics, d.o.o., Sisak. Tijekom obradbe korištena je 5 %-tna vodena otopina INA-sintetične tekućine. Gruba obradba provedena je na glodalici tipa Bridgeport series 1 uz korištenje dijamantnih alata za grubu obradu. Dijamantne čestice su povezivane elektro platirom u jedan sloj. Alat se koristi sve dok se ne skine sloj dijamantnih čestica. Veličina zrna dijamanta za grubu obradu je grit 80 do 100.

Fino brušenje je obavljeno CNC uređajem Haas tipa V1. Korišteni su alati sa dijamantnim česticama povezani metalom. Veličina zrna dijamanta za finu obradbu je grit 220 do 320.

2.2. Ispitna tekućina i metode ispitivanja tekućine

Tijekom grubog i finog brušenja korištena je INA-sintetična tekućina za hlađenje, ispiranje i podmazivanje. Formulacija INA-sintetične tekućine za obradbu materijala koja se miješa s vodom sadrži površinsko aktivne tvari bez aromatske jezgre, korozijski inhibitor derivat kapronske kiseline, EO/PO blok polimer, vodu i druge potrebne aditive. INA-sintetična tekućina ne sadrži mineralno ulje i stoga ne ostavlja masni sloj na obrađenoj površini što je za ovu primjenu izuzetno važno. Posjeduje Vodopravnu dozvolu i nije štetna za ljude i okoliš jer ne sadrži štetne spojeve, a prema preporukama važnih institucija [5]. Primjenjuje se pomiješana s vodom u koncentracijama od 2 do 7 % ovisno o zahtjevima procesa obradbe ili materijala koji se obrađuje.

Za određivanje svojstava ispitnih tekućina za hlađenje i podmazivanje korištene su uobičajene ili standardizirane fizikalno kemijske metode ispitivanja a zatim i posebne metode za određivanje uporabnih svojstava tekućina [6]. U Tablici 1 prikazana su svojstva koncentrata i otopine INA-sintetične tekućine za hlađenje te odgovarajuće metode ispitivanja. Provedena su sljedeća ispitivanja:

- stabilnost koncentrata i otopina,
- svojstva zaštite od korozije,
- svojstva pjenjenja sintetične tekućine,
- svojstva hlađenja i podmazivanja.

Stabilnost koncentrata i otopina, Interni test 1, određuje se pri različitim temperaturama vizualno. Za ispitivanje svojstava zaštite od korozije primijenjene su dvije metode. Jedna od najpoznatijih metoda za ispitivanje korozijskih svojstava je po Herbertu: DIN 51360-01 odnosno IP 123 a sastoji se u određivanju korozijskih pojava na ispitnoj ploči od lijevanog željeza u prisustvu čeličnih čestica. Na ploču dimenzija 100x100 mm stavi se dva grama čeličnih čestica koje se preliju jednim mililitrom ispitne tekućine i ostave mirovati pri normalnoj temperaturi i definiranoj vlažnosti kroz 24 sata. Nakon toga se uklone metalne čestice i ocjenjuju promjene ispitne ploče na mjestima dodira. Prema DIN 51360-01 rezultat se iznosi u obliku SXRY, gdje je S - jačina obojenja (X = 0 - 6), R - veličina korodirane površine (Y = 0 - 6).

Filtar papir test DIN 51360-02, IP 287, sastoji se u ispitivanju korozijskih pojava na filter papiru koje ostavljaju čestice od lijevanog željeza. Na papir određenih dimenzija stavlja se

dva grama čestica, prelije s dva mililitra ispitne otopine i ostavi stajati dva sata pri sobnoj temperaturi. Ocjenjuju se korozijske mrlje na filter papiru ocjenom od 1 do 6 prema intenzitetu korodirane površine.

Svojstva pjenjenja sintetične tekućine određena su Internim testom (IT 2). U ispitni graduirani cilindar od 100 ml stavi se 50 ml ispitne tekućine, a potom se cilindar okreće 20 puta tijekom 15-20 sekundi. Razlika između gornjeg volumena i početnog volumena otopine 50 ml izražava se kao količina pjene u ml. Nakon 5 minuta promatra se količina pjene koja se izražava kao stabilnost pjene ili pad pjene, ako nestane u kraćem vremenu (sekunde). Ispitivanje svojstava hlađenja i podmazivanja (EP svojstva) provedeno je laboratorijskim mehaničko-dinamičkim testovima a to su: stroj s 4 kuglice, ASTM D 4172 i Reichert-ova vaga.

Tablica 1. Svojstva INA-sintetične tekućine za obradbu materijala

SVOJSTVO, Metoda ispitivanja	INA-SINTETIČNA TEKUĆINA ZA OBRADBU MATERIJALA
KONCENTRAT	
Izgled i boja, vizualno	bistra, tamno žuta tekućina
Stabilnost, 4, 20 i 50 °C/24h, Interni test 1	stabilan
Viskoznost, 40 °C, mm ² s ⁻¹ , ISO 3104	4,5
OTOPINA, 5 % u T.V. (15 °nj),	
Izgled, vizualno	bistra otopina
pH-vrijednost, ASTM D 1287	8,8
Rezerve alkalija, ASTM D 1221	7,76
Pjenjenje, Interni test 2; količina pjene, ml	20
Stabilnost, količina pjene nakon 5 min, ml	0
EP-svojstva	
Promjer istrošenja, mm, ASTM D 4172	0,88
Površina istrošenja, mm ² , Reichert vaga	31,5
Korozijska svojstva	
Herbert test, DIN 51360-01; 1,5 % otopina	R0/S0
Filter papir test, DIN 51360-02; 2 % otopina	0

2.3. Raspodjela veličine čestica

Nakon obrade uzorkovane su četiri suspenzije u svrhu određivanja:

- raspodjele veličina Si čestica nakon grubog brušenja monokristala Si,
- raspodjele veličina Si čestica nakon finog brušenja monokristala Si,
- raspodjele veličina SiO₂ čestica nakon grubog brušenja taljenog SiO₂,
- raspodjele veličina SiO₂ čestica nakon finog brušenja taljenog SiO₂.

Raspodjela veličina čestica određena je metodom osjetljivog električnog polja pomoću uređaja Coulter Counter ZM (Coulter-Electronics Ltd., Luton, UK). Coulter metoda određivanja veličine čestica i brojanja čestica zasniva se na mjerljivim promjenama električnog otpora nastalog od nevodljivih čestica suspendiranih u elektrolitu. U tu svrhu ispitni uzorci su dispergirani u 1 % vodenoj otopini NaCl koja je prethodno profiltrirana kako bi se iz nje uklonile čestice koje predstavljaju pozadinski šum. Za mjerenje su korištene kivete čiji je promjer otvora 200 μm. Rezultati ispitivanja iskazani su u diferencijalnom obliku, a predstavljaju učestalost pojedine veličine čestica, odnosno volumni udjel čestica u intervalu

veličina ($dQ_3/dx = q_3$). Nakon odjeljivanja čestica Si i SiO₂ iz korištene tekućine za hlađenje određeni su fizikalno-kemijski parametri (Tablica 2).

3. REZULTATI I DISKUSIJA

Tijekom grubog i finog brušenja Si i SiO₂ u tvornici Applied Ceramics, Sisak, korištena je 5 %-tna vodena otopina INA-sintetične tekućine. Nakon provedene obradbe na radnim strojevima uzeti su uzorci suspenzije za analizu. Rezultati ispitivanja karakterističnih fizikalno-kemijskih svojstava INA-sintetične tekućine prije uporabe (svježa 5 %-tna vodena otopina), te nakon finog i grubog brušenja Si i SiO₂ prikazani su u Tablici 2. U svim ispitnim uzorcima čestice iz ispitnih uzoraka suspenzija su centrifugiranjem uklonjene prije analize.

Tablica 2. Rezultati ispitivanja INA-sintetične tekućine nakon upotrebe

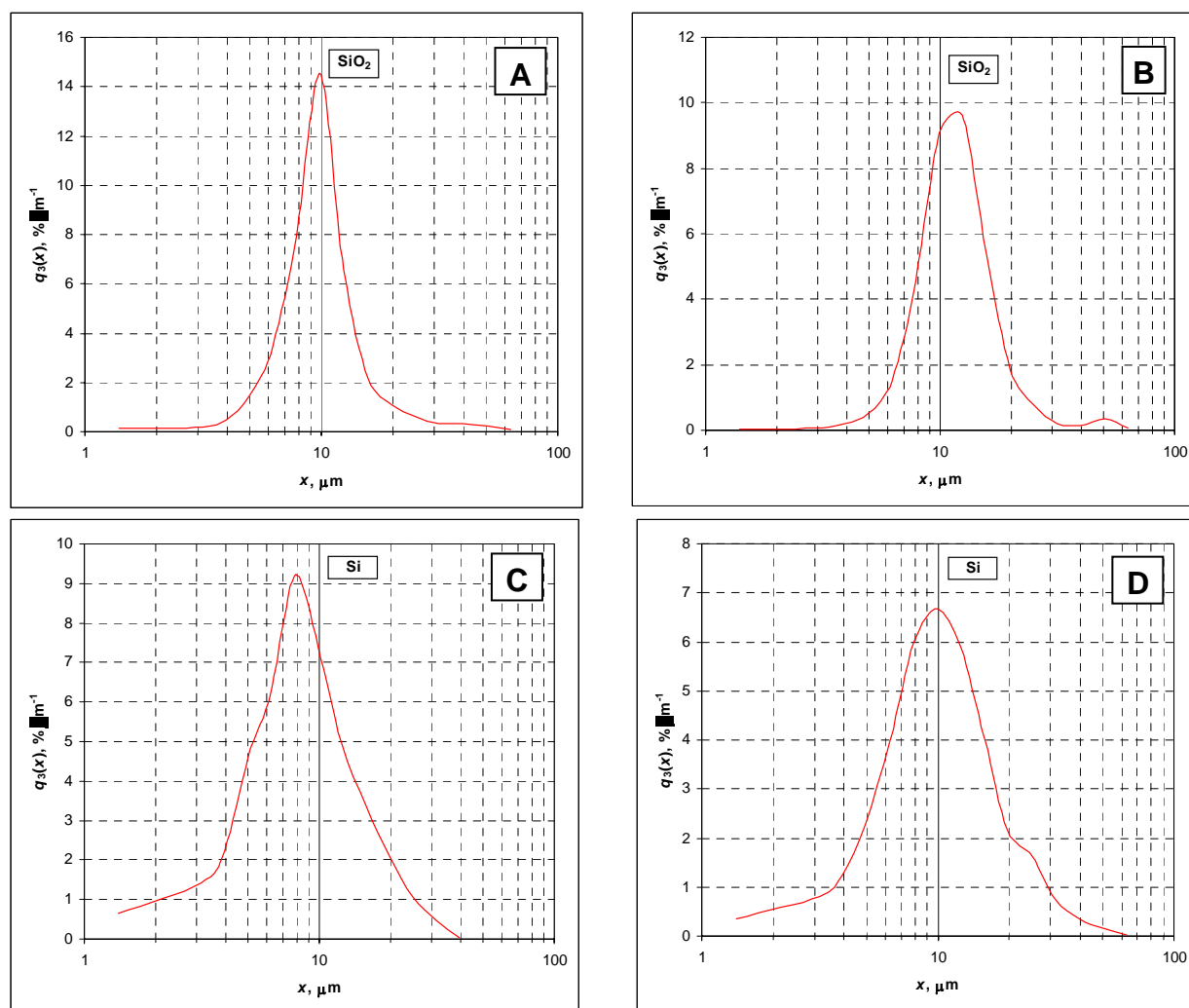
UZORAK-DOB:	230/08	231/08	232/08	233/08	INA-norma
materijal, obradba	Si grubo brušenje	Si fino brušenje	SiO ₂ fino brušenje	SiO ₂ grubo brušenje	svježi uzorak, 5 %-tna otopina
Izgled i boja otopine Vizualno statički	bistra otopina, talog bijeli pahuljast	bistra otopina, talog bijelo-sivkast pahuljast najviše	bistra otopina, talog bijeli pahuljast	bistra otopina, talog bijeli pahuljast najmanje	bistra bezbojna otopina
Izgled i boja otopine Vizualno promiješano	bistra bezbojna otopina	bistra bezbojna otopina	bistra bezbojna otopina	bistra bezbojna otopina	bistra bezbojna otopina
pH-vrijednost, ASTM D 1287	8,51	8,49	8,56	8,59	8-9
Rezerve alkalija, ml 0,1 NHCl, ASTM D 1121	7,41	9,68	10,80	7,77	6,4-8
Koncentracija, refraktometrom, %*	2,4xf=4,8	3,2xf=6,4	3,6xf=7,2	2,6xf=5,2	2,5xf=5
Korozija Herbert test, DIN 51360/I	nema korozije	nema korozije	nema korozije	nema korozije	nema korozije
Korozija Filter test, DIN 51360/II	nema korozije	nema korozije	nema korozije	nema korozije	nema korozije
OPASKA:	a)	a)	a) filtrirano/ kvantitat. filar papir: bistra otopina	a)	-

* f_c /refraktometar=2 (faktor korekcije koncentracije za očitavanje refraktometrom)

a=otopina je odličnih radnih svojstava, iznad taloga.

Stvarna koncentracija otopine refraktometrom* = očitavanje na prizmi refraktometra x f_c

Rezultati ispitivanja svih karakterističnih parametara ukazuju da se uporabljena 5 %-tna vodena otopina INA-sintetične tekućine može ponovno uporabiti u procesu obradbe. Otopina nakon obradbe sadrži i čestice materijala koji se obrađivao pa je, između ostalog, potrebno odrediti i raspodjelu veličina čestica kako bi se odabrao odgovarajući postupak njihove separacije prije ponovne uporabe. Raspodjela veličina čestica nakon grubog i finog brušenja Si i SiO₂ prikazana je na slici 2.



Slika 2. Raspodjela veličina čestica nakon: (A) finog brušenja SiO₂, (B) grubog brušenja SiO₂, (C) finog brušenja Si i (D) grubog brušenja Si.

Rezultati raspodjele veličina čestica nakon grube i fine obrade Si i SiO₂ ukazuju da su dobivene monomodalne raspodjele, te da je prosječna veličina čestica između 8 i 12 μm . Navedene čestice mogu se ukloniti filtracijskim ili sedimentacijskim postupcima, preporučljivo pod djelovanjem centrifugalne sile. Odabir odgovarajuće metode i uređaja moguće je provesti uz dodatne laboratorijske filtracijske testove.

4. ZAKLJUČCI

Pri postupcima finog i grubog brušenja silicijevih materijala primijenjena je INA-sintetična tekućina za hlađenje, ispiranje i podmazivanje koja je manje štetna za ljude i okoliš.

Zbog visokog stupnja odnošenja čestica materijala pri brušenju, koje se ispiru radnom tekućinom i sporo talože, dolazi do brzog zagađenja radnih tekućina. Cilj je bio ispitati mogućnost ponovne primjene korištenih tekućina.

Rezultati fizikalno-kemijskih parametara 5 %-tne vodene otopine INA-sintetične tekućine za hlađenje, ispiranje i podmazivanje prije i nakon obrade (grubo i fino brušenje) ukazuju da se navedena tekućina može koristiti u više ciklusa obradbe. Prije ponovne uporabe potrebno je iz korištene tekućine odijeliti čestice Si i SiO₂ odgovarajućom separacijskom metodom.

5. LITERATURA

- [1] A. G. King, Ceramic Technology and Processing, William Andrew Publishing, Inc., Delhi, India, 2005.
- [2] T. Filetin, I. Kramer, Tehnička keramika, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2005.
- [3] J. S. Reed, Principles of Ceramics Processing, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1995.
- [4] M. W. Barsoum, Fundamentals of Ceramics, McGraw-Hill, 2003.
- [5] TRGS 611: Limitation on the use of watermiscible or water-mixed cooling lubricants, during the use of which N-nitrosamines may be produced, Ausgabe April 1997, Bundesarbeitsblatt 53-57, 4/1997
- [6] ASTM, DIN, INA norme te tehničke informacije ispitnih aparata.