

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B08B 3/08

C23G 1/02 F27B 14/10



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03110866.0

[43] 公开日 2004 年 8 月 4 日

[11] 公开号 CN 1517159 A

[22] 申请日 2003.1.13 [21] 申请号 03110866.0

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

代理人 李恩庆 杨恕平

地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号

[72] 发明人 李炳辉 吕有明 申德振 刘益春
梁红伟 张吉英 范希武

权利要求书 1 页 说明书 2 页

[54] 发明名称 氮化硼坩埚的化学清洗

[57] 摘要

本发明公开了一种氮化硼坩埚的化学清洗方法，属于化学清洗领域，涉及一种对氮化硼坩埚的化学清洗方法。用浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液和 60% NaOH 溶液将氮化硼坩埚被浸润的表层腐蚀剥离并能保证氮化硼坩埚的完整，能将氮化硼坩埚彻底清洗干净，不残留任何杂质，使其可以多次使用，熔融不同的材料，降低成本。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1、一种氮化硼坩埚的化学清洗方法，采用化学和超声处理方法对氮化硼坩埚进行彻底清洗，其特征是采用如下步骤：

a.根据氮化硼坩埚残留的原有熔融材料选择相应的化学试剂对氮化硼坩埚进行初步清洗；

b.使用体积比为 1: 1: 1 的浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液浸蚀处理 15 分钟以上，用去离子水冲洗；

c.用 60%NaOH 溶液煮 30 分钟以上，用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟以上；

d.用体积比为 1: 3 的硝酸、盐酸混合酸液煮，直至使该混合酸液由金黄变成红色再变成黄色以后，用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟以上；

e.去离子水煮三次，每次 15 分钟以上，然后用红外灯烘干，放入高温扩散炉中通氧气烘 12 小时以上。

2、根据权利要求 1 所述的一种氮化硼坩埚的化学清洗方法，其特征是采用如下步骤：

a.根据氮化硼坩埚残留的原有熔融材料选择相应的化学试剂对氮化硼坩埚进行初步清洗；

b.使用体积比为 1: 1: 1 的浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液浸蚀处理 15 分钟，用去离子水冲洗；

c.用 60%NaOH 溶液煮 30 分钟，用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟；

d.用体积比为 1: 3 的硝酸、盐酸混合酸液煮，直至使该混合酸液由金黄变成红色再变成黄色以后，用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟；

e.去离子水煮三次，每次 15 分钟，然后用红外灯烘干，放入高温扩散炉中通氧气烘 12 小时。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的一种氮化硼坩埚的化学清洗方法，其特征是当氮化硼坩埚内残留的原有熔融材料是硅时，用 48%的氢氟酸溶液进行初步清洗。

4、根据权利要求 1 或 2 所述的一种氮化硼坩埚的化学清洗方法，其特征是当氮化硼坩埚内残留的原有熔融材料是锰时，用 10%的硝酸溶液进行初步清洗。

氮化硼坩埚的化学清洗

技术领域：本发明属于化学清洗领域，涉及氮化硼坩埚的化学清洗方法。

背景技术：氮化硼是一种洁白润滑性很好的耐高温晶体，熔点近 3000 摄氏度；它的绝缘性能特别好，在高温下，其绝缘性能超过任何耐高温的氧化物，同时又具有很好的传热性；化学性质稳定，对几乎所有的熔融金属都呈化学惰性，对无机酸和化学试剂也都有耐蚀性。由于氮化硼的高度化学稳定性、热稳定性、绝缘性以及又是热的良导体，使其被制成熔融很多材料的坩埚。但氮化硼坩埚经过长时间的使用后，熔融的材料能浸润其表层，一般方法很难将其清洗干净，造成每熔融一种需要保持高纯度的材料就需要一个新的氮化硼坩埚，而氮化硼坩埚一直都很昂贵。

技术内容：本发明的目的是提供一种氮化硼坩埚的重复使用方法，具体的说就是提供一种简便易行、成本低廉的化学方法对已使用过的氮化硼坩埚进行彻底清洗，不残留任何杂质，洁白如初，使同一坩埚可以多次使用，熔融不同的材料，降低成本。

为实现上述目的，本发明中对氮化硼坩埚的具体清洗步骤如下：

1.根据氮化硼坩埚残留的原有熔融材料选择相应的化学试剂对氮化硼坩埚进行初步清洗。

2.使用体积比为 1: 1: 1 的浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液浸蚀处理 15 分钟以上，然后用去离子水冲洗。

3.用 60%烧碱（NaOH）溶液煮 30 分钟以上，然后用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟以上。

4.用体积比为 1: 3 的浓硝酸、浓盐酸混合酸液（王水）煮，直至使该混合酸液由金黄变成红色再变成黄色以后，用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟以上。

5.去离子水煮三次，每次 15 分钟以上，然后用红外灯烘干，放入高温扩散炉中通氧气烘 12 小时以上。

完成上述 5 个步骤之后，氮化硼坩埚即可彻底清洗干净。

本发明的积极效果：用体积比为 1: 1: 1 的浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液和 60%烧碱（NaOH）溶液将氮化硼坩埚被浸润的表层腐蚀剥离并能保证氮化硼坩埚的完整，

能将氮化硼坩埚彻底清洗干净，不残留任何杂质，使其可以多次使用，熔融不同的材料，降低成本。

具体实施方式：

具体实施方式 1：

氮化硼坩埚里残存硅（Si）的化学清洗

1. 使用 48% 氢氟酸溶液，将残存硅（Si）溶解，然后用去离子水冲洗。
2. 使用体积比为 1: 1: 1 的浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液浸蚀处理 15 分钟，然后用去离子水冲洗。
3. 用 60% 烧碱（NaOH）溶液煮 30 分钟，然后用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟。

4. 用体积比为 1: 3 的浓硝酸、浓盐酸混合酸液（王水）煮，使该混合酸液由金黄变成红色再变成黄色为止，然后用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟。

5. 去离子水煮三次，每次 15 分钟，然后用红外灯烘干，放入高温扩散炉中通氧气烘 12 小时。

具体实施方式 2：

氮化硼坩埚里原来残存金属锰（Mn）

1. 使用 10% 硝酸溶液，将残存金属锰（Mn）溶解，然后用去离子水冲洗。
2. 使用体积比为 1: 1: 1 的浓硫酸、浓硝酸、氢氟酸配置的混合酸液浸蚀处理 15 分钟，然后用去离子水冲洗。
3. 用 60% 烧碱（NaOH）溶液煮 30 分钟，然后用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟。

4. 用体积比为 1: 3 的硝酸、盐酸混合酸液煮，直至该混合酸液由金黄变成红色再变成黄色为止，然后用去离子水冲洗，再用去离子水超声处理两次，每次 10 分钟。

5. 去离子水煮三次，每次 15 分钟，然后用红外灯烘干，放入高温扩散炉中通氧气烘 12 小时。

按照以上两个具体实施方式步骤可将将氮化硼坩埚彻底清洗干净，将坩埚置于真空室内 1400 摄氏度烘烤后，利用四极质谱仪检测不到杂质。