



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105950021 B

(45)授权公告日 2018.08.17

(21)申请号 201610568893.9

审查员 杨扬

(22)申请日 2016.07.19

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105950021 A

(43)申请公布日 2016.09.21

(73)专利权人 苏州溶焯新材料科技有限公司

地址 215127 江苏省苏州市吴中区角直镇
角直大道888号(博克产业园内)

(72)发明人 宋伟红 宋建伟 杨磊 丁小俊

(74)专利代理机构 上海诺衣知识产权代理事务
所(普通合伙) 31298

代理人 韩国辉

(51)Int.Cl.

C09G 1/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种用于蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液及其制备方法

(57)摘要

本发明公开一种氧化铝基蓝宝石衬底或蓝宝石窗片的抛光液,其特征在于使用0.01到1.5 μm 的 α -型氧化铝磨料,含有一种有机磷小分子分散剂,一种助洗剂,和一种或多种有机溶剂以及消泡剂等,pH值在10-14,该抛光液具有较好的悬浮分散性和流动性,较高的抛光效率,光洁度和粗糙度可满足蓝宝石衬底材料和窗片抛光的技术要求。

1. 一种氧化铝基蓝宝石抛光液, 包含磨料、分散剂、助洗剂和稳定剂, 其特征在于所述的磨料为平均粒径为0.05到1 μ m的 α -型氧化铝, 所述分散剂为有机膦酸小分子分散剂, 所述助洗剂为聚羧酸共聚物, 所述的稳定剂为一水软铝石; 所述有机膦酸小分子分散剂为2-膦酸基丁烷1,2,4三羧酸(PBTCA), 所述的聚羧酸共聚物为: 丙烯酸酯和烯丙氧基缩水甘油醚共聚物, 或者丙烯酸苯乙烯磺酸钠共聚物; 所述磨料的浓度为5-40wt%, 所述分散剂的浓度为0.01-1wt%, 所述助洗剂的浓度为0.01-1wt%, 所述稳定剂的浓度为1-10wt%。

2. 如权利要求1所述的氧化铝基蓝宝石抛光液, 其特征在于, 所述磨料的浓度为10-20%, 所述分散剂的浓度为0.1-0.5wt%, 所述助洗剂的浓度为0.1-0.5wt%, 所述稳定剂的浓度为2-5wt%。

3. 如权利要求2所述的氧化铝基蓝宝石抛光液, 其特征在于, 所述抛光液pH值介于10-14。

4. 如权利要求3所述的氧化铝基蓝宝石抛光液, 其特征在于, 所述的抛光液还包括有机溶剂、pH调节剂和消泡剂, 所述的有机溶剂为丙二醇、丙三醇、醇醚类溶剂; 所述的pH调节剂为三乙醇胺和氢氧化钾, 所述的消泡剂为聚醚硅氧烷共聚物。

5. 如权利要求4所述的氧化铝基蓝宝石抛光液, 其特征在于, 所述的消泡剂的添加量为10-1000ppm。

6. 根据权利要求1-5中任一项所述的氧化铝基蓝宝石抛光液的制备方法, 其特征在于, 包括如下步骤: 1) 将平均粒度为2-5 μ m的 α -型氧化铝粉和一水软铝石粉匀速缓慢的加入去离子水中, 在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆, 缓慢加入分散剂有机膦酸PBTCA, 聚羧酸共聚物, 继续搅拌20min, 加入三乙醇胺调节pH值至10.5, 再用氢氧化钾调节pH值11.5; 2) 采用0.5mm钎稳定的氧化锆球磨珠, 5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨, 直至达到所需平均粒径; 3) 继续用氢氧化钾调节pH至10-14; 4) 将消泡剂溶解于有机溶剂中, 缓慢加入浆料中; 5) 最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

7. 根据权利要求6中所述的氧化铝基蓝宝石抛光液的制备方法, 其特征在于, 所述步骤3) 中用氢氧化钾调节pH至12。

一种用于蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液及其制备方法。

背景技术

[0002] 蓝宝石(Al_2O_3 , Sapphire)是制造氮化镓磊晶发光层的主要基板材料,为六方晶格结构,常用的切面为A-plane, C-plane, 和R-plane。由于蓝宝石的光学穿透带很宽,从近紫外到中红外都有很好的透光性,因此被大量用于光学元件,红外装置,激光器以及光罩材料上,具有高声速耐高温,抗腐蚀,高硬度,熔点高等特点,但由于其硬度仅次于金刚石,其研磨和抛光难度很大,传统的蓝宝石抛光液为氧化硅基,例如CN201410562946,其特点是固含量高,价格便宜,单面抛光的表面质量好,广泛应用于蓝宝石C相基片的抛光中。但因为磨料二氧化硅本身的硬度,粒径和聚集和分散状态等特点,磨削效率低,抛光时间长,尤其是对于窗片蓝宝石双面抛光,效率低下,不能用于实际生产。也有一些氧化铝基的蓝宝石抛光液报道,例如CN201410158996, CN2014108378244等,但是在实际的应用中由于浆料的流动性和易沉积在管路系统中而难以实现连续化生产。

[0003] 为了克服现有技术中抛光液抛光效率低以及抛光效果不理想的缺陷,本发明的目的在于开发一种氧化铝基的水分散液,具有粒度小,流动性好,再分散性能好不易沉积氧化铝浆料,抛光效率高,表面质量好,粗糙度和平坦度均可达到衬底和窗片的要求。可用于连续化生产,适合于衬底材料的单面抛光,和窗片蓝宝石的双面抛光。

[0004] 技术方案

[0005] 本发明的一个目的在于一种用于蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液,包含磨料、分散剂、助洗剂和稳定剂,其特征在于,包含磨料、分散剂、助洗剂和稳定剂,其特征在于所述的磨料为平均粒径为0.01到1.5 μm 的 α -型氧化铝,所述分散剂为有机膦酸小分子分散剂,所述助洗剂为聚羧酸共聚物,所述的稳定剂为一水软铝石。

[0006] 所述的磨料为平均粒径为0.05-1 μm ,进一步优选磨料的平均粒径为0.1-0.5 μm ,所述磨料的浓度为5-40wt%,所述分散剂的浓度为0.01-1wt%,所述助洗剂的浓度为0.01-1wt%,所述稳定剂的浓度为1-10wt%。

[0007] 优选的,所述磨料的浓度为10-20%,所述分散剂的浓度为0.1-0.5wt%,所述助洗剂的浓度为0.1-0.5wt%,所述稳定剂的浓度为2-5wt%。

[0008] 所述的氧化铝基蓝宝石抛光液pH值介于12-14。

[0009] 所述的小分子分散剂为有机膦酸分散剂:2-羟基膦酰基乙酸(HPAA), 2-膦酸及丁烷1,2,4三羧酸(PBTCA), 乙二胺四甲叉基膦酸(EDTMP), 多氨基多醚基甲叉膦酸(PAPEMP),其中最优选的有机膦酸分散剂为PBTCA

[0010] 所述的聚羧酸共聚物为:丙烯酸酯和烯丙氧基缩水甘油醚共聚物,或者丙烯酸苯乙烯磺酸钠共聚物。

[0011] 所述的氧化铝基蓝宝石抛光液还包括有机溶剂、pH调节剂和消泡剂,所述的有机溶剂为丙二醇、丙三醇、醇醚类溶剂;所述的pH调节剂为三乙醇胺和氢氧化钾,所述的消泡

剂为聚醚硅氧烷共聚物。

[0012] 所述的消泡剂的添加量为10-1000ppm。

[0013] 本发明的另一个目的在于提供一种用于蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液的制备方法,包括如下步骤:1)将尺寸为2-5 μm 的 α -型氧化铝粉和一水软铝石粉匀速缓慢的加入去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加入分散剂有机磷酸PBTCA,聚羧酸共聚物,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2)采用0.5mm钕稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.01-1.5 μm ;3)继续用氢氧化钾调节pH至10-14;4)将消泡剂溶解于有机溶剂中,缓慢加入浆料中;5)最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0014] 所述 α -型氧化铝粉为原生粒径为5-10nm的纳米级 α -型氧化铝,其中粒径D50为2.0-5.0 μm ;

[0015] 所述的氧化铝基蓝宝石抛光液的制备方法,其特征在于,所述步骤2)中球磨后的平均粒径优选为0.05-1 μm ,进一步优选为0.1-0.5 μm ,所述步骤3)中用氢氧化钾调节pH至12。

[0016] 有益效果

[0017] 1. 本发明的蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液,加入小分子分散剂PBTCA可以明显降低高浓度浆料的粘度,改善流动性;

[0018] 2. 本发明的蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液,加入助洗剂丙烯酸类共聚物,有效的分散 α -型氧化铝粉,抛光处理后可以抛光对象表面的颗粒残留物包裹起来,进而可以有效去除表面的颗粒残留物;

[0019] 3. 本发明的蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液,消泡剂溶解在有机溶剂中,可以有效抑制泡沫的厚度。

[0020] 4. 本发明的蓝宝石基板抛光的氧化铝基抛光液,抛光效率高和抛光效果优异,较氧化硅基抛光液3-5倍的抛光速率,而且表面粗糙度和光洁度与氧化硅基相当。

具体实施方式

[0021] 实施例1

[0022] 1)将3 μm 的 α -型氧化铝粉300g和一水软铝石粉10g匀速缓慢的加入650ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2)采用0.5mm钕稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3)继续用氢氧化钾调节pH至12;4)最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0023] 实施例2

[0024] 1)将3 μm 的 α -型氧化铝粉300g和一水软铝石粉10g匀速缓慢的加入650ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加3g分散剂有机磷酸PBTCA,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2)采用0.5mm钕稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3)继续用氢氧化钾调节pH至12;4)最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0025] 实施例3

[0026] 1) 将 $3\mu\text{m}$ 的 α -型氧化铝粉100g和一水软铝石粉20g匀速缓慢的加入850ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加入2g分散剂有机磷酸PBTCA,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2) 采用0.5mm钇稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3) 继续用氢氧化钾调节pH至12;4) 最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0027] 实施例4

[0028] 1) 将 $3\mu\text{m}$ 的 α -型氧化铝粉100g和一水软铝石粉20g匀速缓慢的加入850ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加入2g分散剂有机磷酸PBTCA,2g丙烯酸酯和烯丙氧基缩水甘油醚共聚物,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2) 采用0.5mm钇稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3) 继续用氢氧化钾调节pH至12;4) 最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0029] 实施例5

[0030] 1) 将 $3\mu\text{m}$ 的 α -型氧化铝粉100g和一水软铝石粉20g匀速缓慢的加入800ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加入2g分散剂有机磷酸PBTCA,2g丙烯酸酯和烯丙氧基缩水甘油醚共聚物,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2) 采用0.5mm钇稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3) 继续用氢氧化钾调节pH至12;4) 将100ppm消泡剂溶解于丙二醇中,缓慢加入浆料中;5) 最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0031] 实施例6

[0032] 1) 将 $3\mu\text{m}$ 的 α -型氧化铝300g和一水软铝石粉10g匀速缓慢的加入600ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加入3g分散剂有机磷酸PBTCA,3g丙烯酸酯和烯丙氧基缩水甘油醚共聚物,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2) 采用0.5mm钇稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3) 继续用氢氧化钾调节pH至12;4) 将100ppm消泡剂溶解于丙二醇中,缓慢加入浆料中;5) 最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0033] 实施例7

[0034] 1) 将 $3\mu\text{m}$ 的 α -型氧化铝粉10g匀速缓慢的加入800ml去离子水中,在高速分散机1000rpm下高速分散20分钟形成均匀的粉浆,缓慢加2g分散剂有机磷酸PBTCA,2g丙烯酸酯和烯丙氧基缩水甘油醚共聚物,继续搅拌20min,加入三乙醇胺调节pH值至10.5,再用氢氧化钾调节pH值11.5;2) 采用0.5mm钇稳定的氧化锆球磨珠,5kg/min的流量进入砂磨机进行球磨,直至平均粒径为0.1-0.5 μm ;3) 继续用氢氧化钾调节pH至12;4) 将100ppm消泡剂溶解于丙二醇中,缓慢加入浆料中;5) 最后将浆料用500目滤袋过滤灌装。

[0035] 对实施例1-7中(对应地的样品1-7)制备的抛光液的相关性能进行测试,如下表所示:

[0036]

配方	氧化铝	软铝石	分散剂 PB TAC	助洗剂	有机溶 剂+消泡 剂	pH	再 分 散	悬 浮 性	流 动 性	泡 沫	表面 光洁 度
1	30%	1%				12	较 难	差	差		
2	30%	1%	0.3%			12	易	较 好	较 好		
3	10%	2%	0.2%			12	易	优	优	厚	少量 颗粒 残留
4	10%	2%	0.2%	0.2%		12	易	优	优	厚	无
5	10%	2%	0.2%	0.2%	100ppm	12	易	优	优	无	无
6	30%	1%	0.3%	0.3%	100ppm	12	易	较 好	较 好	无	无
7	10%		0.2%	0.2%	100ppm	12	较 难	优	优	无	无

[0037] 从上述配方的特性和基片表面光洁度来看,加入小分子分散剂PB TAC可以明显降低高浓度浆料的粘度,改善流动性,并且当PB TAC的浓度为2wt%时抛光液的悬浮性和流动性最佳;加入助洗剂丙烯酸共聚物可以有效去除表面的颗粒残留物,并且从上述样品的配比中可以看出当稳定剂浓度为2%,PB TAC的浓度为2wt%时,抛光液整体的再分散性、悬浮性和流动性的效果最佳。消泡剂溶解在有机溶剂中,可以有效抑制泡沫的厚度。

[0038] 实施例8-10

[0039] 将实施例5中的分散剂分别替换为等量的2-羟基膦酰基乙酸 (HPAA),乙二胺四甲叉基膦酸 (EDTMP) 和多氨基多醚基甲叉膦酸 (PAPEMP),其它条件不变,分别制备获得样品8-10,同时对其所得抛光液的性能进一步进行测试。

[0040] 对实施例8-10中(对应地的样品8-10)制备的抛光液的相关性能进行测试,如下表所示:

[0041]

配方	氧化铝	软铝石	分散剂	助洗剂	有机溶剂+消泡剂	pH	再分散	悬浮性	流动性	泡沫	表面光洁度
8	10%	2%	HBAA 0.2%	0.2%	100ppm	12	易	优	优	无	无
9	10%	2%	EDTMP 0.2%	0.2%	100ppm	12	易	优	优	无	无
10	10%	2%	PAPEMP 0.2%	0.2%	100ppm	12	易	优	优	无	无

[0042] 从上述配方的特性和基片表面光洁度来看,加入其它三种有机磷酸小分子分散剂同样可以明显降低高浓度浆料的粘度,改善流动性,并且当浓度为2wt%时抛光液的悬浮性和流动性最佳;加入助洗剂丙烯酸共聚物可以有效去除表面的颗粒残留物,当稳定剂浓度为2%,分散剂的浓度为0.2wt%时,抛光液整体的再分散性、悬浮性和流动性的效果最佳,但是与样品5相比,加入PBTAC的抛光液的整体效果最佳。

[0043] 抛光测试实施例:

[0044] 蓝宝石基片:2寸蓝宝石抛光片(C相)

[0045] 抛光机台:实验室抛光机台,单面和双面抛

[0046] 抛光垫:SUBA600

[0047] 抛光时间:60min

[0048] 抛光压力:10kg/cm²

[0049] 抛光液流量:1000ml/min

[0050] 粗糙度检测,ZYGO Nexview

[0051] 厚度检验:采用微天平称重法。

[0052] 蓝宝石抛光效果(单面和双面)

	浆料	RR* (nm / min)	表面粗糙度 Zygo Nexview Error: <0.75%		表面光洁度
			A (nm)	B (nm)	
对比浆料	氧化硅: 5wt%Compol80, 单面抛	12.3	0.39	0.048	无划伤, 微 雾, 少量颗粒 残留
对比浆料	氧化硅: 20 wt% 单面抛	28.5	0.355	0.458	无划伤, 少许 颗粒残留, 高 亮
对比浆料	氧化铝: 1 wt% 单面抛(US)	16.8	0.459	0.764	有 5um 划伤
[0053]	氧化铝 (20%) 双 面抛	5.2	0.535	0.680	无划伤, 亮度 差
本专利的 浆料 (样品 5)	氧化铝: 1 wt% 单面抛	31.6	0.275	0.306	无划伤, 高 亮, 无颗粒残 留
	氧化铝: 2wt%单 面抛	53.2	0.223	0.27	无划伤, 高 亮, 无颗粒残 留
	氧化铝: 5 wt%单 面抛	78.5	0.245	0.31	无划伤, 高 亮, 无颗粒残 留
	双面抛, 5%	40.3	0.25	0.28	无划伤, 高 亮, 无颗粒残 留

[0054] 注: 将表1中5号抛光液与纯水稀释后获得本专利的浆料, 其中氧化铝的重量份分别为1wt%, 2wt%, 5wt%, 分别按抛光液原液: 纯水的重量比, 1:9稀释, 浓度为1%; 1:4稀释, 浓度为: 2%; 1:1稀释, 浓度为: 5%。

[0055] 从上表的抛光结果来看本专利的氧化铝抛光液, 具有较氧化硅基抛光液3-5倍的抛光速率, 而且表面粗糙度和光洁度与氧化硅基相当。本发明在窗片的双面抛光中, 抛光效率也较进口氧化铝抛光液高。