



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103013345 B

(45) 授权公告日 2015.02.18

(21) 申请号 201210560797.1

(22) 申请日 2012.12.21

(73) 专利权人 清华大学

地址 100084 北京市海淀区北京市
100084-82 信箱

专利权人 深圳清华大学研究院
深圳市力合材料有限公司

(72) 发明人 潘国顺 罗桂海 罗海梅 黄灿容

(74) 专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理
有限公司 11246

代理人 王小会

(51) Int. Cl.

C09G 1/02 (2006.01)

(56) 对比文件

JP 2009263534 A, 2009.11.12,

CN 1304968 A, 2001.07.25,

CN 101050339 A, 2007.10.10,

US 2008139089 A1, 2008.06.12,

JP 2002146345 A, 2002.05.22,

JP 2005186246 A, 2005.07.14,

CN 101033374 A, 2007.09.12,

CN 1560161 A, 2005.01.05,

靳洪允等. 纳米金刚石抛光液制备及应用. 《金刚石与磨料磨具工程》. 2007, (第03期),
李凤兰等. 硬表面用抛光剂. 《天津化工》. 1998, (第03期),

审查员 秦圆圆

权利要求书2页 说明书4页

(54) 发明名称

油性金刚石研磨液及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了属于表面超精研磨技术领域的一种油性金刚石研磨液及其制备方法,本研磨液含有以下组分:金刚石微粉、表面活性剂、分散剂、pH值调节剂、润湿剂和油,各组分的重量配比(wt.)为:金刚石微粉:0.001%-10%;表面活性剂:0.001%-20%;分散剂:0-20%;pH值调节剂:0-10%;润湿剂:0-10%;其余为油。主要应用于碳化硅晶片、LED蓝宝石衬底片、陶瓷、光纤、模具及半导体化合物晶片等表面的研磨抛光。使用本发明提供的研磨液可大大的提高抛光效率,分散性能好,可以长期保持均匀稳定状态,用其抛光后产品光洁度高,抛光效果好并且不含对人体有害成分,易于清洗,有利于环保。

1. 一种油性金刚石研磨液的应用方法,其特征在于,该研磨液由金刚石微粉、表面活性剂、分散剂、pH 值调节剂、润湿剂和油组成,各成分的重量百分含量为:

金刚石微粉:0.001% -10% ;

表面活性剂:0.001% -20% ;

分散剂:0.01% -10% ;

pH 值调节剂:0-10% ;

润湿剂:0.01% -6% ;

其余为油;

所述油性金刚石研磨液的制备方法如下:

1) 将润湿剂、表面活性剂和油按比例混合,充分搅拌 5-30 分钟;

2) 将金刚石微粉与上述油性液体混合,充分搅拌并超声 5-30 分钟;

3) 在上述油性液体中加入分散剂,充分搅拌并超声分散 5-30 分钟;

4) 在上述分散好的油性液体中加入 pH 值调节剂,充分搅拌,调节 pH 值为 3-11,即制备成油性研磨液;

其中,

所述的表面活性剂为非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂或阳离子表面活性剂中的一种或几种,所述的非离子表面活性剂为蓖麻油聚氧乙烯醚、月桂酸聚氧乙烯酯、油酸聚氧乙烯酯、硬脂酸聚氧乙烯酯、脂肪胺聚氧乙烯醚、嵌段聚氧乙烯-聚氧丙烯醚、脂肪醇聚氧乙烯醚、烷基醇酰胺聚氧乙烷醚、烷基糖苷、椰子油脂肪酸单乙醇酰胺、椰子油脂肪酸二乙醇酰胺、乙二醇单硬脂酸酯、聚乙二醇双硬脂酸酯、甘油单硬脂酸酯、聚甘油单硬脂酸酯、蔗糖脂肪酸酯、聚氧乙烯失水山梨醇脂肪酸酯中的一种或几种;所述的阴离子表面活性剂为 C12-16 烷基苯磺酸钠、烷基萘磺酸盐、C12-16 烷基磺酸钠、 α -烯烴磺酸钠、木质素磺酸盐、石油磺酸盐、C12-16 烷基硫酸盐、蓖麻油酸丁酯硫酸钠、脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸盐、月桂酰氨基乙基硫酸钠、油酰氨基酸钠、N-酰基氨基酸盐、脂肪醇聚氧乙烯醚羧酸盐中的一种或几种;所述的阳离子表面活性剂为咪唑啉、十二烷基三甲基氯化铵、十二烷基三甲基溴化铵、四甲基溴化铵、十二烷基三甲基硫酸铵中的一种或几种;

所述的分散剂为乙二醇、聚丙二醇、己基癸醇、六偏磷酸钠、三聚磷酸钠、焦磷酸钠、聚丙烯酸钠、阿拉伯树胶粉、N-甲基吡咯烷酮、聚乙烯吡咯烷酮、泡花碱中的一种或几种;

所述的 pH 值调节剂为十八胺、异丙醇胺、硼酸、醋酸、硬脂酸、苯甲酸、苯甲酸钠、油酸、油酸钠、水杨酸、月桂酸、丙烯酸、酒石酸、没食子酸中的一种或几种,研磨液的 pH 值调节范围为 3-11;

所述的润湿剂为乙酸乙酯、月桂醇、三乙醇胺、椰油酰胺丙基甜菜碱中的一种或几种;

所述油性金刚石研磨液用于 LED 蓝宝石衬底片及碳化硅晶片的减薄研磨,或用于精密陶瓷、精度模具、光纤及半导体化合物晶片表面的研磨抛光。

2. 根据权利要求 1 所述的应用方法,其特征在于,金刚石微粉的重量百分含量为 0.05-2%,润湿剂重量百分含量为 0.5-2%,表面活性剂重量百分含量为 0.1-7%,分散剂重量百分含量为 0.01-1%。

3. 根据权利要求 1 所述的应用方法,其特征在于,金刚石微粉是金刚石单晶体或多晶体,金刚石晶体粒径为 1-9 微米。

4. 根据权利要求 1 所述的应用方法,其特征在于,所述的油为矿物油、合成油、基础油中的一种或几种。

油性金刚石研磨液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于研磨、抛光加工用的抛光液,特别是一种油性金刚石研磨液及其制备方法,属于超精表面研磨抛光技术领域。

背景技术

[0002] 金刚石微粉是一种具有高硬度及良好机械物理性能的超细磨料,其外形为球形或椭球形,用于研磨抛光不会划伤被研磨体,因此目前已广泛应用于不同的加工抛光领域,特别是超精密表面抛光加工领域。金刚石微粉是硬质合金、陶瓷、宝石、光学玻璃、人工晶体、集成电路等坚硬物质的一种理想抛光材料,可以制成膏剂、气雾剂、膜状、油性或水性液体的抛光制品,金刚石膏剂、气雾剂由于易结巴沉淀、难分散且浪费较大等缺点,限制了其应用范围。油性研磨液与水性研磨液相比,油性研磨液润滑性能好,磨削速度快,速率稳定并具有降温冷却作用,而水性研磨液在研磨过程中容易导致工件出现大划痕,悬浮稳定性较差,因此,油性研磨液的应用相对广泛,但是传统的油性研磨液易沉淀、抛光效率低、具有腐蚀性而且不易清洗、不符合环保的要求等缺点。目前的研究主要是针对水性金刚石研磨液的,而对油性金刚石研磨液的研究还鲜见报道。

发明内容

[0003] 本发明的目的是为了克服已有技术的不足之处,提出了一种油性金刚石研磨液及其制备方法。本发明提供的油性金刚石研磨液应用于超精表面的研磨抛光,可大大的提高抛光效率,分散性能好,能长期存放不发生沉降,用其抛光后产品光洁度高,抛光效果好并且不含对人体有害成分,不腐蚀设备,易于清洗,有利于环保。

[0004] 为了实现上述目标,本发明利用了表面活性剂对颗粒进行改性,使金刚石颗粒在油中能保持良好的分散状态,具有很好的稳定性又不易划伤抛光样品。加上与一些添加剂的协同增效作用,提高了油性金刚石研磨液的抛光速率并得到良好的抛光效果。

[0005] 本发明提供的油性金刚石研磨液,其特征在于,该研磨液由金刚石微粉、表面活性剂、分散剂、pH 值调节剂、润湿剂和油组成,各成分的重量百分含量(wt.%)为:

[0006] 金刚石微粉 :0.001%~10% ;

[0007] 表面活性剂 :0.001%~20% ;

[0008] 分散剂 :0%~20% ;

[0009] pH 值调节剂 :0%~10% ;

[0010] 润湿剂 :0%~10% ;

[0011] 其余为油 ;

[0012] 其中,所述的表面活性剂为非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂或阳离子表面活性剂中的一种或几种,所述的非离子表面活性剂为蓖麻油聚氧乙烯醚(优选 EL-n, n=10~90 及 HEL-20、HEL-40、HEL-60)、月桂酸聚氧乙烯酯、油酸聚氧乙烯酯、硬脂酸聚氧乙烯酯、脂肪胺聚氧乙烯醚、嵌段聚氧乙烯-聚氧丙烯醚、脂肪醇聚氧乙烯醚、烷基醇酰胺聚

氧乙烷醚、烷基糖苷、椰子油脂肪酸单乙醇酰胺、椰子油脂肪酸二乙醇酰胺、乙二醇单硬脂酸酯、聚乙二醇双硬脂酸酯、甘油单硬脂酸酯、聚甘油单硬脂酸酯、蔗糖脂肪酸酯、失水山梨醇脂肪酸酯、聚氧乙烯失水山梨醇脂肪酸酯中的一种或几种；所述的阴离子表面活性剂为 C12-16 烷基苯磺酸钠、烷基萘磺酸盐、C12-16 烷基磺酸钠、 α -烯烴磺酸钠、木质素磺酸盐、石油磺酸盐、C12-16 烷基硫酸盐、蓖麻油酸丁酯硫酸钠、脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸盐、月桂酰氨基硫酸钠、油酰氨基酸钠、N-酰基氨基酸盐、脂肪醇聚氧乙烯醚羧酸盐中的一种或几种；所述的阳离子表面活性剂为咪唑啉、十二烷基三甲基氯化铵、十二烷基三甲基溴化铵、四甲基溴化铵、十二烷基三甲基硫酸铵中的一种或几种。表面活性剂的重量百分含量优选 0.01-10%，更优选 0.1-7%。

[0013] 所述的分散剂为聚乙二醇、乙二醇、聚丙二醇、己基癸醇、六偏磷酸钠、三聚磷酸钠、焦磷酸钠、聚丙烯酸钠、聚丙烯酸、阿拉伯树胶粉、羟丙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、羟乙基纤维素、羧甲基纤维素、羟基丙基甲基纤维素、甲基纤维素、N-甲基吡咯烷酮、聚乙烯吡咯烷酮、泡花碱、硅烷偶联剂中的一种或几种。分散剂的重量百分含量优选 0.01-10%，更优选 0.01-1%。

[0014] 所述的金刚石微粉是金刚石单晶体或多晶体，金刚石晶体粒径为 1-9 微米。金刚石微粉的重量百分含量优选 0.01-5%，更优选 0.05-2%。

[0015] 研磨液中还可以包括 pH 值调节剂，所述的 pH 值调节剂为氢氧化钾、氢氧化钠、氨水、乙醇胺、三乙醇胺、十八胺、异丙醇胺、盐酸、硫酸、硝酸、硼酸、醋酸、硬脂酸、苯甲酸、苯甲酸钠、油酸、油酸钠、水杨酸、月桂酸、丙烯酸、酒石酸、没食子酸中的一种或几种，研磨液的 pH 值调节范围为 3-11。

[0016] 研磨液中还可以包括润湿剂，所述的润湿剂为甘油、乙酸乙酯、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、丙三醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、月桂醇、三乙醇胺、椰油酰胺丙基甜菜碱中的一种或几种。润湿剂的重量百分含量优选 0.01-6%，更优选 0.5-2%。

[0017] 所述的油为白油、石脑油、矿物油、合成油、基础油、菜籽油、蓖麻油、橄榄油、液体石蜡中的一种或几种。

[0018] 本发明提出的一种油性金刚石研磨液，其组分及配比为：

[0019]

金刚石微粉	0.001~10 wt%
表面活性剂	0.001~20wt%
分散剂	0.0~20wt%
pH 值调节剂	0.0~10wt%
润湿剂	0.0~10wt%
油	余量

[0020] 本发明提供一种上述的油性金刚石研磨液的制备方法，具体步骤为：

- [0021] 1) 将润湿剂、表面活性剂和油按比例混合,充分搅拌 5-30 分钟。
- [0022] 2) 将金刚石微粉与上述油性液体混合,充分搅拌并超声 5-30 分钟。
- [0023] 3) 在上述油性液体中加入分散剂,充分搅拌并超声分散 5-30 分钟。
- [0024] 4) 在上述分散好的油性液体中加入 pH 值调节剂,充分搅拌,调节 pH 值为 3-11,即制备成油性研磨液。
- [0025] 本发明与现有技术相比有如下优点:
- [0026] 1) 本发明的金刚石研磨液能实现机械作用与化学作用很好的匹配性,使抛光效率高,抛光质量好。本发明的金刚石研磨液可应用于 LED 蓝宝石衬底片及碳化硅晶片的减薄研磨,也可以用于精密陶瓷、精度模具、光纤及半导体化合物晶片等表面的研磨抛光。
- [0027] 2) 本发明的金刚石研磨液分散性能好,能长期存放保持均匀稳定状态不发生沉降。
- [0028] 3) 用其抛光后产品光洁度高,抛光效果好,本发明的金刚石研磨液不含对人体有害成分,易于清洗,有利于环保。

具体实施方式

[0029] 下面通过实施例对本发明作进一步的阐述,当然无论如何不应解释为限制本发明的范围。

[0030] (实施例)

[0031] 以具体实施例 1 为例:

[0032] 实施例 1:(配制 1000 克的油性金刚石研磨液)

[0033] 本实施例中研磨液各组分及其重量百分比如下:

[0034] 3 微米金刚石多晶微粉	0.1%
[0035] 表面活性剂月桂酸聚氧乙烯酯	1%
[0036] 表面活性剂 α -烯烴磺酸钠	1%

[0037] 其余为 3# 工业级白油,产地:茂名石化。

[0038] 取 10 克表面活性剂月桂酸聚氧乙烯酯和 10 克表面活性剂 α -烯烴磺酸钠加入 979 克的白油中,充分搅拌 5 分钟。

[0039] 取 1 克粒度为 3 微米的多晶金刚石微粉与上述油性液体混合,搅拌并超声 15 分钟,充分润湿金刚石微粉表面,即制备成油性研磨液。

[0040] 实施例 2-6 的油性金刚石研磨液的制备方法,具体步骤为:

[0041] 1) 将润湿剂、表面活性剂和油按比例混合,充分搅拌 5 分钟;

[0042] 2) 将金刚石微粉与上述油性液体混合,充分搅拌并超声 15 分钟;

[0043] 3) 在上述油性液体中加入分散剂,充分搅拌并超声分散 15 分钟;

[0044] 4) 在上述分散好的油性液体中加入 pH 值调节剂,充分搅拌,调节 pH 值为 3-11,即制备成油性研磨液。

[0045] 抛光工艺:所用抛光机为单面抛光机,使用抛光盘为铜盘,压力为 5kgf,转速为 80rpm/min,抛光时间为 10min,抛光液流量为 2ml/min。

[0046] 抛光速率:抛光去除速率通过抛光前后 LED 衬底片厚度的变化计算得到,采用五点法测量取平均值,测试 LED 衬底片抛光前后厚度的变化可用千分尺测得,抛光速率为抛

光去除厚度变化与抛光时间的比值。

[0047] 在上述抛光工艺条件下,使用该研磨液加工 2 寸的 LED 衬底片,抛光前表面粗糙度值 (Ra) 是 27.546nm,抛光后表面粗糙度值 (Ra) 达到 4.642nm,抛光速率达到 1.25 微米/分钟。

[0048] 以上所述仅是本发明的其中一种实施方式,应当指出的是对于本技术领域的一般技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出相应的调整和改进,这些调整和改进也应视为本发明的保护范围。

[0049] 下表为各实施例中油性金刚石研磨液的组分和含量以及由其进行抛光后的 LED 衬底片表面粗糙度、去除速率。

[0050]

	金刚石微粉		表面活性剂 (wt%)		pH 值 调节 剂 (wt%)	分散剂 (wt%)		润湿剂 (wt%)	油 (wt%)	去除速率 (μ m/min)	粗糙度 Ra(nm)
	种类	wt%	种类 1	种类 2		种类 1	种类 2				
实施例 1	多晶, 粒径 为 3 微米	0.1	1% 月桂酸聚 氧乙烯酯	1% α -烯烴磺 酸钠					97.9% 3#白油	1.25	4.642
实施例 2	多晶, 粒径 为 3 微米	0.05	0.05% 脂肪醇聚 氧乙烯醚	2% 脂肪醇聚 氧乙烯醚 羧酸钠		5% 聚乙二 醇	5% 聚丙二 醇		87.9% 3#白油	1.23	5.864
实施例 3	多晶, 粒径 为 6 微米	1	2% 失水山梨 醇脂肪酸 酯		0.1% 硬脂 酸	0.01% 羧甲基 纤维素		1% 月桂醇	95.89% 石脑油	1.5	5.923
实施例 4	多晶, 粒径 为 9 微米	3	0.5% 椰子油脂 肪酸二乙 醇酰胺			10% 乙二醇		10% 1,2-丙 二醇	76.5% 3#白油	2.2	12.405
实施例 5	单晶, 粒径 为 9 微米	0.01	15% 烷基糖苷		0.05% 十八 胺	1% 羧甲基 纤维素		0.5% 乙酸乙 酯	83.44% 石脑油	2	13.140
实施例 6	单晶, 粒径 为 9 微米	4	10% 脂肪胺聚 氧乙烯醚	0.01% 月桂酰氨 乙基硫酸 钠	0.05% 月桂 酸			2% 丙三醇	83.94% 橄榄油	2.1	13.330
实施例 7	单晶, 粒径 为 9 微米	0.2	7% 脂肪胺聚 氧乙烯醚	7% 四甲基溴 化铵					85.8% 3#白油	1.9	13.649