



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106752968 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(21)申请号 201611025581.X

(22)申请日 2016.11.18

(71)申请人 福建三邦硅材料有限公司

地址 350314 福建省福州市福州元洪投资
区(福清城头后俸村)

(72)发明人 朱华建 洪坤土

(74)专利代理机构 北京精金石专利代理事务所
(普通合伙) 11470

代理人 刘晔

(51)Int.Cl.

C09G 1/02(2006.01)

C09K 3/14(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的
制备方法

(57)摘要

本发明属于硬质材料抛光技术领域,具体涉及一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:(1)制备氢氧化钠溶液;(2)制备活化硅粉;(3)制备二苯并呋喃溶液;(4)在水中,加入丙三醇,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时滴加所述氢氧化钠溶液;(5)加料完成后,继续反应,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。本发明所得硅溶胶粒径大,能显著增大其对蓝宝石的研磨作用,提高抛光效率,并且粘度低、不易团聚,降低蓝宝石表面损伤和粗糙度,保证其表面质量。

1. 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
 - (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3~4wt%的氢氧化钠溶液;
 - (2) 将10重量份的硅粉加入到21~25重量份的水中,在64~68℃活化20~30min,制得活化硅粉;
 - (3) 将0.5~1.0重量份的二苯并呋喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到40~50℃,保持30~40min,得到二苯并呋喃溶液;
 - (4) 在20重量份的水中,加入3~5重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至60~70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;
 - (5) 加料完成后,继续反应8~12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。
2. 根据权利要求1所述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,其特征在于:步骤(4)中加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液的同时,还进行超声波处理。
3. 根据权利要求2所述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,其特征在于:所述超声波的频率为40~60KHz。
4. 根据权利要求1所述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,其特征在于:步骤(4)中所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液同时以1~2h加入完毕。
5. 根据权利要求1所述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,其特征在于:步骤(1)中制成3wt%的氢氧化钠溶液。
6. 根据权利要求1所述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,其特征在于:步骤(4)中加入4重量份的丙三醇。

一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于硬质材料抛光技术领域,具体涉及一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法。

背景技术

[0002] 蓝宝石,主要成分为 Al_2O_3 ,是一种多功能氧化物晶体,具有优良的光学性能、物理性能和化学性能。与其它天然宝石相比,蓝宝石具有硬度高、熔点高、透光性好、热传导性和电绝缘性优异、耐磨损性能好、抗腐蚀性能稳定等特性,因此被广泛应用于光电子、通讯、国防等领域。在光电子领域中,蓝宝石因为其良好的高温稳定性和力学性能,常作为LED的衬底材料,而蓝宝石材料表面质量对LED器件性能和质量有着非常重要的影响,目前的蓝宝石材料要求超光滑、无缺陷,且粗糙度小于0.2nm。

[0003] 目前,普遍采用化学机械抛光(CMP)技术对蓝宝石器件表面进行精密抛光,其中磨粒是化学机械抛光液中的一个主要成分,广泛采用的研磨粒是氧化硅、氧化铝等无机磨粒。而其中氧化硅溶胶磨粒对蓝宝石的抛光效果较好,硅溶胶中的水和氧化硅能在蓝宝石表面形成硅酸盐,在机械力的帮助下将坚硬的蓝宝石进行切削、抛光。而在化学机械抛光过程中普遍存在的问题是:由于抛光速率低而导致生产效率低,由于表面粗糙度高而影响产品质量等问题,亟待解决。

发明内容

[0004] 针对上述问题,本发明提供一种蓝宝石抛光用硅溶胶的制备方法,所得硅溶胶粒径大,能显著增大其对蓝宝石的研磨作用,提高抛光效率,并且粘度低、不易团聚,降低蓝宝石表面损伤和粗糙度,保证其表面质量。

[0005] 为解决以上技术问题,本发明通过以下技术方案实现:

[0006] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1)称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3~4wt%的氢氧化钠溶液;

[0008] (2)将10重量份的硅粉加入到21~25重量份的水中,在64~68℃活化20~30min,制得活化硅粉;

[0009] (3)将0.5~1.0重量份的二苯并呋喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到40~50℃,保持30~40min,得到二苯并呋喃溶液;

[0010] (4)在20重量份的水中,加入3~5重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至60~70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0011] (5)加料完成后,继续反应8~12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0012] 对于上述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,步骤(4)中加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液的同时,还进行超声波处理。

[0013] 对于上述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,所述超声波的频率为40~60KHz。

[0014] 对于上述蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,步骤(4)中所述活化硅粉和所述二苯并咪喃溶液同时以1~2h加入完毕。

[0015] 本发明具有以下积极有益效果:

[0016] 本发明方法可制备得到大粒径低粘度硅溶胶,粒径方便控制,稳定性好,制作抛光液后抛光效率高,并能保证蓝宝石的表面质量。

[0017] (1) 本发明所得硅溶胶粒径为160~180nm,能显著增大其对蓝宝石的研磨作用,提高抛光效率;并且实验证明,二苯并咪喃的加入量与得到的硅溶胶粒径具有明显的相关性,可用于控制粒径选择。

[0018] (2) 本发明所得硅溶胶稳定性较好,有效避免了市场上大粒径硅溶胶稳定性差、溶胶易沉降的缺陷,并利用少量丙三醇,杜绝了凝胶现象,延长保存时间,并可促进硅溶胶溶解于抛光液中。

[0019] (3) 本发明所得硅溶胶粘度低(常温下3.2~3.6CPS)、不易团聚,降低蓝宝石表面损伤和粗糙度,保证产品质量。

具体实施方式

[0020] 以下的实施例便于更好地理解本发明,但并不限定本发明。下述实施例中的试验方法,如无特殊说明,均为常规方法。下述实施例中所用的试验材料,如无特殊说明,均为自常规生化试剂商店购买得到的。

[0021] 实施例1

[0022] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0023] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3wt%的氢氧化钠溶液;

[0024] (2) 将10重量份的硅粉加入到24重量份的水中,在65℃活化30min,制得活化硅粉;

[0025] (3) 将0.8重量份的二苯并咪喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到45℃,保持40min,得到二苯并咪喃溶液;

[0026] (4) 在20重量份的水中,加入4重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并咪喃溶液,同时辅以50KHz超声波处理,并滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0027] (5) 加料完成后,继续反应12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0028] 实施例2

[0029] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0030] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3wt%的氢氧化钠溶液;

[0031] (2) 将10重量份的硅粉加入到24重量份的水中,在65℃活化30min,制得活化硅粉;

[0032] (3) 将0.8重量份的二苯并咪喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到45℃,保持40min,得到二苯并咪喃溶液;

[0033] (4) 在20重量份的水中,加入4重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并咪喃溶液,并滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0034] (5) 加料完成后,继续反应12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0035] 实施例3

[0036] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0037] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成4wt%的氢氧化钠溶液;

[0038] (2) 将10重量份的硅粉加入到21重量份的水中,在68℃活化20min,制得活化硅粉;

[0039] (3) 将1重量份的二苯并呋喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到40℃,保持30min,得到二苯并呋喃溶液;

[0040] (4) 在20重量份的水中,加入5重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至60℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0041] (5) 加料完成后,继续反应8h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0042] 实施例4

[0043] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0044] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3wt%的氢氧化钠溶液;

[0045] (2) 将10重量份的硅粉加入到25重量份的水中,在64℃活化25min,制得活化硅粉;

[0046] (3) 将0.5重量份的二苯并呋喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到50℃,保持30min,得到二苯并呋喃溶液;

[0047] (4) 在20重量份的水中,加入3重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至60℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0048] (5) 加料完成后,继续反应12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0049] 对比例1

[0050] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0051] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3wt%的氢氧化钠溶液;

[0052] (2) 将10重量份的硅粉加入到24重量份的水中,在65℃活化30min,制得活化硅粉;

[0053] (3) 在20重量份的水中,加入4重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉,并滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0054] (4) 加料完成后,继续反应12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0055] 对比例2

[0056] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0057] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3wt%的氢氧化钠溶液;

[0058] (2) 将10重量份的硅粉加入到24重量份的水中,在65℃活化30min,制得活化硅粉;

[0059] (3) 将0.8重量份的二苯并呋喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到45℃,保持40min,得到二苯并呋喃溶液;

[0060] (4) 在20重量份的水中,加热至70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时辅以50KHz超声波处理,并滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0061] (5) 加料完成后,继续反应12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0062] 对比例3

[0063] 一种蓝宝石抛光用大粒径低粘度硅溶胶的制备方法,包括以下步骤:

[0064] (1) 称取一定量的氢氧化钠加入到水中,制成3wt%的氢氧化钠溶液;

[0065] (2) 将10重量份的硅粉加入到24重量份的水中,在65℃活化30min,制得活化硅粉;

[0066] (3) 将0.3重量份的二苯并呋喃加入到15重量份的乙醇中,搅拌混合均匀,并加热到45℃,保持40min,得到二苯并呋喃溶液;

[0067] (4) 在20重量份的水中,加入4重量份的丙三醇,搅拌混合均匀,并加热至70℃,然后,缓慢加入所述活化硅粉和所述二苯并呋喃溶液,同时辅以50KHz超声波处理,并滴加所述氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的滴加速度和滴加量以维持反应体系pH为9~10为准;

[0068] (5) 加料完成后,继续反应12h,自然冷却后减压抽滤,即得大粒径低粘度硅溶胶。

[0069] 将以上所有实施方式所得硅溶胶采用透视电镜、粘度计进行测量,并按照CN103450812的实施例1配制抛光液进行抛光对比,具体效果见表1(均为中间值或平均值)。

[0070] 表1实施方式效果对比

[0071]

实施方式	粒径 nm	粘度 CPS	稳定期	表面粗糙度 nm	切削速率 $\mu\text{m/h}$
实施例 1	172	3.2	12 个月	0.124	4.85
实施例 2	176	3.3	10 个月	0.135	4.88
实施例 3	180	3.2	10 个月	0.149	4.93
实施例 4	161	3.5	10 个月	0.157	4.80
对比例 1	136	3.9	10 个月	0.453	2.91

[0072]

对比例 2	160	3.6	8 个月	0.395	2.86
对比例 3	149	3.5	10 个月	0.398	2.77

[0073] 虽然,上文中已经用一般性说明及具体实施方案对本发明作了详尽的描述,但在本发明基础上,可以对之作一些修改或改进,这对本领域技术人员而言是显而易见的。因此,在不偏离本发明精神的基础上所做的这些修改或改进,均属于本发明要求保护的范围。