

401375

申請日期	86.8.27
案 號	86112305
類 別	C01B 3/02

年 月 日	8 修正 補充
-------	------------

公 告 本

C4

(以上各欄由本局填註) 第 86112305 號說明書首頁修正頁 修正日期:88.12.28

發 明 專 利 說 明 書			401375
一、發明 名稱	中 文	玻璃狀碳及其製造方法	
	英 文	Glassy Carbon and Process for Production Thereof	
二、發明 人	姓 名	1.齊藤一夫 2.石松毅志	
	國 籍	日本	
	住、居所	東京都足立區西新井榮町 1-18-1	
三、申請人	姓 名 (名稱)	日清紡績股份有限公司	
	國 籍	日本	
	住、居所 (事務所)	東京都中央區日本橋人形町 2 丁目 31 番 11 號	
	代 表 人 姓 名	望月朗宏	

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝

訂

線

401375

申請日期	86.8.27
案 號	86112305
類 別	C01B 3/02

年 月 日	8 修正 補充
-------	------------

公 告 本

C4

(以上各欄由本局填註) 第 86112305 號說明書首頁修正頁 修正日期:88.12.28

發 明 專 利 說 明 書			401375
一、發明 名稱	中 文	玻璃狀碳及其製造方法	
	英 文	Glassy Carbon and Process for Production Thereof	
二、發明 人	姓 名	1.齊藤一夫 2.石松毅志	
	國 籍	日本	
	住、居所	東京都足立區西新井榮町 1-18-1	
三、申請人	姓 名 (名稱)	日清紡績股份有限公司	
	國 籍	日本	
	住、居所 (事務所)	東京都中央區日本橋人形町 2 丁目 31 番 11 號	
	代 表 人 姓 名	望月朗宏	

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝

訂

線

401375

(由本局填寫)

承辦人代碼：

大 類：

I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國 (地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， ☒ 有 ☐ 無主張優先權
日本 1996/08/28 8-247084

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

本發明係有關於玻璃狀碳及其製造方法。

玻璃狀碳除了具有耐熱性、耐蝕性及導電性之碳材料性質之外，由其特徵緻密的非晶質構造所由來之強韌性，氣體不透過性、微發塵性以外，和金屬材料比起來具有低比重，因而被應用在磁性記錄媒體用基板或電子產業使用之半導體製造裝置構件等。

另一方面，隨著磁性記錄媒體之磁氣密度之高度化，希望有缺陷更少之高精度磁性記錄媒體用基板，此外，作為半導體製造裝置構件，近年來隨著半導體集積回路之高密度化，亦即微細加工線幅之微細化，開始重視以往未發生之細微粉塵發生之問題，特別對於半導體之電漿蝕刻加工用之電漿蝕刻用電極板，希望蝕刻時從電極板發生之粉塵微細而且其發生量較少。

但是，以往之磁性記錄媒體用基板與半導體製造構件所用之玻璃狀碳具有緻密的非晶質構造，可發現具有微發塵性，在表面或內部存在有微觀上之微細孔或缺緻密性之非均質部分(缺陷)，所以在其內部易殘留氣體，即使在表面設置磁氣記錄層，在上述表面之缺陷或內部殘留氣體在磁氣記錄層會局部存在而易造成不均一的缺點。此外，當使用此種玻璃狀碳作為電漿蝕刻用電極板時，上述表面或內部缺陷部分會因蝕刻時之異常放電引起組織破壞，而具有成為微細粉塵發生源之缺點。

本發明乃以提供一種表面與內部無缺陷，內部不殘留氣體，特別是當用作磁氣記錄媒體用基板與電漿蝕刻

五、發明說明(2)

用電極板時，幾乎不會使磁氣記錄層不均一，亦幾乎不發生微細粉塵之玻璃狀碳及其製造方法為目的。

為了達成上述目的，本發明所採用之玻璃狀碳之構成為一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結而得之玻璃狀碳，其特徵在於上述苯酚樹脂為：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。同樣地為達成上述目的，本發明所採用之玻璃狀碳之製造方法為一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結以製造玻璃狀碳之製造方法，其特徵在於上述苯酚樹脂使用：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。

以下詳細說明本發明。

本發明之玻璃狀碳，如上所述將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結所得者，本發明使用之苯酚樹脂，可使用溶於親水性有機溶劑之苯酚樹脂。具體言之，有可溶酚醛(resol)系苯酚樹脂，酚醛清漆(novolac)系苯酚樹脂。由於可溶酚醛系苯酚樹脂與親水性有機溶劑之相容性高故較佳，更佳的是液狀之可溶酚醛系苯酚樹脂。

上述苯酚樹脂之數量平均分子量以 300~500 為佳，數量平均分子量如較 300 為小，苯酚樹脂硬化時生成之

五、發明說明 (3)

每單位重量之水量變多，在硬化中苯酚樹脂會因水份而容易產生氣泡。而當數量平均分子量大於 500 時，如以下說明，當作為苯酚樹脂溶液時粘度高，當將苯酚樹脂溶液流入成型模具時，氣泡不易逸出，所以得到之玻璃狀碳容易產生缺陷。

本發明之玻璃狀碳乃是由溶液狀之上述苯酚樹脂得到者。此苯酚樹脂溶液之溶劑為了使苯酚樹脂熱硬化時所生成的水在樹脂中可均一地分散，乃使用親水性有機溶劑。

上述親水性有機溶劑之例子有：四氫呋喃(THF)、二噁烷等醚類；二甲基甲醯胺(DMF)、N,N-二甲基乙醯胺等的酸衍生物；丙酮、甲乙基酮等酮類；乙腈、丙腈等的腈類；甲醇、乙醇、丙醇、丁醇、異丁醇、異甲苯醇、甲苯醇等的醇類與酚類。其中又以沸點在 100 °C 以下之樹脂硬化時溶劑易於除去者為佳。此外，甲醇、乙醇、正-丙醇、異丙醇、正-丁醇、二級丁醇、等碳數為 1~5 之低碳醇，因為樹脂溶液的粘度比較低，樹脂濃度可較高而特別佳。亦可混合 2 種以上之親水性有機溶液供使用。

此外，上述苯酚樹脂溶液濃度必須在 40~80 重量%之範圍內。

對於上述之苯酚樹脂溶液，由苯酚樹脂硬化時處理之容易程度與混入之氣泡易於脫出的觀點來看，在 25 °C 時粘度在 200~300cp 之範圍較佳，在 200~250cp 的範圍

五、發明說明 (4)

更佳。數量平均分子量 300~500 之苯酚樹脂，樹脂濃度為 40~80 重量%之間，例如上述溶解於醇類之苯酚樹脂溶液，粘度如上述之範圍。

但是，苯酚樹脂之樹脂濃度比 40 重量%低的話，硬化時所需除去之溶劑量變多，樹脂硬化時所花的時間並不經濟，此外樹脂濃度若高於 80 重量%，所得到苯酚樹脂溶液之粘度在 300cp 以上，苯酚樹脂溶液流入成型模具時，混入的氣泡不易逸出，所以得到之玻璃狀碳容易產生缺陷。

再者上述苯酚樹脂溶液，在以 150 °C 加熱板方法之凝膠化時間在 80~150 秒範圍者較佳，更佳為 100~130 秒之範圍。若凝膠化之時間太短的話，流入苯酚樹脂時之混入氣泡難以逸出，此外若凝膠化之時間太長，浪費苯酚樹脂硬化的時間，並不經濟。

而且對於上述苯酚樹脂溶液，並不需加入硬化劑，若添加硬化劑或硬化促進劑，硬化之苯酚樹脂分子構造易變成微視地不均一，燒結之玻璃狀碳產生粒界之情況就不好了。

本發明之玻璃狀碳是以上述苯酚樹脂溶液作為原料，依照本發明之製造方法，如下所述來製造。亦即，首先需要先將上述之苯酚樹脂溶液過濾，除去不純物，此步驟並沒有特別地限定，例如可以 1~10 μ m 之過濾器經加壓過濾方法等。

接著將過濾之苯酚樹脂溶液，在聚對苯二甲酸乙二

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (5)

酯(PET)薄膜上鑄造，於 50~200 °C 之範圍加熱，使苯酚樹脂硬化。具體實施例中並沒有明示，首先在 40 小時內從 70 °C 昇溫到 85 °C，從苯酚樹脂硬化後，脫離上述 PET 薄膜之模具，接著在 10 小時內由 90 °C 昇溫到 100 °C，使苯酚樹脂作進一步之硬化。而且在加熱初期階段最好在潔淨室內進行。

再者，上述所得到之苯酚樹脂硬化物，依照所需的砂帶等進行研磨，調整厚度後，特別厚之苯酚樹脂硬化物，容易在內部殘留苯酚樹脂溶液之溶劑及在硬化時殘留生成水等之脫氣成分。一旦進行下面所述之燒結步驟，可急速地將脫氣成分散發，使苯酚樹脂硬化物產生分裂，在氧化性氣氛下花費時間加熱到 200 °C，待苯酚樹脂完全硬化一齊將溶劑與脫氣成分除去者較佳。

而且，苯酚樹脂硬化物表面所生成之苯酚樹脂，經過氧化後產生之皮膜，在此階段以研磨方式將之除去。

確定玻璃狀碳的用途後，由於經過下列燒結步驟變成玻璃狀碳之後，很難以該用途之合適形狀來進行加工，因此在苯酚樹脂硬化物之階段，以挖洞加工與研削加工等步驟，保持最終目的形狀之相似形者較佳。類似這種情況之加工，當本發明之玻璃狀碳作為電漿蝕刻電極板的情況時，氣體噴出孔等的孔加工以及將硬碟基板切成環形圓盤狀中心挖洞為代表，在燒結步驟中苯酚樹脂硬化物產生收縮，換言之期望藉由孔加工使孔收縮(例如在 1000 °C 下燒結，苯酚樹脂硬化物之原料約收縮 83%)

五、發明說明(6)

必要時可依照上述加工製成的苯酚樹脂硬化物，經過最終燒結，變換成本發明之玻璃狀碳，此燒結步驟至少以兩階段進行較佳。亦即，首先在非氧化性氣氛下，以 $2\sim 20^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 之昇溫速度加熱到 1000°C ，上述苯酚樹脂硬化物為玻璃狀碳原板，薄的苯酚樹脂硬化物可使昇溫速度加快，無法激急地促使熱分解物的脫氣，因此最好勤快地控制昇溫速度。

接下來，非氧化性氣氛下，以 $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下之昇溫速度加熱到 $1200\sim 2000^{\circ}\text{C}$ ，到達最終溫度時，可將殘留在玻璃狀碳原板之熱分解物脫氣成分除去，特別是當用作磁性記錄媒體用基板之用途時，可將殘存之有害水份除去。

此外，上述所得之玻璃狀碳原板，按照所需進行切削與研磨來調整外形，經過研光(lapping)將去除彎曲部分，一齊進行厚度加工，且經過磨光(polishing)，最後可得到無顆粒且具合適表面粗糙度之玻璃狀碳成形品者較佳。

而且，將附著在玻璃狀碳原板表面之油分與研磨劑等污染與不純物等，溶解於適當的液狀組合物中，並且放置在超音波中進行除去洗淨步驟，也可在高溫減壓氣氛下與鹵素作用，將玻璃狀碳原板中及表面所含之不純物進行脫灰純化過程之組合也可以。

產業上之可能利用性

五、發明說明(7)

如上述所得之玻璃狀碳，具有緻密且均質之非晶質構造，不但不缺乏微視之微細孔與緻密性，而且表面與內部也沒有缺陷，為高強度且等方向性之玻璃狀碳。

使用上述本發明之玻璃狀碳作為磁性記錄媒體用基板，由於該玻璃狀碳之表面無缺陷，且內部無殘留氣體，因此可設計成均一的磁性記錄層。

此外，使用上述本發明之玻璃狀碳作為電漿蝕刻用電極時，由於此玻璃狀碳之表面以及內部皆沒有缺陷，不但開始時可作為蝕刻電極板，而且在電極消耗期間也難以引起異常放電，由於並沒有發生微細之灰塵，因而使晶圓微細加工之原材料利用率變得更好。

根據以上之描述，在本發明中加熱使苯酚樹脂產生硬化時，從如何使生成之水分減少，且如何使玻璃狀碳中之水分均一地分散、除去由水分所生成的氣泡之觀點而言，提出脫氣(脫水蒸氣，脫溶劑)與防止各種熱硬化時增大粘度(硬化)及其平衡方法，使氣體無法在玻璃狀碳中形成，而可均質地進行熱硬化，此均質樹脂硬化物進行燒結時，可得到無缺陷之玻璃狀碳。

實施例

以下藉本發明之實施例，作更詳細的說明。

以下實施例之粘度是使用 B 型粘度計，於 25℃ 下、以 2 號旋轉棒、回轉數 30rpm 之條件進行測定。

凝膠化之時間以 JIS K 6909 方法為基準，將樹脂溶液 5g 承載於維持在 $150 \pm 1^\circ\text{C}$ 之加熱板上，以金屬製之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(8)

湯匙連續攪拌，測定至無法攪拌所花費的時間。

磁性膜密著性以 JIS K 5400-1990 上記載之 X 狀切口帶子之試驗為標準。其評估方法如下。設置在基板上之磁性膜，經裁斷器在基板面切出相互貫通交叉 30 度角之長 40mm 之切口，在此 X 狀切口上附著賽璐玢粘著帶，手持粘著帶之一端，瞬時將磁性膜依垂直方向撕下，此時 X 狀切傷部之剝落情形，藉由目視作成以下表 1 之評估。

表 1

評估之點數	X 狀切傷部之狀態
10	沒有剝落
8	交叉點沒有剝落，僅有 X 狀切傷部剝落
6	從 X 狀切傷部交叉點之各方向 1.5mm 以內範圍產生剝落
4	從 X 狀切傷部交叉點之各方向 3mm 以內範圍產生剝落
2	大部分 X 狀切傷部產生剝落
0	剝落之範圍比 X 狀切傷部還大

實施例 1

將數量分子量 400，樹脂濃度 62 重量%之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25℃之粘度：250cp，凝膠化時間：115 秒)於潔淨室內以孔徑 3 μ m 之過濾器過濾，流入 PET 製之玻璃製品達 6mm 厚，在 30 小時之內加熱到 85℃後，維持相同溫度 10 小時。苯酚樹脂從 PET 製之玻璃製品中脫離模型後，接著在 5 小時內加熱到 90℃，5 小時內加熱到 100℃，經硬化後得到苯酚樹脂硬化物。

所得之苯酚樹脂硬化物以研磨機研磨成厚度 2mm，

五、發明說明 (9)

以 NC 絞刀盤切成外徑 88mm、內徑 10mm 之環狀，並以 CNC 旋盤研磨成 1.2mm 之厚度。

成形後之上述苯酚樹脂硬化物，於燒結爐中之非氧化性氣氛下，以每小時上升 18℃ 之昇溫速度加熱到 1000℃，接著以每小時 2℃ 之昇溫速度加熱到 1300℃，加工燒結後得到玻璃狀碳原板。

上述玻璃狀碳原板以研磨機研磨成外徑 65mm、內徑 20mm 之環狀，以研光機(lapping machine)加工成平面度 2 μm、厚度 640 μm，接著以磨光器(polishing machine)使表面之粗糙度 Ra 維持在 1nm 以下，最大表面粗糙度 Rmax 在 10nm 以下，最後滾壓量(roll-off)為 15nm 以下，並由玻璃狀碳得到硬碟基板。

在製得之硬碟基板上，利用磁控管噴鍍裝置(ANERBA 製 L-430S)，層疊成 1000 疊宏扭 h、500 疊 W 層、200 疊宋脛 h，以 SEM 觀察之。此外，置設在基板上疊層之密著性，以 X 狀切口試驗為標準來進行測定。

製得之硬碟基板表面上無球粒、氣孔等的缺陷，曲強度為 17kg/mm²，密度 1.58g/cm³，此外由於基板內部並無積存水分子，且在膜中不發生脫氣，使基板表面具有良好的均一密著性，因此可形成良好保磁性之磁性膜。結果如表 2 所示。

實施例 2

如實施例 1，除了使用分子量 460，樹脂濃度 45 重量%之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25℃之粘度：

裝

訂

△

1

1

11

1

五、發明說明(11)

255cp，凝膠化時間：115秒)之外，其他與實施例1相同，沒有發生顆粒、氣孔等表面缺陷以及基板內部殘存水分子，得到曲強度為 17kg/mm^2 、密度 1.58g/cm^3 之硬碟基板。該硬碟基板表面之均一密著性佳，可形成良好保磁性之磁性膜。結果如表2所示。

實施例6

如實施例1，除了將苯酚樹脂甲醇溶液加熱硬化，20小時內加熱到 90°C ，同溫度下維持15小時，同樣地在5小時內加熱到 100°C 之外，其他與實施例1相同，沒有發生顆粒、氣孔等表面缺陷以及基板內部殘存水分子，得到曲強度為 16kg/mm^2 、密度 1.57g/cm^3 之硬碟基板。該硬碟基板表面之均一密著性佳，可形成良好保磁性之磁性膜。結果如表2所示。

實施例7

如實施例1，除了成形之樹脂原板上之最終燒結溫度為 1200°C 之外，其他與實施例1相同，沒有發生顆粒、氣孔等表面缺陷以及基板內部殘存水分子，得到曲強度為 16kg/mm^2 、密度 1.57g/cm^3 之硬碟基板。該硬碟基板表面之均一密著性佳，可形成良好保磁性之磁性膜。結果如表2所示。

實施例8

如實施例1，除了成形之樹脂原板上最終燒結溫度為 1500°C 之外，其他與實施例1相同，沒有發生顆粒、氣孔等表面缺陷以及基板內部殘存水分子，得到曲強度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(12)

為 16kg/mm^2 、密度 1.57g/cm^3 之硬碟基板。該硬碟基板表面之均一密著性佳，可形成良好保磁性之磁性膜。結果如表 2 所示。

實施例 9

如實施例 1，除了成形之樹脂原板上最終燒結溫度為 1600°C 之外，其他與實施例 1 相同，沒有發生顆粒、氣孔等表面缺陷以及基板內部殘存水分子，得到曲強度為 16kg/mm^2 、密度 1.56g/cm^3 之硬碟基板。該硬碟基板表面之均一密著性佳，可形成良好保磁性之磁性膜。結果如表 2 所示。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表 2

	苯酚樹脂數量 平均分子量	樹脂溶液濃度 (wt%) 溶劑	粘度 (cp)	凝膠化時間 (sec)	苯酚樹脂硬化溫 度(°C)/保時間(hr)	燒結溫度(°C)/昇 溫溫度(°C/hr)	曲強度 (kg/mm ²)	密度 (g/cm ³)	磁性膜的 密著性	磁氣保持力 (Oe)
實施例 1	400	62/MeOH	250	115	第一次 85/10 第二次 90/5 第三次 100/5	第一次 1000/18 第二次 2000/2	17	1.58	10	2300
實施例 2	460	45/MeOH	240	100	↑	↑	17	1.58	10	2250
實施例 3	320	75/MeOH	240	135	↑	↑	17	1.58	10	2350
實施例 4	400	62/EtOH	265	110	↑	↑	17	1.58	10	2350
實施例 5	400	62/IPA	255	115	↑	↑	17	1.57	10	2400
實施例 6	400	62/MeOH	250	115	第一次 90/15 第二次 100/5	↑	16	1.57	10	2250
實施例 7	400	62/MeOH	250	115	第一次 85/10 第二次 90/5 第三次 100/5	第一次 1000/18 第二次 1200/2	16	1.57	10	2300
實施例 8	400	62/MeOH	250	115	↑	第一次 1000/18 第二次 1500/2	16	1.57	10	2350
實施例 9	400	62/MeOH	250	115	↑	第一次 1000/18 第二次 1600/2	16	1.57	10	2200

五、發明說明 (13)

五、發明說明(14)

比較實施例 1

與實施例 1 之相同條件，除了使用數量平均量 250，樹脂濃度 85 重量%之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25℃之粘度：400cp，凝膠化時間：600 秒)之外，製得碳硬碟基板，接下來之步驟與實施例 1 相同，進行薄膜之製作。所得之基板表面存有 0.2mm 大小之缺陷 100 個，曲強度 10kg/mm^2 、密度 1.47g/cm^3 之低強度之碳材，磁氣保持力相當低為 1250Oe。其他的測定結果如表 3 所示。

比較實施例 2

使用數量平均量 600，樹脂濃度 35 重量%之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25℃之粘度：450cp，凝膠化時間：60 秒)之外，其他與實施例 1 之條件相同，得到碳硬碟基板，接下來之步驟與實施例 1 相同進行薄膜的製作。所得之基板表面大都存有數不完之 0.5mm 大小之缺陷，曲強度 8kg/mm^2 、密度 1.42g/cm^3 之低強度之碳材，也無法偵測低磁氣保持力。其他的測定結果如表 3 所示。

比較實施例 3

使用與實施例 1 相同之樹脂溶液，除了燒結時間為 1000℃之外，其他之條件與實施例 1 相同製作碳硬碟。為了噴鍍磁氣薄膜，放入真空室減壓，由於大部分無法充分脫氣成真空狀態，曲強度 15kg/mm^2 、密度 1.57g/cm^3 ，磁氣保持力相當低為 800Oe。其他的測定結果如表 3 所示。

五、發明說明 (15)

比較實施例 4

使用與實施例 1 相同之樹脂溶液，除了燒結時間為 3000 °C 之外，其他之條件與實施例 1 相同製作碳硬碟。所得之基板表面存有 0.2mm 大小之缺陷 200 個，曲強度 12kg/mm²、密度 1.25g/cm³ 低強度碳材，磁氣保持力相當低為 800Oe。其他的測定結果如表 3 所示。

比較實施例 5

使用與實施例 1 相同之樹脂溶液，進行 85 °C 到 100 °C 之熱硬化，並在 1300 °C 下進行燒結。其結果並沒有保留樹脂原板之形狀，且產生氣泡，因而無法得到碳板。

比較實施例 6

使用與實施例 1 相同之樹脂溶液，鑄造後進行 250 °C，10 小時之熱硬化。由硬熱化終了的狀態觀察得知，有許多的氣泡產生，因而無法進行燒結步驟。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表 3

	苯酚樹脂數量 平均分子量	樹脂溶液濃度 (wt%)/溶劑	粘度 (cp)	凝膠化 時間(sec)	苯酚樹脂硬化溫度 (°C)/保持時間(hr)	燒結溫度(°C)/ 昇溫溫度(°C/hr)	曲強度 (kg/mm ²)	密度 (g/cm ³)	磁性膜的 密著性	磁氣保持力 (Oe)
比較實施例 1	250	85	400	600	第一次 85/10 第二次 90/5 第三次 100/5	第一次 1000/18 第二次 2000/2	10	1.47	4	1250
比較實施例 2	600	35	450	60	↑	↑	8	1.42	4	<800
比較實施例 3	400	62/MeOH	250	115	第一次 85/10 第二次 90/5 第三次 100/5	第一次 1000/18	15	1.57	6	800
比較實施例 4	400	62/MeOH	250	115	第一次 85/10 第二次 90/5 第三次 100/5	第一次 3000/18	12	1.25	6	800

五、發明說明 (16)

五、發明說明(17)

實施例 10

將分子量 400，樹脂濃度 62 重量%之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25℃之粘度：260cp，凝膠化時間：115秒)於潔淨室內以孔徑 3 μ m 之過濾器過濾，流入 PET 製之玻璃製品達 7mm 厚，在 30 小時之內加熱到 85℃後，維持相同溫度 10 小時。一旦苯酚樹脂由 PET 製之玻璃製品中脫離模型後，接著在 5 小時內加熱到 90℃，5 小時內加熱到 100℃，得到硬化後的樹脂原板。

將樹脂原板以研磨機切削研磨成厚 6.7mm，花 70 小時由 100℃加熱到 200℃，使樹脂原板完全硬化，以研磨機研磨成厚 6.0mm，圓盤狀樹脂原板之中央部分空出 519 個孔。

成形後之上述樹脂原板，於燒結爐中之非氧化性氣氛下，以每小時上升 3℃之昇溫速度加熱到 1000℃，接著以每小時 2℃之昇溫速度加熱到 2000℃，加工燒結後得到玻璃狀碳原板。

上述玻璃狀碳原板以研磨機切削研磨成外徑 280mm 之圓盤，以研光機(lapping machine)加工成平面度 10 μ m、厚度 4.00 μ m。接著在機械加工中心將光魚眼座(spot facing)設置圓盤之周邊部，以磨光器加工使原板表面之 Ra 維持在 0.01 μ m 以下，Rmax 在 0.1 μ m 以下，進一步，將鹵素氣體注入 2000℃之純化爐中進行高純化，得到電漿蝕刻電極板。

所得到之電漿蝕刻電極板之表面沒有顆粒、氣孔等

五、發明說明(18)

之表面缺陷，曲強度為 16kg/mm^2 、密度為 1.57g/cm^3 。

而且所得到之電漿蝕刻電極板裝設在平行平板型之電漿蝕刻裝置作為上部電極板，使用 CF_4 與 CHF_3 為反應氣體，以氬氣為載氣，分別以 20/20/400sccm 之條件流入，以反應室內壓力 350mTorr，電力 800w 之條件進行矽晶圓氧化膜的蝕刻。一枚晶圓放電時間 60 秒後，以光學式計數器測定殘存在晶圓上 $0.25\ \mu\text{m}$ 以上之灰塵。此外使用後之電極表面以 SEM 測定時，上述之電漿蝕刻電極板上無表面之缺陷，為極度平滑者。測定結果如表 4 所示。

實施例 11

如實施例 10，除了以分子量 460，樹脂濃度 45 重量 % 之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25 °C 之粘度：240cp，凝膠化時間：100 秒)之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，曲強度 17kg/mm^2 、密度 1.58g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

實施例 12

如實施例 10，除了以分子量 320，樹脂濃度 75 重量 % 之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25 °C 之粘度：240cp，凝膠化時間：135 秒)之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，及基板內無殘存之水份，曲強度 17kg/mm^2 、密度 1.58g/cm^3 之電漿蝕刻電極板

五、發明說明 (19)

。此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

實施例 13

如實施例 10，除了以分子量 400，樹脂濃度 62 重量 % 之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液 (25 °C 之粘度：265cp，凝膠化時間：110 秒) 之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，及基板內無殘存的水份，曲強度 17kg/mm^2 、密度 1.58g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

實施例 14

如實施例 10，除了以分子量 400，樹脂濃度 62 重量 % 之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液 (25 °C 之粘度：255cp，凝膠化時間：115 秒) 之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，及基板內無殘存的水份，曲強度 17kg/mm^2 、密度 1.58g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

實施例 15

如實施例 10，除了苯酚樹脂甲醇溶液之加熱硬化，於 20 小時內加熱到 90 °C，同溫度下維持 15 小時，在 5 小時內加熱到 100 °C 之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，及基板內無殘存的水份，曲強度 16kg/mm^2 、密度 1.57g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (20)

此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

實施例 16

如實施例 10，除了成形之樹脂原板之最終燒結溫度為 1600°C 之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，及基板內無殘存的水份，曲強度 16kg/mm^2 、密度 1.56g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

實施例 17

如實施例 10，除了成形之樹脂原板之最終燒結溫度為 1800°C 之外，其他與實施例 10 相同，得到表面無顆粒、氣孔等之缺陷，及基板內無殘存的水份，曲強度 16kg/mm^2 、密度 1.56g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。此電漿蝕刻電極板進行電漿蝕刻時，灰塵發生量很少，產生之灰塵也相當細微。測定結果如表 4 所示。

比較實施例 7

如實施例 10，除了分子量 200，樹脂濃度 60 重量% 之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液 (25°C 之粘度： 100cp ，凝膠化時間： 250 秒) 之外，其他與實施例 10 相同，可看見表面顆粒、氣孔等之缺陷，得到曲強度 16kg/mm^2 、密度 1.55g/cm^3 之電漿蝕刻電極板。使用此電漿蝕刻電極板時，產生一些灰塵。測定結果如表 4 所示。

比較實施例 8

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(21)

如實施例 10，除了分子量 550，樹脂濃度 55 重量%之可溶酚醛系苯酚樹脂甲醇溶液(25 °C 之粘度：2000cp，凝膠化時間：40 秒)之外，其他與實施例 10 相同，可看見表面之氣泡狀等之缺陷，得到曲強度 15kg/mm²、密度 1.54g/cm³之電漿蝕刻電極板。使用此電漿蝕刻電極板時，產生許多灰塵。測定結果如表 4 所示。

表 4

	異物數 (min)	異物數 (max)	平均值 (n=10)	SEM 觀測
實施例 10	0	3	1.2	平滑
實施例 11	0	3	1.5	平滑
實施例 12	0	5	1.8	平滑
實施例 13	1	2	1.5	平滑
實施例 14	0	2	1.0	平滑
實施例 15	0	2	0.8	平滑
實施例 16	0	5	1.5	平滑
實施例 17	0	2	1.0	平滑
比較例 7	8	18	13.5	有一點缺陷
比較例 8	12	55	33.0	有缺陷

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

系

401375

四、中文發明摘要(發明之名稱：玻璃狀碳及其製造方法)

本發明所採用之玻璃狀碳為一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結而得之玻璃狀碳，其特徵在於上述苯酚樹脂為：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。本發明所採用之玻璃狀碳之製造方法為一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結以製造玻璃狀碳之製造方法，其特徵在於上述苯酚樹脂使用：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。

英文發明摘要(發明之名稱： Glassy Carbon and Process for Production Thereof)

The glassy carbon according to the present invention is obtained by heat-curing a phenolic resin and firing the cured-phenolic resin in a non-oxidizing atmosphere, wherein the phenolic resin has a number-average molecular weight of 300-500 and is used in the form of a hydrophilic organic solvent solution containing 40-80% by weight of the phenolic resin; and the process for producing a glassy carbon according to the present invention comprises heat-curing a phenolic resin and firing the cured-phenolic resin in a non-oxidizing atmosphere, wherein the phenolic resin has a number-average molecular weight of 300-500 and is used in

401375

四、中文發明摘要(發明之名稱：玻璃狀碳及其製造方法)

本發明所採用之玻璃狀碳為一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結而得之玻璃狀碳，其特徵在於上述苯酚樹脂為：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。本發明所採用之玻璃狀碳之製造方法為一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結以製造玻璃狀碳之製造方法，其特徵在於上述苯酚樹脂使用：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。

英文發明摘要(發明之名稱： Glassy Carbon and Process for Production Thereof)

The glassy carbon according to the present invention is obtained by heat-curing a phenolic resin and firing the cured-phenolic resin in a non-oxidizing atmosphere, wherein the phenolic resin has a number-average molecular weight of 300-500 and is used in the form of a hydrophilic organic solvent solution containing 40-80% by weight of the phenolic resin; and the process for producing a glassy carbon according to the present invention comprises heat-curing a phenolic resin and firing the cured-phenolic resin in a non-oxidizing atmosphere, wherein the phenolic resin has a number-average molecular weight of 300-500 and is used in

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

本發明之玻璃狀碳為一種表面與內部無缺陷，內部不殘留氣體，特別是當用作磁氣記錄媒體用基板與電漿蝕刻用電極板時，幾乎不會使磁氣記錄層不均一，亦幾乎不發生微細粉塵。

英文發明摘要(發明之名稱:)

the form of a hydrophilic organic solvent solution containing 40-80% by weight of the phenolic resin.

The glassy carbon of the present invention has no defects on the surface or inside and consequently contains no residual gas inside; and, when used particularly as a substrate for magnetic recording medium or as an electrode plate for plasma etching, does not make the magnetic recording layer non-uniform or does not substantially generate any fine dust.

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

本發明之玻璃狀碳為一種表面與內部無缺陷，內部不殘留氣體，特別是當用作磁氣記錄媒體用基板與電漿蝕刻用電極板時，幾乎不會使磁氣記錄層不均一，亦幾乎不發生微細粉塵。

英文發明摘要(發明之名稱:)

the form of a hydrophilic organic solvent solution containing 40-80% by weight of the phenolic resin.

The glassy carbon of the present invention has no defects on the surface or inside and consequently contains no residual gas inside; and, when used particularly as a substrate for magnetic recording medium or as an electrode plate for plasma etching, does not make the magnetic recording layer non-uniform or does not substantially generate any fine dust.

401375

六、申請專利範圍

1.一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結而得之不含孔洞玻璃狀碳，其特徵在於上述苯酚樹脂為：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。

2.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中之親水性有機溶液為醇類。

3.如申請專利範圍第 2 項所述之玻璃狀碳，其中之醇類，擇自由甲醇、乙醇、丙醇、或丁醇所構成群組之至少一種。

4.如申請專利範圍第 1 或 2 或 3 項所述之玻璃狀碳，其中苯酚樹脂溶液在 25°C 之粘度為 200~300cp。

5.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中苯酚樹脂溶液之凝膠化時間為 80~150 秒。

6.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中硬化溫度為 50~200°C。

7.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中燒結溫度為 1200°C~2000°C。

8.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其為無氣孔者。

9.一種磁性記錄媒體用基板，係由如申請專利範圍第 1，2，3，4，5，6，7，或 8 項所述之玻璃狀碳所構成。

10.一種電漿蝕刻用電極板，係由如申請專利範圍第

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

401375

六、申請專利範圍

1.一種將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結而得之不含孔洞玻璃狀碳，其特徵在於上述苯酚樹脂為：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。

2.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中之親水性有機溶液為醇類。

3.如申請專利範圍第 2 項所述之玻璃狀碳，其中之醇類，擇自由甲醇、乙醇、丙醇、或丁醇所構成群組之至少一種。

4.如申請專利範圍第 1 或 2 或 3 項所述之玻璃狀碳，其中苯酚樹脂溶液在 25°C 之粘度為 200~300cp。

5.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中苯酚樹脂溶液之凝膠化時間為 80~150 秒。

6.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中硬化溫度為 50~200°C。

7.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其中燒結溫度為 1200°C~2000°C。

8.如申請專利範圍第 1 項所述之玻璃狀碳，其為無氣孔者。

9.一種磁性記錄媒體用基板，係由如申請專利範圍第 1，2，3，4，5，6，7，或 8 項所述之玻璃狀碳所構成。

10.一種電漿蝕刻用電極板，係由如申請專利範圍第

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 或 8 項所述之玻璃狀碳所構成。

11. 一種製造如申請專利範圍第 1 項所述之不含孔洞玻璃狀碳之方法，係將苯酚樹脂加熱使之硬化，再於非氧化性氣氛下燒結以製造玻璃狀碳，其特徵在於上述苯酚樹脂使用：

苯酚樹脂之數量平均分子量：300~500

苯酚樹脂之濃度：40~80 重量%之

親水性有機溶劑之溶液者。

12. 如申請專利範圍第 11 項所述之方法，其中之親水性有機溶液為醇類。

13. 如申請專利範圍第 11 項所述之方法，其中之醇類，擇自由甲醇、乙醇、丙醇、或丁醇所構成群組之至少一種。

14. 如申請專利範圍第 11、12 或 13 項所述之方法，其中苯酚樹脂溶液在 25°C 之粘度為 200~300cp。

15. 如申請專利範圍第 11 項所述之方法，其中苯酚樹脂溶液之凝膠化時間為 80~150 秒。

16. 如申請專利範圍第 11 項所述之方法，其所得之玻璃狀碳為無氣孔者。

17. 如申請專利範圍第 11 項所述之方法，其中在經硬化後以及燒結前，形成適當之形狀。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線