

88/0 222 ✓

報告本

圖式

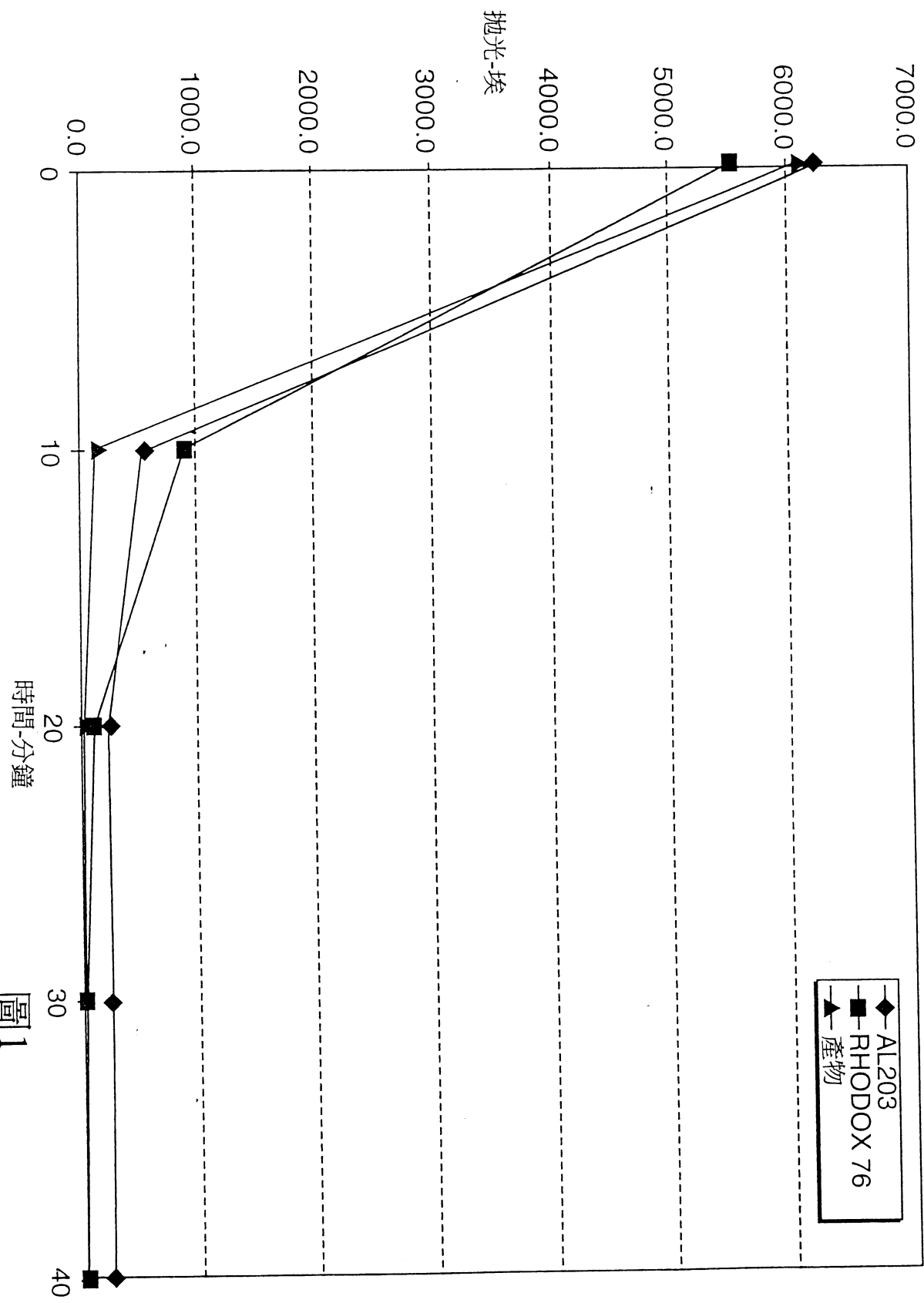


圖 1

圖式

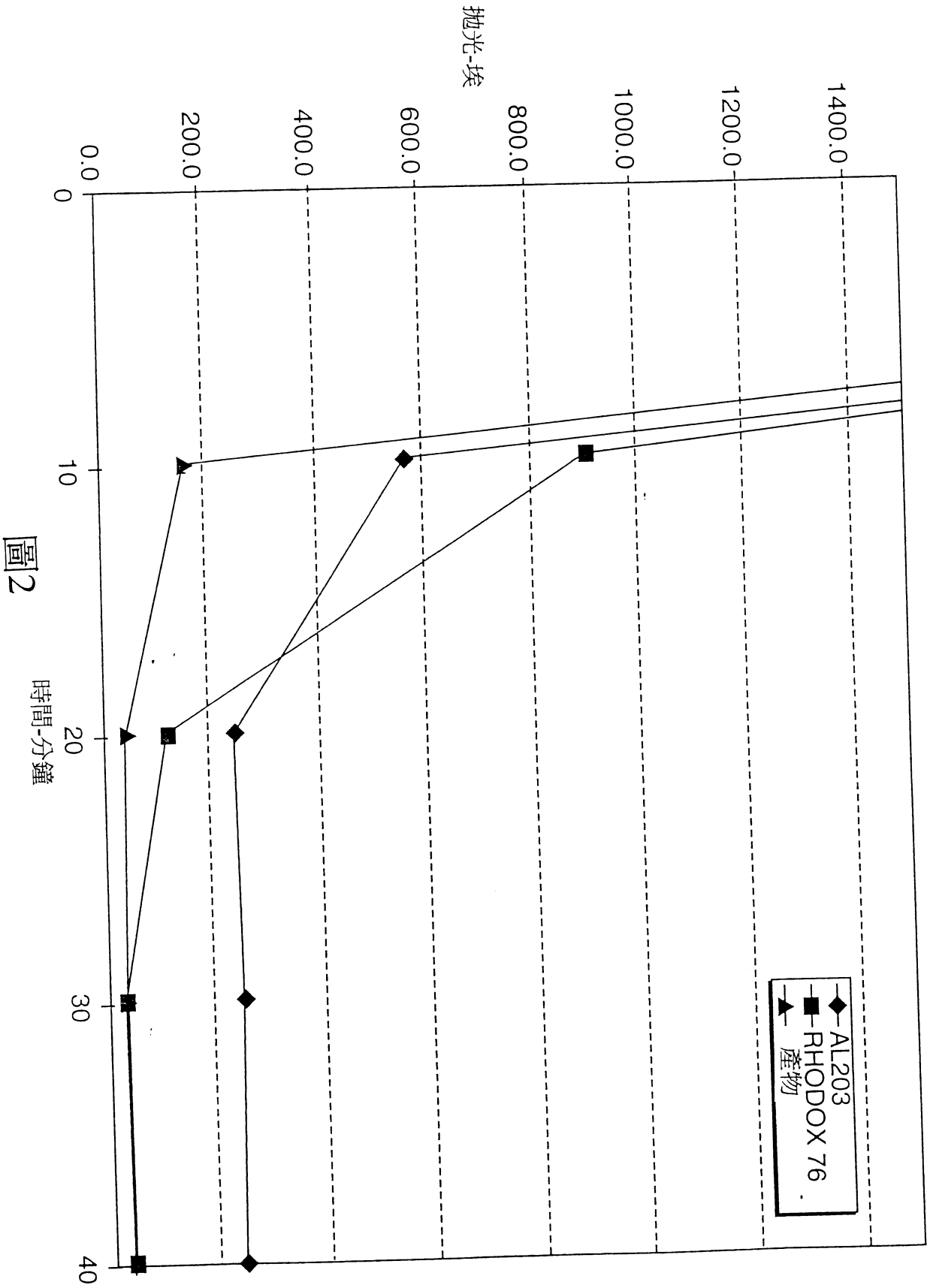
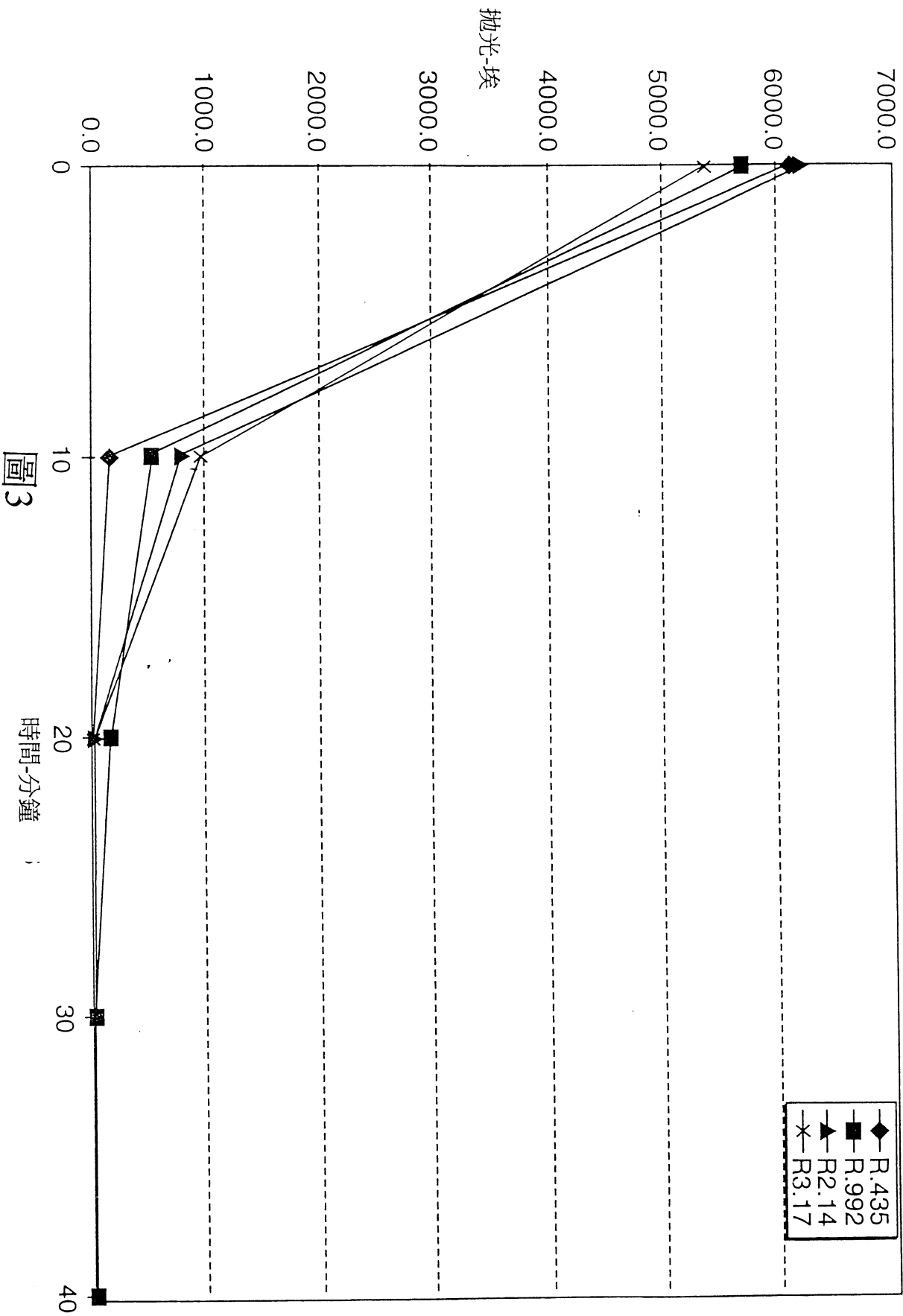


圖2

圖式



圖式

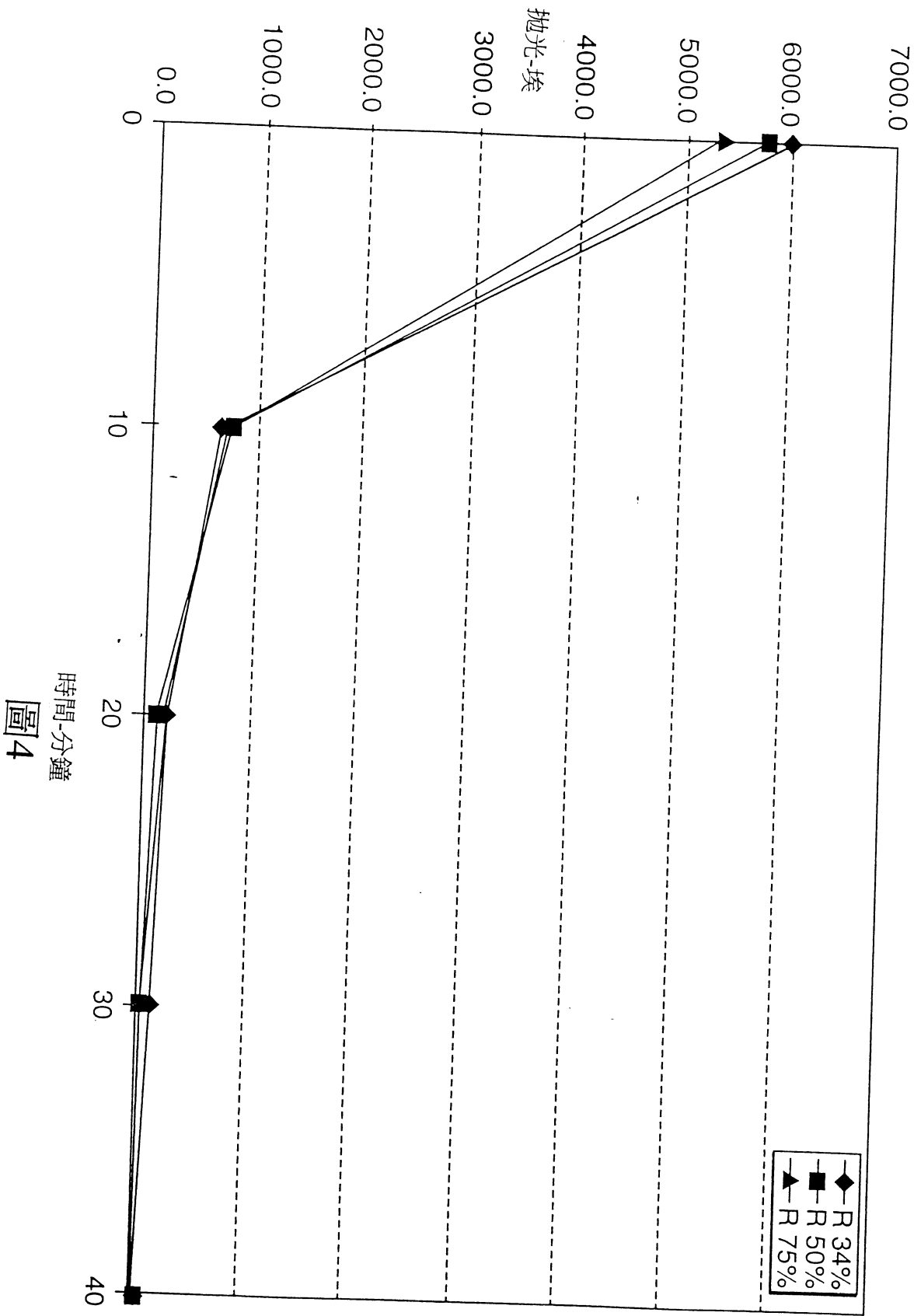


圖4

修正年 4 月 4 日
補正 88102220

修正

I239995

公告

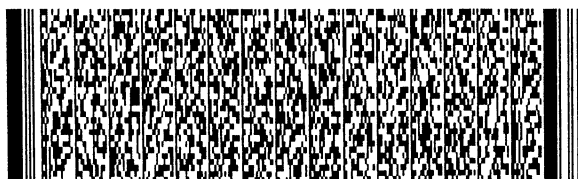
申請日期：88.3.2

類別：C09K 13/60

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、 發明名稱	中文	光學擦亮組合物
	英文	OPTICAL POLISHING COMPOSITION
二、 發明人	姓名 (中文)	1. 雷諾 W. 蘭寇都, SR. 2. 蘭米 史古雷爾
	姓名 (英文)	1. RONALD W. LACONTO, SR. 2. RAMI SCHLAIR
	國籍	1. 美國 2. 美國
	住、居所	1. 美國麻薩諸塞州萊塞斯特市郵政信箱347號 2. 美國麻薩諸塞州紐頓市湖景大道61號
三、 申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 美商聖高拜陶器塑膠公司
	姓名 (名稱) (英文)	1. SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.
	國籍	1. 美國
	住、居所 (事務所)	1. 美國麻薩諸塞州渥塞斯特市紐包德街1號
	代表人 姓名 (中文)	1. 弗克 R. 俄布里奇
	代表人 姓名 (英文)	1. VOLKER R. ULBRICH



本案已向

國(地區)申請專利

申請日期

案號

主張優先權

美國 US

1998/02/18 09/025,730

有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



五、發明說明 (1)

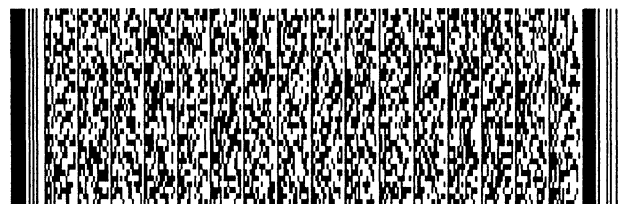
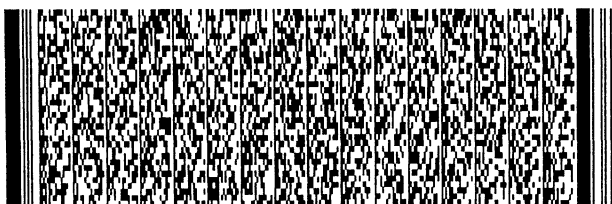
發明背景

本發明有關用以擦亮光學表面之組合物。該經擦亮表面可為玻璃或塑料。

已習知欲製造令人滿意之光學表面必須使該表面無刮痕而且其 R_a 愈低愈好。此 R_a 測量係該表面最高點及最低點與欲擦亮玻璃板垂直平均距離。因此，以次微米規格來看可以接受該表面並非完全平坦，此係最高點與最低點差異之測量標準。很明顯地，該數值愈低則光學澄清度愈佳而且無扭變情形。

不過仍有其他考量，其係達成所需光學性質水準之速度。擦亮玻璃是一種僅於含水環境中進行之化學機械處理。該擦亮化合物必須與玻璃表面與水反應，並對該表面進行磨蝕作用。某些材料諸如氧化銻反應性相當高，但是並非極有磨蝕性。其他材料諸如氧化鋁磨蝕性相當高，但是表面反應性較差。李克拉克於 Journal of Non-Crystalline Solids 120(1990), 152-171，標題為 "玻璃擦亮作用中之化學方法" 詳述此主題。於工業環境中，具有以較短時間代替較長時間完成此方法之優點，此於不欲犧牲品質或可以改善品質情況下特別明顯。

擦亮方法有兩種途徑。首先，使一種於水性介質中之磨蝕粒子淤漿（通常以去離子水為底質）與欲擦亮表面接觸，並以預定方式使一個墊在表面上移動，如此使該淤漿中之磨蝕劑擦亮該表面。第二途徑中，將該磨蝕粒子包覆在一種呈工具形式之樹脂基質中，然後使用該工具擦亮該光學表面。本發明有關第一種使用淤漿之途徑。



五、發明說明(2)

此技藝中已提出各種淤漿組合物。USP 4,576,612在原位產生數量受控制淤漿，其係藉由對一表層提供一個墊進行，該墊包括在樹脂中之磨蝕粒子，其於使用期間溶解而釋放出擦亮粒子。被聲明為適用之粒子包括氧化鈾(氧化鈾"ceria")、氧化鋯(氧化鋯"zirconia")與氧化鐵。

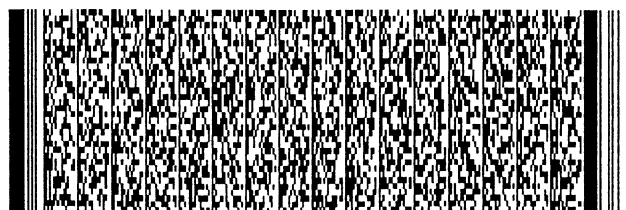
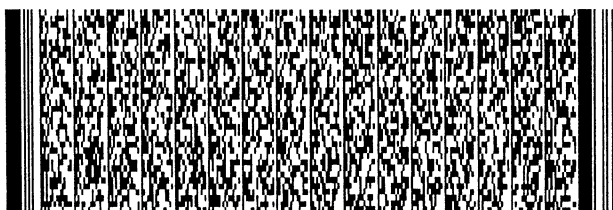
EP 608 730-A1描述一種擦亮光學元件表面之磨蝕淤漿，其包括一種選自氧化鋁、玻璃、鑽石粉末、金剛砂、碳化鎢、碳化矽或氮化硼，其粒子大小最高達1微米。

USP 5,693,239描述一種用以擦亮與平坦化金屬製件之水性淤漿，其包括阿法氧化鋁與其他較軟形式之氧化鋁或非晶相氧化矽之次微米粒子。

用於化學機械擦亮半導體基材之淤漿組合物相關領域中亦存在相當大量作品，而且此等作品通常使用相同磨蝕劑，其分散介質組份不同。

當然，欲成功擦亮玻璃，某些程度上視玻璃硬度而定。擦亮極硬玻璃確實要花費相當長時間，若嚐試使用較硬磨蝕劑之明顯迅速方法，則會產生拋光問題。

先前技藝淤漿組合物通常極有效地達到所需結果。不過其亦需花費相當長時間。已發展一種新穎組合物，其中有兩種氧化物"氧化鋁與氧化鈾"協和作用，如此其交互作用可得到優於任何單一組份作用總和之結果。此組合物可以在遠短於先前技藝淤漿所需時間內獲得極高水準之光學完美性，不需要偶而提高溫度加強反應性。此外，其可以極有效地擦亮硬玻璃，對於玻璃表面僅有少許或無伴隨之損害。其可與"墊"或"人造樹脂"型擦亮裝置合用。



五、發明說明 (3)

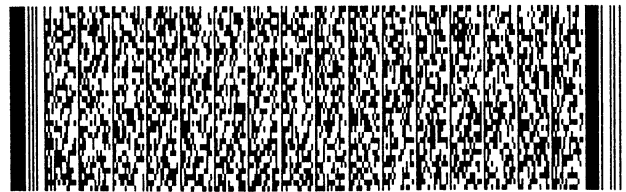
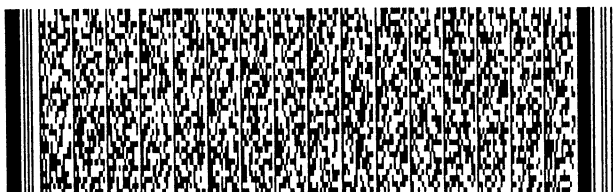
發明詳述

本發明提出一種光學擦亮組合物，其包括一種分散有磨蝕粒子之分散介質，其中該磨蝕劑包括阿法氧化鋁與氧化鈾粒子，氧化鋁對氧化鈾比率自 95:5 至 85:15，自 96:4 至 88:12 更佳。

較佳組合物中，該氧化鋁呈粒子形式，其大小實質上完全為次微米，其中平均粒子大小小於 0.5 微米，自 0.15 至 0.25 微米最佳。此申請案文中，已知所討論之"平均粒子大小"係使用 Horiba L-910 型粒子大小分析器測得之" D_{50} 值"。例如使用 US 4,657,754 所述方法可製得此等氧化鋁。

市售可得之氧化鈾通常以稀土金屬氧化物與氧化鈾之混合物作為最主要組份。其他組份可以包括氧化釹、氧化釷、氧化鐳與氧化釷。亦可存在更微量其他稀土族。實際上，已發現"氧化鈾"之純度無法大幅影響擦亮應用中之磨蝕粒子性能，因此已發現適用於本發明之性質或多或少被所有其他稀土金屬氧化物共同影響，此等稀土金屬氧化物與氧化鈾一起出現在以該名稱銷售之市售材料中。就此敘述目的而言，就產物之重量百分比來看，以氧化鈾為主要組份之稀土金屬氧化物混合物稱為"氧化鈾"。市售"氧化鈾"實例包括(50D1)與"Superox 50"(二者均得自紐約之 Cercoa Pen Yan)，其分別包含約 75% 與 34% 氧化鈾；及"Rhodox 76"(得自 Rhone Poulenc)，其包含約 50% 氧化鈾。

市售之氧化鈾通常為粒子形式，其具有雙峰型粒子大小



五、發明說明 (4)

分佈，分佈尖峰約在粒子大小 0.4 與 4 微米處，較大大小提供該粒子之主體。此現象顯示該粉末之整體 D_{50} 值小於 4，通常自 3-3.5 微米。已發現若藉由將該氧化銻碾磨成粒子大小約 0.2 微米之相當均勻粒子(約 0.4 微米更佳)以約化此分佈，除非該玻璃特別堅硬而且亦需要高度目視完整性，否則該組合物之性能不會受到大幅影響。此等情況下，經常會發現未經碾磨粒子大小分佈更有效。

分散該磨蝕粒子之介質係水性介質，但是可以存在少量可與水互混液體，諸如醇類。使用最常見之去離子水與界面活性劑促使該磨蝕粒子充分分散。該淤漿之固體含量通常自 5 至 15 甚或 20 重量%人造樹脂之稀釋百分比。通常固體含量較低之淤漿擦亮作用較慢，而固體含量較高之淤漿亦有磨蝕劑自該淤漿沉降之問題。因此實際考量指定固體含量係該淤漿含有自 5 至 15 重量%固體，自 8 至 12 重量為佳。

較佳具體實例敘述

現在參考下列實施例進一步敘述本發明，其用以說明本發明效用與改變該氧化銻純度與粒子大小之效果。不過，此等實施例並非用以表示本發明範圍任何必要限制。

實施例 1 此實施例中比較本發明磨蝕混合物與僅含該組份淤漿組合物之性能。

在一個由 Rodal, Inc. 所售且具有 "Suba 500" 擦亮墊之雙側 AC500 Peter Wolters 機器上進行擦亮試驗。該經擦亮玻璃樣本係由熔融氧化矽石英(康寧)製得，其被認為是相當堅硬的玻璃(560-640 Knoop)。

使用三種磨蝕劑各者之 10% 固體淤漿擦亮該樣本。第一



五、發明說明 (5)

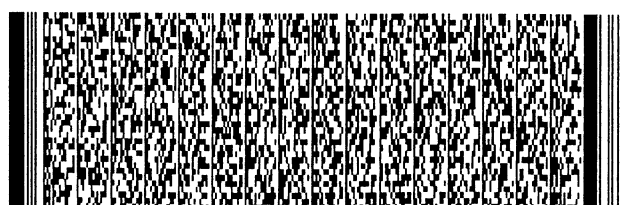
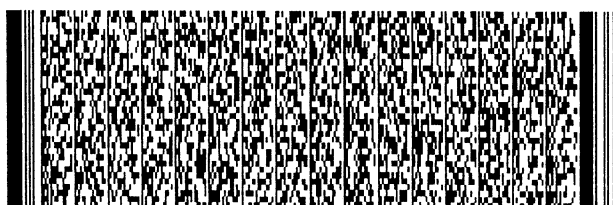
種是100%氧化鋁，第二種是100%氧化鈰，第三種是該氧化鋁與該氧化鈰組份之90:10混合物。該氧化鋁係得自聖高賓工業陶瓷公司(Saint-Gobain Industrial Ceramics, Inc.)，其包括阿法氧化鋁粒子，其大小介於約20至50納米，呈直徑約0.15至0.25微米之粘聚物形式。實質上沒有粘聚物大於1微米。該氧化鈰組份係Rhodox 76，其為一種稀土金屬氧化物產物，包括約50%氧化鈰，其已碾磨成D₅₀約0.4微米粒子大小。該淤漿係由已添加0.07重量%界面活性劑(得自R.T.Vanderbilt，商標為Darvan 811之聚丙烯酸鈉)之去離子水組成。

以時間追蹤以獲得之表面磨光方式表示之性能，並以收集之資料繪圖。其如附圖之圖1所示。圖2顯示放大"磨光"軸之相同資料，以便更清楚表示獲得之改善。

由圖1與2可以看出，雖然以100%氧化鈰擦亮之樣本具有比其他二者良好之初始磨光作用(即，於被擦亮得較平滑之前)，但是其後來幾乎無法擦亮得一般良好。由圖2可以看出。單獨使用氧化鋁無法達到200埃之表面磨光(R_a)。另一方面，約19分鐘之後，以該氧化鈰可以達到此表面磨光水準，而以本發明混合物可在10分鐘以內達到此水準。由不同角度來看，約10分鐘之後，該經氧化鈰淤漿擦亮材料之表面拋光約900，氧化鋁淤漿擦亮材料之拋光少於600，而本發明淤漿獲得之拋光少於200。

實施例2 此實施例說明改變氧化鈰粒子大小對於熔融氧化矽擦亮作用整影響。

本發明組合物實質上係實施例1使用者，該氧化鈰係得



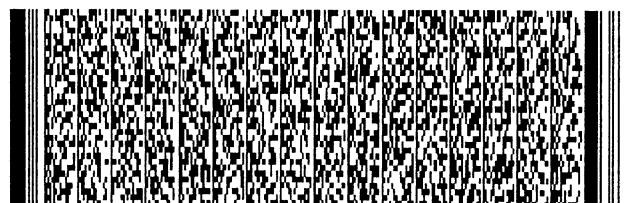
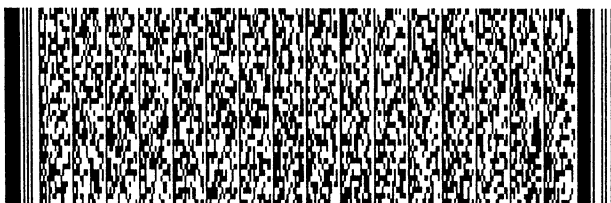
五、發明說明 (6)

自 Rhodox 76 之 Rhone Poulenc。不過在不同擦亮評估中使用四種不同粒子大小之 Rhodox 76，該粒子大小係使用 Horiba LA910 粒子大小分析器測定之 D_{50} 值測量。所使用之粒子大小是 3.17 微米、2.14 微米、0.992 微米與 0.435 微米。圖 3 所示之線圖總結該結果。由該線圖可以看出，可以此玻璃擦亮性能之些微差異追蹤該氧化鈾粒子組大小之影響。使用 "Superox 50" 與 "50D-1" 作為氧化鈾可以獲得類似結果。

實施例 3 此實施例中，研究氧化鈾來源，尤其是該產物純度對於該擦亮效率之影響。本發明組合物係由含約 10% 氧化鈾組份與相當約 90% 實施例組合物所使用之氧化鋁組成。使用實施例 1 所述相同設備與製程試驗此等組合物擦亮熔融氧化矽玻璃之作用。得到圖 4 顯示之結果。第一樣本 "S" 係包含約 34% 氧化鈾之 "Superox 50"。第二樣本 "R" 係包含約 50% 氧化鈾之 "Rhodox 76"。第三樣本 "D" 係包含約 75% 氧化鈾之 "50D1"。可以觀察到這三個樣本之擦亮性能存在少許差異。其顯示出其他稀土金屬氧化物表現方式與本發明組合物中之氧化鈾表現方式相似。

實施例 4 此實施例研究擦亮效率氧化鈾粒子大小對於 B270 玻璃 (硬玻璃 530 Knoop) 之影響。然而，上述實施例係於實驗條件評估，而且僅針對 "表面拋光" 試驗，測得值以 R_a 表示，下列評估極為簡易，其係由熟練之操作以肉眼評估端點完整性進行。此意指高於 R_a 值 (不一定為 "灰色") 係由擦亮操作後留下之表面瑕疵形成。

使用得自 Rodel 公司具有 "Suba 10" 擦亮墊之 4800P.R.



五、發明說明 (7)

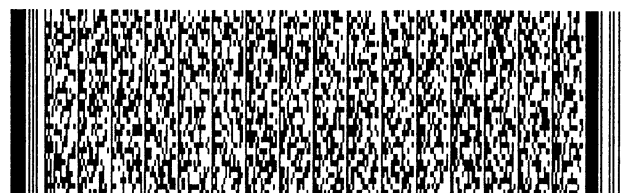
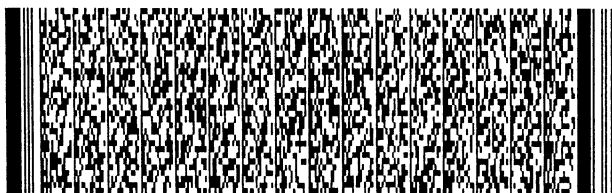
Hoffman雙邊擦亮器。於擦亮期間所施加之壓力約為每平方吋1.5磅(1.034×10^4 帕)。達到所需之預定表面完美性(澄清度)時結束該擦亮作用。

根據本發明製得三種組合物。這三種組合物均包含如實施例1所述用量相同之氧化鋁與界面活性劑組份，並且以相同相對比例與該氧化鈾組份分散於去離子水中。組份間之差異在於氧化鈾粒子大小。第一組合物(組合物"A")中，將氧化鈾組份碾磨至 D_{50} 為0.4微米。第二與第三組合物("組合物B與B")中，使用廠商直接供應之氧化鈾(Superox 50)。此二者唯一的差異係該玻璃樣本經擦亮。第二組合物"B"中，經擦亮樣本之大小較小，因此在相同機器上於擦亮期間所受到之壓力較大。此現象可以更快結束擦亮作用。在第四組合物中，亦使用廠商提供之氧化鈾(Rhodox 76)。如先前所述，所接受之材料具有雙峰分佈，較大體積粒子在Horiba 910粒子大小分析器上之粒子尖峰約在4。結果示於下表4。

表 1

組合物	#試樣編號	開始厚度	結束厚度	時間(分鐘)
A	24	4.180毫米	4.168毫米	120
B	10	4.186毫米	4.155毫米	60
B'	20	4.183毫米	4.163毫米	40
C	10	4.180毫米	4.150毫米	50

組合物A(其使用經碾磨氧化鈾組份)於90分鐘後獲得均勻淺灰色，並且需要另外30分鐘去除此灰色，使其平坦度低於波長十分之一。組合物B與B'可以極迅速擦亮，而且



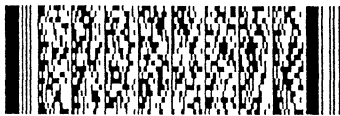
五、發明說明 (8)

擦亮物相當均勻。組合物C之擦亮作用亦可進行得極佳且極快速。B270玻璃產物具有極佳表面平坦度。其他擦亮材料會產生有斑點擦亮作用，無法像此等組合物般使該製件表面一致且均勻。

因此，顯示出當澄清度要求嚴格時，以具有未經碾磨氧化銻組份之組合物進行擦亮作用提供明顯優點。相反地，具有經碾磨氧化銻組份會迅速磨碎並且迅速平坦化，但是其需花費更長時間達成目視完整性。



圖式簡單說明



四、中文發明摘要 (發明之名稱：光學擦亮組合物)

本發明發現一種具有氧化鋁與氧化鈾組份之光學擦亮淤漿，以獲得較單獨使用任一組份有所改良之擦亮性質。

英文發明摘要 (發明之名稱：OPTICAL POLISHING COMPOSITION)

An optical polishing slurry with alumina and ceria components is found to produce an improved polishing performance over either component used alone.



六、申請專利範圍

1. 一種光學擦亮組合物，其包括含5至20重量%固體之水性淤漿，其中85-95%固體含量係平均粒子大小自0.15至0.5微米之阿法氧化鋁及相當於15至5重量%之固體含量為平均粒子大小為0.2至4微米粉末形式之氧化鈾。
2. 如申請專利範圍第1項之光學擦亮組合物，其中該淤漿之固體含量自8至12重量%。
3. 如申請專利範圍第1項之光學擦亮組合物，其中該氧化鋁組份之平均粒子大小自0.15至0.25微米。
4. 如申請專利範圍第1項之光學擦亮組合物，其中該氧化鈾組份之粒子大小分佈顯示出兩種組份，而且平均粒子大小自3至4微米。

