

公告本

申請日期	91 年 11 月 15 日
案 號	91133539
類 別	C01F17/00, C09K 3/14

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 新型名稱	中 文	鈾系研磨材料及鈾系研磨材料淤漿
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1) 別所直紀
	國 籍	(1) 日本國福島縣磐城市平中神谷字下知內一〇番地東北金屬化學股份有限公司內
	住、居所	
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 昭和電工股份有限公司 昭和電工株式會社
	國 籍	(1) 日本 (1) 日本國東京都港區芝大門一丁目一三番九號
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	(1) 大橋光夫

裝

訂

線

(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 2001 年 11 月 16 日 2001-350968 ☒有主張優先權

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

五、發明說明(1)

一、發明之技術領域

本發明係有關玻璃等研磨用的鈾系研磨材，詳細的說，玻璃製硬碟基板或液晶用玻璃基板，或硬質玻璃等硬度比較高的玻璃基板之加工研磨用氧化鈾為主成分的鈾系研磨材。

二、先行技術

近年來玻璃材料使用於種種用途，大多數必要研磨表面。例如光學鏡片用玻璃基板或光學鏡片要求表面精度如鏡面。特別是，光碟或磁碟用玻璃基板、薄膜電晶體(TFT)型液晶顯示器或扭轉向列型液晶顯示器等的液晶用玻璃基板、液晶電視用彩色過濾器、LSI光罩用玻璃基板等要求平坦性或表面粗度小及無缺陷，要求更高精度的表面研磨。

為滿足此等的薄型化或機械特性，改良玻璃的化學組成或製法，以硅酸鋁為主成分的玻璃基板可使用作為液晶用或磁碟用。又，磁碟用玻璃基板以硅酸鋰為主成分的結晶化玻璃基或石英結晶等的結晶化玻璃基板亦已開發。此等的玻璃基板之加工性非常的差，向來的研磨材加工速度低生產性差。又作為磁碟用玻璃基板，高精度的表面研磨的同時要求高研磨速度。

可作為玻璃基板的表面研磨用研磨材，因比氧化鐵或氧化鋁、或氧化硅的研磨速度優數倍的理由，以使用稀土類氧化物，特別是氧化鈾為主成分作為研磨材。此等研磨材，一般研磨粒以水等的液體分散後使用，向來的氧化鈾

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(2)

研磨材，對上述的硬質的玻璃基板的研磨速度有遲鈍的問題點。

有關氧化鈾系研磨材的研磨機構，並未充分闡明，由對具有氧化鈾的玻璃的化學效果及氧化鈾粒子該物之硬度起因的機械效果的複合效果進行研磨加工，確認其現象論。但是，硅酸鋁為主成分之玻璃基板或硅酸鋰為主成分的結晶化玻璃，因其耐藥性優研磨材的化學效果未能充分發揮。又，因為此等的玻璃基板(被加工物)為硬質容易引起研磨粒子破碎，對玻璃的機械效果不能充分維持，加工速度因而下降。

為能長期維持機械效果，須考慮研磨材組成物中添加具有比被研磨物以上硬度的氧化鋁或鋯等的粉末粒子，氧化鈾粒子的濃度相對的降低，其化學效果變為不足。又，高硬度的粉末粒子對玻璃表面(被加工物表面)產生溝痕或傷痕等的缺陷。

三、發明內容

本發明為解決上述向來技術的問題，本發明的目的為提供對硬質、不易得到高研磨速度的玻璃，可長期維持研磨初期的研磨速度，且，玻璃等的被加工物不產生溝痕、傷痕等的表面缺陷，研磨後的表面品質優的鈾系研磨材的製造方法及鈾系研磨材。

本發明者為解決上述課題，經深入研究結果，達成本發明。

五、發明說明(3)

以下即有關本發明的說明。

(1) 以氧化鈰為主成分的鈰系研磨材，10 量%研磨材以水分散時，得到沈降容積密度為 0.8 g/ml ~ 1.0 g/ml 的範圍為其特徵的鈰系研磨材。

(2) 一次粒子徑為 40 nm ~ 80 nm 的範圍為特徵的(1)項所記載的鈰系研磨材。

(3) 比表面積為 $2 \text{ m}^2/\text{g}$ ~ $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 的範圍為特徵的(1)或(2)項所記載的鈰系研磨材。

(4) 含換算成氧化物的鈰為 35 質量%的(1) ~ (3)所記載的鈰系研磨材。

(5) (1) ~ (4)之任一項的鈰系研磨材，以分散劑分散成濃度為 5 質量% ~ 30 質量%的範圍的鈰系研磨材淤漿。

(6) 以水作為分散劑為特徵的(5)所記載的鈰系研磨材淤漿。

(7) 以有機溶媒作為分散劑為特徵的(5) 所記載的鈰系研磨材淤漿。

(8) 有機媒係至少含一種由醇類、多價醇類、酮類、四氫呋喃類所成之群中所選出者為其特徵的(7) 所記載的鈰系研磨材淤漿。

(9) 鈰系研磨材淤漿含界面活性劑的(5) ~ (8)所記載的鈰系研磨材淤漿。

(10) 界面活性劑係至少含一種由陰離子系界面活性劑及非離子系界面活性劑所成之群中所選出者為其特徵的(9)所記載的鈰系研磨材淤漿。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(4)

(11) 陰離子系界面活性劑係至少含一種由羧酸鹽、磺酸鹽、硫酸酯鹽、磷酸酯鹽的低分子的化合物及高分子型化合物所成之群中所選出者為其特徵的(10)所記載的銻系研磨材淤漿。

(12) 非離子系界面活性劑係至少含一種由聚環氧乙烷烷基酚醚、聚環氧乙烷烷基醚及聚環氧乙烷脂肪酸酯所成之群中所選出者為其特徵的(10)所記載的銻系研磨材淤漿。

(13) 使用(5)~(12)的任一項記載的銻系研磨材淤漿為特徵的玻璃基板研磨方法。

(14) 使用(13)所記載的玻璃基板的研磨方法為特徵的玻璃基板製造方法。

本發明的銻系研磨材，以氧化銻為主成分，10量%研磨材以水分散時，得到沈降容積密度為0.8 g/ml ~ 1.0 g/ml的範圍為其特徵。

本發明的銻系研磨材，以氧化銻為主成分的研磨材，亦可含氧化銻以外的物質，例如，釧、釹、錯或其氧化物。

本明的沈降容積密度，係不含分散劑等的添加劑之研磨材分散於液體後，靜置該分散液，於液中沈降之研磨材的密度，依以下順序測定之。

將10 g研磨材分散於離子交換水中，放入100 ml之量筒中，將液面調至100 ml。此分散液充分攪拌後，靜置24小時後測定粉體層的體積。利用此沈降體積依以下的算式

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (5)

求取沈降體積密度。

$$\text{沈降容積密度 (g/ml)} = 10 \text{ (g)} / \text{沈降體積 (ml)}$$

本發明的鈾系研磨材，其沈降容積密度範圍必要在 0.8 g/ml ~ 1.0 g/ml。鈾系研磨材的沈降容積密度低於 0.8 g/ml 時對加工性低的硬質玻璃之研磨速度慢不能達成本發明的目的。又，鈾系研磨材的沈降容積密度大於 1.0 g/ml 研磨面容易發生括傷等不能成本發明的目的。又，本發明理想的沈降容積密度為 0.85 g/ml ~ 0.95 g/ml 的範圍時，可得到更高的研磨特性。

例如，氟碳鈾礦的淤漿乾燥後，焙燒、粉碎製造本發明的鈾系研磨劑時，沈降容積率密度可依焙燒的溫度加以控制。粒徑約略為類同時，高焙燒溫度所製造者沈降容積密度愈高，低焙燒溫度所製造者沈降容積密度愈低。

本發明的鈾系研磨材，其一次粒子徑為 40 nm ~ 80 nm 的範圍，更理想的範圍為 50 nm ~ 70 nm。

本發明的鈾系研磨材，其一次粒子徑的測定，由 X 線衍射脊峰的半寬度依結晶子徑的計算式 (Scherrer 式) 進行。即依下式決定一次粒子徑。

$$\varepsilon = 0.9 \lambda / \beta_{1/2} / \cos \theta$$

ε : 一次粒子徑

λ : 測定 X 線波長 (Å)

β : 衍射線的半寬度

又，本發明的鈾系研磨材一次粒子徑的決定，出現於 $2\theta = 28 \sim 28.4$ 度附近，利用氧化鈾的 X 線折射脊峰。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(6)

本發明的鈰系研磨材一次粒子徑低於 40 nm 時機械的研磨力弱，難以得到充分的研磨速度。又本發明的鈰系研磨材一次粒子徑大於 80 nm 時，構成研磨材的粒子，為又大又硬的結晶，研磨面容易發生括傷。

本發明的鈰系研磨材，其理想的比表面積為 $2 \text{ m}^2/\text{g} \sim 10 \text{ m}^2/\text{g}$ 的範圍，更理想為 $2 \text{ m}^2/\text{g} \sim 5 \text{ m}^2/\text{g}$ 的範圍。研磨材的比表面積低於 $2 \text{ m}^2/\text{g}$ 時研磨面容易發生括傷，又， $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 研磨材的比表面積大於時研磨速度降低。又，本發明的鈰系研磨材的比表面積的測定，以使用 BET 法為理想。

本發明的鈰系研磨材，以氧化鈰為主成分，此處的氧化鈰的主成分係含有換算為鈰氧化物時含 35 質量%以上，理想為含 45 質量%以上。換算為鈰氧化物時含量低於 35 質量%時，難於得到充分的研磨速度。換算為鈰氧化物時含量高於 70 質量%時，並未發現研磨力顯著的向上提昇。因此，實用的換算為鈰氧化物含量以 35 質量% ~ 70 質量%為理想。

本發明的鈰系研磨材，通常以粉末狀操作，作為研磨材使用時，以分散(淤漿)的形態使用為光學用玻璃基板、光碟或磁碟用玻璃基板、液晶用玻璃基板等的各種玻璃材料或玻璃製品的加工研磨為理想。

例如以水等分散媒分散時，理想的濃度為 5 ~ 30 質量%的範圍，更理想為 10 質量% ~ 20 質量%的範圍內以淤漿狀態使用為理想。又，水以外本發明使用的理想分散媒為有機溶媒，特別是以水溶性的有機溶媒為理想。

五、發明說明(7)

作為有機溶媒可列舉如甲醇、乙醇、丙醇、異丙醇、丁醇等的碳數為 1 乃至 10 的一價醇類。乙二醇、甘油等的碳數為 3 至 10 的多價醇，丙酮、二甲亞砜(DMSO)、二甲基甲醯胺(DMF)、四氫呋喃、二噁烷等。其中，特別以使用醇類、多價醇類、酮類、四氫呋喃為理想。

對本發明作為鉈系研磨材淤漿中的分散劑以添加界面活性劑為理想。本發明使用的理想界面活性劑可列舉如陰離子系界面活性劑、陽離子系界面活性劑、非離子系界面活性劑或兩性界面活性劑，此等可單獨一種或二種以上混合使用。其中，本發明以陰離子系界面活性劑或非離子系界面活性劑為理想。

陰離子系界面活性劑可由公知的羧酸鹽(皂、N-醯基氨基酸鹽、烷基醚羧酸鹽、醯基縮氨酸等)、磺酸鹽(烴磺酸鹽(亦含烷基苯磺酸鹽)及烷基磺酸鹽、磺化琥珀酸鹽、 α -烯烴磺酸鹽、N-醯基磺酸鹽等)、硫酸酯鹽硫酸化油、烷基硫酸鹽、烷基醚硫酸鹽、烷基芳基醚硫酸鹽、烷基醯胺硫酸鹽)、磷酸酯鹽(烷基磷酸鹽、烷基醚磷酸鹽、烷基芳基醚磷酸鹽)中所選，含低分子的化合物或高分子的化合物。此處的鹽係至少由鋰鹽、鈉鹽、鉀鹽、銣鹽、鉍鹽中選擇一種。

例如，皂為碳數 C12 ~ C18 脂肪酸鹽，一般的脂肪酸基可列舉如月桂酸、肉豆蔻酸、棕櫚酸、硬脂酸等，N-醯基氨基酸鹽為碳數為 C12 ~ C18 的 N-醯基-N-甲基甘氨酸鹽或 N-醯基谷氨酸鹽等，烷基醚羧酸鹽可列舉如碳數為 C6 ~

五、發明說明(8)

C18 的化合物。磺酸鹽可列舉如上述碳數為 C6 ~ C18 的化合物例如烴磺酸鹽，月桂基磺酸、二辛基琥珀磺酸、苯磺酸、十二烷基苯磺酸、肉豆蔻酸、KELLYL 苯磺酸、硬脂基酸等，硫酸酯鹽可列舉如碳數為 C6 ~ C18 的上述化合物月桂基硫酸、二辛基琥珀基硫酸、肉豆蔻基硫酸、硬脂基硫酸、等的烷基硫酸鹽，磷酸酯鹽可列舉如碳數為 C6 ~ C18 的上述化合物。又，非離子系界面活性劑可列舉如聚環氧乙烷酚醚、聚環氧乙烷烷醚、聚環氧乙烷脂肪酸醚等。更且除上述離子系界面活性劑或非離子系界面活性劑以外可使用的公知氟系界面活性劑。

高分子型界面活性劑，可舉例如特殊聚羧酸型化合物(日本花王(株)製，商品名：POISE 530)。

本發明的鉀系研磨材淤漿，除了上述界面活性劑以外，爲了防止淤漿的沈降或提高安定性，必要可添加六偏磷酸鹽等的磷酸鹽、甲基纖維、羧基甲基纖維素等的纖維素酯類、聚乙烯醇等的水溶性高分子等的添加劑。此類添加劑的添加量，一般對研磨材以 0.05 ~ 20 質量%範圍內爲理想，特別理想爲 0.1 ~ 10 質量%的範圍。

使用本發明的鉀系研磨材或鉀系研磨材淤漿所研磨的玻璃基板等，不產生溝痕、傷等的表面缺陷，可得到品質優良的研磨表面的同時，可得到充分的研磨速度。又長時間的研磨亦可維持研磨速度的效果。

四、實施方式

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(9)

以下以實施例具體的說明本發明，本發明不僅限定於此實施例。

(實施例 1)

使用美國 Moricove 公司製 Bastnesite #4010 作為原料，該原料 1 kg 與 1 公升水同時於濕式球磨機粉碎，成為含平均粒徑(D50)為 $1.8\mu\text{m}$ 粉體的淤漿。

美國 Moricove 公司製 Bastnesite #4010 的組成如以下所示。

氧化鈾	35 質量%
氧化釷	24 質量%
氧化釷	8 質量%
氧化鎳	6 質量%
總稀土類氧化物	68 ~ 73 質量%
灼熱減量	20 質量%

將此淤漿乾燥，使用電爐於 1000°C 焙燒 2 小時後，經放冷、粉碎、分級的操作，製造成鈾系研磨材。製造的鈾系研磨材中的鈾換算為氧化物為 45 質量%。

又，平均粒徑係使用 Kolda Multicizer(日本 Kolda(株)製)， $30\mu\text{m}$ 孔徑風洞測定，相當於體積分佈累積值 50% 為其粒徑。

其次，所得的鈾系研磨材分散調成濃度 10 質量%的研磨材淤漿。使用此研磨材淤漿，研磨薄膜晶體(TFT)用無鹼玻璃，進行研磨狀態評價。研磨條件如下所示。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(10)

(研磨條件)

研磨機	: 四向型兩面研磨機
加工物	: 5 cm 四方，無鹼玻璃，面積 25 cm ²
加工片數	: 3 片/回，實施 2 回
研磨墊	: 發泡聚氨基甲酸乙酯墊
下定盤回轉數	: 90 rpm
淤漿供給量	: 60 ml/分鐘
加工壓力	: 156 g/cm ²
研磨時間	: 30 分鐘

又，6 片的 TFT 面板用無鹼玻璃，每片以測微計測定 4 點研磨前後的厚度，以 4 點 X 6 片的平均測定值求出研磨速度(μ m/分鐘)。又，使用 20 萬 lux 的鹵素燈為光源，以目視觀察玻璃表面，求出研磨面的傷痕數。又，玻璃表面的中心線平均粗度以 Rank Taylor Hopson 公司製 Tally step 測定。

又，鈰系研磨材 10 g 以純水分散，投入量筒，將液面調至 100 ml，充分攪拌後靜置 24 小時，測定粉體層的沈降體積，求出沈降容積密度。

所得的結果與研磨材的平均粒徑(D50)、BET 法比表面積、研磨速度、沈降容積密度一同如 1 所示。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(11)

(實施例 2)

實施例 1，除原料的濕式粉碎後的平均粒子徑為 $1.6\mu\text{m}$ 以外，與實施例 1 同樣得到鈾系研磨材。

與實施例 1 同樣，使用所得的鈾系研磨材進行研磨，評價其研磨狀態。其結果如表 1 所示。

(比較例 1)

實施例 1，除電爐的焙燒溫度改為 800°C 以外，與實施例 1 同樣得到鈾系研磨材。

與實施例 1 同樣，使用所得的鈾系研磨材進行研磨，評價其研磨狀態。其結果如表 1 所示。

(比較例 2)

實施例 1，除電爐的焙燒溫度改為 1200°C 以外，與實施例 1 同樣得到鈾系研磨材。

與實施例 1 同樣，使用所得的鈾系研磨材進行研磨，評價其研磨狀態。其結果如表 1 所示。

由表 1 可了解，實施例 1 及 2，研磨速度快，且被研磨物的無鹼玻璃表面沒發生傷痕，可得到研磨面的品質良好之鈾系研磨材。

一方面，比較例 1，沈降容積密度較低，故研磨速度低。

比較例 2 則沈降容積密度過大，研磨速度的提昇效果降低。又，研磨面發生傷痕，研磨面的表面粗度，研磨面

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(12)

的品質不良。

又，本發明的銻系研磨材淤漿，研磨效果具長時間持續的效果。

表 1

	研磨材物性			
	平均粒徑 (μm)	沈降容積密度 (g/ml)	一次粒子徑 (nm)	比表面積 (m^2/g)
實施例 1	1.86	0.87	60	2.8
實施例 2	1.55	0.91	70	2.3
比較例 1	1.78	0.75	30	5.5
比較例 2	2.19	1.05	110	1.6

	研磨特性置中					
	使用開始30分後			使用開始240分後		
	研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$)	括傷 (條/面)	表面粗 度 Ra ($\text{\AA}$)	研磨 速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$)	括傷 (條/面)	表面粗 度 Ra ($\text{\AA}$)
實施例 1	2.35	0.17	12	2.28	0.08	11
實施例 2	2.29	0.08	10	2.06	0.17	9
比較例 1	1.99	0.08	9	1.18	0.08	8
比較例 2	1.69	1.50	15	0.94	1.08	13

產業上之可利用性

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(13)

如以上的說明，使用本發明的鉀系研磨材，研磨速度快速，且經研磨的研磨物，其研磨面的傷痕少，表面粗度小，品質良好。又，研磨速度可持續長時間，可高效率的研磨。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 鈰系研磨材料及鈰系研磨材料淤漿)

以氧化鈰為主成分的鈰的研磨材，10量%研磨材以水分散時，得到沈降容積密度為0.8 g/ml ~ 1.0 g/ml的範圍，一次粒子徑為40 nm ~ 80 nm的範圍，比表面積為2 m²/g ~ 5 m²/g的範圍，研磨速度快，研磨表面少發生傷痕，研磨面品質良好，高效率的鈰系研磨材及鈰系研磨材淤漿。

英文發明摘要(發明之名稱：)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

(一)、本案指定代表圖為：

無

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

無

本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

六、申請專利範圍

第 91133539 號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 95 年 6 月 5 日修正

1. 一種鈰系研磨材料，其特徵為以氧化鈰為主成分的鈰系研磨材，以水分散 10 質量%研磨材時，得到沈降容積密度為 0.8 g/ml ~ 1.0 g/ml 的範圍，一次粒子徑為 40 nm ~ 80 nm 的範圍，其中比表面積為 $2 \text{ m}^2/\text{g}$ ~ $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 的範圍。

2. 如申請專利範圍第 1 項之鈰系研磨材料，其中鈰以氧化物換算時為含有 35 質量%以上。

3. 一種鈰系研磨材料淤漿，其特徵為將申請專利範圍第 1 或 2 項之鈰系研磨材料以分散劑之水或有機溶媒分散成濃度 5 質量% ~ 30 質量%的範圍內。

4. 如申請專利範圍第 3 項之鈰系研磨材料淤漿，其中以水作為分散劑。

5. 如申請專利範圍第 3 項之鈰系研磨材料淤漿，其中以有機溶媒作為分散劑。

6. 如申請專利範圍第 5 項之鈰系研磨材料淤漿，其中有機溶媒係含有選自由醇類、多元醇類、酮類、四氫呋喃類所成群中之任一種。

7. 如申請專利範圍第 3 項之鈰系研磨材料淤漿，其中鈰系研磨材料淤漿中含界面活性劑。

8. 如申請專利範圍第 7 項之鈰系研磨材料淤漿，其中界面活性劑係至少一種選自陰離子系界面活性劑及非離子系界面活性劑所成之群。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍

9. 如申請專利範圍第 8 項之銻系研磨材料淤漿，其中陰離子系界面活性劑係選自羧酸鹽、磺酸鹽、硫酸酯鹽、磷酸酯鹽所成群中之至少一種。

10. 如申請專利範圍第 8 項之銻系研磨材料淤漿，其中非離子系界面活性劑係選自聚環氧乙烷烷基酚醚、聚環氧乙烷醚及聚環氧乙烷脂肪酸酯所成群中之至少一種。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂