



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105579548 A

(43) 申请公布日 2016. 05. 11

(21) 申请号 201480046820. 2

B24B 37/04(2012. 01)

(22) 申请日 2014. 07. 24

(30) 优先权数据

13/974, 588 2013. 08. 23 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2016. 02. 23

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2014/047980 2014. 07. 24

(87) PCT国际申请的公布数据

W02015/026477 EN 2015. 02. 26

(71) 申请人 戴蒙得创新股份有限公司

地址 美国俄亥俄州

(72) 发明人 纪霜

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 王潜 郭国清

(51) Int. Cl.

C09K 3/14(2006. 01)

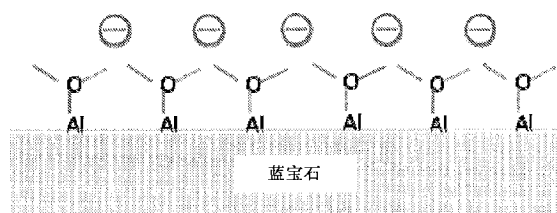
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

具有阳离子表面活性剂的研磨浆料

(57) 摘要

提供一种研磨浆料以及制备所述研磨浆料的方法。所述研磨浆料包含分散在载体中的磨料颗粒。所述载体包含水、乙二醇和约 0. 5wt % 至约 60wt % 的表面活性剂。如 ζ 电位所证明的, 当磨料粒子分散在 pH 为 5 至 9 的乙二醇中时是带正电荷的。



1. 一种研磨浆料, 所述研磨浆料包含:

分散在载体中的磨料粒子, 其中所述载体包含水、乙二醇以及约0.5wt%至约60wt%之间的表面活性剂。

2. 根据权利要求1所述的研磨浆料, 其中所述磨料粒子选自立方氮化硼、金刚石、表面改性金刚石和金刚石复合材料。

3. 根据权利要求1所述的研磨浆料, 所述研磨浆料还包含消泡剂。

4. 根据权利要求1所述的研磨浆料, 其中所述表面活性剂是阳离子表面活性剂或阳离子聚合物中的至少一种。

5. 根据权利要求4所述的研磨浆料, 其中所述阳离子表面活性剂是烷基季铵化铵盐、烷基胺和胺盐中的至少一种。

6. 根据权利要求1所述的研磨浆料, 其中阳离子聚合物包含季铵盐类聚合物或聚合电解质中的至少一种。

7. 根据权利要求5所述的研磨浆料, 其中烷基季铵化铵盐包含氯化物盐、甲硫酸盐或溴化物盐中的至少一种。

8. 根据权利要求7所述的研磨浆料, 其中氯化物盐包含十八烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、二甲基苄基烷基氯化铵、肉桂酰胺丙基三甲基氯化铵、椰油基三甲基氯化铵、双十六烷基二甲基氯化铵、双椰油基二甲基氯化铵、氢化棕榈基三甲基氯化铵、月桂基三甲基氯化铵、季铵盐-15、季铵盐-22、季铵盐-82中的至少一种。

9. 根据权利要求8所述的研磨浆料, 其中烷基胺或胺盐包含硬脂酰胺丙基二甲胺乳酸盐、硬脂酰胺丙基二甲胺柠檬酸盐、硬脂酰胺丙基二甲胺丙酸盐、异硬脂酰胺丙基二甲胺、异硬脂酰胺丙基吗啉、麦胚芽油酰胺丙基二甲胺和山嵛酰胺丙基二甲胺中的至少一种。

10. 一种研磨组合物, 所述研磨组合物包含:

超硬磨料材料; 和

阳离子表面活性剂或阳离子聚合物, 其中所述阳离子表面活性剂或阳离子聚合物吸附在超硬磨料材料的表面上。

11. 根据权利要求10所述的研磨组合物, 所述研磨组合物还包含流体, 其中所述阳离子表面活性剂以约0.5重量%和约60重量%之间的量存在。

12. 根据权利要求11所述的研磨组合物, 其中所述流体包含乙二醇。

13. 根据权利要求10所述的超硬磨料材料, 其中所述阳离子表面活性剂是烷基季铵化铵盐、烷基胺和胺盐中的至少一种。

14. 根据权利要求10所述的超硬磨料材料, 其中阳离子聚合物包含季铵盐类聚合物或聚合电解质中的至少一种。

15. 根据权利要求13所述的超硬磨料材料, 其中烷基季铵化铵盐包含氯化物盐、甲硫酸盐或溴化物盐中的至少一种。

16. 根据权利要求15所述的超硬磨料材料, 其中氯化物盐包含十八烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、二甲基苄基烷基氯化铵、肉桂酰胺丙基三甲基氯化铵、椰油基三甲基氯化铵、双十六烷基二甲基氯化铵、双椰油基二甲基氯化铵、氢化棕榈基三甲基氯化铵、月桂基三甲基氯化铵、季铵盐-15、季铵盐-22、季铵盐-82中

的至少一种。

17. 一种研磨浆料, 所述研磨浆料包含:

磨料粒子, 当所述磨料粒子分散在pH范围为5至9的乙二醇中时带正电荷, 如 ζ 电位所证明的; 以及

分散在乙二醇中的消泡剂。

18. 根据权利要求17所述的研磨浆料, 所述研磨浆料还包含约0.5wt%至约60wt%的阳离子表面活性剂或阳离子聚合物。

19. 根据权利要求18所述的研磨浆料, 其中所述阳离子表面活性剂是烷基季铵化铵盐、烷基胺和胺盐中的至少一种。

20. 根据权利要求17所述的研磨浆料, 其中所述磨料粒子选自立方氮化硼、金刚石、表面改性金刚石和金刚石复合材料。

21. 根据权利要求19所述的研磨浆料, 其中烷基胺或胺盐包含硬脂酰胺丙基二甲胺乳酸盐、硬脂酰胺丙基二甲胺柠檬酸盐、硬脂酰胺丙基二甲胺丙酸盐、异硬脂酰胺丙基二甲胺、异硬脂酰胺丙基吗啉、麦胚芽油酰胺丙基二甲胺和山嵛酰胺丙基二甲胺中的至少一种。

具有阳离子表面活性剂的研磨浆料

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请基于并要求2013年8月23日提交的美国专利申请No.13/974588的优先权权益。

[0003] 技术领域与工业实用性

[0004] 本公开内容大体涉及研磨化合物(lapping compound)及其生产方法,更具体地,涉及工业生产应用中用于在工件和研磨设备上消除或最小化残留物的研磨浆料(lapping slurry)、化合物或凝胶。

发明内容

[0005] 在一个实施方式中,研磨浆料可包含分散在载体中的磨料粒子,其中载体包含水、乙二醇以及约0.5wt%至约60wt%之间的表面活性剂。

[0006] 在另一个实施方式中,研磨组合物可包含超硬磨料材料;和阳离子表面活性剂或阳离子聚合物,其中阳离子表面活性剂或阳离子聚合物吸附在超硬磨料材料的表面上。

[0007] 在又一个实施方式中,研磨浆料可包含当分散在pH范围为5至9的乙二醇中时带正电荷的磨料粒子,如 ζ 电位(zeta potential)所证明的;以及分散在乙二醇中的消泡剂。

附图说明

[0008] 当结合附图阅读时,将更好地理解前述发明内容以及以下的具体实施方式。应当理解的是,描述的实施方式不限于所示的精确布置和手段。

[0009] 图1是根据一种实施方式的研磨工序期间带负电荷的蓝宝石表面的示意图;

[0010] 图2是示出配方A、B、C和D之间材料去除速率的条形图;

[0011] 图3是示出用浆料A、B、C和D处理的晶片粗糙度Ra的条形图;和

[0012] 图4是示出用浆料A、B、C和D处理的晶片粗糙度Rz的条形图。

具体实施方式

[0013] 在对本方法、系统和材料进行说明之前,要理解该公开内容不限于描述的特定方法论、体系和材料,因为这些可以变化。还要理解,说明书中使用的术语仅是为了描述特定版本或实施方式的目的,并不意图限制范围。例如,如本文中所用的,除非上下文明确表明是另外的情况,否则单数形式“一个”、“一种”、“该”和“所述”包括复数形式。另外,本文中所用的词“包含”意在指“包括但不限于”。除非另有定义,否则本文中所用的所有技术和科学术语都具有与本领域普通技术人员通常理解的相同的含义。

[0014] 除非另有说明,否则说明书和权利要求书中使用的表示成分的量,性质诸如尺寸、重量,反应条件等的所有数字都要理解为在所有情况下由术语“约”修饰。相应地,除非表明相反情况,否则在以下说明书和所附权利要求中阐述的数值参数是近似值,其取决于本发明寻求获得的期望性能而变化。最起码地,并且并不试图应用等同原则来限制权利要求书的范围,各个数值参数应至少根据报道的有效数字的位数并且通过应用普通的舍入技术来

理解。

[0015] 在说明和要求本发明时,将根据下面阐述的定义使用以下术语。

[0016] 如本文中所使用的,术语“约”是指所使用数的数值的 $\pm 10\%$ 。因此,约50%指的是在45%-55%的范围内。

[0017] 如本文中所使用的,术语“磨料”指的是用于磨掉较软质材料的任意材料。

[0018] 如本文中所使用的,术语“材料去除量”指的是在给定的时间段内去除的工件的重量,其以毫克、克等报道。

[0019] 如本文中所使用的,术语“材料去除速率”指的是去除的材料除以时间间隔,其以毫克每分钟、克每小时或微米厚度每分钟等报道。

[0020] 如本文中所使用的,术语“单晶金刚石”指的是通过高压/高温合成形成的金刚石或天然形成的金刚石。单晶金刚石的破裂沿着原子解理面进行。单晶金刚石粒子在解理面处相对容易地破裂。

[0021] 如本文中所使用的,术语“粒子”(particle或particles)指的是离散体。粒子还可被认为是晶体(crystal)或颗粒(grain)。

[0022] 如本文中所使用的,术语“凹坑”(pit)指的是粒子中的压痕或裂缝,为二维图像中的压痕或裂缝或为物体(object)中的压痕或裂缝。

[0023] 如本文中所使用的,术语“多晶金刚石”指的是通过产生多晶粒子结构的爆炸合成形成的金刚石。每个多晶金刚石粒子由大量的尺寸小于约100埃的微晶构成。多晶金刚石粒子不具有解理面。

[0024] 如本文中所使用的,术语“超硬磨料”指的是具有出众的硬度和耐磨性的磨料。金刚石和立方氮化硼是超硬磨料的实例,并且具有超过3500的努氏压痕硬度值。

[0025] 如本文中所使用的,术语“重量损失”指的是粒子群在进行改性处理前的重量与相同质量的金刚石粒子或磨料粒子在进行改性处理之后的重量的差异。

[0026] 如本文中所使用的,术语“工件”指的是通过磨削、抛光、研磨或其它材料去除方法由其去除材料的零件或物体。

[0027] 如本文中所使用的,术语“周界”(perimeter)指的是封闭平面图的边界或二维图像所有边界的总和。

[0028] 如本文中所使用的,术语“表面积”指的是粒子的外表面。当在大量粒子即粉末的情况下使用时,使用术语比表面积并且将其报道为每克粉末的表面积。

[0029] 术语“晶片粗糙度”,当参考蓝宝石的表面时,为晶片表面的特征。包含来自磨料抛光的微细划痕或痕迹标记的这些特征,使用接触式轮廓测量仪或非接触式轮廓测量仪进行测定。

[0030] 术语金刚石粒子和金刚石粉末在本申请中同义地使用并且与上面定义的“粒子”具有相同的含义。

[0031] 如本文中所使用的,术语“超硬磨料”指的是具有大于约4000的努氏硬度的材料。如本文中所使用的,术语“Ra”指的是从中心线偏离轮廓的算术平均值。如本文中所使用的,术语“Rz”指的是十点高度测量并且在美国为平均峰谷高度。

[0032] 重要的是要注意,尽管上面定义的术语指的是使用显微测量技术测量二维粒子轮廓,但是要理解特征可以延伸至三维形式。粒子尺寸与形状的自动图像分析被本领域技术

人员视为是可靠的、可重现的测量粒子特征的方法。虽然使用了Wyko图像分析仪,但是将重现数据的类似装置是可获得的。

[0033] 在一个实施方式中,可使用单晶金刚石粒子。尺寸小于约100微米的单晶金刚石粒子是有用的。然而,也可以使用尺寸大于约100微米的金刚石粒子。金刚石粒子的尺寸范围为约0.1微米至约1000微米。可使用的金刚石粒子的一个实例为由金刚石创新公司(Diamond Innovations, Inc)(Worthington, 俄亥俄, 美国)生产的SJK-5 4-8微米合成工业金刚石粒子。

[0034] 在另一个实施方式中,天然金刚石粒子、烧结的多晶金刚石或冲击合成的多晶金刚石粒子可进行下面讨论的改性处理。

[0035] 在一个实施方式中,可以对其它磨料进行改性处理。磨料的实例包括任意材料,例如用于对工件成型或精加工的矿石。可以使用超硬磨料材料,诸如天然和合成的金刚石和硼、碳和氮化合物。合适的金刚石材料可以是结晶的或多晶的。磨料颗粒的其它实例可包括碳酸钙、金刚砂、密砂石、浮石土、铁丹、沙、陶瓷、氧化铝、玻璃、二氧化硅、碳化硅和氧化锆铝(zirconia alumina)。

[0036] 在另一个实施方式中,使用反应性涂层改性磨料或超硬磨料粒子。这样的反应性涂层包括但不限于碱金属氢氧化物,例如氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾,碳酸钾,过氧化钠,重铬酸钾和硝酸钾,等。反应性涂层还可包含碱金属氢氧化物的组合。

[0037] 研磨粒子在浆料和其它载体液体中也是有用的。典型的浆料溶液可包含分散在载体中的磨料粒子。载体可包含水、乙二醇以及约0.5wt%至约60wt%之间的表面活性剂。磨料粒子可选自立方氮化硼、金刚石、表面改性的金刚石和金刚石复合材料。磨料粒子的尺寸可在约0.1微米至约100微米的范围内,可以以约0.2重量%至约50重量%的浓度存在。载体可包括水类载体、二醇类载体、油类载体或烃类载体和其组合以及消泡剂、pH和颜色调节剂以及粘度改性剂。

[0038] 表面活性剂可为阳离子表面活性剂或阳离子聚合物中的至少一种。阳离子表面活性剂为在它们的头基团(head group)上具有正电荷的一组表面活性剂。分子的组成可以不同,但是通常为脂肪酸衍生的、具有含氮头基团的疏水尾。当这些表面活性剂或阳离子聚合物添加至具有金刚石的浆料时,阳离子表面活性剂或阳离子聚合物可吸附在超硬研磨材料例如金刚石的表面上,使得超硬磨料粒子可带正电荷。更具体地,可通过 ζ 电位证明在pH范围为5至9的乙二醇中分散的磨料粒子。分散在乙二醇中的消泡剂可以是在工业加工流体中减小和阻止泡沫形成的化学添加剂。例如,在实施例中使用的具体消泡剂可以是聚二甲基硅氧烷乳液。

[0039] 含氮基团最可能为季铵盐或叔铵盐。更具体地,阳离子表面活性剂可以是烷基季铵化铵盐、烷基胺和胺盐中的至少一种。阳离子聚合物可包含季铵盐类聚合物或聚合电解质中的至少一种。烷基季铵化铵盐可包含氯化物盐、甲硫酸盐(methosulfate)或溴化物盐中的至少一种。例如,氯化物盐可包含十八烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、二甲基苄基烷基氯化铵、肉桂酰胺丙基三甲基氯化铵、椰油基三甲基氯化铵、双十六烷基二甲基氯化铵、双椰油基二甲基氯化铵、氢化棕榈基三甲基氯化铵、月桂基三甲基氯化铵、季铵盐-15、季铵盐-22、季铵盐-82中的至少一种。烷基胺或胺盐可包含硬脂酰胺丙基二甲胺乳酸盐、硬脂酰胺丙基二甲胺柠檬酸盐、硬脂酰胺丙基二甲胺

丙酸盐、异硬脂酰胺丙基二甲胺、异硬脂酰胺丙基吗啉、麦胚芽油酰胺丙基二甲胺和山嵛酰胺丙基二甲胺(behanamidopropyl dimethylamine)的中至少一种。

[0040] 如图1中所示,蓝宝石晶片需要研磨工序以去除由先前步骤造成的亚表层损伤,例如线锯和用含有粗金刚石或SiC的浆料进行粗研磨。通常涉及细金刚石磨料和互补的浆料载体的精研磨工序需要快速的材料去除以达到高的生产率。同样,可常常进行表面粗糙度例如Ra或Rz的测量以及划痕水平的自定义检查,以确保随后的抛光步骤适用于去除表面损伤。因此,经常期望的是,研磨组合物能改进研磨速率并减小或保持蓝宝石晶片的缺陷水平。

[0041] 在蓝宝石的研磨工序中,晶片表面被不断地去除和更新,并且崭新的表面出现断裂的化学键,其可在蓝宝石晶片上提供表面电荷。如图1所示,蓝宝石晶片表面可能具有负电荷是看似合理的,原因在于不断暴露由悬垂的氧键构成的新表面。

[0042] 由于阳离子表面活性剂的吸附,金刚石粒子是带正电荷的。因此,由于静电引力而导致金刚石粒子与工件之间的亲和力提高。研磨的效率可由于金刚石在工件上工作的驻留时间更长而提高,这提高了蓝宝石晶片的材料去除速率。

[0043] 实施例1

[0044] 在此列出了五种不同的配方(formulation)。配方A和B用作具有Ninol 11CM和不同浓度水平的表面改性金刚石的基线。配方C、D和E包含不同水平的要求保护的季铵盐82,同样包含不同浓度水平的表面改性金刚石。

配方 A		质量(克)
[0045]	乙二醇	1030
	Ninol 11CM	50
	DI 水	30
	消泡剂	2
	金刚石 4-6 μ m	4
配方 B		质量(克)
[0046]	乙二醇	1030
	Ninol 11CM	50
	DI 水	30
[0047]	消泡剂	2
	金刚石 4-6 μ m	8

配方 C		质量(克)
[0048]	乙二醇	1030
	季铵盐 82	10
	金刚石 4-6 μm	4
	消泡剂	2
配方 D		质量(克)
[0049]	乙二醇	1030
	季铵盐 82	10
	金刚石 4-6 μm	8
	消泡剂	2
配方 E		质量(克)
[0050]	乙二醇	1030
	季铵盐 82	15
	金刚石 4-6 μm	8
	消泡剂	2

[0051] 实施例2

[0052] 配制的浆料的一些化学和物理性质在下表1中列出。其清楚地显示,配方C、D和E包含带正电荷的金刚石粒子,如正的 ζ 电位所指示的。

[0053]

浆料	pH	粘度(cps, Brookfield, 2#转子, 30rpm)	ζ 电位(mv)
A	9.0	25	-17
B	8.9	20	-30
C	6.0	33	10
D	5.9	35	13
E	5.9	50	20

[0054] 表1金刚石浆料的一些化学和物理性质

[0055] 实施例3

[0056] 研磨测试条件在表2中列出。所有的测试均在具有螺旋槽的15英寸Lapmaster锡复合板上进行。工件为2英寸的c-面蓝宝石晶片。对于研磨测试的每次运行,有一套的3个晶

片。通过在测试前后对晶片称量来测定材料去除速率。通过Veeco(维易科)Wyko NT1100,在PSI模式下以20的放大倍数测定表面品质。Ra和Rz两者的结果报道如下。

[0057]	研磨材料	c-面, 2"蓝宝石晶片, 粗研磨的
	研磨机器	Lapmaster 15"
	研磨板	锡复合材料
	槽样式	螺旋, 槽宽=1.3mm 螺距=3.1mm 槽深=2mm
	研磨压力	3.3psi(磅/平方英寸)
	台转速	55-60rpm
	浆料流速	4ml/分钟

[0058] 表2. 蓝宝石研磨测试条件

[0059] 实施例4

[0060] 如图2所示, 配方A和C具有相同的金刚石浓度, 而配方B和D具有相同的金刚石浓度。配方C相比于配方A将MRR提高了约25%, 而配方D相比于配方B将MRR提高了约20%。在相同的金刚石浓度下, 具有季铵盐82的配方D显著优于具有阴离子表面活性剂的配方。如前面所讨论的, 当通过研磨工序暴露出新的蓝宝石表面时, 工件表面可由于氧原子末端而持有负电荷。由于阳离子表面活性剂的吸附而导致的浆料中带正电荷的金刚石粒子被吸引至工件的表面。磨料粒子与蓝宝石表面的静电引力帮助延长驻留时间, 因而提高材料去除速率。

[0061] 实施例5

[0062] 如早前所提到的, 当MRR改进时, 保持或改进表面品质也是不可避免的。图3和图4表明, 考虑到测量的变动, 配方C和D产生与配方A和B类似的Ra和Rz。因此, 包含阳离子表面活性剂帮助改进材料去除速率, 同时保持晶片的表面品质。

[0063] 虽然已经对具体实施方式做出了参考, 但是显而易见的是, 在不背离它们的主旨和范围的情况下, 本领域技术人员可想出其它实施方式和变体。所附权利要求书旨在理解为包含所有这样的实施方式和等价变体。

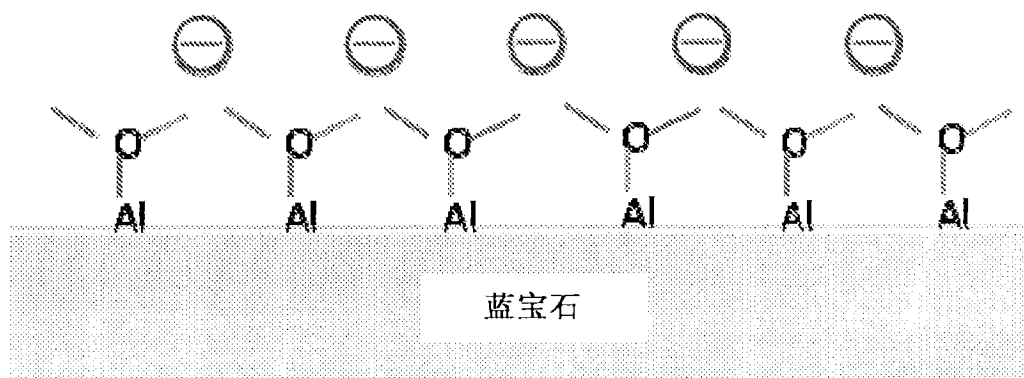


图1

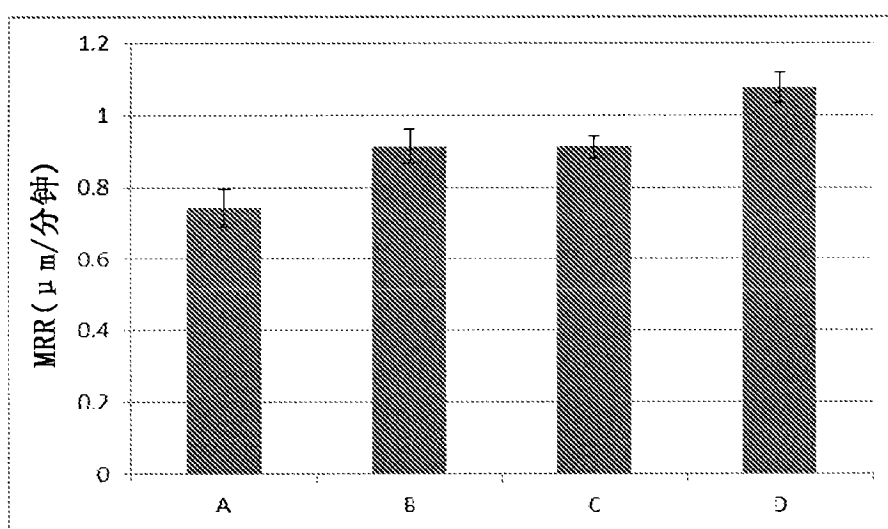


图2

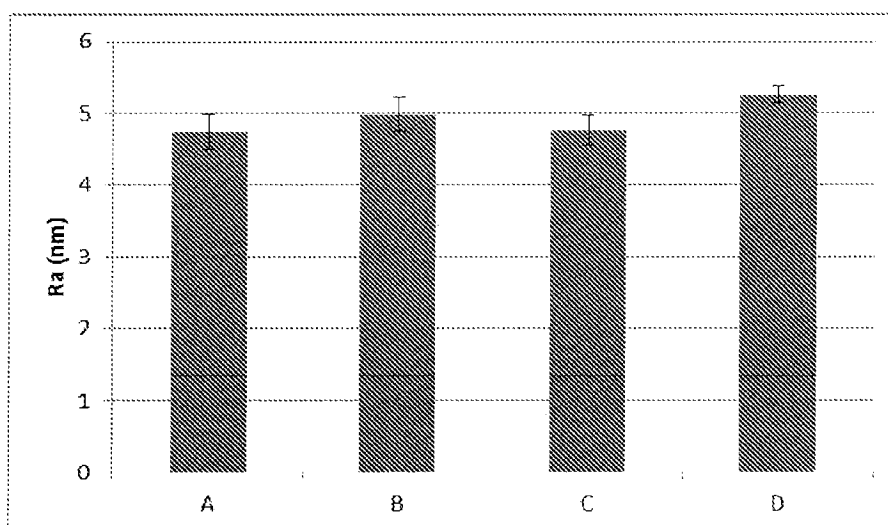


图3

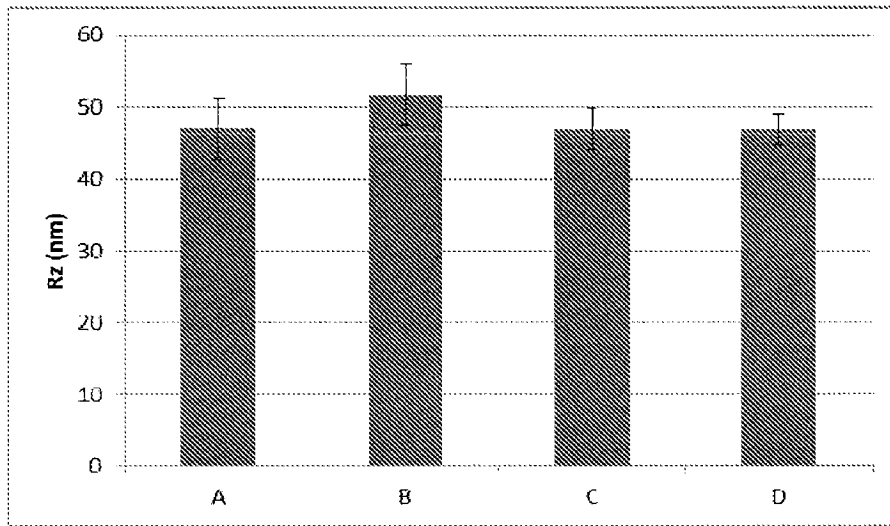


图4