



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102528648 A

(43) 申请公布日 2012.07.04

(21) 申请号 201210029288.6

(22) 申请日 2012.02.10

(71) 申请人 安徽工业大学

地址 243002 安徽省马鞍山市花山区湖东路
59号安徽工业大学化学与化工学院

(72) 发明人 储向峰 乔红斌 董永平 张王兵
陈同云 汤丽娟 朱小华

(51) Int. Cl.

B24B 37/24 (2012.01)

B24D 3/28 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种用于固结磨料抛光垫的纳米金刚石-高分子复合磨料

(57) 摘要

本发明提供一种制备金刚石-高分子复合磨料的制备方法,复合磨粒的内核为通过机械粉碎法,爆炸合成法或静压法制备得到的金刚石粉体,其粒径范围在1~100nm,上述粉体作为内核通过硅烷偶联剂改性形成中间过渡层,最后用环氧树脂和聚丙烯酸酯接枝包覆得到复合磨料,其中硅烷偶联剂的质量为纳米粒子质量的0.2%~2%;所述的环氧树脂和聚丙烯酸酯的质量为无机纳米粒子质量的0.2%~2%。磨料和抛光垫基体的配伍性提高,可以根据不同的抛光垫基体选取不同高分子处理的纳米金刚石复合磨料。通过在金刚石磨料表面引入基团,提高了金刚石磨料与抛光垫基体之间的结合力,减少金刚石磨料脱落,并防止在抛光过程中金刚石磨料脱落造成加工工件的表面损伤。

1. 金刚石-高分子复合纳米磨料特征在于该复合磨料的内核为通过机械粉碎法,爆炸合成法或静压法制备得到的金刚石粉体,上述内核通过硅烷偶联剂改性形成中间过渡层,最后用环氧树脂和聚丙烯酸酯接枝包覆得到复合磨料;所述的硅烷偶联剂的质量为纳米粒子质量的0.2%~2%;所述的环氧树脂和聚丙烯酸酯的质量为无机纳米粒子质量的0.2%~2%。

2. 根据权利要求1所述的复合磨料,其特征在于该复合磨料内核的平均粒径为1~100nm,硅烷偶联剂为KH550、KH560、KH570中的一种。

3. 一种根据权利要求1所述的复合磨料的制备方法,其特征在于该方法的具体步骤为:

a. 硅烷偶联剂改性:将纳米粒子与硅烷偶联剂按一定的质量比溶于无水乙醇中,在沸点处冷凝回流反应5h;离心、洗涤3次;

b. 环氧树脂接枝包覆:将步骤a制得的改性后的纳米粒子与环氧树脂按一定的质量比溶于无水乙醇中,在沸点处冷凝回流反应5h;离心、洗涤3次、110℃下真空干燥6h,得到复合磨料A;

c. 聚丙烯酸酯接枝包覆:类似步骤b,将步骤a制得的改性后的纳米粒子与聚丙烯酸酯按一定的质量比溶于无水乙醇中,在沸点处冷凝回流反应5h;离心、洗涤3次、110℃下真空干燥6h,得到复合磨料B。

一种用于固结磨料抛光垫的纳米金刚石 - 高分子复合磨料

技术领域：

[0001] 本发明涉及一种用于制备固结磨料化学机械抛光垫的金刚石 - 高分子复合磨料，通过在纳米金刚石表面接枝具有特定反应性官能团的高分子，能够与抛光垫基体反应，提高金刚石磨料与抛光垫基体之间的结合力，减少金刚石磨料脱落，并防止在抛光过程中金刚石磨料脱落造成加工工件的表面损伤。

背景技术：

[0002] 化学机械抛光技术已经成为芯片制造过程中的关键技术，几乎是芯片制造中全局平坦化的唯一技术，目前也应用于半导体晶片的表面平坦化。

[0003] 传统的化学机械抛光需要包含磨料的抛光液，使用后的抛光液中含有大量的磨料，磨料不能循环使用，导致整个化学机械抛光过程成本很高，因此出现了固结磨料化学机械抛光技术。与传统化学机械抛光技术相比，固结磨料化学机械抛光技术中抛光液不含磨料，磨料固结在抛光垫中，减小了抛光液中磨料的消耗，降低了成本。

[0004] 但是，目前固结磨料抛光垫中磨料与抛光垫基体之间的结合力不够，在抛光过程产生磨料脱落进入抛光液中，使被抛光工件表面产生损伤，所以提高磨料与抛光垫基体之间结合力，对于消除因磨料脱落造成的表面损伤有重要意义。

[0005] 公开号为 CN101704224A 的发明专利公开了一种在磨料层与刚性层弹性层之间设计过渡层和粘接层的固结磨料研磨抛光垫，通过结构设计提高抛光垫的使用寿命，但是磨料本身粘结性能未能提高。公开号为 CN101774160A 的发明专利公开了采用雾化器将含有磨料的抛光液雾化成均匀微小的液滴，快速低温冷却成含有磨料的细小冰粒，再将雾化后的常温去离子水喷洒于冰粒表面，置于模具中，振实制得冰粒型固结磨料抛光垫，该方法磨料会形成一定程度的聚集体。公开号为 CN101096080A 的发明专利公开了通过在磨料表面的丙烯酸酯类预聚物经过紫外光固化形成固结磨料抛光垫，其美中不足是磨料经过处理只能形成特定类型的抛光垫基体。

发明内容：

[0006] 本发明提供一种制备金刚石 - 高分子复合磨料的制备方法，复合磨粒的内核为通过机械粉碎法，爆炸合成法或静压法制备得到的金刚石粉体，其粒径范围在 1 ~ 100nm，上述粉体作为内核通过硅烷偶联剂改性形成中间过渡层，最后用环氧树脂和聚丙烯酸酯接枝包覆得到复合磨料，其中硅烷偶联剂的质量为纳米粒子质量的 0.2% ~ 2%；所述的环氧树脂和聚丙烯酸酯的质量为无机纳米粒子质量的 0.2% ~ 2%。磨料和抛光垫基体的配伍性提高，可以根据不同的抛光垫基体选取不同高分子处理的纳米金刚石复合磨料。

[0007] 其具体步骤为：

[0008] a. 硅烷偶联剂改性：将纳米粒子与硅烷偶联剂按一定的质量比分散于无水乙醇中，在沸点处冷凝回流反应 5h；离心、洗涤 3 次；

[0009] b. 环氧树脂接枝包覆：将步骤 a 制得的改性后的纳米粒子与环氧树脂按一定的质

量比溶于无水乙醇中,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次、110℃下真空干燥 6h,得到复合磨粒 A;

[0010] c. 聚丙烯酸酯接枝包覆:类似步骤 b,将步骤 a 制得的改性后的纳米粒子与聚丙烯酸酯按一定的质量比溶于无水乙醇中,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次、110℃下真空干燥 6h,得到复合磨粒 B。

[0011] 本发明方法与现有技术相比较,具有如下优点:软包硬复合结构有效的降低了无机纳米粒子的硬度,实现了在加压、加速抛光条件下,抛光微区内磨料对工件表面的“软冲击”;同时该复合磨料表面具有活性基团,能够与聚氨酯抛光垫发生反应,因而在固结磨料抛光垫基体中具有良好的分散稳定性与粘接性。

具体实施方式:

[0012] 实施例 1:

[0013] 将平均粒径为 10nm 的纳米金刚石粒子用含 0.2% 粒子质量比的硅烷偶联剂 KH550 的无水乙醇溶液分散,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次,然后用含 0.2% 粒子质量比的环氧树脂的无水乙醇分散液,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次、110℃下真空干燥 6h,得到复合磨料;再将复合磨料与热塑性聚氨酯以 5:95 的比例混合均匀,丝网印刷于聚碳酸酯聚合物基体,常温固化 12 小时之后形成厚度为 0.8mm 的磨料层,将上述复合层再粘贴于弹性基体上形成固结磨料抛光垫。

[0014] 将固结磨料抛光垫贴在 UNIPOL-1000 研磨抛光机上对蓝宝石基片进行抛光试验,抛光液中不含任何磨料, pH 值为 12.0,抛光液流量为 100 毫升/分钟,抛光台转速为 50 转/分钟,抛光压力 80kPa,抛光 100 小时后用扫描电子显微镜观察抛光垫中固结磨料的密度没有明显变化。

[0015] 实施例 2:

[0016] 将平均粒径为 50nm 的纳米金刚石粒子用含 1% 粒子质量比的硅烷偶联剂 KH560 的无水乙醇溶液分散,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次,然后用含 1% 粒子质量比的聚丙烯酸酯的无水乙醇分散液,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次、110℃下真空干燥 6h,得到复合磨料;再将复合磨料与热塑性聚氨酯以 4:96 的比例混合均匀,丝网印刷于聚碳酸酯聚合物基体,常温固化 12 小时之后形成厚度为 0.8mm 的磨料层,将上述复合层再粘贴于弹性基体上形成固结磨料抛光垫。

[0017] 将固结磨料抛光垫贴在 UNIPOL-1000 研磨抛光机上对蓝宝石基片进行抛光试验,抛光液中不含任何磨料, pH 值为 12.0,抛光液流量为 100 毫升/分钟,抛光台转速为 50 转/分钟,抛光压力 80kPa,抛光 100 小时后用扫描电子显微镜观察抛光垫中固结磨料的密度没有明显变化。

[0018] 实施例 3:

[0019] 将平均粒径为 100nm 的纳米金刚石粒子用含 2% 粒子质量比的硅烷偶联剂 KH550 的无水乙醇溶液分散,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次,然后用含 2% 粒子质量比的环氧树脂的无水乙醇分散液,在沸点处冷凝回流反应 5h;离心、洗涤 3 次、110℃下真空干燥 6h,得到复合磨料;再将复合磨料与热塑性聚氨酯以 6:94 的比例混合均匀,丝网印刷于聚碳酸酯聚合物基体,常温固化 12 小时之后形成厚度为 0.8mm 的磨料层,将上述复合层

再粘贴于弹性基体上形成固结磨料抛光垫。

[0020] 将固结磨料抛光垫贴在 UNIPOL-1000 研磨抛光机上对蓝宝石基片进行抛光试验, 抛光液中不含任何磨料, pH 值为 12.0, 抛光液流量为 100 毫升 / 分钟, 抛光台转速为 50 转 / 分钟, 抛光压力 80kPa, 抛光 100 小时后用扫描电子显微镜观察抛光垫中固结磨料的密度没有明显变化。

[0021] 实施例 4 :

[0022] 将平均粒径为 30nm 的纳米金刚石粒子用含 2% 粒子质量比的硅烷偶联剂 KH570 的无水乙醇溶液分散, 在沸点处冷凝回流反应 5h ; 离心、洗涤 3 次, 然后用含 0.5% 粒子质量比的聚丙烯酸酯的无水乙醇分散液, 在沸点处冷凝回流反应 5h ; 离心、洗涤 3 次、110℃ 下真空干燥 6h, 得到复合磨料 ; 再将复合磨料与热塑性聚氨酯以 5 : 95 的比例混合均匀, 丝网印刷于聚碳酸酯聚合物基体, 常温固化 12 小时之后形成厚度为 0.8mm 的磨料层, 将上述复合层再粘贴于弹性基体上形成固结磨料抛光垫。

[0023] 将固结磨料抛光垫贴在 UNIPOL-1000 研磨抛光机上对蓝宝石基片进行抛光试验, 抛光液中不含任何磨料, pH 值为 12.0, 抛光液流量为 100 毫升 / 分钟, 抛光台转速为 50 转 / 分钟, 抛光压力 80kPa, 抛光 100 小时后用扫描电子显微镜观察抛光垫中固结磨料的密度没有明显变化。