

SiC 单晶片化学机械研磨试验研究

王庆仓¹, 张晓东¹, 苏建修², 祝伟彪¹, 郗秦阳¹, 朱鑫¹, 裴圣华³

(1. 西南石油大学 机电工程学院, 成都 610500; 2. 河南科技学院 机电学院, 河南 新乡 453003;
3. 吉安职业技术学院 机电工程学院, 江西 吉安 343000)

摘要: 目的 提高 SiC 单晶片的材料去除率, 改善加工后的表面质量。方法 进行研磨液试验, 利用极差法得到研磨液的最优配比和研磨液成分中影响去除率的主次因素顺序; 对主要影响因素进行单因素试验并考察对材料去除率的影响。结果 研磨液的质量为 50 g, 最优配方为: 助研剂、分散剂、增稠剂、润滑剂、磨料 A、磨料 B 的质量分别为 9, 7, 5, 3, 3, 5 g, 其余为调和剂, 磨料 A 和磨料 B 的粒度均为 W28。结论 影响材料去除率的主要因素为磨料粒度, 粒度越大, 材料去除率越高。

关键词: 化学机械研磨; 研磨液; 碳化硅单晶片; 材料去除率; 表面质量

中图分类号: TG175 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2015)04-0137-04

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.04.025

Experimental Study on Chemical Mechanical Lapping of SiC Single Crystal Wafer

WANG Qing-cang¹, ZHANG Xiao-dong¹, SU Jian-xiu², ZHU Wei-biao¹,
XI Qin-yang¹, ZHU Xin¹, PEI Sheng-hua³

(1. Electromechanic Engineering College, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, China;
2. Electromechanical Institute, Henan Institute of Science and Technology, Xinxiang 453003, China;
3. Electromechanic Engineering College, Ji'an Vocational & Technical College, Ji'an 343000, China)

ABSTRACT: **Objective** To increase the material removal rate of SiC single crystal wafer and improve the surface quality after processing. **Methods** Grinding fluid experiment was carried out, and the range method was used to get the optimal proportion of grinding fluid and the importance order of the influencing factors for the removal rate in the grinding fluid composition. Single factor tests were performed for the major influencing factors and their influences on the material removal rate were investigated. **Results** The weight of the grinding fluid was 50 g, and the optimal formula of the grinding fluid was: 9 g grind assistant agent, 7 g dispersing agent, 5 g thickening agent, 3 g lubricant, 3 g abrasive A and 5 g abrasive B, the other components were all blending agents. The particle size of abrasive A and abrasive B was both W28. **Conclusion** The main factor affecting the material removal rate was the particle size of abrasive. The larger the size, the higher the material removal rate.

KEY WORDS: chemical mechanical lapping; grinding liquid; SiC single crystal wafer; material removal rate; surface quality

收稿日期: 2014-10-28; 修订日期: 2014-11-27

Received: 2014-10-28; Revised: 2014-11-27

基金项目: 国家自然科学基金项目(51075125)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51075125)

作者简介: 王庆仓(1988—), 男, 河南人, 硕士研究生, 主要研究方向为超精密加工技术。

Biography: WANG Qing-cang(1988—), Male, from Henan, Master graduate student, Research focus: super precision machining technology.

通讯作者: 张晓东(1959—), 男, 重庆人, 教授, 主要研究方向超精密加工技术和油气钻采新工具。

Corresponding author: ZHANG Xiao-dong(1959—), Male, from Chongqing, Professor, Research focus: super precision machining technology and new oil and gas drilling tools.

SiC 具有优良的机械、光学及化学性质,广泛应用于光学元件和光电元件材料,然而 SiC 单晶片制备仍存在部分问题限制了其广泛应用^[1-3]。目前进行 SiC 晶片平坦化,获得超光滑无损伤表面的最有效方法是化学机械研磨。SiC 晶片的化学机械研磨试验大多选用金刚石微粉作为磨料,关于双磨料研磨液的文献报道较少^[4-6]。本文通过对碳化硅单晶片自身结构特点的分析,选择粒度为 W7, W14, W28 的磨料 A 和磨料 B,使用自行设计制造的铸铁研磨盘,对 SiC 单晶片 C 面进行研磨加工,以研究研磨液成分对 SiC 单晶片 C 面粗糙度以及材料去除率的影响。

1 化学机械研磨材料去除原理

化学机械研磨是化学腐蚀和机械磨削的组合技术(如图 1 所示),其工艺是将工件在一定的压力及研磨液存在的条件下,相对于研磨盘做旋转运动,借助研磨液中磨粒的机械磨削及化学氧化剂的腐蚀作用来完成对工件表面的材料去除,以获得光洁的表面^[7-9]。

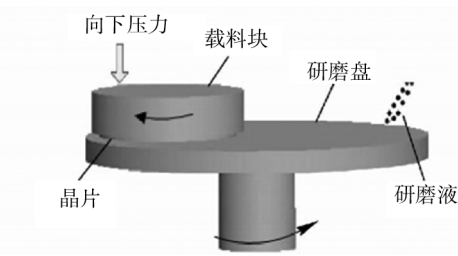


图 1 化学机械研磨示意

Fig. 1 Schematic diagram of chemical mechanical lapping

化学机械研磨机理涉及到化学、流体力学、摩擦学和材料学等多个学科,对化学机械研磨效果具有重要影响的是化学与机械的协同效应,即研磨液润湿剂和活性成分与研磨表面发生化学反应,导致表面钝化或弱化。研磨液颗粒的剪切和研磨作用是去除表面改性层(钝化或弱化层),去除产物脱离研磨表面随研磨液排出^[10-12]。

2 试验

试验采用 ZYP300 型国产研磨抛光机,试样为 6H-SiC 单晶切片,晶片直径为 50.8 mm。用石蜡把样品粘在不锈钢载物盘上,载物盘的直径为 90 mm,每盘粘 1 片(如图 2 所示)。研磨液由助研剂、分散剂、

增稠剂、润滑剂、磨料 A 和磨料 B 组成。



图 2 研磨抛光机和 SiC 单晶片

Fig. 2 Grinding-polishing machine and SiC single crystal wafer

研磨盘和载物盘转速均为 40 r/min,研磨压力为 13.97 kPa,研磨时间为 15 min,摆动周期为 10 s,试验环境温度为 20 ℃,每次试验配制研磨液 50 g。研磨液配比见表 1,最后用聚乙二醇 400(调和剂)添够 50 g^[13]。

表 1 正交试验因素水平表

Tab. 1 Factors and levels in the orthogonal experiment

水 平	因素							
	助研 剂 (A)	分散 剂 (B)	增稠 剂 (C)	润滑 剂 (D)	磨料 A (E)	磨料 A 粒度 (F)	磨料 B (G)	磨料 B 粒度 (H)
1	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	W7	3 g	W7
2	6 g	5 g	5 g	5 g	6 g	W14	5 g	W14
3	9 g	7 g	7 g	7 g	9 g	W28	7 g	W28

3 结果与分析

3.1 正交试验分析

采用 L₂₇(3⁸) 正交表^[14],选择助研剂、分散剂、增稠剂、润滑剂、磨料 A 含量及粒度、磨料 B 含量及粒度作为 8 个考察因素(依次用 A, B, C, D, E, F, G, H 表示),选取 3 个水平进行试验。使用 Sartorius CP225D 型分析天平(德国)称量试验前后 SiC 单晶片质量并计算其材料去除率。

极差分析法计算简便、直观、简单易懂,是正交试验结果分析最常用方法^[15]。A, B, C, D, E, F, G, H 因素的计算结果见表 2,极差分析见表 3。

由极差分析结果可以看出:因素主次顺序为 F>H>D>B>C>E>G>A,磨料 A 的粒度和磨料 B 的粒度对材料去除率有显著影响,其他成分对材料去除率的影响较小;最优水平组合为 A₃B₃C₂D₁E₁F₃G₂H₃,即研磨液的最优配方为:助研剂 9 g,分散剂 7 g,增稠剂 5 g,

表 2 正交试验表及结果
Tab.2 Orthogonal array design and results

试验号	A	B	C	D	E	F	G	H	去除率/ (nm·min ⁻¹)	试验号	A	B	C	D	E	F	G	H	去除率/ (nm·min ⁻¹)
1	1	1	1	1	1	1	1	1	8.176 09	15	2	2	3	1	3	1	2	1	6.268 34
2	1	1	1	1	2	2	2	2	233.393 40	16	2	3	1	2	1	2	3	3	500.104 30
3	1	1	1	1	3	3	3	3	261.873 40	17	2	3	1	2	2	3	1	1	268.618 70
4	1	2	2	2	1	1	1	2	13.831 22	18	2	3	1	2	3	1	2	2	57.982 12
5	1	2	2	2	2	2	2	3	279.826 80	19	3	1	3	2	1	3	2	1	34.169 25
6	1	2	2	2	3	3	3	1	301.868 10	20	3	1	3	2	2	1	3	2	12.468 54
7	1	3	3	3	1	1	1	3	71.608 94	21	3	1	3	2	3	2	1	3	11.412 46
8	1	3	3	3	2	2	2	1	12.877 35	22	3	2	1	3	1	3	2	2	50.385 17
9	1	3	3	3	3	3	3	2	154.460 00	23	3	2	1	3	2	1	3	3	192.172 20
10	2	1	2	3	1	2	3	1	41.050 80	24	3	2	1	3	3	2	1	1	21.394 11
11	2	1	2	3	2	3	1	2	120.086 40	25	3	3	2	1	1	3	2	3	1300.407 00
12	2	1	2	3	3	1	2	3	59.787 67	26	3	3	2	1	2	1	3	1	193.194 20
13	2	2	3	1	1	2	3	2	196.703 10	27	3	3	2	1	3	2	1	2	151.019 20
14	2	2	3	1	2	3	1	3	384.685 10										

表 3 极差法数据分析
Tab.3 Range analysis results

因素	A	B	C	D	E	F	G	H
K_1	1337.915 30	782.418 01	1594.099 49	2735.719 83	2216.435 87	615.489 32	1050.832 22	887.616 94
K_2	1635.286 53	1447.134 14	2461.071 39	1480.281 49	1697.322 69	1447.781 52	2035.097 10	990.329 15
K_3	1966.622 13	2710.271 81	884.653 08	723.822 64	1026.065 40	2876.553 12	1853.894 64	3061.877 87
K_{1p}	148.657 26	86.935 30	177.122 17	303.968 87	246.270 65	68.387 70	116.759 14	98.624 10
K_{2p}	181.698 50	160.792 68	273.452 38	164.475 72	188.591 41	160.864 61	226.122 00	110.036 57
K_{3p}	218.513 57	301.141 31	98.294 79	80.424 74	114.007 27	319.617 01	205.988 29	340.208 65
极差 R	69.856 31	214.205 98	175.157 59	223.544 13	132.263 39	251.229 31	109.362 76	241.584 55

润滑剂 3 g,磨料 A 3 g,磨料 B 5 g,磨料 A 粒度为 W28,磨料 B 粒度为 W28,其余为调和剂。

3.2 单因素试验分析

只改变以上研磨液最优配方中某一因素的水平,其他因素水平保持不变,采用单因素试验法研究主要因素对材料去除率的影响。实验条件为研磨盘转速 40 r/min,载物盘转速 40 r/min,研磨压力为 13.97 kPa,研磨时间 15 min,摆动周期 10 s,试验环境温度 20 ℃。

3.2.1 磨料 A 粒度对材料去除率的影响

研磨液组成为:助研剂 9 g,分散剂 7 g,增稠剂 5 g,润滑剂 3 g,磨料 A 3 g,磨料 B 5 g,磨料 B 粒度为

W28。试验结果见表 4。
由图 3 可知,磨料 A 的粒度越大,材料去除率越高。随着粒度增大,磨粒与工件接触面间的剪切力和磨削力增加,提高了材料去除率。

表 4 磨料 A 粒度试验记录表
Tab.4 Test record table for grain size of abrasive A

试验号	磨料 A 粒度	试验前质量/g	试验后质量/g	去除率/ (nm·min ⁻¹)
1	W3.5	59.444 6	59.443 0	16.045 58
2	W7	59.444 3	59.435 3	95.047 07
3	W14	59.428 2	59.381 4	477.892 58
4	W28	59.390 0	59.313 4	782.963 01

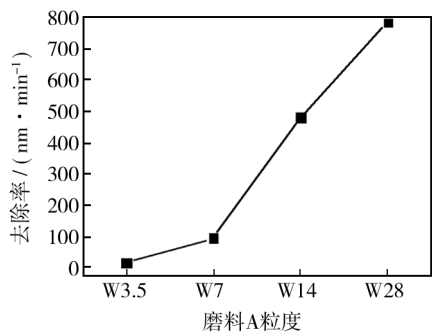


图 3 磨料 A 的粒度对去除率的影响

Fig. 3 The influence of particle size of abrasive A on the removal rate

3.2.2 磨料 B 的粒度对材料去除率的影响

研磨液成分:助研剂 9 g,分散剂 7 g,增稠剂 5 g,润滑剂 3 g,磨料 A 3g,磨料 A 粒度为 W28,磨料 B 5 g。试验结果见表 5。

表 5 磨料 B 粒度试验记录表

Tab.5 Test record table for grain size of abrasive B

试验号	磨料 B 粒度	试验前质量/g	试验后质量/g	去除率/(nm·min ⁻¹)
1	W3.5	59.528 4	59.526 6	19.009 41
2	W7	59.390 0	59.385 4	47.114 73
3	W14	59.452 6	59.403 5	501.807 65
4	W28	59.473 5	59.307 2	1698.889 73

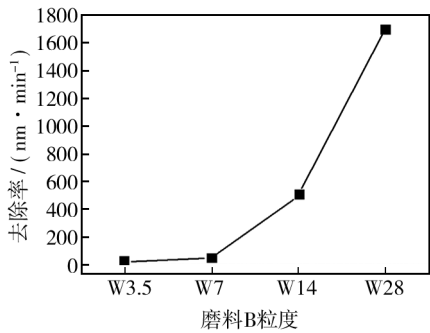


图 4 磨料 B 粒度对材料去除率的影响

Fig. 4 The influence of particle size of abrasive B on the removal rate

从图 4 中可以看出磨料 B 的粒度对材料去除率影响很大。当磨料 B 的粒度为 W3.5 和 W7 时,材料的去除率较低;磨料 B 的粒度为 W14 和 W28 时,材料的去除率较高。对比图 3 和图 4 可以看出当两种磨粒粒度分别为 W3.5, W7 和 W14 时,二者粒度对材料去除率的影响相差不大;相比粒度 W28 的磨料 A,

选用粒度 W28 的磨料 B 进行试验,可以得到较高的材料去除率。

4 结论

- 1) 通过正交分析,研磨液的最优配方为:助研剂 9 g、分散剂 7 g、增稠剂 5 g、润滑剂 3 g、磨料 A 3 g、磨料 B 5 g,磨料 A 粒度为 W28,磨料 B 粒度为 W28,其余为调和剂。
- 2) 磨料粒度越大,材料去除率越高;相比粒度 W28 的磨料 A,选用粒度 W28 的磨料 B 进行试验,可以得到较高的材料去除率。

参考文献

[1] 李娟,陈秀芳,马德营,等. SiC 单晶片的超精密加工[J]. 功能材料,2006,37(1):70—72.
LI Juan, CHEN Xiu-fang, MA De-ying, et al. High Precision Processing of Silicon Carbide[J]. Journal of Functional Materials, 2006, 37(1):70—72.

[2] AKIHISA K, KEITA Y, MURATA J, et al. A Study on a Surface Preparation Method for Single-crystal SiC using an Fe Catalyst[J]. Journal of Electronic Materials, 2009, 38(1):159—163.

[3] LEE K S, LEE S H, KIM M, et al. Surface Preparation of 6H-Silicon Carbide Substrates for Growth of High-quality SiC Ep layers [J]. Materials Science Forum, 2004 (457/460):797—800.

[4] SU Jian-xiu. Design of CMP Slurry in CMP SiC Crystal Substrate (0001) Si Surface Based on Alumina(Al₂O₃) Abrasive[J]. Advanced Materials Research, 2013, 703:90—93.

[5] 李淑娟,胡海明,李言. SiC 单晶片研磨机理及试验[J]. 人工晶体学报, 2013, 42(10):2065—2070.
LI Shu-juan, HU Hai-ming, LI yan. Mechanism and Experiment on Lapping SiC Single Crystal Wafer[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2013, 42(10):2065—2070.

[6] SU J X. Study on Lubricating Behavior in Chemical Mechanical Polishing [J]. Key Engineering Material, 2011, 487:243—247.

[7] 熊伟,储向峰. GaN 基 LED 衬底材料化学机械抛光研究进展[J]. 表面技术, 2014, 43(1):125—130.
XIONG Wei, CHU Xiang-feng. Research Progress of Chemical Mechanical Polishing Substrates Used in GaN-based LED[J]. Surface Technology, 2014, 43(1):125—130.

[8] 彭进,夏琳,邹文俊. 化学机械抛光液的发展现状与研究方向[J]. 表面技术, 2012, 41(4):95—98.

- [15] 绍东. 光学玻璃抛光用稀土抛光粉的制备[J]. 稀土, 2002, 23(6): 46—49.
SHAQ Dong. Optical Glass Polishing Rare Earth Polishing Powder Preparation[J]. Rare, 2002, 23(6): 46—49.
- [16] 何峰. 硫酸钙和硫酸镁晶须对复合树脂维氏硬度的影响[J]. 口腔医学, 2011, 31(3): 154—156.
HE Feng. Impact of Calcium Sulfate and Magnesium Sulfate Whisker Composite Resin Vickers Hardness[J]. Stomatology, 2011, 31(3): 154—156.
- [17] 李印江, 雷建荣, 胡在簋. 磨具配方的配料比设计[J]. 磨

料磨具与磨削, 1992, 3: 34—38.

LI Yan-jiang, LEI Jian-rong, HU Zai-Gui. Recipe Ingredients Abrasive than Design[J]. Abrasives and Grinding, 1992, 3: 34—38.

- [18] 刘莉, 辛振祥. 配方优化设计方法简介[J]. 橡塑技术与装备, 2004, 30(10): 8—12.
LIU Li, XIN Zhen-xiang. About Recipe Optimization Method[J]. Plastics Technology and Equipment, 2004, 30(10): 8—12.

(上接第 136 页)

- [11] 郁炜, 吕冰海, 袁巨龙. 精密陶瓷球体研磨过程中材料去除模型的研究[J]. 华中科技大学学报, 2014, 42(2): 74—76.
YU Wei, LYU Bin-hai, YUAN Ju-long. The Study of Material Removal Model in the Lapping Process of the Precision Ceramic Ball[J]. Journal of Huazhong University of Science, 2014, 42(2): 74—76.
- [12] 王志友, 吕玉山. 新型光纤连接器端面研磨抛光机的运动分析[J]. 机械工程师, 2007(8): 38—40.
WANG Zhi-you, LYU Yu-shan. Analysis on the Kinematics of a New Lapping and Polishing Machine for the Fiber Optical Connector End Surface[J]. Mechanical Engineer, 2007(8): 38—40.
- [13] 郁炜, 吕讯, 楼飞燕. CMP 加工过程中抛光速度对液膜厚

度的影响分析[J]. 轻工机械, 2008, 26(6): 97—99.

YU Wei, LYU Xun, LOU Fei-yan. Effect of Polishing on Slurry Film Thickness in Chemical Mechanical Polishing[J]. Light Industry Machinery, 2008, 26(6): 97—99.

- [14] 仇中军, 尹萍, 卢翠, 等. 石英玻璃表面改性后的力学特性分析[J]. 材料科学与工程学报, 2013, 31(1): 6—9.
QIU Zhong-jun, YI Ping, LU Cui, et al. Mechanical Property Analysis of Modified Quartz Glass[J]. Journal of Materials Science & Engineering, 2013, 31(1): 6—9.
- [15] 顾欣, 张晨辉, 雒建斌, 等. 石英光纤端面的化学机械抛光试验研究[J]. 摩擦学学报, 2008, 28(1): 11—17.
GU Xin, ZHANG Chen-hui, LUO Jian-bin, et al. Research on Polishing End Face of Silica Optical Fiber[J]. Tribology, 2008, 28(1): 11—17.

(上接第 140 页)

- PENG jin, XIA lin, ZOU wen-jun. Research Status and Prospect of Chemical Mechanical Polishing Slurry[J]. Surface Technology, 2012, 41(4): 95—98.
- [9] 王吉翠, 邓乾发, 周兆忠, 等. 蓝宝石晶片机械化学研磨抛光新方法研究[J]. 表面技术, 2011, 40(5): 11—103.
WANG Ji-cui, DENG Qian-fa, ZHOU Zhao-zhong, et al. The Study on the Method of Mechano-chemical Polishing about the Grinding Polishing of Sapphire[J]. Surface Technology, 2011, 40(5): 11—103.
- [10] 徐进, 雒建斌. 超精密表面抛光材料去除机理研究进展[J]. 科学通报, 2004, 49(17): 1700—1705.
XU Jin, LUO Jian-bin. Research Progress of Material Removal Mechanism of Surface Polishing with Ultra Precision[J]. Chinese Science Bulletin, 2004, 49(17): 1700—1705.
- [11] ZHANG Yin-xia. Study on Subsurface Damage Model of the Ground Monocry Stallinge Silicon Wafers[J]. Key Engineering Material, 2009, 416: 66—70.
- [12] 赵永武, 刘家浚. 半导体芯片化学机械抛光过程中材料去除机理研究进展[J]. 摩擦学学报, 2004, 24(3): 283—

287.

ZHAO Yong-wu, LIU Jia-jun. Recent Progress in Study on Material Removal Mechanisms of Silicon Wafer During Chemical Mechanical Polishing[J]. Tribology, 2004, 24(3): 283—287.

- [13] 刘幸龙. 固结磨料研磨 SiC 晶体基片研究[D]. 郑州: 河南工业大学, 2013.
LIU Xing-long. Study on Fix-Abrasive Lapping SiC Crystal Substrate[D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2013.
- [14] 陈魁. 试验设计与分析[M]. 北京: 清华大学出版社, 2005.
CHEN Kui. Experimental Design and Analysis[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2005.
- [15] 刘瑞江, 张业旺. 正交试验设计和分析方法研究[J]. 实验技术与管理, 2010, 27(9): 52—55.
LIU Rui-jiang, ZHANG Ye-wang. Study on the Design and Analysis Methods of Orthogonal Experiment[J]. Experimental Technology and Management, 2010, 27(9): 52—55.