

特邀综述

化学机械抛光液的研究进展

孟凡宁^{1,2}, 张振宇¹, 郜培丽^{1,2}, 孟祥东¹, 刘健²

(1. 大连理工大学 精密与特种加工教育部重点实验室, 辽宁 大连 116024;

2. 中国科学院 大连化学物理研究所, 辽宁 大连 116024)

摘要: 化学机械抛光 (CMP) 技术是集成电路制造中获得全局平坦化的一种重要手段, 化学机械抛光液是影响抛光质量和抛光效率的关键因素之一, 而抛光液中的磨粒和氧化剂决定了抛光液的各项化学机械抛光性能。将抛光液磨粒分为单一磨粒、混合磨粒以及复合磨粒, 综述了近年来国内外化学机械抛光液磨粒发展现状, 其中重点分析和总结了 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CeO_2 三种单一磨粒, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiO}_2/\text{CeO}_2$ 混合磨粒, $\text{CeO}_2@\text{SiO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{CeO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{SiO}_2$ 、 $\text{sSiO}_2@\text{mSiO}_2$ 、 $\text{PMMA}@\text{CeO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{mSiO}_2$ 等核-壳结构复合磨粒, Co、Cu、Fe、Ce、La、Zn、Mg、Ti、Nd 等离子掺杂复合磨粒的研究和应用现状, 并针对目前存在的问题进行了详细的分析。针对目前化学机械抛光液不同材料氧化剂 (高锰酸钾和过氧化氢) 的选择和使用进行了分析总结。此外, 介绍了一种新型绿色环保抛光液的研究和使用情况, 同时对化学机械抛光液存在的共性问题进行了总结, 最后展望了化学机械抛光液未来的研究方向。

关键词: 化学机械抛光; 抛光液; 磨粒; 氧化剂; 绿色环保

中图分类号: TG175 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2019)07-0001-10

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2019.07.001

Research Progress of Chemical Mechanical Polishing Slurry

MENG Fan-ning^{1,2}, ZHANG Zhen-yu¹, GAO Pei-li^{1,2}, MENG Xiang-dong¹, LIU Jian²

(1. Key Laboratory for Precision and Non-traditional Machining Technology of Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China; 2. Dalian Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, Dalian 116024, China)

ABSTRACT: Chemical mechanical polishing (CMP) is an important means to achieve global smoothing in integrated circuit manufacturing. CMP slurry is one of the key factors affecting polishing quality and efficiency, while abrasive particles and oxidizers are the key factors determining the performance of CMP slurry. The CMP abrasives were divided into single abrasives, mixed abrasives and composite abrasives. The development status and application of CMP abrasives at local and international levels in recent years were summarized, including three kinds of single abrasives SiO_2 , Al_2O_3 and CeO_2 , mixed abrasives $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ and $\text{SiO}_2/\text{CeO}_2$, core-shell structure composite particles $\text{CeO}_2@\text{SiO}_2$, $\text{PS}@\text{CeO}_2$, $\text{PS}@\text{SiO}_2$, $\text{sSiO}_2@\text{mSiO}_2$,

收稿日期: 2019-04-02; 修订日期: 2019-06-11

Received: 2019-04-02; Revised: 2019-06-11

基金项目: 国家优秀青年科学基金 (51422502); 国家自然科学基金创新研究群体科学基金 (51621064); 教育部首届青年长江学者奖励计划

Fund: The Excellent Young Scientists Fund of NSFC (51422502), the Science Fund for Creative Research Groups of NSFC (51621064), the Changjiang Scholar Program of Chinese Ministry of Education

作者简介: 孟凡宁 (1990—), 男, 博士研究生, 主要研究方向为超精密抛光。

Biography: MENG Fan-ning (1990—), Male, Doctoral candidate, Research focus: ultra-precision polishing.

通讯作者: 张振宇 (1976—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为超精密加工。邮箱: zzy@dlut.edu.cn

Corresponding author: ZHANG Zhen-yu (1976—), Male, Ph. D., Professor, Research focus: ultra-precision manufacturing technology. E-mail: zzy@dlut.edu.cn

PMMA@CeO₂ and PS@mSiO₂, and ion-doped composite abrasives Co, Cu, Fe, Ce, La, Zn, Mg, Ti and Nd and the existing problems were also analyzed in detail. The selection and use of KMnO₄ and H₂O₂ oxidizers (KMnO₄ and H₂O₂) for CMP slurry were briefly summarized. In addition, the research and application of a new type of green environmental polishing fluid are introduced, the common problems in CMP slurry are summarized and the future research directions of CMP slurry are anticipated.

KEY WORDS: chemical mechanical polishing; polishing slurry; abrasive particle; environment-friendly

化学机械抛光 (Chemical Mechanical Polishing, CMP) 技术具有独特的化学和机械相结合的效应, 是在机械抛光的基础上, 根据所要抛光的表面, 加入相应的化学试剂, 从而达到增强抛光和选择性抛光的效果^[1]。CMP 技术是从原子水平上进行材料去除, 从而获得超光滑和超低损伤表面, 该技术广泛应用于光学元件、计算机硬盘、微机电系统、集成电路等领域^[2]。同时, CMP 技术也是超精密设备向精细化、集成化和微型化发展的产物。

化学机械抛光液的性能是影响化学机械抛光质量和抛光效率的关键因素之一。抛光液一般包含氧化剂、络合剂、表面活性剂、磨料、pH 调节剂、腐蚀抑制剂等成分, 各种添加剂的选择和含量对抛光效果都会产生很大的影响^[3]。抛光液具有技术含量高、保密性强、不可回收等特点, 这使其成为 CMP 技术中成本最高的部分。2017 年, 我国 CMP 抛光液消费量达到了 2137 万升, 预计 2025 年将达到 9653 万升, 其中超过 65.7% 的抛光液来源于国外厂商, 呈现垄断的格局 (数据来源于《2018 年中国市场 CMP 抛光液发展研究报告》)。因此, 研发高性能抛光液在我国有着广阔的发展前景。

1 化学机械抛光液的研究进展

CMP 是化学腐蚀和机械磨削相互作用的超精密加工技术, 其基本原理是工件表面材料与抛光液中的氧化剂发生化学反应, 生成一层软质层, 在一定的压力下, 旋转抛光液磨粒和抛光垫对软质层进行机械去除, 使工件表面重新裸露出来, 然后进行化学反应: 化学作用和机械作用交替进行, 直到两者达到平衡,

完成工件表面抛光^[4], CMP 过程如图 1 所示。CMP 技术的关键挑战是同时实现高材料去除率 (Material Removal Rate, MRR)、低抛光表面粗糙度 (Surface Roughness, R_a) 或表面粗糙度均方根 (Root Mean Square, RMS)。目前, 为了克服这一挑战, 许多研究人员针对抛光液, 研究了磨料、氧化剂、抛光液 pH 值等因素对抛光效率和抛光质量的影响, 并取得了丰硕的成果。

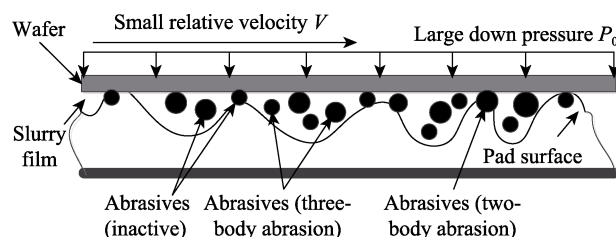


图 1 CMP 过程示意图 (固-固接触)

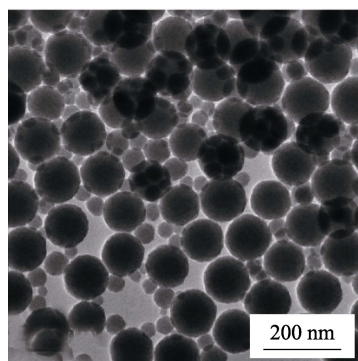
Fig.1 Schematic diagram of CMP process (solid-solid contact)

1.1 磨粒的研究进展

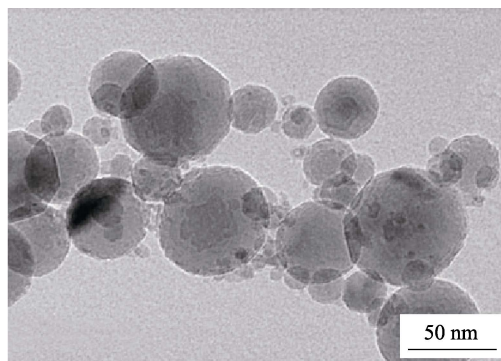
1.1.1 单一磨粒抛光液

单一磨粒抛光液是指在抛光液中只含有二氧化硅 (SiO₂)、氧化铝 (Al₂O₃)、氧化铈 (CeO₂)、氧化锆 (ZrO₂)、纳米金刚石等众多常用磨粒之一^[5-9]。其中 SiO₂、Al₂O₃、CeO₂ 是应用最广泛的, 其透射电镜图如图 2 所示。

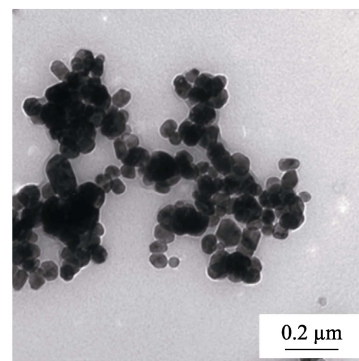
SiO₂ 具有良好的稳定性和悬浮性、低黏度和低硬度 (平均布氏硬度为 7) 等特点, 被广泛应用为抛光液磨料。然而, 针对 SiO₂ 表面、内部特性及其对抛光性能的影响机理尚不清楚。Pan 等^[10]研究了不同粒



SiO₂磨粒透射电镜图



Al₂O₃磨粒透射电镜图



CeO₂磨粒透射电镜图

图 2 三种常用单一磨粒透射电镜图

Fig.2 TEM maps of three commonly used single abrasive particles

度 SiO_2 磨粒对化学机械抛光性能的影响, 得出大颗粒 SiO_2 磨粒能够获得较高的抛光效率, 但是抛光质量较低; 小颗粒 SiO_2 磨粒能获得较高的抛光质量, 但是抛光效率较低。同时, 针对蓝宝石衬底材料发现, 使用粒径为 10 nm 的 SiO_2 作为抛光液磨粒时, MRR 会出现相对较高的值, 与使用粒径为 100 nm 的 SiO_2 磨粒时的 MRR 值非常接近, 并且采用粒径为 10 nm 的 SiO_2 磨粒可以实现 R_a 为 0.06 nm 的光滑表面^[11]。

Pan 等^[12-17]通过大量研究发现, 与其他磨料相比, 硬度较低的 SiO_2 颗粒可以获得更好、更光滑的蓝宝石表面。阎秋生等^[18]通过在硅溶胶中添加芬顿试剂, 提高了硅溶胶抛光液的稳定性, 使 SiC 抛光表面质量也随之提高。Lu 等^[19]设计了对胶体二氧化硅进行退火和再分散的试验, 探索了 SiO_2 纳米颗粒的微小结构差异对 CMP 性能的影响。研究发现, 随着 SiO_2 退火温度的升高, MRR 从 350 nm/min 持续增加到 650 nm/min, 但是 RMS 只能达到 1.5 nm。董双阳等^[20]研究了 SiO_2 磨粒浓度、抛光液 pH 值、抛光温度对蓝宝石去除效率的影响, 获得了优化的抛光液配方, 蓝宝石的 MRR 比优化前提高了 71.4%。张琳琪等^[21]研究了 pH 值和表面活性剂对抛光液稳定性及其对铝合金抛光性能的影响, 得出非离子表面活性剂有利于抛光液的稳定性, 并且当抛光液 pH 值为 9.5 时, 抛光效果最好。

尽管使用 SiO_2 作为抛光液磨粒得到了广泛的研究和应用, 但是, SiO_2 易团聚、不适合长期保存、硬度较低, 导致抛光速率无法突破高效率瓶颈等问题还是没有从根本上解决。此外, 抛光液中的强酸、强碱和强氧化剂等化学试剂不仅对设备存在严重的腐蚀, 对实验人员的身体健康也存在着很大的威胁。

近年来随着 LED 产业的发展, Al_2O_3 凭借其硬度高、稳定性好等优点, 广泛应用于蓝宝石、碳化硅等材料的 CMP 技术中。 Al_2O_3 具有 10 余种晶型, 其中常见的为 α 、 β 、 γ 等, 一般选用 50 ~ 200 nm 粒径分布均匀的 α - Al_2O_3 作为抛光磨粒^[22]。

由于 Al_2O_3 的两性化学性质, Al_2O_3 抛光液分为碱性抛光液和酸性抛光液, 与碱性抛光液相比, 酸性抛光液对设备的腐蚀更为严重, 所以碱性抛光液比酸性抛光液应用更广泛。碱度对碱性抛光液性能起着非常重要的作用, 经市场调研, pH 值为 12 以上可以提高材料的去除率, 但是过高的碱度同样会对设备造成严重腐蚀^[23]。因此, 制备低碱性 Al_2O_3 抛光液已成为一个新的课题。Wang 等^[24]使用 N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷对 Al_2O_3 进行表面改性(改性过程反应如图 3 所示), 并将其成功地应用于 CMP, 并得出改性 Al_2O_3 磨粒比未改性 Al_2O_3 磨粒有更高 MRR 和更好 RMS 的结论。此外, 改性 Al_2O_3 磨粒在 pH 值为 10 时比未改性 Al_2O_3 磨粒在 pH 为 13 时, 表现出更高的材料去除率, 这为减少设备腐蚀提供了新思路。张泽芳等^[25]研究了 Al_2O_3 磨粒浓度、分散剂浓度以及

抛光液 pH 对铝合金抛光性能的影响, 通过大量试验获得 Al_2O_3 抛光液的最优配方为: Al_2O_3 磨粒尺寸 3.3 μm , 氧化剂 H_2O_2 浓度 4%, 分散剂 PEG-600 浓度 0.5%, pH 调节剂 H_3Cit 浓度 1.5%。宋晓岚等^[26]通过试验研究发现, 在水相体系 Al_2O_3 抛光液中添加 1% 的异丙醇胺作为分散剂, 并且调节 pH=4 时, 可获得较长时间稳定的 Al_2O_3 抛光液。

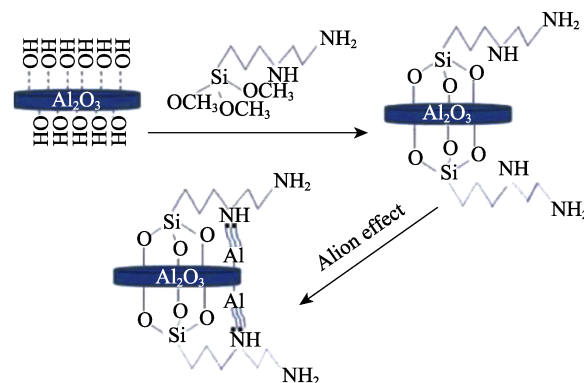


图 3 改性过程的化学反应示意图
Fig.3 Schematic diagram of chemical reaction of modification process

Al_2O_3 磨粒在水溶液中由于静电力等作用容易团聚成大颗粒胶团, 出现絮凝分层等现象, 导致抛光液稳定性较差。因此, 使用 Al_2O_3 作为抛光液磨粒, 需要在抛光液中加入各种各样稳定剂和分散剂, 使得对抛光机理的研究更加复杂, 同时抛光液的成本也随之增大。

由于 Ce 元素的多价态及其易转化特性, 玻璃表面与抛光液接触的物质容易被氧化或形成络合物而被除去, 使得 CeO_2 在玻璃材料化学机械抛光展现出优异的性能^[27]。与传统抛光液磨粒相比较, CeO_2 磨粒抛光液具有抛光效率高、光洁度好和寿命长等优点。

CeO_2 磨粒的粒径大小是影响抛光效果的重要参数之一。粒径过大, 容易导致抛光工件表面产生划痕, 影响抛光质量; 粒径过小, 材料去除速度变慢, 抛光效率降低。使用简单的方法, 制备大量纳米级粒径均一、表面形貌良好的 CeO_2 磨粒及探究磨粒的粒径与抛光效率的关系是目前研究的热点之一。Myoung 等^[28]在水热条件下, 以氧化铈溶胶为前驱体, 对氧化铈溶胶进行加热, 制备出晶型良好的氧化铈颗粒。通过改变制备氧化铈前驱体所用溶剂的介电性能, 控制了水热氧化铈颗粒的形貌和晶粒尺寸, 合成了 20~400 nm 的 CeO_2 磨粒。Choi 等^[29]在氢氧化钠水溶液存在的条件下, 采用双乳液法制备了晶粒尺寸在 10~20 nm 范围内的纳米氧化铈粉体。Hu 等^[30]通过简单、高效的水热法, 合成了一种暴露面为 {111} 晶面的纳米八面体 CeO_2 , 如图 4 所示。与球形 CeO_2 相比, 立方 CeO_2 具有明显的材料去除能力, 但是抛光质量较差。陈广林等^[31]使用阴离子型分散剂和非离子型分散剂混合配方, 配制出可以稳定分散 72 h 的 CeO_2 抛光液, 但

是表面粗糙度仅达到 10 nm 左右, CeO_2 粒子吸附材料去除示意如图 5 所示。He 等^[32]采用溶胶-凝胶法制备了分散良好的 CeO_2 溶胶, 晶粒尺寸在几纳米至 10 纳米之间, 并且 CeO_2 溶胶可以稳定保存 3 个月。

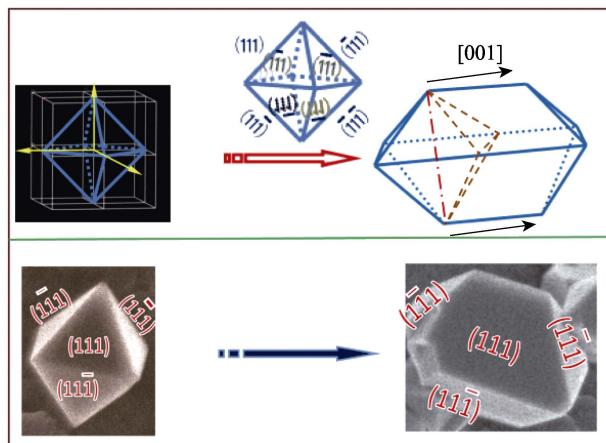


图 4 纳米八面体的曝光面

Fig.4 Exposure planes of the nano-octahedrons

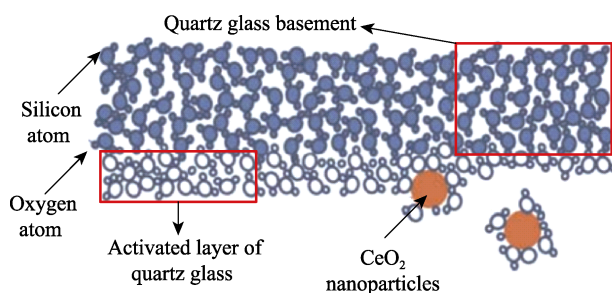


图 5 CeO_2 粒子吸附材料去除示意

Fig.5 Schematic diagram of material removal by CeO_2 particles adsorption

由于 Ce 属于稀有金属, 并且制备 CeO_2 磨粒工艺复杂, 因此使用大量 CeO_2 磨粒抛光液成本很高。此外, 现有技术制备的 CeO_2 磨粒, 尺寸范围跨度较大, 导致抛光质量不稳定。

通过上述文献分析可以发现, 由于单一磨粒各方面性能的局限性, 使用单一磨粒抛光液出现了很多难以解决的瓶颈问题。因此, 很多研究人员转而研究混

合磨粒抛光液和复合磨粒抛光液, 致力于解决化学机械抛光过程中加工效率和加工质量的平衡问题。

1.1.2 混合磨粒抛光液

当使用单一磨粒抛光液无法满足衬底材料表面质量要求和加工效率时, 很多学者将不同粒径尺寸的一种磨粒或者两种不同磨粒混合在一起使用, 并收到了意想不到的效果。

Jindal 等^[33]将 SiO_2 (平均粒径 50 nm) 和 Al_2O_3 (平均粒径 220 nm) 混合磨粒按照合适质量比制备抛光液, 有效地提高了抛光的效率。莫益栋等^[34]将质量分数分别为 4% 和 10% 的 SiO_2 和 CeO_2 混合作为抛光液磨粒, 在相同试验条件下, 达到同等表面质量, 混合磨粒的效率大约是传统单一磨粒的 8 倍。Xu 等^[35]研究了软硬混合磨料(软磨粒 SiO_2 , 硬磨粒是金刚石)对蓝宝石晶圆材料的去除机理。结果表明, 使用软硬混合磨料的去除率是单硬磨料去除率的 52.6% 以上, 表面粗糙度的降低是单硬磨料去除率的 21.6% 以上。

Lee 等^[36]使用不同比例的 SiO_2 (粒径分别为 30 nm 和 70 nm) 的混合磨粒, 通过大量试验, 得到当两种粒径磨粒质量比为 2 : 1 时, 抛光效率最高的结论, 抛光过程如图 6 所示。此外, Lee 等^[37]还将非球形和球形 SiO_2 混合作为磨粒, 发现以适当的比例混合不同大小和形状的颗粒混合物, 其性能优于单一 SiO_2 磨粒。Bun-Athuek 等^[38]将超细 SiO_2 (粒径为 4 nm) 与大尺寸 SiO_2 (粒径分别为 20、55、105 nm) 混合使用, 通过研究发现, 混合过程中超细粒子粘附在大颗粒表面, 因此改变了混合粒子的表面形貌, 结果证实了混合 SiO_2 磨粒增强了蓝宝石的抛光性能。汪海波等^[39]将 20 nm SiO_2 磨粒分别与 60~120 nm SiO_2 磨粒混合进行试验, 发现不同粒径混合使用时, 两者粒径差距越大, 抛光效率越高; 并且针对 20 nm 和 120 nm 混合磨粒试验, 得出当两者比例在 5 : 1 时, 抛光效率最高。

通过上述文献不难发现, 混合磨粒对于提高抛光效率有很大的促进作用, 但对抛光质量的影响不是很明显。目前为止, 还没有发现不同磨粒混合以及不同

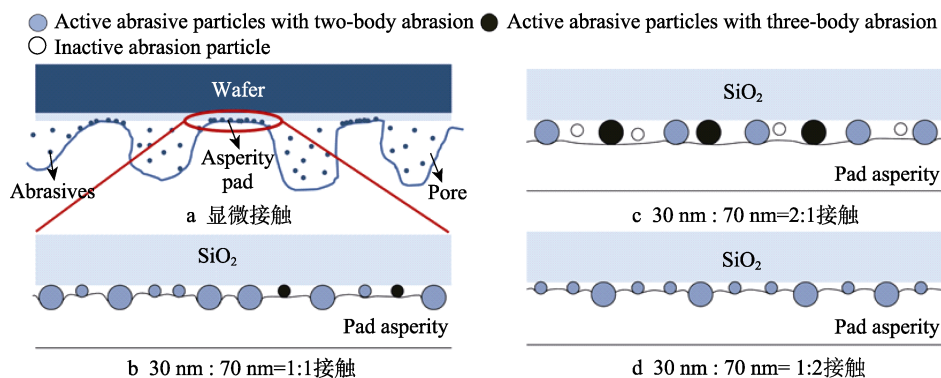


图 6 CMP 过程中衬底、磨粒和抛光垫之间的接触示意图

Fig.6 Schematic diagram of contact among wafer, abrasive and pad in CMP process: a) microscopic contact; b) contact at 30 nm : 70 nm = 1 : 1; c) contact at 30 nm : 70 nm = 2 : 1; d) contact at 30 nm : 70 nm = 1 : 2

粒径同种磨粒混合使用时,质量比和粒径比的任何规律,因此使用混合磨粒还需要大量的正交试验进行探索最佳的质量比和粒径比,工作量庞大。

1.1.3 复合磨粒抛光液

近年来,随着交叉学科在不同领域的广泛应用,使用化学手段制备复合化学机械抛光液磨粒也得到大力发展。与混合磨粒不同,复合磨粒是在特定的条件下,通过一定的化学反应而生成的,最常用的方法是纳米颗粒的包覆和掺杂。

从 2010 年至今,Chen 等^[40-50]将 SiO_2 、 CeO_2 、聚苯乙烯 (Polystyrene, PS) 和聚甲基丙烯酸甲酯 (Polymethyl Methacrylate, PMMA) 等材料制备了 $\text{CeO}_2@\text{SiO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{CeO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{SiO}_2$ 、 $\text{sSiO}_2@\text{mSiO}_2$ 、

$\text{PMMA}@\text{CeO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{mSiO}_2$ 等不同材料、不同尺寸、不同结构的壳/核结构复合材料磨粒,如图 7 所示,并针对硅片进行了大量抛光试验,统计结果如图 8 所示。由图 8 中 $\text{PS}@\text{SiO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{mSiO}_2$ 、 $\text{PS}@\text{CeO}_2$ 组试验可以发现,当壳为 PS 时,核为 CeO_2 的抛光效率最高,并且抛光质量最好;由 $\text{PS}@\text{CeO}_2$ 、 $\text{PMMA}@\text{CeO}_2$ 、 $\text{sSiO}_2@\text{CeO}_2$ 、 $\text{mSiO}_2@\text{CeO}_2$ 组试验可以知道,当核为 CeO_2 时,壳为 PMMA 的抛光效率最高,壳为 PS 的抛光质量最高;由 $\text{CeO}_2@\text{SiO}_2$ 、 $\text{sSiO}_2@\text{mSiO}_2$ 、 $\text{sSiO}_2@\text{W-mSiO}_2$ 、 $\text{sSiO}_2@\text{D-mSiO}_2$ 组试验可知,当核为 SiO_2 时,壳为 CeO_2 的抛光效率最高,壳为 sSiO_2 的抛光质量最高。通过上述分析可知,使用复合材料磨粒时, $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 抛光效率最高,PS/ CeO_2 抛光质量最高。

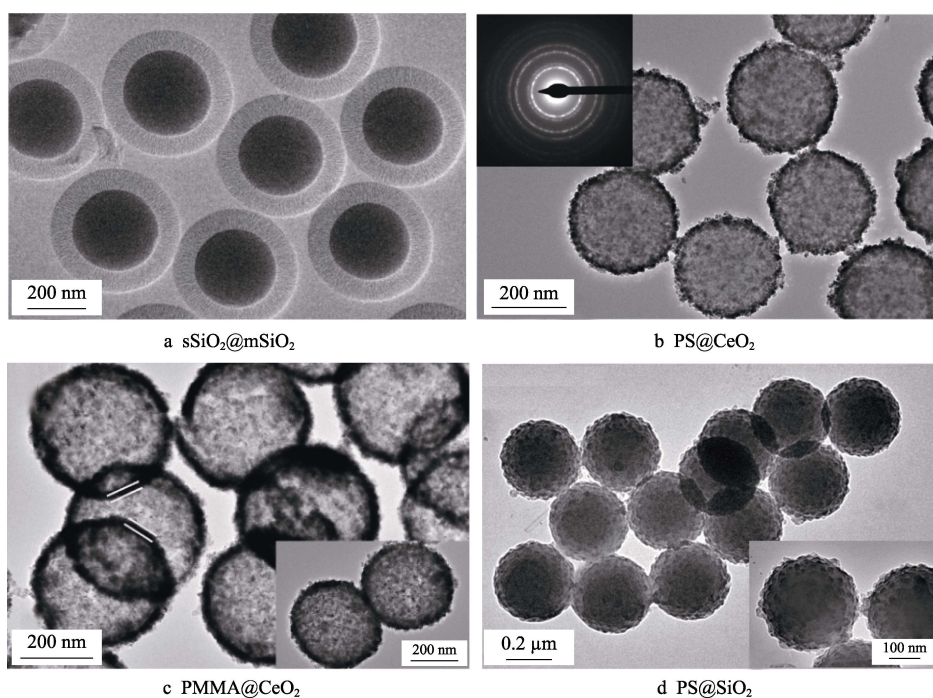


图 7 核-壳结构复合磨粒透射电镜图

Fig.7 TEM images of composite abrasive particles with core/shell structure

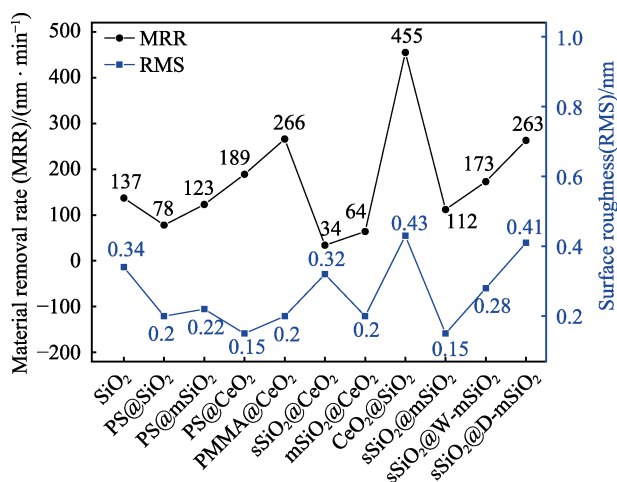


图 8 不同复合材料抛光结果统计图

Fig.8 Statistics of polishing results for different composite materials

为了更加深入地研究复合材料对抛光效果的影响,Chen 等^[51-52]研究了不同壳的厚度、核直径对抛光效果的影响,不同尺寸复合磨粒抛光试验结果统计如表 1 所示。由表 1 中 1、2、3 组试验可以看出,当壳厚度一样时,RMS 随着核尺寸的增大而增大;由 2、4 组试验可以看出,当核尺寸一样时,在一定范围内,RMS 随着核尺寸的增大而减小。综合 2、4、5、6 组试验可以得出,核-壳结构复合材料磨粒对抛光效果的影响是由核尺寸和壳厚度共同决定的。此外,Chen 等^[53-54]使用原子力显微镜 (AFM) 测试了不同复合材料的弹性模量、杨氏模量等力学性能,从力学角度对上述结论进行了阐述。

Lei 等^[55-63]将 Co、Cu、Fe、Ce、La、Zn、Mg、Ti、Nd 等离子掺杂到 SiO_2 磨粒中,制备了多种复合磨粒抛光液 (其中,Nd 掺杂到 SiO_2 磨粒中的结构式

和扫描电镜图如图9所示),并针对蓝宝石、硅片等衬底材料进行了大量的抛光试验,试验结果统计如图10所示。由图10可以看出,使用离子掺杂方法制备的复合材料的抛光效率、抛光质量比较低,但是当掺杂MgO时^[64],虽然抛光效率不高,但抛光质量比其他离子高很多,这为下一步掺杂方法提供了一条新的思路,即掺杂氧化物。

表1 不同尺寸复合磨粒抛光试验结果统计
Tab.1 Statistics of polishing test results of composite abrasive particles with different sizes

No.	Nuclear size/nm	Shell thickness/nm	MRR/(nm·min ⁻¹)	RMS/nm
1	168	18	112	0.15
2	263	16	68	0.23
3	353	17	141	0.31
4	270	23	183	0.16
5	310	37	252	0.22
6	516	68	314	0.24

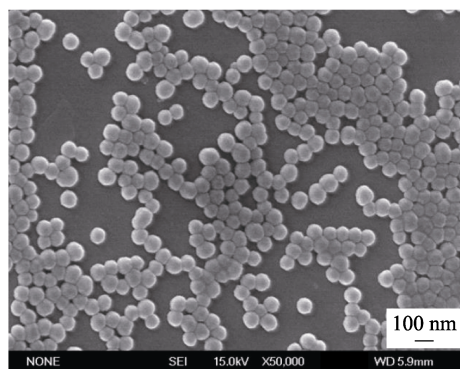
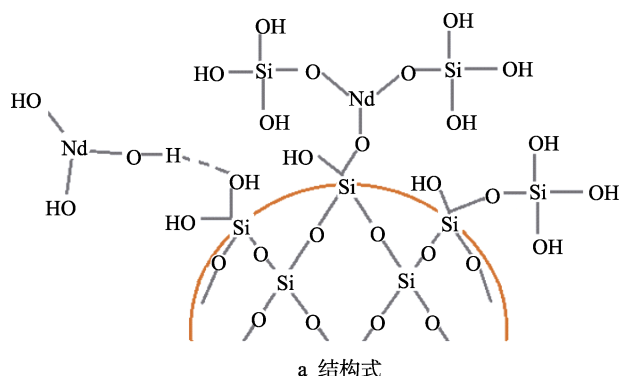


图9 Nd离子掺杂到SiO₂磨粒的结构式和扫描电镜图
Fig. 9 (a) Structure of SiO₂ abrasive particles doped with Nd ions and (b) SEM of SiO₂ abrasive particles doped with Nd ions

复合磨粒,特别是核-壳结构的复合磨粒,在化学机械抛光中的应用取得了很好的效果,能够实现纳米级超低损伤的超光滑表面,但是其制备工艺复杂、产量极低,同样不能满足企业大批量生产。

1.2 氧化剂的研究进展

在化学机械抛光过程中,氧化剂能够使衬底表面

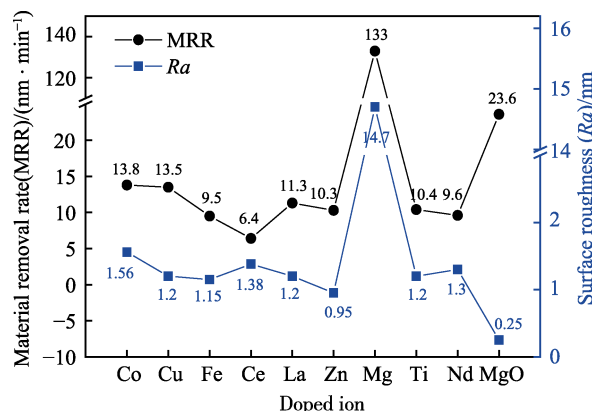


图10 离子掺杂方法复合磨粒抛光结果统计
Fig.10 Statistics of polishing results of ion-doped composite abrasive particles

快速形成一层质地较软的氧化层,有助于机械去除,从而加快抛光的效率,因此不同种类、浓度的氧化剂对抛光质量和抛光效率有着重要的影响。

董伯先^[65]使用10种不同的氧化剂对CVD金刚石膜进行化学机械抛光试验,研究对比发现,使用高锰酸钾抛光效果最佳。倪自丰等^[66]使用SiO₂磨粒研究了不同pH值条件下,双氧水和高锰酸钾两种氧化剂对6H-SiC晶片化学机械抛光的影响,试验结果表明,当使用双氧水为氧化剂时,MRR在pH=8时达到最大值110 nm/h,此时Ra为0.32 nm;当使用高锰酸钾为氧化剂时,MRR在pH=6时达到最大值185 nm/h,此时Ra为0.25 nm,因此氧化性强的KMnO₄更适合6H-SiC晶片的化学机械抛光。高飞等^[67]使用金刚石磨粒,研究了高锰酸钾氧化剂浓度对SiC抛光效果的影响,研究得出,当高锰酸钾浓度为0.15 mol/L时,MRR达到最大值1200 nm/h,Ra可达0.085 nm。梁庆瑞等^[68]使用高锰酸钾抛光液,研究了不同高锰酸钾浓度对4H-SiC硅面和碳面的影响,得出当高锰酸钾用量为0.3%时,有助于SiC-Si面反应;而高锰酸钾用量为0.1%更有助于SiC-C面反应。黄华栋等^[69]研究了氧化剂H₂O₂在不同浓度下对铝合金抛光效率的影响,结果表明,低浓度氧化剂可以加速铝合金表面氧化速度,从而提高抛光效率;高浓度氧化剂由于在铝合金表面生成致密氧化膜,使得抛光效率大大降低。

根据上述文献分析不难发现,氧化剂的种类和浓度的选择要根据不同衬底材料的性质具体对待。比如,化学性质稳定的SiC使用氧化性较强的高锰酸钾可以有效地提高抛光效率;而化学性质活泼的铝合金使用低浓度氧化性较弱的H₂O₂的抛光效果更好。

2 新型绿色环保抛光液研究进展

软脆晶体碲锌镉(CZT)和碲镉汞(MCT)具有优异的室温核辐射探测和红外探测性能,广泛应用于航空、航天、核电、红外探测、核辐射探测、医学成

像等领域^[70]。软脆晶体具有软脆特性,是难加工材料,传统的软脆晶体的加工方法主要是采用游离磨料研磨、抛光以及溴甲醇刻蚀(有毒,对操作者和环境具有潜在的危害)的方法。张振宇等^[3]研发了主要含有

硅溶胶、双氧水和食用果酸等添加剂的碲镉汞新型绿色环保抛光液,获得 $Ra=0.45$ nm 的超光滑软脆晶体碲镉汞表面,如图 11 所示,解决了有毒的溴甲醇抛光液对操作者及环境的危害难题。

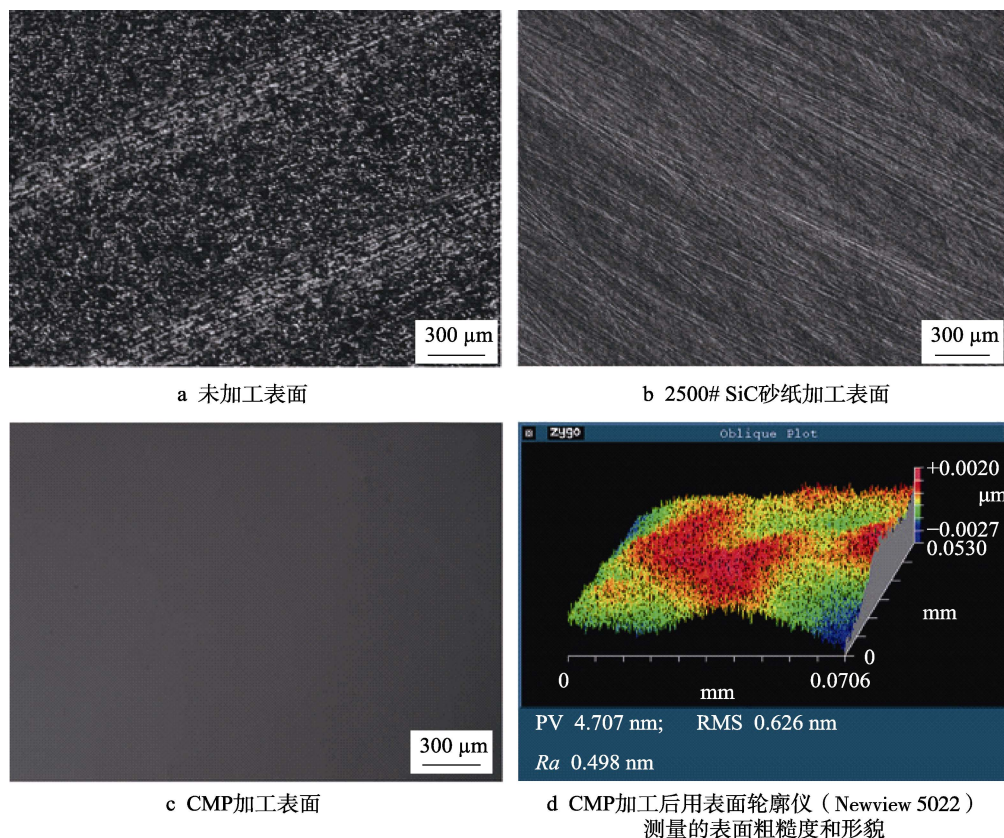


图 11 碲镉汞光学表面

Fig.11 Optical images of (a) as-received, (b) polished surface by SiC waterproof papers with mesh size of 2500#, (c) polished surface by the developed approach of CMP CZT wafers, and (d) surface roughness and morphology measured by a surface profilometer (NewView 5022) after CMP

不锈钢、铜、铜合金、钛合金等金属材料传统的化学机械抛光采用强酸、强碱、重金属等危险化学品,对操作者和环境具有重要的潜在危害。沈林新^[71]针对传统不锈钢抛光工艺配方多含有铬酸、氢氟酸等毒害较大的物质,采用氟化氢铵(NH_4HF_2)、硝酸(HNO_3)、磷酸(H_3PO_4)、盐酸(HCl)、氯化钠(NaCl)、双氧水(H_2O_2)复合添加剂,配制的无铬酐型化学抛光液对奥氏体不锈钢有较好的抛光效果,光亮度达到 3~4 级,符合一般不锈钢的抛光要求。周飞云等^[72]针对铜和铜合金,使用 HNO_3 、 H_2O_2 、聚乙二醇等化学试剂配成抛光液,该配方具有组成简单、污染小、成本低廉和抛光快的优点,化学抛光效果良好。张振宇等^[73-74]研发了主要含有硅溶胶、双氧水、苹果酸和去离子水等成分的新型钛合金绿色环保抛光液和固结磨料研磨-绿色环保抛光新方法,并获得 Ra 为 0.68 nm 的超光滑钛合金表面;同时针对铜材料研究了抛光液中,各成分对抛光结果的作用规律,通过理论分析和实验研究,最终选择过氧化氢、硅溶胶和壳寡糖作为添加

剂,研发了铜的新型抛光液,表面粗糙度 Ra 达到 0.444 nm,解决了传统的危险化学品抛光液对操作者及环境的危害难题。

张振宇等人研究新型绿色环保抛光液,虽然只是在 CZT、MCT、铜、钛合金等有限种类材料上进行了应用研究,但是新型绿色环保抛光液从根本上解决了传统的危险化学品抛光液对操作者及环境的危害,在全球绿色环保为主题的时代里,这必将是化学机械抛光液未来的发展趋势。

3 化学机械抛光液存在的共性问题及研究方向

随着我国经济和科技的不断发展,超精密设备材料表面质量提出了更高的要求,同时,国内研究人员一直致力于摆脱对进口化学机械抛光液的依赖,实现具有自主知识产权的高质、高效抛光液的研究。目前,现有化学机械抛光液中还存在以下三点共性问题:

1) 抛光质量与抛光效率之间的矛盾。在化学机械抛光中,质量和效率永远是矛盾般存在的,这也是研究人员研究的最核心的问题,解决质量和效率之间的矛盾是永恒的主题。

2) 抛光质量和抛光效率与抛光成本之间的矛盾。随着跨学科技术的相互融合,核-壳结构复合磨粒可以在一定程度上解决抛光质量和抛光效率之间的矛盾,但是复合磨粒制备工艺复杂、产量较低,大批量生产成本巨大,目前还不能实现产业化。

3) 环保问题。传统化学机械抛光液中的强酸、强碱、强氧化物等化学试剂对环境、设备以及操作人员都存在严重的危害。因此,发展新型绿色环保抛光液必定是未来的发展趋势。

此外,近年来,新型材料以其独特的性能逐渐取代了传统材料,如钇铝石榴石(YAG)和碳纤维增强树脂(CFRP)复合材料。YAG具有耐辐射、高强度、高硬度、高熔点、良好的热蠕变等性能,被广泛应用于航空、航天、军事、国防等领域^[75-76]。CFRP由于其高强度重量比、耐腐蚀性和低热膨胀性^[77-78],在航空、航天、汽车、海洋、医疗和运动器械等领域应用极为广泛。然而,由于这些新材料的独特性能,使其在超精密加工过程中遇到很大阻碍。由于化学力和机械力的独特结合,CMP已成为加工新型材料最有潜力的方法。因此,CMP的应用前景十分广阔。

参考文献:

- [1] OLIVER M R. Chemical-mechanical planarization of semiconductor materials[M]. New York: Springer Berlin Heidelberg, 2004.
- [2] LI Y Z. Microelectronic applications of chemical mechanical planarization current and future challenges in CMP materials[J]. Researchgate, 2007(1): 25-56.
- [3] ZHANG Z, WANG B, GUO D. Micro and nano fabrication technology[M]. Singapore: Springer Nature, 2018: 431-444.
- [4] BABU S V. Chemical-mechanical polishing-fundamentals and challenges[M]. New York: Springer Nature, 2014: 1-279.
- [5] MANDAL S, THOMAS E L H, GINES L, et al. Redox agent enhanced chemical mechanical polishing of thin film diamond[J]. Carbon, 2018, 130: 25-30.
- [6] ASGHAR K, QASIM M, DAS D. Effect of polishing parameters on chemical mechanical planarization of C-Plane(0001)gallium nitride surface using SiO₂ and Al₂O₃ abrasives[J]. ECS journal of solid state science and technology, 2014, 3(8): 277-284.
- [7] DENG H, HOSOYA K, IMANISHI Y, et al. Electro-chemical mechanical polishing of single-crystal SiC using CeO₂ slurry[J]. Electrochemistry communications, 2015, 52: 5-8.
- [8] MANIVANNAN R, RAMANATHAN S. The effect of hydrogen peroxide on polishing removal rate in CMP with various abrasives[J]. Applied surface science, 2009, 255(6): 3764-3768.
- [9] KAGEURA T, HIDEKO M, TSUYUZAKI I, et al. Superconductivity in nano- and micro-patterned high quality single crystalline boron-doped diamond films[J]. Diamond and related materials, 2018, 90: 181-187.
- [10] SHI X, PAN G, ZHOU Y, et al. Characterization of colloidal silica abrasives with different sizes and their chemical-mechanical polishing performance on 4H-SiC (0001) [J]. Applied surface science, 2014, 307: 414-427.
- [11] ZHOU Y, PAN G, GONG H, et al. Characterization of sapphire chemical mechanical polishing performances using silica with different sizes and their removal mechanisms[J]. Colloids and surfaces A: Physicochemical and engineering aspects, 2017, 513: 153-159.
- [12] SHI X L, PAN G, ZHOU Y, et al. A study of chemical products formed on sapphire(0001) during chemical-mechanical polishing[J]. Surface and coatings technology, 2015, 270: 206-220.
- [13] ZHOU Y, PAN G, SHI X, et al. Chemical mechanical planarization(CMP) of on-axis Si-face SiC wafer using catalyst nanoparticles in slurry[J]. Surface and coatings technology, 2014, 251: 48-55.
- [14] GONG H, PAN G, GU Z, et al. Effect of modified silica abrasive particles on nanosized particle deposition in final polishing of silicon wafers[J]. Tribology transactions, 2014, 57(2): 366-372.
- [15] XU W, LU X, PAN G, et al. Effects of the ultrasonic flexural vibration on the interaction between the abrasive particles; pad and sapphire substrate during chemical mechanical polishing(CMP)[J]. Applied surface science, 2011, 257(7): 2905-2911.
- [16] CHEN H, GUO D, XIE G, et al. Mechanical model of nanoparticles for material removal in chemical mechanical polishing process[J]. Friction, 2016, 4(2): 153-164.
- [17] ZHOU Y, PAN G, SHI X, et al. XPS, UV-v is spectroscopy and AFM studies on removal mechanisms of Si-face SiC wafer chemical mechanical polishing (CMP)[J]. Applied surface science, 2014, 316: 643-648.
- [18] 阎秋生, 徐沛杰, 路家斌, 等. 硅溶胶抛光液稳定性及对 SiC 化学机械抛光的影响[J]. 半导体技术, 2018, 43(9): 664-668.
YAN Q S, XU P J, LU J B, et al. Stability of colloidal silica polishing solution and its effect on SiC chemical mechanical polishing[J]. Semiconductor technology, 2018, 43(9): 664-668.
- [19] LU S, WANG H, MENG Y, et al. Silica nano-particle anneal treatment and its effect on chemical mechanical polishing[J]. Journal of electrical engineering & technology, 2019, 14(1): 355-361.
- [20] 董双阳, 颜志强, 刘祖耀, 等. 抛光液 pH 值、温度和浓度对蓝宝石抛光效率的影响[J]. 表面技术, 2017,

- 46(5): 261-265.
- DONG S Y, YAN Z Q, LIU Z Y, et al. Effect of slurry pH, temperature and concentration on removal efficiency of sapphire material[J]. Surface technology, 2017, 46(5): 261-265.
- [21] 张琳琪, 夏琳, 彭进, 等. pH值和表面活性剂对硅溶胶CMP抛光液的影响[J]. 表面技术, 2014, 43(4): 24-26.
- ZHANG Q L, XIA L, PENG J, et al. effects of pH value and surfactant on silicon Sol CMP slurry[J]. Surface technology, 2014, 43(4): 24-26.
- [22] SONG X, HUANG S, GONG B, et al. Synthesis of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$ coated nanoparticles and dispersion stability of their suspension[J]. Integrated ferroelectrics, 2013, 146(1): 76-87.
- [23] MANIVANNAN R, RAMANATHAN S. The effect of hydrogen peroxide on polishing removal rate in CMP with various abrasives[J]. Applied surface science, 2009, 255(6): 3764-3768.
- [24] WANG Wei-lei. Surface modified alumina particles and their chemical mechanical, polishing(CMP) behavior on C-plane(0001) sapphire substrate[J]. Journal of inorganic materials, 2017, 32(10): 1109.
- [25] 张泽芳, 张文娟, 张善端, 等. 氧化铝抛光液对铝合金化学机械抛光性能的研究(英文)[J]. 摩擦学报, 2019, 39(1): 109-117.
- ZHANG Z F, ZHANG W J, ZHANG S D, et al. Chemical mechanical polishing of aluminum alloys using alumina-based slurry[J]. Tribology, 2019, 39(1): 109-117.
- [26] 宋晓岚, 王海波, 曲鹏, 等. 水相体系纳米 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 浆料的分散稳定性能研究[J]. 材料科学与工艺, 2005, 13(5): 506-508.
- SONG X L, WANG H B, QU P, et al. Study on dispersion and stability for slurry of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ nanoparticles[J]. Materials science and technology, 2005, 13(5): 506-508.
- [27] SABIA R, STEVENS H J. Performance characterization of cerium oxide abrasives for chemical mechanical polishing of glass[J]. Machining science and technology, 2000, 4(2): 235-251.
- [28] OH M H, NHO J S, CHO S B, et al. Novel method to control the size of well-crystalline ceria particles by hydrothermal method[J]. Materials chemistry and physics, 2010, 124(1): 134-139.
- [29] LEE J S, LEE J S, CHOI S C. Synthesis of nano-sized ceria powders by two-emulsion method using sodium hydroxide[J]. Materials letters, 2005, 59(2-3): 395-398.
- [30] HU P, CHEN Y, SUN R, et al. Synthesis, characterization and frictional wear behavior of ceria hybrid architectures with {111} exposure planes[J]. Applied surface science, 2017, 401: 100-105.
- [31] 陈广林, 刘德福, 陈涛, 等. CeO_2 纳米粒子抛光液分散稳定性及其化学机械抛光特性研究[J]. 表面技术, 2016, 45(11): 187-193.
- CHEN G L, LIU D F, CHEN T, et al. Dispersion stability of CeO_2 nano particles polishing agent and its properties in chemical mechanical polishing process[J]. Surface technology, 2016, 45(11): 187-193.
- [32] HE H W, WU X Q, REN W, et al. Synthesis of crystalline cerium dioxide hydrosol by a sol-gel method[J]. Ceramics international, 2012, 38(S1): 501-504.
- [33] JINDAL A, HEGDE S, BABU S V. Chemical mechanical polishing using mixed abrasive slurries[J]. Electrochemical and solid-state letters, 2002, 5(7): 48-50.
- [34] 莫益栋, 李庆忠. 精细雾化抛光 TFT-LCD 玻璃基板的抛光液研制[J]. 材料科学与工程学报, 2015, 33(3): 438-441.
- MO Y D, LI Q Z. Performance of TFT-LCD glass substrate polishing slurry in ultrasound fine atomization CMP[J]. Journal of materials science and engineering, 2015, 33(3): 438-441.
- [35] XU Y, LU J, XU X. Study on planarization machining of sapphire wafer with soft-hard mixed abrasive through mechanical chemical polishing[J]. Applied surface science, 2016, 389: 713-720.
- [36] LEE H, JEONG H. Analysis of removal mechanism on oxide CMP using mixed abrasive slurry[J]. International journal of precision engineering and manufacturing, 2015, 16(3): 603-607.
- [37] LEE H, LEE D, KIM M, et al. Effect of mixing ratio of non-spherical particles in colloidal silica slurry on oxide CMP[J]. International journal of precision engineering and manufacturing, 2017, 18(10): 1333-1338.
- [38] NATTHAPHON B, HIROKO T, YUTAKA Y, et al. Effects of mixed ultrafine colloidal silica particles on chemical mechanical polishing of sapphire[J]. Japanese journal of applied physics, 2018, 57(7): 1-5.
- [39] 汪海波, 杨金, 鲁世斌, 等. 磨料混合对蓝宝石抛光效果的影响[J]. 润滑与密封, 2018, 43(6): 43-54.
- WANG H B, YANG J, LU S B, et al. Effect of particle hybrid on sapphire polishing performance[J]. Lubrication engineering, 2018, 43(6): 43-54.
- [40] ZHAO X, LONG R, CHEN Y, et al. Synthesis, characterization of $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ nanoparticles and their oxide CMP behavior[J]. Microelectronic engineering, 2010, 87(9): 1716-1720.
- [41] CHEN Y, LONG R. Polishing behavior of PS/ CeO_2 hybrid microspheres with controlled shell thickness on silicon dioxide CMP[J]. Applied surface science, 2011, 257(20): 8679-8685.
- [42] CHEN Y, LU J, CHEN Z. Preparation, characterization and oxide CMP performance of composite polystyrene-core ceria-shell abrasives[J]. Microelectronic engineering, 2011, 88(2): 200-205.
- [43] CHEN Y, LI Z, MIAO N. Synergetic effect of organic cores and inorganic shells for core/shell structured composite abrasives for chemical mechanical planarization[J]. Applied surface science, 2014, 314: 180-187.
- [44] CHEN A, WANG Y, QIN J, et al. Chemical mechanical polishing for SiO_2 film using polystyrene@ceria($\text{PS}@\text{CeO}_2$)

- core-shell nanocomposites[J]. Journal of inorganic and organometallic polymers and materials, 2015, 25(6): 1407-1413.
- [45] CHEN Y, QIN J, WANG Y, et al. Core/shell composites with polystyrene cores and meso-silica shells as abrasives for improved chemical mechanical polishing behavior[J]. Journal of nanoparticle research, 2015, 17(9): 363.
- [46] CHEN A, QIN J, WANG Y, et al. Core/shell structured solid-silica/mesoporous-silica microspheres as novel abrasives for chemical mechanical polishing[J]. Tribology letters, 2015, 58(3): 37.
- [47] CHEN A, CHEN Y, DING J N. Polystyrene-core silica-shell composite abrasives: The influence of core size on oxide chemical mechanical planarization[J]. Journal of electronic materials, 2015, 44(7): 2522-2528.
- [48] CHEN A, QIN J, LI Z, et al. Engineering functionalized PS/mSiO₂ composite particles with controlled meso-shell thickness for chemical mechanical planarization applications[J]. Journal of materials science: Materials in electronics, 2017, 28(1): 284-288.
- [49] CHEN A, ZHANG Z F, LI Y, et al. Evaluation of oxide chemical mechanical polishing performance of polystyrene coated ceria hybrid abrasives[J]. Journal of materials science: Materials in electronics, 2016, 27(3): 2919-2925.
- [50] CHEN Y, ZUO C, MA X, et al. Solid-silica core/mesoporous-silica shell composite abrasives: Synthesis, characterization, and the effect of mesoporous shell structures on CMP[J]. Journal of materials science: Materials in electronics, 2017, 29(5): 3817-3828.
- [51] CHEN A, CHEN Y, WANG Y, et al. Silica abrasives containing solid cores and mesoporous shells: Synthesis, characterization and polishing behavior for SiO₂ film[J]. Journal of alloys and compounds, 2016, 663: 60-67.
- [52] CHEN Y, ZUO C, LI Z, et al. Design of ceria grafted mesoporous silica composite particles for high-efficiency and damage-free oxide chemical mechanical polishing[J]. Journal of alloys and compounds, 2018, 736: 276-288.
- [53] CHEN Y, MU W, LU J. Young's modulus of PS/CeO₂ composite with core/shell structure microspheres measured using atomic force microscopy[J]. Journal of nanoparticle research, 2012, 14(2): 696.
- [54] CHEN Y, CHEN A, QIN J. Evaluation of the mechanical stability of core-shell structured polystyrene/mesoporous-silica(PS-mSiO₂) composite particles[J]. Journal of porous materials, 2017, 24(6): 1-5.
- [55] MA P, LEI H, CHEN R. Preparation of Mg-doped colloidal silica abrasives and their chemical mechanical polishing performances on sapphire[J]. Micro & nano letters, 2016, 10(11): 657-661.
- [56] LEI H, GU Q. Preparation of Cu-doped colloidal SiO₂ abrasives and their chemical mechanical polishing behavior on sapphire substrates[J]. Journal of materials science: Materials in electronics, 2015, 26(12): 10194-10200.
- [57] LEI H, GU Q. Preparation of Fe-doped colloidal SiO₂ abrasives and their chemical mechanical polishing behavior on sapphire substrates[J]. Applied optics, 2015, 54(24): 7188-7194.
- [58] LEI H, TONG K, WANG Z. Preparation of Ce-doped colloidal SiO₂ abrasives and their chemical mechanical polishing behavior on sapphire substrates[J]. Materials chemistry and physics, 2016, 172: 26-31.
- [59] LEI H, TONG K. Preparation of La-doped colloidal SiO₂ composite abrasives and their chemical mechanical polishing behavior on sapphire substrates[J]. Precision engineering, 2016, 44(4): 124-130.
- [60] LEI H, HUANG L Q, GU Q. Synthesis of Zn-doped colloidal SiO₂ abrasives and their applications in sapphire chemical mechanical polishing slurry[J]. Journal of materials science materials in electronics, 2016, 28(2): 1-9.
- [61] MA P, LEI H. Preparation of Mg-doped colloidal silica abrasive and its chemical mechanical polishing performances on silicon wafer[J]. Micro & nano letters, 2016, 10(11): 657-661.
- [62] LEI H, TONG K, ZHANG B. Preparation of monodisperse Ti-doped colloidal SiO₂ composite abrasives and their chemical mechanical polishing performances on sapphire substrates[J]. ECS journal of solid state science and technology, 2016, 5(12): 674-679.
- [63] LIU T, LEI H. Nd³⁺-doped colloidal SiO₂ composite abrasives: Synthesis and the effects on chemical mechanical polishing(CMP) performances of sapphire wafers[J]. Applied surface science, 2017, 413: 16-26.
- [64] YIN D, NIU X, ZHANG K, et al. Preparation of MgO doped colloidal SiO₂ abrasive and their chemical mechanical polishing performance on c-, r- and a-plane sapphire substrate[J]. Ceramics international, 2018, 44: 14631-14637.
- [65] 董伯先. CVD 金刚石膜化学机械抛光液的研制[D]. 大连: 大连理工大学, 2008.
- DONG B X. Study on CMP slurry of CVD diamond film[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2008.
- [66] 倪自丰, 陈国美, 徐来军, 等. 不同氧化剂对 6H-SiC 化学机械抛光的影响[J]. 机械工程学报, 2018, 54(19): 224-236.
- NI Z F, CHEN G M, XU L J, et al. Effect of different oxidizers on chemical mechanical polishing of 6H-SiC[J]. Journal of mechanical engineering, 2018, 54(19): 224-236.
- [67] 高飞, 李晖, 徐永宽. 氧化剂浓度对 4H-SiC 化学机械抛光效果的影响[J]. 功能材料, 2016, 47(10): 10189-10192.
- GAO F, LI H, XU Y K. Influence of oxidant concentration on 4H-SiC chemical mechanical polishing result[J]. Journal of functional materials, 2016, 47(10): 10189-10192.

- behavior of plasma electrolytic oxidation film on Zr_3Al based alloy[J]. Surface and coatings technology, 2019, 357: 412-417.
- [72] BALAKRISHNAN G, SASTIKUMAR D, KUPPUSAMI P, et al. Microstructural and mechanical properties of Al_2O_3/ZrO_2 nanomultilayer thin films prepared by pulsed laser deposition[J]. Applied physics A, 2018, 124(2): 158.
- [73] AGUILAR D H, TORRES GONZALEZ L C, TORRES MARTINEZ L M, et al. A study of the crystallization of ZrO_2 in the sol-gel system: ZrO_2-SiO_2 [J]. Journal of solid state chemistry, 2001, 158(2): 349-357.
- [74] WANG S W, GUO J K, HUANG X X, et al. Morphological evolution of ZrO_2-SiO_2 composite gel and stability of tetragonal ZrO_2 [J]. Materials letters, 1995, 25(3-4): 151-155.
- [75] LIU R, WANG B, WU J, et al. Spectroscopic investigation of plasma electrolytic borocarburing on q235 Low-carbon steel[J]. Applied surface science, 2014, 321: 348-352.
- [76] YANG X, CHEN L, QU Y, et al. Optical emission spectroscopy of plasma electrolytic oxidation process on 7075 aluminum alloy[J]. Surface and coatings technology, 2017, 324: 18-25.
- [77] DING Y, NORTHWOOD D O. SEM examination of the oxide-metal interface formed during the aqueous corrosion of a Zr-2.5wt%Nb alloy[J]. Journal of materials science, 1992, 27(4): 1045-1052.
- [78] WEI K, CHEN L, QU Y, et al. Tribological properties of microarc oxidation coatings on Zirlo alloy[J]. Surface engineering, 2019, 23: 692.
- [79] YAO Z, GAO H, JIANG Z, et al. Structure and properties of ZrO_2 ceramic coatings on AZ91D Mg alloy by plasma electrolytic oxidation[J]. Journal of the american ceramic society, 2008, 91(2): 555-558.
- [80] WEI K, CHEN L, QU Y, et al. Zeta potential of microarc oxidation film on zirlo alloy in different aqueous solutions[J]. Corrosion science, 2018, 143: 129-135.
- [81] KOKUBO T. Formation of biologically active bone-like apatite on metals and polymers by a biomimetic process[J]. Thermochemica acta, 1996, 280: 479-490.

(上接第 10 页)

- [68] 梁庆瑞, 胡小波, 陈秀芳, 等. 4H-SiC 的强氧化液化学机械抛光(英文)[J]. 人工晶体学报, 2015, 44(7): 1741-1747.
- LIANG Q R, HU X B, CHEN X F, et al. Chemical mechanical polishing of 4H-SiC with strong oxidizing slurry[J]. Journal of synthetic crystals, 2015, 44(7): 1741-1747.
- [69] 黄华栋, 闵鹏飞, 仲亚男, 等. 双氧水体系抛光液中 7003 铝合金的化学机械抛光[J]. 轻金属, 2016(5): 49-52.
- HUANG H D, MIN P F, ZHONG Y N, et al. Chemical mechanical polishing of 7003 aluminum alloy in hydrogen peroxide system polishing slurry[J]. Light metals, 2016(5): 49-52.
- [70] ZHANG Z, MENG Y, GUO D, et al. Material removal mechanism of precision grinding of soft-brittle CdZnTe wafers[J]. International journal of advanced manufacturing technology, 2010, 46(5-8): 563-569.
- [71] 沈林新. 新型环保不锈钢化学抛光液的研制[J]. 装备制造技术, 2013(12): 185-188.
- SHEN L X. Development of new environmental chemical polishing agents for stainless steel[J]. Equipment manufacturing technology, 2013(12): 185-188.
- [72] 周飞云, 于娟, 陈发东, 等. 铜及铜合金环保型化学抛光工艺新探[J]. 安徽工程大学学报, 2012, 27(2): 44-47.
- ZHOU F Y, YU J, CHEN F D, et al. A new environment-friendly chemical polishing recipe and process for copper and its alloys[J]. Journal of Anhui Polytechnic University, 2012, 27(2): 44-47.
- [73] ZHANG Z, SHI Z, DU Y, et al. A novel approach of chemical mechanical polishing for a titanium alloy using an environment-friendly slurry[J]. Applied surface science, 2017, 427: 409-415.
- [74] ZHANG Z Y, CUI J F, ZHANG J B, et al. Environment friendly chemical mechanical polishing of copper[J]. Applied surface science, 2018, 467: 5-11.
- [75] JUNG H K, KIM C H, HONG A R, et al. Luminescent and magnetic properties of cerium-doped yttrium aluminum garnet and yttrium iron garnet composites[J]. Ceramics international, 2019, 45(8): 11114-11118.
- [76] OSIPOV V V, LUKYASHIN K E, SHITOV V A, et al. Two-step thermal diffusional bonding of transparent Nd: YAG ceramics[J]. Materials letters, 2016, 167(3): 81-84.
- [77] VAKILIFARD M, MAHMOODI M J. Dynamic moduli and creep damping analysis of short carbon fiber reinforced polymer hybrid nanocomposite containing silica nanoparticle-on the nanoparticle size and volume fraction dependent aggregation[J]. Composites part B: Engineering, 2019, 167(6): 277-301.
- [78] EL-HOFY M H, EL-HOFY H. Laser beam machining of carbon fiber reinforced composites: A review[J]. International journal of advanced manufacturing technology, 2019, 101(9): 2965-2975.