

单层磨料凝胶抛光垫的加工性能研究

罗求发^{1,2}, 陆静^{1,2}, 林莹超¹, 俞能跃¹

(1. 华侨大学 制造工程研究院, 厦门 361021;

2. 脆性材料产品智能制造技术国家地方联合工程研究中心, 厦门 361021)

摘要: **目的** 研究单层磨料凝胶抛光垫的加工性能, 为提高磨料利用率以及降低磨料对凝胶基体的破坏提供解决思路。**方法** 使用自行搭建的测力装置, 对磨粒与基体的界面结合强度进行研究, 分析磨料粒度和偶联剂对界面结合强度的影响, 研究磨料粒度和结合剂厚度对磨粒附着的影响, 并将制备的单层磨料凝胶抛光垫与常规多层磨料凝胶抛光垫分别在湿抛光和干抛光工艺条件下加工碳化硅衬底, 对比两者的材料去除率、表面粗糙度和工具的磨损情况。**结果** 200/230 目金刚石磨粒的界面结合强度是 80/100 目的 4 倍有余, 添加偶联剂后, 80/100 目金刚石磨料与基体的界面结合强度提高了 75%。粗粒度的 W40 多层磨料容易破坏凝胶基体的结构, 而细粒度的 W5 单层磨料不会破坏凝胶基体结构, 且单层磨料工具的凝胶体涂覆厚度应低于 0.6 mm。湿抛光条件下, 单层磨料工具能达到多层磨料工具的抛光效果; 干抛光条件下, 单层磨料工具的材料去除率相比多层磨料工具提升 11.5%; 湿抛光和干抛光条件下, 单层磨料凝胶工具的耐磨性都显著强于多层磨料工具。**结论** 单层磨料凝胶工具在湿抛光条件下具有与多层磨料凝胶工具等效的加工能力, 但是在干抛光条件下, 单层磨料凝胶工具的加工能力和使用寿命要显著优于多层磨料凝胶工具。

关键词: 单层磨料; 溶胶凝胶; 界面结合强度; 抛光垫; 碳化硅; 加工性能

中图分类号: TG356.28 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2021)12-0101-10

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2021.12.010

Study on the Processing Property of Monolayer Abrasive Sol-Gel Polishing Pad

LUO Qiu-fa^{1,2}, LU Jing^{1,2}, LIN Ying-chao¹, YU Neng-yue¹

(1. Institute of Manufacturing Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China; 2. National & Local Joint Engineering Research Center for Intelligent Manufacturing Technology of Brittle Material Products, Xiamen 361021, China)

ABSTRACT: This work aims to study the processing properties of the monolayer abrasive sol-gel polishing pad, thereby providing a solution for improving abrasive utilization and reducing the damage of abrasive to gel matrix. The self-made force measuring device was used to study the interfacial bonding strength between abrasive and matrix. The effects of abrasive size

收稿日期: 2021-08-29; 修订日期: 2021-10-27

Received: 2021-08-29; Revised: 2021-10-27

基金项目: 国家自然科学基金 (51975222, 51835004, 52005190)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51975222, 51835004, 52005190)

作者简介: 罗求发 (1989—), 男, 博士, 讲师, 主要研究方向为半导体晶圆的超精密加工、新型磨抛工具的设计及制备。

Biography: LUO Qiu-fa (1989—), Male, Ph. D., Lecturer, Research focus: ultra-precision machining of semiconductor wafer, design and preparation of new grinding and polishing tools.

通讯作者: 陆静 (1981—), 女, 博士, 教授, 主要研究方向为半导体晶圆的超精密加工、智能制造新型磨抛工具的研发。

Corresponding author: LU Jing (1981—), Female, Ph. D., Professor, Research focus: ultra-precision machining of semiconductor wafer, research and development of new grinding and polishing tools for intelligent manufacturing.

引文格式: 罗求发, 陆静, 林莹超, 等. 单层磨料凝胶抛光垫的加工性能研究[J]. 表面技术, 2021, 50(12): 101-110.

LUO Qiu-fa, LU Jing, LIN Ying-chao, et al. Study on the processing property of monolayer abrasive sol-gel polishing pad[J]. Surface technology, 2021, 50(12): 101-110.

and coupling agent on interfacial bonding strength were analyzed, also the effects of abrasive size and matrix thickness on abrasive adhesion were studied. The monolayer abrasive polishing pad and the conventional multilayer abrasive polishing pad were conducted to process silicon carbide substrate under the wet and dry polishing conditions respectively, and the material removal rate, surface roughness and wear condition of polishing pads were analyzed. The results showed that the interfacial bonding strength of 200/230 mesh diamond abrasive was more than four times than that of 80/100 mesh, and the interfacial bonding strength of 80/100 mesh diamond abrasive was increased by 75% after adding coupling agent. The structure of gel matrix was easily destroyed by coarse-grained W40 multilayer abrasives, but not damaged by fine-grained W5 monolayer abrasives. The coating thickness of gel matrix of monolayer abrasive pad should be less than 0.6 mm. Under the condition of wet polishing, the processing performance of monolayer abrasive pad was similar to multilayer abrasive pad. The material removal rate of monolayer abrasive pad was 11.5% higher than that of multilayer abrasive pad under the condition of dry polishing. Whether in wet or dry polishing conditions, the wear resistance of monolayer abrasive pad was obviously stronger than that of multilayer abrasive pad. Therefore, the monolayer abrasive sol-gel polishing pad had the same processing properties as the multilayer abrasive one under wet polishing condition. However, the processing ability and service life of the monolayer abrasive tool were remarkably better than that of the multilayer abrasive tool under the condition of dry polishing.

KEY WORDS: monolayer abrasive; sol-gel; interfacial bonding strength; polishing pad; silicon carbide; processing performance

抛光加工是一种传统的精密加工技术,通常作为零件产品加工的最终工序,是实现工件材料去除并提高其表面质量的关键制程。随着微电子、集成电路和通讯产业的高速发展,常规精度的机加工金属零件转向了超光滑、超平坦、无损伤、高精度的半导体衬底加工,故而对抛光加工技术也提出了更高的新要求^[1-3]。

根据加工过程中磨料的运动形式,可以将抛光加工技术分为 3 类:游离磨料抛光技术、固结磨料抛光技术和半固结磨料抛光技术^[4]。游离磨料抛光技术主要是指化学机械抛光技术(Chemical mechanical polishing, CMP),是目前半导体衬底超精密加工的商业量产技术。其基本原理是利用抛光液中的化学物质对工件表面产生腐蚀作用形成胶状膜层,然后通过超细磨粒的微机械摩擦作用将该反应膜层去除,在化学成膜和机械去膜的交替过程中,实现工件的超精密抛光^[5-8]。由于单晶碳化硅衬底是典型的难加工材料,其沿用传统硅晶圆的 CMP 加工技术,必然面临着加工效率低、加工成本高、衬底表面质量不达标等问题。鉴于此, Lee^[9]认为碳化硅这种难反应、难去除材料的去除率主要依赖于机械作用,而非化学反应,进而采用添加纳米金刚石的方式将单晶碳化硅的去除率提高到 0.3 $\mu\text{m}/\text{h}$ 。Arima 等^[10]通过在氢氟酸溶液中添加 Pt 作为催化剂,增强了碳化硅的腐蚀作用。Zhou^[11]和 Kubota^[12]将纳米铁颗粒添加到碱性抛光液中作为催化剂,可促进 SiC 的反应去除。Lagudu^[13]向酸/碱性二氧化硅抛光液中添加双氧水和硝酸钾,通过离子增强化学反应提高去除率。这类提高磨粒机械去除作用、增强抛光液化学腐蚀作用的方法,虽然能在一定程度上提高加工效率和精度,但仍然难以满足半导体衬底高效、超精密、无损伤的加工要求。固结磨料抛光技术能够有效解决游离磨料抛光技术面临的部分瓶颈问题(如显著提高抛光效率、改善磨料利用率

等),但也存在诸多问题^[14]。如磨料被牢牢固定在结合剂中,磨料的出刃高度不等,容易划伤衬底表面;细粒度的磨料在结合剂中分散困难,容易形成团聚体,损伤衬底表面;固结磨料抛光工具在加工过程中产生的磨损,会导致衬底的加工精度降低,需要对抛光工具进行修整,提高了工艺难度。

针对游离磨料抛光和固结磨料抛光面临的问题,科研人员提出了一种半固结磨料抛光的新技术,即磨料与介质(结合剂或研磨液)的相互作用强度介于一定范围之内,磨料具有一定范围内移动能力的加工方法^[15]。Ikeno 等^[16-17]利用电泳沉积法制备了磨抛丸片,即通过混合超细 SiO_2 磨料、海藻酸钠和水,并用带电粒子在阳极形成沉积层来制备一种新型磨抛片。Nakamura 等^[18]利用溶胶凝胶法将海藻酸钠滴入钙离子溶液中固化成凝胶球,并用树脂、明胶作为结合剂将凝胶球粘合成颗粒磨抛盘。受此启发,本课题组开发了一种基于溶胶凝胶原理制备的半固结柔性抛光工具^[19-20]。该抛光工具是将微纳米磨料半固结于海藻酸钠水凝胶中制备而成的,因此它是一种磨粒可控的加工方式^[21-24]。又因为水凝胶基体是一种无毒的生物高分子材料,可被微生物降解且具有一定弹性,因此它又是一种环保的柔性加工方式^[25]。利用半固结抛光工具加工硬质半导体衬底,不仅能获得纳米级的光滑表面,而且有效解决了游离磨料抛光和固结磨料抛光技术难以有效加工硬脆性衬底的难题。然而课题组开发的这种凝胶抛光工具面临着磨料易脱落且脱落磨料易划伤衬底表面,凝胶基体强度不足、易磨损等问题。为了解决上述凝胶工具面临的问题,本文提出了制备单层磨料凝胶工具的解决思路。首先介绍了表层磨粒与凝胶基体界面结合强度的测试和提高方法,分析了磨料粒度和结合剂厚度对基体表层磨粒附着的影响,并用制备的单层磨料凝胶抛光工具与常规多层

磨料凝胶抛光工具分别在湿抛光和干抛光工艺条件下加工碳化硅衬底，对比分析其加工性能的优劣。

1 试验

使用自行搭建的测力装置对磨粒与基体的界面结合强度进行测量，分析了磨粒粒度和偶联剂对界面结合强度的影响，然后制备了单层磨料凝胶抛光工具，对比研究了单层磨料凝胶抛光工具与常规多层磨料凝胶抛光工具在湿抛光和干抛光工艺下的加工性能。

1.1 磨粒与基体的界面结合强度表征

笔者课题组自行搭建的磨粒与基体界面结合强度的测试装置及磨粒拉拔示意图 1。测试装置主要由显示器、显微镜、滑台、力传感器、测力仪、探针、固定支架、直线电机等组成。微米级直径的超细探针安装在固定支架上，探针的一端与力传感器连接，力传感器（KISTLE，9203）将采集的力信号经高频高精度测力仪处理后（KISTLE，9119AA2），传入电脑端存储。固定支架安装在丝杠上，由直线电机驱动，实现位移控制。抛光工具固定于滑台侧壁，探针粘附并拉拔磨粒的整个过程需要在显微镜下完成，显微镜

连接显示器，可以实时观察和控制磨粒的拉拔过程。磨粒拉拔试验主要包括两步：第一步为磨粒粘合，在超细探针尖端涂上胶水，驱动电机使探针尖端靠近抛光工具表面，通过显微镜进行探针尖端和金刚石磨粒的对准与粘合；第二步拉出磨粒，待胶水固化后，驱动电机使探针离开抛光工具表面，从而借助胶水的粘合作用实现超细探针金刚石磨粒的拉拔。选择激光共聚焦显微镜（Carl Zeiss, LSM 700）对金刚石磨粒拉拔后形成的凹坑进行检测，获取凹坑的表面积，以此代表金刚石磨粒与基体的接触面积。根据界面结合强度计算公式(式 1)，即可计算出抛光工具表层金刚石磨粒与凝胶基体的界面结合强度^[26]。

$$P=\frac{F}{A}$$

(1)

式中： P 为金刚石磨粒与凝胶基体的界面结合强度，MPa； F 为界面结合力，N； A 为接触面积， μm^2 。磨粒拉拔试验重复 5 次，取其平均值作为金刚石磨粒与凝胶基体的界面结合强度。

为了分析磨料粒度和偶联剂对磨粒与基体界面结合强度的影响，选择 80/100 目与 200/230 目金刚石磨料，选择硅烷偶联剂 KH550，偶联剂的添加量为 0.5%，试验参数见表 1。

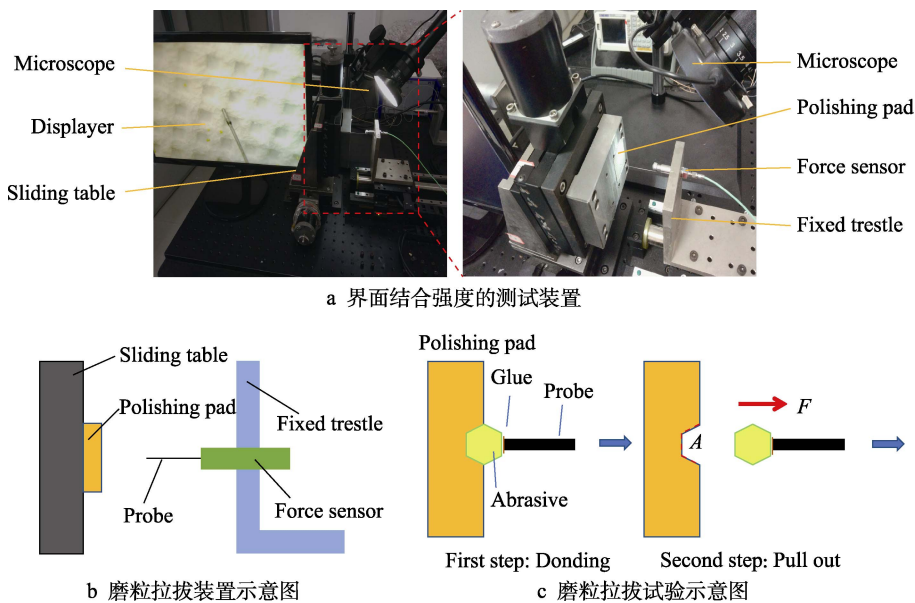


图 1 界面结合强度的测试装置及磨粒拉拔
Fig.1 Test device for interfacia bonding strength and schematic diagram of abrasive pull out

表 1 磨粒与基体界面结合强度的试验参数
Tab.1 Experimental parameters of interfacial bonding strength between abrasives and matrix

Test number	Abrasive size	Coupling agent
1	80/100 mesh	None
	200/230 mesh	
2	80/100 mesh	KH550

1.2 单层磨料凝胶抛光垫的制备

常规多层磨料凝胶抛光垫的制备流程主要包括：磨粒与结合剂的搅拌分散、溶胶涂覆刮平、凝胶固化成形和干燥保存^[20]。单层磨料凝胶抛光垫相比常规多层磨料工具，制备流程多了磨料喷涂环节，即结合剂搅拌分散、溶胶涂覆刮平、磨料喷涂、凝胶固化成形和干燥保存。笔者课题组自行搭建了磨料喷涂装置，

如图 2 所示。为了获得磨料均匀分布的单层磨料凝胶抛光垫,分析并优化了磨料分布的影响因素——喷嘴高度、转盘转速、滑台移速和磨料浓度。确定上述磨料喷涂的最优参数:喷嘴高度为 65 mm,转盘转速为 120 r/min,滑台移速为 12 mm/s,金刚石磨粒质量分数为 1%。主要探究磨料粒度和凝胶体厚度对磨料附

着情况的影响,试验参数见表 2。对磨料附着情况的研究主要是通过对抛光垫表面特殊区域的定点跟踪观察,分析表层磨料的脱落情况,试验参数见表 3。选用三维视频显微镜(HIROX, KH8700)和台式扫描电镜(Phenom, Prox)分别对单层磨料凝胶抛光垫的磨料分散和磨料附着情况进行观察。

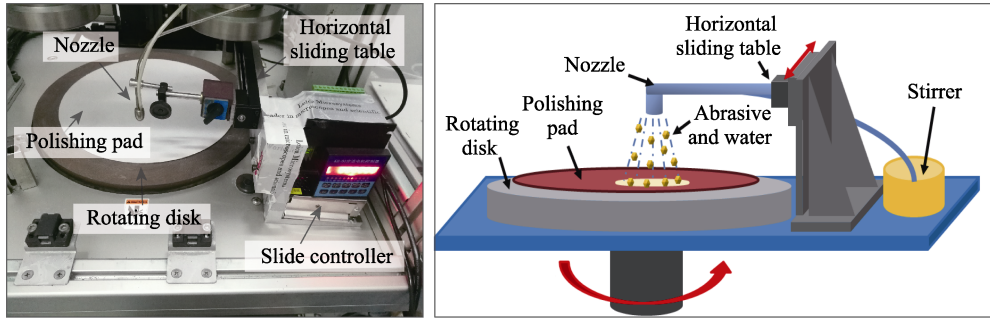


图 2 磨料喷涂装置及示意
Fig.2 Device and schematic diagram of abrasive spraying

表 2 单层磨料凝胶抛光工具的制备工艺参数

Tab.2 Preparation process parameters of monolayer abrasive sol-gel polishing tool

Parameters	Nozzle height/mm	Rotary speed/(r·min ⁻¹)	Slide moving speed/(mm·s ⁻¹)	Abrasive concentration/wt. %	Abrasive size	Thickness of gel coating/mm
Abrasive size	65	120	12	1	W5/W40	0.3
Gel thickness	65	120	12	1	W5	0.2, 0.4, 0.6

表 3 磨料附着情况定点观察的加工参数

Tab.3 Processing parameters of abrasive adhesion analysis

Load/N	Speed of tray/(r·min ⁻¹)	Speed of polishing plate/(r·min ⁻¹)	Coolant liquid	Time/min
49	60	120	Deionized water	15

1.3 抛光试验条件

研究单层磨料凝胶抛光工具加工性能的试验在国产抛光机(AUTOPOL-1200S, 沈阳科晶)上进行。加工工件通过蜡贴方式固定在样品盘上,抛光工具通过磁力片吸附在抛光盘上。抛光试验条件见表 4。抛光试验结束后,在检测前需要对加工工件进行清洗。首先在丙酮溶液中超声清洗 10 min,然后依次在酒精和去离子水中漂洗,最后通过高压气枪干燥。

表 4 抛光试验参数

Tab.4 Polishing test parameters

Parameters	Conditions
Pressure	19.6 N
Velocity	60, 120 r/min
Coolant	Distilled water
Process time	120 min (Wet polishing), 30 min (Dry polishing)

1.4 抛光样品

抛光试验对象选择直径 50.8 mm 的单晶碳化硅

衬底(6H 的 N 型 0°衬底,北京天科合达半导体有限公司),加工面为硅面(即(0001)面),碳化硅衬底的表面粗糙度值约为 10 nm,厚度约为 380 μm。选择白光干涉仪(ZYGO, Newview 7300)对衬底的表面形貌和表面粗糙度进行检测,表面粗糙度选用三维粗糙度的评价指标 S_a ,检测区域大小为 70 μm×50 μm。按图 3 的检测位置在衬底表面测试 10 个点的值,再计算其平均值和标准偏差值,作为 S_a 的值。为了分析衬底的表面粗糙度在抛光过程中的变化情况,湿抛工艺每 30 min 观察一次,干抛工艺每 15 min 观察一次。使用精度为 0.0001 g 的精密电子天平(Sartorius, BSA 224S)称取衬底加工前后的质量,按标准测试方法称量 5 次,取其平均值作为衬底的质量。再通过式(2)计算碳化硅衬底的材料去除率^[27]。

$$MRR = \frac{10^7 \times \Delta m}{\rho \times S \times t} \quad (2)$$

式中: MRR 为衬底的材料去除率, nm/min; Δm 为衬底抛光前后的质量差, g; ρ 为碳化硅衬底的密度, $\rho=3.22 \text{ g/cm}^3$; S 为衬底的表面积, $S=20.27 \text{ cm}^2$; t 为抛光时间, min。

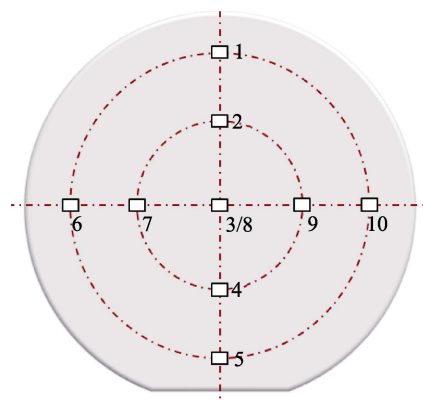


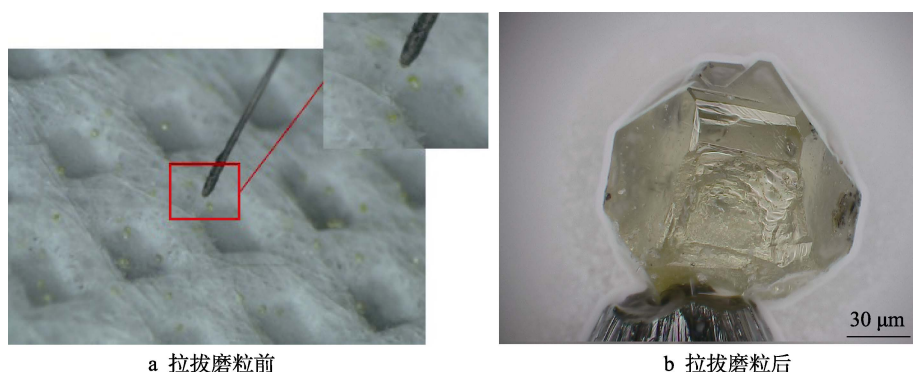
图 3 碳化硅衬底表面粗糙度的检测位置

Fig.3 Detection position of surface roughness of silicon carbide substrate

2 结果及分析

2.1 磨料粒度和偶联剂对界面结合强度的影响

超细探针拉拔金刚石磨粒前后的显微形貌如图 4



a 拉拔磨粒前

b 拉拔磨粒后

图 4 超细探针拉拔金刚石磨粒前后的显微形貌

Fig.4 Micro morphology of diamond abrasive (a) before and (b) after pulling out with ultra-fine probe

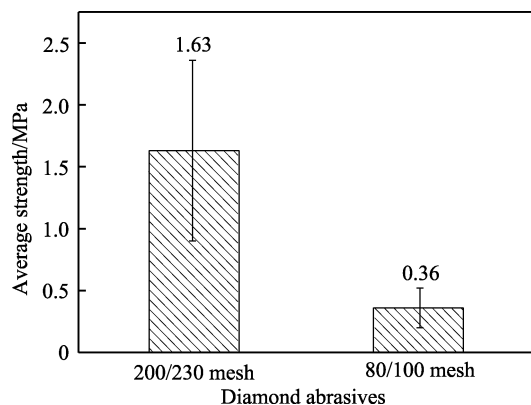


图 5 金刚石磨粒与基体的界面结合强度

Fig.5 Interfacial bonding strength between diamond abrasive and matrix

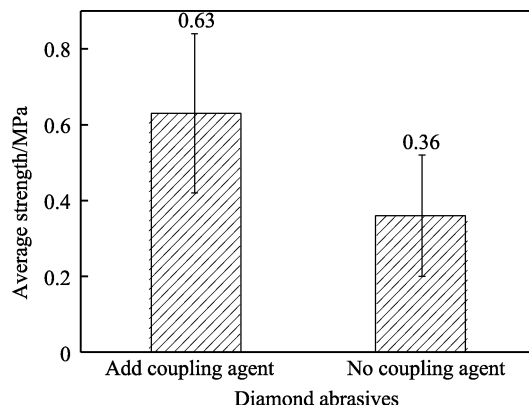


图 6 80/100 目金刚石磨料在有无添加偶联剂时的界面结合强度

Fig.6 Interfacial bonding strength of 80/100 mesh diamond abrasive with or without coupling agent

2.2 磨料粒度和结合剂厚度对磨粒附着的影响

不同粒度的多层和单层凝胶工具金刚石磨料的

所示。从图 4 中可以看出,通过界面结合强度测量装置成功实现了金刚石磨粒的拉拔。200/230 目、80/100 目金刚石磨粒与基体的界面结合强度如图 5 所示。从图 5 中的结果可以发现,金刚石粒径越小,界面结合强度越大,200/230 目金刚石磨粒的粒径仅有 80/100 目的 1/2,但是其界面结合强度是 80/100 目的 4 倍有余。这是因为磨粒粒径越小,其比表面积越大,磨粒与基体结合得更牢固。此外,金刚石磨粒与基体界面结合强度会在一定范围内波动,这主要是因为金刚石磨粒形状不规则,以及磨粒在基体中的位置、角度各异,故而造成了拉拔力、接触面积和界面结合强度的波动。

80/100 目金刚石磨料在有无添加偶联剂情况下的界面结合强度如图 6 所示。可以发现,添加硅烷偶联剂 KH550 后,界面结合强度提高了 75%,也就是说添加硅烷偶联剂能显著提升金刚石磨粒与基体的界面结合强度。这是因为硅烷偶联剂与溶胶基体中的水分子发生水解反应,形成了低聚结构,进而与磨粒表面的羟基共价结合,偶联剂中的有机基团与基体海藻酸钠的羧基发生缩合,最终实现金刚石磨粒和有机高分子基体的化学键合^[19]。

附着情况如图 7 所示。对于 W40 粒度的多层磨料凝胶工具,磨粒被凝胶包裹于内部,磨料约 1~3 层。可以发现,多层磨料工具的凝胶基体被 W40 金刚石磨粒破坏严重。对于 W5 粒度的多层磨料凝胶工具,其

磨料超过 5 层,且磨料层对凝胶基体的结构破坏明显。凝胶基体结构被破坏,将直接导致其力学强度降低,造成工具加速失效,缩短工具使用寿命。对于 W40 的单层磨料凝胶工具,金刚石磨粒附着于凝胶工具表层,磨粒粒径与凝胶层厚度接近,凝胶基体结构没有被破坏;对于 W5 的单层磨料凝胶工具,磨粒也只附着于凝胶表层,磨粒粒径远低于凝胶层厚度,凝胶基体结构完整,无破坏。这一现象说明了单层磨料

凝胶工具制备工艺能够保持凝胶基体的完整结构,进而保证其加工能力和使用寿命。对比 W40 和 W5 粒度的单层磨料凝胶抛光工具可以看出,由于粗粒度的金刚石粒径和凝胶层厚度接近,加工过程中,磨粒受力容易脱落和回弹,损伤凝胶层;而细粒度的金刚石磨粒在凝胶表层能良好地附着,且不易损伤凝胶基体,所以选择 W5 作为单层磨料凝胶抛光垫的磨料粒径。

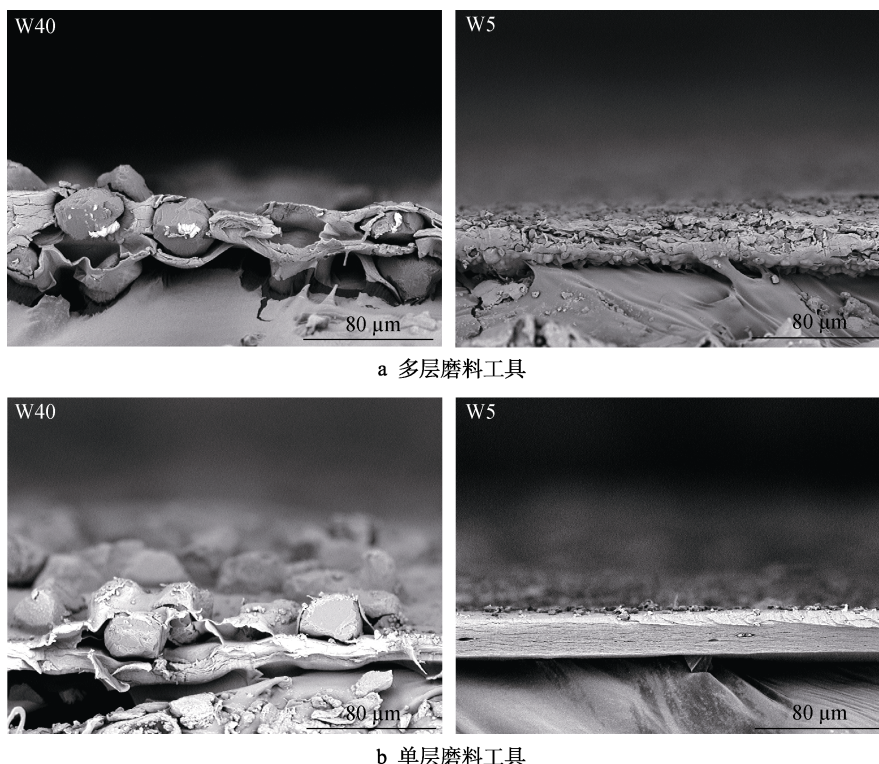


图 7 多层和单层凝胶工具金刚石磨粒的附着情况

Fig.7 Adhesion of diamond abrasives with (a) multilayer and (b) monolayer gel tools

不同厚度凝胶截面的 SEM 形貌如图 8 所示,凝胶工具基体的涂覆厚度依次为 0.2、0.4、0.6 mm,干燥后的凝胶层厚度分别为 13.2、18.8、26.9 μm 。由于凝胶层厚度差异较大,会导致凝胶基体柔性波动过大,进而导致加工过程中磨料发生脱落。定点观察不同厚度凝胶工具加工前后磨料的脱落情况,结果如图 9 所示。可以发现,涂覆厚度为 0.2 mm 和 0.4 mm 的

凝胶工具加工后,表层磨料仅有少量脱落;而涂覆厚度 0.6 mm 的凝胶工具加工后,表层磨料大量脱落,且干燥后出现裂纹。这说明凝胶层厚度显著影响了表层磨料的附着能力,当凝胶厚度超过特定值后,凝胶基体柔性提高,导致加工过程中凝胶体更易磨损,进而表层附着的磨料也随之脱落,造成工具失效。因此,单层磨料凝胶工具凝胶体的涂覆厚度应低于 0.6 mm。

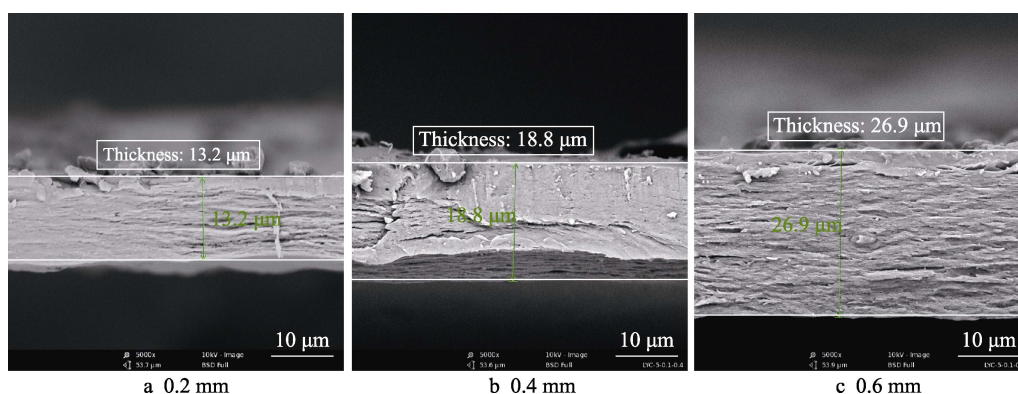


图 8 不同厚度的凝胶截面

Fig.8 Gel cross sections of different thickness

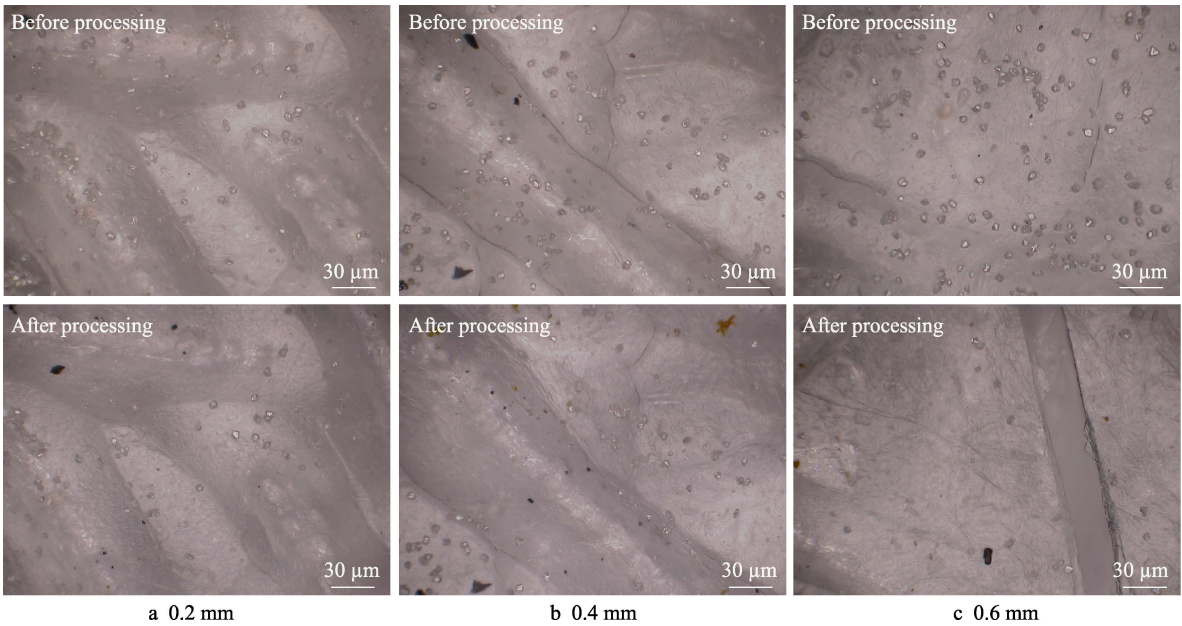


图 9 不同厚度凝胶工具加工前后的磨料脱落情况
Fig.9 Abrasive shedding before and after processing of different thickness gel tools

2.3 单层磨料与多层磨料抛光垫加工碳化硅衬底的质量对比

单层和多层磨料抛光垫湿抛碳化硅衬底的加工质量如图 10 所示,加工前后的表面形貌如图 11 所示。

从材料去除率的结果看,单层与多层磨料凝胶抛光垫的材料去除率非常接近。从表面粗糙度的结果看,碳化硅衬底初始状态都经过预加工处理,其表面粗糙度约 10 nm。经磨料工具加工后,表面粗糙度值都降低到 5 nm 左右。从碳化硅衬底的表面形貌看,两种工

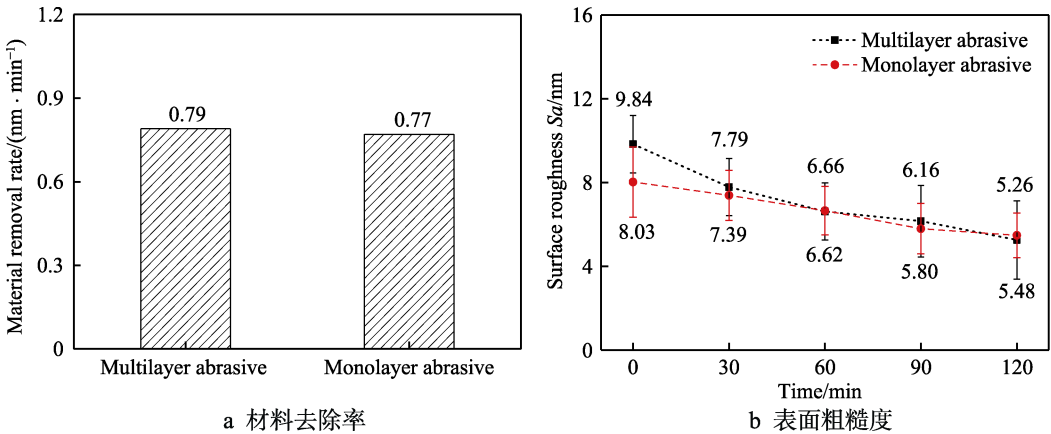


图 10 单层磨料与多层磨料抛光垫湿抛的加工质量
Fig.10 Processing qualities of monolayer and multilayer abrasive polishing pad under the condition of wet polishing: a) material removal rate; b) surface roughness

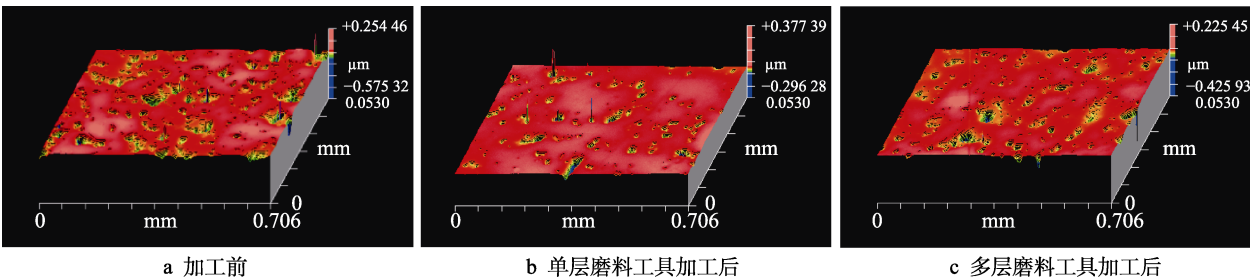


图 11 碳化硅衬底湿抛加工前后的表面形貌

Fig.11 Surface morphologies of silicon carbide substrates before and after wet polishing: a) before wet polishing; b) after machining with single-layer abrasive tool; c) after machining with multi-layer abrasive tools

具加工后的表面形貌相比初始形貌更光滑,表面凹坑更少,没有产生划痕,但是还残留有少量凹坑。以上现象都说明了单层磨料凝胶抛光垫具有与多层磨料凝胶工具等效的抛光能力。这主要是因为,参与加工的主要是表层的金刚石磨料,且单层磨料工具表层的磨料也无明显脱落,故能达到与多层磨料工具近似的加工效果。

2.4 冷却液对单层磨料抛光工具加工性能的影响

单层和多层磨料抛光垫干抛碳化硅衬底的加工质量如图12所示,加工前后的表面形貌如图13所示。从材料去除率的结果看,单层磨料凝胶抛光垫干抛碳化硅衬底的材料去除率为54.44 nm/min,是其湿抛的70倍;多层磨料凝胶抛光垫干抛碳化硅衬底的材料去除率为48.83 nm/min,是其湿抛的62倍。单层磨料凝胶抛光工具的材料去除率比多层磨料高11.5%。从表面粗糙度的结果看,加工15 min后,碳化硅衬底的表面粗糙度值从10 nm左右迅速降低到3 nm左右;加工30 min后,粗糙度值不降反升,提高至4.5 nm左右,单层和多层工具的加工效果基本一致。从碳化

硅表面形貌的结果看,多层和单层磨料工具都能把碳化硅表层的凹坑等缺陷完全去除,获得纳米级的光滑表面,但是单层磨粒工具加工后,碳化硅表面引入了少量的微细划痕,无法进一步降低表面粗糙度。综合材料去除率、表面粗糙度和表面形貌的结果,单层磨料凝胶抛光工具的干抛加工能力略优于多层磨料凝胶工具,且单层磨料凝胶抛光工具的干抛加工能力显著优于其湿抛能力。

多层和单层凝胶抛光垫湿抛和干抛后的表面形貌如图14所示。可以发现,多层磨粒凝胶工具湿抛后,表面存在明显的干燥裂纹;单层磨粒凝胶工具湿抛后,没有出现磨损情况和干燥裂纹。多层磨粒凝胶工具干抛后,工具磨损剧烈,凝胶基体大块剥落,基本失去再加工能力;单层磨粒凝胶工具干抛后,工具基体仅在网格凸起处发生局部磨损,具备持续加工能力。这主要是因为单层磨料凝胶工具参与加工的只有表层磨料,凝胶基体的内部结构没有被磨粒破坏,故而凝胶基体能够保持较强的力学性能以及持水能力,没有出现剧烈磨损和干裂的情况。结合凝胶工具的加工性能以及工具的磨损情况看,单层磨料凝胶工具的整体使用性能要优于多层磨料凝胶工具。

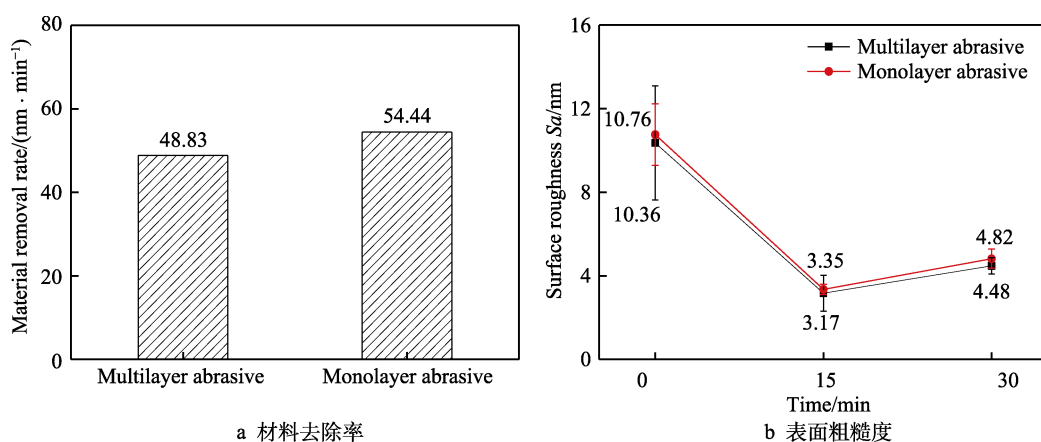


图12 单层磨料与多层磨料抛光垫干抛的加工质量

Fig.12 Processing qualities of monolayer and multilayer abrasive polishing pad under the condition of dry polishing: a) material removal rate; b) surface roughness

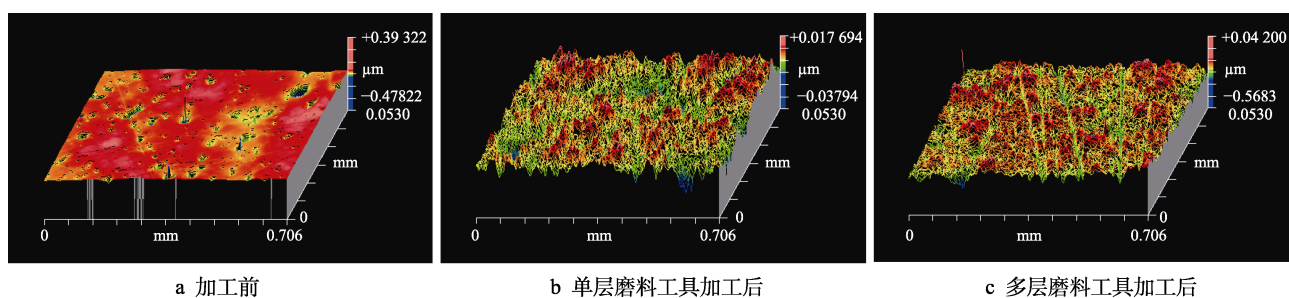


图13 碳化硅衬底干抛加工前后的表面形貌

Fig.13 Surface morphologies of silicon carbide substrates before and after dry polishing: a) before wet polishing; b) after machining with single-layer abrasive tool; c) after machining with multi-layer abrasive tools

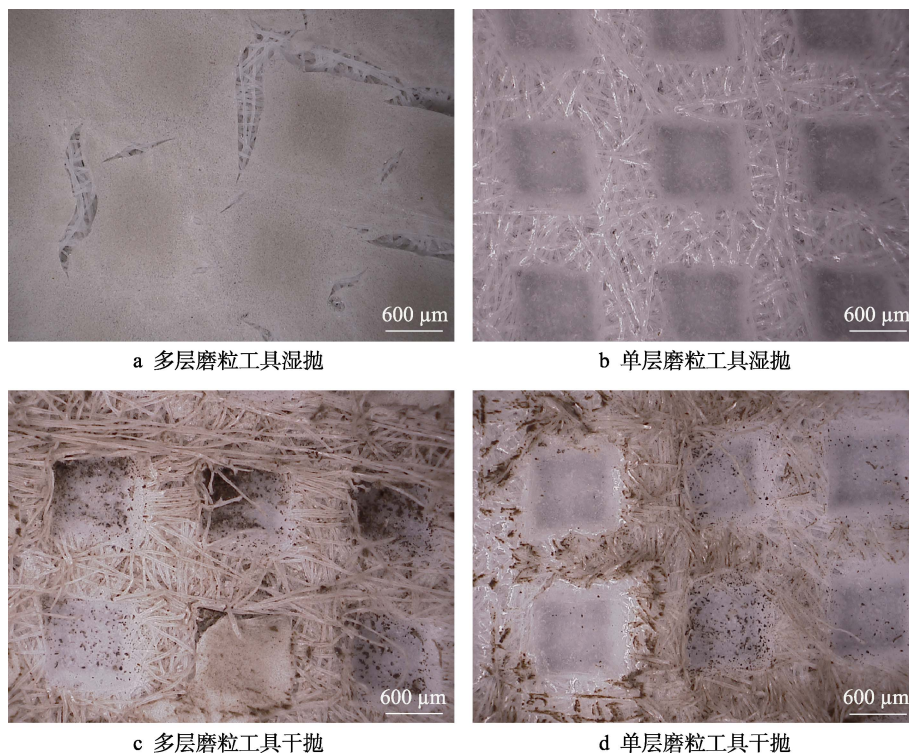


图 14 多层和单层凝胶抛光垫湿抛和干抛后的表面形貌

Fig.14 Surface topographies of multilayer and monolayer abrasive gel polishing pad after wet and dry polishing: a) multi layer abrasive tool wet polishing; b) single layer abrasive tool wet polishing; c) multi layer abrasive tool dry polishing; d) single layer abrasive tool dry polishing

3 结论

1) 使用直接拉拔法可以表征磨粒与基体的界面结合强度。降低磨料粒径和添加偶联剂, 可以显著提高磨粒与基体的界面结合强度。

2) 磨料粒径和凝胶厚度显著影响工具表层的磨料附着。磨料粒径过大, 容易损伤凝胶基体, 造成工具失效, 故选择 W5 粒径的磨料作为单层磨料工具更合适; 凝胶厚度过大, 容易加速基体磨损, 造成磨粒脱落工具失效, 故凝胶工具的涂覆厚度应低于 0.6 mm。

3) 在常规湿抛工艺条件下, 单层磨料凝胶工具具有与多层磨料凝胶工具等效的加工能力, 而在没有添加冷却液的干抛工艺条件下, 单层磨料凝胶工具的加工能力和使用寿命要显著优于多层磨料凝胶工具。

参考文献:

- [1] CHEN Lei, WEN Jia-lin, ZHANG Peng, et al. Nanomanufacturing of silicon surface with a single atomic layer precision via mechanochemical reactions[J]. Nature communications, 2018, 9: 1542.
- [2] ZHANG Shao-jian, ZHOU Yuan-ping, ZHANG Hai-jun, et al. Advances in ultra-precision machining of micro-structured functional surfaces and their typical applications[J]. International journal of machine tools and manufacture, 2019, 142: 16-41.

- [3] 尹韶辉, 邓子默, 郭源帆, 等. 单晶碳化硅的电磁场励磁大抛光模磁流变抛光[J]. 表面技术, 2020, 49(10): 309-315.
YIN Shao-hui, DENG Zi-mo, GUO Yuan-fan, et al. Magneto-rheological polishing using large polishing tool excited by electromagnetic field for silicon carbide wafer[J]. Surface technology, 2020, 49(10): 309-315.
- [4] EVANS C J, PAUL E, DORNFELD D, et al. Material removal mechanisms in lapping and polishing[J]. CIRP annals, 2003, 52(2): 611-633.
- [5] LEI Hong, TONG Kai-yu. Preparation of La-doped colloidal SiO₂ composite abrasives and their chemical mechanical polishing behavior on sapphire substrates[J]. Precision engineering, 2016, 44: 124-130.
- [6] ZHAO Yong-wu, CHANG L. A micro-contact and wear model for chemical-mechanical polishing of silicon wafers[J]. Wear, 2002, 252(3-4): 220-226.
- [7] CHEN Xiu-fang, XU Xian-gang, HU Xiao-bo, et al. Anisotropy of chemical mechanical polishing in silicon carbide substrates[J]. Materials science and engineering: B, 2007, 142(1): 28-30.
- [8] 李炎, 孙鸣, 李洪波, 等. 铜膜高去除速率CMP碱性抛光液的研究及其性能测定[J]. 表面技术, 2014, 43(3): 74-79.
LI Yan, SUN Ming, LI Hong-bo, et al. Study on CMP alkaline polishing liquid with high removal rate for copper film and the determination of its performance[J]. Surface technology, 2014, 43(3): 74-79.

- [9] LEE H S, KIM D I, AN J H, et al. Hybrid polishing mechanism of single crystal SiC using mixed abrasive slurry (MAS)[J]. CIRP annals, 2010, 59(1): 333-336.
- [10] ARIMA K, HARA H, MURATA J, et al. Atomic-scale flattening of SiC surfaces by electroless chemical etching in HF solution with Pt catalyst[J]. Applied physics letters, 2007, 90(20): 202106.
- [11] ZHOU Yan, PAN Guo-shun, SHI Xiao-lei, 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.
- [12] KUBOTA A, YOSHIMURA M, FUKUYAMA S, et al. Planarization of C-face 4H-SiC substrate using Fe particles and hydrogen peroxide solution[J]. Precision engineering, 2012, 36(1): 137-140.
- [13] LAGUDU U R K, ISONO S, KRISHNAN S, et al. Role of ionic strength in chemical mechanical polishing of silicon carbide using silica slurries[J]. Colloids and surfaces A: Physicochemical and engineering aspects, 2014, 445: 119-127.
- [14] 李立明, 李茂, 朱永伟. 固结磨料研磨与抛光的研究现状与展望[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2009, 29(5): 17-22.
- LI Li-ming, LI Mao, ZHU Yong-wei. Fixed abrasive lapping and polishing: Present situation and prospect[J]. Diamond & abrasives engineering, 2009, 29(5): 17-22.
- [15] 袁巨龙, 张飞虎, 戴一帆, 等. 超精密加工领域科学技术发展研究[J]. 机械工程学报, 2010, 46(15): 161-177.
- YUAN Ju-long, ZHANG Fei-hu, DAI Yi-fan, et al. Development research of science and technologies in ultra-precision machining field[J]. Journal of mechanical engineering, 2010, 46(15): 161-177.
- [16] IKENO J, TANI Y, SATO H. Nanometer grinding using ultrafine abrasive pellets-manufacture of pellets applying electrophoretic deposition[J]. CIRP annals, 1990, 39(1): 341-344.
- [17] YAMAMOTO Y, MAEDA H, SHIBUTANI H, et al. A study on constant-pressure grinding with EPD pellets[J]. Key engineering materials, 2004, 257-258: 135-140.
- [18] NAKAMURA H, YAN Ji-wang, SYOJI K, et al. Development of a polishing disc containing granulated fine abrasives[J]. Key engineering materials, 2003, 238-239: 257-262.
- [19] 陆静, 罗求发, 宋运运, 等. 凝胶结合剂超细金刚石磨粒工具的制备及应用[J]. 机械工程学报, 2015, 51(15): 205-212.
- LU Jing, LUO Qiu-fa, SONG Yun-yun, et al. Fabrication and application of gel-bonded ultrafine diamond abrasive tools[J]. Journal of mechanical engineering, 2015, 51(15): 205-212.
- [20] LU Jing, LI Yang, XU Xi-peng. The effects of abrasive yielding on the polishing of SiC wafers using a semi-fixed flexible pad[J]. Proceedings of the institution of mechanical engineers, part B: Journal of engineering manufacture, 2015, 229(1_suppl): 170-177.
- [21] LUO Q F, LU J, XU X P. A comparative study on the material removal mechanisms of 6H-SiC polished by semi-fixed and fixed diamond abrasive tools[J]. Wear, 2016, 350-351: 99-106.
- [22] LUO Qiu-fa, LU Jing, XU Xi-peng. Study on the processing characteristics of SiC and sapphire substrates polished by semi-fixed and fixed abrasive tools[J]. Tribology international, 2016, 104: 191-203.
- [23] XU Yong-chao, LU Jing, XU Xi-peng, et al. Study on high efficient sapphire wafer processing by coupling SG-mechanical polishing and GLA-CMP[J]. International journal of machine tools and manufacture, 2018, 130-131: 12-19.
- [24] LUO Qiu-fa, LU Jing, TIAN Zi-ge, et al. Controllable material removal behavior of 6H-SiC wafer in nanoscale polishing[J]. Applied surface science, 2021, 562: 150219.
- [25] LUO Qiu-fa, LU Jing, LI Zhen, et al. Fabrication of a Sol-gel polishing tool for green manufacturing of the seal stone[J]. Journal of Sol-gel science and technology, 2020, 96(3): 576-588.
- [26] CHANG Shao-yu, SUN C C. Effect of particle size on interfacial bonding strength of bilayer tablets[J]. Powder technology, 2019, 356: 97-101.
- [27] ZHANG Qi-xiang, PAN Ji-sheng, ZHANG Xiao-wei, et al. Tribological behavior of 6H-SiC wafers in different chemical mechanical polishing slurries[J]. Wear, 2021, 472-473: 203649.