

开槽冰冻固结磨料抛光微晶玻璃的工艺研究

杨张一 左敦稳 孙玉利 童巨特

南京航空航天大学, 南京, 210016

摘要: 采用成形模具热压法给微米级 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 冰冻固结磨料抛光垫开槽。设计四因素三水平正交试验, 对开槽冰冻固结磨料抛光垫抛光微晶玻璃的工艺进行了研究, 与同样试验条件下未开槽冰冻固结磨料抛光垫的抛光效果进行了对比分析。结果表明: 开槽情况下的去除率比未开槽情况下的去除率提高 40% 左右, 微晶玻璃表面形貌略有改善但出现划痕现象, 主轴转速对材料去除率影响更为显著。

关键词: 开槽; 冰冻固结磨料抛光垫; 微晶玻璃; 去除率; 正交试验

中图分类号: TG580

DOI: 10.3969/j.issn.1004-132X.2013.01.005

Research on Polishing Process of Glass—ceramics by Ice Fixed Abrasive Polishing Pad with Grooves

Yang Zhangyi Zuo Dunwen Sun Yuli Tong Jute

Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing, 210016

Abstract: Mould pressing method was used to groove the micron-sized $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ice fixed abrasive polishing pad. The polishing process of glass—ceramics by ice—fixed—abrasive polishing pad with grooves was researched through orthogonal test of four factors and three levels, and the results were compared with the ice—fixed—abrasive polishing pad without grooves under the same experimental conditions. The results show that the material removal ratio increases about 40% in grooved condition, and the surface topography of glass—ceramics is improved slightly although with little scratches. Spindle speed influences the material removal ratio more greatly.

Key words: groove; ice fixed abrasive polishing pad; glass—ceramics; removal ratio; orthogonal test

0 引言

化学机械抛光(CMP)技术是半导体晶片表面加工的关键技术之一, 近年来得到广泛应用^[1]。作为 CMP 系统关键部件之一的抛光垫对抛光效率和加工质量有着重要影响^[2]。传统的微晶玻璃的超精密抛光工艺使用游离磨料方式。为解决游离磨料研磨抛光过程中暴露出来的众多缺点, 固

结磨料抛光技术应运而生。固结磨料抛光技术把磨料固结在抛光垫中, 抛光液中不再需要添加磨粒, 抛光时只有固结在抛光垫上突出部位的磨粒才与工件上的相接触部位发生作用; 由于接触区域的减小, 微小区域产生较大的压力, 去除率增加; 抛光速率对工件的形貌有很高的选择性, 而对材质无选择性。固结磨料抛光技术只需要较少的去除量, 即可达到平坦化的目的, 降低了企业的生产成本^[3]。

冰冻固结磨料抛光(IFAP)技术是近年来固结磨料化学机械抛光技术的新发展, 属于低温固结磨料抛光技术^[4]。韩荣久等^[5]利用胶态 SiO_2

收稿日期: 2011—11—10

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51175260); 中国博士后科学基金特别资助金资助项目(201003583); 江苏省自然科学基金资助项目(BK2012796); 南京航空航天大学研究生创新基地(实验室)开放基金资助项目(kfjj20110228)

[4] Huang C H, Christina L B. Multi—Objective Pareto Concurrent Subspace Optimization for Multidisciplinary Design, AIAA 2004—278[R]. Reston: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004.

[5] 郭文凤, 刘树华, 杨少宇. 火炮内弹道计算机辅助优化设计[J]. 机械管理开发, 2004, 19(5): 20-23.

Guo Wenfeng, Liu Shuhua, Yang Shaoyu. Computer Aided Optimized Design of Artillery Interior Ballistics[J]. Mechanical Management and Development, 2004, 19(5): 20-23.

[6] 高树滋, 陈运生, 张月林, 等. 火炮反后坐装置设计

[M]. 北京: 兵器工业出版社, 1995.

[7] 张相炎, 郑建国, 杨军荣. 火炮设计理论[M]. 北京: 北京理工大学出版社, 2005.

[8] 刘智英. 炮用材料和身管寿命[M]. 北京: 国防工业出版社, 1965. (编辑 郭伟)

作者简介: 洪亚军, 男, 1985年生。南京理工大学机械工程学院博士研究生。主要研究方向为复杂机械系统建模、仿真及优化。曹岩枫, 男, 1988年生。南京理工大学机械工程学院博士研究生。尹强, 男, 1980年生。南京理工大学机械工程学院讲师。徐诚, 男, 1962年生。南京理工大学机械工程学院教授、博士研究生导师。

制成冰冻磨盘,对单晶硅片、微晶玻璃等进行了低温抛光试验并得到了纳米级的光滑表面。孙玉利^[6]开展了冰结合剂抛光盘的研究,采用 SiO_2 和 Al_2O_3 冻制的冰冻模具,对单晶硅片进行了抛光,得到了良好的加工效果。试验研究表明,低温环境可大幅度减小已加工表面的残余应力、微观裂纹及表面损伤等^[7-8]。因此,进一步探索这种新技术具有很强的现实意义。抛光垫的表面沟槽形状及尺寸作为决定抛光垫性能的关键参数之一,能对抛光的化学及机械过程产生重要影响^[9]。试验中采用在冰冻固结磨料抛光垫表面开槽是一种新的尝试,对抛光垫表面沟槽的研究具有重要的参考价值。

1 开槽冰冻固结磨料抛光垫的制备

1.1 试验所用开槽方法

抛光垫表面开槽后,抛光时在整个工件区域内压力分布更均匀,抛光过程中工件与抛光垫之间将形成明显的流体膜,存储、运送抛光液的能力增强,抛光过程中磨料分布更均匀,工件表面剪切应力变大,从而提高了抛光效率和加工表面质量^[10]。试验所用的抛光垫为冰冻固结磨料抛光垫,目前国内尚未有关于冰冻固结磨料抛光垫开槽方面的报道。基于“冰盘”会融化且硬度不高的物理特性,机械铣削法和激光加工法皆不适用,试验采用模具浇注法和成形模具热压法。

1.1.1 模具浇注法

如图 1 所示,在模具周围浇注自制抛光液,然后放入低温冷冻箱中冻制,等冰冻固结磨料抛光垫冻制成形后,取出卸模。卸模时传统的方法是在模具表面涂上卸模剂,但经过低温冷冻后,卸模剂效果并不理想,卸模仍然非常困难。根据冰冻

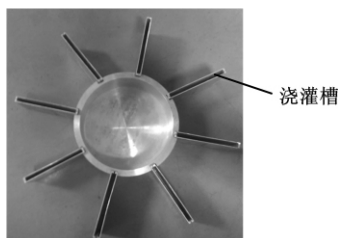


图 1 浇注法开槽模具实物图

固结磨料的特性,试验初期采用在模具表层涂上石蜡的方法,卸模效果有所改善,但仍然不是十分理想,且卸模后容易导致“冰盘”表面开裂,从而影响到下一步的抛光效果。经过试验与探索,发明了图 1 所示的带有浇灌槽的开槽模具。具体实施时,待冰冻固结磨料冻制完毕,将其从冷冻箱中取出,在开槽模具的浇灌槽中注入热水,使开槽模具

与“冰盘”接触表面温度升高,卸模相对容易很多。

1.1.2 热压法

虽然带有浇灌槽的开槽模具已经使得卸模相对容易,但是仍然存在两个问题:①卸模时间较长,由于浇灌槽比较狭窄,注水时需要用针管挨个注入;②卸模后,沟槽附近冰面会有小幅凸起。这对后期抛光是不利的。所以最终采用热压法进行开槽。开槽模具实物图如图 2 所示,开槽原理图如图 3 所示,预先给开槽模具加热到一定温度,等冰冻固结磨料冻制好后便可立即进行开槽。



图 2 热压法开槽模具实物图

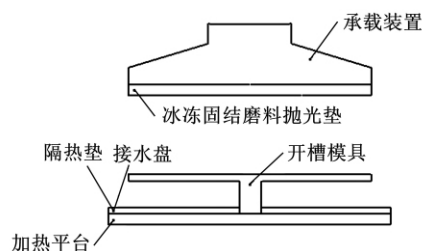


图 3 热压法开槽原理示意图

2 试验方法

试验采用平均粒度为 $2\mu\text{m}$ 的微米级 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 冻制冰冻固结磨料抛光垫,抛光液的磨料质量分数为 5%,分散剂采用聚乙烯吡咯烷酮,混合后加入去离子水配成悬浊液,然后采用 GenZ-68K 型超声仪进行磨料的超声分散。分散完成后加入双氧水并用乙二醇将 pH 值调节到 10.5,最后通过模具进行抛光垫的冻制。抛光垫冻制好后用热压法对其开槽,开槽后实物如图 4 所示。



图 4 开槽后冰冻固结磨料抛光垫实物图

试验中,以抛光前后微晶玻璃的每分钟厚度变化作为抛光去除率的评价标准,以微晶玻璃抛光后表面粗糙度 S_a 来表征抛光质量。冰盘抛光前,先用 W14 金刚石固结磨料抛光盘对微晶玻璃进行预抛光,再进行微米级冰冻固结磨料粗抛光。

本试验采用正交试验法,通过对试验方案的统计分析得出最佳的设计方案。各因素水平如表1所示,按 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验。

表1 各因素水平

水平	因素			
	A:抛光压力 (MPa)	B:主轴转速 (r/min)	C:偏心距 (mm)	D:抛光时间 (min)
1	0.025	100	75	30
2	0.050	150	90	60
3	0.075	200	105	90

试验中微晶玻璃的厚度变化难以准确测量,将单位时间厚度变化公式进行如下转换:

$$MRR = \frac{h - h_i}{t} \times 10^6 = \frac{(M_0 - M_i)h}{M_0 t} \times 10^6 = \frac{(M_0 - M_i)C}{t} \times 10^6 \quad (1)$$

式中, MRR 为研磨抛光去除率, nm/min ; h 为加工前工件初始厚度, mm ; h_i 为加工后工件初始厚度, mm ; t 为研磨抛光时间, min ; M_0 为研磨抛光前工件初始质量, g ; M_i 为研磨抛光后工件质量, g ; C 为微晶玻璃密度与表面积乘积的倒数,此试验中 $C = 0.091\ 540\ 54\text{mm}/\text{g}$ 。

在室温下,通过BS224S型分析天平测量微晶玻璃的质量,按照正交试验安排进行抛光后,用去离子水清洗微晶玻璃后烘干,再测量其质量。

3 结果与分析

3.1 正交试验结果

各试验因素在开槽与未开槽情况下对抛光速率的影响,结果如表2所示,其中I、II、III分别为水平1、水平2、水平3情况下的平均值, R 为极差。

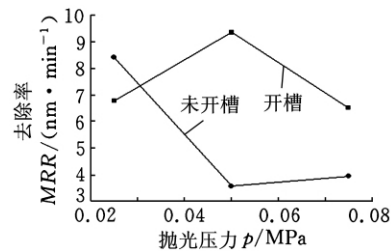
表2 试验因素对指标的影响结果及分析

试验号	A	B	C	D	MMR (nm/min) (开槽)	MMR (nm/min) (未开槽)
1	1	1	1	1	4.80	8.54
2	1	2	2	2	5.95	8.24
3	1	3	3	3	9.56	8.44
4	2	1	2	3	6.59	2.74
5	2	2	3	1	12.76	5.19
6	2	3	1	2	8.70	2.75
7	3	1	3	2	4.58	4.27
8	3	2	1	3	3.56	2.03
9	3	3	2	1	11.41	5.49
开槽	I	6.77	5.32	5.69	9.66	
	II	9.35	7.42	7.98	6.41	
	III	6.52	9.89	8.97	6.57	
	R	2.83	4.57	3.28	3.25	
未开槽	I	8.41	5.18	4.44	6.41	
	II	3.56	5.15	5.49	5.09	
	III	3.93	5.56	5.97	4.40	
	R	4.85	0.41	1.53	2.01	

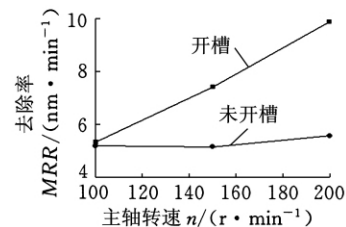
对表2的极差进行分析可知,本次试验在开槽的情况下,各因素对抛光速率的影响由大到小的顺序为主轴转速、偏心距、抛光时间、抛光压力。而未开槽时对抛光速率影响最大的为抛光压力。由表2可知,获得最大材料去除率的优化试验组合为 $A_2B_3C_3D_1$,即优化后的抛光工艺参数为:抛光压力0.05MPa,主轴转速200r/min,偏心距105mm,抛光时间30min。

3.2 试验因素分析

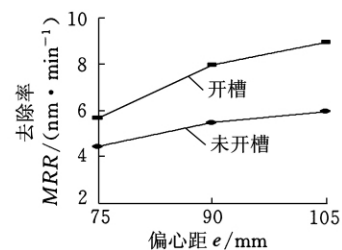
冰盘抛光从溶液制备到冰盘冻制再到上机抛光是一个非常耗时的过程,为了节约人力、物力,试验中没有采用单因素的试验方法,而是设计了正交试验,力求得到固定工况下的最优参数。将表2中的各因素水平对去除率的影响趋势绘制成曲线图,如图5所示。



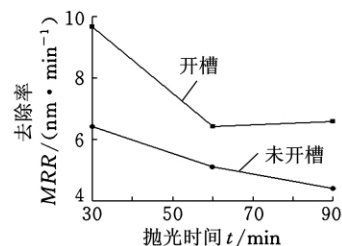
(a) 抛光压力的影响



(b) 主轴转速的影响



(c) 偏心距的影响



(d) 抛光时间的影响

图5 抛光时各因素对去除率MRR的影响

3.2.1 抛光压力的影响

由图 5a 可知,未开槽时抛光压力对去除率的影响不严格遵循经典的 Preston 方程,主要原因在于当抛光压力较小时,微晶玻璃在冰盘上方转动,两者之间的摩擦使得冰盘融化,微米 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 颗粒参与抛光过程,此时在冰盘与微晶玻璃之间形成流体膜,实现了真正意义上的化学机械抛光。在压力增大后,冰盘与微晶玻璃之间的流体膜被压缩,抛光时产生的废液不能及时被排除,化学抛光作用减弱,从而去除率降低。

而在开槽情况下,这一情况发生了改变,去除率随压力的增大呈先增大后减小的变化趋势。由于抛光垫表面开有沟槽,压力较小时,冰冻固结磨料抛光垫与微晶玻璃的磨削效率低,机械抛光作用较小,去除率不高,在压力增大后,与未开槽情况不同的是抛光垫表面可以通过沟槽形成流体膜,不会产生化学抛光不足的情况,而机械抛光作用进一步增强,从而去除率提高。但是,当压力过高时,冰盘与微晶玻璃完全贴紧,融化及磨削产生的游离状态磨料积压于沟槽中,而很难在冰盘和微晶玻璃间形成液体膜,所以去除率下降。

3.2.2 主轴转速的影响

由图 5b 可知,未开槽时,主轴转速对微晶玻璃的去除率影响不大。而开槽后,随着主轴转速的增大,去除率明显增大,这是因为开槽后,绝大部分废液通过所开沟槽运送出去,主轴转速的增大使得冰盘表面离心力变大,这更有利于废液的排除与液体膜的形成。此外,开槽后冰冻固结磨料表面形成的“刃边”对工件有类铣削作用,转速提高后机械抛光效果增强,所以抛光效率提高。

3.2.3 偏心距的影响

由图 5c 可知,随着偏心距的增大,去除率也逐渐增大,基本呈一个线性增大的过程。这与朱永伟等^[11]的研究结果相吻合。其主要原因是偏心距在一定范围内,当偏心距增大时,微晶玻璃相对于冰冻固结磨料抛光垫的线速度增大,并且工件各点的运动轨迹范围也将不断增大。因此,冰冻固结磨料化学机械抛光作用增强。开槽后,偏心距对去除率的影响更大,这是因为开槽后,绝大部分废液通过所开沟槽运送出去,开槽情况下的抛光液更新速率本来就高于未开槽的情况,偏心距的增大,使得离心力变大,这更加速了抛光液的更新速率,使得抛光效率提高。

3.2.4 抛光时间的影响

由图 5d 可知,随着抛光时间的增加,微晶玻璃的去除率逐渐降低。因为在抛光的初始阶段,

由于微晶玻璃的表面形貌较差,微晶玻璃同冰冻固结磨料抛光垫之间的摩擦作用较大,接触区的温度也较高,因此,该过程中化学机械抛光作用强烈;随着抛光时间的增加,微晶玻璃的表面逐渐变得更好,且抛光垫的表面也较为平坦,从而造成了去除速率的降低。

3.3 去除率平均值比较

为了验证开槽情况下去除率是否比未开槽情况有所提升,比较两种情况下的平均去除率。设 $\bar{x}$ 、 $\bar{y}$ 分别为开槽时和未开槽时的平均去除率,则

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) = 7.55 \text{nm/min} \quad (2)$$

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n y_i \right) = 5.30 \text{nm/min} \quad (3)$$

式中, x_i 、 y_i 分别为开槽时和未开槽时第 i 次的去除率。

由式(2)与式(3)比较可知,开槽后的平均去除率是未开槽时的 1.42 倍。

3.4 表面形貌比较

根据研究,固结磨料抛光垫开槽主要对工件去除速率有较大改善,但工件表面形貌作为衡量抛光质量的重要指标仍不可忽略。试验中,在对微晶玻璃进行冰冻固结磨料抛光后,利用三维轮廓仪(ADE MicroXAM)观察其表面形貌。开槽情况与未开槽情况下的表面粗糙度 Sa 对比情况如表 3 所示。

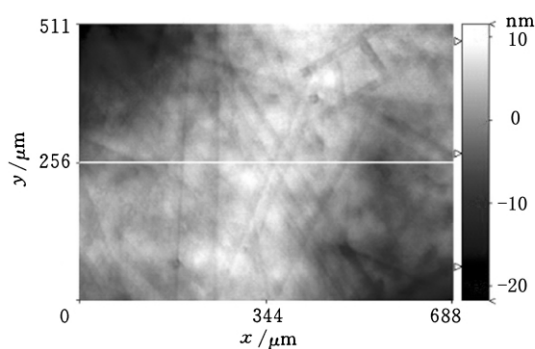
表 3 微晶玻璃表面粗糙度值

试验号	因素					
	A	B	C	D	Sa (nm) (开槽)	Sa (nm) (未开槽)
1	1	1	1	1	11.26	15.03
2	1	2	2	2	15.57	16.33
3	1	3	3	3	12.22	9.76
4	2	1	2	3	16.84	14.57
5	2	2	3	1	17.12	22.17
6	2	3	1	2	18.82	17.60
7	3	1	3	2	15.98	15.54
8	3	2	1	3	18.56	16.53
9	3	3	2	1	21.22	29.80

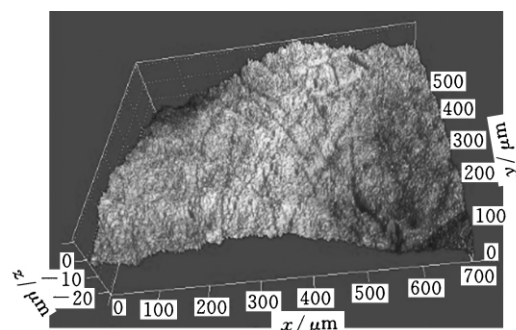
由表 3 可知,开槽情况下微晶玻璃的表面粗糙度 Sa 的平均值为 16.40nm,而未开槽情况下为 17.48nm,工件表面粗糙度值没有太大改善。这是因为冰冻固结磨料抛光垫开槽后,虽然能使工件表面应力更加均匀,避免应力集中的现象,从而改善整体平坦化程度;但是“刃边”的出现使得工件表面出现划痕,从而影响局部表面形貌,使得粗糙度值改善不明显。开槽情况下出现划痕的表面形貌如图 6 所示。

4 结论

(1)给冰冻固结磨料开槽可选用模具浇注法



(a) 二维形貌



(b) 三维形貌

图6 开槽冰冻固结磨料抛光后微晶玻璃表面 ADE 照片和热压法, 最优方法为热压法。

(2) 开槽情况下的去除率比未开槽时的去除率明显提高, 平均提高 40% 左右; 开槽时压力对去除率影响较未开槽时有所不同, 呈先增大后减小的趋势。主轴转速对去除率的影响更大, 但总体趋势不变。开槽时偏心距与抛光时间对去除率的影响与未开槽时相近。

(3) 优化了开槽情况下微晶玻璃的最大材料去除率抛光工艺参数, 本试验范围内优化结果为: 抛光压力 0.05MPa, 主轴转速 200r/min, 偏心距 105mm, 抛光时间 30min。

(4) 开槽情况下微晶表面形貌与未开槽时比较略有改善, 但划痕的出现使得表面粗糙度减小不明显。

参考文献:

- [1] 苏建修, 郭东明, 康仁科, 等. 硅片化学机械抛光时运动形式对片内非均匀性的影响分析[J]. 中国机械工程, 2005(9): 815-818.
Su Jianxiu, Guo Dongming, Kang Renke, et al. Analysis of Influences on Within-wafer nonuniformity Motion form in Wafer Chemical Mechanical [J]. China Mechanical Engineering, 2005(9): 815-818.
- [2] 魏昕, 熊伟, 黄蕊慰, 等. 化学机械抛光中抛光垫的研究[J]. 金刚石与磨料模具工程, 2004(5): 40-43.
Wei Xin, Xiong Wei, Huang Ruiwei, et al. Study

on the Performances of Polishing Pad in Chemical Mechanical Polishing[J]. Diamond Abrasives Engineering, 2004(5): 40-43.

- [3] 郭东明, 康仁科, 苏建修, 等. 超大规模集成电路制造中硅片平坦化技术的未来发展[J]. 机械工程学报, 2003, 39(10): 100-105.
Guo Dongming, Kang Renke, Su Jianxiu, et al. Future Development on Wafer Planarization Technology in ULSI Fabrication[J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2003, 39(10): 100-105.
- [4] Zuo D W, Sun Y L, Zhao Y F. Basic Research on Polishing with Ice Bonded Nanoabrasive Pad[J]. Journal of Vacuum Science & Technology, 2009, B(27): 1514-1519.
- [5] 韩荣久, 裴舒, 王淑荣, 等. 微晶玻璃及其抛光[J]. 航空精密制造技术, 2000, 36(1): 7-12.
Han Rongjiu, Fei Shu, Wang Shurong, et al. Crystal-line Glass and Its Polishing[J]. Aviation Precision Manufacturing Technology, 2000, 36(1): 7-12.
- [6] 孙玉利. 冰冻固结磨料化学机械抛光单晶硅片的基础研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2008.
- [7] Paul S, Bandyopadhyay P P, Chattopadhyay A B. Effect of Cryo-cooling in Grinding Steels[J]. Journal of Materials Processing Technology, 1993, 37(1/4): 791-800.
- [8] Cook L M. Chemical Processes in Glass Polishing [J]. Journal of Non-crystalline Solids, 1990, 120(1/3): 152-171.
- [9] Rosales-Yeomans D, Doi T, Kinoshita M, et al. Effect of Pad Groove Designs on the Frictional and Removal Rate Characteristics of ILD CMP [J]. Journal of the Electrochemical Society, 2005, 152(1): G62-G67.
- [10] Gregory P M. Modeling CMP Transport and Kinetics at the Pad Groove Scale[J]. Materials Research Society, 2004, 816: 159-164.
- [11] 李茂, 朱永伟, 左敦稳, 等. 偏心距在偏心抛光中对去除速率均匀性的影响[J]. 机械制造与自动化, 2009, 38(1): 29-33.
Li Mao, Zhu Yongwei, Zuo Dunwen, et al. Effect of Eccentricity on Material Removal Rate in Certain Eccentricity Polishing[J]. Machine Building & Automation, 2009, 38(1): 29-33.

(编辑 郭伟)

作者简介: 杨张一, 男, 1988 年生。南京航空航天大学机电学院硕士研究生。主要研究方向为精密加工及超精密加工。获中国专利 1 项。左敦稳, 男, 1962 年生。南京航空航天大学机电学院教授、博士研究生导师。孙玉利, 男, 1970 年生。南京航空航天大学机电学院副教授。董巨特, 男, 1988 年生。南京航空航天大学机电学院硕士研究生。