

# 蓝宝石衬底的化学机械抛光工艺研究

赵之雯

(福建工程学院电子信息与电气工程系, 福建 福州 350014)

**摘要:** 对蓝宝石衬底片的化学机械抛光进行了研究。系统地分析了蓝宝石抛光工艺过程的性能参数, 通过大量实验, 总结出了其影响因素并提出了优化方案。结果表明, 采用粒径为 40nm、低分散度的二氧化硅溶胶磨料并配合以适当参数进行抛光, 可以获得良好的表面状态和较高的去除速率。能够有效地提高蓝宝石表面的性能及加工效率。

**关键词:** 蓝宝石; 化学机械抛光; 纳米二氧化硅溶胶

**中图分类号:** P619.281 **文献标识码:** A **文章编号:** 1673-1433(2007)04-0052-04

## Research of sapphire CMP technology

ZHAO Zhiwen

(Department of Electronic Information and Electrical Engineering,  
Fujian University of Technology, Fuzhou, 350014, China)

**Abstract** The chemical mechanical polishing (CMP) technology of sapphire substrate is studied and the performance parameters of the sapphire polishing process are analyzed systematically in the paper. The influencing factors were summarized and optimizing scheme was proposed by repeated experiments. The result shows that using the abrasives of silicon dioxide colloid of 40nm in diameter and low distribution degree combined with appropriate parameters to polish the sapphire substrate result in good surface morphology and higher polishing rate, having greatly improved the surface performance and processing efficiency.

**Keywords:** sapphire; chemical mechanical polishing (CMP); nano-SiO<sub>2</sub> colloid

## 0 引言

蓝宝石单晶( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)具有很好的热特性、极好的电气特性和介电特性,并且惰性很强,光透性能好,有很好的耐磨性,是一种集优良光学性能、物理性能、机械性能和化学性能于一体的多功能氧化物晶体<sup>[1]</sup>。因此,作为重要的技术晶体材料,它具有广泛的用途。它是制造氮化镓(GaN)发光二极管(LED)的首选衬底片材料以及性能优越的激光介质材料;还可制作Y

系、La系等高温超导薄膜以及用来生长新型实用MgB高温超导薄膜<sup>[8]</sup>;在国防领域,蓝宝石晶体是红外军用装置、导弹、潜艇、卫星空间技术、高能探测和高功率强激光的重要窗口材料<sup>[2-4]</sup>。

无论是在光电子领域还是光通讯领域都对蓝宝石晶片的加工质量有着非常高的要求。譬如作为GaN基的LED衬底片的蓝宝石晶片,要求其表面是超光滑、无损伤表面。由于蓝宝石硬度高(莫氏9.5,仅次于莫氏10.0的金刚石),脆性大,所以,对其机械加工十

收稿日期: 2007-07-15

作者简介: 赵之雯(1981-),女,河北承德人,助教,工学硕士,研究方向: 半导体材料加工工艺。

分困难,而无损伤超光滑表面制备技术则更加复杂<sup>[9]</sup>。因此,产业化制备满足各领域需求的高品质蓝宝石晶体元件技术是相当复杂的系统工程,它涉及晶体结构、超精密加工、物理化学、机械制造等相关交叉学科<sup>[12]</sup>。

随着光电技术的飞速发展,光电产品对蓝宝石衬底材料需求量的日益增加,同时随着LED元件的不断拓展,蓝宝石已经成为最重要的衬底材料之一,具有极大的国内外市场需求。但是,由于蓝宝石元件在航天、军事等方面具有十分重要的用途,因此,蓝宝石晶片加工技术在西方国家都极为保密。目前,国内蓝宝石晶片生产中产生裂痕和崩边现象的占总数的5%~8%;抛光速率也很低,加工常需数小时;并且,有20%左右加工后的晶片表面存在较深痕迹。这样一来,容易导致返工,甚至报废,从而大大提高了其加工成本。为了改善这种状况,本文针对大尺寸蓝宝石晶片的表面加工的难题进行纳米级化学机械抛光技术的研究,以原子力显微镜(AFM)为主要检测工具,通过分析和总结蓝宝石晶片化学机械抛光工艺(CMP)中的抛光液配置及影响因素,以研究出能够稳定地制备出无损伤层的超光滑蓝宝石晶片的抛光工艺。

## 1 试验

### 1.1 抛光盘

将陶瓷抛光盘置于烘箱加热,至一定温度后,恒温一段时间,然后取出,平放于操作台,取抛光蜡均匀分区涂抹于抛光盘上(涂抹抛光蜡的区域最好对称,以便抛光时蓝宝石晶片受力均匀)。将蓝宝石晶片分别置于抛光蜡上轻揉,至晶片与抛光蜡之间没有气泡,然后取一个质量均匀的重物置于抛光盘上,待抛光盘冷却至室温后,将重物移走,用棉球沾取溶剂,将晶片周围多余的抛光蜡擦除干净。

### 1.2 抛光液

#### 1.2.1 磨料

在抛光液中,磨料是重要因素之一。它提供了CMP工艺的机械作用,其粒径、浓度以及硬度均是影响抛光效果的重要参数,其中粒径是影响抛光速率的主要因素之一。一般来说,磨料粒径越大,抛光速率就越大;但粒径过大,则易凝聚成团,而使晶片表面划痕严重。

磨料粒径分散度的影响一直被研究者所忽略,而实际上磨料粒径的分散度不仅影响抛光效率,还影响抛光质量。分散度过大,虽然平均粒径不大,但极个别

的大颗粒很容易在被抛材料表面产生划痕。这也是目前CMP工艺最为关注的难题,而采用分散度较小的研磨料时,可根据需要来选择合适粒径大小的研磨料,避免特别大颗粒引起的划伤。

目前,在蓝宝石的CMP工艺中,常用的磨料主要包括二氧化硅溶胶、氧化铈和氧化铝,其中二氧化硅溶胶具有粒径可控、硬度适中、粘度较小、粘附性低、抛光后易清洗等特点而被广泛应用。文献[13]指出,对于二氧化硅磨料来说,粒径在80nm时的去除速率最高。但是,由于粒径大的磨料分散度较大,所以,本试验中,采用粒径为40nm的低分散度二氧化硅溶胶作为磨料,其粒径及分散度见图1、图2。

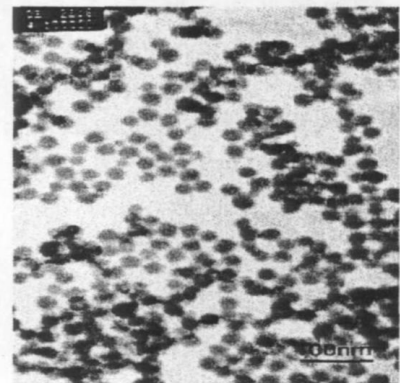


图1 40nm 二氧化硅溶胶

Fig 1 40nm silicon dioxide colloid

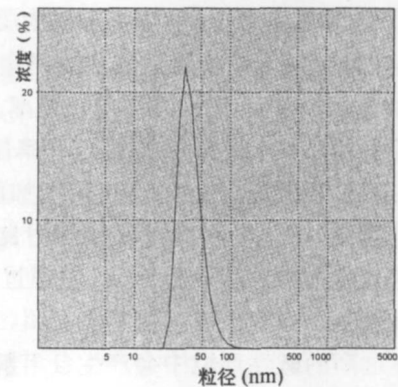


图2 40nm 二氧化硅溶胶分布图

Fig 2 40nm silicon dioxide distribution

#### 1.2.2 介质

在蓝宝石衬底片的CMP工艺中,介质的选择是非常重要的,它是化学作用的基础。蓝宝石的化学性质呈两性。在酸性介质中,反应产物易溶解,氧化剂的氧化性较强。但是,过强氧化性的氧化剂易造成非均匀化腐蚀,影响局部平整度。且一般的抛光设备都是

由金属制成的,酸性介质会腐蚀抛光设备,产生大量金属离子,对晶片造成污染。在碱性介质下,氧化剂的氧化能力较弱,但是,由于碱性介质不会腐蚀抛光设备,并且在碱性条件下二氧化硅溶胶的稳定性好。因此,本研究在抛光液成分设计中采用了碱性介质。

### 1.2.3 活性剂

晶片抛光后,其表面会吸附一层磨料粒子及其它反应产物,以便降低表面能量而处于稳定状态。这些吸附物极不易清洗干净,从而影响抛光质量。因此,这也是蓝宝石衬底片CMP工艺规模应用的极关键难题。大量研究表明,抛光浆料中表面活性剂有着许多重要的作用。目前,国际上通用的表面活性剂是五元环EDTA二钠盐螯合剂。但是,大量实验表明,这种螯合剂会引入钠离子的二次污染。所以,本试验采用不含钠离子且具有十三个以上螯合环的水溶性螯合剂,它对几十种金属离子具有很强的螯合作用且与水互溶,能够有效去除抛光中的金属离子。在适当的配比下能起到最优的抛光效果。

## 2 结果与分析

### 2.1 pH值

大量实验表明,高pH值抛光液能够有效防止二氧化硅溶胶的沉淀。这是由于在强碱性介质中,二氧化硅主要是以硅酸根离子和偏硅酸根离子的形式存在的,且二者皆带有负电荷,故不易发生凝胶。当pH值介于9~12时,既可以防止沉淀的产生,又可以增强抛光中的化学作用,从而提高抛光速率。

实验数据表明,蓝宝石的抛光速率随抛光液的pH值增加而增加。这是由于pH值增加而导致化学作用迅速增强,使化学作用与机械作用良好结合,其结果令抛光速率增加。可是,当pH值超过11.7时,抛光速率反而呈下降的趋势。据实验证明,二氧化硅溶胶颗粒在过高的碱性环境中会产生自溶解的现象,这样使得抛光液中的有效磨料数减小,系统中的磨削作用减弱,影响了抛光速率,并使之下降。

### 2.2 温度

温度在抛光中起着非常重要的作用,它对CMP工艺的影响体现在抛光的各个环节,其中,在CMP工艺的两个环节即化学反应过程和机械去除过程中,都受着温度的强烈影响。一般来说,温度越高,抛光速率越高,表面平整度也越好,但化学腐蚀严重,表面完美性差。所以,温度必须控制在合适的范围内,这样才能满足圆晶片的平整化要求,而得到完美的圆晶片表面。

实验表明,在40℃左右的时候,抛光速率达到了最大值,之后随着温度继续升高,抛光速率的上升趋于平缓,并且产生抛光液蒸腾现象。这是由于当温度过高时,抛光液的蒸腾使部分水分被蒸发出来,从而增大了抛光液的浓度,并使其粘性增加,且在抛光垫上的扩展度变小,阻碍了系统内的物质传输,从而阻碍了抛光速率的增高;同时,较高的温度使化学反应速率加快,令蓝宝石晶片表面出现不均匀雾状腐蚀等过腐蚀现象,从而影响晶片的表面完美性。

### 2.3 压力

压力对蓝宝石抛光速率有很大的影响,一般而言,压力越大,抛光速率越大。但是,实验表明,高压抛光是产生表面缺陷的主要来源。所以,并不是一味的追求高压就能得到理想的抛光速率。

实验表明,随着压力的增加,抛光速率迅速增高,这是因为压力的增加导致抛光布和晶片间摩擦力的增加,在加强了系统的机械作用的同时也使系统的温度升高,增强了系统的化学作用,从而提高了抛光速率。

本研究在对每种压力下抛光加工的蓝宝石片表面进行观察后发现,当压力在0.12Mpa至0.15Mpa时,蓝宝石片表面完美性比较好,没有明显缺陷;当压力高于0.15Mpa以后,晶片的表面就开始出现少量的划痕并出现了较多的应力缺陷。

### 2.4 优化试验

在上述各种影响因素的分析和总结后,进行了优化试验。采用粒径为40nm、浓度为50%、pH值为11.7的二氧化硅溶胶抛光液,对3片蓝宝石进行了抛光,试验结果如表1所示。

表1 实验结果(抛光速率)

Table 1 Experiment result (polishing speed)

样品号	抛光前平均厚度(μm)	抛光后平均厚度(μm)	厚度差(μm)	抛光速率(μm/h)
1	479	466.56	12.44	12.44
2	471.56	459.64	11.92	11.92
3	464.64	452.97	11.67	11.67
平均抛光速率(μm/h)			12.1	

如上表所示,经过优化后的二氧化硅溶胶抛光液的平均抛光速率达到12.1μm/h。用原子力显微镜观测到的蓝宝石晶片的表面形貌如图3所示。

从图3可见,在20μm×20μm的范围内,晶片表面形貌很好,粗糙度很低,表面几乎没有划痕、腐蚀坑等缺陷,达到了在保证抛光速率的前提下提高表面完美性的目的。

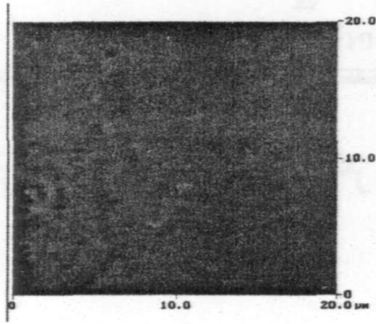


图3 抛光以后的AFM图

Fig 3 AFM map after polishing

### 3 结论

在大量实验的基础上,采用粒径为40nm、低分散度的碱性二氧化硅溶胶抛光液,在pH值为11.7、温度为40℃、压力为0.15MPa时,其抛光速率达到12.1μm/h,表面粗糙度很低,表面状态相当完美。同时,由于加入了不含钠离子且具有十三个以上螯合环的水溶性螯合剂,使蓝宝石晶片在抛光后便于清洗,避免了再次的离子沾污。本实验研究提高了蓝宝石晶片的抛光速率,大大降低其成本,并为下一道工序提供了良好开端。

### 参考文献:

- [1] Keller S, Keller E P, Wu Y F, et al Influence of Sapphire Nitridation on Properties of Gallium Nitride Grown by Metalorganic Chemical Vapor Deposition [J]. Appl Phys Lett, 1996, 68(11): 125
- [2] 王晓晖,刘祥林,汪度,等.用于GaN生长的蓝宝石衬底化学抛光研究[J].半导体学报,1997,18(11):867-871.
- [3] 王银珍,周圣明,徐军.蓝宝石衬底的化学机械抛光技术的研究[J].人工晶体学报,2004,33(3):441-447.
- [4] 周海.蓝宝石衬底精密加工工艺研究[J].现代制造工程,2001(9):13
- [5] 周海.蓝宝石加工工艺的研究[J].机械设计与制造工程,2000,29(1):49-50
- [6] 徐岩,宋树生,潘晓萍.蓝宝石零件加工工艺探讨[J].航空兵器,2002(3):47-48
- [7] Honglin Zhou. Chemical mechanical polishing (CMP) of sapphire The state university of New Jersey may 2002
- [8] Yongsik Moon. Mechanical aspects of the material removal mechanics in chemical mechanical polishing (CMP) university of California, Berkeley fall 1999.
- [9] 雷红,雒建斌,张朝晖.化学机械抛光技术的研究发展[J].上海大学学报,2003,9(6):494-502
- [10] Srinivasa C. Stress Distribution in Chemical Mechanical Polishing [J]. Thin Solid Films, 1997, 308: 533
- [11] Nakamura S, Ann. InGaN-based Laser Diodes [J]. Rev. Mater Sci, 1998, 28: 125
- [12] Joshing Li, Steven R Nutt, Kevin W Kirby, et al Surface Modification of Sapphire by Magnesium Ion Implantation [J]. Am. Cerium. Soc 1999, 82(11): 3260
- [13] Wang T, Bay J, Sakai S. Influence of InGaN/GaN quantum Well structure on the Performance of Light-emitting Diodes and Laser Diodes Grown on Sapphire Substrates [J]. Crystal Growth, 2001, 224: 5

## 金刚石膜应用于纳米计算器

威斯康星大学麦迪逊分校的工程师正在开发纳米机械计算器。与传统的电子组件不同,这种计算器是用微型活动机件制造的。新型计算器的开关、逻辑门和内存都是由门、柱子、控制杆和活塞等活动机件组成的,而不是传统的晶体管。

在传统计算器中,电子沿电路游走,驱动计算器芯片进行运算。纳米机械计算器仍将把电子导入工作电路,但是与处于固定状态的电子组件不同,它们受数百万个微型活动部件的开关控制。

威斯康星大学电子与计算器工程教授Robert Blick表示,纳米机械计算器并不会给传统计算器带来挑战,但是相比而言,前者却具有更大的优越性。例如,纳米机械芯片比传统硅芯片持久耐用,可以在太空和汽车发动机等极端环境中应用。纳米机械计算器的耗电量低,不仅能够延长笔记本电池的寿命,而且能在500摄氏度的高温下运行。

工程师已制造了可操作的机械晶体管模型,目前正试图将其他部件融合到同一个工作电路中去。

Blick表示,纳米机械计算器的部件很可能不是硅,而是极其坚硬的金刚石膜。通过化学处理,金刚石膜可以在集成电路的大规模生产中应用。

纳米机械计算器预计将于4年后上市。

(中国研磨网)