

数字光盘玻璃基片的三步抛光技术*

雷 红¹ 雒建斌² 路新春²

(1. 上海大学纳米科学与技术研究中心 上海 200444;

2. 清华大学摩擦学国家重点实验室 北京 100084)

摘要: 为得到超光滑的数字光盘母盘玻璃基片表面, 研究玻璃基片的亚纳米级抛光技术。分别采用 2 μm 、0.3 μm 超细氧化铈抛光液以及纳米氧化硅抛光液进行三步化学机械抛光(CMP), 抛光后最终表面粗糙度 R_a 达到 0.44 nm, 为目前报道的数字光盘母盘玻璃基片抛光的最低值。原子力显微镜分析表明, 抛光后的表面超光滑且无微观缺陷。通过对玻璃基片 CMP 中机械作用及化学作用进行分析, 对抛光机理进行了探讨。

关键词: 化学机械抛光 玻璃基片 抛光液 亚纳米级平整

中图分类号: TH117

0 前言

家用先进电子产品中, 随着 VCD、DVD、CVD、HDVD、HDTV 等的快速普及, 数字光盘快速发展。玻璃基片作为数字光盘制造过程中的母盘基片, 其表面粗糙度、平整度不仅决定了转录到数字光盘上信息的准确性, 也决定玻璃基片的使用寿命。目前 VCD、DVD、CVD 等采用的数字光盘读取主要采用红光技术, 要求其母盘玻璃基片表面粗糙度一般为 1~2 nm。近年来, 随着数字光盘存储密度、数据读取速度的不断提高, 将出现以蓝光技术读取数据的下一代数字光盘, 蓝光系列数字光盘的技术标准中, 读取速度将大于 8 kr/min(与计算机硬盘的运行速度相当, 大大高于目前红光技术的 3~4 kr/min), 对光盘母盘玻璃基片的表面质量提出了前所未有的高要求, 预计下一代光盘母盘玻璃基片表面粗糙度将要求不超过 0.5 nm。

尽管玻璃抛光已有大量的研究及悠久的历史, 但大多采用单一的抛光材料^[1-5]及抛光步骤, 难以同时得到较高的抛光速度和抛光精度, 并出现较多表面缺陷^[6]。采用这些抛光方法, 目前得到的光盘玻璃基片表面粗糙度一般在 1 nm 左右或更大, 尚不能满足下一代蓝光技术对数字光盘母盘玻璃基片的表面质量要求。为此, 本文制备了不同粒径的超细氧化铈抛光液以及纳米氧化硅抛光液, 研究了玻璃基片在其中的三步化学机械抛光(CMP)技术。

1 三步抛光试验

1.1 抛光液的制备

超细氧化铈抛光液的制备: 10%的超细氧化铈粉体、1%的抛光助剂, 在搅拌下加入到去离子水中, 分散一定时间, 使用前用 20 μm 滤网过滤。制备了两种不同粒径的氧化铈抛光液, 用 MASTERSIZER 激光粒度仪测得其颗粒平均直径分别为 2 μm 、0.3 μm 。

纳米氧化硅抛光液的制备: 5%的纳米 SiO_2 粒子、1%的抛光助剂, 在搅拌下加入到去离子水中, 使用前用 1 μm 滤器过滤。采用 JSM-6700F 场发射扫描电镜(日本 JEOL 公司)测得, 制备的纳米氧化硅抛光液颗粒粒径为 50 nm。

1.2 抛光过程

用 SPEEDFAM-16B-4M 抛光机进行抛光试验。第一步抛光条件为: 抛光压力 15 kPa, 下盘转速 25 r/min, 抛光液流量为 1 000 mL/min; 第二、三步抛光条件为: 抛光压力 8 kPa, 下盘转速 25 r/min, 抛光液流量为 500 mL/min。工件为 $\phi 180$ mm 钠钙玻璃基片, 未经过砂磨工序的毛玻璃, 其表面粗糙度 R_a 为 550 nm 左右, 工件数为 14 片。抛光垫为 RODEL 公司生产, 其表面是一层具有多孔性结构的聚氨酯材料。抛光后, 工件在含 0.5%表面活性剂的清洗液中用超声波清洗, 然后在干燥系统中干燥。

1.3 抛光后基片表面的检测

表面粗糙度 R_a 采用 New View 200 型 ZYGO 表面形貌仪测试, 其分辨率为 0.01 nm, 测量范围为 0.357 mm \times 0.268 mm。用螺旋测微计测量抛光前后玻璃基片的厚度, 其差值为去除量; 材料去除量除

* 国家自然科学基金(50575131)、国家重点基础研究发展计划(973 计划, 2003CB716201)和上海市纳米专项(0452nm013)资助项目。20061107 收到初稿, 20070620 收到修改稿

以抛光时间为去除速率, R_a 和去除量的数据均为6次的平均值。用 NT-2000 型 WYKO 表面轮廓仪测试抛光前玻璃基片的表面形貌, 测试模式为垂直扫描干涉方式, 测量范围为 $164 \mu\text{m} \times 125 \mu\text{m}$ 。用 DID-300 原子力显微镜分析抛光后的表面形貌, 其水平分辨率为 0.1 nm , 垂直分辨率为 0.01 nm , 测量范围为 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 。

2 三步抛光结果与讨论

2.1 抛光液及抛光工艺选择与设计

CMP 技术是工业界目前广泛采用的几乎唯一的全局平面化技术^[7]。理想的超精密抛光工艺要求同时具有四性: 高速率、低损伤、高平整和高光洁。但事实上, 抛光速率与抛光质量之间往往存在矛盾。已有的研究表明, CMP 抛光液中磨粒特性对 CMP 性能具有关键作用^[8-10]。采用大粒径磨粒、硬度较大的磨粒、高的磨粒浓度等可以提高抛光速率^[11-12], 但是会导致较高的表面粗糙度、较严重的表面损伤、较多的诸如划痕、凹坑等表面缺陷^[13]。采用小颗粒、硬度较小的颗粒、适当低的磨粒用量等可以获得高的抛光后表面质量^[11], 但往往抛光效率较低, 所需抛光时间太长, 不能满足工业化生产的需求。抛光工艺参数中采用较高的抛光压力也可以提高抛光速率^[14], 但压力过大会影响抛光后表面的面型精度、导致平面度下降。抛光压力降低可在一定程度上减轻表面形变及抛光损伤^[15], 但也同时降低了抛光速率。因而, 针对这一矛盾, 本文采用分步抛光技术, 即将初抛与精抛结合起来, 初抛采用较大的颗粒、较高的磨粒浓度以及较高的抛光压力, 以快速去除玻璃基片经砂磨工艺后表面的变形层及大的表面缺陷, 并获得一定的全局平整性。精抛采用小颗粒、较低的磨粒用量以及抛光压力等, 以获得精细的局部平整化效果。分步抛光设计的原则是在保证抛光质量的基础上, 尽可能提高抛光速度。

一般常规可供选择的磨粒包括金刚石、氧化铝、氧化铈、氧化铁、氧化锆和氧化硅等。其中金刚石硬度最高, 对表面损伤严重; 氧化铈硬度略小于玻璃, 抛光过程中可以和玻璃发生化学作用, 以提供较高的抛光速率, 广泛用于玻璃材料的表面抛光^[1-5]; 纳米氧化硅粒子外形为理想的球形, 粒子小(纳米级), 抛光过程中对表面损伤小, 广泛应用于器件表面的最后精抛光^[11]。为此, 本文选择较大颗粒($2 \mu\text{m}$)的氧化铈及较高的抛光压力对玻璃基片进行初抛光, 小颗粒($0.3 \mu\text{m}$)氧化铈及较低的抛光压力进行精抛光, 纳米级氧化硅抛光液进行最后的精抛

光, 对三步抛光技术进行了研究。

2.2 光盘玻璃基片的分步抛光技术

玻璃基片在制备的三种抛光液中的抛光特性分别如图 1~3 所示。从图 1 可见, 采用 $2 \mu\text{m}$ 氧化铈进行 CMP, 随抛光时间延长, 材料去除量直线上升, 而表面粗糙度在抛光初期快速下降, 后降速变缓, 90 min 后变化很小。表明 $2 \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液对玻璃基片具有较强的平整能力, 同时过度延长抛光时间, 不能进一步降低表面粗糙度。

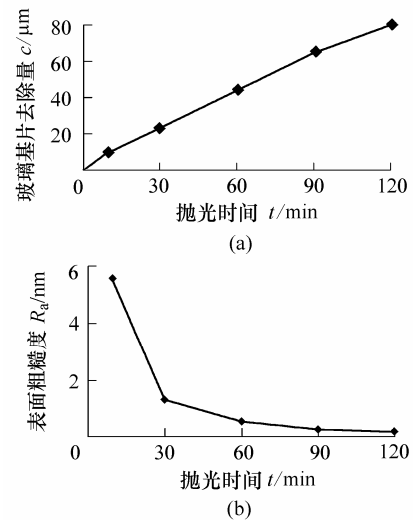


图 1 $2 \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液对玻璃基片的抛光特性曲线

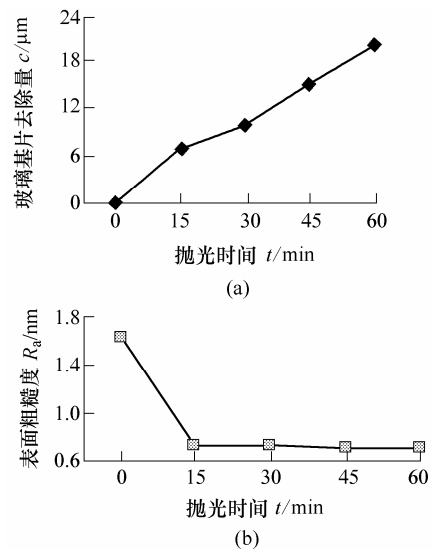


图 2 $0.3 \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液对玻璃基片的抛光特性曲线

经过 $2 \mu\text{m}$ 氧化铈抛光后的玻璃基片继续采用 $0.3 \mu\text{m}$ 氧化铈进行抛光。从图 2 可见, 采用 $0.3 \mu\text{m}$ 氧化铈进行 CMP, 玻璃表面特征随抛光时间的变化趋势与 $2 \mu\text{m}$ 氧化铈 CMP 时相似, 即材料去除量一直处于上升趋势, 表面粗糙度在抛光初期(15 min)较快降低后基本不再变化。

对以上经过两步 CMP 的玻璃基片用纳米级氧

化硅抛光液继续抛光, 表面特征与抛光时间的关系如图 3 所示。可见, 随抛光时间的延长, 去除量逐渐上升, 表面粗糙度可以进一步逐渐下降, 30 min 后表面粗糙度基本不变。

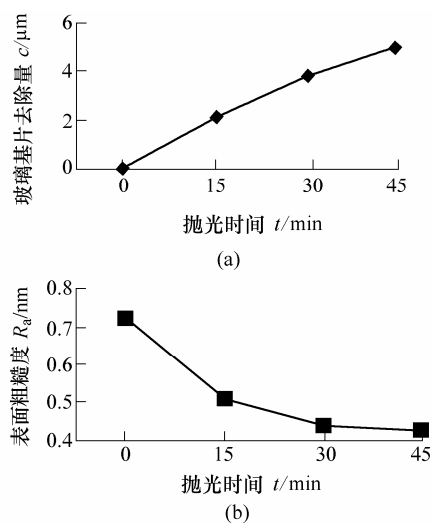


图 3 纳米氧化硅抛光液对玻璃基片的抛光特性曲线

根据以上试验结果可以发现, 用 $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液、 $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液进行玻璃基片 CMP, 基片表面粗糙度均有一明显的极限值, 到达这一极限, 即使延长抛光时间, 也不能进一步提高表面平整性。为此确定合适的三步抛光工艺为: 第一步抛光采用 $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液中抛光 100 min; 第二步抛光采用 $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液中抛光 30 min, 第三步抛光采用 $50\ \text{nm}$ 氧化硅抛光液中抛光 30 min。玻璃基片在不同抛光阶段的表面特征如下表所示。

表 玻璃基片在不同抛光阶段的表面特征

抛光步骤	表面粗糙度 R_a/nm	材料去除速率 $\eta/(\mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1})$
抛光前	537.90	—
$2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光 100 min	1.63	0.78
$0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光 30 min	0.73	0.35
$50\ \text{nm}$ 氧化硅抛光 30 min	0.44	0.13

可见, 抛光前玻璃基片的表面粗糙度非常大, 毛玻璃的平均粗糙度为 $537.9\ \text{nm}$, 经 $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液抛光 100 min, 表面粗糙度快速降低到 $1.6\ \text{nm}$ 左右; 继续用 $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液抛光 30 min, 粗糙度可降低到 $0.7\ \text{nm}$ 左右; 进一步用 $50\ \text{nm}$ 氧化硅抛光液抛光 30 min, 表面粗糙度可进一步降低到 $0.5\ \text{nm}$ 以下, 达到 $0.44\ \text{nm}$, 为迄今报道的数字光盘玻璃基片报道的最低值。

另外, 比较三种抛光液对玻璃基片材料去除速率, $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液、 $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液、 $50\ \text{nm}$ 氧化硅抛光液对玻璃基片的抛光速率递减。 $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液用于初抛工序, 体现了高的材料

去除速度, 快速降低了表面粗糙度, 达到了快速去除玻璃基片表面变形层及大的表面缺陷的目的; 纳米氧化硅抛光液虽然去除率较慢, 但给出了最低的表面粗糙度值; $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液的抛光速率及平整能力介于二者之间。通过这三步 CMP 的有机结合, 较短的抛光时间内获得了亚纳米级的玻璃基片表面。

最后, 对不同抛光阶段的玻璃表面微观形貌进行了分析。抛光前的玻璃基片表面由于粗糙度太大, 不适合用原子力显微镜分析, 为此采用 WYKO 形貌仪对其进行了分析, 如图 4 所示。抛光前毛玻璃的表面非常粗糙, 表面 x 、 y 方向的形貌均超过 $0.4\ \mu\text{m}$ 。抛光后的基片表面形貌用原子力显微镜表征, 如图 5 所示。第一步 CMP 采用 $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液抛光后, 基片表面仍然凹凸不平、划痕较多且深, 表明, $2\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液抛光 100 min, 虽然消除了毛玻璃表面的变形层, 但存在严重的磨削条纹; 第二步 CMP 采用 $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铈抛光液抛光后, 表面划痕明显减少并变浅; 最后经过纳米氧化硅抛光后, 表面平整、光滑、表面划痕完全消失。进一步表明, 通过三步抛光技术, 可以制备出亚纳米级的超光滑玻璃基片表面。

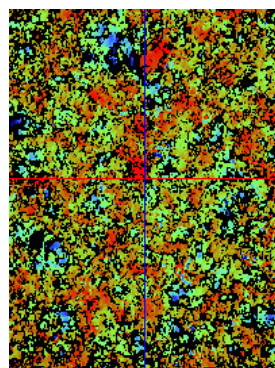
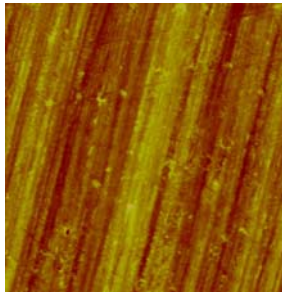


图 4 抛光前毛玻璃基片的 WYKO 表面分析

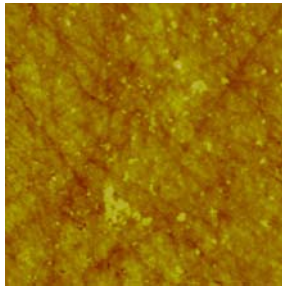
2.3 抛光机理分析

玻璃基片的平整化加工是在一定压力及抛光液存在下, 玻璃基片相对抛光垫作旋转运动。一般认为玻璃抛光为一种化学机械抛光过程^[6, 16]。化学机械抛光被认为是化学作用与机械作用相结合的过程^[17-20]。本文中制备的抛光液由磨粒(如氧化铈、纳米氧化硅)、溶剂水及功能性助剂组成, 基于已有的 CMP 机理研究成果^[18-20], 结合玻璃材料特性, 抛光机理分析如下所述。

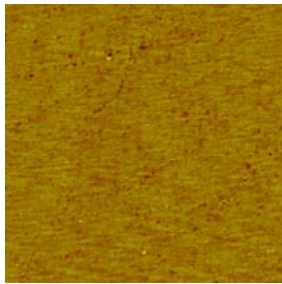
(1) 机械作用方面。CMP 中存在机械磨削过程, 摩擦条件(抛光压力、旋转运动)下, 抛光液中固体粒子如氧化铈、纳米氧化硅等起着磨粒的作用, 玻



(a) 2 μm 氧化铈抛光液抛光 100 min 后



(b) 0.3 μm 氧化铈抛光液抛光 30 min 后



(c) 50 nm 氧化硅抛光液抛光 30 min 后

图5 玻璃基片在不同抛光阶段的原子力显微镜形貌

璃表面会发生磨粒磨损, 借助磨粒的微切削作用达到材料去除的目的。磨粒磨损的体积磨损度(dV/ds)为^[21]

$$dV/ds = kF/HB \quad (1)$$

式中 dV/ds ——磨粒单位位移产生的磨损体积

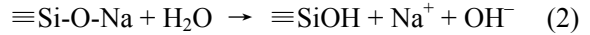
k ——磨粒磨损常数

F ——载荷

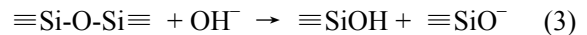
HB ——被加工的表面硬度

磨粒磨损常数 k 由磨粒特性如磨粒硬度、形状、尖锐程度、颗粒大小以及起切削作用的磨粒数量等因素决定, 磨粒越大、越尖锐、硬度越大则 k 值越大。本文三步抛光中, 氧化铈与氧化硅粒子的硬度相差不大; 氧化铈粒子粒度较大, 为微米级或亚微米级, 粒子外形为无定形片状; 而氧化硅粒子很小, 为纳米级, 外形为球形。因而, 磨粒磨损常数 k 值大小顺序为: 2 μm 氧化铈大于 0.3 μm 氧化铈大于 50 nm 氧化硅。并且初抛采用的压力较大, 而被抛光材料是相同的, 故从式(1)分析, 玻璃基片的三步抛光速率是递减的。这与前面的试验数据相吻合。

(2) 化学作用方面。抛光液是水基液体, 主体为水。水对于玻璃抛光具有重要作用, 玻璃表面在水中可以发生水解^[8, 22-24]。本文中的被抛光工件为钠钙玻璃, 其结构分为两种, 即连续的网状结构 $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ 及终端结构 $\equiv\text{Si-O-Na}$, 后者可以和水发生如下的反应



这样玻璃表面的钠或钙键断裂, 并被水中的氢置换。同时生成硅酸凝胶及 OH^- 。自由的 OH^- 离子进而与硅氧键发生亲核取代反应, 使硅氧键断裂, 从而引起玻璃的溶解。反应方程式如下



而生成的 $\equiv\text{SiO}^-$ 又可以和水分子结合, 即 $\equiv\text{SiO}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \equiv\text{SiOH} + \text{OH}^-$ 。如此循环, 水解作用的结果, 玻璃表面出现硅酸凝胶软化层, 该水解层可达几十个纳米的深度^[25]。

另外, 抛光过程中化学、机械这两种作用不是孤立的, 而是相互作用、相互影响的。抛光条件下, 摩擦产生的局部温度升高^[26], 如玻璃表面微凸体的瞬间高温、摩擦产生的表面结构缺陷等会促进玻璃的水解和表面层的软化, 后者又会使磨粒在玻璃表面的材料去除易于进行, 二种作用的相互促进加速了玻璃表面的材料去除过程。由于玻璃表面突起部分所受磨粒的剪切作用较大, 得以优先除去^[27], 随着抛光时间的延长, 从而可以达到全局平面化的效果。

(3) 比较三步 CMP 过程。第一步 CMP 采用大颗粒及较高抛光压力, 机械作用可能占据主导地位, 抛光速率高但同时造成表面严重划痕(图 5a); 第二步 CMP 降低了磨粒粒径与抛光压力, 机械作用得到明显下降, 抛光速率下降但表面质量明显好转, 划痕减少, 此时机械作用可能仍占有优势; 第三步 CMP 采用球形纳米级粒子, 得到了亚纳米级超光滑表面, 表明此时机械作用、化学作用实现了最佳匹配。通过机理分析, 进一步论证了通过不同抛光步骤中的各有侧重以及其有机结合, 采用三步抛光技术, 可实现玻璃基片的高效率、高精度抛光。

3 结论

(1) 制备的 2 μm、0.3 μm 超细氧化铈抛光液以及 50 nm 氧化硅抛光液分别适合于数字光盘玻璃基片的初抛、第二步抛光以及最终精抛光。

(2) 采用三步化学机械抛光技术, 抛光后玻璃基片表面粗糙度 R_a 可达到 0.44 nm。原子力显微镜分析表明, 得到的该玻璃基片表面超光滑且无划痕等微观缺陷。

参 考 文 献

- [1] MAYTON M M. Putting a polishing on glass[J]. Glass International, 1996, 19(4): 35.
- [2] ROBERT S, 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.
- [3] ZAGARI D L. Polishing parameters and their effect on glass polish performance[J]. Ceramic Engineering and Science Proceedings, 1995, 16(3): 302-305.
- [4] IZUMITANI T. Polishing mechanism of optical glasses[J]. Journal of Japan Society of Lubrication Engineering, 1988, 33 (4): 267-273.
- [5] 黄绍东, 刘铃声, 李学舜, 等. 光学玻璃抛光用稀土抛光粉的制备[J]. 稀土, 2002, 23(6): 46-49.
- [6] ROBERT S, STEVENS H J, JAMES R V. Pitting of a glass-ceramic during polishing with cerium oxide[J]. Journal of Non-crystalline Solids, 1999, 249: 123-130.
- [7] ALI I. Chemical-mechanical polishing of interlayer dielectric: a review[J]. Solid State Technology, 1994, 34: 63-70.
- [8] COOK L M. Chemical processes in glass polishing[J]. Journal of Non-crystalline Solids, 1990, 120: 152-171.
- [9] CUMBO M J, JACOBS S D. Determination of near-surface forces in optical polishing using atomic force microscopy [J]. Nanotech., 1994, 5: 70.
- [10] CUMBO M J, JACOBS S D. Slurry particle size evolution during the polishing of optical glass[J]. App. Opt., 1995, 34: 3 743-3 755.
- [11] 雷红, 雒建斌, 屠锡富, 等. 计算机硬盘基片的亚纳米级抛光技术研究[J]. 机械工程学报, 2005, 41(3): 117-122.
- [12] MICHAEL C P, DUNCAN A G. The importance of particle size to the performance of abrasive particles in the CMP process[J]. J. Electro. Mater., 1996, 25 (10): 1 612- 1 616.
- [13] BASIM G B, ADLER J J, MAHAJAN U, et al. Effect of particle size of chemical mechanical polishing slurries for enhanced polishing with minimal defects[J]. J. Electrochem. Soc., 2000, 147(9): 3 523-3 528.
- [14] 雷红. 纳米粒子的表面改性及应用研究[R]. 北京: 清华大学博士后研究报告, 2003.
- [15] CHO W, AHN Y, BAEK C W. Effect of mechanical process parameters on chemical mechanical polishing of Al thin films[J]. Microelectron Eng., 2003, 65: 13-23.
- [16] KIRK N B, WOOD J V. Glass polishing[J]. British Ceramic Transactions, 1994, 93(1): 25-30.
- [17] LEI Hong, LUO Jianbin. CMP of hard disk substrate using a colloidal SiO₂ slurry: preliminary experimental investigation[J]. Wear, 2004, 257: 461-470.
- [18] LUO J F, DORNFELD D A. Material removal mechanism in chemical mechanical polishing: theory and modeling[J]. IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing, 2001, 2: 112-133.
- [19] LARSEN B J, LIANG H. Probable role of abrasion in chemomechanical polishing of tungsten[J]. Wear, 1999, 233-235: 647-654.
- [20] LIANG H, KAUFMAN F, SEVILLA R. Wear phenomenon in chemical mechanical polishing[J]. Wear, 1997, 211: 271-279.
- [21] 温诗铸. 摩擦学原理[M]. 北京: 清华大学出版社, 1990.
- [22] WU X S, CHEN W Y, WANG L J, et al. Non-abrasive polishing of glass[J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2002, 42(4): 449-456.
- [23] SARMA M S. On the mechanism of glass polishing[J]. GSIO Gommunications, 1976, 3(2): 30-32.
- [24] CHARLES R J. Static fatigue of glass[J]. Journal of Applied Physics, 1958, 29(11): 1 549-1 553.
- [25] CLARK D E. Corrosion of glass surfaces[J]. Surface Science, 1980, 100: 53-70.
- [26] SUGIMOTO F, ARIMOTO Y. Simultaneous temperature measurement of wafers in chemical mechanical polishing of silicon dioxide layer[J]. Japan J. Appl. Phys., 1995, 34: 6 314-6 320.
- [27] LIANG H, XU G H. Lubricating behavior in chemical-mechanical polishing of copper[J]. Scripta Materialia, 2002, 46: 343-347.

THREE STEPS CHEMICAL MECHANICAL POLISHING TECHNOLOGY OF DIGITAL COMPACT DISC GLASS SUBSTRATE

LEI Hong¹ LUO Jianbin² LU Xinchun²
(1. Research Center of Nano-science and
Nano-technology, Shanghai University,
Shanghai 200444;

2. State Key Laboratory of Tribology, Tsinghua
University, Beijing 100084)

(下转第 107 页)