

蓝宝石衬底双面研磨亚表面损伤分布研究

刘道标¹ 徐晓明^{1,2} 周海¹ 卓志国^{1,2} 臧跃^{1,3} 高翔^{1,3}

1. 盐城工学院, 盐城, 224051 2. 常州大学, 常州, 213016

3. 江苏大学, 镇江, 212013

摘要:在前人对硬脆性材料亚表面损伤预测理论研究的基础上,建立了蓝宝石衬底双面研磨亚表面损伤层深度与表面划痕深度之间的理论模型(DNR)。通过对双面研磨后的衬底晶片进行 KOH 轻度化学腐蚀并结合 VK-X100/X200 形状测量激光显微系统,得到了晶片表面划痕随深度的分布情况,进而得出了晶片亚表面损伤层随深度的分布情况。研究表明:亚表面损伤层随深度变化的分布规律为随着深度的增大呈递减趋势,集中分布在距离外层碎裂及划痕破坏层下方 0~12.9 μm 深度范围内,所占比例达 96.7% 左右。研究结果有利于优化双面研磨工艺参数来控制亚表面损伤层的深度。

关键词:蓝宝石衬底; 双面研磨; 亚表面损伤; 划痕; 化学腐蚀

中图分类号: TG580.68

DOI: 10.3969/j.issn.1004-132X.2014.19.003

Study on Distribution of Subsurface Damage on Sapphire Substrate after Two-sided Lapping

Liu Daobiao¹ Xu Xiaoming^{1,2} Zhou Hai¹ Zhuo Zhiguo^{1,2} Zang Yue^{1,3} Gao Xiang^{1,3}

1. Yancheng Institute of Technology, Yancheng, Jiangsu, 224051

2. Changzhou University, Changzhou, Jiangsu, 213016

3. Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu, 212013

Abstract: According to prediction theory of subsurface damage layer of hard and brittle materials suggested by other scholars, a model that described the relation between the depth of subsurface damage layer and surface scratch was built. KOH (potassium hydroxide) was used to corrode sapphire substrate processed by two-sided lapping and then monitoring with shape measurement laser microscopy system of VK-X100/X200, thus the distribution of surface scratch could be obtained and the distribution of subsurface damage layer could be predicted. Research results show that the subsurface damage layer decreases as the depth increases and the most of them occurs in the depth of 0~12.9 μm below the scratch, the percentage is about 96.7%. The results can help researchers to optimize processing parameters of two-sided lapping to lessen the depth of subsurface damage layer.

Key words: sapphire substrate; two-sided lapping; subsurface damage; layer scratch; chemical corrosion

0 引言

蓝宝石($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)晶体具有硬度高(莫氏硬度 9 级)、熔点高(2045 $^\circ\text{C}$)、化学性质稳定、热稳定性好、热传导性好和电气绝缘性优良等特点^[1-2],是一种较好的 LED 衬底材料。作为典型的硬脆性材料,蓝宝石衬底双面研磨过程中不可避免地会产生亚表面损伤,对亚表面损伤层深度及其分布进行准确预测和抑制已成为获得高质量 LED 用蓝宝石衬底的关键之一。

国内外已有很多学者对陶瓷、硅、光学玻璃等

硬脆性材料加工表面/亚表面损伤进行了理论和实验研究^[3-4],其中,对亚表面损伤层深度的研究以印压断裂力学理论和理想塑性材料孔洞扩张的 Hill 模型为主。学者们还建立了亚表面损伤层和表面粗糙度的关系以进一步简化深度预测方法。表面粗糙度虽然与材料脆性断裂去除有很大的关系,但加工过程中材料碎屑的填充和堆积作用,在很大程度上削弱了表面粗糙度对材料脆性断裂去除加工表面/亚表面情况的再现作用。考虑到以上情况,我们认为材料表面 KOH 轻度腐蚀划痕能够反映材料表面加工时的表面/亚表面情况,且受上述作用影响较小,因此本文建立了亚表面损伤与表面轻度腐蚀划痕的理论模型,以便于实现双面研磨加工引入的亚表面损伤层深度和分布状况的快速测量,为优化衬底加工工艺参数提供参考依据。

收稿日期: 2013-03-12

基金项目: 江苏省自然科学基金资助项目(BK2008197);江苏省高校科研成果产业化推进项目(JH10-X048);江苏省“青蓝工程”项目;江苏省新型环保重点实验室开放课题资助项目(AE201120);江苏省生态环境材料重点实验室开放课题资助项目(EML2012013);国际科技合作聘请外国专家重点项目(G2012029)

1 亚表面损伤层深度理论模型

在蓝宝石衬底双面研磨过程中,磨粒研磨去除作用按研磨过程中材料的去除方式和磨粒的运动形式可分为:①延性去除,包括两体延性去除和三体延性去除;②脆性断裂去除,包括两体脆性断裂去除和三体脆性断裂去除;③无效颗粒。双面研磨属于粗研磨,主要目的是去除由切片引起的表面/亚表面损伤层,改善晶片的平整度、表面粗糙度和翘曲度,其过程以脆性断裂去除为主。与脆性断裂去除相比,延性去除的去除量及其引入的损伤要小得多,且延性去除不会产生亚表面损伤层,因此本文以脆性断裂方式去除材料的磨粒作为研究对象。

蓝宝石衬底双面研磨损伤层主要由外层碎裂及划痕、中间层微裂纹和内层弹性畸变三个区域叠加而成,这里着重研究以中间层微裂纹为主的亚表面损伤层。中间层微裂纹又由中位裂纹扩展引起,因此将中位裂纹扩展深度定义为亚表面损伤层深度。根据印压断裂力学理论和理想塑性材料孔洞扩张的 Hill 模型可获得基于尖锐压头印压的中位/径向裂纹深度计算公式^[5-6]:

$$c = \xi^{2/3} \left(\frac{E}{H} \right)^{2(1-n)/3} (\cot\psi)^{4/9} \left(\frac{P}{K_c} \right)^{2/3} \quad (1)$$

式中, c 为中位/径向裂纹深度; ξ 和 n 为量纲一常数, n 一般取值为 $1/3$; E 为材料弹性模量; H 为材料硬度; ψ 为压头锐度角; P 为压痕压制载荷; K_c 为材料静态断裂韧性。

考虑弹性组元对中位/径向裂纹扩展的作用以及材料静态断裂韧性 K_c 不能正确反映试件在冲击载荷作用下的动态断裂特性的问题,使用材料动态断裂韧性 K_d 代替 K_c , K_d 约为 K_c 的 30% ^[7],且令 $c = c_i$, $E = E_w$, $H = H_w$, $\psi = \psi_i$, $P = P_i$, $K_d = K_{di}$,则可获得双面研磨亚表面损伤深度的预测模型:

$$c_i = (\gamma\xi)^{2/3} \left(\frac{E_w}{H_w} \right)^{2(1-n)/3} (\cot\psi_i)^{4/9} \left(\frac{P_i}{K_{di}} \right)^{2/3} \quad (2)$$

式中, γ 为弹性变形对中位/径向裂纹深度的修正系数; E_w 为工件的弹性模量; H_w 为工件的硬度; ψ_i 为磨粒的锐度角; P_i 为单颗磨粒所受的压力; K_{di} 为工件的动态断裂韧性。

表面划痕可以视为磨粒在工件表面的连续压入作用,则磨粒压入工件表面的深度即为工件表面划痕的深度。根据材料力学中硬度的定义,可得到磨粒压入工件表面深度 h_i 与压入角度 ψ_i 、施加压力 P_i 、工件材料硬度 H_w 之间的关系:

$$h_i = \kappa \cot\psi_i \left(\frac{P_i}{H_w} \right)^{1/2} \quad (3)$$

式中, κ 为量纲一常数。

通常认为衬底材料表面的延性去除属于塑性去除,不会产生亚表面损伤层,而去除方式截然不同的脆性断裂去除是诱发亚表面损伤层的主要因素,其中两体脆性断裂去除以划痕形式为主,三体脆性断裂去除以滚轧形式为主,滚轧运动在衬底表面主要以坑点或连续坑点群的缺陷形式表现出来,本文将其理解为较小的表面划痕,以便于后续理论推导。因此,假设亚表面损伤层深度 c_i 为中位裂纹深度, h_i 为表面划痕深度,联立式(2)和式(3),消去参数 P_i 即可得出亚表面损伤层深度与表面划痕深度之间的关系式:

$$R_{DNR} = \frac{c_i}{h_i^{1/3}} = \frac{(\gamma\xi/\kappa^2)^{2/3} E_w^{2(1-n)/3} H_w^{2n/3}}{(\cot\psi_i)^{8/9} K_{di}^{2/3}} \quad (4)$$

R_{DNR} 为亚表面损伤层深度与表面划痕深度的三分之四次方的比值。式(4)中参数变量的取值均为已知量或固定值,具体参数数值如表1所示,代入参数值则可计算得出 R_{DNR} 的值,为 $7.8 \sim 7.9$ 。由此可以看出,亚表面损伤层深度与表面划痕深度的三分之四次方成正比例关系。

表1 蓝宝石衬底参数变量值^[5-8]

符号	参数变量名称	参数变量值
γ	弹性变形修正系数	2.231
ξ	量纲一常数	0.027 ~ 0.042
κ	量纲一常数	0.8
E_w	蓝宝石弹性模量(GPa)	338
H_w	蓝宝石维氏硬度(GPa)	22
n	量纲一常数	1/3 ~ 1/2
ψ_i	磨粒锐度角(°)	60
K_{di}	蓝宝石动态断裂韧性(MPa)	1.2
ρ	蓝宝石密度(g/cm ³)	3.98

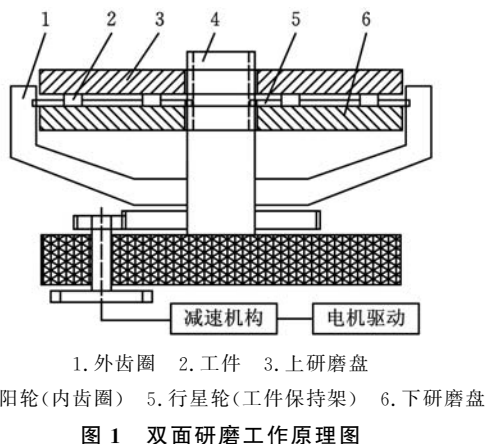
2 实验

2.1 试件的制备

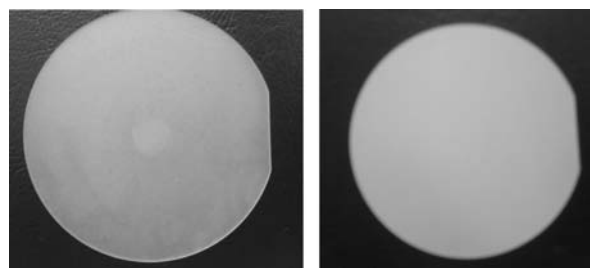
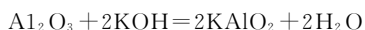
选用 $\phi 50.8 \text{ mm} \times 0.55 \text{ mm}$ (2英寸)的蓝宝石线切割毛坯片作为双面研磨试件,采用兰州瑞德设备制造有限公司 X61/2930B2M-6型双面研磨机进行双面研磨加工,研磨液为320号碳化硼磨粒煤油溶液,磨料密度为 2.52 g/cm^3 ,硬度为 9.36 GPa ,研磨初始压力为 3 kPa ,研磨终止压力为 11 kPa ,研磨盘公转速度为 15 r/min ,研磨时间为 90 min ,研磨盘直径为 1000 mm ,行星轮直径为 300 mm ,双面研磨后使用数显厚度测量仪测量衬底的厚度为 $485 \mu\text{m}$ 。图1为双面研磨工作原理图。

2.2 KOH化学腐蚀

试件经双面研磨后,使用无水乙醇、异丙醇、有机碱等清洗剂,通过超声波清洗以去除研磨过程带入的研磨颗粒、有机物等表面杂质,对于表面划痕的轻度腐蚀采用KOH腐蚀剂较佳,蓝宝石



衬底腐蚀前后实物见图 2, 其化学反应式如下:



(a) 腐蚀前 (b) 腐蚀后

图 2 蓝宝石衬底腐蚀前后实物图

化学腐蚀前先用超精密电子天秤称量出试件的质量为 3.7696 g, 便于后续通过计量试件的腐蚀去除质量来得出腐蚀厚度, 腐蚀厚度值用于校准试件腐蚀前后表面划痕深度的差值。将 KOH 固体加热至熔融状态, 放入试件进行腐蚀, 腐蚀时间为 10 min, 试件腐蚀清洗完成后再次称量其质量为 3.7646 g, 其腐蚀厚度值的计算公式如下:

$$\Delta h = \frac{m_1 - m_2}{\lambda \rho S} \quad (5)$$

式中, m_1 为化学腐蚀前试件的质量; m_2 为化学腐蚀后试件的质量; ρ 为试件材料的密度; S 为试件的有效腐蚀面积; λ 为量纲一常数。

两英寸蓝宝石衬底的面积 $S = 20.20062 \text{ cm}^2$, 量纲一常数 λ 正常取值为 2, 代入以上数据可以计算出衬底表面腐蚀厚度为 $0.31 \mu\text{m}$ 。

2.3 表面划痕的检测

本实验室使用美国 VK-X100/X200 形状测量激光显微系统对试件表面轻度腐蚀划痕的深度、三维形貌、数量分布进行测量, 形状测量激光显微系统集显微镜、SEM、粗糙度仪于一体, 测量精度达 1 nm。KOH 轻度腐蚀过后, 试件表面划痕分布最为密集, 从图 2 中可以清晰地看到: 划痕间相互交错、呈无规则分布状, 图中颜色较深的划痕数量相对很少, 它由双面研磨过程中粒径较大的磨粒研磨刻划造成, 构成了亚表面损伤的最大

深度; 分布最多的划痕的颜色相对前者较浅, 划痕形貌比较完整, 由双面研磨过程中研磨粒群的基本粒研磨刻划产生, 是亚表面损伤的主要构成部分; 结构形状不完整、视觉模糊且颜色淡的为二次加工划痕, 双面研磨前产生的划痕会在后续的研磨过程中被削弱甚至消除, 只有双面研磨末期产生的划痕和之前产生但未被后续研磨削弱消除的划痕才能在表面腐蚀中被观察到。由于图 2 中划痕数量太多而无法直接测量, 所以采用局部采样法测量, 最后进行数据统计, 测量中将难以观察的二次划痕忽略不计, 试件测量图像如图 3 所示, 测量数据见表 2。

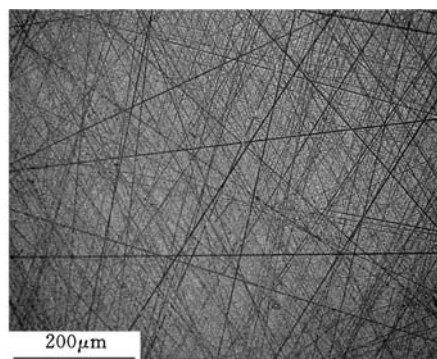


图 3 VK-X100/X200 形状测量激光显微系统 20 倍放大图

表 2 试件腐蚀划痕深度测量数据表

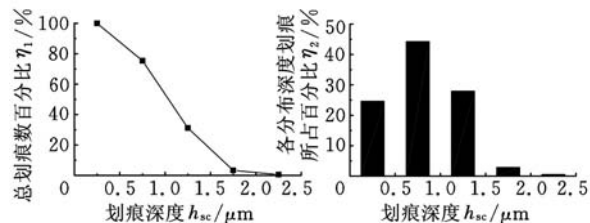
序号	划痕沿表面分	分布深度划痕总数	各分布深度划痕数
	布深度(μm)	所占百分比(%)	所占百分比(%)
1	0~0.5	100	24.6
2	0.5~1.0	75.4	44.2
3	1.0~1.5	31.2	27.9
4	1.5~2.0	3.3	2.8
5	≥ 2.0	≤ 0.5	0.5

3 实验数据分析

3.1 亚表面损伤分布与表面划痕分布的关系

对测量图像中的划痕沿表面深度的分布进行了测量统计, 统计百分比不足 0.5% 时按 0.5% 计算。将表 2 中统计数据做成折线图和直方图, 如图 4 所示, 以便于观察分析。由图 4a 中折线的变化情况可以分析得出, 表面划痕的总数量随分布深度的增大呈非线性递减趋势, 减少趋势先由缓变快, 再由快变缓, 最终趋于零; 图 4b 中各分布深度划痕所占百分比也基本符合递减趋势, 但最靠近表层的分布深度范围内划痕所占百分比为 24.6%, 其值小于预期值, 偏离了整体数值的变化规律。其原因可能是: ① KOH 的化学腐蚀作用将表面较浅的划痕完全腐蚀或基本腐蚀, 以至于检测过程中无法测得这部分划痕的数量; ② 实验所获图像的测量分析过程中, 忽略了部分深度较浅、模糊不清的划痕。图 4a、图 4b 都能反映衬底

表面划痕的分布情况,接近 96.7% 的表面腐蚀划痕分布在距离表面层 0~1.5 μm 深度范围内,只有 3.3% 左右的表面腐蚀划痕分布在 1.5 μm 以下,深度达到 2 μm 的划痕不足 0.5%。



(a) 划痕深度分布折线图 (b) 划痕深度分布直方图
图 4 划痕深度分布图

由上述亚表面损伤层深度与表面划痕深度之间的关系式(4)可知,前者与后者的三分之四次方成线性正比例关系,比例系数 R_{DNR} 的取值范围为 7.8~7.9,因此亚表面损伤层沿深度的分布情况可以通过表面划痕随深度的分布情况来表征。将表面划痕分布深度范围代入式(4)进行转化计算,即可求得一定分布深度下亚表面损伤的分布情况,深度在距离外层碎裂及划痕破坏层以下 0~13.4 μm 范围内的亚表面损伤分布比例约为 96.7%,深度大于 13.4 μm 的亚表面损伤只占 3.3% 左右,考虑到在 KOH 轻度腐蚀过程中衬底表面有 0.31 μm 的腐蚀去除层,则表面划痕的分布深度值应该加上此值才完整,此时亚表面损伤层的主要集中分布深度修正为 0~17.2 μm。

此前本实验室通过双片式角度抛光法检测到蓝宝石衬底双面研磨亚表面损伤层深度最大值为 15 μm,其数值与亚表面集中损伤分布深度值 17.2 μm 相比略小,两次实验结果得出的亚表面损伤层深度值处于同一数量级,所以实验结果基本相符。理论上分析亚表面集中损伤分布深度值应不大于亚表面损伤层深度最大值,产生误差的原因可能是 KOH 化学腐蚀过程中由于表面层碎裂、划痕的程度及分布不均匀,导致各处化学腐蚀速率不等,划痕尖端存在的大量裂纹和应力促使表面划痕在腐蚀过程中被过分扩大,从而使亚表面损伤集中分布的理论计算深度值大于实际测量值。通过对亚表面损伤层理论换算分布深度值乘以一个修正系数 ϵ 加以调整,可得两次实验的结果相符,这里的修正系数 ϵ 也可称为经验系数, ϵ 的经验取值为 0.75,调整过后的亚表面损伤层的主要集中分布深度值为 0~12.9 μm。

3.2 研磨参数对亚表面损伤深度分布的影响规律

下面分别研究研磨磨粒粒度、研磨压力对亚

表面损伤层深度的影响规律。图 5 所示为研磨磨粒粒度对亚表面损伤层深度的影响规律,可以看出,亚表面损伤层深度与研磨磨粒粒度成正比,研磨颗粒型号越大其颗粒分布范围越广,磨粒粒径差越明显,在同等压力下大颗粒的作用效果越突出,其诱发的亚表面损伤层分布深度也就越深。

图 6 所示为研磨压力对亚表面损伤深度的影响规律,可以看出,亚表面损伤深度与研磨压力成正比,但是亚表面损伤层的分布深度的变化范围很小,变化量小于 10%。这是因为随着研磨压力的增大,研磨盘与试件间的间隙减小,承担载荷的有效磨粒数也同时增大,当压力足够大时,研磨过程中个别可能会引起深层裂纹的大颗粒磨粒会产生碎裂现象,因此不会因为压力增大而导致个别磨粒压力特别大,单个有效磨粒实际接触压力基本保持恒定。

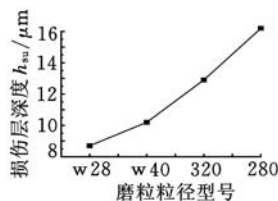


图 5 磨粒粒度对亚表面损伤层深度的影响规律

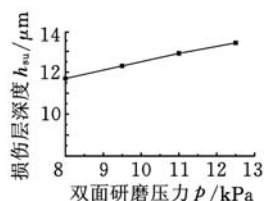


图 6 研磨压力对亚表面损伤层深度的影响规律

4 结论

(1)在前人对硬脆性材料亚表面损伤预测理论研究的基础上,建立了蓝宝石衬底双面研磨亚表面损伤层深度与表面划痕深度之间的理论模型,亚表面损伤层深度与表面划痕深度的三分之四次方的比值 R_{DNR} 为一定值,它们之间成正比例关系,比例系数 R_{DNR} 的取值范围为 7.8~7.9,从而为通过测量分析表面划痕的深度分布情况来预测亚表面损伤层分布情况打下了理论基础。

(2)通过实验并结合美国先进的测量仪器 VK-X100/X200 形状测量激光显微系统,得到了双面研磨表面接近 96.7% 的腐蚀划痕分布在距离表面层 0~1.5 μm 深度范围以内,只有 3.3% 左右的表面腐蚀划痕分布在 1.5 μm 以下,深度达到 2 μm 的划痕不足 0.5%,从而预测出亚表面损伤层随深度分布情况为:随着深度的增加呈递减趋势,集中分布在距离外层碎裂及划痕破坏层以下 0~12.9 μm 深度范围内。

(3)亚表面损伤层集中分布深度随双面研磨磨粒粒径的增大、研磨压力的提高而增大,其中磨粒粒径影响程度较大,压力影响程度较小,研磨盘

公转、行星轮自转速度以及研磨液的流量等其他工艺参数对亚表面损伤层集中分布深度的影响不显著。

参考文献:

- [1] Haney E J, Subhash G. Analysis of Interacting Cracks Due to Sequential Indentations on Sapphire[J]. Science Direct, 2011(2):1-8.
- [2] Malki P, Haim L, Golan Y. Thermal Healing of the Sub-surface Damage Layer in Sapphire[J]. Materials Chemistry and Physics, 2010(6):1-7.
- [3] 高玉飞, 葛培琪, 李绍杰, 等. 单晶硅线锯切片亚表层损伤层厚度预测与测量[J]. 中国机械工程, 2009, 20(14):1731-1735.
Gao Yufei, Ge Peiqi, Li Shaojie, et al. Prediction and Measurement of Subsurface Damage Thickness of Silicon Wafer in Wire Saw Slicing[J]. China Mechanical Engineering, 2009, 20(14):1731-1735.
- [4] 邓朝晖, 张璧, 周志雄, 等. 陶瓷磨削的表面/亚表面损伤[J]. 湖南大学学报(自然科学版), 2002, 29(5):61-71.
Deng Zhaohui, Zhang Bi, Zhou Zhixiong, et al. Surface/Subsurface Damage in Ceramic Grinding[J]. Journal of Hunan University(Natural Sciences Edition), 2002, 29(5):61-71.
- [5] Lawn B R, Evans A G, Marshall D B. Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics; the Median/Radial Crack System[J]. Journal of American Ceramic Society, 1982, 63(9/10):574-581.
- [6] Lambropoulos J C, Jacobs S D, Ruckman J. Material Removal Mechanisms from Grinding to Polishing[J]. Ceram. Trans., 1999, 102:113-128.
- [7] 李圣怡, 王卓, 吴宇列, 等. 基于研磨加工参数的亚表面损伤预测理论和试验研究[J]. 机械工程学报, 2009, 45(2):192-198.
Li Shengyi, Wang Zhuo, Wu Yulie, et al. Prediction Theory and Experiment of Subsurface Damage Based on Lapping Processing Parameters[J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2009, 45(2):192-198.
- [8] 张克华, 文东辉, 鲁聪达, 等. 蓝宝石衬底双面研磨的材料去除机理研究[J]. 中国机械工程, 2008, 19(23):2863-2866.
Zhang Kehua, Wen Donghui, Lu Congda, et al. Research on the Material Removal Mechanism of Dual-lapping Sapphire Substrate[J]. China Mechanical Engineering, 2008, 19(23):2863-2866.

(编辑 苏卫国)

教授。主要研究方向为工程图学、CAD/CAM 技术、LED 衬底超精密加工。徐晓明, 男, 1987 年生。常州大学机械工程学院、盐城工学院机械工程学院联合培养硕士研究生。周海, 男, 1965 年生。盐城工学院机械工程学院教授、博士。卓志国, 男, 1984 年生。常州大学机械工程学院、盐城工学院机械工程学院联合培养硕士研究生。戚致, 男, 1987 年生。江苏大学机械工程学院、盐城工学院机械工程学院联合培养硕士研究生。高翔, 男, 1989 年生。江苏大学机械工程学院、盐城工学院机械工程学院联合培养硕士研究生。

第三届并联机构基础理论与未来研究方向国际会议在天津大学召开

由国际机构学与机器科学联合会(International Federation for the Promotion of Mechanism and Machine Science, 简称 IFToMM)、国家自然科学基金委、中国机械工程学会、天津大学主办, 天津大学和 IFToMM 中国委员会承办的第三届并联机构基础理论与未来研究方向国际会议于 2014 年 7 月 8 日圆满结束, 会议得到国家自然科学基金委和香港王宽诚教育基金会的资助。长江学者、IFToMM 中国委员会主席、天津大学机械工程学院黄田教授与长江学者、国家“千人计划”专家、英国国王学院戴建生教授担任大会主席。

本次会议是继 2002 年在加拿大魁北克召开的第一次会议, 和 2008 年在法国蒙彼利埃召开的第二届会议后的又一次该领域重要国际盛会。

大会由黄田教授主持, 来自美国、英国、德国、法国、俄罗斯、意大利、加拿大等 10 个国家和地区的 86 名专家学者(其中海外学者 31 名)参加了此次会议, 大会邀请了并联机构领域知名专家加拿大麦吉尔大学 Jorge Angeles 教授、加拿大拉瓦尔大学 Clement Gosselin 教授、法国高等力学研究所 Grigore Gogu 教授、香港科技大学李泽湘教授等作了主题报告。会议期间, 与会代表就并联机构基础理论问题和未来发展方向进行了广泛和深入的研讨。

本届会议共收集论文 50 篇, 其中海外投稿 20 篇, 涉及并联机构基础理论、关键技术和工程应用方面的最新研究进展, 促进了世界范围内从事并联机构领域研究学者的学术交流与合作。此次会议得到了与会代表的充分肯定和一致好评, 会议的成功举办对提高我国在并联机构研究领域的国际学术地位起到了重要的促进作用。

(工作总部)