



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109749631 A

(43)申请公布日 2019.05.14

(21)申请号 201711087723.X

(22)申请日 2017.11.08

(71)申请人 吕志敏

地址 266700 山东省青岛市平度市云山镇  
东流圈村72号

(72)发明人 吕志敏

(51)Int.Cl.

C09G 1/02(2006.01)

H01L 21/304(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种氧化铝基化学机械抛光液

(57)摘要

一种氧化铝基化学机械抛光液,以所述化学机械抛光液的总质量计,所述化学机械抛光液包括以下组分及百分含量:抛光颗粒0.1~30wt%、表面活性剂0.01~10wt%、余量为pH调节剂和水性介质。本发明提供的化学机械抛光浆液对蓝宝石衬底材料的抛光速率可控制在50nm/min到200nm/min,同时表面粗糙度降低到了15°C以下。利用上述抛光液可实现对蓝宝石衬底材料速率可控、表面低损伤并且无残留的抛光。

1. 一种氧化铝基化学机械抛光液,其特征在于,以所述化学机械抛光液的总质量计,所述化学机械抛光液包括以下组分及百分含量:

抛光颗粒0.1~30wt%

表面活性剂0.01~10wt%

余量为pH调节剂和水性介质。

2. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述抛光颗粒选自纳米氧化铝,所述抛光颗粒的粒径为10~1500nm。

3. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述抛光颗粒的粒径为30~200nm。

4. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述抛光颗粒的形状为球形。

5. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述表面活性剂选自聚氧乙烯硫酸钠、聚丙烯酸钠、聚氧乙烯醚磷酸酯、烷基醇聚氧乙烯基醚、十六烷基三甲基溴化铵、聚丙烯酸铵和聚乙烯吡咯烷酮中的一种或多种。

6. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述pH调节剂选自硝酸、磷酸、氢氧化钾、羟乙基乙二氨和四甲基氢氨中的一种或多种。

7. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述化学机械抛光液的pH值范围为1~11。

8. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述表面活性剂的含量为0.05~2wt%。

9. 如权利要求1所述化学机械抛光液,其特征在于,所述抛光颗粒的含量为0.5~25wt%。

10. 如权利要求1~9任一所述化学机械抛光液在蓝宝石衬底的CMP工艺上的应用。

## 一种氧化铝基化学机械抛光液

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种抛光液,具体涉及一种氧化铝基化学机械抛光液。

### 背景技术

[0002] 蓝宝石,又称白宝石,组成为 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,透明,与天然宝石具有相同的光学特性和力学性能,有很好的热特性,极好的电气特性和介电特性,并且防化学腐蚀,对红外线透过率高,耐磨性好,硬度仅次于金刚石,达莫氏9级,在高温下仍具有较好的稳定性,熔点为2030℃,广泛应用于工业、国防、科研、民用等领域,越来越多地用作固体激光、红外窗口、半导体芯片的衬底片、发光二极管衬底片、精密耐磨轴承等高技术领域零件的制造材料。蓝宝石由于其硬度高且脆性大,机械加工困难。尤其对用于GaN生长的蓝宝石衬底片精密加工技术更加复杂,是目前重点研究的难题。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。

[0003] 在蓝宝石晶体的化学机械抛光过程中,抛光液无疑是决定其抛光质量抛光效率的关键,其中磨料的种类、粒径的大小及含量对抛光的速率和抛光表面的粗糙度平整度等有很大的影响。目前,蓝宝石抛光液所使用的磨料主要有三种:金刚石粉体、二氧化硅溶胶和 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(刚玉氧化铝)的纳米分散液。金刚石的硬度大,能保证高的抛光速率,但即使颗粒大小达到纳米级的金刚石粉体,也会造成蓝宝石的抛光表面损伤严重,因为金刚石的硬度过高,在蓝宝石的表面的抛光过程中,基本上是机械过程,另外,金刚石的使用成本比所有的其他磨料都要高,目前,金刚石液体主要作为蓝宝石的粗抛或研磨使用。蓝宝石的最终化学机械抛光过程中使用最广泛的是碱性二氧化硅溶胶溶液,蓝宝石化学机械抛光用硅溶胶中的二氧化硅粒子一般是在100℃左右的低温合成,硬度远远低于蓝宝石晶体,颗粒大小一般在100nm左右,抛光使用浓度一般在10-20%的范围。由于是低温合成,该抛光液一般不含有超大颗粒,不易划伤蓝宝石晶体的被抛光表面,另外它的悬浮性好,使用方便,抛光液本身的价格便宜,但硅溶胶抛光液的最大缺点是抛光效率低下,抛光时间冗长;另外,硅溶胶抛光液在抛光工艺过程中受热容易凝胶,并容易在蓝宝石表面风干,不宜于后续的清洗工艺,虽然硅溶胶抛光液本身的价格较低,但其综合的加工成本仍然高,效率低是氧化硅溶胶抛光液的最大缺点。

[0004]  $\alpha$ -氧化铝( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)是众多氧化铝晶相中的最稳定的晶体相,它由其他晶相的氧化铝在高温下转变而成,是天然氧化物晶体中硬度很高的物质,硬度仅次于金刚石,远远大于二氧化硅溶胶颗粒,它是一种常用的抛光用磨料,被广泛用于许多硬质材料的抛光上。

[0005]  $\alpha$ -氧化铝( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)其实与蓝宝石是同一种物质或材料,材料结构中的原子排列模式完全相同,所不同的是多晶体与单晶体的区别。所以,从硬度上讲, $\alpha$ -氧化铝( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)纳米粉体与蓝宝石晶体的硬度相当,可以用于抛光蓝宝石晶体。 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体可以制备成平均颗粒大小从10nm到1000nm以上的不同的抛光液,用于蓝宝石晶体的粗抛,精抛的不同工序中。但是,到目前为止, $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>氧化铝抛光液并没有大规模地使用于蓝宝石的抛光上。 $\alpha$ -

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>氧化铝颗粒在制备过程中需要经过1000℃以上的高温烧结,引发过渡氧化铝至α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的相转变,在此过程中,Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒很容易团聚,而且这些团聚体坚硬致密,很难有效地在抛光液中得到分散。作为结果,团聚的氧化铝颗粒在抛光过程中极易产生划痕划伤。另外,氧化铝在抛光液中也容易沉降,在容器的底部形成坚硬的硬块,需要在使用过程中维持搅拌。这些缺点,严重地阻碍了氧化铝抛光液在蓝宝石精密抛光上的应用。

## 发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种氧化铝基化学机械抛光液,用于克服现有技术中抛光液分散不均匀,精抛质量差,表面有瑕疵和划痕的问题。

[0007] 本发明的进一步目的是提供一种如上述所述化学机械抛光液的制备方法。

[0008] 本发明的进一步目的是提供一种上述化学机械抛光液的应用。

[0009] 为实现上述目的,本发明是采取以下的具体技术方案实现的:

一种氧化铝基化学机械抛光液,以所述化学机械抛光液的总质量计,所述化学机械抛光液包括以下组分及百分含量:

抛光颗粒0.1~30wt%

表面活性剂0.01~10wt%

余量为pH调节剂和水性介质。

[0010] 优选地,所述抛光颗粒选自纳米氧化铝,所述抛光颗粒的粒径为10~1500nm。

[0011] 优选地,所述抛光颗粒的粒径为30~200nm。

[0012] 优选地,所述抛光颗粒的形状为球形。

[0013] 优选地,所述表面活性剂选自聚氧乙烯硫酸钠、聚丙烯酸钠、聚氧乙烯醚磷酸酯、烷基醇聚氧乙烯基醚、十六烷基三甲基溴化铵、聚丙烯酸铵和聚乙烯吡咯烷酮中的一种或多种。

[0014] 更优选地,所述表面活性剂选自聚丙烯酸钠、聚氧乙烯硫酸钠、十六烷基三甲基溴化铵、聚氧乙烯醚磷酸酯和烷基醇聚氧乙烯基醚中的一种或多种

优选地,所述pH调节剂选自硝酸、磷酸、氢氧化钾、羟乙基乙二氨和四甲基氢氨中的一种或多种。

[0015] 优选地,所述化学机械抛光液的pH值范围为1~11。

[0016] 优选地,所述表面活性剂的含量为0.05~2wt%。

[0017] 优选地,所述抛光颗粒的含量为0.5~25wt%。

[0018] 更优选地,所述抛光颗粒的含量为5~25wt%。

[0019] 优选地,所述水性介质为去离子水。

[0020] 本发明还公开了如上述所述化学机械抛光液在蓝宝石衬底的CMP工艺上的应用。

[0021] 本发明提供的用于蓝宝石衬底的化学机械抛光液包含氧化物抛光颗粒。在抛光过程中,抛光颗粒一般作用是可以与被抛光材料化学交联,然后通过自身硬度及外界机械力去除交联产物并被液体带走。这个过程循环往复,从而保证了抛光过程的连续进行。目前广泛应用的氧化物抛光颗粒有氧化钛、氧化铈、胶体氧化硅、氧化锆、氧化铝等,它们的莫氏硬度依次为5~6、7、7、8.5、9。选用质硬的纳米氧化铝进行抛光,抛光过程中化学作用较弱,主要以机械去除为主,可实现对蓝宝石衬底材料较高速率的抛光。

[0022] 本发明提供的化学机械抛光浆液对蓝宝石衬底材料的抛光速率可控制在50nm/min到200nm/min,同时表面粗糙度降低到了以下。利用上述抛光液科实现对蓝宝石衬底材料速率可控、表面低损伤并且无残留的抛光。

[0023] 本发明中的化学机械抛光液克服了现有技术中的种种缺陷而具有创造性。

### 具体实施方式

[0024] 以下由特定的具体实施例说明本发明的实施方式,熟悉此技术的人士可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点及功效。

[0025] 以下实施例中,蓝宝石衬底材料抛光测试时采用的仪器和参数为:

A.仪器: CMPtester (CETRCP-4)

B.条件:压力(DownForce):10psi

抛光垫转速(PadSpeed):150rpm

抛光头转速(CarrierSpeed):150rpm

温度:25°C

抛光液流速(FeedRate):125ml/min

C.抛光液:取实施例所得的抛光液进行测试。

[0026] 采用美国CETR公司的CP-4抛光机对蓝宝石衬底进行抛光后,利用AFM原子力显微镜测试蓝宝石衬底材料表面5 $\mu\text{m}$ ×5 $\mu\text{m}$ 区域的粗糙度RMS(RootMeanSquare)。

#### [0027] 实施例1

本实施例中,所述化学机械抛光液为100重量份,其中含有以下原料组分及重量份:

抛光颗粒30重量份

表面活性剂4重量份

余量为水和pH调节剂。

[0028] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒;粒径为150nm;pH调节剂为硝酸溶液;表面活性剂为聚丙烯酸钠。

[0029] 化学机械抛光液的pH为3。

[0030] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

#### [0031] 实施例2

本实施例中,所述化学机械抛光液为100重量份,其中含有以下原料组分及重量份:

抛光颗粒20重量份

表面活性剂0.5重量份

余量为水和pH调节剂。

[0032] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒;粒径为150nm;pH调节剂为硝酸溶液;表面活性剂为聚氧乙烯硫酸钠。

[0033] 化学机械抛光液的pH为5。

[0034] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

#### [0035] 实施例3

本实施例中,所述化学机械抛光液为100重量份,其中含有以下原料组分及重量份:

抛光颗粒10重量份

表面活性剂0.5重量份

余量为水和pH调节剂。

[0036] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒；粒径为200nm；pH调节剂为氢氧化钾；表面活性剂为聚氧乙烯硫酸钠。

[0037] 化学机械抛光液的pH为11。

[0038] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0039] 实施例4

本实施例中，所述化学机械抛光液为100重量份，其中含有以下原料组分及重量份：

抛光颗粒5重量份

表面活性剂0.3重量份

余量为水和pH调节剂。

[0040] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒；粒径为100nm；pH调节剂为磷酸；表面活性剂为聚氧乙烯醚磷酸酯。

[0041] 化学机械抛光液的pH为1。

[0042] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0043] 实施例5

本实施例中，所述化学机械抛光液为100重量份，其中含有以下原料组分及重量份：

抛光颗粒30重量份

表面活性剂0.01重量份

余量为水和pH调节剂。

[0044] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒；粒径为1000nm；pH调节剂为硝酸；表面活性剂为聚丙烯酸钠。

[0045] 化学机械抛光液的pH为4。

[0046] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0047] 实施例6

本实施例中，所述化学机械抛光液为100重量份，其中含有以下原料组分及重量份：

抛光颗粒10重量份

表面活性剂0.3重量份

余量为水和pH调节剂。

[0048] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒；粒径为200nm；pH调节剂为磷酸；表面活性剂为聚氧乙烯醚磷酸酯。

[0049] 化学机械抛光液的pH为3。

[0050] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0051] 实施例7

本实施例中，所述化学机械抛光液为100重量份，其中含有以下原料组分及重量份：

抛光颗粒15重量份

表面活性剂0.5重量份

余量为水和pH调节剂。

[0052] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒；粒径为300nm；pH调节剂为磷酸；表面活

性剂为聚氧乙烯硫酸钠。

[0053] 化学机械抛光液的pH为2。

[0054] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0055] 实施例8

本实施例中,所述化学机械抛光液为100重量份,其中含有以下原料组分及重量份:

抛光颗粒15重量份

表面活性剂1重量份

余量为水和pH调节剂。

[0056] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒;粒径为1000nm;pH调节剂为四甲基氢氨;表面活性剂为聚丙烯酸钠。

[0057] 化学机械抛光液的pH为10。

[0058] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0059] 实施例9

本实施例中,所述化学机械抛光液为100重量份,其中含有以下原料组分及重量份:

抛光颗粒10重量份

表面活性剂0.3重量份

余量为水和pH调节剂。

[0060] 本实施例中所述抛光颗粒为氧化铝颗粒;粒径为400nm;pH调节剂为羟乙基乙二氨;表面活性剂为聚氧乙烯醚磷酸酯。

[0061] 化学机械抛光液的pH为9。

[0062] 将上述各原料组分搅拌均匀即得化学机械抛光液。

[0063] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因此,举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。