

## 单晶硅化学机械抛光划痕演变研究

夏菁菁, 余俊\*, 王占山, 陆斯文

同济大学精密物理科学与工程学院光学工程技术研究所, 上海 200092

**摘要** 化学机械抛光是制作超光滑单晶硅镜片的常用工艺, 抛光过程中的各类杂质粒子经常会导致加工表面产生划痕, 降低镜片的表面质量。为系统研究不同晶向单晶硅表面塑性划痕与抛光液中杂质的关系, 设计了金刚石微粉掺杂抛光 Si(111)、Si(110) 和 Si(100) 晶面的实验。利用轮廓仪测量了不同晶向、不同掺杂浓度下的划痕形貌, 并通过计算载荷归一化后的划痕宽度分布、划痕深度分布、粗糙度和二维功率谱密度来评估划痕形貌。结果显示, 抛光液中杂质粒子粒径、硅片表面的划痕宽度均服从正态分布。随着杂质粒子浓度的增加, 划痕形貌从非周期性特征转变为周期性波动, 粗糙度出现突跃点。此外, 在同浓度金刚石微粉掺杂情况下, Si(110) 面在划痕产生初期有更好的杂质粒子容忍度。

**关键词** 测量; 单晶硅; 磨料; 表面划痕; 化学机械抛光; Hertz 接触理论

中图分类号 TP391.4; TH161

文献标志码 A

DOI: 10.3788/AOS202242.0912002

## Scratch Evolution for Monocrystalline Silicon During Chemical-Mechanical Polishing

Xia Jingjing, Yu Jun\*, Wang Zhanshan, Lu Siwen

*Institute Precision Optical Engineering, School of Physics Science and Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China*

**Abstract** Chemical-mechanical polishing is a commonly adopted technique for the fabrication of super-smooth monocrystalline silicon mirror. Rogue particles during chemical-mechanical polishing process always result in scratches on mirror surface hence reduce surface quality. To systematically study the relationship between impurities in polishing slurry and plastic scratches on monocrystalline silicon surface with different crystal orientations, experiments on polishing Si(111), Si(110) and Si(100) surface by using diamond doped polishing slurries are designed. Scratch morphologies under different crystal orientations and different doping concentrations are measured by profilometer, and evaluated by calculating scratch width distribution, scratch depth distribution, roughness degree, surface roughness and two-dimensional power spectral density after load normalization. Results show that the size of rogue particles in the polishing slurry and the width of scratches on silicon surface obey the normal distribution. With the increase of rogue particle concentration, the scratch morphology changes from non-periodic characteristics to periodic fluctuations, and the roughness shows a jump point. In addition, in the case of the same diamond doping concentration, Si(110) has better tolerance of rogue particles at the initial stage of scratch generation.

**Key words** measurement; monocrystalline silicon; abrasive; surface scratch; chemical-mechanical polishing; Hertz contact theory

## 1 引言

单晶硅镜片被越来越多地应用于 X 射线自由

电子激光装置<sup>[1]</sup>和航天光学系统中<sup>[2]</sup>, 高精度高稳定性的光束传输要求单晶硅镜片的加工达到更高的表面精度。在 1986 年, 国际商业机器公司提出了应

收稿日期: 2021-09-26; 修回日期: 2021-10-23; 录用日期: 2021-11-22

基金项目: 国家自然科学基金(62105244, 61621001)

通信作者: \*yujun\_88831@tongji.edu.cn

用于单晶硅的化学机械抛光技术<sup>[3]</sup>,这种加工方式随后被广泛应用于光学元件的加工中。然而,在化学机械抛光过程中,常常会出现划痕等镜片缺陷,特别是对于各向异性材料,划痕等缺陷的形成位置及其亚表面往往存在晶向转变、位错、层错和晶体态向无定形态转变等问题,进而造成元件局域力学性质非线性变化<sup>[4-14]</sup>,影响损伤阈值<sup>[15-21]</sup>,降低元件的使用寿命。

在抛光过程中,由于单晶硅材料具有各向异性特点,故其划痕缺陷演化规律复杂<sup>[20,22-25]</sup>。为研究划痕缺陷的产生机制和缺陷演变过程,国内外研究人员进行了大量工作。Zhang 等<sup>[26]</sup>从三维分子动力学出发,模拟了当金刚石游离磨料切削 Si(100)晶面时硅原子堆叠方式的变化。同时,进一步从硅原子配位的角度出发,证明抛光过程中游离金刚石磨料会引起  $\beta$ -硅相变,划痕位置处硅原子堆叠方式从金刚石立方结构转变为体心四方结构<sup>[27]</sup>。Shen 等<sup>[28]</sup>通过纳米划痕的方式研究了熔石英玻璃等材料从分子级去除到材料塑性形变的过程,发现当单磨粒载荷大于  $10^{-6}$  N 时,材料会从分子级去除转变为纳米塑性形变。由于游离金刚石磨粒与纳米金刚石压头不同,其载荷和粒径都不是确定值,只是满足某一载荷分布规律,因此需要针对金刚石杂质微粒产生的划痕进行统计分析,找出划痕与微粒几何分布间的关系。Suratwala 等<sup>[29]</sup>从游离氧化铈磨料粒度分布出发,应用 EHG (Ensemble Hertzian Gap) 模型建立表面粗糙度均方根 (RMS) 与大颗粒磨粒粒度分布拖尾的数学关系,证明了磨粒粒径与粗糙度间具有依赖性。Dylla-Spears 等<sup>[30]</sup>指出,游离磨料本身存在的集聚现象是粒度分布拖尾的主要原因,集聚现象与抛光液 Zeta 电位有关,因此温度和酸碱度 (pH) 等因素均会影响粒度分布。此外,单晶硅作为各向异性材料,当研究其表面划痕时,还要考虑化学去除过程在不同晶向上划痕平滑效应的差异<sup>[17,31]</sup>,并且 pH 和温度等均会改变单晶硅化学去除效率<sup>[13,32-34]</sup>,进而改变划痕数量和形态。因此,划痕实验有必要排除 pH、温度和外来粒子等对实验结果的干扰,控制与划痕有关的载荷和晶面初始粗糙度等物理量,进而获得游离磨料与不同晶向单晶硅表面塑性划痕的规律。

本文通过金刚石微粉定量掺杂的方式量化杂质粒子浓度和粒径,研究单晶硅 Si(100), Si(110) 和 Si(111) 晶面在化学机械抛光过程中的划痕数密度、划痕深度和表面粗糙度。金刚石微粉掺杂的方式改

变了抛光液粒度分布,可以模拟抛光过程中可能出现的杂质粒子,研究浆料中大颗粒杂质粒子对单晶硅表面划痕数密度和深度分布的影响。结合 Hertz 接触场理论解释划痕几何规律,进一步探究载荷归一化后不同晶向单晶硅的划痕数密度差异及其原因。

## 2 抛光划痕产生机制

在化学机械抛光中,抛光模和工件间隙中的抛光液磨粒与工件间的机械切削与化学反应共同作用,实现材料去除<sup>[21,29,35-39]</sup>。大颗粒杂质粒子的混入会带来划痕,除抛光磨粒所产生的本征抛光划痕外,工件表面常常观察到更深且更宽的塑性和脆性划痕<sup>[16,28,40]</sup>,这类划痕往往需要更长的加工时间来消除。塑性划痕常常是抛光液和抛光环境中存在的前步粗研、粗抛,以及环境中的硬质大颗粒磨粒如碳化硅、金刚砂等杂质导致的。这些大颗粒磨料与二氧化硅、二氧化铈抛光粉相比,具有更高的材料去除效率,相应的磨粒运动轨迹体现为塑性或脆性划痕。

划痕可以理解为运动的同一磨粒在同一载荷下一段时间内所形成的裂纹的叠加,根据经典 Hertz 场理论,Lawn 等<sup>[41-42]</sup>指出脆性与塑性裂纹深度均可以描述为

$$c_h = \left( \frac{\chi_h P}{K_{lc}} \right)^{\frac{2}{3}}, \quad (1)$$

式中: $c_h$  为单磨粒裂纹深度; $\chi_h$  为裂纹生长常数; $P$  为单磨粒载荷; $K_{lc}$  为镜片裂纹硬度。由式(1)可知, $c_h \propto P^{\frac{2}{3}}$ 。在存在横向载荷的情况下,裂纹深度<sup>[41]</sup>可以表示为

$$c_h = \left[ \frac{\chi_h P}{K_{lc}} (1 + \mu^2) \right]^{\frac{2}{3}}, \quad (2)$$

式中: $\mu$  为摩擦系数。在静态压头下,摩擦系数为  $\mu=0$ ,式(2)与式(1)一致。

在理想条件下,单颗磨粒可以近似为球形,此时可以得到单磨粒与镜面接触时的 Hertz 接触场宽度<sup>[41]</sup>。接触区域半径  $a$  的表达式为

$$a = \left( \frac{4kPr}{3E} \right)^{\frac{1}{3}}, \quad (3)$$

式中: $r$  为单磨粒半径; $E$  为磨粒的杨氏模量; $k = 9\{ (1-\nu^2) + [1 - (\nu')^2] E/E' \} / 16$  为接触常数,其中  $\nu$  为磨粒的泊松比, $\nu'$  为镜片的泊松比, $E'$  为镜片的杨氏模量。单磨粒的载荷满足

$$P = \frac{P_T}{N_{\text{abrasive}}} \left( \frac{r}{r'} \right), \quad (4)$$

式中:  $P_T$  为总载荷;  $N_{\text{abrasive}}$  为磨粒数;  $\bar{r}$  为磨粒半径归一化常数。由式(4)可知,  $P \propto r$ 。将式(4)代入式(2)、(3), 可以得到接触区域半径  $a$ 、单磨粒裂纹深度  $c_h$ 、单磨粒半径  $r$  与总载荷  $P_T$  的关系。 $c_h$  和  $a$  共同决定划痕位置的亚表面损伤情况和表面粗糙度, 根据磨粒粒径分布可以得到对应的  $c_h$  和  $a$  的分布。在研究划痕数密度与杂质粒子浓度关系前需要对载荷项进行归一化操作。根据 Miller 等<sup>[20]</sup> 的研究, 划痕深度  $c_h$  与粗糙度存在线性关系, 划痕数量与能够产生划痕的大颗粒磨粒数量和载荷有关。由 Suratwala 等<sup>[15]</sup> 的研究结果可知, 划痕面积占总面积的百分比与载荷弱相关, 而塑性划痕长度远大于轮廓仪的目标检测范围, 故塑性划痕长度对划痕面积的影响可以忽略。因此, 总面积主要由划痕宽度决定。根据式(2)~(4)和上文的分析, 在实验部分中, 对粗糙度进行载荷  $P$  归一化, 对划痕数密度进行载荷  $P^{1/3}$  归一化, 以保证数据可比性。此外, 对于不同晶向单晶硅而言,  $\chi_h$ 、 $K_{Ic}$ 、杨氏模量和泊松比等机械参数不同, 故需要分别研究不同晶向单晶硅划痕的深度和宽度等信息。

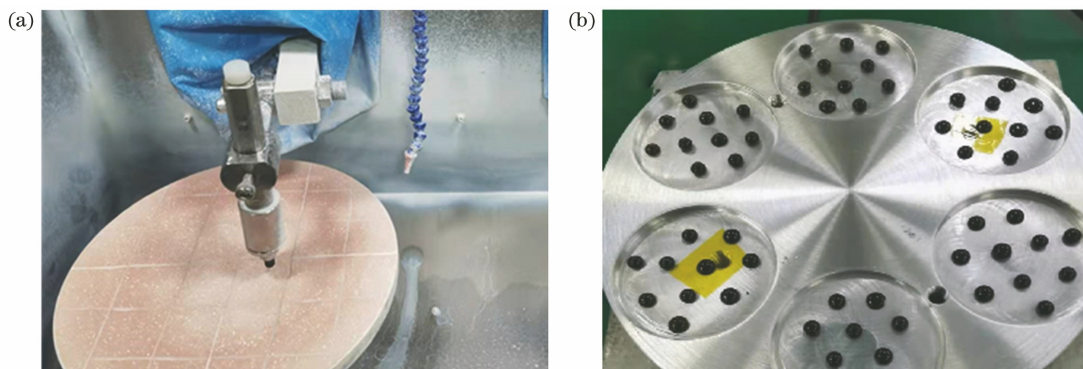


图 1 实验装置示意图。(a)化学机械抛光的实验装置; (b)沥青胶粘硅片与转接件示意图

Fig. 1 Schematic diagrams of experimental devices. (a) Experimental device for chemical-mechanical polishing; (b) schematic diagram of adhesive silicon wafer and adapter obtained by asphalt

采用静态光散射的方式(所用仪器为 Mastersizer 3000 激光粒度仪, 动态测试范围为  $0.01 \sim 3500.00 \mu\text{m}$ )测量掺杂金刚石微粒的粒度, 测量了分散系为水时中心粒径为  $4 \mu\text{m}$  的固体金刚石微粉的粒度分布, 量化大颗粒杂质粒子的粒度。金刚石微粉中心粒径为  $4 \mu\text{m}$ , 远大于抛光磨粒中心粒径, 在实验过程中不停搅拌掺杂抛光液以保证粒度分布的均匀性。在梯度浓度划痕实验中, 抛光液中加入 7 种浓度的金刚石微粉来抛光 Si(111), 具体浓度如表 1 所示。整个抛光过程均在恒温 ( $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ) 洁净室中进行。在实验完成后, 在轮廓仪 (Bruker 公司生产的 Contour GT-K)  $50 \times$  倍率(横

### 3 化学机械抛光划痕缺陷实验研究

为定量研究单晶硅 Si(100)、Si(110) 和 Si(111) 晶面划痕缺陷的几何形貌特点, 在抛光液中加入梯度浓度(质量分数)的金刚石微粉以模拟杂质粒子, 并统计划痕深度、密度等与杂质粒子粒度分布有关的物理量。

#### 3.1 实验方案

抛光实验采用两轴机, 抛光设备如图 1(a) 所示, 聚氨酯抛光模上刻有边长为  $10 \text{ mm}$  的正方楔形槽纹, 每次使用前用金刚石盘修平这些槽纹。无划痕单晶硅圆片的加工选择中心粒径为  $100 \text{ nm}$  的二氧化硅胶体抛光液, 采用拼盘加工的方式保证实验条件的一致性。每片硅片的尺寸为  $30 \text{ mm}$  (直径)  $\times 5 \text{ mm}$  (厚度), 拼盘直径为  $100 \text{ mm}$ , 用沥青点将其胶粘在直径为  $100 \text{ mm}$  的拼盘上, 如图 1(b) 所示。然后, 用平均粒径为  $14 \mu\text{m}$  的金刚砂浆料粗磨, 超声清洗  $15 \text{ min}$  以去除残留磨粒。在抛光完成后, 用轮廓仪检测镜片表面形貌和粗糙度。

向分辨率为  $0.08 \mu\text{m}$ , 纵向分辨率小于  $0.1 \text{ nm}$ ) 下测量每片单晶硅镜片中心位置的形貌, 并拼接  $15 \times 11$  幅连续区域图像, 获得样品中心位置大小为  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  区域的形貌。利用滤波提取拼接后图像中的划痕, 进而得到划痕数量和表面粗糙度等几何信息。

此外, 考虑到沿不同晶向切割的单晶硅在微磨削过程中可能有不同的阈值条件和表现形式, 对浓度为  $0.00200\%$  和  $0.00020\%$  的金刚石微粉掺杂组, 采用拼盘模式同时抛光 Si(100)、Si(110) 和 Si(111), 并采用同样的图像处理方式获得划痕信息, 比较 3 种晶向的划痕数密度。

表 1 杂质粒子梯度浓度和 Si(111) 划痕数密度

Table 1 Gradient concentration of rogue particles and scratch number density of Si(111)

Rogue particle concentration /%	Rogue particle number fraction	Scratch number density /mm <sup>-2</sup>	Pressure P <sub>1</sub> /Pa	$N \cdot P_1^{-1/3} / (\text{mm}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1/3})$
0.00002	$6.67 \times 10^{-6}$	11	3704.6	0.71
0.00005	$1.67 \times 10^{-5}$	33	3704.6	2.13
0.00020	$6.67 \times 10^{-5}$	84	1898.4	6.78
0.00050	$1.67 \times 10^{-4}$	133	3704.6	8.60
0.00100	$3.33 \times 10^{-4}$	268	3704.6	17.30
0.00150	$5.00 \times 10^{-4}$	484	3260.7	32.60
0.00200	$6.67 \times 10^{-4}$	679	1898.4	54.80

### 3.2 分析与讨论

掺杂浓度为 0.00050% 的金刚石微粉掺杂抛光液产生的划痕如图 2(a) 所示。轮廓仪测量的大小为 1 mm × 1 mm 区域中手动划痕计数结果如图 2(b) 所示。经过 3.1 节中的图像滤波和特征提取过程可以得到如图 2(c) 所示的结果。观察到的划痕基本贯穿整个测试区域, 且同一条划痕的宽度几乎不变。这一类划痕是典型的塑性划痕, 划痕满足

塑性切削规律, 即  $a \propto r^{1/3}$ 。由第 2 节的分析可知, 划痕是抛光液磨粒与杂质金刚石微粒切削材料去除效率不同造成的。由于金刚石微粉同样存在粒度分布, 因此切削区域的半径也应该满足该分布。为研究这一分布特征, 在图像滤波和归一化处理后进行直方图统计, 扣除背景后的直方图即为划痕深度分布。可以发现, 深度的分布同样满足图 3 所示的近正态分布, 与图 4 所示的金刚石微粉的粒度分布保持一致。

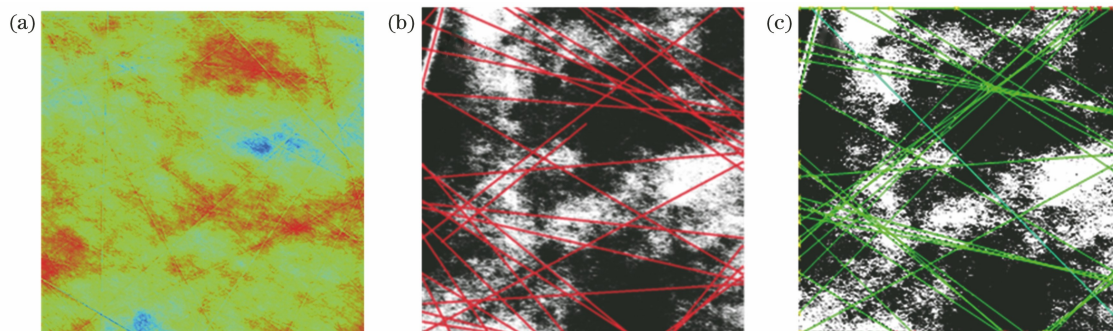


图 2 掺杂浓度为 0.00050% 的抛光液抛光 Si(111) 在 50× 轮廓仪下 1 mm × 1 mm 区域的测试结果和划痕提取。(a) 图像滤波前的表面形貌; (b) MATLAB 图像滤波处理后划痕数量手动识别结果; (c) MATLAB 图像滤波和特征提取后划痕数量自动识别结果

Fig. 2 Measurement result and scratch extraction of Si(111) within 1 mm × 1 mm region polished by polishing slurry with doping concentration of 0.00050% under 50 × profilometry. (a) Surface morphology before image filtering; (b) scratch number density result obtained by manual identification after MATLAB image filtering; (c) scratch number density result obtained by automatic recognition after MATLAB image filtering and feature extraction

在梯度浓度划痕实验中, 划痕的识别准确率直接影响实验结果。当金刚石微粉掺杂浓度为 0.00200% 时, Si(111) 表面如图 5(a) 所示, 划痕互相覆盖难以区分。在 0~0.00100% 掺杂浓度范围内划痕数量较少, 可以进行划痕识别。图 2(a) 是轮廓仪在 50× 镜头倍率下 1 mm × 1 mm 区域内测量的浓度为 0.00050% 金刚石微粉掺杂抛光后 Si(111) 的表面形貌结果, 图 2(b) 是手动识别的划痕,

图 2(c) 是自动识别的划痕, 两者几乎一致, 故梯度浓度划痕实验采用以自动计数为主、手动识别作为补充的划痕计数方式, 划痕数密度统计结果如表 1 所示。随着掺杂金刚石微粉浓度的增加, 划痕数密度逐渐增大。根据塑性划痕产生的特点对划痕数密度、压强进行归一化分析, 其结果如图 6 所示。归一化处理后的划痕数密度  $N$  与压强  $P_1^{1/3}$  的比值满足四阶多项式拟合, 相关系数  $R^2$  值为 0.996。虽然单

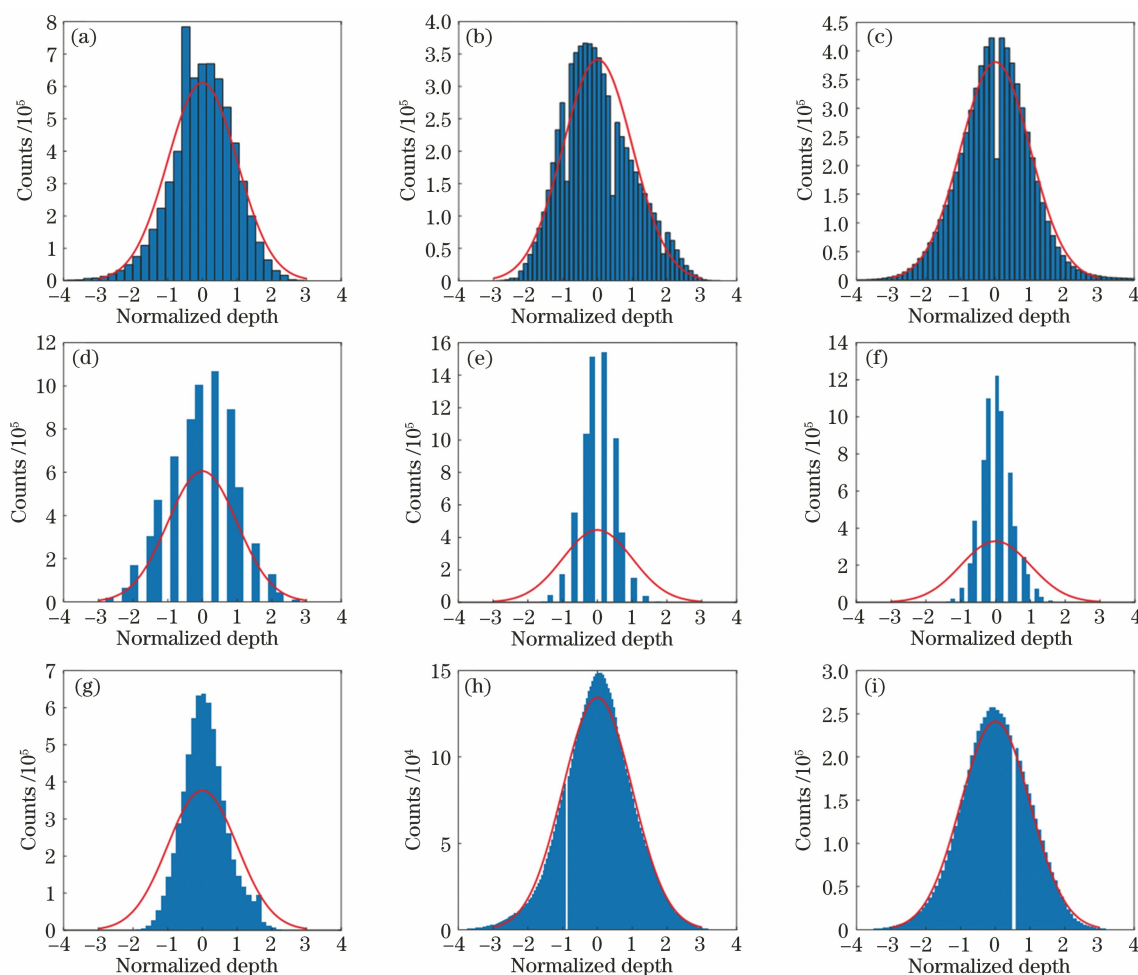


图 3 掺杂抛光液抛光 Si(111)、Si(110)和 Si(100)在  $50\times$  轮廓仪下  $1\text{ mm}\times 1\text{ mm}$  区域划痕深度分布的归一化结果。在 0.00200% 掺杂浓度下, (a) Si(111)、(b) Si(110) 和 (c) Si(100) 的划痕深度分布; 在 0.00020% 掺杂浓度下, (d) Si(111)、(e) Si(110) 和 (f) Si(100) 的划痕深度分布; Si(111) 在掺杂浓度为 (g) 0.00002%, (h) 0.00050% 和 (i) 0.00100% 下的划痕深度分布

Fig. 3 Normalized results of scratch depth distributions of Si(111), Si(110) and Si(100) within  $1\text{ mm}\times 1\text{ mm}$  region polished by doping polishing slurry under  $50\times$  profilometer. Scratch depth distributions for (a) Si(111), (b) Si(110) and (c) Si(100) under doping concentration of 0.00200%; scratch depth distributions for (d) Si(111), (e) Si(110) and (f) Si(100) under doping concentration of 0.00020%; scratch depth distributions for Si(111) under doping concentration of (g) 0.00002%, (h) 0.00050% and (i) 0.00100%

晶硅表面划痕的产生对 中低浓度的金刚石杂质粒子有一定的容忍性, 但是对于极低浓度范围, 单晶硅表面划痕数密度随杂质粒子浓度的增加增长得更快, 故在超光滑表面制作过程中划痕会更难控制。

实验中选择的载荷均低于 4 kPa, 在批量生产时, 往往使用更大的载荷以提升前期的抛光效率。根据弹性刚体接触理论, 载荷增加会使接触区域半径进一步扩大, 除了有效磨粒数量增加<sup>[28-29, 43]</sup>外, 划痕的宽度和深度(塑性切削过程中的横向裂纹)也会增大。为探究划痕形貌对工件表面粗糙度造成的影响, 将单晶硅 Si(111) 表面粗糙度 RMS 进行归一化

处理, 结果如图 7 所示。可以发现, 低浓度金刚石掺杂对工件表面粗糙度的影响极小, 随着金刚石杂质粒子浓度的增加, 粗糙度 RMS 迅速增大, 粗糙度 RMS 的突跃可以用统计模型进行理解。虽然划痕与粗糙度 RMS 在统计上属于两类形貌特征, 在数据处理时所用的分析方式不同。在微量划痕的情况下, 其对粗糙度的影响可以忽略不计, 但在大量划痕统计上可以理解为表面的周期性波动, 对表面空间高频粗糙度有显著影响。进一步评估高浓度金刚石微粉掺杂对工件表面的影响, 计算掺杂浓度为 0.00200% 与 0.00020% 时工件表面的二维功率谱

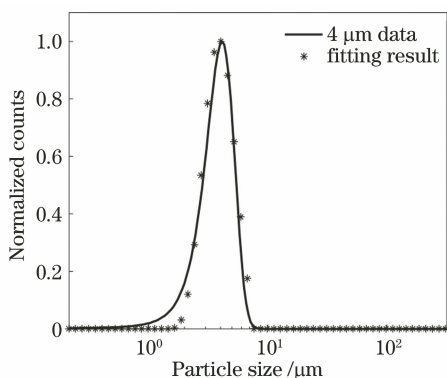


图 4 中心粒径为 4 μm 的金刚石微粉静态光散射粒度分布  
Fig. 4 Particle size distribution of diamond micro powder with mean particle size of 4 μm measured by static light scattering

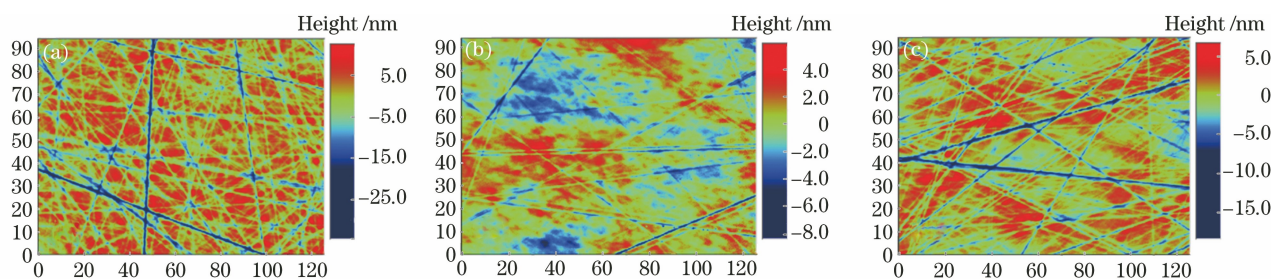


图 5 掺杂浓度为 0.00200% 的抛光液抛光不同晶向单晶硅在 50× 轮廓仪下的表面形貌。(a) Si(111), 高度范围为 -34.5~12.4 nm; (b) Si(110), 高度范围为 -8.4~5.9 nm; (c) Si(100), 高度范围为 -18.3~6.5 nm  
Fig. 5 Surface morphologies of monocrystalline silicon with different crystal directions polished by polishing slurry with doping concentration of 0.00200% under 50× profilometer. (a) Si(111), height range is -34.5-12.4 nm; (b) Si(110), height range is -8.4-5.9 nm; (c) Si(100), height range is -18.3-6.5 nm

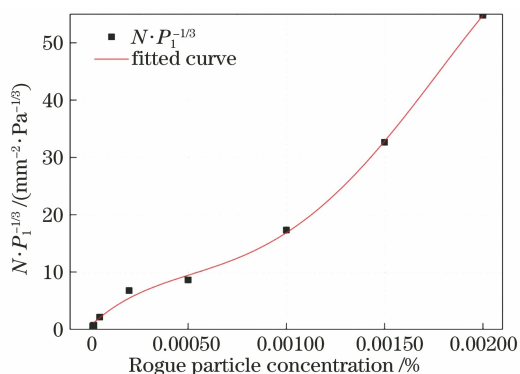


图 6 载荷归一化后梯度浓度抛光液抛光 Si(111) 在 50× 轮廓仪下 1 mm×1 mm 区域划痕数密度结果  
Fig. 6 Scratch number density results of Si(111) polished by polishing slurry with gradient concentrations within 1 mm×1 mm region under 50× profilometer after load normalization

密度 (PSD,  $M_{PSD}$ ), 计算 PSD 图中的二维 (2D) RMS 值 ( $M_{RMS,2D}$ )<sup>[44]</sup>, 结果如图 8 和图 9 所示, 其中图 8 中的  $M_{RMS,2D}$  为 0.266 nm, 图 9 中的  $M_{RMS,2D}$  为 0.186 nm。参考美国国家点火装置空间频率评估标准, 大口径光学元件的 PSD 标准线为  $M_{PSD} < Af_m^{-b}$ , 其中  $A = 1.05, b = 1.55, f_m$  为中频空间频率, 可以发现, 杂质粒子产生的划痕使得单晶硅表面 PSD 严重超过特征标准线。

在分析不同浓度杂质掺杂抛光同一晶向单晶硅的基础上, 实验进一步研究了不同晶向单晶硅对同一掺杂抛光液的划痕和粗糙度的影响。以 0.00020%, 0.00040% 和 0.00200% 三个浓度为研究对象, 在同一抛光条件下的最终表面形貌经过二

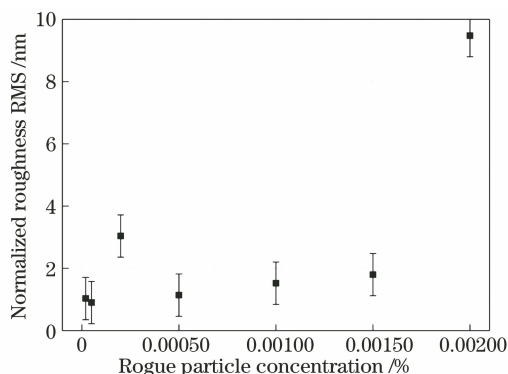


图 7 载荷归一化后梯度浓度抛光液抛光 Si(111) 在 50× 轮廓仪下 1 mm×1 mm 区域粗糙度 RMS 结果  
Fig. 7 RMS results of roughness of Si(111) polished by polishing slurry with gradient concentrations within 1 mm×1 mm region under 50× profilometer after load normalization

维 PSD 处理后的结果如图 8 和图 9 所示。可以看出, 不同晶向划痕数量有明显差异。图像处理后的划痕数密度结果如图 10 所示。可以发现, 在 0.00200% 浓度下, Si(110) 的划痕数密度为

93 line/mm<sup>2</sup>, 远小于 Si(111)[679 line/mm<sup>2</sup>], 表明 Si(110) 有更高的杂质粒子容忍度, 在单晶硅元件使用时选择 Si(110) 晶面, 不仅可以减少抛光迭代时间, 降低加工成本, 提高表面光洁度, 还可以抑制与

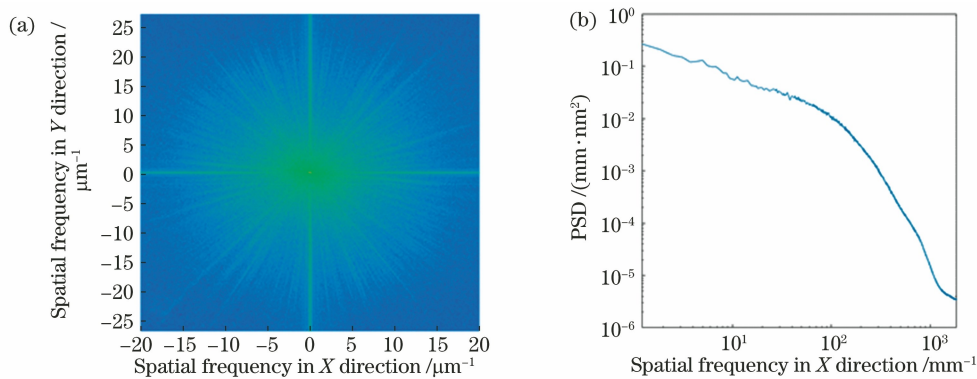


图 8 掺杂浓度为 0.00200 % 抛光液抛光 Si(111) 在 50× 轮廓仪下的 PSD 结果。(a) X-Y 方向二维 PSD 结果；  
(b) X 方向一维 PSD 结果

Fig. 8 PSD results of Si(111) polished by polishing slurry with doping concentration of 0.00200% under 50× profilometer.  
(a) Two-dimensional PSD result for X-Y direction; (b) one-dimensional PSD result for X direction

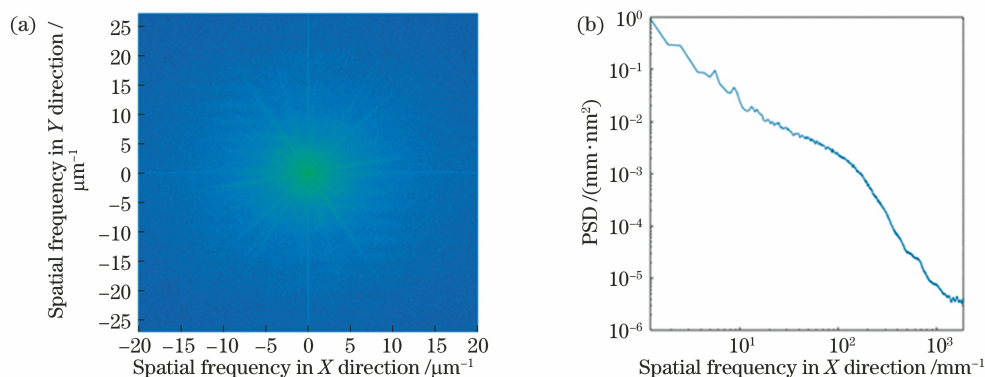


图 9 掺杂浓度为 0.00020 % 抛光液抛光 Si(111) 在 50× 轮廓仪下的 PSD 结果。(a) X-Y 方向二维 PSD 结果；  
(b) X 方向一维 PSD 结果

Fig. 9 PSD results of Si(111) polished by polishing slurry with doping concentration of 0.00020% under 50× profilometer.  
(a) Two-dimensional PSD result for X-Y direction; (b) one-dimensional PSD result for X direction

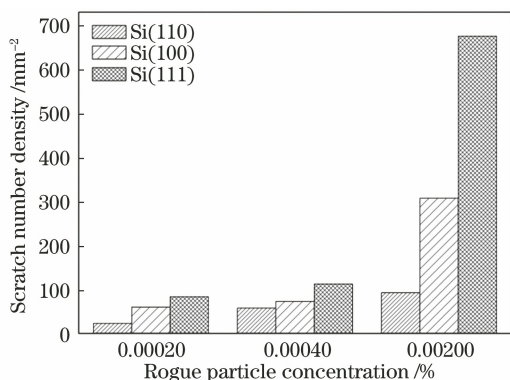


图 10 掺杂浓度为 0.00020%、0.00040% 和 0.00200% 的抛光液抛光 Si(111)、Si(110) 和 Si(100) 在 50× 轮廓仪下 1 mm×1 mm 区域划痕数密度结果

Fig. 10 Scratch number density results of Si(111), Si(110) and Si(100) within 1 mm×1 mm region polished by polishing slurry with doping concentrations of 0.00020%, 0.00040% and 0.00200% under 50× profilometer

划痕有关的缺陷,提高元件的使用寿命。

## 4 结 论

针对化学机械抛光单晶硅经常出现的划痕缺陷,采用金刚石微粉掺杂的方式定量研究划痕数密度、划痕深度、粗糙度与杂质粒子浓度和粒度分布的关系。研究发现,划痕对极低浓度金刚石杂质粒子容忍度低,划痕数量随金刚石微粉浓度增加迅速增大,其变化情况可以用四阶多项式进行描述。镜片表面粗糙度在低掺杂浓度范围内保持稳定,但粗糙度变化存在突跃点,粗糙度 RMS 在此处迅速增大,划痕体现为表面形貌周期性波动。此外,划痕深度和金刚石微粒粒径满足正态分布,进一步证明了抛光液磨粒聚集、前步加工或抛光环境中的大尺度微粒对工件表面质量有较大影响,故在抛光前和抛光过程中需要持续搅拌、及时更换抛光液、严格控制实验条件以保证粒度。研究还发现,不同晶向单晶硅

划痕表现不同, Si(110)对划痕具有更高的抵抗能力,因此在光学元件选择中可以考虑选择该晶向以降低加工成本,提高元件抗激光损伤阈值。

### 参 考 文 献

- [1] Mimura H, Morita S, Kimura T, et al. Focusing mirror for X-ray free-electron lasers[J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2008, 79(8): 083104.
- [2] Prajapati A R, Rajpurohit S R. Formation and applications of single crystal material [J]. *Indian Journal of Scientific Research*, 17(2): 53-59.
- [3] Zhao D W, Lu X C. Chemical mechanical polishing: theory and experiment [J]. *Friction*, 2013, 1(4): 306-326.
- [4] Chen X, Liu C L, Ke J Y, et al. Subsurface damage and phase transformation in laser-assisted nanometric cutting of single crystal silicon [J]. *Materials & Design*, 2020, 190: 108524.
- [5] Cheong W D, Zhang L C. Molecular dynamics simulation of phase transformations in silicon monocrystals due to nano-indentation [J]. *Nanotechnology*, 2000, 11(3): 173-180.
- [6] Serikawa T, Henmi M, Yamaguchi T, et al. Depositions and microstructures of Mg-Si thin film by ion beam sputtering [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2006, 200(14/15): 4233-4239.
- [7] Anandkumar R, Almeida A, Colaço R, et al. Microstructure and wear studies of laser clad Al-Si/SiC<sub>(sp)</sub> composite coatings [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2007, 201(24): 9497-9505.
- [8] Ferro A C, Derby B. Wetting behaviour in the Al-Si/SiC system: interface reactions and solubility effects [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, 43(8): 3061-3073.
- [9] Wang G L, Feng Z J, Zheng Q C, et al. Molecular dynamics simulation of nano-polishing of single crystal silicon on non-continuous surface [J]. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2020, 118: 105168.
- [10] Pratap A, Patra K. Evolution of chemo-mechanical effects during single grit diamond scratching of monocrystalline silicon in the presence of potassium hydroxide [J]. *Wear*, 2020, 452/453: 203292.
- [11] Wang J S, Fang F Z, Zhang X D. Nanometric cutting of silicon with an amorphous-crystalline layered structure: a molecular dynamics study [J]. *Nanoscale Research Letters*, 2017, 12(1): 1-10.
- [12] Dai H, Zhou Y, Li P, et al. Evolution of nano-cracks in single-crystal silicon during ultraprecision mechanical polishing [J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, 58: 627-636.
- [13] Liu M C, Jin P, Xu Z P, et al. Two-dimensional modeling of the self-limiting oxidation in silicon and tungsten nanowires [J]. *Theoretical and Applied Mechanics Letters*, 2016, 6(5): 195-199.
- [14] Kobayashi K F, Hogan L M. The crystal growth of silicon in Al-Si alloys [J]. *Journal of Materials Science*, 1985, 20(6): 1961-1975.
- [15] Suratwala T, Wong L, Miller P, et al. Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2006, 352(52/53/54): 5601-5617.
- [16] Suratwala T, Miller P, Feit M, et al. Scratch forensics [EB/OL]. (2008-09-12) [2021-06-04]. [https://www.optica-opn.org/home/articles/volume\\_19/issue\\_9/departments/optical\\_engineering/scratch\\_forensics/](https://www.optica-opn.org/home/articles/volume_19/issue_9/departments/optical_engineering/scratch_forensics/).
- [17] Wong L, Suratwala T, Feit M D, et al. The effect of HF/NH<sub>4</sub>F etching on the morphology of surface fractures on fused silica [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2009, 355(13): 797-810.
- [18] Pal R K, Garg H, Karar V. Material removal characteristics of full aperture optical polishing process [J]. *Machining Science and Technology*, 2017, 21(4): 493-525.
- [19] Wu L, Yu B J, Zhang P, et al. Rapid identification of ultrathin amorphous damage on monocrystalline silicon surface [J]. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2020, 22(23): 12987-12995.
- [20] Miller P E, Suratwala T I, Wong L L, et al. The distribution of subsurface damage in fused silica [J]. *Proceedings of SPIE*, 2005, 5991: 599101.
- [21] Pietsch G J, Chabal Y J, Higashi G S. The atomic-scale removal mechanism during chemo-mechanical polishing of Si(100) and Si(111) [J]. *Surface Science*, 1995, 331/332/333: 395-401.
- [22] Suratwala T, Steele R, Feit M D, et al. Effect of rogue particles on the sub-surface damage of fused silica during grinding/polishing [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2008, 354(18): 2023-2037.
- [23] Suratwala T, Steele R, Destino J, et al. Sapphire advanced mitigation process: wet etch to expose sub-surface damage and increase laser damage resistance and mechanical strength [J]. *Applied Optics*, 2020, 59(6): 1602-1610.
- [24] Suratwala T, Steele R, Shen N, et al. Lateral cracks during sliding indentation on various optical materials [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2020, 103(2): 1343-1357.
- [25] 孙鹏飞, 张连新, 李建, 等. 射流抛光中抛光液黏度对材料去除函数的影响 [J]. *光学学报*, 2018, 38



- (12): 1222003.  
Sun P F, Zhang L X, Li J, et al. Influence of polishing slurry viscosity on the material removal function for fluid jet polishing [J]. *Acta Optica Sinica*, 2018, 38(12): 1222003.
- [26] Zhang L, Zhao H W, Ma Z C, et al. A study on phase transformation of monocrystalline silicon due to ultra-precision polishing by molecular dynamics simulation[J]. *AIP Advances*, 2012, 2(4): 042116.
- [27] Domnich V, Gogotsi Y. Phase transformations in silicon under contact loading [J]. *Reviews on Advanced Materials Science*, 2002, 3(1): 1-36.
- [28] Shen N, Suratwala T, Steele W, et al. Nanoscratching of optical glass surfaces near the elastic-plastic load boundary to mimic the mechanics of polishing particles [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2016, 99(5): 1477-1484.
- [29] Suratwala T, Feit M, Steele W, et al. Microscopic removal function and the relationship between slurry particle size distribution and workpiece roughness during pad polishing [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2014, 97(1): 81-91.
- [30] Dylla-Spears R, Wong L, Miller P E, et al. Charged micelle halo mechanism for agglomeration reduction in metal oxide particle based polishing slurries [J]. *Colloids and Surfaces A*, 2014, 447: 32-43.
- [31] Lysko J M. Anisotropic etching of the silicon crystal-surface free energy model [J]. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2003, 6(4): 235-241.
- [32] Kang Y J, Kang B K, Park J G, et al. Effect of slurry pH on poly silicon CMP [C]//International Conference on Planarization/CMP Technology, October 25-27, 2007, Dresden, Germany. New York: VDE, 2007.
- [33] Suratwala T, Feit M D, Steele W A, et al. Influence of temperature and material deposit on material removal uniformity during optical pad polishing [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2014, 97(6): 1720-1727.
- [34] 刘伯勋, 焦翔, 谭小红, 等. 阴离子改性抛光剂对磷酸盐激光钎玻璃抛光的影响 [J]. *中国激光*, 2020, 47(10): 1003001.  
Liu B X, Jiao X, Tan X H, et al. Effect of anionic modified polishing agent on Nd-doped phosphate laser glass polishing [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2020, 47(10): 1003001.
- [35] Suratwala T, Steele W, Feit M, et al. Relationship between surface  $\mu$ -roughness and interface slurry particle spatial distribution during glass polishing [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2017, 100(7): 2790-2802.
- [36] Sivanandini M, Dhama S S, Pabla B S, et al. Effect of 3-mercaptopropyltrimethoxysilane on surface finish and material removal rate in chemical mechanical polishing [J]. *Procedia Materials Science*, 2014, 6: 528-537.
- [37] Penta N K, Tettey K E, van Hanehem M. Chemical mechanical polishing compositions and methods for suppressing the removal rate of amorphous silicon: US10626298 [P]. (2020-04-21) [2021-03-20]. <https://patents.google.com/patent/US10626298B1/en>.
- [38] Bruns S, Petho L, Minnert C, et al. Fracture toughness determination of fused silica by cube corner indentation cracking and pillar splitting [J]. *Materials & Design*, 2020, 186: 108311.
- [39] 蒋小为, 龙兴武, 谭中奇. 光学玻璃超精密抛光加工中材料去除机理研究综述 [J]. *中国激光*, 2021, 48(4): 0401014.  
Jiang X W, Long X W, Tan Z Q. A review of material removal mechanism in ultra-precision polishing of optical glass [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(4): 0401014.
- [40] Johnson K L. *Contact mechanics* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1985.
- [41] Lawn B, Wilshaw R. Indentation fracture: principles and applications [J]. *Journal of Materials Science*, 1975, 10(6): 1049-1081.
- [42] Lawn B R, Wilshaw T R, Rice J R. Fracture of brittle solids (Cambridge solid state science series) [J]. *Journal of Applied Mechanics*, 1977, 44(3): 517.
- [43] Suratwala T I, Steele W A, Feit M D, et al. Mechanisms & control of surface figure & roughness during pad polishing [C]//Optical Fabrication and Testing 2014, June 22-26, 2014, Kohala Coast, Hawaii. Washington, D.C.: OSA, 2014: OTu2B.
- [44] Creath K. Revisiting PSD analysis considerations [C]//Optical Fabrication and Testing 2017, July 9-13, 2017, Denver, Colorado, United States. Washington, D.C.: OSA, 2017: OW2B.3