



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101972754 B

(45) 授权公告日 2012. 09. 05

(21) 申请号 201010231937. 1

究. 《润滑与密封》. 2006, (第 3 期),

(22) 申请日 2010. 07. 21

审查员 杨庆国

(73) 专利权人 河北工业大学

地址 300130 天津市红桥区光荣道 8 号

(72) 发明人 刘玉岭 檀柏梅 孙鸣

(74) 专利代理机构 天津市三利专利商标代理有
限公司 12107

代理人 闫俊芬

(51) Int. Cl.

B08B 3/08 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 2002189639 A1, 2002. 12. 19,

US 6475072 B1, 2002. 11. 05,

CN 100467219 C, 2009. 03. 11,

CN 101302404 A, 2008. 11. 12,

CN 1858131 A, 2006. 11. 08,

舒行军. Ta-2W 合金的化学机械抛光实验研

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

铈酸锂晶片碱性 CMP 后的表面洁净方法

(57) 摘要

本发明涉及使用铈酸锂化学机械抛光液对铈酸锂晶体高精密加工抛光后表面清洁技术。采用水抛实现的表面洁净, 水抛液的主要化学成分包括活性剂、螯合剂、阻蚀剂和去离子水。当碱性抛光刚刚完成后, 马上用上述水抛液并采用大流量水抛的方法, 将残留的抛光液冲走, 同时迅速降低表面张力、形成单分子钝化膜、并可使金属离子形成可溶的螯合物, 从而达到洁净、完美的抛光表面。并且该水抛方法具有成本低、不污染环境及腐蚀设备的优点。

1. 一种铌酸锂晶片碱性 CMP 后表面清洁方法,其特征是,按照以下步骤进行:

(1)制备水抛液:取一定量的去离子水,边搅拌边加入活性剂、螯合剂和阻蚀剂,活性剂的加入量为 5-30g/L,螯合剂的加入量为 5-30g/L,阻蚀剂的加入量为 5-30g/L;

(2)铌酸锂晶片碱性 CMP 后使用上述水抛液采用 1000g/min-4000 g/min 的流量进行水抛清洁,水抛时间为 30-60s。

2. 根据权利要求 1 所述的铌酸锂晶片碱性 CMP 后表面清洁方法,其特征在于:所述步骤(1)的活性剂为天津晶岭微电子材料有限公司市售 FA/O 表面活性剂、 $O\pi-7$ ($(C_{10}H_{21}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_7-H$)、 $O\pi-10$ ($(C_{10}H_{21}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_{10}-H$)、 $O-20$ ($(C_{12-18}H_{25-37}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_{20}-H$) 或 JFC 的一种。

3. 根据权利要求 1 所述的铌酸锂晶片碱性 CMP 后表面清洁方法,其特征在于:所述步骤(1)螯合剂为天津晶岭微电子材料有限公司市售 FA/O 螯合剂。

4. 根据权利要求 1 所述的铌酸锂晶片碱性 CMP 后表面清洁方法,其特征在于:所述步骤(1)的阻蚀剂为是六次甲基四胺或苯丙三氮唑。

铌酸锂晶片碱性 CMP 后的表面洁净方法

技术领域

[0001] 本发明属于 CMP 后晶片表面的洁净技术,特别是涉及铌酸锂晶体碱性 CMP 后获得洁净表面的技术。

背景技术

[0002] 铌酸锂晶体是一种像单晶硅一样不可多得的人工晶体。由于其具有铁电、压电、热电、电光、声光和光折变效应等多种性质而被广泛用于制作各类声表面波、电光和非线性光学器件。近年来,随着稀土掺杂工程、畴工程和近化学计量比晶体生长与后加工技术的完善,有关 LiNbO_3 波导、 LiNbO_3 光电和光子学器件功能、性能的研究急剧增加,使其可能成为光通信、军事对抗、光学数据存储、光陀螺仪、光学遥感、激光技术等领域的关键元器件制作的硅材料。

[0003] 随光电子技术发展,铌酸锂晶体制作超精密元器件的需求与日俱增。这类元器件不仅需要极高的精度和极低的表面粗糙度,还要求无次表面损伤。由于铌酸锂晶体具有如下加工特点:硬度低(莫氏硬度为 5),加工过程中易产生角度很小的尖劈碎晶,产生砂道。同时易出划伤、塌边等缺陷。尤其是潜划伤不易发现,在后续使用过程中可能会影响器件性能、稳定性和可靠性,乃至造成较大损失;韧性高,加工速度慢;对温度具有敏感性,易产生微畴反转。

[0004] 因此, LiNbO_3 晶片的实际加工生产中往往容易出现加工效率和成品率低、加工质量难以控制等问题。目前,国内对铌酸锂晶体的抛光多采用价格较高的金刚石微粉做研磨剂,通过传统的加工方法实现精密加工,少数采用抛光液对其进行化学机械抛光(Chemical Mechanical Polishing, CMP),但效果不理想,前者光洁度只能达到 3 级,后者表面粗糙度达不到要求。

[0005] 因此,为满足铌酸锂晶体制作超精密元器件的需求,铌酸锂晶体化学机械抛光(Chemical-Mechanical Polishing,简称 CMP)技术及抛后处理技术成为急待解决的重要问题。作为表面处理技术之一的抛光后表面洁净技术尤其重要。目前铌酸锂晶片批量抛光生产后,晶片表面能量高、表面张力大、残留抛光液分布不均、沾污金属离子等现象,从而造成后续加工中成本的提高及器件成品率的降低。

发明内容

[0006] 本发明是为了解决公知铌酸锂晶片 CMP 后晶片表面能量高、表面张力大、残留抛光液分布不均、沾污金属离子等问题,而公开一种简便易行、无污染的铌酸锂晶片 CMP 后表面洁净方法。

[0007] 本发明铌酸锂晶片 CMP 后表面洁净方法实施步骤如下:

[0008] (1) 取一定量的去离子水,边搅拌边加入活性剂、螯合剂、阻蚀剂,活性剂的加入量为 5-30g/L,螯合剂的加入量为 5-30g/L,阻蚀剂的加入量为 5-30g/L;

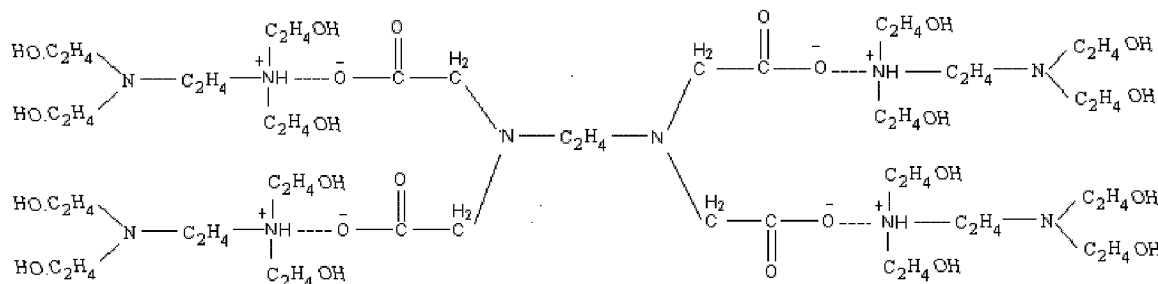
[0009] (2) 碱性 CMP 后使用上述水剂采用 1000g/min-4000g/min 的流量进行水抛清洁,水

抛时间为 30-60s, 获得洁净表面。

[0010] 所述的活性剂为天津晶岭微电子材料有限公司市售 FA/O 表面活性剂、 $O\pi-7((C_{10}H_{21}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_7-H)$ 、 $O\pi-10((C_{10}H_{21}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_{10}-H)$ 、 $O-20(C_{12-18}H_{25-37}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_{70}-H$)、聚氧乙烯仲烷基醇醚 (JFC) 的一种。

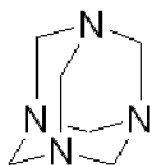
[0011] 所述的螯合剂为天津晶岭微电子材料有限公司市售 FA/O 螯合剂, 乙二胺四乙酸四 (四羟乙基乙二胺), 结构式如下:

[0012]



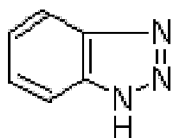
[0013] 所述的阻蚀剂为是六次甲基四胺或苯丙三氮唑, 其中六次甲基四胺 $C_6H_{12}N_4$, 结构式:

[0014]



[0015] 苯丙三氮唑 $C_6H_5N_3$, 结构式:

[0016]



[0017] 本发明中采用技术的作用为:

[0018] 铈酸锂晶体碱性抛光后晶片表面存在能量高、表面张力大、残留抛光液分布不均、沾污金属离子等问题。当碱性抛光刚刚完成后, 马上向水抛液中加入表面活性剂、螯合剂、阻蚀剂等, 并采用大流量水抛的方法, 可将残留的抛光液冲走, 同时可迅速降低表面张力、形成单分子钝化膜、并可使金属离子形成可溶的螯合物, 从而达到洁净、完美的抛光表面。

[0019] 本发明的有益效果和优点:

[0020] 1. CMP 后选用含表面活性剂、螯合剂、复合阻蚀剂等的水剂, 进行大流量水抛来清洁晶片表面, 对设备无腐蚀, 并可将残留于晶片表面分布不均的抛光液迅速冲走, 可获得洁净、完美的抛光表面。

[0021] 2. 选用表面活性剂可使抛光后晶片表面高的表面张力迅速降低, 减少损伤层, 提高晶片表面质量的均匀性;

[0022] 3. 选用的螯合剂可与对晶片表面残留的金属离子发生反应, 生成可溶性的大分子螯合物, 在大流量水剂携带作用下脱离晶片表面。

[0023] 4. 选用的阻蚀剂可在抛光后晶片表面形成单分子钝化膜, 阻止晶片表面不均匀分布的抛光液继续与基体反应, 提高抛光后晶片表面的完美性。

具体实施方式

[0024] 下面以实施例进一步说明本发明。

[0025] 实施例 1 :配制 2000g 铈酸锂晶体水溶性表面洁净液

[0026] 取去离子水 1800g,边搅拌边放入 FA/O 表面活性剂 50g, FA/O 螯合剂 40g,然后称 10g 六次甲基四胺阻蚀剂用 100g 去离子水稀释后边搅拌边倒入上述液体。搅拌均匀后得 2000g 硅水溶性表面洁净液,采用 2000g/min 的流量进行水抛 60s,表面光洁无蚀图。

[0027] 实施例 2 :配制 4000g 铈酸锂晶体水溶性表面洁净液

[0028] 取去离子水 3700g,边搅拌边放入 $O\pi-7((C_{10}H_{21}-C_6H_4-O-CH_2CH_2O)_7-H)$ 表面活性剂 70g,FA/O 螯合剂 60g,然后称 70g 苯丙三氮唑阻蚀剂用 100g 去离子水稀释后边搅拌边倒入上述液体。搅拌均匀后得 4000g 硅水溶性表面洁净液,采用 4000g/min 的流量进行水抛后,表面光洁无蚀图。