

文章编号:1673-2812(2015)03-0438-04

精细雾化抛光 TFT-LCD 玻璃基板的抛光液研制

莫益栋,李庆忠

(江南大学机械工程学院,江苏 无锡 214122)

【摘要】 以混合磨料氧化铈和氧化硅、pH 调节剂羟乙基乙二胺、表面活性剂聚乙烯吡咯烷酮为原料配制抛光液,通过对 TFT-LCD 玻璃基板进行超声波精细雾化化学机械抛光的正交试验研究,优化了抛光液的成分,并对传统抛光和雾化抛光进行了对比。结果表明:当氧化铈和氧化硅的质量分数分别为 4% 和 10%、pH 值为 11、表面活性剂的质量分数为 1.5% 时,材料去除率 MRR 为 215nm/min,表面粗糙度 Ra 为 1.6nm。在相同的试验条件下,传统抛光的去除率和表面粗糙度分别为 304nm/min 和 1.5nm;虽然雾化抛光去除率略低于传统抛光,但抛光液用量仅为传统的 1/8。

【关键词】 化学机械抛光;玻璃基板;精细雾化;抛光液;正交试验

中图分类号:TQ171.68

文献标识码:A

Performance of TFT-LCD Glass Substrate Polishing Slurry in Ultrasound Fine Atomization CMP

MO Yi-dong, LI Qing-zhong

(College of Mechanical Engineering, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

【Abstract】 A kind of chemical and mechanical polishing (CMP) slurry was prepared using cerium oxide and silicon oxide as mixed abrasive, hydroxyethylenediamine as pH value regulator, and polyvinylpyrrolidone as surfactant. Through the orthogonal experiment of the ultrasonic atomizing polishing on the TFT-LCD glass substrate with the slurry, the ingredient of slurry was optimized. Then the polishing effects were compared between the traditional polishing and the ultrasonic atomization polishing. The results showed that the material removal rate (MRR) was 215 nm/min and the surface roughness (Ra) of glass substrate was 1.6 nm using the best parameter combination. The best parameter combination is as the following: the mass fraction of CeO₂ was 4%, the mass fraction of SiO₂ was 10%, pH was 11 and the mass fraction of surfactant was 1.5%. Under the same test conditions, the MRR and the Ra of traditional polishing were 304 nm/min and 1.5nm. Although the material removal rate of the atomization CMP is lower than that of the traditional polishing, the consumed quantity of the slurry is only 1/8 as much as with the traditional polishing.

【Key words】 CMP; glass substrate; fine atomized; slurry; orthogonal experiment

1 引言

平板液晶显示技术是 21 世纪发展最迅猛的高技术领域之一,其中薄膜晶体管液晶显示器(TFT-LCD)

的性能优良,大规模生产特性好,自动化程度高,原材料成本低廉,发展空间广阔,广泛应用于数显手表、手机、数码相机、车载导航仪、电视、笔记本电脑等的制造中^[1]。玻璃基板只占 TFT-LCD 原材料成本比重的 6% 左右,但却是最重要的元件,对显示器的性能影响

收稿日期:2014-06-23;修订日期:2014-10-27

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51175228)

作者简介:莫益栋(1989-),男,硕士研究生。研究方向:化学机械抛光。

通讯作者:李庆忠(1965-),男,教授,硕士生导师。E-mail: qingzhongli@163.com。

十分巨大,显示器的分辨率、透光率、重量及视角等关键指标都与玻璃基板密切相关^[2-3]。

TFT-LCD 玻璃基板的表面质量和加工精度要求较高,热稳定性、耐化学腐蚀性好,表面和内部缺陷少,且具有适宜的热膨胀系数,轻质高强度等特性^[4],这给表面的超精密加工提出了严峻的挑战,国内外关于 TFT-LCD 玻璃基板超精密加工的文献报道较少。化学机械抛光(chemical mechanical polishing, CMP)是利用由微小磨粒和化学溶液混合而成的浆料与工件表面发生系列化学反应来改变工件表面的化学键,生成容易去除的薄膜,再通过磨粒和高分子抛光垫的机械作用,从工件表面去除极薄的一层材料,从而获得高精度无损伤光滑表面。化学机械抛光是目前公认的可有效兼顾局部和全部平坦化的技术^[5],但也存在一些问题:(1)抛光液的成本较高,消耗较大,而抛光液的利用率较低,造成资源的浪费;(2)抛光液需进行回收处理,未经处理大量排放到自然界便会造成环境污染。鉴于以上传统 CMP 技术存在的问题,本文改进传统 CMP 的施液方式,提出了精细雾化 CMP 工艺方法,通过正交试验得到抛光液最优配方,并与传统 CMP 进行了比较。

2 实验

2.1 实验材料及制备

实验选用 20mm × 20mm,厚度为 0.7mm 的 TFT-LCD 玻璃基板作为待抛光材料,抛光液由磨料(粒径为 50nm 的氧化铈和粒径为 15~20nm 的 SiO₂ 溶胶)、pH 调节剂(羟乙基乙二胺)和表面活性剂(聚乙烯吡咯烷酮)等组分配置而成,即以一定的次序向氧化铈中加入去离子水、硅溶胶、pH 调节剂和表面活性剂,搅拌至无沉淀,再超声分散 30min,得到分散性和稳定性较好的抛光液。实验使用 UNIPOL-1502 型抛光实验机和聚氨酯抛光垫,抛光压力为 8psi,抛光盘转速 55r/min,抛光时间 5min,超声精细雾化 CMP 的抛光雾流量为 8.3mL/min,与其作对比的传统 CMP 的抛光液流量为 70mL/min。

2.2 实验方法

本实验采用超声精细雾化 CMP 对 TFT-LCD 玻璃基板进行超精密加工,其工作原理如图 1 所示,在箱体内部与转轴之间和抛光盘与箱体内部的上端之间进行密封,并在工作台周围安装有机玻璃罩,抛光时,空压机运转,将部分空气从出气孔抽出,使玻璃罩内气压低于外部大气压,超声波雾化器将抛光液雾化成为索太尔直径为 5~15μm 的均匀微米级液粒,雾化粒子在负

压作用下进入抛光界面,并强吸附在抛光垫上。抛光雾液中的化学物质与玻璃表面发生化学反应,生成容易去除的低剪切强度产物,并通过雾液中磨粒的机械磨削作用将反应物去除,在化学反应和机械磨削的交替作用下,形成超光滑精密表面。由于抛光液被雾化成为微米级液粒,被雾化的液粒扩散性和吸附性极高,因此雾化液粒与玻璃表面发生反应的速率较高,抛光后的表面质量也较好,而消耗的抛光液比使用传统抛光方法的少。未参与反应的抛光雾液在空压机作用下被吸入回收过滤装置,保证了整个实验过程抛光雾液不扩散到空气中。

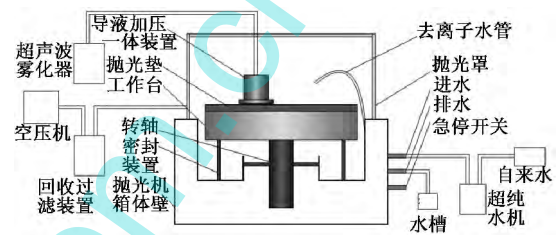


图 1 超声精细雾化 CMP 的工作原理图

Fig. 1 Principle diagram of the ultrasound fine atomization CMP

2.3 抛光液性能评价指标

在抛光前后,用精密电子天平(XS205DU 型,精度为 0.01mg)对玻璃进行称重,通过式(1)计算材料去除率。

$$MRR = \frac{(M_0 - M_1) \times 10^7}{\rho \times S_1 \times t} \quad (1)$$

式中, MRR 为材料去除率(nm/min), M_0 和 M_1 分别为抛光前、后玻璃的质量(g), ρ 为玻璃基板的密度(g/cm^3), S_1 为玻璃表面的面积(cm^2), t 为抛光时间(min)。

通过扫描探针显微镜(CSPM 5000 型)观察玻璃的表面形貌,并测量其表面粗糙度,测试时的扫描区域为 $10\mu m \times 10\mu m$ 。

3 结果与讨论

3.1 玻璃雾化抛光实验及配方优化

TFT-LCD 玻璃基板的雾化抛光受很多因素及其相互作用的影响,若将这些因素的每一种水平组合进行试验,则需要大量的时间和成本。为了以较少的实验次数,高效、经济、准确地分析各因素对抛光效果的影响程度,从而得到抛光液的最优配方,本实验采用正交试验设计的方法,从试验因素的全部水平组合中选出最具代表性的水平组合进行试验,并分析这部分试验结果以找到最优的水平组合。

抛光液一般由磨料、pH 调节剂、氧化剂、表面活性剂、去离子水等组成,对于 TFT-LCD 玻璃基板的抛光,因为玻璃基板的主要成分为 SiO₂,硅元素处于最高价四价,化学性质稳定,不能采用氧化还原反应,因此本实验选择的基板抛光液的成分为:磨料、pH 调节剂、表面活性剂、去离子水。目前光学玻璃抛光中多采用 CeO₂ 磨料,但根据前期的抛光实验结果发现只使用 CeO₂ 磨料时,会出现表面划伤的问题。虽然 SiO₂ 溶胶抛光液的去除速率比 CeO₂ 抛光液小,但其稳定性好、硬度小、分散度小而且成本低,因而可以得到较高的表面质量。本课题采用 SiO₂/CeO₂ 混合磨料,通过合理规划 SiO₂ 和 CeO₂ 的配比,可以在保持较高的抛光速率下达到较为理想的表面质量。其他影响材料去除率和抛光后表面粗糙度的因素还有 pH 调节剂、表面活性剂,因此本课题以上述四个参数作为研究因素进行正交试验。pH 调节剂和表面活性剂通过单因素试验在候选物质中确定为羟乙基乙二胺和聚乙烯吡咯烷酮,各因素的范围通过预备实验确定,为简化试验,在各因素的范围取三个水平,因此本次正交试验选用的是四因素三水平(L₉(3⁴))正交表,因素水平表如表 1 所示。表中:ω₁ 为氧化铈的质量分数;ω₂ 为氧化硅的质量分数;ω₃ 为表面活性剂的质量分数。

表 1 抛光液各组分水平

Table 1 Levels of the components in the slurry

Level	Factor			
	ω ₁ /%	ω ₂ /%	pH	ω ₃ /%
	A	B	C	D
1	2	5	10	0.5
2	4	10	11	1.0
3	6	15	12	1.5

3.2 试验结果分析

按照正交试验表进行雾化抛光试验,以材料去除率和表面粗糙度为评价指标,实验结果如表 2 所示。由表 2 可知,第四组试验的材料去除率和粗糙度改善值最高,其次为第 9 组试验;四个因素对材料去除率的影响由大到小依次为氧化铈、pH 调节剂、氧化硅、表面活性剂,由此可得到针对材料去除率的最优组合为 A2B3C2D3;四个因素对粗糙度的影响由大到小依次为氧化铈、pH 调节剂、氧化硅、表面活性剂,由此可得到针对表面粗糙度的最优组合为 A2B2C2D3。按照上述两种配方配制抛光液并进行雾化抛光实验,对比两者的材料去除率和抛光后玻璃的表面粗糙度,试验结果如表 3 所示。

从表 3 可知两种组合的材料去除率相差不大,但组合 A2B2C2D3 抛光后玻璃的粗糙度要好于前者,故

表 2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal experiment

No.	ω ₁ /%	ω ₂ /%	pH	ω ₃ /%	MRR /(nm·min ⁻¹)	Improvement of the roughness /nm		
	A	B	C	D				
1	2	5	10	0.5	145.3	3.58		
2	2	10	11	1.0	171.7	3.78		
3	2	15	12	1.5	167.0	3.68		
4	4	5	11	1.5	202.3	3.88		
5	4	10	12	0.5	191.0	3.83		
6	4	15	10	1.0	186.7	3.76		
7	6	5	12	1.0	183.3	3.69		
8	6	10	10	1.5	173.3	3.76		
9	6	15	11	0.5	195.7	3.84		
Range analysis of MRR					Range analysis of improvement of the roughness			
k ₁	161.3	177.0	168.4	177.3	3.68	3.72	3.70	3.75
k ₂	193.3	178.7	189.9	180.6	3.82	3.79	3.83	3.74
k ₃	184.1	183.1	180.4	180.9	3.76	3.76	3.73	3.77
R _j	32	6.1	21.5	3.6	0.14	0.07	0.13	0.03

表 3 最优组合试验结果

Table 3 Results of the experiment optimal combination

Item	MRR/(nm·min ⁻¹)	Roughness
A2B2C2D3	215	1.6
A2B3C2D3	217	1.9

抛光液的最优配方为 A2B2C2D3,即氧化铈浓度为 4%,氧化硅浓度为 10%,pH 值为 11,表面活性剂的浓度为 1.5%。图 2 为玻璃基板抛光前后的表面形貌。

使用最优配方配置的抛光液进行传统 CMP 试验,抛光参数除抛光液流量外和雾化 CMP 相同,将抛光的结果与精细雾化 CMP 进行对比,得到表 4。从表 4 中可知,雾化 CMP 的 MRR(215nm/min)比传统 CMP 略低,两者抛光后的表面粗糙度相近,但雾化 CMP 的抛光液流量只有 8.3ml/min,是传统 CMP 的八分之一,表明精细雾化抛光既能节省大量抛光液,又能达到较好的抛光效果。

4 结 论

TFT-LCD 玻璃基板抛光时,四个因素对材料去除率的影响程度由大到小的顺序为氧化铈、pH 调节剂、氧化硅和表面活性剂,对表面粗糙度的影响程度由大到小的顺序为 pH 调节剂、氧化铈、氧化硅和表面活性剂;最优抛光液配方为氧化铈浓度 4%,氧化硅浓度

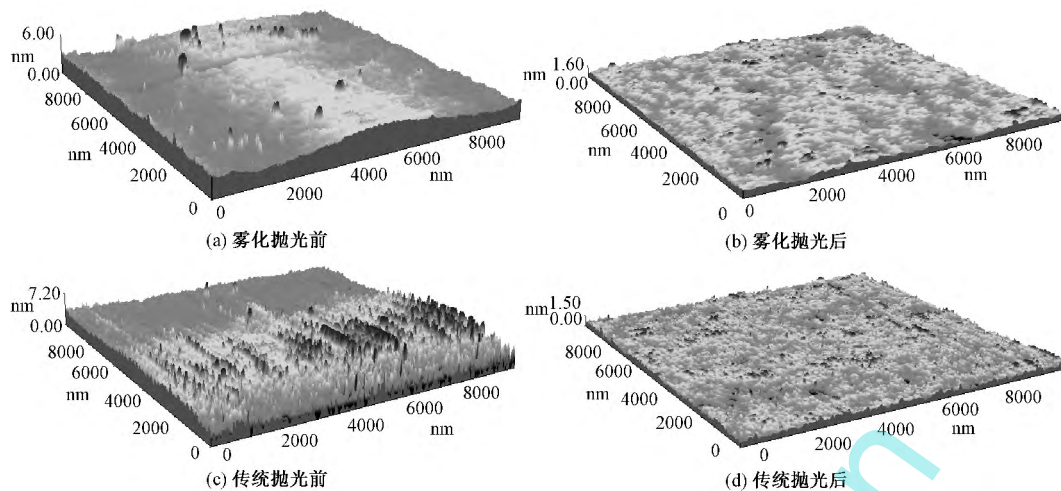


图 2 最优配方抛光液雾化 CMP 和传统 CMP 前后的表面形貌比较

Fig. 2 Surface morphology of glass substrate before and after the ultrasound fine atomization CMP and the conventional CMP with the optimal slurry

10%, pH 值为 11, 表面活性剂浓度为 1.5%, 雾化抛光后的材料去除率为 215nm/min, 表面粗糙度为 1.6nm。虽然材料去除率略低于传统 CMP, 表面粗糙度相近, 但雾化 CMP 的抛光液用量为传统 CMP 的 1/8, 故该适用于雾化抛光的抛光液具有良好的抛光效果。

参 考 文 献

- [1] 扈海燕, 杨泳欣. LCD 和 TFT-LCD 用玻璃基片[J]. 玻璃, 2003, 5: 20~21.
- [2] 刘海燕. TFT-LCD 用玻璃基板的性能及检测[J]. 玻璃, 2009, 1: 22~24.
- [3] 李超. TFT-LCD 用玻璃基板发展现状及趋势[J]. 玻璃, 2006, 33(1): 15~17.
- [4] 田英良, 张磊, 戴琳, 程金树. TFT-LCD 基板玻璃化学组成的发展状况与展望[J]. 硅酸盐通报, 2010, 6: 1348~1352+1362.
- [5] 郭东明, 康仁科, 苏建修, 金洙吉. 超大规模集成电路制造中硅片平坦化技术的未来发展[J]. 机械工程学报, 2003, 10: 100~105.
- [6] 孙玉利, 左敦稳, 王宏宇, 朱永伟, 李军. 表面活性剂对纳米 CeO₂ 在水介质中分散性能的影响[J]. 南京航空航天大学学报, 2011, 1: 71~74.
- [7] 胡志孟, 雒建斌, 李同生. 纳米金刚石计算机磁头抛光液的研制及应用[J]. 材料科学与工程学报, 2004, 3: 323~327.
- [8] WANG L Y, ZHANG K L, SONG Z T, et al. Ceria concentration effect on chemical mechanical polishing of optical glass [J]. Applied Surface Science, 2007, 253: 4951~4954.
- [9] ZHANG Z F, LIU W L, SONG Z T. Effect of abrasive particle concentration on preliminary chemical mechanical polishing of glass substrate [J]. Microelectronic Engineering, 2010, 87: 2168~2172.
- [10] MALIK F, HASAN M. Manufacturability of the CMP process [J]. Thin Solid Films, 1995, 270: 612~615.
- [11] Robert Sabia, Harrie J Stevens, James R Varner. Pitting of a glass-ceramic during polishing with cerium oxide [J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 1999, 249: 123.
- [12] Ekkard Brinksmeier, Oltmann Riemer, et al. Finishing of structured surfaces by abrasive polishing [J]. Precision Engineering, 2006, 30: 325.
- [13] Tetsuya H, Yasushi K, Yuuki T, et al. Mechanism of polishing of SiO₂ films by CeO₂ particles [J]. Journal of Non-crystalline Solids, 2001, 283: 129~134.
- [14] Evans C J, Paul E, Dornfeld D. Material removal mechanisms in lapping and polishing [J]. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 2003, (2): 611~633.
- [15] SINHOFF V. Generative precision grinding of optical glass [J]. Annals of the CIRP, 1998, 47: 253~258.

(上接第 437 页)

- for controlled, localized drug delivery [J]. Advanced Drug Delivery Reviews, 2010, 62(1): 83~99.
- [10] Badylak S F, Freytes D O, Gilbert T W. Extracellular matrix as a biological scaffold material: structure and function [J]. Acta Biomaterialia, 2009, 5(1): 1~13.
- [11] 卓仁禧, 张先正. 温度及 pH 敏感聚(丙烯酸)/聚(N-异丙基丙烯酰胺)互穿聚合物网络水凝胶的合成及性能研究 [J]. 高分子学报, 1998, (1): 40~43.
- [12] 钟世安, 邓翠萍, 郑文姬, 马承银. AMPS 对环氧树脂改性的研究 [J]. 材料科学与工程学报, 2007, 25(1): 125~128.
- [13] 崔莉, 贾军芳, 朱平, 等. 羧甲基壳聚糖/海藻酸钠半互穿网络水凝胶的制备及性能研究 [J]. 高分子学报, 2014, (3): 361~368.