

文章编号 1004-924X(2015)09-2513-09

剪切增稠抛光磨料液的制备及其抛光特性

李 敏¹, 袁巨龙^{1,2}, 吕冰海^{2*}

(1. 湖南大学 国家高效磨削工程技术研究中心, 湖南 长沙 410082;

2. 浙江工业大学 特种装备制造与先进加工技术教育部重点实验室, 浙江 杭州 310014)

摘要: 为了实现对工件的剪切增稠抛光(STP), 采用机械混合与超声波分散法制备了一种 Al_2O_3 基 STP 磨料液, 并研究了它们的抛光特性。利用应力控制流变仪考察其流变性能, 通过扫描电镜和光学轮廓仪研究了单晶硅加工后表面显微组织的变化, 并测量其表面粗糙度。结果表明: STP 磨料液具有剪切变稀和可逆的剪切增稠特性, 达到临界剪切速率后, 会形成 Al_2O_3 “粒子簇”; 当剪切速率增大至 1000 s^{-1} , 储能模量, 耗能模量和耗散因子都增至最大值, 此时主要表现为类似固体的弹性行为, 有利于形成类似“柔性固着磨具”。在 STP 加工单晶硅过程中, 采用塑性去除的材料去除方式。随着抛光时间的延长, 硅片去除速率先增大后减小; 表面粗糙度不断减小并趋于稳定。实验显示, 磨粒浓度不宜过高, 否则会因剪切增稠效应造成黏度过大, 导致流动性差而影响抛光质量。当 Al_2O_3 质量分数为 23% 时, 抛光 25 min 后, 硅片表面粗糙度 R_a 由 422.62 nm 降至 2.46 nm, 去除速率达 $0.88 \mu\text{m}/\text{min}$, 表明其能实现单晶硅片的高效精密抛光。

关键词: 剪切增稠抛光(STP); 剪切增稠; Al_2O_3 ; STP 磨料液; 单晶硅

中图分类号: TN305 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20152309.2513

Preparation of shear thickening polishing abrasive slurries and their polishing properties

LI Min¹, YUAN Ju-long^{1,2}, LÜ Bing-hai^{2*}

(1. National Engineering Research Center for High Efficiency Grinding,
Hunan University, Changsha 410082, China;

2. Key Laboratory of Special Purpose Equipment and
Advanced Processing Technology of the Ministry of Education,
Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China)

* Corresponding author, E-mail: icewater7812@126.com

Abstract: To realize Shear Thickening Polishing (STP) for workpieces, a kind of Al_2O_3 -STP slurries were prepared by mechanical mixing and ultrasonic dispersion methods and their polishing properties were investigated. The rheological properties of dispersion of STP slurries were studied by using a stress controlled rheometer. The morphologies of a Si wafer before and after STPs were also researched by a Scanning Electron Microscopy (SEM) and an optical profilometer, and their surface roughnesses were measured. Experimental results indicate that the STP slurry system has shear

收稿日期: 2015-02-03; 修订日期: 2015-03-12.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 51175166, No. 51175468); 海外及港澳学者合作研究基金资助项目 (No. 51228501); 浙江省自然科学基金重点资助项目 (No. LZ12E05001); 浙江省科技计划资助项目 (No. 2013C31014)

thinning and reversible shear thickening behaviors. The Al_2O_3 “cluster” would be formed as the critical shear rate is reached. When the shear rate increases to 1000 s^{-1} , the storage modulus, loss modulus and the dissipation factor are increased to a maximum value, respectively. At this time, the slurry shows the main properties of the elastic behavior like solid, which are conducive to the formation of “flexible fixed abrasive tool”. In STP process, the material of Si wafer is removed by ductile mode. As extension of polishing time, the material removal rate increases quickly, but grows at a slow rate in the later period. The surface roughness decreases and tends to a stable during the STP process. Moreover, it suggests that the abrasive concentration should not be too high, otherwise polishing quality would be affected. When the mass fraction of Al_2O_3 is 23%, the surface roughness R_a reduces from 422.62 nm to 2.46 nm and removal rate is up to $0.88 \mu\text{m}/\text{min}$ after polishing by 25 min, which indicate that it achieves high efficiency precision polishing of Si wafers.

Key words: Shear Thickening Polishing (STP); shear thickening; Al_2O_3 ; STP slurry; Si wafer

1 引言

近年来,随着科学技术的快速发展,出现了如单晶硅、蓝宝石、特种光学玻璃、钽酸锂及各种功能性陶瓷等硬脆或软脆性难加工材料^[1-3]。由于传统的单点金刚石超精密切削技术等难以满足此类材料的加工需求,人们不得不求助于游离磨料光学抛光技术。抛光是降低工件表面粗糙度、去除损伤层,获得高精度和表面完整性加工手段^[1]。目前一些先进的超精密抛光技术,如磁流变抛光(Magnetorheological Finishing, MRF)、电流变抛光(Electrorheological Fluid-assisted Polishing, EFP)、磁悬浮抛光(Magnetic Float Polishing, MFP)、弹性发射加工(Elastic Emission Machining, EEM)、化学机械抛光(Chemical Mechanical Polishing, CMP)等已成为获得超精密光滑表面的重要加工方法^[4-6]。此外,应力盘抛光(Stressed-lap Polishing, SLP)还可抛光大尺寸天文望远镜用光学元件。这些方法中, MRF 作为基于计算机控制光学表面成型技术的柔性抛光方法,已经被成功应用于曲面抛光,但其关键性的磁流变液(MR 液)制作成本较为昂贵; EEM 可获得超光滑无损表面,但材料去除量仅为原子级单位,由于加工效率低使应用受到限制; CMP 由于可实现工件表面纳米级微小单位的去除而应用广泛,但其化学抛光液会对环境产生一定影响; SLP 可优先去除表面最高点,能很好

地控制中、高频误差,但主要用于超大型空间非球面镜的加工且成本较高,限制了其应用范围^[1]。因此,人们不断探索高效、高质量、低成本的新型抛光方法,如基于非牛顿流体剪切增稠效应的剪切增稠抛光(Shear Thickening Polishing, STP)等融入环保理念的加工技术^[7],以满足日益增长的超精密工件需求量和不断提高的零件性能要求。

STP 技术利用具有剪切增稠效应的非牛顿流体抛光液进行加工。这种非牛顿流体又称为剪切增稠液体(Shear Thickening Fluid, STF),在常态下以液态形式存在,受到冲击后变成坚硬的固体,冲击消失后又恢复液体状态^[8]。这种特性使其在液体防弹衣 Kevlar(凯芙拉)、体育器材人体防护和阻尼缓冲器等领域应用时具有较大优势^[9],但是利用具备 STF 特性的 STP 磨料液进行工件材料的精密抛光还是一个新的研究方向。由于在 STP 加工中磨料液的自身性能会直接影响工件抛光的表面质量和加工效率,因而 STP 磨料液的制备成为 STP 技术的关键因素之一。本文以 Al_2O_3 、含有剪切增稠相颗粒的 STF 基液、去离子水等原料,制备了 STP 用磨料液,利用流变仪考察其流变特性,并对单晶硅进行 STP 加工来研究其抛光特性,为 STP 技术的应用提供研究基础。

2 剪切增稠抛光技术基本原理

STP 技术的基本原理^[7]如图 1 所示,非牛顿剪切增稠磨料液与工件相对运动,在工件表面形

成一定的压力区域,接触部的磨料液受剪切力 F_{shear} 作用而产生剪切增稠效应的“粒子簇”,将磨粒把持并包裹其中,进而形成剪切增稠层;在流体压力 F_D 作用下,剪切增稠效应逐渐增强,增大固相粒子对磨粒的把持作用,形成一种类似“柔性固着模具”而达到抛光目的($F_{\text{shear}} > F_R$,磨料在材料达到屈服点时所受阻力为 F_R)。随着抛光液继续运动,剪切增稠效应减弱,“粒子簇”效应变弱直至消失($F_{\text{shear}} < F_R$),材料去除作用减弱,STP 磨料液恢复初始流动状态。STP 磨料液的流动性使其与所加工表面形成较大接触面积,具有较好的面型适应能力,并能达到材料去除力学要求,此外,能随着抛光液循环流动被自动清除抛光时加工碎屑,且抛光液无污染、具有环境友好性,因而 STP 可用于各类面型的精密抛光。

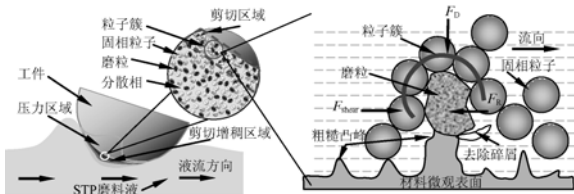


图 1 剪切增稠抛光加工原理图^[7]

Fig.1 Schematic illustration of STP^[7]

3 实验

3.1 Al₂O₃ 基 STP 磨料液的制备与流变性能测试

以 Al₂O₃ (密度为 $3.6 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$)、含有剪切增稠相(平均粒径约 $11 \mu\text{m}$)的 STF 基液为原料,以一定的质量配比在 TM-2 型混料机中混合 24 h 后,加入一定量的去离子水,并添加适量分散剂,经超声波分散 0.5 h 以上,制备出 Al₂O₃ 基 STP 磨料液。表 1 所示为磨料液中起磨削作用的 Al₂O₃ 质量配比及其粒径(No. $S_1 \sim S_8$),并采用 Zeiss Sigma 扫描电子显微镜(SEM)观察颗粒形貌。在 25℃ 恒温下,在 AR-G2 型应力控制流变仪上测量抛光液的流变性能。流变数据的测量重复 3 次取均值以修正测量误差、保证温度误差为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。利用高速摄像机拍摄静态或动态抛光液照片。此外,为了与 STP 磨料液进行对比加工试验,以普通去离子水(DI water)为基液、以

Al₂O₃ (质量分数为 23%, $15 \mu\text{m}$) 和 Al₂O₃ (质量分数为 23%, $3.75 \mu\text{m}$) 为磨料分别配制成抛光液对照组 C₁ 和 C₂。

表 1 STP 磨料液中 Al₂O₃ 的质量配比

Tab.1 Al₂O₃ mass fraction (ω) of STP abrasive slurry

STP 液(No.)	Al ₂ O ₃ (质量分数)/%	Al ₂ O ₃ 平均粒径/ μm
S ₁	10	15
S ₂	17	15
S ₃	23	15
S ₄	27	15
S ₅	35	15
S ₆	23	7.5
S ₇	23	5
S ₈	23	3.75

3.2 抛光试验与检测

在 Nano-poli100 型精密抛光机上搭建剪切增稠抛光加工试验平台,如图 2 所示。初始待加工单晶硅片为浙江智邦精工科技有限公司生产,由线切割成一定尺寸,经研磨达一定精度与表面质量后,再经腐蚀工艺形成。将 $5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ Si 片(厚度约 0.5 mm)固定在直径为 12 mm、 $L' = 30 \text{ mm}$ 的柱状夹具底部(底部经磨床加工出微小角度 $< 2^\circ$ 的斜面)。

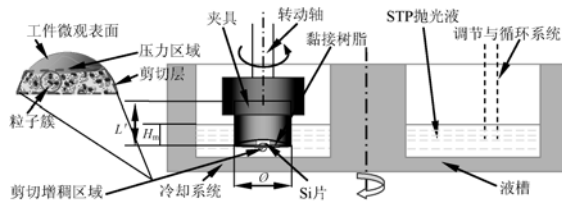


图 2 剪切增稠抛光试验平台

Fig.2 Experimental device for STP

在表 2 所示抛光工艺条件下,取一定量抛光液进行 STP 加工试验。用 Zeiss Sigma SEM 观察工件抛光前后的表面形貌。利用 CMT-1100 激光精密快速厚度检测仪分析材料去除速率(取 3 次测量平均值)。应用 Mahr MarSuf WS1 表面测量仪、Wyko NT9800 Veeco 光学轮廓仪测量表面粗糙度和形貌。

表 2 抛光工艺参数

Tab. 2 Parameters of polishing process

工件 (材料)	抛光液 (No.)	转速 ω /($r \cdot \min^{-1}$)	流速 v /($m \cdot s^{-1}$)	时间 /min	温度 /°C
硅片	S ₁ ~S ₈ C ₁ ~C ₂	10~500	0.15~3	5~25	25

4 测量结果与讨论

4.1 Al₂O₃ 基 STP 磨料液组成结构及流变性能

STP 磨料液 (S₃) 中起磨削作用的 Al₂O₃ 磨料和剪切增稠相颗粒的 SEM 形貌及高速摄像如图 3 所示。图 3(a) 所示为 Al₂O₃ 磨粒经 Horiba LA-950 激光粒度仪分析得到的结果, 其平均粒径约为 15 μm , 具有锋利的切削刃, 有利于加工过程中对工件表面材料的去除。图 3(b) 所示剪切增稠相粒子呈近球形, 具有一定的分散性, 粒径分布较窄, 平均粒径约 11 μm 。图 3(c) 和 3(d) 分别为 STP 磨料液的静态及受扰动时高速摄像, 当 STP 磨料液静态时颗粒分布密度较均匀, 但在外在扰动下受剪切应力时, 其中所含粒子会呈现团聚现象, 极易产生“粒子簇”, 这种特性对剪切增稠抛光方法中的材料去除至关重要。

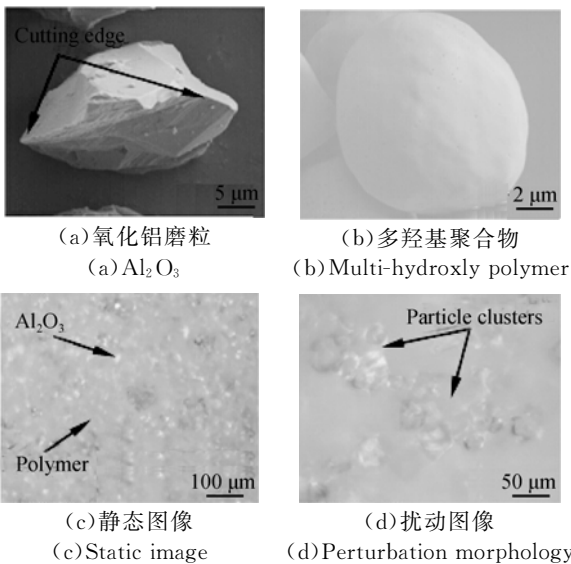


图 3 Al₂O₃、剪切增稠相的 SEM 形貌及 STP 液高速摄像图

Fig. 3 SEM morphology of Al₂O₃ and ST phase, and high-speed photographic images of STP abrasive slurry

图 4 所示为抛光液 (S₁~S₅、C₁) 的黏度-剪切速率曲线。从图 4 可看出, S₃ 的初始黏度为 2.065 4 Pa·s (A 点), 其随所受剪切速率 ($\dot{\gamma}$) 增大达到 1 s⁻¹ (B 点), AB 段时黏度 (η) 下降不明显, $\dot{\gamma}$ 继续增大至大于 4 s⁻¹ 后, η 明显下降, 降至最小值 0.2687 Pa·s (C 点), 黏度变化的转折点 C 点所对应的剪切速率称为临界剪切速率, AC 段呈现出剪切变稀的性质。此后, η 随 $\dot{\gamma}$ 增大而急剧增大, 表现出剪切增稠的特性, 当 $\dot{\gamma}$ 为 1 000 s⁻¹, η 达到 16.753 Pa·s (D 点) 后, 曲线基本呈现一定的下降趋势。图 4 的研究结果表明, 该抛光液是一种具有剪切增稠效应的非牛顿幂律流体, 这与文献 [10] 中对 SiO₂/聚乙二醇非牛顿流体流变性能研究的结论类似。由图 4 可见, 抛光液对照组 C₁ 的黏度与单纯去离子水 (DI water) 类似, 基本不随剪切速率变化而明显变化, 说明均不具有剪切增稠特性。

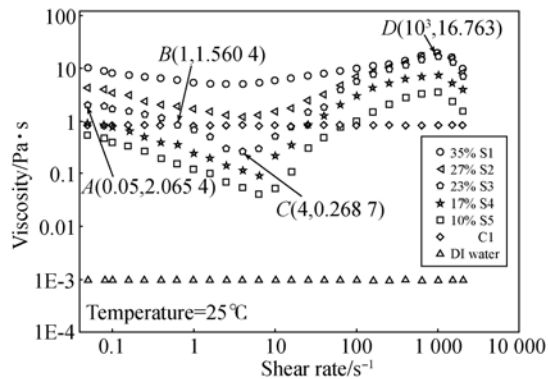


图 4 抛光液分散相体系的黏度-剪切速率曲线
Fig. 4 Viscosity-shear rate of polishing liquid

STP 磨料液的微观结构及其内部基团间相互作用的宏观表现即为黏度的变化。当 STP 磨料液不受外力扰动时, 流体作用力与粒子间作用力保持一种动态平衡, 由于 Al₂O₃、剪切增稠相、去离子水间的氢键会发生断裂, 同时这些团聚体又会因粒子间作用力使得氢键重新生成, 一旦对体系施加外力时, 增大了氢键断裂的趋势, 分离的团聚体由于粒子间作用力能很快与分散介质重新键合成网状结构, 使得黏度没有发生较大变化 (图 4 中 A 到 B 变化)。随着外加应力进一步增大, 成键速度远低于氢键断裂速度, 网状结构逐步被破坏, 形成一些相对孤立的团聚体, 黏度发生较为明显的下降 (图 4 中 B 到 C 变化)。当达到 C 点临界剪切应力后, 主要的流体作用力促使团聚体产生再次团聚, 形成“粒子簇”, 大大增强了流动阻

力,使得黏度进一步增加,但这种“粒子簇”结合方式不稳定。在研究范围内,随着 Al_2O_3 含量减少,分散相体系黏度较小,剪切增稠效应越不明显。这主要由于 Al_2O_3 固相粒子的减少导致固、液相间作用力变弱,黏度降低;在剪切增稠后,形成的“粒子簇”也减少或更小,对流动的阻力也减少,致使增稠效应不强。此外,当 Al_2O_3 质量分数由 10% 增大到 23% 时,增稠流变行为发生在受到较低剪切速率时 ($1\sim 5\text{ s}^{-1}$); 但 Al_2O_3 质量分数增大至 35% 时,剪切增稠流变行为不明显。

测试流变特性时 ($v=1\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$), STP 磨料液 (S_2) 的储能模量 (G')、耗能模量 (G'') 和耗散因子 (n) 随剪切应变速率 ($\dot{\gamma}$) 的变化如图 5 所示。在 $\dot{\gamma}$ 为 $0.1\sim 1000\text{ s}^{-1}$ 时, $G''>G'$, 且当 $\dot{\gamma}$ 较低时 ($<1\text{ s}^{-1}$), G'' 和 n 降低较小, 而 G' 却明显下降; 当 $\dot{\gamma}$ 达到 3.98 s^{-1} 时, G' 、 G'' 和 n 达到最小值; 之后, 随着 $\dot{\gamma}$ 的增大 ($>10\text{ s}^{-1}$), G' 、 G'' 和 n 都达到最大值 (均大于初始值)。根据黏弹性理论, 储能模量 (G') 和耗能模量 (G'') 分别对应于磨料液中的弹性和黏性的强度, 而耗散因子 (n) 为两种强度的复合量度^[10]。在较低的剪切速率下, 当损耗因子 $n<1$, STP 磨料液主要呈现黏性状态, 表现为液体行为; 而随着 $\dot{\gamma}$ 不断增大, n 值随之增大, 当 $n>1$ 时, 呈现弹性状态, 表现出类固体行为, 其转折点即为临界剪切增稠点。这主要由于 $\dot{\gamma}$ 低于 10 s^{-1} 时, 磨料液中固、液相间的网状结构逐步被破坏, G' 逐渐减少, G'' 和 n 变化相对较小, 此时 STP 磨料液主要由黏性成分构成; 当 $\dot{\gamma}$ 大于 10 s^{-1} 后, “粒子簇”的形成使得 G' 、 G'' 和 n 同步增大, 主要表现为弹性行为, 利于形成“柔性固着磨具”以增强对 Al_2O_3 磨粒把持力, 达到去除材料的力学要求。

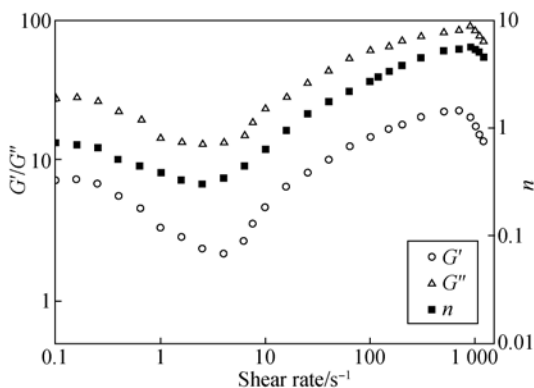


图5 G' 、 G'' 和 n 与 $\dot{\gamma}$ 的关系曲线

Fig. 5 G' , G'' and n as a function of $\dot{\gamma}$ for STP slurry

$v=1\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ 时, Al_2O_3 质量分数分别为 10%、17%、23%、27% 时的 STP 磨料液剪切增稠可逆性曲线如图 6 所示, 实心点曲线代表剪切速率从 0.05 s^{-1} 增大到 1000 s^{-1} 的扫描, 空心点曲线为应力从 1000 s^{-1} 减小到 0.05 s^{-1} 的扫描。从图 6 可见, 每对实心点与空心点曲线基本重合, 尤其剪切速率低于 100 s^{-1} 的情况下重合性更好, 表明该 STP 磨料液的剪切增稠特性具有可逆性。由于流体作用力而生成的“粒子簇”不稳定, 其易随外力的减小重新分解为 Al_2O_3 的一次团聚体, 分散到介质中。这种剪切增稠的可逆性, 可使 STP 磨料液中的磨粒切削工件表面时剪切增稠, 完成抛光后恢复成初始的黏度及流动状态, 从而达到抛光的循环进程。

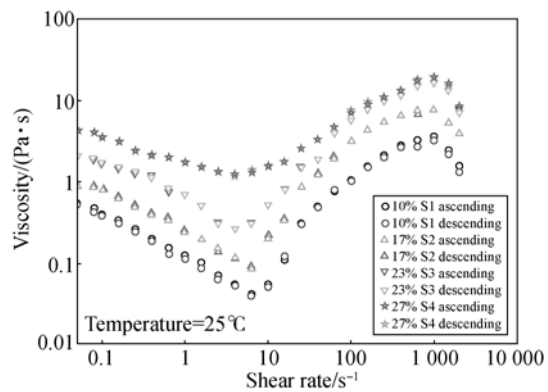


图6 STP 磨料液剪切增稠的可逆性曲线

Fig. 6 Reversible shear thickening behavior for STP slurry

4.2 Si 片的 STP 表面形貌分析及抛光特性

为探索 STP 技术的抛光特性, 利用所制备的 STP 磨料液试验研究单晶硅片的抛光性能。图 7 为单晶硅片经 Al_2O_3 质量分数为 23% 的抛光液 (S_8) STP 加工前后的 SEM 形貌。由图 7 可见, 未抛光的硅片表面不光滑, 凹坑清晰可见 (图 7a), 经 STP 加工后, 表面变得平整、光滑, 未出现划痕、崩裂或崩碎等材料脆性去除痕迹, 并达到镜面效果 (图 7e), 表明抛光液能满足 STP 用磨料液性能。抛光前期, 工件抛光 2 min 后, 如图 7(b) 所示, 表面明显发生变化, 这是由于抛光液中的 Al_2O_3 磨粒受到表面微凸体顶部的接触应力作用^[11], 发生剪切增稠而形成类似于“柔性固结磨具”作用效果的“粒子簇”增强对磨粒的把持力 (约

束力),对工件产生了显微切削,上道工序留下的深层损伤显露出来。图 7(c)可见到表面微裂纹,这是由于硅片本身存在一些残余应力或亚表层的缺陷,在加工过程中,受磨粒剪切的作用力而形成裂纹。随着抛光进程的继续,10 min 后大部分工件表面被抛光,损伤层不断减少,但仍残存部分损伤(图 7d)。由于 Al_2O_3 磨粒受到剪切力作用,不断挤压工件表面,导致工件材料塑性剪切去除^[12],经 25 min 抛光后,表面更加平坦化,达到图 7e 所示的光滑表面。此外,由于 STP 加工过程中,抛光液循环流动形成的“粒子簇”减小了 Al_2O_3 磨粒对工件表面“硬”冲击,从而使抛光造成的表面损伤小并能减轻微观缺陷。由于抛光液剪切增稠特性具有可逆性,因而可保证工件的持续 STP 加工。

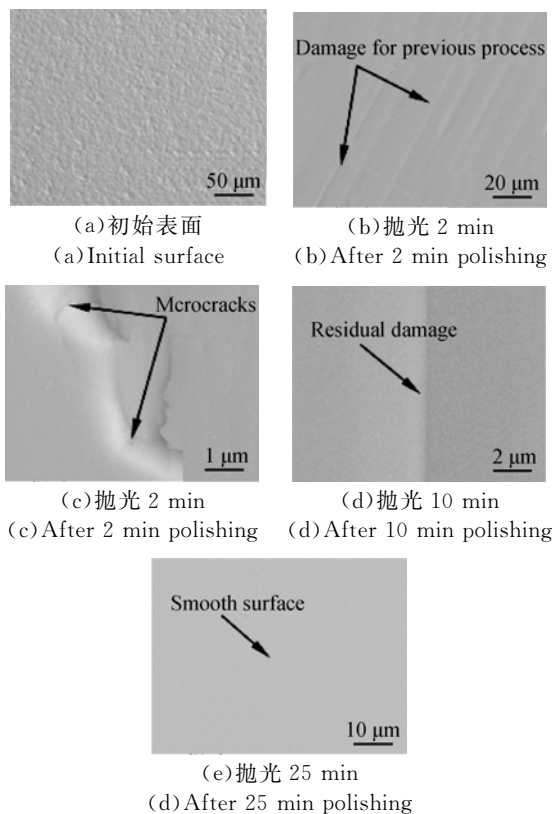


图 7 抛光单晶硅片工件表面 SEM 形貌

Fig. 7 SEM morphology of Si before and after polishing

单晶硅片材料去除速率与时间关系曲线如图 8 所示。由图 8 可见,利用 STP 磨料液($S_1 \sim S_5$)进行抛光时,随着时间的延长,材料去除量增

大,且初期增加很快而后增幅渐趋平缓,表明持续的 STP 加工可加剧硅片材料的去除。当 STP 磨料液(S_5)对 Si 片抛光时,在加工初期,硅片表面粗糙,微凸体粗糙峰被大量去除,去除速率较大,达到 $1.12 \mu\text{m}/\text{min}$;随着时间延长,去除量不断增大,去除速率略有增大,后期表面粗糙度减小,材料受交变应力作用得以塑性去除,去除速率下降,去除量增幅减慢,经抛光 25 min,达到 $0.95 \mu\text{m}/\text{min}$ 。从图 8 可见,由抛光液对照组(C_1)对工件表面加工时,材料去除率平均值约为 $0.09 \mu\text{m}/\text{min}$,远小于 STP 磨料液的抛光效率。单晶硅片的表面粗糙度与时间关系曲线如图 9 所示,STP 磨料液($S_3, S_6 \sim S_8$)抛光工件时表面粗糙度不断减小,前期下降较快,后期降幅变小且趋于稳定。这是由于初期粗糙表面微凸体较多,主要以剪切去除粗糙峰为主,去除量较大,表面粗糙度下降;随着去除量进一步增大,表面变得光滑平整,相应的粗糙峰减少,剪切增稠“粒子簇”效应变弱,导致表面粗糙度变化缓慢。

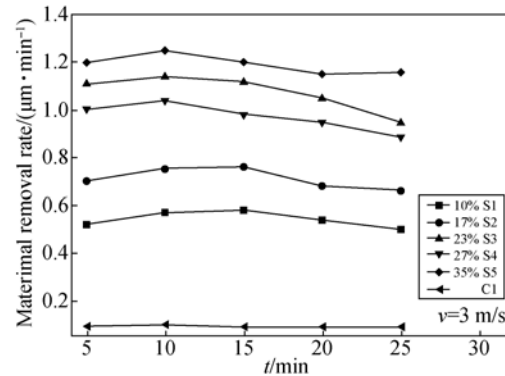


图 8 硅片去除速率与抛光时间的关系

Fig. 8 Material removal rate of Si wafer vs polishing time

此外,随着抛光时间增加,工件表面粗糙度逐渐降低,但磨粒粒径对表面粗糙度影响不大;抛光后期,较小的粒径可获得更低的表面粗糙度,但数值变化不大。经初步分析,其原因可能为剪切增稠而产生的 Al_2O_3 “粒子簇”受粒径影响相对较弱,导致表面粗糙度变化幅度较小。STP 磨料液(S_8)对硅片抛光前后的表面 Veeco 微观形貌如图 10 所示,经 25 min 抛光,表面粗糙度由 422.62 nm 降至 2.46 nm ,而同等加工条件下抛光液对照组

(C₂)加工工件表面粗糙度仅由 421.45 nm 降至 323.14 nm(如图 9),且 S₈ 组 STP 磨料液加工的材料去除率达 0.88 μm/min,表明 STP 技术能以较高材料去除效率进行硅片的精密抛光。

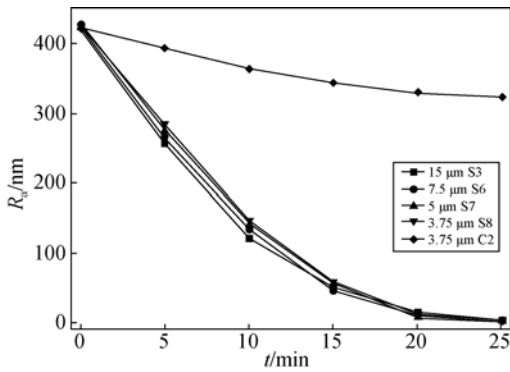
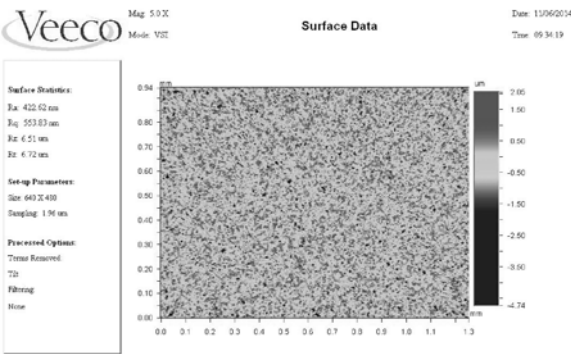


图 9 硅片表面粗糙度与抛光时间的关系

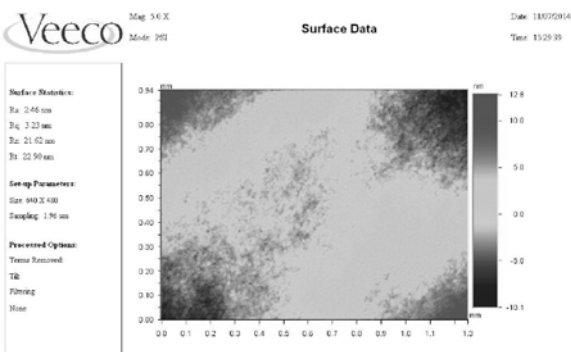
Fig. 9 Surface roughness (R_a) of Si wafer vs polishing time

图 11 所示为硅片由 STP 磨料液(S₁~S₅)抛光 25 min 后表面粗糙度与 Al₂O₃ 质量分数的关系曲线。随着 Al₂O₃ 质量分数的增加,表面粗糙度不断降低;在 Al₂O₃ 质量分数为 23% 时,表面粗糙度值最小。主要原因是在单位面积内,Al₂O₃ 磨粒越多,剪切增稠“粒子簇”越易形成,参与切削的有效磨粒越多,相同加工条件下磨粒受力越小,导致切削深度越小,表面粗糙度 R_a 值随之减小。但当 Al₂O₃ 质量分数达到 27% 时,剪切增稠效应极强,STP 磨料液流动性变差,造成表面粗糙度略有上升,尤其是当 Al₂O₃ 质量分数为 35% 时,STP 磨料液黏度过大,流动性差,反而造成磨粒对工件表面较大面积划伤,从而影响抛光质量。



(a) 抛光前

(a) Before polishing



(b) 抛光 25 min 后

(b) After 25 min polishing

图 10 硅片抛光前后表面 Veeco 微观形貌图

Fig. 10 Surface topography before and after 25 min polishing

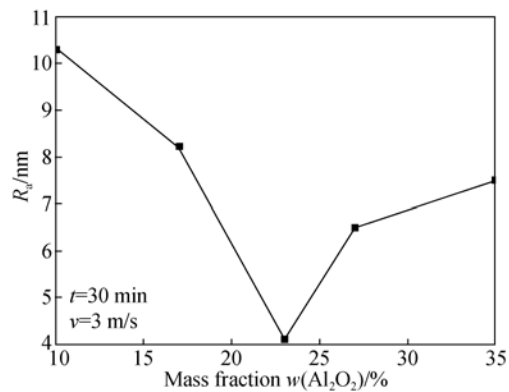


图 11 硅片表面粗糙度与 Al₂O₃ 质量分数的关系

Fig. 11 Surface roughness (R_a) vs mass fraction of Al₂O₃

5 结 论

本文针对超精密抛光新方法中的 STP 加工技术要求,探索 STP 加工用抛光液的制备及其抛光特性。采用机械混合与超声波分散法制备出一种具有剪切变稀和可逆剪切增稠效应的 Al₂O₃ 基 STP 磨料液,其随着剪切应力变化而达到 Al₂O₃ “粒子簇”形成与消失,从而实现 STP 技术所需抛光液的流变特性。在 $\dot{\gamma}$ 为 0.1~1000 s⁻¹ 时, $G'' > G'$,且当 $\dot{\gamma}$ 较低时(<1 s⁻¹), G'' 和 n 降低较小,而 G' 却明显下降,当 $\dot{\gamma}$ 达到 3.98 s⁻¹ 时, G' 、 G'' 和 n 达到最小值,随后,随着 $\dot{\gamma}$ 的增大(>10 s⁻¹), G' 、 G'' 和 n 都达到最大值,此时主要

为弹性行为,有利于形成“柔性固着磨具”。随着 Al_2O_3 固相含量减少,对流动的阻力相应减少,因而增稠效应不强。当 Al_2O_3 质量分数增大至 35% 时,流动性差,增稠流变不明显。STP 过程中形成“粒子簇”降低了 Al_2O_3 磨粒对工件表面的“硬”冲击,减小了表面粗糙度、减轻了划痕等微观缺陷。单晶硅片的 STP 加工过程中,材料去除方式为塑性去除。随着抛光时间的延长,硅片去

除速率先增大后减小;表面粗糙度 R_a 不断减小,前期下降很快,后期降幅变小且趋于稳定。加工时,磨粒浓度不宜过高,否则会因剪切增稠效应造成黏度过大,导致流动性差而影响抛光质量。当 Al_2O_3 (粒径 $3.75 \mu\text{m}$) 质量分数为 23% 时,硅片经 25 min 抛光后,表面粗糙度由 422.62 nm 降至 2.46 nm,去除速率达 $0.88 \mu\text{m}/\text{min}$,表明其能实现单晶硅片的高效精密抛光。

参考文献:

- [1] 袁巨龙,张飞虎,戴一帆,等.超精密加工领域科学技术发展研究[J].机械工程学报,2010,46(15):161-171.
YUAN J L, ZHANG F H, DAI Y F, *et al.*. Development research of science and technologies in ultra-precision machining field [J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2010, 46(15):161-177. (in Chinese)
- [2] 王建彬,朱永伟,谢春祥,等.固结磨料研磨蓝宝石单晶过程中研磨液的作用[J].光学精密工程,2014,22(11):3004-3011.
WANG J B, ZHU Y W, XIE CH X, *et al.*. Role of slurry in single crystal sapphire lapping with fixed abrasive pad [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2014, 22(11):3004-3011. (in Chinese)
- [3] HANG W, ZHOU L B, SHIMIZU J, *et al.*. Study on the mechanical properties of lithium tantalite and the influence on its machinability [J]. *International Journal of Automation Technology*, 2013, 7(6):644-653.
- [4] 许雪峰,马冰迅,黄亦申,等.利用复合磨粒抛光液的硅片化学机械抛光[J].光学精密工程,2009,17(7):1587-1592.
XU X F, MA B X, HUANG Y SH, *et al.*. Chemical mechanical polishing for silicon wafer by composite abrasive slurry [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2009, 17(7):1587-1592. (in Chinese)
- [5] MISHRA V, GOEL H, MULIK R S, *et al.*. Determining work-brush interface temperature in magnetic abrasive finishing process [J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2014, 16(2):248-256.
- [6] MANAS D, JAIN V K, GHOSH DASTIDAR P S. Fluid flow analysis of magnetorheological abrasive flow finishing (MRAFF) process [J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2008, 48(3-4):415-426.
- [7] 吕冰海,吴喆,邓乾发,等.一种基于非牛顿流体剪切增稠效应的超精密曲面抛光方法,中国:CN102717325A [P]. 2012-10-10.
LYU B H, WU Z, DENG Q F, *et al.*. Ultra-precision curved surface polishing method of shear thickening effect based on non-Newtonian fluid, China: CN102717325A [P]. 2012-10-10. (in Chinese)
- [8] GALINDO-ROSALES F J, RUBIO-HERNÁNDEZ F J, SEVILLA A, *et al.*. How Dr. Malcom M. Cross may have tackled the development of “An apparent viscosity function for shear thickening fluids” [J]. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 2011, 166(23-24):1421-1424.
- [9] LEE Y S, WETZEL E D, WAGNER N J. The ballistic impact characteristics of Kevlar woven fabric impregnated with a colloidal shear thickening fluid [J]. *Journal of Materials Science*, 2003, 38(13):2825-2833.
- [10] 伍秋美,阮建明,周忠诚,等. SiO_2 /聚乙二醇非牛顿流体流变性能研究[J].物理化学学报,2006,22(1):48-52.
WU Q M, RUAN J M, ZHOU ZH CH, *et al.*. Study on the rheological properties of silica/polyethylene glycol non-Newtonian flow [J]. *Acta Phys.-Chim. Sin.*, 2006, 22(1):48-52. (in Chinese)
- [11] 侯文英.摩擦磨损与润滑[M].北京:机械工业出版社,2012.
HOU W Y. *Wear and Lubrication* [M]. Beijing: China Machine Press, 2012. (in Chinese)

- [12] 张银霞, 邹伟, 康仁科, 等. 单晶硅片磨削的表面相变[J]. 光学精密工程, 2008, 16(8):1440-1445.
ZHANG Y X, GAO W, KANG R K, *et al.*.

Phase transformations of grinding monocrystalline silicon wafer surfaces[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2008, 16(8):1440-1445. (in Chinese)

作者简介:



李 敏(1983—),男,安徽庐江人,讲师,博士研究生,主要从事精密与超精密加工技术及装备研究。E-mail: li-min-wax@163.com



吕冰海(1978—),男,浙江舟山人,研究员,博士,2007年于哈尔滨工业大学获博士学位,主要从事精密与超精密加工技术及装备研究。E-mail: icewaterr7812@126.com

导师简介:



袁巨龙(1962—),男,浙江金华人,教授,博士后,博士生导师,1983年、1986年、1989年于哈尔滨工业大学分别获学士、硕士、博士学位,1992年浙江大学机械系博士后、日本琦玉大学机械系博士后,主要从事精密与超精密加工技术及装备研究。E-mail: jlyuan@hnu.edu.cn

(版权所有 未经许可 不得转载)