

模具钢微细蚀刻的侧蚀研究及其工艺优化

黄红光, 郭钟宁, 王冠

(广东工业大学, 广州 510006)

摘要: **目的** 研究 HNO_3 浓度、喷淋压力、掩膜间隙、加工时间对侧蚀量的影响规律。**方法** 设计正交实验, 测定蚀刻后的侧蚀量, 采用极差分析、方差分析法对侧蚀量进行分析, 通过验证性实验进行验证。**结果** 侧蚀量随加工时间的延长以及喷淋压力、加工时间的增大而增大, 随 HNO_3 浓度的增大而减小。侧蚀量最小的工艺是: HNO_3 浓度为 1.8 mol/L, 喷淋压力为 0.2 MPa, 掩膜间隙为 50 μm , 蚀刻时间为 2 min。**结论** 加工时间对侧蚀量有显著性影响, 喷淋压力对侧蚀量影响较大, 其次是掩膜间隙和 HNO_3 浓度。验证性试验证明最优工艺方案可行。

关键词: 模具钢; 微细蚀刻; 侧蚀量; 正交实验

中图分类号: TG176

文献标识码: A

文章编号: 1001-3660(2013)06-0044-04

Research and Process Optimization on Undercut of Die Steel in Micro-etching

HUANG Hong-guang, GUO Zhong-ning, WANG Guan

(Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China)

ABSTRACT: Objective To study the effects of HNO_3 concentration, spray pressure, mask gap and etching time on undercut. **Methods** Orthogonal experiment was designed to measure the undercut, meanwhile, analysis methods such as range analysis and analysis of variance were used to analyze the undercut, and the results were then verified using confirmatory experiment. **Results** It was found that the experiment conditions of the least undercut were a HNO_3 concentration of 0.3 mol/L, a spray pressure of 0.2 MPa, a mask gap of 50 μm and an etching time of 2 min. The undercut increased with the increase of the etching time, the spray pressure, and the mask gap, while it decreased with the rising concentration of HNO_3 . **Conclusion** Etching time has a significant effect on undercut. Other important influencing factors were spray pressure, followed by mask gap and HNO_3 concentration. Verification test showed that the optimal experiment scheme was feasible.

KEY WORDS: die steel; Micro-etching; undercut; orthogonal experiment

表面微结构按形貌, 可以分为微流道、阵列微凸、阵列微坑和三维微翅片等^[1]。化学蚀刻法是构筑表面微结构的重要加工方法^[2], 其原理是利用金属与蚀刻剂进行化学反应, 形成可溶性物质, 通过控制被去除部分和被保护部分来达到加工目的。侧蚀是表面微结构

形貌蚀刻加工结果的重要指标。微结构的侧蚀不同, 会造成形貌、手感和功能有巨大差异。蚀刻存在“各向同性”^[3], 即蚀刻纵向进行的同时, 也进行横向加工; “水池效应”会使蚀刻底部存有一定的蚀刻液, 影响蚀刻底部蚀刻液的更新和蚀刻产物的排出, 进而影响

收稿日期: 2013-07-18; 修订日期: 2013-08-18

Received: 2013-07-18; Revised: 2013-08-18

基金项目: 国家自然科学基金重点资助项目(U1134003); 国家青年科学基金资助项目(51205066)

Fund: Supported by the State Key Program of National Natural Science of China (U1134003) and the National Science Foundation for Young Scholars of China (51205066)

作者简介: 黄红光(1985—), 男, 河南商丘人, 硕士生, 主要研究方向为腐蚀与电化学加工。

Biography: HUANG Hong-guang (1985—), Male, from Shangqiu, Henan, Master, Research focus: chemical etching & micro-electrolytic machining.

蚀刻速率^[4];张育胜从蚀刻的离子运动分析到,蚀刻反应中的聚合生成物会附着在参与反应的模具钢表面,影响蚀刻的进一步进行^[5];蚀刻液中的一些成分,如 NaCl,会对蚀刻材料表面造成不同的影响^[6];这些因素使得蚀刻过程中的侧蚀现象难以避免。生产应用中常常要求控制侧蚀量或避免侧蚀。例如,生物芯片中的微流道要求在深度不变的情况下,尽量减小侧蚀;剃须刀网罩对网孔的侧蚀有着极其严格的要求。随着 PCB 技术的发展,线宽、线距越来越小,减小侧蚀量具有重要意义。文中通过正交实验法,对蚀刻加工中影响侧蚀量的因素进行研究,探索侧蚀量变化规律,寻求具有最小侧蚀量的加工工艺。

1 实验

1.1 蚀刻

工艺流程为:模具钢试样制作→表面涂覆光刻胶→烘烤→曝光→显影→XDH-2013BO308 型蚀刻机蚀刻→脱膜→清洁。

所用模具钢牌号为 738,将其加工成直径 30 mm、厚 0.5 mm 的圆片试样,表面抛光至一定的粗糙度,之后进行掩膜处理。

涂覆光刻胶、烘烤、曝光、显影为制作掩膜的过程。相邻掩膜之间的空隙为掩膜间隙,模具钢掩膜间隙部分参与化学反应。实验中设计掩膜为正方形,如图 1 所示。掩膜宽度为 400 μm,掩膜间隙分别为 50,100,150,200 μm。

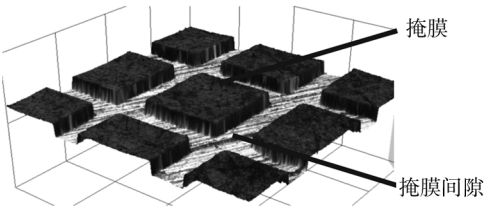


图 1 设计的掩膜
Fig. 1 Design of the mask

蚀刻所用蚀刻液的主要组分为 FeCl₃ 和 HNO₃, FeCl₃ 的浓度为 1.5 mol/L, HNO₃ 的浓度分别为 0.3, 0.6, 1.2, 1.8 mol/L,用自来水配制。蚀刻温度为 35℃。蚀刻完成后,表面产生微坑。

1.2 侧蚀量的测定

用 OLS4000 型激光共聚焦显微镜(日本奥林巴斯株式会社)测量初始掩膜间隙 A 和加工后的加工宽度 B,则侧蚀量 $U = (B - A) / 2$,如图 2 所示。随机测量相同蚀刻条件下所得蚀刻试样的 4 个点,求平均值,以保证测量数据的准确性。

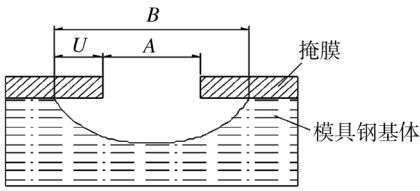


图 2 侧蚀示意
Fig. 2 Sketch of undercut

2 正交实验及结果分析

2.1 实验设计及结果

蚀刻加工质量的主要影响因素有 HNO₃ 浓度、喷淋压力、掩膜间隙和加工时间等,分别对这 4 个因素取 4 个水平(见表 1),以侧蚀量为考核目标,按 L₁₆(4⁴) 正交表进行正交实验,实验方案及结果见表 2。

表 1 因素水平表

Tab. 1 Factors and levels

水平	因素 A HNO ₃ 浓度 /(mol · L ⁻¹)	因素 B 喷淋压力 /MPa	因素 C 掩膜间隙 /μm	因素 D 加工时间 /min	因素 E 空白
1	0.3	0.2	50	2	
2	0.6	0.7	100	4	
3	1.2	1.2	150	6	
4	1.8	1.7	200	8	

表 2 正交实验方案和结果

Tab. 2 Results of orthogonal experiment selection test

编号	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	因素 E	U/μm
1	1	1	1	1	1	10.5
2	1	2	2	2	2	38.1
3	1	3	3	3	3	112.3
4	1	4	4	4	4	221.5
5	2	1	2	3	4	71.2
6	2	2	1	4	3	136.1
7	2	3	4	1	2	41.5
8	2	4	3	2	1	112.5
9	3	1	3	4	3	110.6
10	3	2	4	3	2	67.2
11	3	3	1	2	1	77.5
12	3	4	2	1	4	62.1
13	4	1	4	2	3	52.5
14	4	2	3	1	4	31.7
15	4	3	2	4	1	162.2
16	4	4	1	3	2	88.5
K ₁ /μm	95.50	61.50	78.12	36.25	100.38	
K ₂ /μm	90.62	80.50	83.75	70.00	69.50	
K ₃ /μm	91.62	98.25	91.25	97.63	90.63	
K ₄ /μm	83.50	121.00	108.12	157.38	100.75	
R/μm	12.00	59.50	30.00	121.13	31.25	

注:K₁, K₂, K₃, K₄ 分别为各因素 1—4 水平的侧蚀量均值, R 为极差。

2.2 讨论

由表2中极差分析的 R 值可知,各因素对侧蚀量的影响由主到次依次为 $D>B>C>A$,即加工时间为主要影响因素,其影响力大于喷淋压力、掩膜间隙和 HNO_3 浓度。

HNO_3 浓度对侧蚀量的影响较小。随着 HNO_3 浓度的增大,侧蚀量基本上呈缓慢减小的趋势。这是因为硝酸可以促使反应聚合生成物分解,从而促进蚀刻速率的增加。 HNO_3 浓度越大,聚合物分解越快。微坑底部反应聚合物较多,因此 HNO_3 对微坑底部的影响比微坑侧壁大。微坑底部反应速率加快,侧壁反应速率相对不变,所以侧蚀量相对减小。

喷淋压力对侧蚀量的影响较大,随着喷淋压力的增加,侧蚀量增大。这是因为较大的喷淋压力使反应聚合物从侧壁的较高位置被冲击到较低位置,导致微坑底部的蚀刻速率变小。由于存在“水池效应”,蚀刻液喷淋压力对微坑上部的冲击比对底部大,这造成微坑侧壁蚀刻液更新速度优于底部,侧壁蚀刻速率快。汤永本在研究中也发现^[7],喷淋压力越大,侧向冲击力越大,侧蚀大,这也佐证了本实验的结果。

侧蚀量随掩膜间隙的增大而增大。这是因为掩膜间隙增大,蚀刻形成的微坑增大,发生的“水池效应”增强,微坑底部蚀刻反应产物难以排除,“各向同性”中微坑底部的反应效率减弱,横向反应不变,所以侧蚀增加。

蚀刻时间是影响侧蚀量的重要因素。随着蚀刻时间的延长,侧蚀量急速上升。这是因为蚀刻本身为化学反应过程,当其他实验条件确定时,蚀刻速率随之确定,“各项同性”、“水池效应”和蚀刻反应中聚合生成物都趋于稳定,所以侧蚀量随蚀刻时间趋于线性增加。

2.3 方差分析

为了区分实验条件改变引起试验误差,进而引起的数据变动,同时对影响试验结果的各因素的重要程度给予精确数量估计,进一步进行正交实验的方差分析,判断各因素的影响显著性。方差分析采用 F 检验,结果见表3。

表3 方差分析结果

Tab.3 Results of variance analysis

因素	偏差平方和	自由度	F 比	临界值 $F_{\alpha=0.5}(3,3)$	显著性
HNO_3 浓度(A)	300.563	3	0.117	9.280	
喷淋压力(B)	7724.688	3	3.001	9.280	
掩膜间隙(C)	2039.068	3	0.792	9.280	
加工时间(D)	31 544.813	3	12.256	9.280	※
误差	27 573.81	3			

通过对比 F 比得知,因素对侧蚀量的影响由主到次依次为 $D>B>C>A$,与极差分析结果一致。查询 F

临界值 $F_{\alpha=0.5}(3,3)=9.280$,发现加工时间的 F 比大于 $F_{\alpha=0.5}(3,3)$ 临界值,可见时间对侧蚀量的影响具有显著性。 HNO_3 浓度、喷淋压力和掩膜间隙对侧蚀量均无显著性影响,但是喷淋压力和掩膜间隙具有较大的 F 比,说明二者对侧蚀量有重要影响。

3 验证实验及结果

分析表2发现, HNO_3 浓度越大,喷淋压力、掩膜间隙和加工时间越小,则侧蚀量越小,侧蚀量最小的最佳工艺组合为A4B1C1D1,即 HNO_3 浓度为1.8 mol/L,喷淋压力为0.2 MPa,掩膜间隙为50 μm ,加工时间为2 min。为了验证正交实验的分析结果,参考表2中的最小侧蚀量组合A1B1C1D1,对模具钢圆钢板进行掩膜和蚀刻加工,通过激光共聚焦对方案A1B1C1D1和A4B1C1D1的蚀刻侧蚀量随机测4个点,所测结果见图4。对比发现,方案A4B1C1D1的侧蚀量略小于方案A1B1C1D1,这说明最小侧蚀量的最佳因素组合为A4B1C1D1。正交实验为4因素4水平,可产生256个实验,而正交实验的16个实验只是其中一部分,但是正交实验的“正交性”^[8]使实验点在试验范围内排列整齐,有规律且均匀分布,因此表2中方案A1B1C1D1具有相当小的侧蚀量,而验证实验证明最优工艺组合为A4B1C1D1。

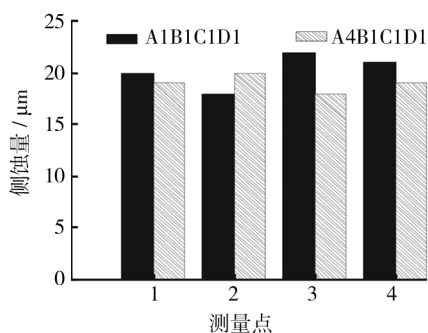


图3 两种方案的侧蚀量对比

Fig.3 Comparison of the two schemes

4 结论

1) 各因素对侧蚀量的影响由主到次依次为:加工时间>喷淋压力>掩膜间隙> HNO_3 浓度。

2) 侧蚀量随加工时间的延长、喷淋压力和掩膜间隙的增大而增大,因为条件变化强化了“水池效应”,增加了侧向蚀刻的效率。侧蚀量随 HNO_3 浓度的增大而缓慢减小,原因是 HNO_3 促进凹坑底部反应产物的分解,加强了纵向蚀除。

3) 方差分析发现,蚀刻时间对侧蚀量有显著性影

响,喷淋压力对侧蚀量影响较大,其次是掩膜间隙和 HNO_3 浓度。

4) 最优工艺为: HNO_3 浓度 1.8 mol/L, 喷淋压力 0.2 MPa, 掩膜间隙 50 μm , 加工时间 2 min。

参考文献

- [1] 汤勇,周明,韩志武,等. 表面功能结构制造研究进展[J]. 机械工程学报,2010(23):93—105.
TANG Yong, ZHOU Ming, HAN Zhi-wu, et al. Recent Research on Manufacturing Technologies of Functional Surface Structure [J]. Journal of Mechanical Engineering, 2010 (23): 93—105.
- [2] ÇAKIR O, TEMEL H, KIYAK M. Chemical Etching of Cu-ETP Copper[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 162: 275—279.
- [3] 李佳,李德良,莫凌. 硝酸型酸性蚀刻液蚀刻工艺的研究[J]. 表面技术,2010,39(3):87—89.
LI Jia, LI De-liang, MO Ling. The Study of Etching Process with Nitric Acid Etching Solution [J]. Surface Technology, 2010, 39(3): 87—89.
- [4] LEGNANI G, TOSI D, FASSI I, et al. The “Point of Isotropy”

and Other Properties of Serial and Parallel Manipulators [J]. Mechanism and Machine Theory, 2010, 45 (10): 1407—1423.

- [5] 张育胜. 平滑陡直的 Si 深槽刻蚀方法[J]. 半导体技术, 2009(3):214—216.
ZHANG Yu-sheng. The Etching Method of Smooth Steep Si Deep Groove [J]. Semiconductor Technology, 2009 (3): 214—216.
- [6] 陈珊,李国明,常万顺,等. NaCl 溶液 pH 值对 5083 铝合金腐蚀的影响研究[J]. 装备环境工程,2011,8(5):5—7.
CHEN Shan, LI Guo-ming, CHANG Wan-shun, et al. The Study on the Impact of NaCl Solution pH on 5083 Corrosion [J]. Equipment Environment Engineering, 2011, 8 (5): 5—7.
- [7] 汤永本. 提高印制板线路的精细度[J]. 电子工业专用设备,1992,21(1):35—37.
TANG Yong-ben. Improving the Fineness of PCB Circuit [J]. Electronic Equipment, 1992, 21(1): 35—37.
- [8] 孙振起,黄明辉. 正交试验法优化铝锂合金表面处理工艺研究[J]. 表面技术,2011,40(3):68—70.
SUN Zhen-qi, HUANG Ming-hui. The Study of Aluminum-Lithium Alloy Surface Treatment Process in Orthogonal Test [J]. Surface Technology, 2011, 40(3): 68—70.

(上接第 26 页)

- [6] 高阳,潘峰,梁勇,等. 高温合金表面激光熔敷热障涂层组织结构与氧化性能[J]. 材料科学与工程学报,2003,21(1):4—7.
GAO Yang, PAN Feng, LIANG Yong, et al. Structure and Oxidation Properties of Thermal Barrier Coatings by Laser Cladding on Superalloy Substrates [J]. Journal of Materials Science & Engineering, 2003, 21(1): 4—7.
- [7] 汪新衡,匡建新. 激光熔覆 Ni 基 WC 金属陶瓷涂层组织与高温磨损性能[J]. 热加工工艺,2007,36(10):45—47.
WANG Xin-heng, KUANG Jian-xin. Microstructure and Abrasive-wear Behavior under High Temperature of Laser Clad Ni-based WC Ceramic Coating [J]. Hot Working Technology, 2007, 36(10): 45—47.
- [8] 高阳,潘峰,佟百运,等. 铜基材上热障涂层的激光熔覆[J]. 中国有色金属学报,2003,13(2):315—318.
GAO Yang, PAN Feng, TONG Bai-yun, et al. Thermal Barrier Coatings by Laser on Cu Substrate [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(2): 315—318.
- [9] 张玉娟,孙晓峰,金涛,等. 爆炸喷涂 NiCoCrAlY 涂层的高温抗氧化行为[J]. 金属学报,2003,39(2):189—192.
ZHANG Yu-juan, SUN Xiao-feng, JIN Tao, et al. High Temperature Oxidation Resistance of NiCoCrAlY Coating [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2003, 39(2): 189—192.

- [10] 任鑫. 渗铝改性离子镀 NiCrAlY 涂层的高温热腐蚀行为[J]. 表面技术,2008,37(4):1—3.
REN Xin. Hot Corrosion Behavior of an Ion Plating NiCrAlY Coating with Aluminizing [J]. Surface Technology, 2008, 37 (4): 1—3.
- [11] 张大伟,童盛煌,竺伟波,等. 纳米 Al_2O_3 对 Ni 基合金激光熔覆层干滑动磨损性能的影响[J]. 热加工工艺,2011,40(2):112—114.
ZHANG Da-wei, TONG Sheng-huang, ZHU Wei-bo, et al. Influence of Nano- Al_2O_3 on Dry-slide Wear Property of Ni-based Alloy Coating Prepared by Laser Cladding [J]. Hot Working Technology, 2011, 40(2): 112—114.
- [12] XU T, FAULHABER S, MERCER C, et al. Observations and Analyses of Failure Mechanisms in Thermalbarrier Systems with Two Phase Bond Coats Based on NiCoCrAlY [J]. Acta Materialia, 2004, 52: 1439—1450.
- [13] 陈劲松,乔斌,杨建明,等. 激光重熔对纳米 Ni- Al_2O_3 复合镀层耐腐蚀性能的影响[J]. 热加工工艺,2011,40(20):119—121.
CHEN Jin-song, QIAO Bin, YANG Jian-ming, et al. Effect of Laser Remelting on Corrosion Resistance of Ni- Al_2O_3 Nanocomposition Coating [J]. Hot Working Technology, 2011, 40 (20): 119—121.