

# 紫外光催化辅助 Ga 面 GaN 化学机械抛光试验研究

杨友明, 周海\*, 胡士响, 夏丽琴, 任相璞

(盐城工学院 机械工程学院, 江苏 盐城 224051)

**摘要:** **目的** 探究在紫外光催化辅助抛光过程中, 相关因素对氮化镓晶片 Ga 面去除率 (MRR) 及表面粗糙度 ( $Ra$ ) 的影响规律, 提高单晶氮化镓高效率低损伤的超光滑表面质量。**方法** 通过结合紫外光与化学机械进行抛光, 采用单因素试验方案, 对 GaN 晶片的 Ga 面进行紫外光催化辅助化学机械抛光试验, 比较在无光照、光照抛光盘、光照抛光液 3 种抛光方式和不同  $TiO_2$  浓度、pH 值、 $H_2O_2$  含量、抛光压力、抛光盘转速和抛光液流条件下的抛光效果。最后通过正交试验进行抛光工艺参数优化, 通过测量不同条件下紫外光催化辅助化学机械抛光过程中的 MRR 值和  $Ra$  值, 探究 GaN 晶片 Ga 面抛光效果。**结果** 在紫外光催化辅助抛光条件下, 通过对单因素试验和正交试验的抛光参数进行分析和优化, GaN 晶片材料去除率可以达到 698.864 nm/h, 通过白光干涉仪观测可以获得表面粗糙度  $Ra$  值为 0.430 nm 的亚纳米级超光滑 GaN 晶体表面。**结论** 基于紫外光催化辅助 GaN 晶片 Ga 面化学机械抛光试验, 紫外光辅助化学机械的复合抛光方式能够促进 GaN 表面生成物  $Ga_2O_3$  快速去除, 其中光照抛光液方式能够极大地提高抛光效率。紫外光催化辅助 Ga 面 GaN 化学机械抛光可以获得高效低损伤的单晶氮化镓抛光加工表面质量。

**关键词:** 氮化镓; 紫外光催化; 抛光; MRR; 表面粗糙度; 单因素试验; 正交试验

**中图分类号:** TN305.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-3660(2024)06-0157-11

**DOI:** 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2024.06.014

## Ultraviolet Photocatalysis Assisted Chemical Mechanical Polishing of GaN Surface

YANG Youming, ZHOU Hai\*, HU Shixiang, XIA Liqin, REN Xiangpu

(School of Mechanical Engineering, Yancheng Institute of Technology, Jiangsu Yancheng 224051, China)

**ABSTRACT:** This study aims to investigate the effects of various polishing parameters ( $TiO_2$  concentration, pH value,  $H_2O_2$  concentration, polishing pressure, polishing pad rotational speed, and polishing slurry flow rate) on the material removal rate (MRR) and surface roughness ( $Ra$ ) of Ga-face GaN substrates during the ultraviolet light-catalyzed chemical mechanical polishing (CMP) process. Based on the optimization of polishing process parameters, an efficient and low-damage polishing process was developed. Single-factor and orthogonal experiments were designed to investigate the effects of the aforementioned

收稿日期: 2023-05-04; 修订日期: 2023-09-20

Received: 2023-05-04; Revised: 2023-09-20

基金项目: 国家自然科学基金面上项目 (51675457); 盐城工学院研究生实践创新计划 (SJCX22\_XZ013)

Fund: National Natural Science Foundation of China (51675457); Postgraduate Practice Innovation Program of Yancheng Institute of Technology (SJCX22\_XZ013)

引文格式: 杨友明, 周海, 胡士响, 等. 紫外光催化辅助 Ga 面 GaN 化学机械抛光试验研究[J]. 表面技术, 2024, 53(6): 157-167.

YANG Youming, ZHOU Hai, HU Shixiang, et al. Ultraviolet Photocatalysis Assisted Chemical Mechanical Polishing of GaN Surface[J]. Surface Technology, 2024, 53(6): 157-167.

\*通信作者 (Corresponding author)

polishing parameters on the polishing effects of GaN substrates while satisfying the requirements for material removal rate and surface roughness. During the polishing process, three different polishing methods (non-illuminated polishing, illuminated polishing pad polishing, and illuminated polishing slurry polishing) and the effects of different factors such as  $\text{TiO}_2$  concentration, pH value,  $\text{H}_2\text{O}_2$  concentration, polishing pressure, polishing pad rotational speed, and polishing slurry flow rate on the polishing efficiency of GaN substrates were compared

In the orthogonal experiment, the polishing process parameters were optimized and the MRR and  $R_a$  values under different process parameter conditions were measured to explore the polishing effects on the Ga-face of GaN substrates. The experimental results showed that using a self-made polishing slurry with the addition of nano- $\text{TiO}_2$  photocatalytic abrasive and adopting the illuminated polishing slurry method could achieve good polishing effects and a low-damage, high-quality ultra-smooth surface. Furthermore, under the ultraviolet light-catalyzed polishing condition, according to the results of the orthogonal experiment, a pH value of 11, an  $\text{H}_2\text{O}_2$  concentration of 4wt.%, a  $\text{TiO}_2$  concentration of 3wt.%, a polishing pressure of 16 000 Pa, a polishing pad rotational speed of 30 r/min, a polishing slurry flow rate of 2.5 mL/min, and an illuminated polishing slurry polishing method were selected for the polishing optimization experiment. The removal rate of GaN substrate could reach 698.864 nm/h, which significantly improved the polishing efficiency compared with the unilluminated polishing method. In addition, the surface roughness  $R_a$  value of the ultra-smooth GaN crystal surface could be obtained by observing with a white light interferometer, which was 0.430 nm in the sub-nanometer range.

Based on the comprehensive experimental results, it is believed that ultraviolet light-catalyzed chemical mechanical polishing is an efficient and low-damage surface quality polishing method for single crystal GaN substrates. It can promote the rapid removal of  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  generated on the GaN surface and improve the polishing efficiency. By using the illuminated polishing slurry method, the polishing efficiency of the Ga-face of the GaN substrate can be greatly improved. Considering all of these factors, it is concluded that based on the ultraviolet light-catalyzed GaN substrate Ga-face chemical mechanical polishing experiment, the composite polishing method of ultraviolet light-assisted combined with chemical mechanical polishing can achieve efficient and low-damage polishing for single crystal GaN substrates.  $\text{TiO}_2$  concentration, pH value,  $\text{H}_2\text{O}_2$  concentration, polishing pressure, polishing pad rotational speed, polishing slurry flow rate, and illuminated polishing method can all affect the polishing effects of GaN substrates. The experiment shows that  $\text{TiO}_2$  concentration, pH value, and illuminated polishing method have a relatively significant impact on the polishing effects of GaN substrates.

**KEY WORDS:** GaN; UV photocatalysis; polishing; MRR;  $R_a$ ; single-factor test; orthogonal test

GaN 是第 3 代宽禁带半导体核心材料,广泛应用于制备蓝光和紫外发光二极管(LED)、激光器(LD)等光电器件<sup>[1-5]</sup>。GaN 材料具有高抗击穿电压阈值、饱和电子漂移速率和高热导率等优点,同时也是制备高功率、高电子迁移率晶体管(HEMT)<sup>[6-8]</sup>等电子器件的理想材料,作为未来半导体材料的发展热点,其发展前景备受关注。

近年来半导体晶片全局平坦化抛光普遍采用的是化学机械抛光(CMP)。CMP 通过机械与化学的共同作用来实现晶体表面抛光<sup>[9-12]</sup>。氮化镓晶体表面硬度高,化学活性低<sup>[13]</sup>,只能在特定条件下缓慢溶解于碱性溶液。而在实际应用中为获得超光滑表面<sup>[14-15]</sup>,需要经过超精密加工工艺。如何提高 GaN 晶片的抛光效率和质量,是本文研究的重要内容。

近年来,国内外科研学者对 GaN 晶片超精密抛光技术进行了研究。李晖等<sup>[16]</sup>对硬脆材料氮化镓(GaN)单晶的机械研磨和化学机械抛光(CMP)加工工艺进行了研究。在 GaN 的 CMP 单因素试验中,分析了工艺参数(如 pH 值、压力、转速)对 GaN 晶

片的 Ga 面抛光大速率的影响。研究表明, Ga 面在酸性条件下的抛光大速率较高, Ga 面抛光大速率随着压力和转速的增大而增大。韦伟等<sup>[17]</sup>采用光催化辅助化学机械抛光对氮化镓进行加工。研究表明,紫外光(UV)的加入使氮化镓在 1%(质量分数)  $\text{KBrO}_3$  溶液(pH=4)中的抛光大速率提高,而再加入光催化剂二氧化锡( $\text{SnO}_2$ )会使氮化镓材料的抛光大速率进一步提高。当  $\text{KBrO}_3$  质量分数为 1%、pH=4 时,加入紫外光和 0.2%(质量分数)  $\text{SnO}_2$ , GaN 材料的抛光大速率可达 502.4 nm/h,抛光后晶片表面的均方根粗糙度为 0.11 nm。日本的 Hideo 等<sup>[18]</sup>采用化学机械抛光与紫外光相结合的方法,采用氟橡胶衬垫,将约 100 nm 厚的 Pt 沉积下来作为催化剂, GaN 抛光大速率达到 800 nm/h。于璇<sup>[19]</sup>通过电化学实验研究了紫外光、催化剂和溶液 pH 对 GaN 腐蚀能力的影响。电化学试验结果表明,加入 ZnO 的催化作用最强。CMP 试验结果表明,  $\text{ZrO}_2$  催化剂能够有效提高抛光大速率。黄银黎<sup>[20]</sup>通过基于芬顿反应的化学机械抛光方法,研究了催化剂种类和粒径对实验抛光效果的影响,同时研究了氮化镓晶体的化学机

机械抛光规律和原理, 并优化了最佳的化学反应参数。研究表明, 经过不同质量分数的抛光处理后, 质量分数为 7.5% 的芬顿反应溶液对氮化镓晶体的抛光效果最佳, 表面粗糙度  $Ra$  最低值为 3.21 nm。

目前, 国内外对易脆性光学材料的主要抛光方法有机械抛光 (MP)、化学抛光 (CP)、化学机械抛光 (CMP)、水合抛光 (HP)<sup>[21]</sup> 等。然而, 采用单一的抛光方法往往难以得到理想的加工表面质量, 其难点在于无法同时平衡表面质量和抛光效率, 因此一些新的辅助抛光方法被引入, 例如光催化、磁流变<sup>[22]</sup>、脉冲<sup>[23]</sup>以及超声波等, 旨在进一步提升易脆性光学材料的表面平整度和质量。本文将紫外光催化与化学机械抛光技术相结合, 旨在克服现有方法的不足, 进一步提高易脆性光学材料抛光的表面质量和加工效率。同时, 通过对试验参数的优化实现氮化镓材料在抛光过程中的高效低损伤加工, 从而达到全局平整化的表面效果。

## 1 试验原理

紫外光催化反应的实质是一个多相光催化过程,

光催化剂在紫外光的照射激发下可加速化学反应, 将光能转化成化学能进而起到催化作用<sup>[24]</sup>。电子捕捉剂  $H_2O_2$  在光照条件下分解出羟基自由基 (强氧化性), 在光催化条件下,  $TiO_2$  颗粒的价带电子被激发, 达到一定能级后会跃迁产生自由电子 ( $e^-$ ), 同时导带上产生空穴  $h^+$  (正电荷)。吸附在  $TiO_2$  颗粒表面的  $H_2O$  和  $OH^-$  与  $h^+$  发生反应, 也会生成  $\cdot OH$  (羟基自由基)。 $GaN$  与  $\cdot OH$  能够发生化学反应, 生成的  $Ga_2O_3$  (硬度比  $GaN$  的小) 磨粒能够通过机械作用迅速去除, 而且抛光过程中晶片表面留下的划痕更浅, 可以获得超光滑低损伤晶片表面。相关研究表明<sup>[25]</sup>, 在紫外光催化氧化  $GaN$  化学机械抛光中, 能够使其表面快速氧化, 极大提高抛光去除效率。紫外光催化化学反应式如式 (1) ~ (5) 所示, 紫外光催化辅助化学机械抛光反应原理如图 1 所示。

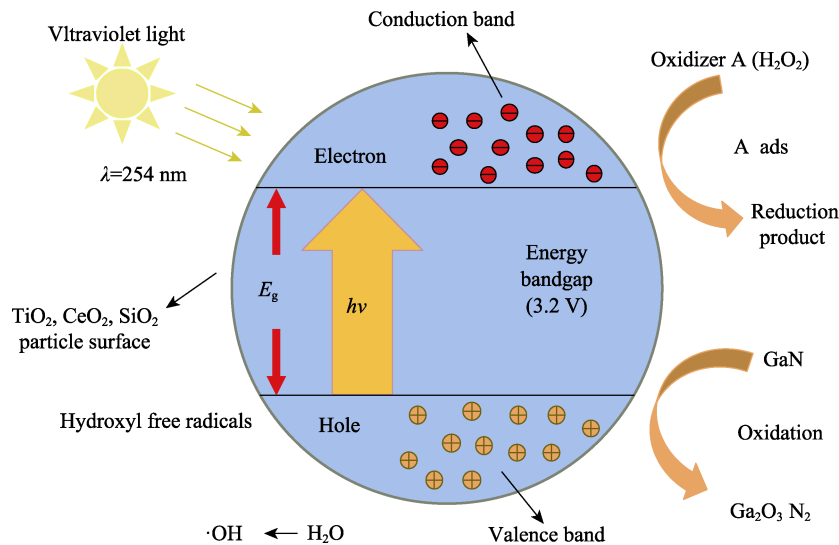
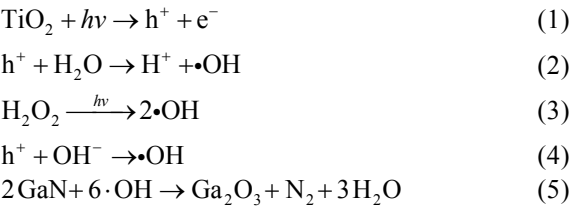


图 1 紫外光催化辅助 GaN 化学机械抛光反应原理<sup>[25]</sup>  
Fig.1 Principle of ultraviolet photocatalysis assisted chemical mechanical polishing reaction of GaN<sup>[25]</sup>

## 2 GaN 化学机械抛光试验

### 2.1 试验材料和仪器

抛光材料为自支撑氮化镓晶片, 由苏州纳维科技有限公司生产和提供, 尺寸为 10 mm×10.5 mm×0.5 mm,  $GaN$  样片尺寸如图 2 所示。抛光前使用 W3.5 的金刚石磨粒精磨 120 min, 使试样表面尽量光滑, 氮化镓抛光前后的表面形貌如图 3 所示。试验中配制的抛光液由二氧化硅 ( $SiO_2$ )、氧化铈 ( $CeO_2$ ) 及二氧化钛 ( $TiO_2$ ) 等混合物组成, 其中二氧化硅 ( $SiO_2$ )

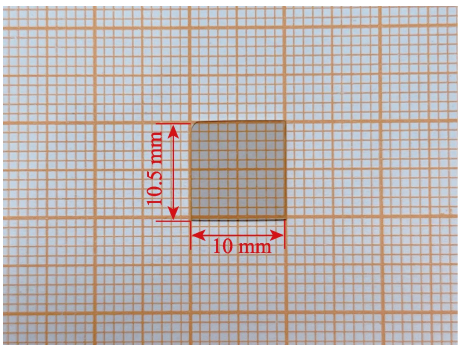


图 2  $GaN$  样片尺寸  
Fig.2  $GaN$  sample size

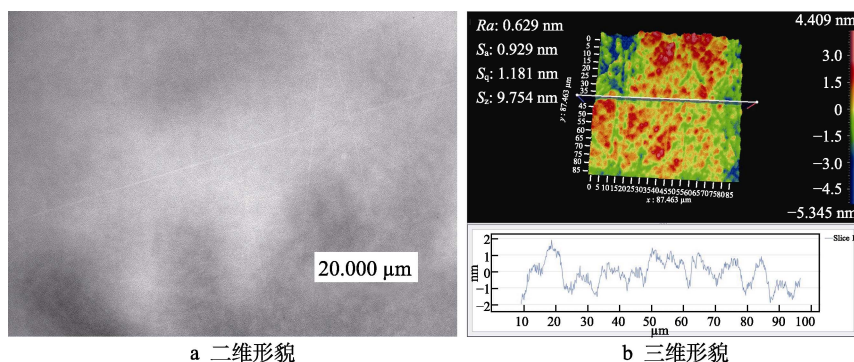
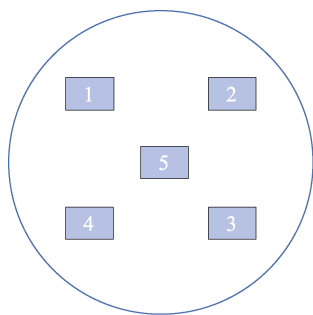
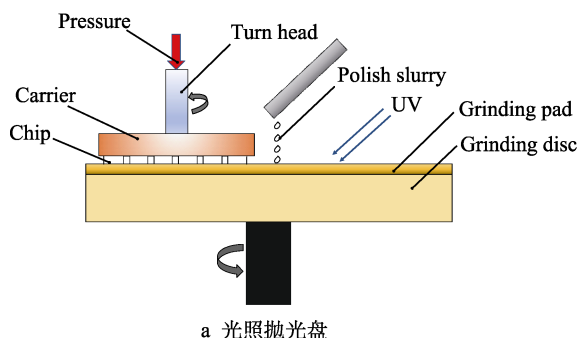


图 3 GaN Ga 面抛光前二维形貌和三维形貌对比

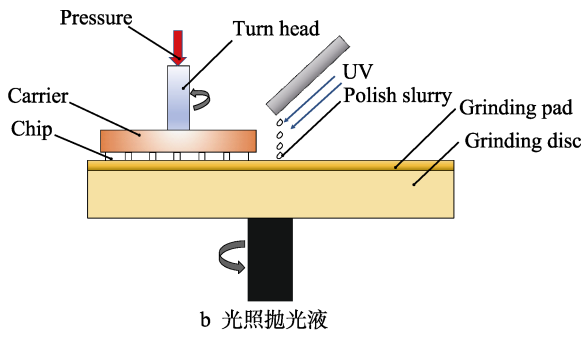
Fig.3 Comparison of 2D and 3D morphology before GaN Ga surface polishing:  
a) 2D morphology; b) 3D morphology

的粒径为 20 nm, 氧化铈 ( $\text{CeO}_2$ ) 的粒径为 12 nm, 二氧化钛 ( $\text{TiO}_2$ ) 为 P25 型, 粒径为 5 nm, 能够用作光催化剂。磨粒粒径大能够提高氮化镓材料去除率, 粒径小可以改善表面抛光质量。

使用 VK-X100/X200 (基恩士公司) 三维形貌仪和 ZYGO9000 白光干涉仪观测 GaN 晶片抛光前后表面形貌并检测其表面粗糙度, 在每个工件表面取 5 个点, 取平均值, GaN 晶片表面粗糙度测量点如图 4 所示。使用 FA2004 电子分析天平 (精度为 0.01 mg) 称量抛光前后氮化镓的质量, 每个工件称量 5 次, 取平均值。使用 Nova Nano SEM 450 (美国 FEI 公司) 扫描电镜同时检测三维表面形貌、能谱变化及主要元素含量变化。每次抛光时间为 2 h, 试验前后用无水

图 4 GaN 晶片 Ga 面  $R_a$  测量位置示意图  
Fig.4 Schematic representation of  $R_a$  measurement position on Ga-face of GaN wafer

a 光照抛光盘



b 光照抛光液

图 5 2 种不同光照试验的位置示意图

Fig.5 Schematic diagram for positions of two different lighting tests: a) light polishing disc b) light polishing solution

乙醇于超声波清洗仪中超声清洗 30 min, 从而去除表面黏结剂, 最后用空气喷枪吹干 GaN 晶片表面, 以便测量抛光后的质量及检测其三维表面形貌。

## 2.2 GaN CMP 试验原理

本文紫外光辅助 CMP 实验的示意图如图 5 所示, 分别在抛光盘或抛光液处使用波长  $<380$  nm 的 UV 灯照射, 以达到紫外光催化氮化镓化学机械抛光的目的。图 6 为氮化镓晶片-磨粒-抛光盘 CMP 模型图。

GaN 材料去除率 ( $\delta_{\text{MRR}}$ ) 的计算公式如式 (6) 所示。

$$\delta_{\text{MRR}} = \frac{10^7 \times \Delta m}{\rho S t} \quad (6)$$

式中:  $\Delta m$  为 GaN 抛光后的质量损失, g;  $t$  为抛光时间, h;  $\rho$  为 GaN 晶片的密度,  $\rho=6.15$  g/cm<sup>3</sup>;  $S$  为工件的接触面积,  $S=1.05$  cm<sup>2</sup>。

## 2.3 单因素试验方案

该抛光试验以 ZYP230 旋转摆动重力式研磨抛光机 (沈阳麦科) 为试验基础, 将波长  $<380$  nm 的紫外光源照射在化学机械抛光试验平台, 单因素试验方案如表 1 所示。通过改变抛光方式、光照方式、抛光液 pH 值、 $\text{H}_2\text{O}_2$  含量、抛光压力、抛光盘转速以及抛光液流量等因素, 选取合适的参数进行优化试验, 以获得低损伤高效率的氮化镓加工表面。

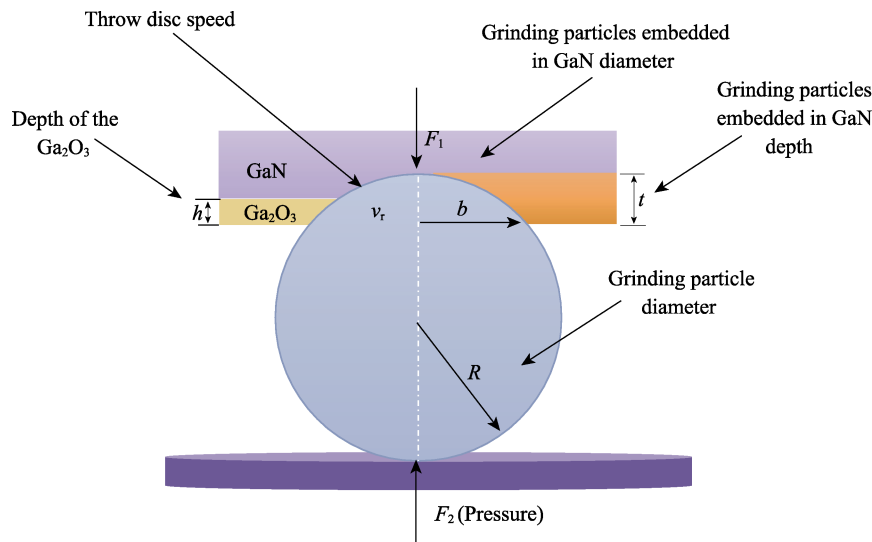


图 6 氮化镓晶片-磨粒-抛光盘 CMP 模型图<sup>[26]</sup>  
Fig.6 GaN chip-particle-polishing pad CMP model<sup>[26]</sup>

表 1 单因素试验方案  
Tab.1 Single-factor test protocol

Factors	Way/Parameter
Light polishing way	No light, light polishing liquid, light polishing disk
pH value	3, 5, 7, 9, 11
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> concentration (mass fraction)/%	2, 3, 4, 5
TiO <sub>2</sub> concentration (mass fraction)/%	1, 2, 3, 4
Polishing pressure/Pa	5 500, 10 500, 16 000, 21 000
Polishing disk speed/(r·min <sup>-1</sup> )	15, 30, 45, 60
Polishing fluid flow/(mL·min <sup>-1</sup> )	1.5, 2.0, 2.5, 3.0

2.4 正交试验方案

为了探究较优的抛光工艺参数并获取较高的材料去除率, 同时避免实验次数过多, 结合上述单因素试验分析结果, 选定光照、pH 值、抛光压力和抛光转速 4 个抛光工艺参数, 每个因素选取 3 个水平。在保证其余工艺参数不变的情况下, 进行四因素三水平正交试验, 正交试验的因素和水平如表 2 所示。

表 2 正交试验水平-因素  
Tab.2 Orthogonal test levels-factors

Factors levels	Light polishing way	pH value	Polishing pressure/ Pa	Polishing disk speed/ (r·min <sup>-1</sup> )
1	No light	7	10 500	15
2	Light polishing liquid	9	16 000	30
3	Light polishing disk	11	21 000	45

3 结果与讨论

3.1 光照方式对抛光效果的影响

为了探究不同光照方式对抛光效果的影响, 采用

光照抛光盘与光照抛光液等 2 种光照方式进行抛光试验, 抛光参数如下: pH 值为 5, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的质量分数为 3%, TiO<sub>2</sub> 的质量分数为 2%, 抛光压力为 10 500 Pa, 抛光盘转速为 30 r/min, 抛光液流量为 2.0 mL/min, 其余参数一致。抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度 Ra 的关系如图 7 所示。可知, 与无光照抛光方式相比, 光照抛光盘和光照抛光液的材料去除率更高, 抛光效果也更好。其中在光照抛光液的抛光

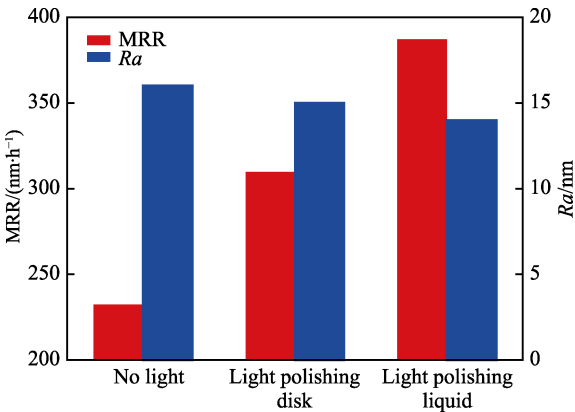


图 7 光照方式对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响  
Fig.7 Effect of illumination modes on the MRR and Ra of GaN



方式下,材料去除率最高,表面粗糙度最低,说明紫外光结合化学机械抛光的方式对 GaN 抛光具有可行性。

### 3.2 抛光液 pH 值对抛光效果的影响

为了探究抛光液 pH 值对抛光效果的影响,选择抛光 pH 值分别为 3、5、7、9、11,  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数为 3%,  $\text{TiO}_2$  的质量分数为 2%, 抛光压力为 10 500 Pa, 抛光盘转速为 30 r/min, 抛光液流量为 2.0 mL/min, 光照方式为光照抛光液, 其余参数一致, 抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度  $R_a$  的关系如图 8 所示。可知, 在酸性环境下, 随着 pH 值的升高, 材料去除率呈下降趋势, 材料粗糙度趋势是先缓慢上升后急剧上升; 在 pH 接近中性环境下, 材料去除率最低, 而粗糙度值最高; 在碱性环境下, 材料去除率先是急剧上升, 然后缓慢上升, 此时材料去除率最高, 表面粗糙度最低。

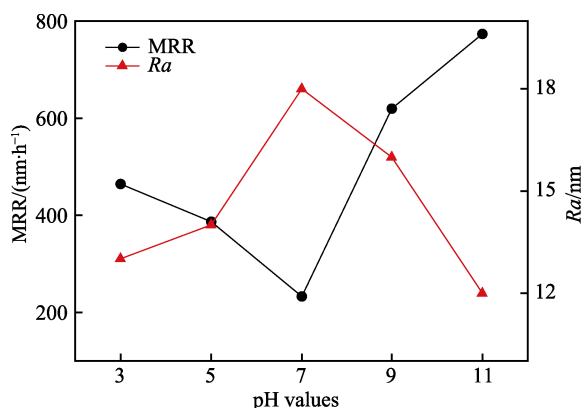


图 8 不同抛光液 pH 值含量对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响

Fig.8 Effect of different pH values of polishing fluid on the MRR and  $R_a$  of GaN

在酸性环境下,会产生大量的  $\text{H}^+$ , 吸附在 GaN 表面的  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  会被溶解。此时化学作用效果远远小于机械效果,造成生成物  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  无法及时溶解,最终导致材料去除率逐渐降低,粗糙度急剧升高。在接近中性环境下,去除率最低,粗糙度最大。在碱性环境下,溶液中  $\text{OH}^-$  不断增加,生成物  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  很快被腐蚀,此时化学作用大于机械作用,同时紫外光催化产生的  $\text{OH}^-$  具有强氧化性,加剧了生成物  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的腐蚀,故去除率急剧增大,表面粗糙度也在逐渐减小。同时,也说明氮化镓在紫外光照射下,碱性环境下的抛光效果比中性和酸性下的效果好。

### 3.3 $\text{H}_2\text{O}_2$ 含量对抛光效果的影响

为了探究  $\text{H}_2\text{O}_2$  含量对抛光效果的影响,选择  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数分别为 2%、3%、4%、5%, pH 值为 5,  $\text{TiO}_2$  的质量分数为 2%, 抛光压力为 10 500 Pa, 抛光盘转速为 30 r/min, 抛光液流量为 2.0 mL/min,

光照方式为光照抛光液,其余参数一致。抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度  $R_a$  的关系如图 9 所示。可知,当  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数从 2%到 3%时,氮化镓材料的去除率缓慢上升,表面粗糙度急剧下降;随着  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数从 3%到 4%,材料去除率进一步增大,表面粗糙度下降缓慢。在  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数为 4%时,材料去除率最大,表面粗糙度最小;当  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数从 4%到 5%时,材料去除率急剧下降,而表面粗糙度变大,抛光质量变差。

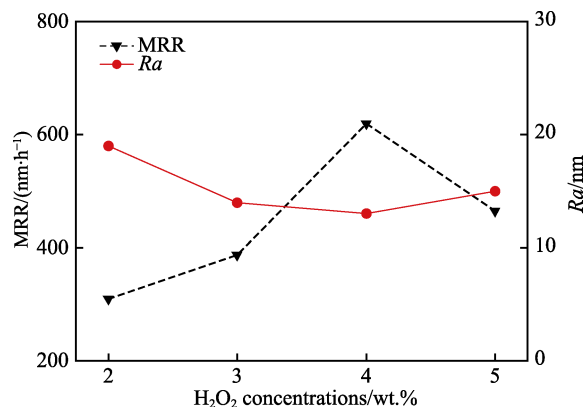


图 9 不同  $\text{H}_2\text{O}_2$  含量对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响

Fig.9 Effect of different  $\text{H}_2\text{O}_2$  concentrations on the MRR and  $R_a$  of GaN

溶液中  $\text{H}_2\text{O}_2$  的稳定性较差,容易在紫外光照射下分解,产生大量的  $\text{OH}^-$ , 溶解 GaN 表面生成物  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  的速度加快,此时化学作用大于机械作用,材料去除率急剧增大,表面粗糙度降低。当  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数为 4%时,化学作用与机械作用达到一种平衡,此时材料去除率最大,表面粗糙度最小。随着  $\text{H}_2\text{O}_2$  含量逐渐增加,机械作用大于化学作用,在表面生成物  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  上出现腐蚀坑现象,造成表面粗糙度差,材料去除率也下降,应该选定合适的  $\text{H}_2\text{O}_2$  含量。

### 3.4 $\text{TiO}_2$ 含量对抛光效果的影响

为了探究  $\text{TiO}_2$  含量对抛光效果的影响,选择  $\text{TiO}_2$  的质量分数分别为 1%、2%、3%、4%, pH 值为 5,  $\text{H}_2\text{O}_2$  的质量分数为 3%, 抛光压力为 10 500 Pa, 抛光盘转速为 30 r/min, 抛光液流量为 2.0 mL/min, 光照方式为光照抛光液,其余参数一致。抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度  $R_a$  的关系如图 10 所示。可知,当  $\text{TiO}_2$  的质量分数从 1%到 3%时,材料去除率急剧上升,表面粗糙度缓慢变低;当  $\text{TiO}_2$  的质量分数为 3%时,材料去除率最大,粗糙度最小;当  $\text{TiO}_2$  的质量分数从 3%到 4%时,材料去除率呈现下降趋势,表面粗糙度变差。

溶液中  $\text{TiO}_2$  作为光催化剂,在紫外光的照射下发生光催化反应,溶液中强氧化性  $\text{OH}^-$  不断增加,加

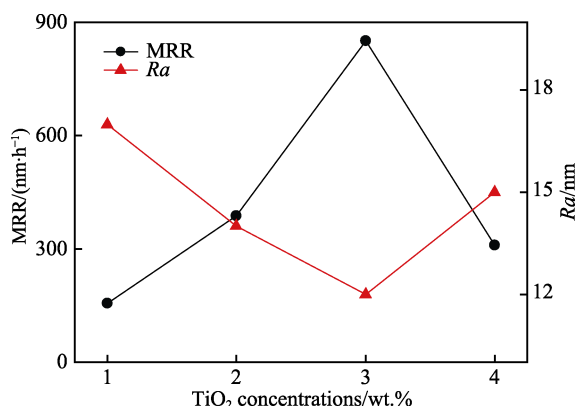


图 10 不同 TiO<sub>2</sub> 含量对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响

Fig.10 Effect of different TiO<sub>2</sub> concentrations on the MRR and Ra of GaN

速了生成物 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的腐蚀, 使表面去除率增大, 表面粗糙度下降。当 TiO<sub>2</sub> 的质量分数为 3% 时, 溶液中 TiO<sub>2</sub> 达到饱和。随着 TiO<sub>2</sub> 含量增加, 溶液中参与光催化的 TiO<sub>2</sub> 粒子增加, 抑制了光催化作用, 导致材料去除率下降, 表面粗糙度增大。因此选择合适的 TiO<sub>2</sub> 浓度, 有助于加快化学反应速率, 增大去除率, 降低表面粗糙度。

### 3.5 抛光压力对抛光效果的影响

为了探究抛光压力对抛光效果的影响, 选择抛光压力为 5 500、10 500、16 000、21 000 Pa, pH 值为 5, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的质量分数为 3%, TiO<sub>2</sub> 的质量分数为 2%, 抛光盘转速为 30 r/min, 抛光液流量为 2.0 mL/min, 光照方式为光照抛光液, 其余参数一致。抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度 Ra 的关系如图 11 所示。可知, 当抛光压力从 5 500 Pa 到 16 000 Pa 时, 材料去除率呈逐渐增大趋势, 而表面粗糙度先减小后增大; 当抛光压力从 16 000 Pa 到 21 000 Pa 时, 材料去除率降低, 表面粗糙度增大。当抛光压力为

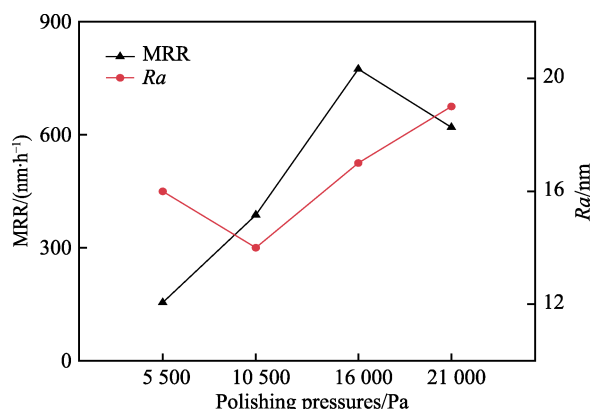


图 11 不同抛光压力对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响

Fig.11 Effect of different polishing pressures on the MRR and Ra of GaN

16 000 Pa 时, 材料去除率最大; 当抛光压力为 10 500 Pa 时, 表面粗糙度最小。

随着抛光压力不断增大, GaN 表面生成物 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在机械作用下被快速去除。此外, 随着压力的增大, 抛光垫-磨粒-晶片三者之间产生摩擦热, 加快化学反应, 此时材料去除率不断增大。随着抛光压力的增大, GaN 晶片与抛光垫之间的抛光液减少, 使化学与机械的协同作用失衡, 造成 GaN 表面粗糙度升高。在 GaN 化学机械抛光过程中, 应当选择适宜的抛光压力, 使化学与机械的协同作用达到一种平衡, 避免 GaN 晶片产生划痕、点蚀等现象。

### 3.6 抛光盘转速对抛光效果的影响

为了探究抛光盘转速对抛光效果的影响, 选择抛光盘转速为 15、30、45、60 r/min, pH 值为 5, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的质量分数为 3%, TiO<sub>2</sub> 的质量分数为 2%, 抛光压力为 10 500 Pa, 抛光液流量为 2.0 mL/min, 光照方式为光照抛光液, 其余参数一致。抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度 Ra 的关系如图 12 所示。可知, 当抛光盘转速从 15 r/min 到 45 r/min 时, 材料去除率趋势从缓慢增长到急剧增大, 表面粗糙度先降低后升高; 当抛光盘转速为 30 r/min 时, 表面粗糙度最低, 而当抛光盘转速为 45 r/min 时, 材料去除率最大; 当抛光盘转速从 45 r/min 到 60 r/min 时, 材料去除率急剧下降, 表面粗糙度进一步增大。

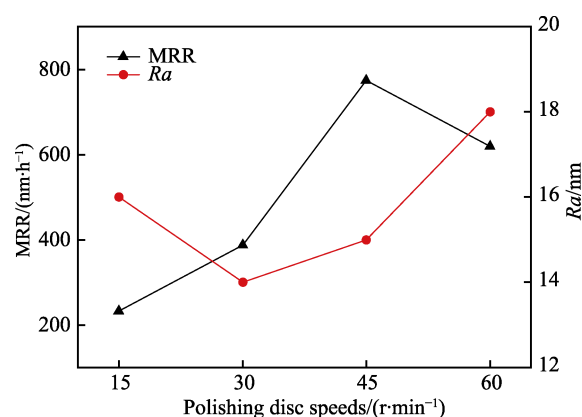


图 12 不同抛光盘转速对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响

Fig.12 Effect of different polishing disc speeds on the MRR and Ra of GaN

随着抛光盘转速的不断增大, 磨粒与晶片之间的接触面积变大, GaN 表面生成物 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在机械和化学协同作用下被快速去除, 材料去除率提高, 表面粗糙度变小; 随着转速继续提高, 在离心力作用下, 抛光盘-磨粒-GaN 晶片与抛光液之间产生相对运动, 抛光液不能够充分接触。此外, 转速过高, 表面会出现划痕、磕碰等现象, 使材料去除率下降, 表面粗糙度增大。因此, 选转合适的抛光转速能够增大抛光垫-磨

粒-GaN 晶片接触面积以及材料去除率,降低表面粗糙度。

3.7 抛光液流量对抛光效果的影响

为了探究抛光液流量对抛光效果的影响,选择抛光液流量为 1.5、2.0、2.5、3.0 mL/min, pH 值为 5, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的质量分数为 3%, TiO<sub>2</sub> 的质量分数为 2%, 抛光压力为 10 500 Pa, 抛光盘转速为 30 r/min, 光照方式为光照抛光液, 其余参数一致。抛光后氮化镓的材料去除率 MRR 与表面粗糙度 Ra 的关系如图 13 所示。可知, 随着抛光液流量从 1.5 mL/min 到 2.5 mL/min, 材料去除率呈现逐步上升的趋势, 表面粗糙度先是急剧下降, 后面是缓慢上升; 当抛光液流量从 2.5 mL/min 到 3.0 mL/min 时, 材料去除率急剧下降, 表面粗糙度显著增大。当抛光液流量为 2.0 mL/min 时, 表面粗糙度最小; 当抛光液流量为 2.5 mL/min 时, 材料去除率最大。

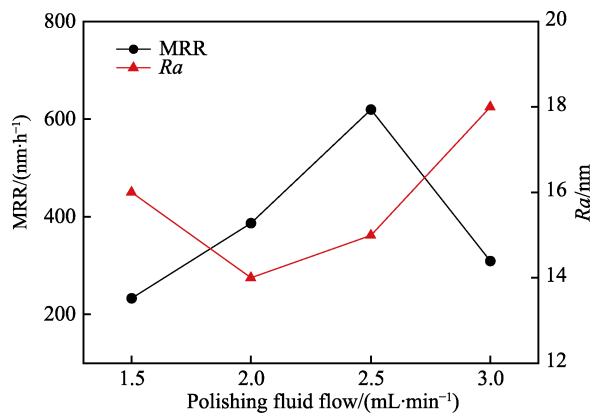


图 13 不同抛光液流量对氮化镓的表面粗糙度与材料去除率影响

Fig.13 Effect of different polishing fluid flow rates on the MRR and Ra of GaN

随着抛光液流量的不断增大,氧化剂接触面积和磨粒数目也不断上升, GaN 表面生成物 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在机械作用下被快速去除, 材料去除率呈上升趋势, 表面粗糙度变小。当继续提高抛光流量时, 参与作用的磨粒数目持续增加, 抛光垫-GaN 晶片两者间隙内的磨粒形成聚集, 有效磨粒数目减少并且嵌入深度远大于生成物 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的厚度, 表面容易形成划痕, 故材料去除率急剧下降, 表面粗糙度变大。

3.8 正交试验结果及分析

根据单因素试验结果, 选取其中 4 个因素(光照、pH 值、抛光压力和抛光转速)进行正交试验。GaN 晶片化学机械抛光正交试验方案如表 3 所示, 极差分析结果如表 4 所示, 表 4 中  $K_m$  ( $m$  为 A、B、C、D) 表示同一水平对应的不同影响因素下材料去除率的平均值,  $K_n$  ( $n$  为 1、2、3) 表示同一水平对应的不同影响因素下材料表面粗糙度的平均值,  $R_m$  和  $R_n$  表示不同影响因素水平对应的极差。通过极差 R 值能够

表 3 正交试验方案及结果  
Tab.3 Orthogonal test protocol and results

Test numbers	Number of test groups				Test results	
	Factors				$\delta_{MRR}/(\text{nm}\cdot\text{h}^{-1})$	Ra/nm
	A	B	C	D		
1	1	1	1	1	77.429	25
2	1	2	2	2	154.859	18
3	1	3	3	3	619.435	24
4	2	1	2	3	387.147	17
5	2	2	3	1	232.288	15
6	2	3	1	2	464.576	14
7	3	1	3	2	542.005	16
8	3	2	1	3	309.717	13
9	3	3	2	1	1 084.011	12

表 4 极差分析结果  
Tab.4 Extreme analysis results

Factors	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	Total
$K_{m1}$	283.908	335.527	283.907	464.576	3 871.467
$K_{m2}$	361.337	232.288	542.006	387.147	
$K_{m3}$	645.244	722.674	464.576	438.766	
Excellent level	$A_3$	$B_3$	$C_2$	$D_1$	
$R_m$	361.336	490.386	258.099	77.429	
Factor priority	$B>A>C>D$				
$K_{n1}$	22.333	19.333	17.333	17.333	154.000
$K_{n2}$	15.333	15.333	15.667	16.000	
$K_{n3}$	13.667	18.333	18.333	18.000	
Excellent level	$A_3$	$B_2$	$C_2$	$D_2$	
$R_n$	8.666	4.000	2.666	0.667	
Factor priority	$A>B>C>D$				



判别出各因素（光照、pH 值、抛光压力和抛光转速）对氮化镓材料去除率和表面粗糙度的影响效果。

通过极差法计算 GaN 晶片的材料去除率和表面粗糙度，结果如表 4 所示。通过表 4 中极差  $R_m$  可知，各因素水平按对 GaN 材料去除率的影响由大到小的顺序依次为  $B$ （pH 值）、 $A$ （光照）、 $C$ （抛光压力）、 $D$ （抛光转速），参数最优水平为  $A_3B_3C_2D_1$ ，故只考虑材料去除率最大的工艺参数组合为  $A_3B_3C_2D_1$ ，参数分别是光照抛光液，pH 值为 11，抛光压力为 16 000 Pa，

抛光转速为 15 r/min。  
由极差  $R_n$  可知，各因素水平按对 GaN 材料表面粗糙度的影响由大到小的顺序依次为  $A$ （光照）、 $B$ （pH 值）、 $C$ （抛光压力）、 $D$ （抛光转速），参数最优水平为  $A_3B_2C_2D_2$ ，故只考虑表面粗糙度最小的工艺参数组合为  $A_3B_2C_2D_2$ ，参数分别是光照抛光液，pH 值为 11，抛光压力为 16 000 Pa，抛光转速为 30 r/min。为了能够清晰了解和分析试验结果，绘制出不同指标随因素的变化趋势，如图 14 所示。

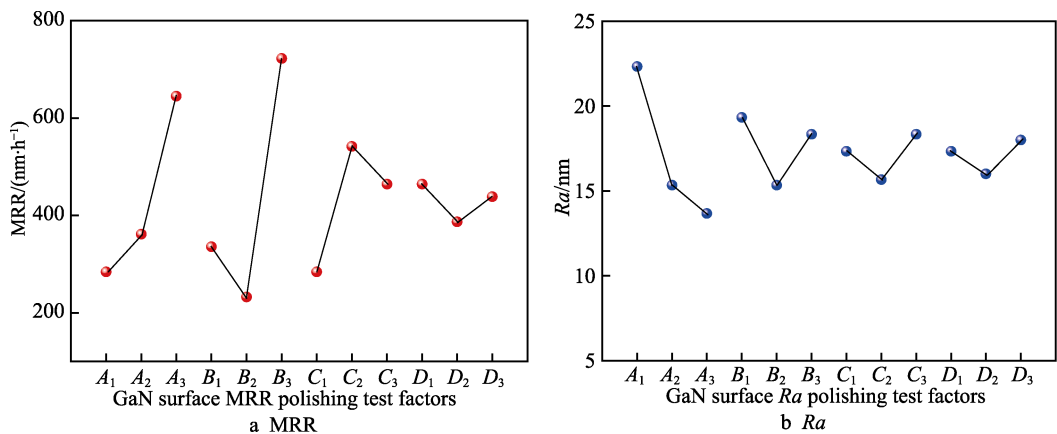


图 14 工艺参数对 GaN 的影响  
Fig.14 Effect of process parameters on GaN

3.9 优化试验结果及分析

根据上述单因素试验及正交试验对氮化镓抛光效果的影响，在满足 GaN 晶片材料去除率和表面粗糙度的前提下，选择合适的工艺参数（如表 5 所示）对 GaN 进行紫外光 UV 抛光试验，抛光试验后的氮化镓表面形貌如图 15a 所示，三维形貌如图 15b 所示。抛光后 GaN 表面粗糙度  $Ra$  值为 0.430 nm（测量面积为  $87.463\text{ }\mu\text{m}\times 87.463\text{ }\mu\text{m}$ ），材料去除率 MRR 值为  $698.864\text{ nm/h}$ 。

表 5 优化抛光工艺参数 Tab.5 Optimization of polishing process parameters	
Factors	Way/Parameter
Light polishing way	Light polishing slurry
pH value	11
TiO <sub>2</sub> concentration (mass fraction)	3%
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> concentration (mass fraction)	4%
Polishing pressure	16 000 Pa
Throw disc speed	30 r/min
Polishing fluid flow	2.5 mL/min

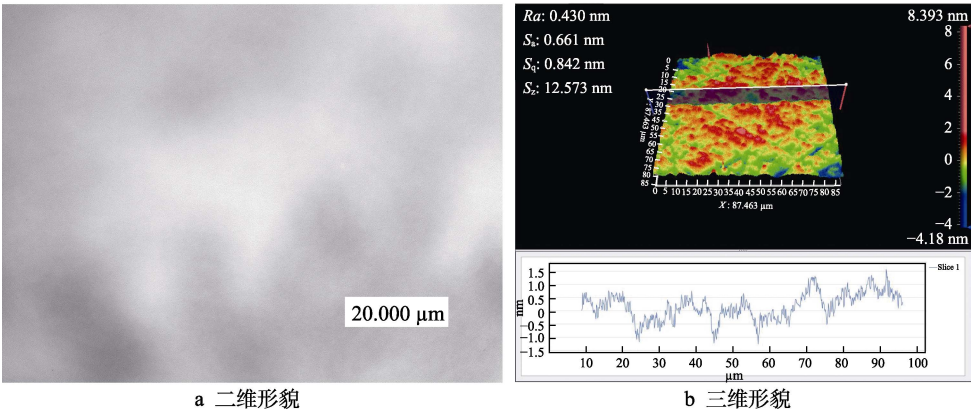


图 15 GaN Ga 面抛光后二维形貌和三维形貌对比  
Fig.15 Comparison of 2D and 3D morphology after GaN Ga surface polishing:  
a) 2D morphology; b) 3D morphology

### 3.10 GaN 晶片 EDS 分析

为了进一步探究 GaN 晶片在紫外光辅助化学机械抛光过程中的能谱变化及主要元素含量变化情况,采用扫描电镜进行检测。试验前后的能谱变化和主要元素含量(氧元素、氮元素、镓元素)变化如图 16

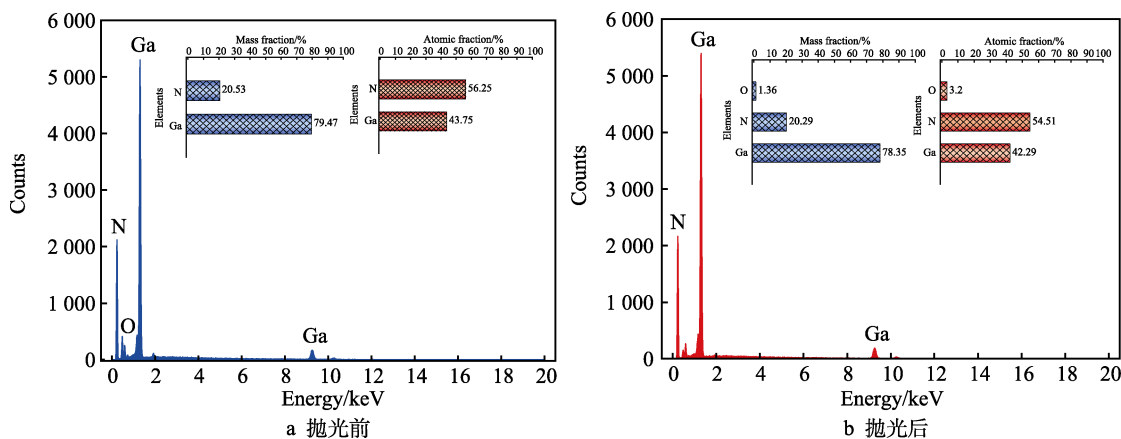


图 16 抛光试验前后能谱变化和主要元素含量变化

Fig.16 Changes in EDS and contents of major elements before and after polishing test:  
a) before polishing; b) after polishing

在紫外光催化辅助氮化镓化学抛光的过程中,在氮化镓(GaN)表面形成了氧化镓( $\text{Ga}_2\text{O}_3$ ),其莫氏硬度小于氮化镓的,因此在化学机械作用下能够迅速被去除。此外, $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 易溶于碱性溶液,从而导致部分氧化物被溶解,镓元素含量下降。氮元素在化学反应中被还原成氮气逸出,因此氮元素含量也随之降低。

## 4 结论

为了提高 GaN 晶片表面材料去除率并获得超光滑加工表面,采用了紫外光辅助催化化学机械抛光方法,根据试验可得出以下结论:

1) 通过自制抛光液,发现加入纳米  $\text{TiO}_2$  光催化剂磨料和采用光照抛光液方式能够获得比较好的抛光效果和低损伤高质量的超光滑表面。此外,紫外光+化学机械的复合抛光方式能够促进 GaN 表面生成物  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  被快速去除,极大地提高抛光效率。

2) GaN 晶片抛光效果受多种因素影响,包括  $\text{TiO}_2$  含量、pH 值、 $\text{H}_2\text{O}_2$  含量、抛光压力、抛光盘转速、抛光液流量以及光照方式等。在试验过程中,发现光照、pH 值、抛光压力和抛光转速对抛光效果产生了较为显著的影响。因此,合理选择这些参数,有望进一步提升 GaN 晶片抛光的效率与质量。

3) 通过对单因素试验和正交试验的抛光参数进行分析优化,可知 GaN 材料去除率达到  $698.864 \text{ nm/h}$ ;通过白光干涉仪观测可以获得  $R_a$  为  $0.430 \text{ nm}$  的亚纳米级超光滑 GaN 晶体表面,符合预期要求,为后续 GaN 抛光技术提供了新思路。

所示。可知,氮元素质量分数下降了  $0.24\%$ ,原子数分数下降了  $1.74\%$ ;镓元素质量分数下降了  $1.12\%$ ,原子数分数下降了  $1.46\%$ ;氧元素质量分数上升了  $1.36\%$ ,原子数分数上升了  $3.2\%$ 。因此,氧元素在抛光试验前后的峰值变化较为显著。

## 参考文献:

- [1] ZHANG L F, DENG H. Highly Efficient and Damage-Free Polishing of GaN (0001) by Electrochemical Etching-Enhanced CMP Process[J]. Applied Surface Science, 2020, 514: 145957.
- [2] 于颖. 半导体材料的发展现状[J]. 科技风, 2017(25): 219.
- [3] YU Y. Development Status of Semiconductor Materials [J]. Technology Wind, 2017(25): 219.
- [4] 寇青明, 钮市伟, 王永光, 等. 添加剂对电诱导 GaN 晶片化学机械抛光的影响[J]. 润滑与密封, 2020, 45(2): 110-114.
- [5] KOU Q M, NIU S W, WANG Y G, et al. Effect of Additives on Electro-Induced CMP of GaN Wafers[J]. Lubrication Engineering, 2020, 45(2): 110-114.
- [6] 熊朋, 王铮, 陈威, 等. 氮化镓晶片的CMP技术现状与趋势[J]. 电子工业专用设备, 2016, 45(1): 10-14.
- [7] XIONG P, WANG Z, CHEN W, et al. Situation and Development Tendency of CMP for GaN Chip[J]. Equipment for Electronic Products Manufacturing, 2016, 45(1): 10-14.
- [8] 陈欣, 郑菲, 董璐, 等. 氮化镓半导体材料发展现状[J]. 高科技与产业化, 2016(2): 90-94.
- [9] CHEN X, ZHENG F, DONG L, et al. Development Status of GaN Semiconductor Materials[J]. High-Technology & Commercialization, 2016(2): 90-94.
- [10] 冯家驹, 范亚明, 房丹, 等. 氮化镓功率电子器件封装技术研究进展[J]. 人工晶体学报, 2022, 51(4): 730-749.
- [11] FENG J J, FAN Y M, FANG D, et al. Research Progress of Gallium Nitride Power Electronic Device Packaging Technology[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2022, 51(4): 730-749.

- 730-749.
- [7] 魏斌. 基于纳米结构的 GaN 基光电器件的制备及性能研究[D]. 济南: 山东大学, 2020.  
WEI B. Preparation and Properties of GaN-Based Optoelectronic Devices Based on Nanostructures[D]. Jinan: Shandong University, 2020.
  - [8] 文剑, 曾健平, 晏敏. 微波功率器件及其材料的发展和应用前景[J]. 电子与封装, 2005, 5(11): 1-8.  
WEN J, ZENG J P, YAN M. The Utilities and the Prospect of the Microwave Power Device[J]. Electronics & Packaging, 2005, 5(11): 1-8.
  - [9] KAWAGUCHI K, WANG Y, XU J X, et al. Cooperative Roles of Chemical Reactions and Mechanical Friction in Chemical Mechanical Polishing of Gallium Nitride Assisted by OH Radicals: Tight-Binding Quantum Chemical Molecular Dynamics Simulations[J]. Physical Chemistry Chemical Physics, 2021, 23(7): 4075-4084.
  - [10] ZHANG L F, LU D, DENG H. Study on Material Removal Mechanisms in Electrochemical Etching-Enhanced Polishing of GaN[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2022, 73(12): 903-913.
  - [11] 卓志佳. 单晶 GaN 电芬顿化学机械抛光加工机理研究[D]. 广州: 广东工业大学, 2022.  
ZHUO Z J. Research on the Mechanism of Single Crystal GaN Electro Fenton Chemical Mechanical Polishing[D]. Guangzhou: Guangdong University of Technology, 2022.
  - [12] 朱烨博. 抛光液组分对 c 面(0001)氮化镓 CMP 性能的影响研究[D]. 天津: 河北工业大学, 2022.  
ZHU Y B. Study on the Influence of Polishing Solution Composition on CMP Performance of c-Plane (0001) Gallium Nitride[D]. Tianjin: Hebei University of Technology, 2022.
  - [13] 罗付, 牛新环, 张银婵, 等. 氮化镓化学机械抛光中抛光液的研究进展[J]. 半导体技术, 2022, 47(2): 81-86.  
LUO F, NIU X H, ZHANG Y C, et al. Research Progress of Slurry in Chemical Mechanical Polishing of Gallium Nitride[J]. Semiconductor Technology, 2022, 47(2): 81-86.
  - [14] 钮市伟, 陈瑶, 王永光, 等. 氮化镓晶片的化学机械抛光工艺[J]. 科学技术与工程, 2020, 20(19): 7639-7643.  
NIU S W, CHEN Y, WANG Y G, et al. Chemical Mechanical Polishing Technology of GaN Chip[J]. Science Technology and Engineering, 2020, 20(19): 7639-7643.
  - [15] WANG J, WANG T Q, PAN G S, et al. Effect of Photocatalytic Oxidation Technology on GaN CMP[J]. Applied Surface Science, 2016, 361: 18-24.
  - [16] 李晖, 高飞, 徐世海, 等. GaN 单晶片的表面加工工艺研究[J]. 半导体技术, 2018, 43(12): 918-922.  
LI H, GAO F, XU S H, et al. Study on Surface Technical Processing of GaN Single Crystal Wafer[J]. Semiconductor Technology, 2018, 43(12): 918-922.
  - [17] 韦伟, 张保国, 王万堂, 等. 光催化氧化对 GaN 材料腐蚀电化学及化学机械抛光的影响[J]. 电镀与涂饰, 2021, 40(1): 41-47.  
WEI W, ZHANG B G, WANG W T, et al. Effect of Photocatalytic Oxidation on Corrosion Electrochemistry and Chemical Mechanical Polishing of GaN[J]. Electropolishing & Finishing, 2021, 40(1): 41-47.
  - [18] HIDEO A, HIDEOTOSHI T, TOSHIRO D. Analysis of Mechanically Induced Subsurface Damage and Its Removal by Chemical Mechanical Polishing for Gallium Nitride Substrate[J]. Precision Engineering, 2021, 67: 350-358.
  - [19] 于璇. 氮化镓材料化学机械抛光速率及电化学特性的研究[D]. 天津: 河北工业大学, 2019.  
YU X. Study on Chemical Mechanical Polishing Rate and Electrochemical Characteristics of Gallium Nitride Materials [D]. Tianjin: Hebei University of Technology, 2019.
  - [20] 黄银黎. 基于芬顿反应的氮化镓 CMP 实验研究[D]. 广州: 广东工业大学, 2020.  
HUANG Y L. Experimental Study on Gallium Nitride CMP Based on Fenton Reaction[D]. Guangzhou: Guangdong University of Technology, 2020.
  - [21] 李刚, 王扬渝, 文东辉. 水合抛光加工的运动学特性[J]. 机械工程学报, 2015, 51(11): 201-206.  
LI G, WANG Y Y, WEN D H. Uniformity of Kinematic Trajectory in Hydration Polishing Process[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2015, 51(11): 201-206.
  - [22] 阎秋生, 蔡志航, 潘继生, 等. 磁流变变间隙动压平坦化加工的工艺及机理[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2022, 42(4): 488-494.  
YAN Q S, CAI Z H, PAN J S, et al. Process and Mechanism of Magnetorheological Variable Gap Dynamic Pressure Planarization Finishing[J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2022, 42(4): 488-494.
  - [23] 黄亦申, 赵彬善, 黄水泉, 等. 脉冲磁场辅助磁性复合磨粒化学机械抛光技术及其加工试验研究[J]. 中国机械工程, 2014, 25(9): 1175-1179.  
HUANG Y S, ZHAO B S, HUANG S Q, et al. Pulse Electromagnetic Field-Assisted Chemical Mechanical Polishing Utilizing Magnetic Composite Abrasives Slurry and Its Polishing Performance[J]. China Mechanical Engineering, 2014, 25(9): 1175-1179.
  - [24] 卫静. 纳米光催化材料性能研究及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2020.  
WEI J. Research and Application of Nanometer Photocatalytic Materials[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2020.
  - [25] 路家斌, 熊强, 阎秋生, 等. 紫外光催化辅助 SiC 抛光过程中化学反应速率的影响[J]. 表面技术, 2019, 48(11): 148-158.  
LU J B, XIONG Q, YAN Q S, et al. Effect of Chemical Reaction Rate in Ultraviolet Photocatalytic Auxiliary SiC Polishing Process[J]. Surface Technology, 2019, 48(11): 148-158.
  - [26] WANG J, WANG T Q, PAN G S, et al. Mechanism of GaN CMP Based on H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Slurry Combined with UV Light[J]. ECS Journal of Solid State Science and Technology, 2015, 4(3): 112-117.