

## ارتقاء نانومتري صافي سطح ساچمه‌هاي سيليكون نيترايد ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) با استفاده از پرداختکاری شيميايي - مکانیکی (CMP)

مهرداد وحدتی\*

دانشیار، گروه مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران، ایران

سید عادل عاملی کلخوران

دانشجوی دکتری، گروه مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران، ایران

### چکیده

پرداختکاری شیمیایی- مکانیکی (CMP)، یکی از روش‌های پرداختکاری نانومتري ساچمه‌ها و ویفرهای غیرفلزی، مانند ساچمه‌های سیلیکون نیترايد و انواع سرامیک‌ها می‌باشد. در این فرآیند، ذرات ساینده ( $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) که سختی کمتری نسبت به قطعه‌کار دارند، در سیالی غوطه‌ور هستند. در همین حالت، قطعه‌کار با سیال پایه (آب، هوا، آب اکسیژنه و یا روغن) واکنش شیمیایی داده و یک لایه نازک سیلیکا ( $\text{SiO}_2$ ) روی سطح قطعه‌کار ایجاد می‌شود. برداشت لایه نازک اکسیدشده، توسط ذرات ساینده، در نتیجه این واکنش، به راحتی از سطح قطعه‌کار انجام می‌گیرد. عوامل موثر در پرداختکاری شیمیایی- مکانیکی شامل ۱- غلظت ذرات ساینده، ۲- سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، ۳- زمان پرداختکاری و ۴- نوع ذرات ساینده است که با تغییر هر کدام، عواملی مانند ۱- زبری سطح، ۲- کرویت و ۳- نرخ براده‌برداری تغییر می‌کند. در تحقیق حاضر، برای پرداخت شیمیایی- مکانیکی ساچمه‌های سیلیکون نیترايد، دستگاهی آزمایشگاهی طراحی و ساخته شد و جمعاً ۲۴ آزمایش برای بررسی فاکتورهای ذکر شده بر صافی سطح قطعه‌کار و نرخ برداشت ماده، با نرم‌افزار Minitab، طراحی و انجام گردید. برای هر کدام از فاکتورها، دو سطح تنظیم شد و پس از آنالیز واریانس نتایج تجربی، معادله‌های رگرسیون برای صافی سطح و نرخ برداشت ماده بدست آمد. در آزمایش‌های انجام شده، با استفاده از هر سه ذره ساینده، با افزایش زمان پرداختکاری، سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز و غلظت ذرات ساینده، میزان برداشت ماده بیشتر شده و کیفیت سطح نیز بهبود یافت. ریخت‌شناسی زبری سطح با استفاده از طیف‌نمائی پرتو ایکس مطالعه شد. همچنین، امکان‌پذیری انجام واکنش‌های شیمیایی توسط معادله انرژی آزاد گیبس بررسی گردید. در نهایت، راه‌کارهایی برای پرداخت بهینه ساچمه‌های سرامیکی با توجه به شرایط آزمایشگاهی و آنالیز واریانس پیشنهاد شد. مقایسه نتایج تجربی نشان داد که زبری سطح ساچمه‌های پرداخت‌شده توسط ذرات ساینده  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  به مراتب بهتر از دو ساینده دیگر است ( $R_a = 69 \text{ nm}$ ).

واژه‌های کلیدی: پرداختکاری شیمیایی- مکانیکی، صافی سطح، نرخ برداشت ماده، سیلیکون نیترايد.

## Nano-Metric Enhancement of Surface Roughness of Silicon Nitride balls ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) by Chemical Mechanical Polishing (CMP)

M. Vahdati

Department of Mechanical Engineering, K.N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

S. A. Ameli Kalkhoran

Department of Mechanical Engineering, K.N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

### Abstract

Chemical Mechanical Polishing (CMP) is one of the nano-metric polishing processes of non-metal balls and wafers such as silicon nitride balls and various ceramics. In this process, abrasive particles ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$  and  $\text{ZrO}_2$ ) which have lower hardness than workpiece are floated in some fluid. In this state, the workpiece reacts chemically with base fluid (water, air, hydrogen peroxide and or oil), forming a thin layer of silica ( $\text{SiO}_2$ ) on the surface of the workpiece. Removal of the thin oxidized surface layer of the workpiece by abrasive particles, as a result of the chemical reaction, is easily done. Effective parameters of Chemical- Mechanical Polishing include 1- density of abrasive particles, 2- spindle speed of milling machine, 3- polishing time and 4- kind of abrasive particles which by altering of each, factors such as 1- surface roughness, 2- sphericity and 3- material removal rate change. In the present research, a laboratory device is designed and manufactured for chemically- mechanically polishing of silicon nitride balls and 24 experiments are designed by Minitab software and done to investigate effects of the mentioned factors on surface roughness and material removal rate. For each of the factors two levels is set, after variance analysis of the experimental results, regression equations of the surface roughness and material removal rate were achieved. By increase of polishing time, spindle speed of milling machine and density of all three kinds of abrasives during experiments, material removal rate increased and surface roughness enhanced. Morphology of surface roughness by X-Ray photo-electron spectroscopy (XPS) was studied. Probability of chemical reactions by Gibbs free energy equations was also investigated. Eventually, approaches for optimized polishing of ceramic balls were proposed due to the experimental conditions and analysis of variance. Comparison of the experimental results showed that the surface roughness of balls polished by the  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  abrasive particles ( $R_a = 69 \text{ nm}$ ) was far better than the other two abrasives, and equals.

**Keywords:** Chemical- Mechanical Polishing (CMP), Surface Roughness, Material Removal Rate (M.R.R.), Silicon Nitride.

متداول و غیر متداول<sup>۲</sup> تقسیم می‌شوند. محدودیت ماشینکاری‌های متداول، باعث ایجاد حفره، میکرو- ترک و خراش‌های کوچک بر روی سطح قطعه‌کار می‌شود که نتیجه این عیوب، کاهش مقاومت خستگی،

### ۱- مقدمه

فرآیندهای میکرو/ نانو ماشینکاری<sup>۱</sup>، به طور عمده به دو گروه

<sup>2</sup> Traditional and Non-Traditional

<sup>1</sup> Micro/Nano Machining

\* نویسنده مکاتبه کننده، آدرس پست الکترونیکی: vahdati@kntu.ac.ir

تغییر پروفیل مربوطه و کیفیت سطح قطعه کار می‌باشد. از طرفی روش‌های متداول ماشینکاری، توانایی پرداختکاری صفحه‌های نازک سرامیکی و شکل‌های پیچیده و غیر تخت را ندارند، بنابراین فرآیندهای غیرمتداول ماشینکاری، برای پرداخت سرامیک‌ها و انواع مختلف مواد غیر فلزی در حال توسعه‌اند [۱]. یکی از روش‌های غیر متداول ماشینکاری که در پرداخت سطوح ساجمه‌های سیلیکون نیتراید به کار می‌رود، پرداختکاری به روش شیمیایی- مکانیکی<sup>۱</sup> می‌باشد که این ساجمه‌ها در ساخت بلبرینگ‌های هیبریدی<sup>۲</sup> کاربرد دارند [۲].

در این فرآیند، ذرات ساینده عموماً نرم‌تر از قطعه کار هستند، بنابراین آسیب‌های سطحی ناشی از اعمال نیروی مکانیکی در سطح قطعه کار، به کم‌ترین مقدار رسیده و یا از بین می‌رود. در حین فرآیند و تحت شرایط ماشینکاری، واکنش‌هایی شیمیایی بین قطعه کار، ذرات ساینده و محیط ماشینکاری انجام می‌گیرد. محصولات این واکنش‌ها به صورت یک لایه‌ی غیر فعال در سطح قطعه کار ایجاد می‌شود. این لایه که سختی آن کمتر از ذرات ساینده می‌باشد، از سطح قطعه کار بصورت مکانیکی برداشته می‌شود. بدین ترتیب، براده‌برداری از سطح قطعه کار صورت می‌گیرد (در حد ۰/۱nm در هر مرحله از ماشینکاری). این فرآیند بعد از برداشت لایه غیر فعال ایجاد شده، ادامه می‌یابد و عمل براده‌برداری در زمانی معین به صورت کامل انجام می‌شود [۳].

پرداختکاری شیمیایی- مکانیکی، اولین بار توسط کیکوچی و همکاران برای پرداختکاری سیلیکون تک کریستال با استفاده از ذرات ساینده نرم (کربنات باریوم<sup>۳</sup>) معرفی شد. آنها با استفاده از ذرات ساینده- ای مثل کربونات کلسیم<sup>۴</sup>، اکسید منیزیم<sup>۵</sup>، سیلیکا<sup>۶</sup>، اکسیدهای آهن<sup>۷</sup>، اکسید کروم<sup>۸</sup>، قطعه کارهایی از جنس سیلیکون تک کریستال را پرداختکاری کردند. طی آزمایش‌های انجام گرفته، مشخص شد که اکسید کروم مناسب‌ترین ماده برای پرداختکاری شیمیایی- مکانیکی این ماده است [۴].

ژو و همکاران، به مطالعه تاثیر فسفریک اسید<sup>۹</sup> و سدیم هیدروکسید<sup>۱۰</sup> در پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی اکسید گالیم<sup>۱۱</sup> پرداختند. نتایج نشان داد که فسفریک اسید نسبت به سدیم هیدروکسید در پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی انجام یافته کارا تر است [۵].

ژانگ و همکاران، دوغابی دوست‌دار محیط زیست، جهت پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی صفحه‌های مسی با استفاده از پراکسید هیدروژن<sup>۱۲</sup> و کربونیل سولفید<sup>۱۳</sup> ساختند که از تشکیل

یون‌های سمی مس<sup>۱۴</sup> حین پرداختکاری جلوگیری کرد [۶].  
کوماندوری و همکاران، بر روی جزئیات مکانیسم براده‌برداری ساجمه‌های سیلیکون نیتراید با استفاده از ذرات ساینده اکسید کروم مطالعه داشتند. آنها طی آزمایش‌های صورت گرفته نشان دادند که این ساینده به عنوان یک کاتالیزور، نقش مهم‌تر و فعال‌تری از آب، در واکنش شیمیایی با سیلیکون نیتراید و تشکیل سیلیکات کروم<sup>۱۵</sup> و نیتريد کروم<sup>۱۶</sup> دارد [۷].

چن و همکاران، از پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی جهت بهبود صافی سطح ویفرهای سیلیکونی استفاده کردند. نتایج نشان داد که وضعیت تماس مابین ذرات ساینده و پد پرداخت از تماس الاستیک به تماس پلاستیک، با افزایش فشار کاری تغییر می‌کند [۸].

فرسبرگ و همکاران، اثر بور و فسفر را در پرداختکاری سیلیکون تک کریستال، هم‌چنین مکانیزم تاثیر جهات کریستالی بر سرعت براده‌برداری را بررسی کردند. آنها نشان دادند که با افزایش غلظت بور در سیال پرداختکاری، سرعت براده‌برداری کاهش می‌یابد [۹].

ماندال و همکاران، به بررسی طبیعت شیمیایی پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی الماس با استفاده از دوغاب پرداختکاری آلکالین<sup>۱۷</sup> پرداختند. نتایج نشان داد که افزودن اگزالیک اسید<sup>۱۸</sup>، سبب تشدید نرخ براده‌برداری لایه‌های الماس می‌شود [۱۰].

کیم و همکاران، از پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی جهت افزایش عمر خستگی قطعه کارهایی از جنس تنگستن استفاده کردند. آنها به این نتیجه رسیدند که شکل و پیکربندی ذرات تشکیل دهنده دوغاب، نقش مهمی در کیفیت سطح حاصله ایفا می‌کند [۱۱].

سانگ و همکاران، به مطالعه خواص، مکانیزم‌های پرداختکاری و فرمولاسیون دوغاب در پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی قطعه کارهای بی‌شکل<sup>۱۹</sup> از جنس  $Ge_2Sb_2Te_5$  پرداختند. آنها با استفاده از محلول پسا تمیزکننده<sup>۲۰</sup>، از باقی ماندن ذرات بر سطح قطعه کار جلوگیری کردند [۱۲].

پن و همکاران، به مطالعه محصولات شیمیایی تشکیل شده طی پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی یاقوت کبود پرداختند. نتایج نشان داد که برداشت ماده طی فرآیند، در مقیاس اتمی محصولات شیمیایی صورت می‌پذیرد [۱۳].

بسیم و همکاران، از پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی جهت بهبود صافی سطح ایمپلنت‌های پایه تیتانیومی استفاده کردند. نتایج مطالعه آنها نشان داد که پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی، رشد باکتری بر سطح ایمپلنت‌های تیتانیومی را با تشکیل لایه اکسید سطحی نازک محدود می‌کند [۱۴].

ژوناس و همکاران، از پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی قطعه- کارهایی از جنس شیشه با استفاده از اکسید سریم<sup>۲۱</sup> بهره بردند.

<sup>1</sup> Chemical-Mechanical Polishing (CMP)

<sup>2</sup> Hybrid Bearings

<sup>3</sup> BaCO<sub>3</sub>

<sup>4</sup> CaCO<sub>3</sub>

<sup>5</sup> MgO

<sup>6</sup> SiO<sub>2</sub>

<sup>7</sup> Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

<sup>8</sup> Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

<sup>9</sup> H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

<sup>10</sup> NaOH

<sup>11</sup> Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

<sup>12</sup> H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

<sup>13</sup> COS

<sup>14</sup> Cu<sup>2+</sup>

<sup>15</sup> Cr<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>

<sup>16</sup> CrN

<sup>17</sup> Alkaline

<sup>18</sup> Oxalic Acid

<sup>19</sup> Amorphous

<sup>20</sup> Post-Cleaning Solution

<sup>21</sup> CeO<sub>2</sub>



شکل ۱- دستگاه طراحی و ساخته شده، قبل از ریختن دوغاب فرآیند

جدول ۱- مشخصات ذرات ساینده

نوع ذرات ساینده	چگالی gr/cm <sup>3</sup>	سختی	
		Mooh	Knoop kg/mm <sup>2</sup>
ZrO <sub>2</sub>	۵,۸۵	۸	۱۲۰۰
CeO <sub>2</sub>	۷,۱۳	۶	۷۰۰
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۵,۲۵	۶	۸۲۰

جدول ۲- آنالیز شیمیایی ساچمه‌های سیلیکون نیتراید

Al	C	Ca	Fe	Mg	O	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
≤۰,۵۳	≤۰,۸	≤۰,۰۵	≤۰,۲۰	۰,۵-۰,۹	۲,۳-۳,۳	۹۵,۲-۹۷,۴

طراحی آزمایش‌ها، با استفاده از نرم افزار Minitab و روش فاکتوریل کامل انجام گرفت و جهت جلوگیری از خطاهای سیستماتیک، به روش تصادفی انجام شدند. جدول ۳ سطوح و مقادیر پارامترهای بکاررفته طی آزمایش‌های تجربی را نشان می‌دهد. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، برای پارامترهای کمی، دو سطح انتخاب شده است. قبل از انجام آزمایش‌ها، قطر و کرویت اولیه قطعه‌کارها به ترتیب ۱۱ میلی‌متر و ۰,۴۵ میکرومتر اندازه‌گیری شد.

زبری سطح ساچمه‌ها با استفاده از دستگاه زبری‌سنج Perth-Meter M3 چهار بار اندازه گرفته شده و میانگین آن‌ها به عنوان میانگین کل در نظر گرفته شد (cut-off: 0.6 mm). برای مقید کردن ساچمه‌ها در حین زبری‌سنجی، یک قید طراحی و ساخته شد. دستگاه زبری‌سنج و قید ساخته شده، در شکل ۲ نشان داده شده است.

جدول ۳- جدول پارامترهای بکاررفته طی آزمایش‌های تجربی

۴۰, ۶۰	زمان انجام آزمایش‌ها (min)
۶۰۰, ۹۰۰	سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز (r.p.m)
۱۰۵, ۱۴۰	غلظت ذرات ساینده (gr/lit)
اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم، اکسید سریم	نوع ذرات ساینده
ساچمه‌های سیلیکون نیتراید	قطعه‌کار
قطر اولیه: ۱۱ میلی‌متر	
کرویت اولیه: ۰,۴۵ میکرومتر	

مطالعه آنها نشان داد که ویژگی‌های شیمیایی، از قبیل حضور یون‌های سدیم نقش مهمی را در پرداخت شیشه ایفاء می‌کنند [۱۵].

هدف این پژوهش، تعیین مناسب‌ترین و تاثیرگذارترین ساینده و سیال پایه برای پرداخت عاری از آسیب‌های سطحی و با صافی سطح بسیار بالا، برای ساچمه‌های سیلیکون نیتراید برای عملکرد با قابلیت انکای بسیار بالا در کاربردهایی از قبیل یاتاقان‌های موتور هواپیما، کله‌گی ماشین فرزهای سرعت بالا و خودروهای روز دنیا اشاره داشت. برای این منظور، آزمایش‌هایی جهت مطالعه تأثیر غلظت ذرات ساینده، زمان انجام آزمایش، نوع ذرات ساینده، سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز بر زبری سطح و میزان برداشت ماده توسط نرم‌افزار Minitab به روش فاکتوریل کامل<sup>۱</sup> طراحی شد. امکان‌پذیری ترمودینامیکی انجام واکنش‌های شیمیایی، مابین ذرات ساینده و قطعه‌کار، بر اساس تغییر انرژی آزاد گیبس، بررسی گردید. واکنش‌های شیمیایی، تنها در صورتی بطور متوالی رخ خواهند داد که لایه‌های اکسید تشکیل شده بر سطح قطعه‌کار، بصورت مکانیکی برداشته شوند، که لازمه ادامه پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی می‌باشد. بنابراین، مکانیزم پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی ساچمه‌های سیلیکون نیتراید بر مبنای تحلیل‌های ترمودینامیکی و سینماتیک ارائه شده است. در این پژوهش، هم‌چنین، مورفوگرافی سطح قطعه‌کار، با استفاده از طیف‌نمائی پرتو ایکس<sup>۲</sup>، و نیز امکان‌پذیری انجام واکنش‌های شیمیایی توسط معادله انرژی آزاد گیبس، مطالعه و راه‌کارهایی برای پرداخت بهینه ساچمه‌های سرامیکی با توجه به شرایط آزمایشگاهی ارائه گردید.

## ۲- مواد و روش آزمایش

در این مقاله بصورت سیستماتیک به بررسی نتایج پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی ساچمه‌های سیلیکون نیتراید با ساینده‌های اکسید آهن، اکسید سریم و اکسید زیرکونیوم<sup>۳</sup> با مش‌بندی ۱۵ میکرومتری پرداخته شده است. در این راستا، سیال پرداختکاری با غلظت‌های ۱۰۵ و ۱۴۰ گرم در لیتر با پایه آب ساخته شد. شکل ۱ دستگاه طراحی و ساخته شده برای انجام آزمایش‌های تجربی را قبل از ریختن دوغاب نشان می‌دهد. طی هر آزمایش از یک ساچمه سیلیکونی و هفت ساچمه فولادی استفاده شد.

جدول ۱ خواص ساینده‌های مختلف به‌کاررفته در این پژوهش، با قابلیت نسبی، برای استفاده در پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی ساچمه‌های سیلیکون نیتراید را نشان می‌دهد. هم‌چنین، قبل از انجام آزمایش‌ها، بر روی ساچمه‌های سیلیکون نیتراید، آنالیز شیمیایی صورت پذیرفت که نتایج آن طبق جدول ۲ می‌باشد.

<sup>1</sup> Full Factorial

<sup>2</sup> X-Ray photo- electron spectroscopy (XPS)

<sup>3</sup> ZrO<sub>2</sub>

جدول ۴- نتایج تجربی زبری سطح (نانومتر)، نرخ برداشت ماده (گرم در ثانیه) برای هر سه ساینده اکسید آهن، اکسید سربیم و اکسید

زیرکونیوم					
ZrO <sub>2</sub>		CeO <sub>2</sub>		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
R.	M.R.R	R.	M.R.R	R.	M.R.R.
۲۱۵	۰,۰۰۰۹	۱۸۲	۰,۰۰۰۶	۱۳۰	۰,۰۰۰۹
۲۱۰	۰,۰۰۰۳	۲۱۰	۰,۰۰۰۴	۱۵۷	۰,۰۰۰۶
۲۰۵	۰,۰۰۰۴	۱۹۵	۰,۰۰۱۱	۱۵۳	۰,۰۰۰۷
۱۷۵	۰,۰۰۰۷	۱۵۳	۰,۰۰۰۳	۱۹۳	۰,۰۰۰۴
۲۰۳	۰,۰۰۰۴	۲۰۳	۰,۰۰۰۶	۱۱۵	۰,۰۰۰۹
۱۸۰	۰,۰۰۰۷	۱۷۷	۰,۰۰۰۷	۶۹	۰,۰۰۰۱
۱۷۴	۰,۰۰۰۷	۲۰۸	۰,۰۰۰۵	۱۲۵	۰,۰۰۰۸
۱۵۸	۰,۰۰۰۲	۱۸۳	۰,۰۰۰۹	۱۸۶	۰,۰۰۰۵

جدول ۵، آنالیز واریانس نرخ برداشت ماده، برای هر سه ذره ساینده اکسید آهن، اکسید سربیم و اکسید زیرکونیوم را نشان می‌دهد. همانطور که از مقادیر P-Value ملاحظه می‌شود، پارامترهای مورد مطالعه با اطمینان بالای ۹۵ درصد موثر هستند.

جدول ۵- آنالیز واریانس نرخ برداشت ماده

Analysis of Variance for M.R.R.				
Source	DF	P-Values of Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P-Values of CeO <sub>2</sub>	P-Valued of ZrO <sub>2</sub>
Main Effects	۳	۰,۰۳۱	۰,۰۰۳	۰,۰۰۷
r. p. m	۱	۰,۰۱۵	۰,۰۴۵	۰,۰۰۳
time	۱	۰,۰۳۱	۰,۰۰۱	۰,۰۰۳
Density	۱			
Residual error	۴			
Total	۷			

جدول ۶، آنالیز واریانس زبری سطح ساچمه‌ها را برای هر سه ذره ساینده نشان داده، ملاحظه می‌گردد، مشابه نتایج حاصل برای نرخ برداشت ماده، تمام پارامترهای مورد مطالعه با اطمینان بالای ۹۵ درصد موثر می‌باشند.

جدول ۶- آنالیز واریانس زبری سطح قطعه‌کار

Analysis of Variance for Roughness				
Source	DF	P-Values of Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P-Values of CeO <sub>2</sub>	P-Valued of ZrO <sub>2</sub>
Main Effects	۳	۰,۰۲۵	۰,۰۳۲	۰,۰۱۷
r. p. m	۱	۰,۰۰۵	۰,۰۰۶	۰,۰۰۷
time	۱	۰,۰۱۱	۰,۰۱۲	۰,۰۰۹
Density	۱			
Residual error	۴			
Total	۷			



شکل ۲- قید ساخته شده و دستگاه Perth- Meter M3 جهت زبری- سنجی ساچمه‌ها

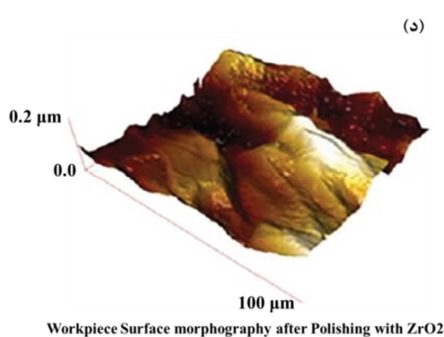
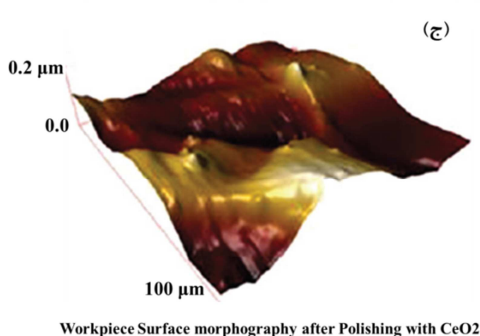
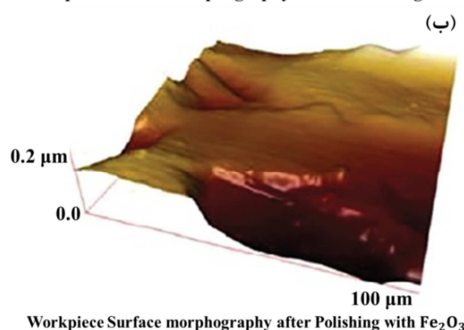
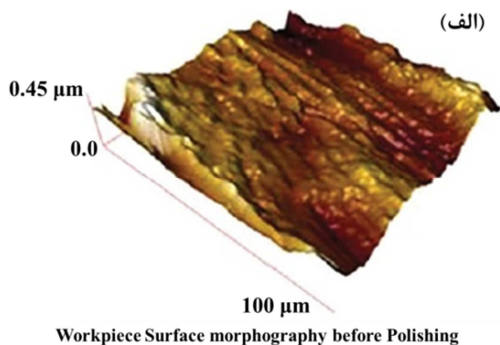
برای تعیین نرخ برداشت ماده، از سطح قطعه‌کار، از تفاوت جرم ساچمه‌ها قبل و بعد از پرداختکاری، طی زمان انجام فرآیند استفاده شد. دقت ترازوی مورد استفاده، که در شکل ۳ نشان داده شده،  $10^{-4}$  gr است.



شکل ۳- ترازوی استفاده شده با دقت  $10^{-4}$  گرم

### ۳- نتایج و بحث‌ها

جدول ۴ نتایج آزمایش‌های تجربی را برای هر سه ساینده اکسید آهن، اکسید سربیم و اکسید زیرکونیوم نشان می‌دهد. در این جدول، مقادیر زبری سطح بر حسب نانومتر و نرخ برداشت ماده، بر حسب گرم در ثانیه است. همان‌طور که در این جدول ملاحظه می‌شود، بهترین صافی سطح حاصله، برای ساچمه‌های سرامیکی با استفاده از ذرات ساینده اکسید آهن حاصل شده که ۶۹ نانومتر می‌باشد، که در این حالت، قطعه‌کار حداقل نرخ براده را که  $۰,۰۰۰۱$  گرم در ثانیه است، تجربه می‌کند. حداقل صافی سطح با استفاده از ذرات ساینده اکسید سربیم و اکسید زیرکونیوم به ترتیب ۱۵۳ و ۱۵۸ نانومتر حاصل شد و نرخ برداشت ماده آنها به ترتیب  $۰,۰۰۰۳$  و  $۰,۰۰۰۲$  گرم در ثانیه اندازه‌گیری شد. این نتایج با اظهارات ماهالیک، مبنی بر اینکه با کاهش نرخ براده‌برداری، صافی سطح قطعه‌کار بهبود می‌یابد، هم‌خوانی دارد [۱۶].



شکل ۵- طیف‌نمایی فتوالکترونی پرتو ایکس الف- قبل از پرداختکاری، ب- بعد از پرداختکاری با ذرات ساینده اکسید آهن، ج- بعد از پرداختکاری با اکسید سریم، د- بعد از پرداختکاری با اکسید زیرکونیوم

با استفاده از تجهیزات مرکز پژوهش متالورژی رازی، بر روی قطعه‌کارها، طیف‌نمایی فتوالکترونی پرتو ایکس<sup>۱</sup> صورت پذیرفت. شکل ۵-الف، مورفوغرافی سطح قطعه‌کار را قبل از پرداختکاری نمایش می‌دهد.

همان‌طور که ملاحظه می‌شود، قطعه‌کار قبل از پرداختکاری، از سطحی زیر برخوردار است. شکل‌های ۵-ب، ج، و د به ترتیب مورفوغرافی سطح قطعه‌کار را بعد از پرداختکاری به ترتیب با ذرات ساینده اکسید آهن، اکسید سریم و اکسید زیرکونیوم نمایش می‌دهد. با توجه به این شکل‌ها مشاهده می‌شود، قطعه‌کار بعد از پرداختکاری با اکسید آهن، از صافی سطح بهتری نسبت به پرداختکاری با سایر ذرات ساینده برخوردار گشته است.

پس از آنالیز واریانس، معادله‌های رگرسیون برای صافی سطح قطعه‌کار و نرخ برداشت ماده، با استفاده از ذرات ساینده اکسید آهن، مطابق معادلات (۱) و (۲) حاصل شد. در این معادله‌ها،  $X_1$ ،  $X_2$  و  $X_3$  به ترتیب نمایانگر غلظت ذرات ساینده، سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز و مدت زمان پرداختکاری می‌باشد.

$$\text{Roughness} = 58 - 1.7X_1 + 0.64X_2 - 1.32X_3 \quad (1)$$

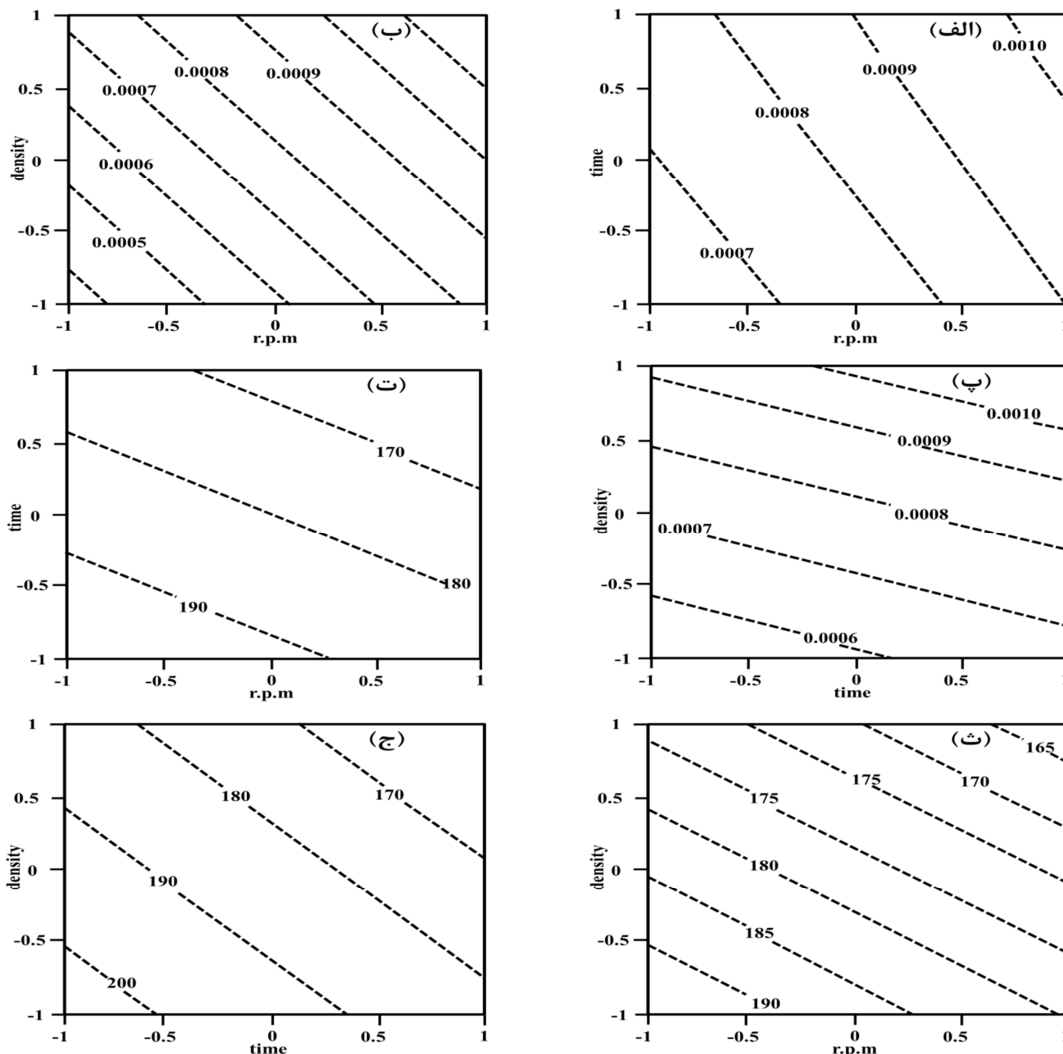
$$\text{M.R.R.} = 14 + 2.6X_1 - 0.79X_2 - 2.2X_3 \quad (2)$$

شکل ۶ نمودارهای کانتور مربوط به تاثیر سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، زمان پرداختکاری و غلظت ذرات ساینده را با استفاده از ذرات ساینده اکسید سریم بر روی نرخ برداشت ماده و زبری سطح نشان می‌دهند.

همان‌طور که در این نمودارها ملاحظه می‌شود، پارامترهای مورد استفاده طی آزمایش‌های تجربی، دو به دو با هم تعامل اثر نداشته، با دقت در قسمت (الف) و (ت) این شکل، می‌توان دریافت که با افزایش زمان پرداختکاری و سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، نرخ براده‌برداری افزایش و زبری سطح کاهش می‌یابد.

<sup>1</sup> X-Ray photo- electron spectroscopy (XPS)





شکل ۶- کانتورهای تاثیر فاکتورهای آزمایش‌های تجربی در نرخ برداشت ماده و زبری سطح با استفاده از پودر اکسید سیریم. الف- نمودار کانتور نرخ برداشت ماده در برابر زمان انجام فرآیند و سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، ب- نمودار کانتور نرخ برداشت ماده در برابر غلظت ذرات ساینده و سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، پ- نمودار کانتور نرخ برداشت ماده در برابر غلظت ذرات ساینده و زمان پرداختکاری، ت- نمودار کانتور زبری سطح در برابر زمان پرداختکاری و سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، ث- نمودار کانتور زبری سطح در برابر غلظت ذرات ساینده و سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، ج- نمودار کانتور زبری سطح در برابر غلظت ذرات ساینده و زمان پرداختکاری

به ترتیب ۵۰، ۴۸ و ۳۴ درصد افزایش و صافی سطح با استفاده از همین ذرات ساینده، به ترتیب ۱۹، ۱۳ و ۱۴ درصد بهبود یافت. با توجه به افزایش غلظت ذرات ساینده، به دلیل اینکه تعداد ذرات ساینده در واحد حجم افزایش می‌یابد، مشابه با افزایش زمان پرداختکاری، تعداد برخوردهای ذرات ساینده با قطعه‌کار افزایش پیدا می‌کند. این امر نیز، باعث افزایش تعداد واکنش‌های شیمیایی در محیط پرداختکاری شده و در نتیجه، نرخ براده‌برداری افزایش می‌یابد و ماهیت شیمیایی فرآیند بر ماهیت مکانیکی آن غالب و سبب لایه‌برداری یکنواخت‌تر لایه‌های اکسید بر سطح قطعه‌کار و حصول صافی سطح یکنواخت‌تر می‌گردد.

با افزایش سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز از ۶۰۰ به ۹۰۰ دور در دقیقه، با استفاده از ذرات ساینده اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و

قسمت (پ) و (ج) نمودار نشان می‌دهد که با افزایش زمان پرداختکاری و غلظت ذرات ساینده، نرخ براده‌برداری افزایش و زبری سطح کاهش می‌یابد. قسمت (ب) و (ث) نمودار نشان می‌دهند که با افزایش سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز و غلظت ذرات ساینده، نرخ براده‌برداری افزایش یافته و زبری سطح کاهش می‌یابد.

با افزایش زمان پرداختکاری، فرصت کافی در اختیار دوغاب، جهت انجام واکنش شیمیایی با سطح قطعه‌کار قرار گرفته، جنبه شیمیایی فرآیند، بر جنبه مکانیکی آن غلبه کرده، از طرفی با تعداد برخورد بیشتر ذرات ساینده با سطح اکسید شده قطعه‌کار، نرخ براده‌برداری افزایش می‌یابد.

با افزایش غلظت ذرات ساینده از ۱۰۵ تا ۱۴۰ گرم در لیتر، نرخ براده‌برداری با استفاده از اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و اکسید سیریم

- نرخ براده برداری با افزایش زمان پرداختکاری از ۴۰ به ۶۰ دقیقه، با استفاده از ذرات ساینده اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و اکسید سریم طی آزمایش‌های تجربی، به ترتیب ۴۳، ۵۰ و ۲۵ درصد افزایش یافت.
- آنالیزهای ترمودینامیکی (معادله‌های انرژی آزاد تشکیل گیبس) حاکی از امکان‌پذیری واکنش‌های شیمیایی، مابین ساینده‌های اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و اکسید سریم با قطعه‌کار (ساقچه‌های سرامیکی) بوده و سبب تشکیل لایه اکسید سیلیسیوم بر سطح قطعه‌کار می‌گردد.
- با افزایش غلظت ذرات ساینده از ۱۰۵ تا ۱۴۰ گرم در لیتر، نرخ براده برداری با استفاده از اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و اکسید سریم به ترتیب ۵۰، ۴۸ و ۳۴ درصد افزایش و صافی سطح با استفاده از همین ذرات ساینده، به ترتیب ۱۹، ۱۳ و ۱۴ درصد بهبود یافت.
- با افزایش سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز از ۶۰۰ به ۹۰۰ دور در دقیقه، با استفاده از ذرات ساینده اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و اکسید سریم، نرخ براده برداری به ترتیب ۲۵، ۳۴ و ۶۷ درصد افزایش یافته و صافی سطح به ترتیب ۱۴، ۱۳ و ۱۱ درصد بهبود یافت.
- آب، به عنوان سیال پایه، نه تنها سبب تسهیل تعامل اثر مکانیکی- شیمیایی مابین ذرات ساینده و قطعه‌کار می‌شود، بلکه مستقیماً در واکنش شیمیایی با قطعه‌کار شرکت کرده، سبب تشکیل لایه اکسید سیلیسیوم بر سطح قطعه‌کار شده و در نتیجه باعث انجام پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی می‌شود.

#### ۵- نمادها

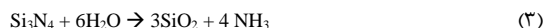
Ra	صافی سطح (نانومتر)
CMP	پرداختکاری شیمیایی- مکانیکی
M.R.R.	نرخ برداشت ماده (گرم بر ثانیه)
R.	Roughness (nm)
G	انرژی آزاد گیبس (ژول)
H	آنتالپی (ژول)
T	دما (کلوین)
S	آنتروپی (ژول بر کلوین)

#### ۶- مراجع

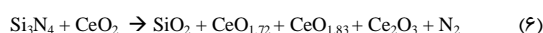
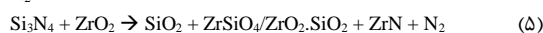
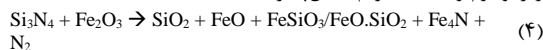
- [۱] وحدتی م.، عاملی کلخوران س. ع.، پرداخت نانومتری سطوح نزنه‌های کروی به‌وسیله ذرات ساینده شناور در سیال مغناطیسی، مجله علمی- پژوهشی مهندسی مکانیک دانشگاه تبریز، اسفند ۹۷، (پذیرفته شده برای انتشار).
- [2] Fritze K. Z., Removal mechanism in polishing of silicon based advanced ceramics. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, vol.58, pp. 491-494, 2009.
- [3] Fischer T. e., Tribo-Chemistry. *Ann. Rev. Material Science*, pp. 303-32, 1998.
- [4] Kikuchi M, Takashi Y, Suga T, Suzuki S, Mechano-Chemical Polishing of Silicon Carbide Proc. *Eall Meeting of JSPE*, vol.1190, pp. 327-328 in Japanese, 1979.

اکسید سریم، نرخ براده برداری به ترتیب ۲۵، ۳۴ و ۶۷ درصد افزایش یافته و صافی سطح به ترتیب ۱۴، ۱۳ و ۱۱ درصد بهبود یافت. افزایش سرعت دوران کله‌گی ماشین فرز، سبب افزایش سرعت حرکت ذرات ساینده و تعداد برخورد‌های ذرات ساینده با سطح قطعه‌کار می‌شود. در نتیجه، فرآیند بیشتر به سمت جنبه شیمیایی آن پیش می‌رود و بر وجه مکانیکی آن غلبه کرده و در نتیجه زبری سطح کاهش می‌یابد. همچنین نیروی حاصل از برخورد ذرات ساینده نیز افزایش می‌یابد. این امر، باعث افزایش فشار و دما در محل برخورد شده و به تبع آن سبب تعداد برخورد‌های بیشتری که منجر به واکنش‌های شیمیایی و تشکیل لایه اکسید، در سطح قطعه‌کار شده و نرخ براده برداری با سایش توسط ذرات ساینده افزایش می‌یابد.

برداشت ماده در پرداختکاری مکانیکی- شیمیایی، بستگی به سینماتیک فرآیند، که سبب لایه برداری محصولات واکنش و همچنین ادامه واکنش شیمیایی می‌شود، دارد که خود، بستگی به برداشت لایه- های اکسید شده دارد. رابطه (۳)، واکنش شیمیایی سیلیکون نیتراید با آب را که سبب تشکیل لایه اکسید سیلیسیوم بر سطح قطعه‌کار می‌شود، نشان می‌دهد [۱۶].



با توجه به روابط (۴)، (۵) و (۶) [۱۶] و بر اساس تحلیل انرژی آزاد گیبس، به لحاظ ترمودینامیکی، واکنش شیمیایی قطعه‌کارهایی از جنس سیلیکون نیتراید و ذرات ساینده به ترتیب، اکسید آهن، اکسید زیرکونیوم و اکسید سریم امکان‌پذیر است.



با توجه به انرژی آزاد گیبس که توسط رابطه (۷) بیان می‌شود، تغییرات آنتالپی و حاصلضرب دما در آنتروپی برای واکنش‌دهنده‌ها و محصولات با استفاده از هر سه ذره ساینده محاسبه و مقادیری منفی بدست آمد؛ که گرمازا و یا خود به خودی بودن فرآیندها را به لحاظ ترمودینامیکی نشان می‌دهند.

$$G = H - TS \quad (7)$$

طی آزمایش‌های تجربی، دو نوع واکنش اکسایشی- کاهش‌ی و تبدیلی که سبب حذف لایه اکسید سیلیسیوم از سطح قطعه‌کار می‌گردد، انجام می‌شود [۱۷].

از آنجایی که سختی ذرات ساینده، نزدیک به سختی لایه اکسید سیلیسیوم تشکیل شده روی قطعه‌کار و کمتر از آن می‌باشد، این لایه اکسید، توسط عملیات مکانیکی ذرات ساینده، بدون آسیب به سطح قطعه‌کار برداشته می‌شود. واکنش‌های شیمیایی نیز تا زمانی ادامه خواهد داشت که لایه‌های اکسید شده، بصورت پیوسته از سطح قطعه- کار، بصورت مکانیکی برداشته شوند.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، ارتقاء نانومتری صافی سطح ساقچه‌های سیلیکون نیتراید با استفاده از پرداختکاری غیرسنستی شیمیایی- مکانیکی مطالعه شد. مهم‌ترین دستاوردهای این پژوهش به شرح ذیل می‌باشد.

- [5] Zhu Y., Xia C., Zhou H., Huang C., Effect of chemical action on the chemical mechanical Polishing of  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrate. *Precision Engineering*, Vol. 56, pp. 184-190, 2019.
- [6] Zhang Z., Cui J., Zhang J., Liu D., Yu Z., Guo D., Environment friendly chemical mechanical polishing of copper. *Applied Surface Science*, Vol. 467-648, pp. 5-11, 2019.
- [7] Jiang M., Wood N.O, Komanduri R., On Chemo-Mechanical Polishing (CMP) of silicon nitride work material with various abrasives, *Mechanical and Aerospace Engineering, Oklahoma State University, Still water, OK74078, USA TACS Midwest City, OK, Vol. 73130, USA, Wear, Vol. 220, pp. 59-71, 1998.*
- [8] Chen R., Li S., Wang Z., Lu X., Mechanical Model of single Abrasive during chemical mechanical Polishing: Molecular Dynamics Simulation. *Tribology International*, Vol. 133, pp. 40-46, 2019.
- [9] Forsberg M., keskitalo N., Olsson J., Effect of dopants on chemical mechanical polishing of silicon, 2002.
- [10] Mandal S., Thomas E. L. H., Gines L., Morgan D., Green J., Brousseau E. B., Williams O. A., Redox Agent enhanced chemical mechanical polishing of thin film diamond. *Carbon*, Vol. 130, pp. 25-30, 2018.
- [11] Kim H., Hong S., Shin C., Jin Y., Lim D. H., Kim J. Y., Hwang H., Kim T., Investigation of the pad-conditioning performance deterioration in the chemical mechanical polishing process. *Wear*, Vol. 392-393, pp. 93-98, 2017.
- [12] Song Z., Liu W., Wang L., Chemical Mechanical Polishing Slurry for Amorphous Ge<sub>2</sub>Sb<sub>2</sub>Te<sub>5</sub>. *Procedia Engineering*, Vol. 102, pp. 582-589, 2015.
- [13] Pan G., Shi X., Zhou Y., Xu L., Zou C., Gong H., A study of chemical products formed on sapphire (0001) during chemical- mechanical polishing. *Surface & Coatings Technology*, Vol. 270, pp. 206-220, 2015.
- [14] Basim G. B., Ozdemir Z., Ozdemir A., Application of Chemical Mechanical Polishing process on titanium based implants. *Materials Science and Engineering*, Vol. 68, pp. 383-396, 2016.
- [15] Jonas P., Ederer J., Pilarova V., Henych J., Tolasz J., Milde D., Opletal D., Chemical Mechanical glass polishing with cerium oxide: effect of selected physico- chemical characteristics on polishing efficiency. *Wear*, Vol. 362-363, pp. 114-120, 2016.
- [16] Mahalik N. P., *Micromanufacturing and Nanotechnology*, Springer, 2014.
- [17] Kenneth C. C., Lucy N., *Handbook of thin film deposition (Forth Edition), Chapter 10, Chemical Mechanical Polishing and Practice*, Willian Andrew, pp. 317-357, 2018.