

文章编号: 1001- 2486(2009) 06- 0089- 06

# 化学气相沉积碳化硅超光滑抛光机理与表面粗糙度影响因素\*

康念辉, 李圣怡, 郑子文

(国防科技大学 机电工程与自动化学院, 湖南 长沙 410073)

**摘要:**为实现化学气相沉积碳化硅(CVD SiC)的超光滑抛光,采用纳米划痕试验研究了化学气相沉积碳化硅脆塑转变的临界载荷,根据单颗磨粒受力对其抛光机理进行了分析,并从材料特性、工艺参数以及抛光液 pH 值三个方面对其表面粗糙度影响因素进行了系统的试验研究。研究表明:化学气相沉积碳化硅的稳定抛光过程是磨粒对碳化硅表面的塑性域划痕过程;CVD SiC 的晶粒不均匀与表面高点会降低最终所能达到的表面质量;表面粗糙度在一定范围内随磨粒粒度增加呈近似线性增长,随抛光模硬度的增加而增长;抛光压强对表面粗糙度的影响规律与抛光模的变形行为相关,当抛光模处于弹性或弹塑性变形阶段时,表面粗糙度随抛光压强的增加呈小幅增长,而当抛光模包含塑性变形之后,表面粗糙度基本与抛光压强无关;此外,抛光速度和抛光液 pH 值对表面粗糙度的影响不大。研究结论为 CVD SiC 超光滑抛光的工艺参数优化选择提供了定量的试验依据。

**关键词:**化学气相沉积碳化硅;纳米划痕试验;抛光机理;表面粗糙度

**中图分类号:**TH161 **文献标识码:**A

## Mechanism and Influencing Factors on Surface Roughness of Ultra-smooth Polishing of Chemical Vapor Deposition Silicon Carbide

KANG Nian-hui, LI Sheng-yi, ZHENG Zi-wen

(College of Mechatronics Engineering and Automation, National Univ. of Defense Technology, Changsha 410073, China)

**Abstract:** To realize the super-smooth polishing of chemical vapor deposition silicon carbide (CVD SiC), nano-scratch test is applied to study the critical load for brittle-ductile transition, and its polishing mechanism is analyzed according to the force on an abrasive grain. Furthermore, the influencing factors on the surface roughness are systemically investigated by experiments from the aspects of material characteristics, processing parameters and pH values of the polishing fluids. The research results show that the polishing mechanism for CVD SiC in a steady polishing process is a ductile scratch process of abrasive particles on the surface of CVD SiC. The inhomogeneity of CVD SiC grains and surface high spots degrade the surface finish. The surface roughness increases near-linearly with the abrasive particle size in a certain extent, and increases with the hardness of polishing pad. However, the effect of polishing pressure on surface roughness is related to the deformation behavior of polishing pad, i. e., when polishing pad has an elastic or elastic-plastic deformation, surface roughness increases with polishing pressure in a narrow range; when polishing pad has a plastic deformation, polishing pressure has no obvious effect on surface roughness. In addition, polishing velocity and the pH value of polishing fluid have little effect on surface roughness. The research results provide a quantitative experimental basis for the optimization of selecting processing parameters during the super-smooth polishing of CVD SiC.

**Key words:** chemical vapor deposition silicon carbide; nano-scratch test; polishing mechanism; surface roughness

碳化硅光学材料以其优异的机械、物理以及光学性能成为 21 世纪空间反射镜的首选材料,已经在多个空间光学系统中得到应用<sup>[1-6]</sup>。化学气相沉积碳化硅不仅具有 SiC 光学材料的众多优良特性,更因其材料致密性好、光学可加工性强、抗激光损伤阈值高等优点,在对地观测、高能激光器以及 X 射线同步加速器中获得广泛应用<sup>[7-8]</sup>。

与其他碳化硅材料相比,CVD SiC 的最大优势在于可以获得极低的表面粗糙度,这保证了它应用于

\* 收稿日期:2009- 05- 05

基金项目:国家自然科学基金资助项目(50775216);大连理工大学精密与特种加工教育部重点实验室资助项目(JMTZ200705)

作者简介:康念辉(1981-),男,博士生。

光学领域时可以有效降低散射率,减少能量损失。因此,表面粗糙度是评价 CVD SiC 反射镜的重要指标。从现有报道文献来看,采用传统方法依然是 CVD SiC 获得 0.1~0.2nm RMS 超光滑表面的重要手段<sup>[8]</sup>;此外,传统抛光作为消除中高频误差的主要手段,在大口径碳化硅反射镜的加工过程中依然不可或缺,常常与磁流变抛光或离子束修形结合使用,以实现 RMS 值优于 0.01 $\lambda$ ( $\lambda=632.8\text{nm}$ )的面形精度。因此,传统抛光依然在 CVD SiC 反射镜的高精度超光滑加工中具有重要地位。然而,国内外对这一重要光学材料的抛光去除机理缺乏深入研究,因此在抛光工艺参数的选择上存在很强的经验性,难以实现工艺参数的优化选择。

## 1 试验方案设计

### 1.1 脆塑转变试验

脆塑转变试验选用的 CVD SiC 样品尺寸为  $\Phi 30\text{mm} \times 5\text{mm}$ ,涂层厚度约为 150 $\mu\text{m}$ ,表面经超光滑抛光,粗糙度  $R_a$  约为 0.8nm,其弹性模量  $E$  和维氏硬度  $H$  采用纳米压痕仪在 200mN 条件下进行测量,结果分别为 470.1GPa 与 41.5GPa。进行划痕试验时,在 10mm 范围内将载荷由 0 线性增加到 300mN,以研究不同载荷条件下 CVD SiC 的力学行为,其中划痕速度为 0.02mm/s(限于纳米划痕仪工作的最大速度),试验 2 次以验证重复性。划痕试验完成后,采用三维表面轮廓仪(ZYGO New View 200)与扫描电镜(S4800)对划痕进行观察。由于划痕载荷与划痕长度呈线性关系,因此可采用微动平台记录划痕形貌与划痕载荷之间的对应关系。此外,文献[9]的大量观测实例有效证明了采用三维表面轮廓仪捕捉加工过程中产生的亚表面裂纹的可行性。本文在对划痕的研究过程中,使用 50 $\times$  镜头,滤光片选择 FOCUS,系统缩放 1 $\times$ ,CCD 模式设为 640 $\times$ 480。在这种测量模式下,轮廓仪的横向采样间隔为 0.22 $\mu\text{m}$ 。从后续的观察结果可以发现,这一测量方法可以借助轮廓仪给出的三维表面信息,有效捕捉划痕条件下产生的裂纹。此外,采用扫描电镜对划痕区域形貌进行观察,以验证轮廓仪的观察结果。

### 1.2 抛光机理研究试验

抛光机理研究选用的 CVD SiC 样品尺寸为  $\Phi 30\text{mm} \times 5\text{mm}$ ,涂层厚度约为 150 $\mu\text{m}$ 。试件经双轴精密研抛机研磨(铸铁研磨盘、W7 金刚石磨粒、30kPa 压强以及 0.38m/s 的相对速度)后进行充分抛光,抛光工艺参数为聚氨酯抛光模、W7 金刚石磨粒、30kPa 压强以及 0.38m/s 的相对速度,采用轮廓仪对抛光表面进行观察,以确定其抛光去除机理。

### 1.3 表面粗糙度影响因素试验

表面粗糙度影响因素试验包含两部分,其中工艺参数和抛光液 pH 值对 CVD SiC 超光滑抛光表面粗糙度的影响在口径 60mm、涂层厚度约 150 $\mu\text{m}$  的 CVD SiC 上进行,而材料因素对于最终表面粗糙度的影响规律则选择一块有缺陷的材料( $\Phi 100\text{mm}$ ,涂层厚度约 300 $\mu\text{m}$ )进行对比试验。进行工艺参数影响规律试验时,工件首先经过充分预抛光,预抛光后工件的表面粗糙度  $R_a$  约为 0.5nm。试验的基本工艺参数如下:抛光模为 KSP 66A、压强为 10kPa、磨粒为 W7 金刚石磨粒、工件与抛光模相对速度为 0.38m/s、抛光液 pH 值为 6.5,其他研究工艺参数如表 1 所示,如无特殊说明,试验中基本工艺参数保持不变。在每种试验参数下抛光时间为 2h,并保证工件均匀去除。试验后采用 ZYGO 轮廓仪对表面粗糙度  $R_a$  值进行测量。在口径 40mm 范围内每隔 10mm 取一个采样点,对 5 个测量结果进行平均,作为该工艺参数条件下的表面粗糙度结果。

表 1 CVD SiC 抛光表面粗糙度研究参数

Tab.1 Study parameters of surface roughness during the polishing process of CVD SiC

研究工艺参数	变量一	变量二	变量三	变量四	变量五
粒度( $\mu\text{m}$ )	0.5	2.5	7	14	—
抛光模(基于 W0.5 磨料)	KSP 66A	73#	64#	55#	—
压强试验一(kPa)	2.5	5	10	15	30
压强试验二(kPa) (基于 55# 沥青+ W0.5 磨料)	2.5	5	10	15	30
相对速度(m/s)	0.25	0.33	0.42	0.51	—
pH 值(基于 55# 沥青+ W0.5 磨料)	3	5	7	9	11

## 2 脆塑转变临界载荷

利用 ZYGO 轮廓仪连续追踪不同载荷条件下的划痕形貌。当载荷由 0 变化到 180mN 时, 可以很明显地观察到弹塑性阶段、塑性阶段、耕犁阶段以及脆性域阶段四个过程, 如图 1(a)~1(d) 所示。图 1(a) 中可以观察到划痕在工件表面时断时续, 这是因为划痕载荷较小时, 在工件表面某些区域完全发生弹性

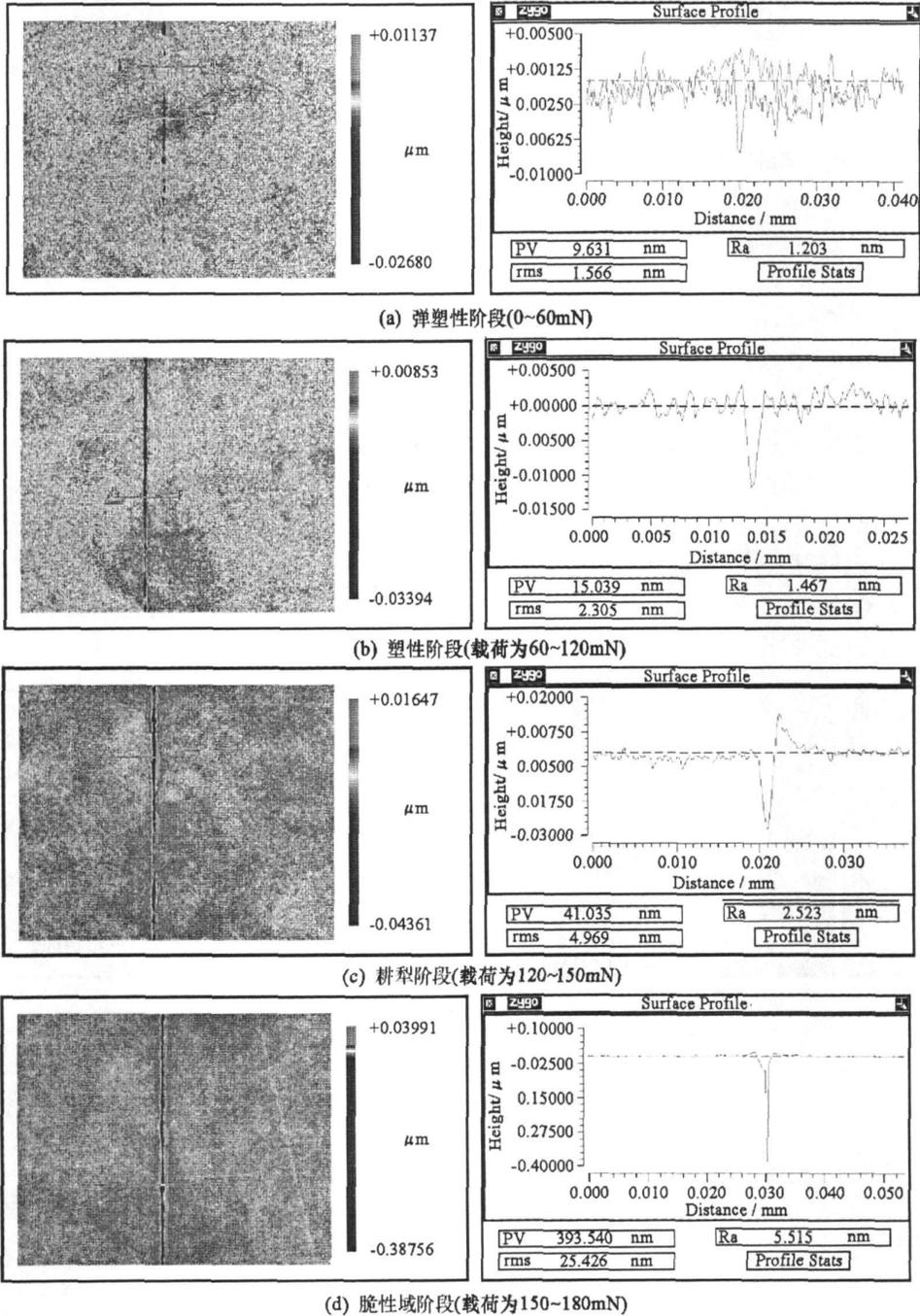


图 1 不同划痕载荷作用下的表面形貌与截线图

Fig. 1 Surface topography and transversal under different scratch loads

变形, 压头划过之后, 弹性变形恢复; 随着载荷的进一步增加, 压头在工件表面产生的塑性变形逐渐增加, 从而形成图 1(b) 所示的表面形貌, 此时工件表面出现塑性划痕; 图 1(c) 记录了 CVD SiC 在划痕过程中耕犁阶段的表面形貌, 此时材料逐渐往划痕两边堆积; 当划痕载荷进一步增加, 在划痕区域开始产生

裂纹,如图1(d)中所示。图2给出了240mN载荷划痕作用下产生的裂纹形貌,这与ZYGO轮廓仪分析的结果一致(即在靠近划痕边界处出现裂纹,且裂纹的尺寸小于1 $\mu$ m),从而验证了采用轮廓仪捕捉划痕裂纹的有效性。

针对划痕的分析过程可知,在划痕载荷作用下,CVD SiC表面出现裂纹的载荷约为150~180mN,这为分析CVD SiC的抛光机理提供了定量依据。

### 3 CVD SiC的超光滑抛光机理

文献[10]指出,抛光过程磨粒施加给工件表面的法向载荷可以表示为:

$$F = \frac{1}{4} P \pi x^2 \quad (1)$$

式中, $x$ 为单颗磨粒的粒径,显然 $x \leq x_{\max}$ (最大磨粒粒径); $P$ 为抛光模与工件表面的实际接触压强,且 $P \leq H_p$ 。根据纳米压痕仪测量得到的KSP 66A的维氏硬度为62MPa,而W7金刚石磨料中最大的磨粒粒径为15.56 $\mu$ m(由粒度分析仪测得)。基于上述条件,可以求得单颗磨粒的最大载荷为11.7mN,显然这一结果小于CVD SiC脆塑转变的临界载荷(150~180mN),因此在稳定的抛光过程(即忽略从研磨表面到抛光表面这一过渡阶段)中,CVD SiC的材料去除机理为磨粒对工件表面的塑性划痕作用。

图3给出了CVD SiC的研磨表面形貌与抛光表面形貌,可见研磨是显然处于脆性断裂去除阶段,而抛光表面则布满塑性划痕,而且划痕深度小于20nm,处于塑性域阶段。通过式(1),容易求得各种抛光条件下单颗磨粒所受的最大法向载荷,结合第2节中获得的出现裂纹的临界载荷,可以为确保抛光过程处于塑性域去除阶段提供定量的依据。

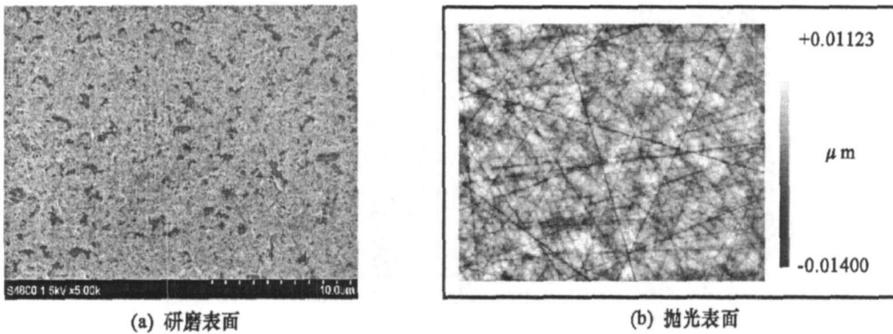


图3 CVD SiC研磨表面与抛光表面形貌

Fig. 3 Lapping topography and polishing topography of CVD SiC

## 4 CVD SiC超光滑抛光的影响因素

### 4.1 材料因素

材料因素对于CVD SiC超光滑表面粗糙度的影响是至关重要的,这在两方面得到体现。一是若材料在制备过程中工艺参数控制不好,可能使晶粒生长过大,并导致晶粒的均匀性不好。这将在抛光过程中导致局部去除效率过快或过慢,从而影响抛光表面的粗糙度。图4(a)列出了CVD SiC抛光过程中表面不均匀的显微图片,可以发现表面存在着严重的材料去除不均匀现象,定义为“圆环状”缺陷。二是材料在沉积过程中,由于工艺条件控制不好(沉积室混入灰尘或者晶粒局部成核),在工件表面形成上百微米的局部高点。这些高点容易在加工过程中首先与磨粒接触,并且由于这些晶粒与整个涂层的结合不是很紧密,很有可能在较大的载荷下使整个晶粒被去除,从而在工件表面形成微坑,如图4(b)所示。



图2 扫描电镜观察到的表面裂纹(240mN)  
Fig. 2 Surface crack observed by SEM under the load of 240mN

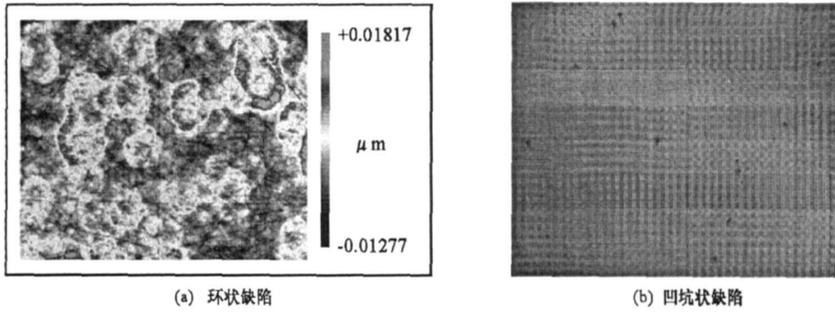


图4 CVD SiC 抛光表面缺陷

Fig. 4 Surface defects of CVD SiC during polishing

#### 4.2 工艺参数因素

图5给出了典型抛光工艺参数(如表1所示)对于CVD SiC表面粗糙度的影响规律,其中抛光压强的影响规律在两组不同的工艺参数进行,根据试验结果,可以得出以下结论:

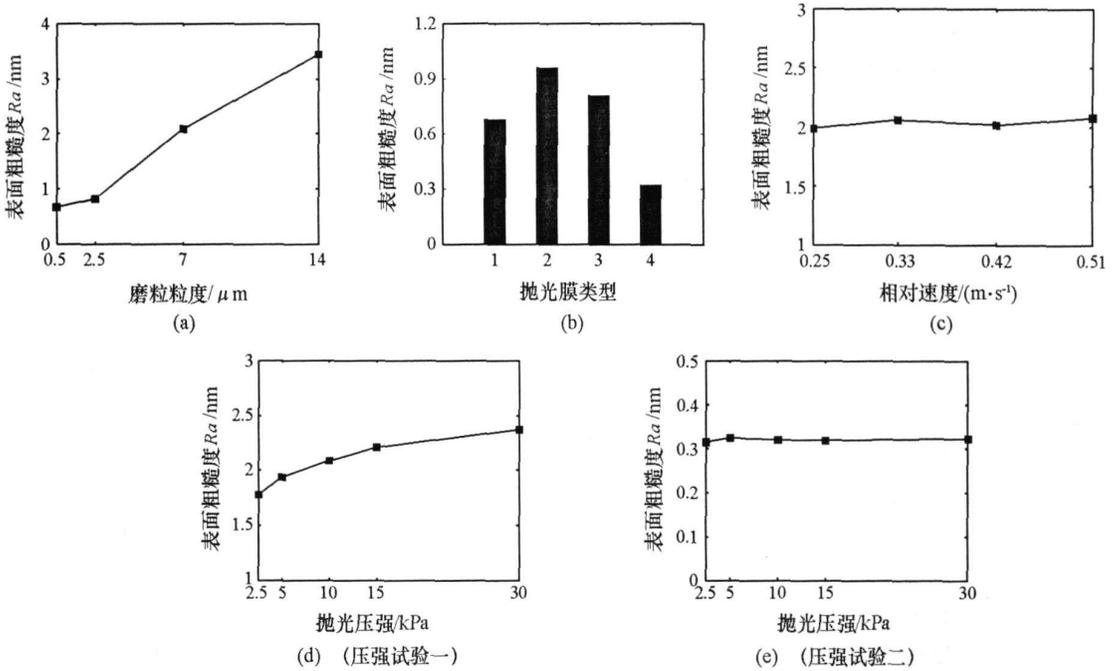


图5 CVD SiC 表面粗糙度影响因素试验结果

Fig. 5 Experimental results of influencing factors on the surface roughness of CVD SiC

(1) 磨粒粒度在 W2.5~W14 的范围内变化时,对于表面粗糙度的影响呈近似线性关系,如图5(a)所示。其原因是磨粒粒度的增加导致划痕深度呈近似线性增加;当磨粒粒度处于  $0\sim 0.5\mu\text{m}$  时,由于纳米级磨粒的团聚效应,使得磨粒的实际大小接近 W2.5 粒度的金刚石磨粒,因此表面粗糙度值相对于 W2.5 而言并未显著降低。

(2) 图5(b)中的抛光膜类型 1, 2, 3, 4 分别代表 KSP 66A, 73# 沥青, 64# 沥青和 55# 沥青。在分析抛光膜特性对于表面粗糙度的影响规律前,首先给出几种抛光膜的弹性模量与硬度测量结果。采用纳米压痕法测得 KSP 66A, 73#, 64# 和 55# 沥青的弹性模量分别为 514MPa, 2845MPa, 2189MPa, 615MPa; 维氏硬度分别为 62MPa, 180MPa, 108MPa 以及 5MPa。结合图5(b)中抛光膜的影响规律可以发现,随着抛光膜硬度的降低,单颗磨粒所受最大载荷逐渐减小,在工件表面的塑性划痕深度逐渐降低,因此表面粗糙度越来越好。

(3) 工件与抛光膜之间的相对速度在  $0.25\sim 0.5\text{m/s}$  的范围内变化时,表面粗糙度不发生显著变化,如图5(c)所示。

(4) 抛光压强对于表面粗糙度的影响规律与抛光模自身的硬度相关, 当抛光模硬度较大时, 抛光压强的增加导致表面粗糙度在一定范围内上升, 且变化趋势逐渐变缓, 如图 5(d) 所示; 而当抛光模对硬度较低时, 抛光压强对于表面粗糙度没有显著影响, 如图 5(e) 所示。以上现象其实可以进行统一解释, 即当外加载荷较小时, 抛光模处于弹性或弹塑性阶段, 抛光压强的增加导致磨粒划痕深度的增加, 从而导致表面粗糙度有所上升; 而当外加载荷达到一定阈值时, 部分抛光模表面开始进入塑性变形阶段, 此时抛光压强的增加只会让更多的抛光模表面处于塑性变形, 而不会增加磨粒的最大划痕深度, 因此表面粗糙度增加幅度很小, 总体上表现为与压强无关。

### 4.3 pH 值因素

选择抛光工艺参数为 55# 沥青抛光模, W0.5 金刚石微粉, 10kPa 的抛光压力, 0.38m/s 的抛光速度, 通过对 pH 值从 3~11 进行变化(变量取值分别为 3, 5, 7, 9, 11), 研究 CVD SiC 在不同 pH 值作用下的表面粗糙度变化规律。试验结果表明, 在上述 pH 值变化范围内, CVD SiC 的表面粗糙度  $R_a$  值基本稳定在 0.3~0.35nm 以内, 没有明显的变化规律, 因此可以认为抛光液 pH 值对 CVD SiC 的抛光没有明显影响, 在试验过程中选用纯净水进行抛光即能满足要求。

### 4.4 CVD SiC 超光滑抛光的工艺参数优化选择

根据上述结论, 在保证材料没有缺陷, pH 值范围处于 3~11 的条件下, 抛光工艺参数中抛光模与磨粒粒度对于表面粗糙度的影响最大, 而抛光压强、抛光速度对于表面粗糙度的影响较小。根据 Preston 方程, 材料去除率与抛光压力和相对速度近似呈线性关系, 这就意味着在 CVD SiC 的抛光过程中, 可以通过选择较软的抛光模、较小的磨粒粒度、较大的抛光压力与相对速度来同时保证较高的材料去除率以及较好的表面质量, 从而为 CVD SiC 传统抛光的工艺参数选择提供了定量的试验依据。

## 5 结论

(1) CVD SiC 在纳米划痕仪作用下的临界载荷约为 150~200mN, 而抛光过程中单颗磨料的典型受力约为 11.7mN, 因此稳定抛光过程中的材料去除机理为磨粒对工件表面的塑性域划痕作用, 通过对抛光表面的试验观察验证了这一结论。

(2) 系统研究了 CVD SiC 抛光表面粗糙度的影响因素, 研究表明: CVD SiC 的晶粒不均匀与表面高点会降低最终所能达到的表面质量; 表面粗糙度在一定范围内(W2.5~W14)随磨粒粒度增加呈近似线性增长, 随抛光模硬度的增加而增长; 抛光压强对表面粗糙度的影响与抛光模的变形行为相关, 当抛光模处于弹性或弹塑性变形阶段时, 表面粗糙度随抛光压强的增加呈小幅增长, 而当抛光模包含塑性变形之后, 表面粗糙度基本与抛光压强无关; 此外, 抛光速度和抛光液 pH 值对表面粗糙度的影响不大。

(3) 通过结合 Preston 方程对 CVD SiC 的抛光效率与表面粗糙度进行分析可知, 在 CVD SiC 的超光滑抛光过程中, 欲获得较好的表面粗糙度以及较高的材料去除率, 应选用硬度较低的抛光模以及粒度较小的磨粒, 同时可以选择较高的压力以及相对速度。

## 参考文献:

- [1] Deny P, Bougain M. Silicon Carbide Components for Optics: Present and Near Future capabilities[C]//Optical Materials and Structures Technologies II, Proceedings of SPIE, Bellingham, WA: SPIE, 2005, 5868: 1-11.
- [2] Von O, Berkefeld T, Soltan D. Aaptive Optics system for a 1.5m Solar Telescope[C]//Optics in Atmospheric Propagation and Adaptive Systems IV, Proceedings of SPIE, Freiburg, SPIE, 2002, 4538: 197-204.
- [3] Onaka T, Kaneda H, Enya K, et al. Development of Large Aperture Cooled Telescopes for the Space Infrared Telescope for Cosmology and Astrophysics (SPICA) Mission[C]//Optical Design and Engineering II, Proceedings of SPIE, Jena, Germany: SPIE, 2005, 5962: 1-15.
- [4] Kaneda H, Nakagawa T, Onaka T, et al. Development of Lightweight SiC Mirrors for the Space Infrared Telescope for Cosmology and Astrophysics (SPICA) Mission[C]//Optical Materials and Structures Technologies III, Proceedings of SPIE, San Diego, CA, USA: SPIE, 2007, 6666: 1-9.
- [5] Ealey M A. Fully Active Telescope[C]//UV Optical/IR Space Telescopes: Innovative Technologies and Concepts, Bellingham, WA: SPIE, 2004: 19-26.
- [6] Tsumo K, Irikado H, Ono K, et al. New-technology Silicon Carbide (NF-SiC): Demonstration of New Material for Large Lightweight Optical Mirror[C]//Enabling Sensor and Platform Technologies for Spaceborne Remote Sensing, Proceedings of SPIE, Bellingham, WA: SPIE, 2005, 5659: 138-145.
- [7] Fruit M, Antoine P, Varin J L, et al. Development of the SOFIA Silicon Carbide Secondary Mirror[C]//SPIE, 2003, 4857: 274-285.
- [8] Kurosawa K, Sasaki W, Okuda M, et al. Super-polished Silicon Carbide Mirror for High-power Operation of Excimer Lasers in a Vacuum Ultraviolet Spectral Range[J]. Rev. Sci. Instrum., 1990, 61: 728-731.
- [9] 霍凤伟. 硅片延性域磨削机理研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2006.
- [10] Luo J F, Dornfeld D A. Material Removal Mechanism in Chemical Mechanical Polishing: Theory and Modeling[J]. IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing, 2001, 14: 112-133.