

SiC 光学材料的电弧增强等离子体加工方法*

史宝鲁^{1,2}, 戴一帆^{1,2}, 解旭辉^{1,2}, 周林^{1,2}

(1. 国防科技大学 机电工程与自动化学院, 湖南长沙 410073;

2. 超精密加工技术湖南省重点实验室, 湖南长沙 410073)

摘要: SiC 光学材料具有高化学稳定性, 其在普通的等离子体加工中难以获得较高的加工效率。在等离子体加工实验中, 发现提高等离子体的自身射频电压可增强等离子体与 SiC 材料之间的电弧放电作用, 而借助电弧的增强作用可提高 SiC 材料的加工效率, 因此提出电弧增强等离子体加工方法。为研究电弧的形成原理, 使用自制的探针分别测量了普通电感耦合等离子体和电弧增强等离子体的电压。分别使用传统方法和电弧增强方法对 S-SiC 进行直线扫描加工实验, 证明了电弧增强等离子体加工方法具有更高的加工效率。

关键词: 电感耦合等离子体; 射频电压; 电弧等离子体; 碳化硅

中图分类号: TH161 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-2486(2015)06-034-05

Arc-enhanced plasma machining method of SiC optical material

SHI Baolu^{1,2}, DAI Yifan^{1,2}, XIE Xuhui^{1,2}, ZHOU Lin^{1,2}

(1. College of Mechatronics Engineering and Automation, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China;

2. Hunan Key Laboratory of Ultra-precision Machining Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: Since the chemical stability of SiC is extremely high, there is a low efficiency of SiC mirrors for conventional inductively coupled plasma (ICP) processing method. The plasma processing experiment reveals that the increase of plasma radio-frequency can enhance the arc discharge effect between plasma and SiC. The enhancing effect of arc can increase the processing efficiency of SiC, so the arc-enhanced plasma (AEP) processing method was developed. In order to research the formation principle of arc, the voltages of ICP and AEP were measured respectively by using the self-made probe. The conventional and the arc-enhanced methods were employed respectively to conduct linear scanning machining experiment on the sintered silicon carbide (S-SiC), which demonstrates the higher processing efficiency of AEP method.

Key words: inductively coupled plasma; radio-frequency voltage; arc plasma; silicon carbide

等离子体作为物质的第四态, 天然地具有许多独特的物理化学性质: ①温度高、粒子动能大; ②具有导电性; ③化学性质活泼, 容易发生化学反应^[1]。等离子体技术已被广泛应用于能源、物质、材料和环境等专业领域中, 并越来越重要。在光学零件加工中, 等离子体加工技术也已成为新的研究热点, 国内外已发展了多种等离子体加工方法, 实现了熔石英和 SiC 等主要光学材料的加工^[2-10]。

光学材料的等离子体加工方法是利用等离子体中高活性的氟原子(F^{*})与光学材料中的硅原子(Si)发生化学反应, 生成气态的 SiF₄, 从而实现光学材料的去除, 达到材料加工的目的。此种方法加工效率高、无须接触、不会造成材料损伤, 受到越来越多的重视。

在 20 世纪 90 年代前, 以反应离子刻蚀^[2](Reactive Ion Etching, RIE)为代表的真空条件下等离子体刻蚀技术已被广泛应用于半导体行业中, 但由于其加工效率过低(<0.1mm³/min), 无法应用于光学材料加工中。为此, 发展了等离子体辅助化学刻蚀技术(Plasma Assisted Chemical Etching, PACE), 其将气体的放电气压由 10mT 提高到了 10T, 放电功率由 1W/cm³ 提高到了 10W/cm³, 熔石英的加工效率提高至 10mm³/min^[3]。

随着等离子体技术的发展, 大气等离子体技术渐渐应用于光学材料加工中。为产生等离子体, 一般需要在放电室内产生交变电场, 以加速气体所携带的自由电子运动, 使之与气体分子不断碰撞, 继而使分子电离。等离子体加工方法同样可以按照能量耦合方式进行分类, 即电容耦合式

* 收稿日期: 2015-06-01

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2011CB013204)

作者简介: 史宝鲁(1986—), 男, 山东东营人, 博士研究生, E-mail: qixuealu@aliyun.com;

戴一帆(通信作者), 男, 教授, 博士, 博士生导师, E-mail: dyf@nudt.edu.cn

和电感耦合式加工方法。

目前应用成熟的电容耦合式大气等离子体加工技术包括日本大阪大学的等离子体化学蒸发加工(Plasma Chemical Vaporization Machining, PCVM)技术^[4-5],德国莱布尼茨表面改性研究所(IOM)的等离子体射流加工(Plasma Jet Machining, PJM)技术^[6-7]和哈尔滨工业大学的大气等离子体抛光^[8]。

英国 Cranfield 大学与伦敦大学学院研发的反应原子等离子体加工技术(Reactive Atom Plasma Technology, RAPT)则利用了电感耦合原理产生等离子体^[9-10]。

本实验室利用电感耦合原理获得等离子体,并已在熔石英和 SiC 光学材料的等离子体加工中开展了研究。在熔石英的加工中,已获得与国外报道的相当的材料去除率和加工稳定性,但在 SiC 材料的加工中却遇到了许多困难。因为等离子体加工实质上是化学反应过程,而 SiC 材料的化学稳定性极高,这就使得依赖于化学反应实现材料去除的等离子体加工变得十分困难。由于 SiC 材料烧结方法的不同,不同 SiC 材料之间的加工特性也不同。反应烧结碳化硅(RB-SiC)由于材料中游离的 Si 存在较多,较无压烧结碳化硅(S-SiC)更容易实现等离子体加工。国内外有关 SiC 光学材料的等离子体加工报道仍然很少。IOM 利用 PJM 对 SiC 材料进行加工,获得的加工效率为 $0.12 \text{ mm}^3/\text{min}$ ^[7]。英国 Granfield 大学也曾报道过应用 RAPT 加工 SiC 材料去除机械加工后的镜面亚表面损伤的成果。

为提高 SiC 材料的加工效率,文献[11]研发了一种电弧增强等离子体(Arc-Enhanced Plasma, AEP)加工方法,称为离子增强的电感耦合等离子体(Inductively Coupled Plasma, ICP)加工方法。该方法认为氩离子的撞击作用在加工过程中起着提高效率的作用,但在之后的研究中发现起主要作用的应是电弧的形成。

1 材料高效加工原理

采用电感耦合原理获得等离子体,产生原理如图 1 所示。实验中所使用的 ICP 炬管由 Fassel 式炬管改造制成。炬管为三层同心管结构,其中,外管中沿切向通入 Ar ($8 \sim 12 \text{ slm}$),冷却石英管壁,防止等离子体将管壁熔化;中管中通入 Ar ($0.5 \sim 2 \text{ slm}$) 利于产生等离子体,并防止等离子体熔化内管;内管中通入所需要的反应气体(如 SF_6 , CF_4 和 NF_3 等),产生活性 F^* 原子。当线圈

中通入射频电流后,炬管内将产生强烈振荡的磁场,此时将携带有少量自由电子的 Ar 通入磁场中,电子在磁场作用下振荡并与其他粒子碰撞,形成环形电流,最终形成等离子体。

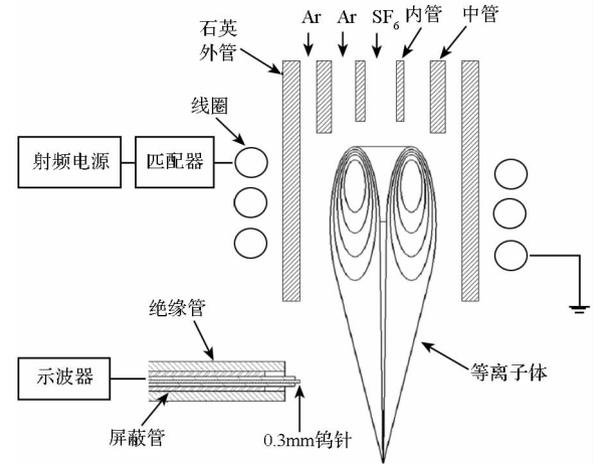


图 1 电感耦合等离子体发生原理和电压测量示意图

Fig. 1 Generation principle and voltage measurement diagram of ICP

等离子体加工 SiC 材料时,活性 F^* 原子与材料中的 Si 原子反应生成气态 SiF_4 , 化学反应式如式(1):



其化学反应速率符合阿伦尼乌斯方程,因此,等离子体加工的材料去除率也符合阿伦尼乌斯方程形式(Arrhenius-type)^[10],即:

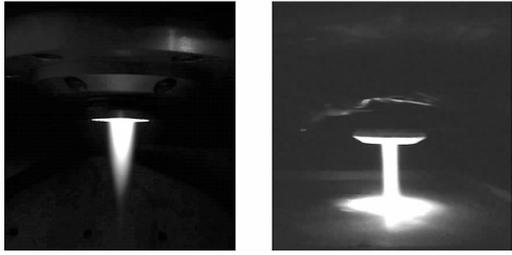
$$MRR(T) = C \cdot n_F \cdot e^{-\frac{E_a}{R \cdot T}} \quad (2)$$

其中, MRR 为材料去除率, C 为材料常数, n_F 为氟原子浓度, E_a 为反应活化能, R 为气体常数, T 为反应温度。

由式(2)可知,提高等离子体加工效率的方法为提高反应温度 T 和降低反应活化能 E_a 。加工前对工件进行预热,可将加工效率提高 $2 \sim 3$ 倍,但这并不适用于大型光学零件的加工。因此,降低反应活化能是提高加工效率的最好途径。

由于线圈与等离子体之间寄生电容的存在,电感耦合等离子体中往往也存在电容耦合效应。文献[12]分析了电容耦合效应对在真空条件下工作的电感耦合等离子体刻蚀机的影响,并得到了结论:等离子体电压实际上与线圈电压相关。

改变线圈结构,提高线圈电压,可提高等离子体的射频电压,而当具有较高射频电压的等离子体接触导体或半导体工件时,等离子体与工件将产生电弧放电现象,如图 2 所示。SiC 材料为典型的半导体材料,当等离子体与其接近时将产生电弧放电现象。



(a) 普通等离子体 (a) Conventional ICP
(b) 电弧增强等离子体 (b) AEP

图 2 普通等离子体和电弧增强等离子体对比
Fig. 2 Conventional ICP and AEP

由能带理论(半导体材料存在具有自由电子的导带和束缚电子的价带,导带底和价带顶之间的能差为禁带宽度,是破坏共价键所需要的最低能量)可知:在外界电弧作用下,高能电子通过和晶格的碰撞将能量传递给晶格,而价带中电子受到激发进入导带中,相当于共价键上的电子挣脱束缚,形成导电电子,破坏其共价键,从而降低了反应活化能,显著提高其加工效率。

2 结果与讨论

2.1 射频电压测量

实验中使用自制的探针对等离子体电压进行测量。探针结构如图 1 所示,使用 0.3mm 的钨针作为探头,在其周围进行接地屏蔽,使探针的特征阻抗为 50Ω,探针最外层使用刚玉管进行绝缘和保护。由于电弧增强的电感耦合等离子体的温度非常高(0.1mm 以下的钨丝瞬间可熔化),因此,

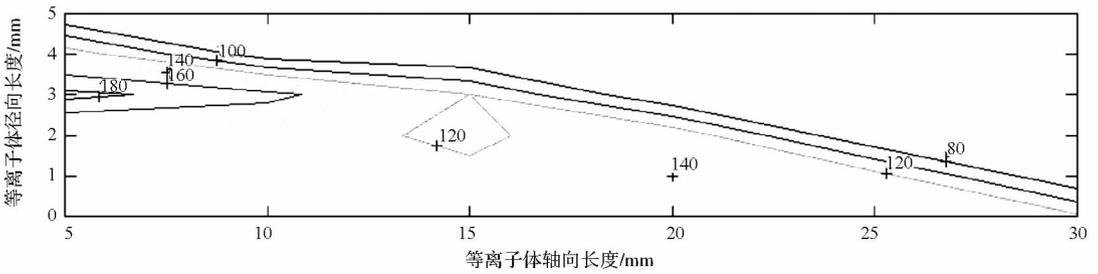
测量过程中,探针必须做快速的往复运动,以防止探针在等离子体中停留时间过久而熔化。探针检测电压信号,使用示波器对其进行观察。

等离子体是围绕线圈轴线旋转对称的,因此只需要测量等离子体半径方向的各点电压即可获得等离子体整体的射频电压值。实验中沿等离子体的径向长度的电压测量间隔为 1mm,沿轴向长度的测量间隔为 5mm,测量的起始点为炬管口。

由于 SF₆ 中的 F 原子在活性状态时与探针的钨反应,因此在测量等离子体电压时不能通入反应气体 SF₆。

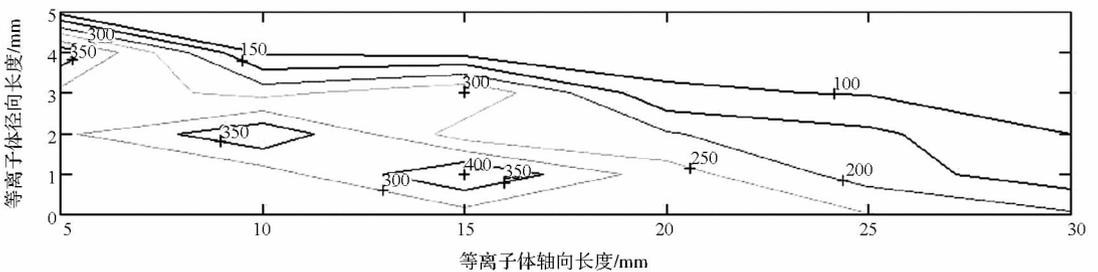
普通电感耦合等离子体和电弧增强等离子体的测量结果如图 3 所示,图中电压值为等离子体的峰值电压。

由图 3(a) 所示测量结果可知,输入功率为 1000W 时,最大峰值电压为 180V,位于径向 3mm、轴向 5mm 位置,而不是中心 0mm 处,随着等离子体轴向长度的增加,等离子体电压逐渐变小,在轴向长度 30mm 处,电压值为 140V,此时只有等离子体的尖端具有较高的电压。因此,可以得到以下结论:①等离子体中的电压分布并不是均匀的,这是因为趋肤效应使等离子体的环形电流处于等离子体中的最外层,因此,等离子体的最大电压的测量值位于等离子体外层,等离子体内部的电压基本相等,可视为等电势的;②随着等离子体喷射长度的增加,即轴向长度的增加,等离子体的电压逐渐下降。



(a) 1000W 下的普通等离子体电压测量结果

(a) Voltage measurement result of conventional ICP when the power is 1000W



(b) 1000W 下的电弧增强等离子体电压测量结果

(b) Voltage measurement result of AEP when the power is 1000W

图 3 普通等离子体和电弧增强等离子体电压测量结果

Fig. 3 Results of voltage measurement of conventional ICP and AEP

而由图 3(b) 所示测量结果可知,输入功率为 1000W 时,最大峰值电压为 400V,位于径向 1 ~ 2mm、轴向 5 ~ 20mm 位置,同普通等离子体一样并不是在中心处,随着等离子体轴向长度的增加,等离子体电压逐渐变小,在轴向长度 30mm 处,电压值为 210V,此时只有等离子体的尖端具有较高的电压。

对比图 3(a) 和图 3(b) 可发现,在功率同样为 1000W 时,电弧增强等离子体的最大峰值电压 400V 显著高于普通等离子体的 180V。射频电压的提高,使等离子体与钨针之间的放电增强,最大

峰值电压区域也变得不同。电弧增强等离子体的最大放电区域长度更长,宽度更大,并且有向中心收缩的趋势。

2.2 等离子体直线扫描加工

分别使用普通等离子体和电弧增强等离子体在相同的实验参数(功率 1000W,反应气体组成为 20sccm Ar 和 10sccm SF₆) 下对直径为 133mm 的 S-SiC 样件进行直线扫描加工,直线扫描速度为 50mm/min,加工结果见图 4 和表 1。

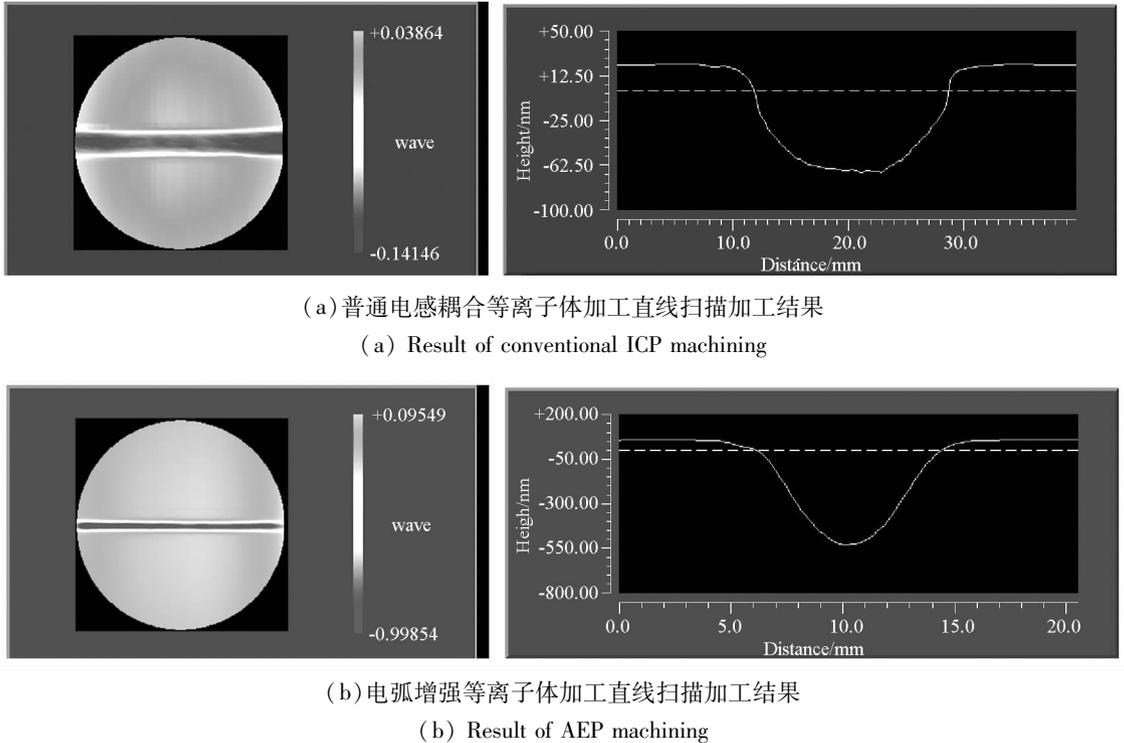


图 4 普通等离子体和电弧增强等离子体直线扫描加工结果

Fig. 4 Results of conventional ICP machining and AEP machining

表 1 普通等离子体和电弧增强等离子体
直线扫描加工结果

Tab. 1 Result of conventional ICP machining
and AEP machining

	普通等 离子体	电弧增强 等离子体
峰值去除深度/mm	89.5	604.7
去除直径/mm	20	10
材料去除率/(mm ³ /min)	0.064	0.168

由图 4(a) 可知,普通等离子体加工方法在加工 S-SiC 时,去除函数并非高斯型,而近似圆形,材料去除率为 0.064mm³/min。

而在使用电弧增强等离子体加工方法对同一

S-SiC 工件进行加工后,由图 4(b) 所示结果可知,其去除函数为高斯型,而材料去除率为 0.168mm³/min,计算得到的峰值去除率约为 8μm/min,是 SiC 光学材料研磨工艺^[13] 的 3 ~ 4 倍。

比较表 1 中的加工结果可知,电弧增强等离子体加工方法具有更大的材料去除率,约为普通等离子体加工方法的 2.6 倍。虽然电弧的形成使电弧增强等离子体变长变细,使其去除函数的直径减小,约为普通等离子体加工方法的一半,但是其峰值去除深度大大提高,约为后者的 7 倍。直径小但峰值去除率高的去除函数在 SiC 材料镜面修形中更具有优势。因此,电弧增强等离子体加工方法可以应用于磨削后的 SiC 反射镜的修形加工中,大大缩短加工时间。

比较图 4(a) 和图 4(b) 可知,普通等离子体加

工方法的去除函数并非标准的高斯型,与之相比,具有较好的高斯型去除函数形状的电弧增强等离子体加工方法在实际的加工应用中更有优势。

3 结论

在使用电弧增强等离子体加工方法加工 SiC 光学材料时,电弧的产生可以显著提升 SiC 材料的加工效率。加工过程中,电弧中的高能电子将能量传递给 SiC 晶格,激发价带中的电子进入导带中,破坏维持 SiC 材料稳定的共价键,减小化学反应的活化能,从而提高加工效率。使用自制的探针进行了等离子体电压测量实验,发现电弧增强等离子体与普通电感耦合等离子体相比,具有更高的射频电压,由于趋肤效应的作用,等离子体的最大电压位于等离子体外层,随着等离子体喷出长度的增加,等离子体电压下降。分别使用两种加工方法在相同的工艺参数下对 S-SiC 进行直线扫描加工实验,对比发现电弧增强等离子体加工方法在加工过程中具有更高的加工效率,约为普通加工方法的 2.6 倍,且具有高斯型的去除函数,相比于普通等离子体加工的非高斯型去除函数具有更好的工程应用前景。

参考文献 (References)

- [1] 赵青,刘述章,童洪辉. 等离子体技术及应用[M]. 北京:国防工业出版社,2009.
ZHAO Qing, LIU Shuzhang, TONG Honghui. Plasma technology and its applications [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2009. (in Chinese)
- [2] Oehrlein G S. Rutherford backscattering studies of plasma-etched silicon [J]. Journal of Applied Physics, 1986, 59(9): 3053-3062.

- [3] Bollinger L D, Zarowin C B. Rapid, non-mechanical damage free figuring of optical surfaces using PACE. II: theory and process control [C]//Proceedings of SPIE Advances in Fabrication and Metrology for Optics and Large Optics, 1989: 91-97.
- [4] Takino H, Shibata N, Itoh H, et al. Computer numerically controlled plasma chemical vaporization machining with a pipe electrode for optical fabrication [J]. Applied Optics, 1998, 37(22): 5198-5210.
- [5] Hideo T, Kazuya Y, Yasuhisa S, et al. Removal characteristics of plasma chemical vaporization machining with a pipe electrode for optical fabrication [J]. Applied Optics, 2010, 49(23): 4434-4440.
- [6] Arnold T, Bohm G, Paetzelt H. Ultra-precision surface machining with reactive plasma jets [J]. Contributions to Plasma Physics, 2014, 54(2): 145-154.
- [7] Arnold T, Bohm G. Application of atmospheric plasma jet machining (PJM) for effective surface figuring of SiC [J]. Precision Engineering, 2012, 36(4): 546-555.
- [8] Jin H L, Wang B, Zhang F H. Spectroscopic characterization of fluorine atoms in atmospheric pressure He/SF₆ plasmas [J]. Chinese Optics Letters, 2011, 9(6): 97-99.
- [9] Fanara C, Shore P, Nicholls J R, et al. A new reactive atom plasma technology (RAPT) for precision machining: the etching of ULE surfaces [J]. Advanced Engineering Materials, 2006, 8(10): 933-939.
- [10] Castelli M, Jourdain R, Morantz P, et al. Rapid optical surface figuring using reactive atom plasma [J]. Precision Engineering, 2012, 36(3): 467-476.
- [11] Shi B L, Xie X H, Dai Y F, et al. A high efficiency machining method of SiC: ion-enhanced atmospheric pressure plasma machining [C]//Proceedings of SPIE, 2014: 928104.
- [12] Watanabe M, Shaw D M, Collins G J, et al. Radio-frequency plasma potential variations originating from capacitive coupling from the coil antenna in inductively coupled plasmas [J]. Journal of Applied Physics, 1999, 85: 3428-3434.
- [13] 李圣怡,戴一帆,康念辉,等. 碳化硅光学反射镜超精密加工的基础理论与方法[M]. 北京:科学出版社,2014.
LI Shengyi, DAI Yifan, KANG Nianhui, et al. Basic theory and method for ultra precision machining of silicon carbide mirror [M]. Beijing: Science Press, 2014. (in Chinese)