

大面积金刚石自支撑膜机械抛光的优化工艺研究

摘要:

研究了一种用于抛光等离子体溅射 CVD 法制备的金刚石自支撑膜的高效安全的抛光工艺。试验探索了转盘转速、金刚石粉颗粒尺寸、磨盘表面形状对金刚石自支撑膜磨抛速率的影响。研究表明:带槽盘对金刚石自支撑膜的粗研磨效果明显,速率较高,平面盘对提高金刚石自支撑膜的表面粗糙度有利;不同颗粒的金刚石粉对应着各自合适的能充分利用其磨削能力的转速,在这个转速下,金刚石自支撑膜的磨抛速率在 12 $\mu\text{m}/\text{h}$ 左右。本文通过对新的工艺参数的探索,为金刚石自支撑膜后续加工提供有力的技术支持。

关键词: 金刚石自支撑膜; 机械抛光; 优化工艺

1 引言

众所周知,金刚石是自然界目前所知最硬的材料,同时,它具有极高的热导率,高的电子和空穴迁移率,并在很宽的光波段范围内(0.2~25 μm)透明^[1]。因此,诸多的优异性能促使人们对金刚石材料产生了浓厚的兴趣。早期,金刚石材料在刀具、磨具材料上广泛应用,其它电子、热学、光学、声学、领域的应用都要求金刚石要经过抛光处理才能够使用。

20 世纪 90 年代以来,随着化学气相沉积(CVD)技术的发展,人造金刚石自支撑膜已具有十分接近天然金刚石的各项性能。且成本也降到用户可以接受的范围,商业化应用前景可观^[2]。本研究所长期致力于金刚石自支撑膜的研究和开发,已经开发出拥有我国独立知识产权的高功率 100kW 级直流电弧等离子体溅射化学气相沉积系统(100kW DC Arc Plasma JetCVD),可以沉积出最大直径为 120mm 的金刚石自支撑膜,厚度在 1mm 左右^[3]。然而,金刚石自支撑膜的后加工(包括切割、抛光、平整化等工序)特别困难,所以在金刚石自支撑膜抛光方面本研究所亦进行过较多的研究^[4,5],但是效果都不明显,不是效率太低,且易损坏样品,就是研磨设备成本过高,控制稳定性差,不利于进行产业化的应用。

如今金刚石膜的抛光方法已经存在多种,从早期到现在依次有:金刚石粉研磨^[6]、热化学抛光^[7]、离子束抛光^[8]、等离子抛光^[9]、化学机械抛光^[10]、激光抛光^[11]等方法。这些方法中,各有优缺点,万静^[12]等综述比较了这些方法各自的特点。本文选用的方法是最古老、最方便、原理最简单的金刚石粉机械研磨抛光方法,研磨抛光的设备选用 UNIPOL-1502A 抛光机。通过研究研磨盘面形、转盘转速、金刚石粉颗粒尺寸对金刚石自支撑膜磨抛速率的影响,找出新技术的工艺参数和工艺条件。

2 试验

金刚石自支撑膜是由本实验室的 100kW 级高功率直流电弧等离子体溅射化学气相沉积系统制备而成,沉积金刚石自支撑膜的工艺参数如表 1 所示。

表 1 沉积金刚石自支撑膜的参数

功率 (kW)	15	沉积室压强 (kPa)	
基体温度 ($^{\circ}\text{C}$)	950	a)	4.2
CH ₄ 流量 (ml/min)	120	H ₂ 流量 (ml/min)	8
沉积时间 (h)	80	n)	2
		Ar 流量 (ml/min)	Mo
		n)	
		基体	

金刚石自支撑膜的直径为 $\text{O}60\text{mm}$ ，厚度为 1mm ，生长面的最初粗糙度 $R_a > 12\mu\text{m}$ ，并且表面生长不均匀，呈现起伏不平的形貌特征。

抛光设备选用 UNIPOL-1502A 型自动研磨抛光机，该设备可无极调速，试样加载为载物盘自身重力加载，铸铁盘选平面盘或带槽平盘，还可同时加工 3 个试样达到小批量生产的能力。该设备研磨盘旋转平稳， $\text{O}380\text{mm}$ 的研磨抛光盘的跳动范围在 $5\sim 10\mu\text{m}$ ，对试样损害小。

金刚石粉选用高温高压爆炸制备的筛选粉，粒度分别是 100/120、140/170、200/230，采用加水研磨，金刚石粉可部分回收。

本实验旨在探索新的设备的工艺参数，故尝试不同的转速，不同的金刚石粉颗粒尺寸，不同表面形状的研磨盘，工作固定的时间段，选择最大磨削量的工艺参数作为结果参数。

3 结果与讨论

3.1 不同研磨盘对金刚石自支撑膜磨抛速率的影响

选用粒度为 100/120 的金刚石粉分别在带槽盘和平面盘上以 $50\text{r}/\text{min}$ 的转速研磨 1h，对金刚石自支撑膜进行粗抛，测量多点相对高度，取平均值评价磨抛速率，不同磨盘对金刚石自支撑膜磨抛速率的影响如图 1 所示。

从图 1 可以看出，带槽盘对金刚石自支撑膜的磨抛速率快，有利于金刚石自支撑膜的粗抛过程。因为带槽盘的工作原理是增大金刚石粉与金刚石自支撑膜的切削力，并且提高金刚石粉的滚动几率，使得金刚石粉尽可能多地利用尖角磨削，从而提高磨抛速率。但是带槽盘容易产生较多且深的划痕，故而不利于金刚石自支撑膜的细抛。平盘对金刚石自支撑膜的磨抛属于“温和”型的，采用铸铁盘镶嵌金刚石粉的方式磨削金刚石自支撑膜，对金刚石膜的切削力主要靠镶嵌力来提供，故而相对恒定，可以促进金刚石膜表面粗糙度的降低，但磨削速率没有带槽盘大。

3.2 不同转盘转速对磨抛速率的影响

选用粒度为 200/230 和 140/170 的金刚石粉在平盘上分别以 30、35、 $40\text{r}/\text{min}$ 的转速研磨 2h，不同转速对磨抛速率的影响如图 2 所示。

从图 2 可以看出，颗粒为 140/170 的金刚石粉研磨时，速度越大使得磨削速率越小，跟通常的观点有些不同。试验现象表现为，在速度不断增加的时候，金刚石粉容易向外移动，最终被摔出研磨盘。这是因为转速越大，所需的向心力越大，而磨盘的镶刻力不能提供足够大的向心力，从而金刚石粉容易被摔出，不能充分利用金刚石粉的磨削力，从而影响磨削效果。颗粒为 200/230 的金刚石粉研磨时，在 $35\text{r}/\text{min}$ 时有个非常的大磨削量，也就是说在这个转速时磨削效果最佳。试验现象表现为，在 $30\text{r}/\text{min}$ 时，金刚石粉容易因载物盘的自转而向磨盘内聚集，影响了磨削效果；而 $40\text{r}/\text{min}$ 时，金刚石粉因为向心力向磨盘外移动，最后被摔出，也没有起到足够磨削的作用。所以，可以初步估计颗粒为 140/170 的金刚石粉磨盘转速在 25

$\sim 30\text{r}/\text{min}$ 之间时磨削效果最佳，颗粒为 200/230 的金刚石粉在磨盘转速 $35\text{r}/\text{min}$ 时磨削效果最佳。

3.3 不同金刚石粉颗粒尺寸对磨削速率的影响

通过之前的研究结果可以知道，在同一个转速对不同的金刚石粉颗粒的磨削能力进行评价是不合适的，因为每一种颗粒都会对应一个合适的转速。所以选用颗粒为 200/230 和 140/170 的金刚石粉在转速分别为 30、35、 $40\text{r}/\text{min}$ 时进行研

磨 2h。选用颗粒为 140/170 和 100/120 的金刚石粉在转速为 20、30r/min 时进行研磨 2h，不同金刚石粉的颗粒尺寸对磨削量的对比图如图 3 所示。

从图 3 可以看出，不同的金刚石粉颗粒尺寸对应有一个合适的转速，在这个转速下的最大磨削速率才能体现出金刚石粉的磨削能力。根据之前的数据以及试验现象可以估计 200/230 的颗粒在 35r/min 时有最大磨削速率，140/170 的颗粒在 25~30r/min 会产生一个最大的磨削量；100/120 的颗粒将在 20~25r/min 之间产生一个最大磨削量，因为试验数据显示在 10r/min 时磨削量下降且金刚石粉易内聚，20r/min 时金刚石粉的分布比较均匀。根据文献^[13]报道，金刚石粉对金刚石自支撑膜产生的磨削作用会有一个极值，也就是说同粒度的金刚石粉只能达到一定的磨削量，达到之后时间增长或者转速增大，都不能改善磨削效果。而在本试验中，不同的金刚石粉颗粒的最大磨削速率都在 12 $\mu\text{m}/\text{h}$ 左右，所以不同的金刚石粉颗粒需要找到其本身最好的匹配转速，达到之后的磨削能力相差不大。

4 结论

长期以来本实验室在进行金刚石自支撑膜后续加工的领域里碰到的难题是磨削速率太低，安全性也低，容易损坏样品，从而大大增加了研究成本，实际应用方面也受到阻碍。这次选用新的设备使用最简单的方法，磨削速率有了很大的提高。又加上金刚石粉可以回收再利用，从而降低了后续加工的成本。通过本次新工艺的探索，得出以下结论：

(1) 带槽盘的粗抛效果好，磨削速率大，平面盘的细抛效果好，有利于表面粗糙度的降低（细抛后的表面粗糙度 0.5 μm 左右）。在金刚石自支撑膜研磨初期，使用带槽盘进行粗磨，到达一定粗糙度之后选用平面盘进行细磨。

(2) 不同的金刚石粉颗粒尺寸都对应有一个磨削效果最好的转盘转速，一般是使得金刚石粉能够在研磨带上均匀分布的转速范围，充分利用金刚石粉的磨削能力。如本试验的 200/230 粒度对应的 35r/min，140/170 粒度对应的 20~25r/min，100/120 粒度对应的 20~25r/min。

本次试验所进行的磨抛工序是粗抛和细抛，精抛工艺需后续工作进一步探索。同时，本试验过程中发现，新的设备和工艺虽然能提高磨削速率，降低表面粗糙度，但是不能改变金刚石自支撑膜的初始平面度，只会在原有平面度的基础上进行抛光处理。然而平面度对金刚石自支撑膜的应用也有着较大的影响，所以有待进一步探索研究金刚石自支撑膜的平整技术。

参考文献：

- [1]戴达煌.金刚石薄膜沉积制备工艺与应用[M].北京：冶金工业出版社，2001.6.
- [2]吕反修.【J】.新材料产业，2003，116（7）：63-67.
- [3]吕反修，唐伟忠，刘敬明，等.[J].材料研究学报，20015，1（1）：41-48.
- [4]张恒大，刘敬明，宋建华，等.[J].表面技术，2001,30（1）：15-18.
- [5]付一良，吕反修，王建军.[J].高技术通讯，1996（1）：1-5.
- [6]Thornton A G, Wilks J.[J].Diamond Research, 1974,（Sup pl.）：39-42.
- [7]Okuzumi F, Tokura H, Yoshikawa M C. Advance in NewDiamond Science and Technology[C].Tokyo: MY, 1994.53-56.
- [8]Ilias S, Sene G, Moller P, et al.[J].Diamond and Related Materials, 1996, 5: 835-839.
- [9]Sirineni G, Naseem H, Malshe A, et al.[J].Diamond and Related Materials, 1997, 6: 952-958.

- [10]Malshe A, Naseem H, Brown W, et al.[P].United States Patent: 5725413, 1998.
- [11]Malshe A, Ozkan A, Brown W, et al.[P]. United States Patent: 6168744, 2001.
- [12]万静, 苟立, 冉均国.[J].现代技术陶瓷, 2003, 95 (1) : 31-34.
- [13]傅惠南, 王晓红, 姚强, 等.[J].工具技术, 2004, 38: 89-90.

合肥高科材料技术有限公司