

机械法抛光加工金刚石膜研究

袁慧¹, 陈春林², 王成勇¹

(1. 广东工业大学机电工程学院, 广东广州 510006; 2. 广州市盾建地下工程有限公司, 广东广州 510030)

摘要: 在平面研磨机上使用金刚石抛光盘对金刚石膜进行了抛光实验。通过观察金刚石膜机械抛光过程中表面形貌的变化, 并结合拉曼光谱分析, 提出了金刚石抛光盘抛光金刚石膜的抛光机理主要是微切削和压力破碎作用, 同时还可能有少量金刚石转变为非晶碳的作用。通过单因素实验研究, 发现金刚石盘的粒度对抛光金刚石膜材料去除率的影响最为显著。转速越高, 表面粗糙度越小, 压力和粒度存在最优值, 超过该值后, 表面粗糙度并不会随之降低。

关键词: 金刚石膜; 抛光加工; 机械法; 表面粗糙度

中图分类号: TG5; TQ 164 **文献标识码:** A **文章编号:** 1673-1433(2007)01-0005-05

Mechanical polishing of CVD diamond films

YUAN Hui¹, CHEN Chun-lin², WANG Cheng-yong¹

(1. Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China;

2. Guangzhou Dunjian Underground Construction Engineering Co. Ltd., Guangzhou 510030, China)

Abstract The mechanical polishing of CVD diamond film was carried out with diamond discs using plane grinding machine. It is proposed that the polishing mechanism of diamond film polishing by diamond discs is mostly micro-cutting and the breakage under mechanical pressure as well as possible transformation of few diamonds into amorphous carbon, according to the surface morphologic change of diamond film during the process of mechanical polishing and combined with Raman spectrum analysis. It is proved by single factor experiment that the particle size of diamond disc affect the polishing efficiency considerably. The higher of rotating speed, the better surface quality is. There exists the optimal pressure and particle size for polishing. The surface roughness would not be further reduced while the pressure and size surpassed the optimal values.

Keywords: diamond film; polishing; mechanical method; surface roughness

1 概述

化学气相沉积法(CVD)生成的金刚石膜在沉积过程中会因为晶体沿着某些晶面择优生长, 而导致厚度不均、颗粒大小不等、表面粗糙度过大等问题。因此, 在许多情况下很难直接应用。金刚石膜的硬度高,

化学性能稳定, 厚度较薄, 在平整加工或抛光中极易发生破裂。因此, 金刚石膜的抛光一直是金刚石膜应用的关键技术之一^[1]。目前金刚石膜的抛光方法主要包括机械研磨抛光、化学辅助机械抛光^[2]、纯化学抛光^[3]、热化学抛光^[4]、离子束抛光^[5]、激光束抛光^[6]、磨料水射流抛光^[7]、电火花抛光^[8]等。

收稿日期: 2006-10-20

作者简介: 袁慧(1954-), 女, 副教授, 长期从事先进制造技术及超硬材料研究, 发表论文20余篇。

基金项目: 国家自然科学基金项目“金刚石膜高效抛光加工新技术研究”(项目编号: 59875014)资助。

机械抛光是一种相对简单直接的常用抛光方法。使用开槽的铸铁抛光盘进行抛光,利用游离磨料或金刚石砂轮与金刚石膜表面接触产生较大的摩擦力,使金刚石表层发生变形甚至碳键断裂而形成碎屑,从而达到去除材料的目的^[1,9]。在机械抛光中,金刚石膜的最终表面粗糙度取决于磨粒的尺寸。C. D. Ollison 在铸铁盘上使用金刚石磨粒抛光金刚石膜,最终的微观表面粗糙度达到了 43.6 nm ^[10]。余忠民等使用电镀金刚石抛光盘手工抛光金刚石膜,1个小时内金刚石膜的厚度从 $320\text{ }\mu\text{m}$ 降到了 $240\text{ }\mu\text{m}$ ^[11]。徐锋使用 $240\text{ }\mu\text{m}$ 目金刚石抛光盘,在 30 min 内将金刚石膜的表面粗糙度(R_a)从 $6\text{ }\mu\text{m}$ 降到 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ ^[12]。在机械抛光中,金刚石膜的化学性能没有发生显著的变化。然而,长时间(甚至几天)的抛光和施加于抛光样品上的力容易在金刚石膜表面下产生微裂纹。Yoshikawa 采用氢气刻蚀的方法,去除了抛光后的表面平整无划痕的金刚石表面层,发现表层下面存在着沿抛光方向分布的划痕,这种缺陷是机械抛光方法本身特点决定的,虽然可以改善,但不能消除^[13]。

本文在平面研磨机上使用金刚石抛光盘进行了金刚石膜抛光实验,通过观察抛光后金刚石膜的表面形貌,并结合拉曼光谱分析,研究金刚石抛光盘抛光金刚石膜的工艺和机理,为最终实现金刚石膜的高效超光滑表面加工提供一定的实验和理论依据。

2 实验

机械抛光实验在DAP-V型行星式平面研磨机(以下简称平面研磨机)和金相抛光机上进行的。平面研磨机的转速可以在 $0\sim 600\text{ RPM}$ 间调节,通过弹簧进行压力调节;将单层电镀金刚石抛光盘粘在转盘上,通过弹簧压紧金刚石膜进行抛光;抛光盘转速分别为 100 、 200 、 400 和 600 RPM ;加在金刚石膜上的压力分别为 0.07 MPa 、 0.16 MPa 和 0.21 MPa ;金刚石抛光盘的粒度号分别为 $260\#$ 、 $400\#$ 、 $600\#$ 。在上述研究的基础上,采用优化的加工条件,还在转速为 1350 RPM 金相抛光机上,使用 $2000\#$ 金刚石抛光盘通过改变压块重量调节压力进行高效精密抛光。实验中使用的金刚石膜由北京天地东方超硬材料股份有限公司生产,其原始表面粗糙度(R_a)值在 $12\text{ }\mu\text{m}$ 左右,面积为 1 cm^2 左右。

使用TR100型表面粗糙度计测量抛光前后的金刚石膜表面粗糙度;使用电子天平测量抛光前后金刚石膜的减重并计算磨削抛光量;使用PHILIPS XL30

扫描电子显微镜对抛光后金刚石膜进行表面形貌分析;使Renishaw RM-1000型显微激光拉曼光谱仪分析机械抛光前后是否存在碳形态的转变;使用CSPM-2000型扫描探针显微镜(SPM)测量抛光后金刚石膜的微观表面粗糙度。此外还使用了超声波清洗器、干燥箱等设备进行试件处理。

3 实验结果与讨论

3.1 金刚石膜的机械抛光过程

图1可以观察到采用金刚石抛光盘进行抛光过程中的金刚石膜表面形貌的变化过程。图1(a)是原始的金刚石膜表面,可以看到表面晶形非常完整,棱角分明,表面凸凹不平。抛光开始阶段,金刚石膜上面最高的颗粒首先与抛光盘接触,在磨粒的作用下首先被磨平;而大部分较低的金刚石颗粒仍未与抛光盘接触,其形状保持不变,如图1(b)所示。从图1(c)、(d)、(e)可以看到,随着抛光时间的延长,高颗粒的尖峰被大量磨掉,抛光面积不断增大;较低的磨粒也开始参与抛光,金刚石膜的表面粗糙度不断降低,表面的沟槽也越来越不明显。图1(e)中金刚石膜底部棱角的界线已经不明显了。图1(f)是抛光后的金刚石膜表面形貌,金刚石表面已经比较平坦,尖峰和沟槽都已消失。

机械抛光时,要在金刚石膜上施加很大的压力。由于抛光盘是刚性的,不易产生变形,当作用力足够大时,就会在金刚石膜表面产生微裂纹,从而加快抛光的速度。但如果抛光后的表面这样的微裂纹仍然存在,将会影响金刚石膜的实际应用效果。此外,控制好金刚石膜抛光时的轨迹和保持运动精度对于抛光高质量金刚石膜表面是非常重要的。

3.2 金刚石膜的机械抛光机理

对机械抛光前后的金刚石膜进行拉曼光谱的分析发现,通常的金刚石的峰值在 1332 cm^{-1} 处,而本文实验中采用的金刚石膜原始膜的峰值在 1331 cm^{-1} 。因此,金刚石膜呈现压应力,不利于抛光,需要较长的时间抛光。

在机械抛光后的金刚石膜上测量了三个不同位置点的拉曼光谱,并与抛光前金刚石膜的拉曼光谱进行了比较,如图2所示。在抛光后金刚石膜的三条谱线中,有两条谱线的特征峰与抛光前金刚石膜的特征峰没有差别,但在另外一条谱线的 1510 cm^{-1} 处出现了明显的非晶碳特征峰,这是机械抛光前金刚石膜表面不存在的。

这说明,在机械抛光中金刚石膜上有少量的金刚石态碳转变为非晶态碳。在单晶金刚石抛光研究中,

曾提及,在(100)软方向上的抛光碎片中发现存在有低密度碳,证实抛光过程存在有化学相变^[1]。

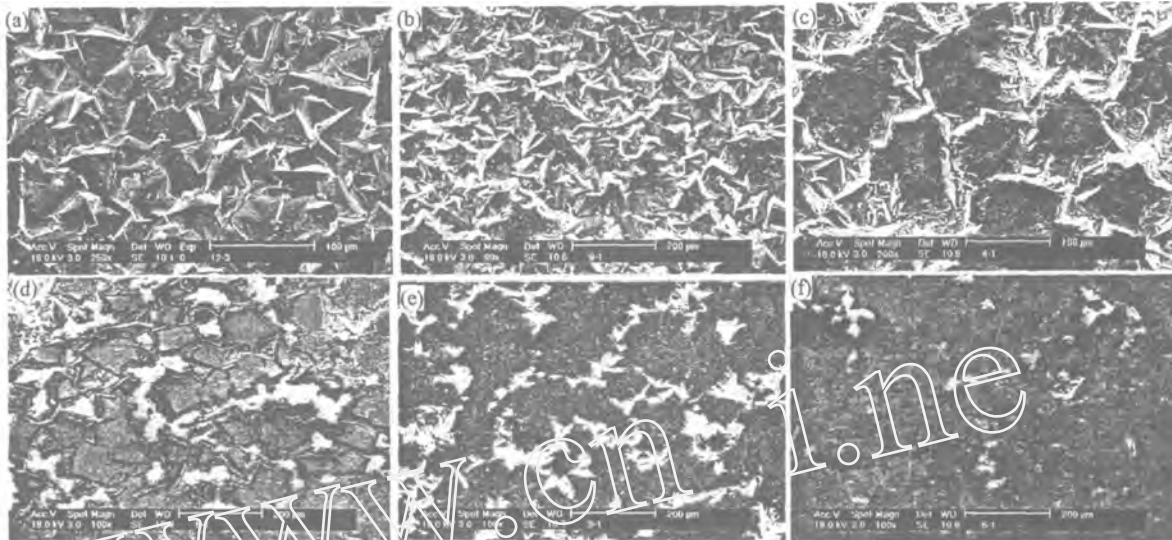


图1 机械抛光后金刚石膜表面形貌

Fig 1 Surface of diamond film after mechanical polishing

(a)- 原始金刚石膜表面 (b)- 转速200RPM,抛光盘600#,压力0.16MPa (c)- 转速600RPM,抛光盘400#,压力0.16MPa
(d)- 转速100RPM,抛光盘400#,压力0.07MPa (e)- 转速200RPM,抛光盘600#,压力0.21MPa (f)- 转速600RPM,抛光盘600#,压力0.07MPa

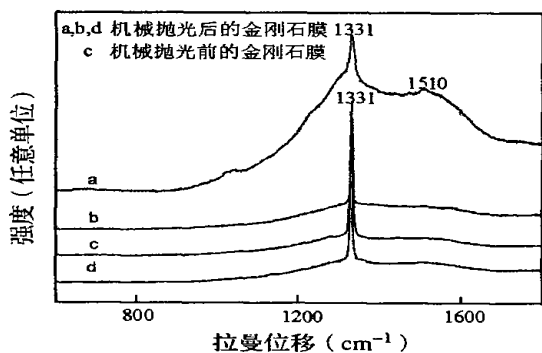


图2 金刚石膜表面机械抛光前后的拉曼光谱

Fig 2 Raman spectrum of the diamond film before and after polishing

因此,金刚石抛光盘抛光金刚石膜的抛光机理主要是抛光盘上固结的金刚石磨料对金刚石膜产生的切削作用,以及加在金刚石膜上的压力在金刚石膜的尖峰上产生破碎,同时在抛光过程中有小部分金刚石转变为非晶碳被切除。

3.3 金刚石膜机械抛光的主要影响因素

3.3.1 压力

图3为不同压力条件下金刚石膜在抛光过程中表面粗糙度的变化情况。抛光刚开始的前5min内,表

面粗糙度减小得最快,金刚石膜表面粗糙度 R_a 最多降低了 $6\mu\text{m}$ 。在随后的抛光过程中,金刚石膜的表面粗糙度减小速度不显著。抛光后的金刚石膜表面粗糙度随压力的增大而降低。压力越大,金刚石膜与抛光盘的接触更为紧密,有利于提高磨粒的切削作用。同时也使得金刚石膜上晶粒的尖端与抛光盘接触时,容易产生尖端破碎,有利于提高抛光效率。

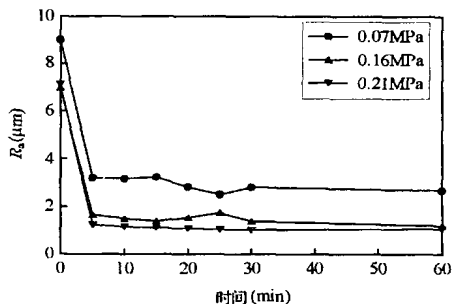


图3 压力对抛光金刚石膜的影响

Fig 3 Influence of pressure on the polishing of diamond film (转速200RPM,600#抛光盘,平面研磨机)

3.3.2 转速

在其他条件相同的情况下,转速越高,抛光最终能达到的表面粗糙度也越小,如图4所示。这是由于

随着转速提高,抛光盘上金刚石磨粒与金刚石膜接触的
次数增多,相当于增加了切削次数,所以抛光效率高。
同样在抛光刚开始的一段时间内,金刚石膜的表面粗糙度下降很快。但随后,由于金刚石膜表面同抛光盘的接触面积增大,同时抛光盘上的金刚石磨粒磨钝磨损程度提高,使得金刚石膜的粗糙度不再随抛光时间的延长而显著下降。

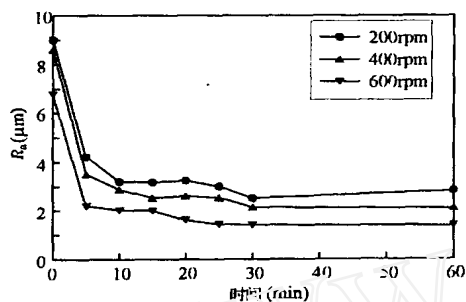


图4 转速对抛光金刚石膜的影响

Fig 4 Influence of rotating speed on the polishing of diamond film
(压力0.07MPa, 600# 抛光盘, 平面研磨机)

3.3.3 金刚石磨粒的粒度

使用不同粒度的金刚石抛光盘进行机械抛光能达到的最终表面粗糙度相差不大,如图5所示。金刚石颗粒尺寸越大,切削的作用越显著,去除率大。但是随着抛光进行,金刚石磨粒发生磨损,切削作用会发生明显减弱,不同粒度号的金刚石抛光盘已差别不大。图5说明,260# 金刚石抛光盘的表面粗糙度减小最快,400# 和600# 的抛光盘相差不大。因此,使用260# 抛光15min后,再使用400# 和600# 抛光盘加工,可取得更好的抛光效果和加工效率。

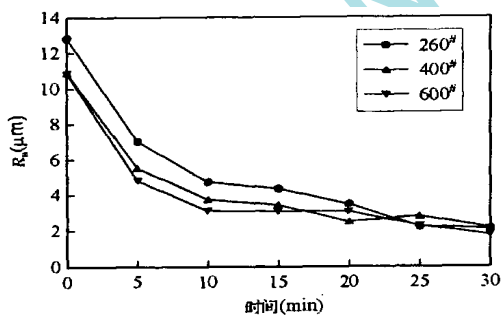


图5 抛光盘粒度对抛光金刚石膜的影响

Fig 5 Influence of the grain size of polishing disc on the polishing of diamond film
(压力0.07MPa, 转速200RPM, 平面研磨机)

3.3.4 电火花预加工

将经过石墨电极电火花加工^[8]和未经过电火花加工的两种金刚石膜在同一条件下进行抛光,加工效果如图6所示。可以看出,经过电火花预加工的金刚石膜,其机械抛光材料去除率高于未经电火花加工过的金刚石膜。这主要是因为经过电火花预加工后,金刚石膜表面存在了一定的石墨层和裂纹层,易于去除。加工几分钟后,这层材料被去除,加工到原始金刚石膜层,这种差异就消失了,两者的抛光效果再无明显不同。因此,可以认为,使用电火花预加工的方法,对金刚石膜在初始快速去除粗糙表面时有一定作用。

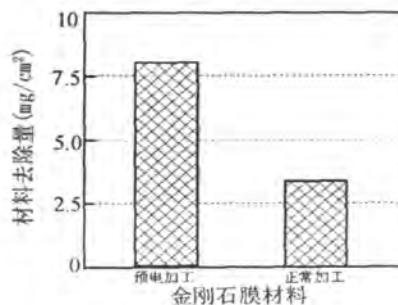


图6 预电加工对机械抛光的影响

Fig 6 Effect of EDM on the mechanical polishing of diamond film

3.3.5 优化参数实验

由于上述实验中的压力和转速偏小,在优化工艺参数的基础上,在改装后的金相抛光机上进行了抛光实验,压力调至0.6MPa,使用2000# 金刚石抛光盘,并提高转速到1350RPM,抛光30h,金刚石膜的表面粗糙度 R_a 从0.9μm 降到了0.31μm。

用扫描探针显微镜检测抛光后的表面形貌,如图7所示。可以看到表面非常平整,在尺寸10315.38nm × 10315.38nm 范围内,轮廓算术平均偏差(R_a)为6.93nm,轮廓最大高度(R_y)为97.23nm。

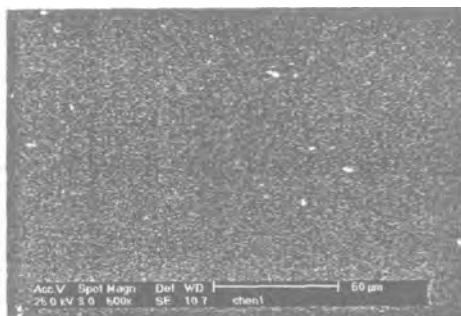


图7 机械抛光后金刚石膜表面形貌

Fig 7 Fig7. Surface morphology after mechanical polishing
(抛光时间30h, 0.6MPa, 2000# 金刚石抛光盘)

4 结论

(1) 通过观察金刚石膜机械抛光过程中表面形貌的变化并结合拉曼光谱分析,提出了金刚石抛光盘抛光金刚石膜的抛光机理主要是微切削和压力破碎作用,同时还有可能有少量金刚石转变为非晶碳的作用。

(2) 在使用金刚石抛光盘抛光时,金刚石盘的粒度对抛光金刚石膜材料去除率的影响最为显著。转速越高,表面粗糙度越小,压力和粒度存在最优值,超过该值后,表面粗糙度并不会随之降低。

参考文献

- [1] 陈春林,王成勇,陈君 金刚石膜机械和机械-化学抛光[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2002(1): 5-6
- [2] J. Kühnle, O. Weis Mechanochemical superpolishing of diamond using NaNO_3 or KNO_3 as oxidizing agents[J]. Surface Science 1995, 340: 16-22
- [3] S. Jin, J. E. Graebner, M. M. Co Mack. Shaping of diamond film by etching with molten rare-earth metals[J]. Nature 1993, 362: 822-824
- [4] M. Yoshikawa Development and performance of a diamond film polishing apparatus with hot metals[J]. Diamond Optics III, SPIE 1990, (1325) : 210-221
- [5] A. Hirata et al Smoothing of chemically vapor deposited diamond films by ion beam irradiation [J]. Thin Solid Films 1992, (212): 43-48
- [6] Victor G. Ralchenko and Sergej M. Pimenov. Laser Processing of Diamond Films [J]. Diamond Films and Technology. 1997, 7 (1): 15-50
- [7] M. Hashish Diamond film polishing with abrasive-liquid jet an exploratory investigation [J]. 7th American Waterjet Conference, August 28-21, 1993: 793-800
- [8] 王成勇,陈君,郭钟宁 旋转电极电火花抛光金刚石膜[J]. 机械工程学报, 2002, 15 (Supp): 178-182
- [9] 黄树涛,姚英学 金刚石膜的加工技术[J]. 新技术新工艺, 1996, (1): 13-14
- [10] C. D. Ollison, W. D. Brown, A. P. Malshe A comparison of mechanical lapping versus chemical-assisted mechanical polishing and planarization of chemical vapor deposited diamond [J]. Diamond and Related Materials 1999 (8): 1083-1090
- [11] 余忠民,匡同春,白晓军等 CVD 金刚石膜的机械抛光加工研究[J]. 硬质合金, 2000(9): 151-155
- [12] 徐锋 CVD 金刚石厚膜的加工技术研究[D]. 南京航空航天大学硕士论文, 2002 3
- [13] S E Grillo, J E Field and F M van Bouwelen Diamond polishing: the dependency of friction and wear on load and crystal orientation [J]. Phys D: Appl Phys 2000, 33(8): 985-99

国内首个类金刚石涂层生产基地启动

金属气相沉积(超硬涂层)产品的供应商瑞士爱恩邦德(IonBond)于2006年底启动了在中国市场上的类金刚石涂层(DLC)的生产,以满足更多高端市场需求。这是国内首家可生产类金刚石涂层的基地。

爱恩邦德中国总部设在无锡,目前除了在昆山和苏州设有独资工厂,分别负责物理气相沉积涂层(PVD)和化学气相沉积涂层(CVD)外,筹备在广州建立新工厂,主要面向精密模具、航空工业零部件等领域。

由于爱恩邦德的很多国际性客户已来到中国,公司计划把中国总部扩建成为一个大型的综合性服务基地。

河北两企业金刚石工具项目通过验收

1月30日,河北省科技厅受国家科技部委托组成验收专家组,对“预合金粉的制备及在金刚石工具中的应用”和“激光焊接金刚石工具”两项国家科技兴贸行动计划项目进行了验收。专家组成员查看了有关技术、财务资料和复查项目现场后,同意通过验收。

河北冀凯实业集团有限公司承担的“预合金粉的制备及在金刚石工具中的应用”项目,创新研制开发出“气-水双重雾化”制粉技术,成功地制备出金刚石工具专用系列微细预合金粉,并应用于制作金刚石工具,使金刚石胎体的合金化程度更加充分,改善了胎体对金刚石的把持力,提高了金刚石工具的切割速度,并延长了金刚石工具使用寿命。该项目2006年出口创汇1208万美元。石家庄博深工具集团有限公司承担的“激光焊接金刚石工具”项目,将CNC激光焊接技术应用于金刚石工具的制造工艺中,并成功与金刚石表面涂覆技术、粉末造粒、全自动冷压成型、真空烧结等先进技术综合运用,通过优化流程组合,提高了产品质量、生产效率和性能。2003年至2006年,这一项目出口创汇2376万美元。