

文章编号: 1004-924X(2016)03-0540-07

应用CVD金刚石涂层工具研磨单晶蓝宝石

卢文壮^{1,2*}, 杨斌¹, 冯伟¹, 杨旭¹, 蔡文俊¹

(1. 南京航空航天大学机电学院, 江苏南京 210016;
2. 江苏省精密与微细制造技术重点实验室, 江苏南京 210016)

摘要: 通过热丝化学气相沉积(HFCVD)法制备了具有球状晶结构、棱锥形晶结构和棱柱形晶结构等3种不同表面特征的化学气相沉积(CVD)金刚石涂层工具, 以提高其研磨效率。通过正交实验法研究了金刚石涂层晶粒形态、载荷、工作台转速、研磨时间等4个工艺参数对蓝宝石材料去除率和表面粗糙度的影响。结果表明: 金刚石涂层的晶粒形态对材料去除率和表面粗糙度影响较大; 球状晶结构金刚石涂层切向力较小, 棱柱形晶结构金刚石涂层切向力较大; 选择棱柱形晶CVD金刚石涂层工具研磨蓝宝石, 在研磨加工参数为载荷0.15 MPa、转速100 r/min、研磨时间3 min时, 其材料去除率为0.397 $\mu\text{m}/\text{min}$, 表面粗糙度为0.354 μm 。结果表明: 提出的CVD金刚石涂层工具可用于进一步加工、研磨蓝宝石切片, 去除其表面划痕, 从而改善工件表面质量。

关键词: 化学气相沉积(CVD)金刚石涂层; 研磨; 蓝宝石; 晶粒形态

中图分类号: TB43; TN305.2 文献标识码: A doi: 10.3788/OPE.20162403.0540

Lapping of sapphire wafers by CVD diamond coated tools

LU Wen-zhuang^{1,2*}, YANG Bin¹, FENG Wei¹, YANG Xu¹, CAI Wen-jun¹

(1. College of Mechanical and Electrical Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China;

2. Jiangsu Key Laboratory of Precision and Micro-manufacturing Technology, Nanjing 210016, China)

* Corresponding author, E-mail: meewzlu@nuaa.edu.cn

Abstract: Three kinds of Chemical Vapor Deposition (CVD) diamond coated tools with different surface morphologies (including spherical structure crystal, incisive pyramid crystal and quadrangular prism crystal) were prepared by Hot Filament Chemical Vapor Deposition (HFCVD) method to improve the lapping efficiency of CVD diamond coated tools in sapphire wafer processing. The influences of process parameters such as diamond coating grain morphology, lapping load, velocity of operating platform and lapping time on the removal rates and surface roughnesses were researched. The results show that the diamond coating grain morphology has great impact on the material removal rate and surface roughness. Moreover, the diamond coated tool with spherical crystal structure has a lower tangential force, while the diamond coated tool with quadrangular prism structure offers a higher tangential force. When the diamond coated tool with quadrangular prism structure is selected to lap sapphire wafers, and the process parameters are lapping load in 0.15 MPa, the velocity of operating platform in 100 r/min and lapping time in 3 min, the maximum material removal rate reaches to 0.397 $\mu\text{m}/\text{min}$ and the surface roughness is 0.354 μm . It concludes that the CVD diamond coated tools are suitable for machining and lapping sapphire wafers and can remove the scratches on the surface of sapphire wafers and improve their surface qualities.

Key words: Chemical Vapor Deposition(CVD) diamond coating; lapping; sapphire; grain morphology

收稿日期: 2015-10-11; 修订日期: 2015-11-12

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(No.51275230); 南京航空航天大学研究生创新基地(实验室)开放基金资助项目(No. kfj20150507), 航空基金资助项目(No. 20140152001)

1 引言

蓝宝石(α - Al_2O_3)由于具有高硬度、高拉伸强度、优异的抗热冲击性能、化学性质稳定、中波红外波段的高透光率、耐磨性、电绝缘性等特性,被广泛应用于军事电子、航空航天工业、化学工业及其他诸多领域。但由于蓝宝石硬度高且脆性大,对其进行机械加工非常困难^[1]。化学气相沉积(CVD)金刚石涂层刀具表面硬度高、耐磨性好、化学性能稳定、导热率高和耐热耐氧化等特性,其优越的切削性能使其成为高效加工脆硬非金属材料理想工具^[2,3]。

目前,国内外对CVD金刚石研磨蓝宝石的研究鲜有报道,但学者们对CVD金刚石涂层工具加工脆硬材料及其与脆硬材料的摩擦磨损行为进行了深入细致的研究,提出了较多的CVD金刚石加工脆硬材料的基础性理论。M.Schmitt^[4]采用CVD金刚石薄膜研磨WC球,发现平行于衬底表面的(100)取向的CVD金刚石薄膜相对于(111)取向表现出更好的抗摩擦磨损性能;A.Schade^[5]则认为(111)晶面的CVD金刚石晶粒与(100)晶面相比,更不易出现向基体方向扩展的表面裂纹。Xue lin Lei^[6]等在空气相对湿度为35%的条件下,通过微米CVD金刚石自相对磨,认为微米CVD金刚石在研磨过程中的反复加载和卸载,由于高接触压力、高剪切应力和相对运动所产生的高摩擦热,金刚石薄膜表面会发生由亚稳态的 sp^3 相向 sp^2 相的转移,同时其表面粗糙度变小。A.Erdemir^[7]等在 N_2 气下通过 Si_3N_4 对磨纳米金刚石后发现,其摩擦系数比在空气中摩擦时高,磨屑中含有非定形的高度无序的石墨相。U.Bögli^[8]采用多晶红宝石对磨CVD金刚石,发现摩擦系数与薄膜表面粗糙度和形貌有关。Shenq Y. Luo^[9]将氧化铝陶瓷球与纳米金刚石薄膜相互研磨,发现纳米CVD金刚石涂层可极大地减小摩擦系数,且具有较好的耐磨损性能。

本文通过热丝化学气相沉积法(HFCVD)制备了三种表面特征的CVD金刚石涂层,并通过正交实验法研究了金刚石涂层晶粒形态、施加载荷、工作台转速、研磨时间4个参数对工件材料去除率和表面粗糙度的影响,获得了具有较高材料去除率的工艺参数。为CVD金刚石涂层工具研磨加工蓝宝石方面的应用提供了基础。

2 实验

2.1 CVD金刚石涂层的制备

CVD金刚石涂层研磨工具的基体选用YG6硬质合金,采用HFCVD法沉积制备CVD金刚石涂层,反应气体为 CH_4 - H_2 体系。试件在沉积CVD金刚石涂层之前先去除其表面氧化皮和杂质,然后超声清洗去除油污,再对试样进行脱Co处理。去离子水超声清洗后放入金刚石粉悬浊液中植晶,以提高金刚石的形核率。最后将处理好的试样放入HFCVD沉积设备中生长,CVD金刚石涂层的制备参数如表1所示。

表1 CVD金刚石涂层生长参数

Tab. 1 Preparation parameters of CVD coatings

试样	气压/kPa	衬底温度/℃	甲烷含量/%	气体流量/(SCCM)
a	1	780	3	300
b	3.3	780	1.5	300
c	2.5	800	1	300

制备后所得的CVD金刚石样品使用扫描电子显微镜(SEM)和X射线衍射仪(XRD)对其进行检测与分析。使用S3400型扫描电子显微镜对所制备样品的表面晶粒形态进行观察和分析,采用德国Bruker公司的D8 Advance型XRD测试仪对制备样品进行取向分析及晶体结构的测定,其选择的衍射角度为 $25^\circ \sim 125^\circ$ 。

2.2 CVD金刚石涂层研磨蓝宝石

实验研究金刚石表面晶粒形态、载荷、工作台转速和研磨时间对蓝宝石材料去除率和表面粗糙度的影响。分别用A、B、C、D代表金刚石表面的晶粒形态、载荷、工作台转速和研磨时间4个因素,每个因素3个水平,其中金刚石表面晶粒形态水平为球状晶、棱锥形晶和棱柱形晶三种(分别用涂层1、涂层2、涂层3表示),载荷水平为0.05 MPa、0.10 MPa和0.15 MPa,工作台转速水平为50 r/min、100 r/min和150 r/min,研磨时间水平为3 min、15 min和60 min,选用 $L_9(3^4)$ 作为实验的正交表进行实验。

在室温为 $20 \sim 25^\circ\text{C}$ 和环境相对湿度为 $25\% \sim 35\%$,不添加润滑剂的条件下,将制备好的CVD金刚石涂层工具与蓝宝石基片进行研磨,安装偏心距为10 mm。单晶蓝宝石基片经切片工序,直径为50.8 mm,平均初始厚度为0.6 mm,表面粗

糙度 Ra 为 $0.64\ \mu\text{m}$ 。材料去除率为:

$$MRR = 1\ 000 \times \frac{\Delta m \times H}{M \times t}, \quad (1)$$

式中: MRR 为材料去除率, 单位 $\mu\text{m}/\text{min}$; Δm 为加工前后的质量差, 按磨痕深度计算去除体积求

得, 单位 g ; H 为蓝宝石的初始厚度, 单位 mm ; M 为蓝宝石的原始重量, 单位 g ; t 为研磨时间, 单位 min 。使用NanoMap-500LS三维形貌仪测量蓝宝石的三维表面轮廓及其表面粗糙度, 每个基片测5~6个点取均值。

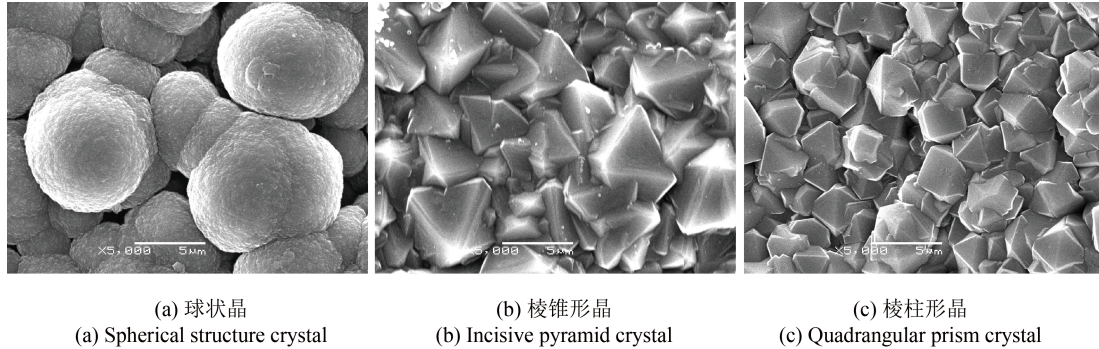


图1 CVD金刚石涂层表面SEM图像

Fig. 1 SEM images of CVD coating surface morphology

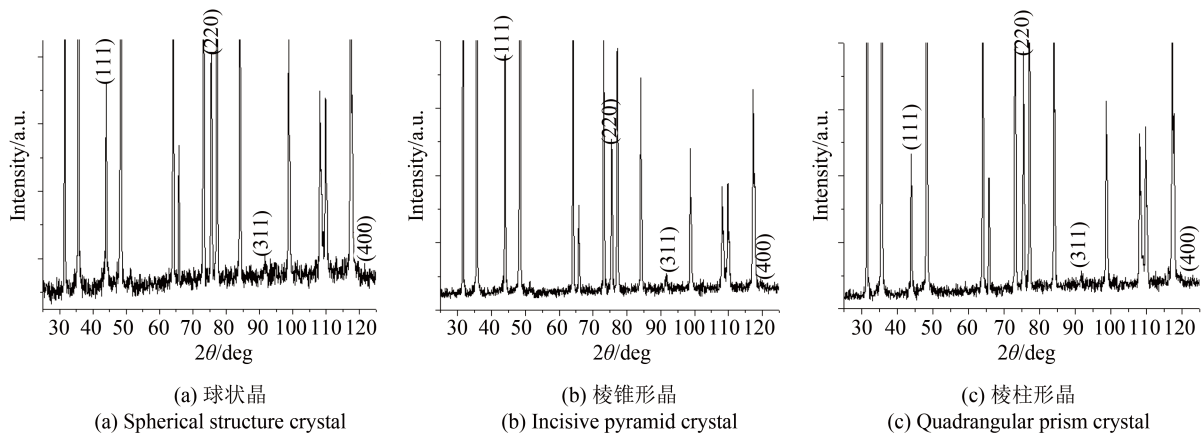


图2 CVD金刚石涂层表面X射线衍射谱

Fig. 2 XRD diffraction patterns of CVD coatings

3 结果和讨论

3.1 表面形貌和取向分析

沉积后得到的CVD金刚石涂层其表面组织形貌如图1所示。可以看出, 试样a的CVD金刚石表面颗粒表现为纳米晶团聚物的球状晶特征, 整个球状晶结构尺寸在 $5\ \mu\text{m}$ 左右。试样b是典型的CVD微米金刚石, 最终生长面呈现凹凸不平的棱锥形晶, 表面存在较多具有突起棱角的晶粒, 大小主要分布在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 。试样c的CVD金刚石显露晶面以(100)和(110)面为主, 晶粒形状呈现近似棱柱形, 二次成核形象较少, 尺寸均匀, 晶粒大小主要在

$3\sim 5\ \mu\text{m}$ 。

由图2的XRD图谱可以看出, 试样a、b和c中有明显的金刚石相。试样a中(111)衍射峰强与(220)相当, 且出现少许(311)波动峰值。试样b的(111)特征峰非常尖锐, (220)峰强度较弱, 晶粒中以(111)晶面为主。试样c的(400)和(220)峰值与(111)峰值之比较高, 通过定量表征(100)织构和(110)织构度 R , 可知试样c中 $R_{(100)}=75\%$, $R_{(110)}=87\%$ 。其中 R 值越大, 取向程度越强, 金刚石的织构性就越强。这表明试样c的CVD金刚石显露晶面以(100)和(110)面为主, 与SEM观察结果一致。

表 2 正交实验方案与结果

Tab. 2 Taguchi methods scheme and results

序号	因素				结果	
	A	B	C	D	表面粗糙度/ μm	MRR/($\mu\text{m}/\text{min}$)
1	涂层1	1	50	3	0.462	0.215
2	涂层1	2	100	15	0.315	0.179
3	涂层1	3	150	60	0.283	0.214
4	涂层2	1	100	60	0.393	0.213
5	涂层2	2	150	3	0.428	0.311
6	涂层2	3	50	15	0.467	0.290
7	涂层3	1	150	15	0.407	0.252
8	涂层3	2	50	60	0.390	0.220
9	涂层3	3	100	3	0.354	0.379

响如图3所示, 图中的每个值为水平重复3次的图3(a)所示为三种晶粒形态的平均值。

图3(a)所示为三种晶粒形态的金刚石涂层对材料去除率和表面粗糙度的影响趋势图。从图中可以看出, 球状晶金刚石涂层对蓝宝石基片的去除率最小, 而棱柱形晶金刚石涂层的去除率最大。结合图4为采用三种金刚石涂层工具在相同的载荷(0.1 MPa)和转速(50 r/min)条件下与蓝宝石基片对磨切向力随滑动距离的变化曲线, 由于棱锥形晶金刚石涂层的晶粒相对于球状晶压入基片表面的深度更大, 前者晶粒的尖刃对表面起切削作用, 加速了材料的去除, 但棱锥形晶金刚石涂层与棱柱形晶涂层相比容屑空间较小, 磨屑易阻止新的晶粒参与研磨, 而且其尖锐棱角可能在高压和高温

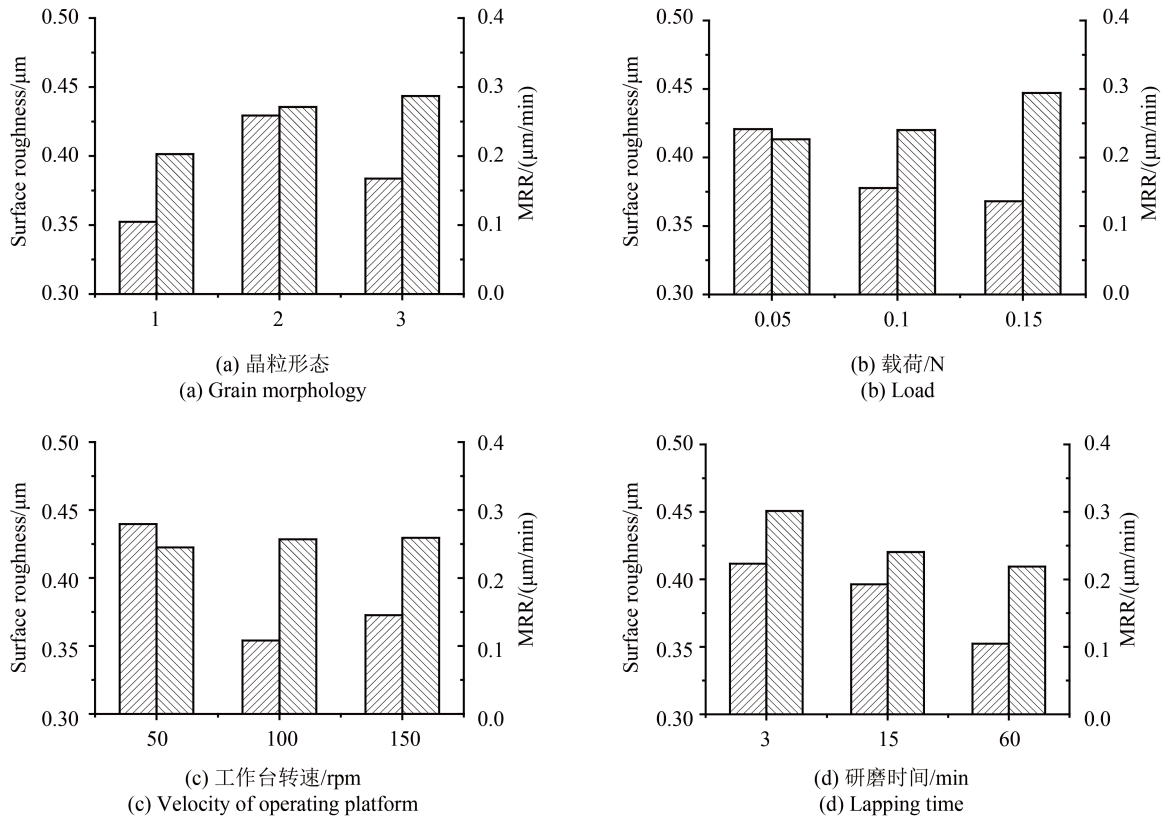


图 3 各因素不同水平下的材料表面粗糙度和去除率

Fig. 3 MRR and surface roughness under different levels of various factors

3.2 工艺参数对CVD金刚石涂层研磨蓝宝石的影响

正交实验的材料去除率和表面粗糙度结果如表2所示。研磨参数对材料去除率和表面粗糙度的影

响下产生 sp^2 结构的石墨成分^[6,7], 因而切向力在滑动距离达到一定值时迅速减小, 去除率低于棱柱形晶涂层。棱柱形晶较之于棱锥形晶金刚石涂层, 具有更大的容屑空间和切向力, 切向力下降后又

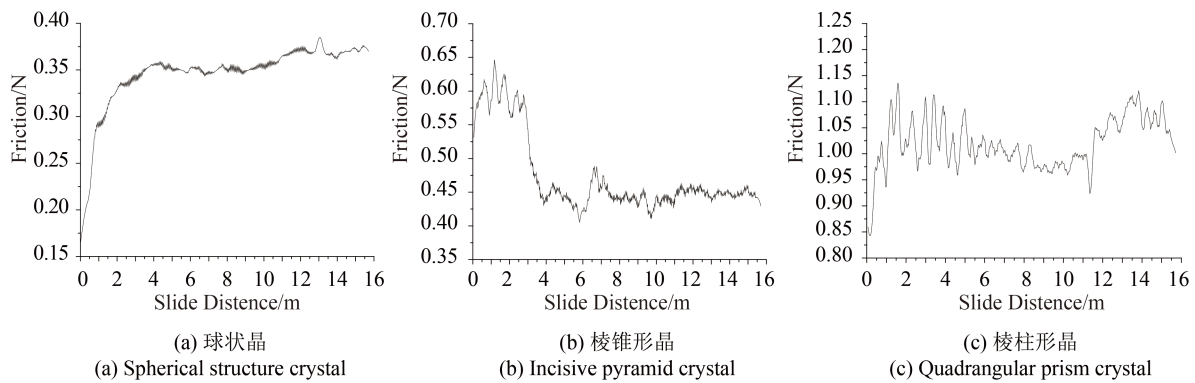


图 4 CVD金刚石涂层工具与蓝宝石基片对磨的切向力随滑动距离变化曲线

Fig. 4 Tangential force curves of CVD diamond coating tools lapping with sapphire substrates

逐渐上升,表现出一定的自修整性^[10,11],棱柱形晶金刚石涂层具有更大的材料去除率。另外,球状晶金刚石涂层可以获得较好的表面粗糙度,这是由于球状晶金刚石涂层不具备尖刃,切向力相对较小且变化平稳,在去除表面微凸峰后,圆球结构不会对其表面造成耕犁、划擦等破坏作用。棱柱形晶和棱锥形晶金刚石涂层相比,具有较好的表面粗糙度,是因为棱锥形晶金刚石涂层的(100)和(110)晶面比棱锥形晶的(111)晶面具有更大的切削前角,而在加工脆硬材料时,较大的刀具前角,缺口裂纹向工件内部扩展的倾角较小,因而所获得的表面粗糙度较小。

图3(b)所示为载荷对材料去除率和表面粗糙度的影响趋势图。可以看出,随着载荷的增大,材料去除率增大。随着压力的增大,金刚石晶粒压入基片表面深度增加,作为有效磨粒的晶粒数量和切入深度相应增加,切削量相应增加,去除率提高;随着载荷的增大,基片表面粗糙度逐渐降

低。载荷增大后,对于起伏的金刚石涂层表面,等效磨粒嵌入基片基体层的深度比载荷较低时更均匀,从而粗糙度值减少。同时,蓝宝石基片在合适的载荷条件下^[12],在晶粒的嵌入、挤压和切削作用下,不完全发生脆性断裂,同时发生了类似塑性金属切削过程中的金属材料侧向塑性流动并堆积的现象,塑性切削变形过程可以显著地降低表面破坏,改善脆性剥落时的表面不平现象,获得较好的表面粗糙度^[13]。

图3(c)所示为转速与材料去除率和表面粗糙度的关系。随着蓝宝石基片转速的增加,材料去除率有增大的趋势。转速增大后,单位时间内参与材料去除的金刚石晶粒数量增加,单颗晶粒在蓝宝石基片表面上运动轨迹长度增加,因此去除率增大。随着转速的增加,表面粗糙度先下降后上升。初始蓝宝石基片表面粗糙度值较高,切片后平整度较差,随着转速的增加,晶粒去除表面残留较大的凸起,使其表面的微观平整度提高,而且转速的增加使运转平稳,表面粗糙度降低。在

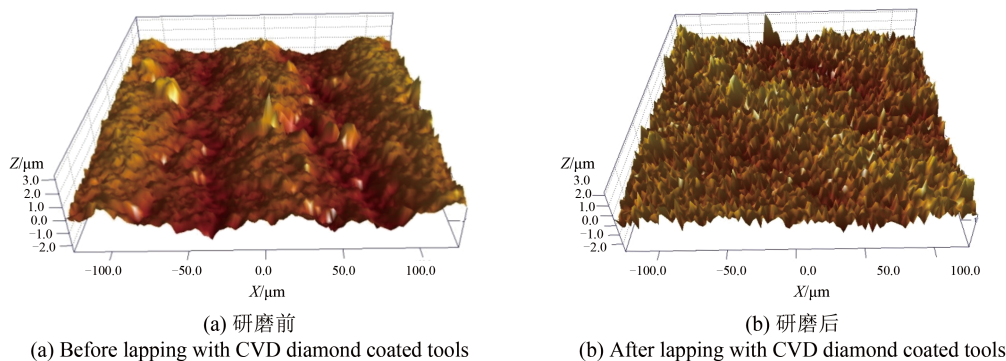


图 5 蓝宝石表面NanoMap形貌照片

Fig. 5 NanoMap surface morphology of sapphire substrate

转速达到150 r/min时, 粗糙度有所上升, 这是因为同一涂层上不同的晶粒嵌入蓝宝石基片的深度不同, 去除量不同, 随着转速继续变大, 不同晶粒去除量差异随之放大, 表面粗糙度值相应增大。

图3(d)所示为研磨时间与材料去除率和表面粗糙度的关系柱状图。可以看出, 随着研磨时间的增加, 材料去除率表现出减小的趋势。初始蓝宝石基片切割痕迹比较深, 表面比较粗糙, 在与金刚石晶粒研磨的过程中, 表面微凸峰首先被去除后, 随着时间的延长, 磨屑附着在涂层表面, 材料去除率随时间的增大而减小; 随着研磨时间的增加, 表面粗糙度呈下降趋势。工件表面粗糙度值在短时间(3 min)从0.64 μm 下降到0.43 μm , 这是因为初始切片后的蓝宝石基片表面粗糙不平, 研磨起始阶段蓝宝石基片表面较大的凸峰被金刚石晶粒迅速去除, 使表面粗糙度下降较快。

分别对材料去除率和表面粗糙度进行正交极差分析。各因素对材料去除率影响大小顺序依次为金刚石表面晶粒形态、研磨时间、载荷和工作台转速, 获得尽可能大的蓝宝石材料去除率的最佳实验组合方案为 $A_3D_1B_3C_3$; 同理可得, 各个因素对表面粗糙度影响因素的大小依次为金刚石表面晶粒形态、工作台转速、研磨时间和载荷, 获得尽可能小的表面粗糙度最佳实验组合方案为 $A_1C_2D_3B_3$ 。为获得CVD金刚石涂层工具高效研磨蓝宝石工艺, 充分考虑涂层工具对蓝宝石研磨的材料去除率。可知当选用棱柱形晶金刚石涂层, 载

荷为0.15 MPa, 工作台转速为100 r/min, 研磨时间为3 min时所获得的材料去除率最高, 达到0.379 $\mu\text{m}/\text{min}$, 此时研磨后蓝宝石的表面粗糙度为0.354 μm 。图5所示为在该工艺参数下用NanoMap测得的蓝宝石研磨前后的表面形貌的对比, 可以看出经过研磨, 原蓝宝石表面的切割痕迹已基本去除, 表面质量得到了明显的改善。

4 结论

本文通过HFCVD法在不同的沉积参数下制备了三种不同形状特征的CVD金刚石涂层。CVD金刚石涂层工具表面晶粒形态对材料去除率和表面粗糙度影响较大。球状晶结构CVD金刚石涂层对蓝宝石基片去除率最小, 而研磨后表面粗糙度最好; 棱柱形晶对蓝宝石基片去除率最大, 表面质量优于棱锥形晶CVD金刚石涂层。材料去除率影响因素大小顺序依次为CVD金刚石表面晶粒形态、研磨时间、载荷和工作台转速。表面粗糙度影响因素的大小依次为CVD金刚石晶粒形态、工作台转速、研磨时间和载荷。在研磨加工参数为棱柱形晶CVD金刚石涂层、载荷0.15 MPa、转速100 r/min、研磨时间3 min下CVD金刚石涂层工具研磨蓝宝石的材料去除率为0.379 $\mu\text{m}/\text{min}$, 表面粗糙度为0.354 μm 。CVD金刚石涂层工具可以研磨快速去除蓝宝石切片后表面的划痕, 改善工件表面质量。

参考文献:

- [1] 周海. 蓝宝石加工工艺的研究[J]. 机械设计与制造工程, 2000, 29(1): 49-50.
ZHOU H. Research on the processing technology of sapphire[J]. *Machine Design and Manufacturing Engineering*, 2000, 29(1): 49-50. (in Chinese)
- [2] 卢文壮. CVD金刚石涂层刀具的制备及其切削性能研究[D]. 南京航空航天大学, 2008.
LU W ZH. *Deposition Techniques and Dry Machining Properties of CVD Diamond Coated Cutting Tool on WC-Co Cemented Carbide*[D]. Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2008. (in Chinese)
- [3] 王浩, 卢文壮, 薛海鹏, 等. 渗硼高速钢表面CVD金刚石膜制备研究[J]. 人工晶体学报, 2013, 42(4): 572-576.
WANG H, LU W ZH, XUE H P *et al.*. Preparation of CVD diamond film on borided high speed steel[J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2013, 42(4): 572-576. (in Chinese)
- [4] SCHMITT M, PAULMIER D, LE HUU T. Tribological behavior of oriented diamond coating/steel couples under various environments[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1999, 120: 585-588.
- [5] SCHADE A, ROSIWAL S M, SINGER R F. Tribological behavior of< 100> and< 111> fiber textured CVD diamond films under dry planar sliding contact[J]. *Diamond and related materials*, 2006, 15(10): 1682-1688.
- [6] LEI X, SHEN B, CHEN S, *et al.* Tribological behavior between micro-and nano-crystalline diamond films under dry sliding and water lubrication[J]. *Tribology*

- International*, 2014, 69: 118-127.
- [7] ERDEMIR A, FENSKE G R, KRAUSS A R, *et al.* Tribological properties of nanocrystalline diamond films[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1999, 120: 565-572.
- [8] BÖGLI U, BLATTER A, PIMENOV S M, *et al.* Tribological properties of smooth polycrystalline diamond films[J]. *Diamond and related materials*, 1995, 4(7): 1009-1019.
- [9] LUO S Y, KUO J K, YEH B, *et al.* The tribology of nanocrystalline diamond[J]. *Materials and physics*, 2001, 72(2): 133-135.
- [10] 朱永伟, 王成, 徐俊, 等. 固结磨料研磨垫孔隙结构对其加工性能的影响[J]. *光学 精密工程*, 2014, 22(4): 911-917.
ZHU Y W, WANG CH, XU J *et al.* Influence of pore distribution of fixed abrasive pad on its machining performance[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2014, 22(4): 911-917. (in Chinese)
- [11] 王建彬, 朱永伟, 谢春祥, 等. 固结磨料研磨蓝宝石单晶过程中研磨液的作用[J]. *光学 精密工程*, 2014, 22(11): 3004-3011.
WANG J B, ZHU Y W, XIE CH X, *et al.* Role of slurry in single crystal sapphire lapping with fixed abrasive pad[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2014, 22(11): 3004-3011.
- [12] 史兴宽, 滕霖, 李雅卿, 等. 硬脆材料延性域磨削的临界条件[J]. *航空精密制造技术*, 1996, 32(4): 10-13.
SHI X K, TENG L, LI Y Q *et al.* Critical condition for ductile domain grinding of hard brittle materials[J]. *Aviation Precision Manufacturing Technology*, 1996, 32(4): 10-13.
- [13] 张克华. 基于半固着磨具的蓝宝石延性域加工基础研究[D]. 浙江工业大学, 2009.
ZHANG K H. *Fundamental Study on the Processing of Sapphire's Ductile Regime Based on the Semi-Fixed Abrasive Plate*[D]. Zhejiang University Of Technology, 2009.

作者简介:



卢文壮 (1972-), 男, 安徽长丰人, 教授, 博士生导师, 2008年于南京航空航天大学获得博士学位, 主要从事智能制造及制造自动化、超硬材料及工具、现代表面技术等方面的研究。
E-mail: meewzlu@nuaa.edu.cn



杨斌 (1992-), 男, 江苏泰兴人, 硕士研究生, 主要从事先进制造技术方面的研究。
E-mail: nuaayangbin@163.com



冯伟 (1983-), 女, 江苏兴化人, 博士研究生, 主要从事现代表面技术及先进制造技术方面的研究。
E-mail: zhu5411492@163.com