

基于表面改性促进金刚石平滑的复合工艺

强铭^{1,2}, 王孟洁^{1,2}, 陈思圆², 尹晓蒙², 吴伦哲², 范有余^{1,2}, 徐学科², 顿爱欢^{1,2}

(1. 上海恒益光学精密机械有限公司 上海 201800;

2. 中国科学院上海光学精密机械研究所 上海 201800)

Email: 15955331164@163.com

摘要: 金刚石因其优异的性能而被用于各个行业, 但合成金刚石的表面质量提升一直是一个挑战。本文提出了一种化学气相沉积金刚石抛光的复合工艺。第一步是在热辅助机器人的帮助下实现动态摩擦抛光 (DFP), 将金刚石的粗糙度 R_q 从初始的 101 nm 降低到 10 nm。通过结合热辅助和机器人加工, 可以快速完成金刚石的第一步粗加工。随后, 使用高铁酸钾、去离子水、冰醋酸和 W0.25 金刚石磨料配制抛光液进行化学机械抛光 (CMP), 最终 R_q 进一步降低至 3.9 nm。通过研究金刚石的表面结构和成分, 对复合抛光工艺进行了全面分析。实验表明, 在最初的加工步骤中, 热辅助机器人加工有助于金刚石表面的石墨化过程。在随后的步骤中, CMP 促进金刚石表面的 C-C 键转化为 C-OH、C-O-C 和 C=O 键, 从而降低键能, 进一步实现金刚石表面平整化。动态摩擦抛光和化学机械抛光工艺的结合为金刚石表面平整化提供了新思路。

关键词: 金刚石; DFP; CMP

Composite process of diamond smoothing based on surface modification promotion

Qiang Ming^{1,2}, Wang Mengjie^{1,2}, Chen Siyuan², Yin Xiaomeng², Wu Lunzhe², Fan Youyu^{1,2},
Xu Xueke², Dun Aihuan^{1,2},

Shanghai Hengyi Optics and Fine Mechanics Co. Ltd, Shanghai, 210800; 2. Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai, 201800)

Abstract: Diamonds are used in various industries due to their excellent performance, but the roughness of synthetic diamonds has always been a challenge. This article proposes a composite process for polishing chemical vapor deposition diamonds. The first step involves achieving dynamic friction polishing with the assistance of a heat-assisted robot, reducing the diamond's R_q from the original 101 nm to 10 nm. By using a combination of heat assistance and robotic processing, the first step of polishing can be completed quickly. Subsequently, a polishing liquid is formulated using K_2FeO_4 , deionized water, glacial acetic acid, and W0.25 diamond abrasive for chemical mechanical polishing, ultimately achieving

a further reduction in R_q to 3.9 nm. By examining the surface structure and composition of diamonds, a comprehensive analysis of the composite polishing process has been conducted. The experiment demonstrates that in the initial processing step, both mechanical and thermal assistance aid in the graphitization process on the diamond surface. In the subsequent step, CMP facilitates the conversion of C-C bonds on the diamond surface into C-OH, C-O-C, and C=O bonds, thereby reducing bond energy and further smoothing the diamond surface. This represents the inaugural integration of dynamic friction polishing and chemical mechanical polishing processes, offering a novel approach to diamond polishing.

Keywords: CVD polycrystalline diamond, DFP, CMP

1、研究背景

金刚石是一种珍贵的稀有材料，具有在光学、力学、热力学、声学等方面的卓越特性，包括最高硬度（100 GPa）、高热导率（ $2 \times 10^{-3} \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ）、宽带隙（5.5 eV）、高弹性模量（ 1.04×10^{12} Pa）、耐腐蚀和耐辐射。其应用范围包括超硬工具、高透光率光学窗口和半导体。然而，天然金刚石的稀缺性和高成本限制了其在科学和工程中的应用。1954年，H. Tracy Hall 博士成功合成了第一颗人造金刚石，使得合成金刚石在工业和技术领域替代了天然金刚石^[1-2]。尽管如此，金刚石的粗糙表面、不均匀生长、高硬度和脆性带来了挑战，需进行平整处理以适用于各种高科技应用。目前，国内外学者对 CVD 金刚石抛光技术进行了广泛研究，包括动态摩擦抛光（DFP）、机械抛光（MP）、化学机械抛光（CMP）、热化学抛光（TP）、激光抛光（LP）、离子束抛光（IBP）、反应离子蚀刻抛光（RIEP）等^[3-5]。然而，每种方法都有其自身的优缺点，难以同时解决抛光效率、尺寸、精度和表面损伤等问题。实现 CVD 金刚石的高效和超精密加工对于任何单一抛光技术来说都是一个挑战。

本文提出了热辅助 DFP 结合 CMP 复合工艺进行金刚石平整化加工，并进行了机理研究。

2、研究内容

如图 1 所示，原始样品粗糙度 R_q 为 101nm，未进行热辅助机器人的 DFP 加工后，表面质量有所改善，但不明显， R_q 可以降低到 81nm。而对照组的 S3 样品在热辅助机器人加工下的 DFP 之后 R_q 可以降低到 11nm，然后第二步的 CMP 加工后，金刚石表面质量明显改善， R_q 达到 3.9nm。

图 2a 展示了热辅助 DFP 设备和机制的示意图。在高温和金属钨的催化下，金刚石的 sp^3 结构转变为 sp^2 结构，形成非晶相和石墨相。非金刚石 sp^2 结构的低硬度使其扩散到钨抛光盘中，并与氧气反应生成 CO/CO₂ 和氧化钨。通过机械作用、扩散和氧化，金刚石表面被去除。图 2b 展示了 CMP 设备和机制的示意图。在酸性环境中，K₂FeO₄ 分解水生成自由基 $\cdot\text{O}$ 和 $\cdot\text{OH}$ ，氧化金刚石表面的碳原子，形成 C-OH、C-O-C、C=O、C-H 等功能基团。随后，这些功能基团在 CMP 过程中在

金刚石磨料的作用下以 CO_2 和 CO 的形式被去除。

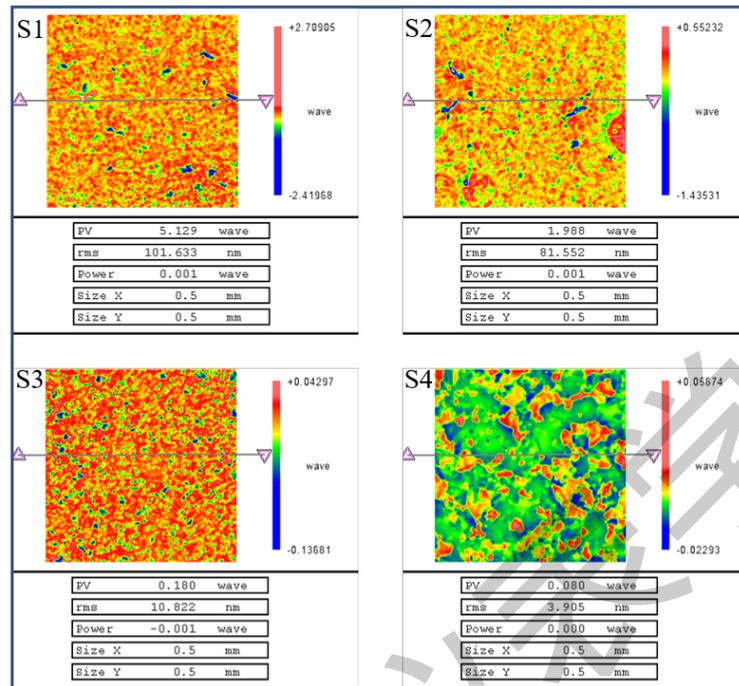


图 1 原始样品 S1, DFP 样品 S2, 热辅助 DFP 样品 S3, CMP 样品 S4 粗糙度值

Fig1 The roughness values of the original sample S1, DFP sample S2, heat-assisted DFP sample S3, and CMP sample S4

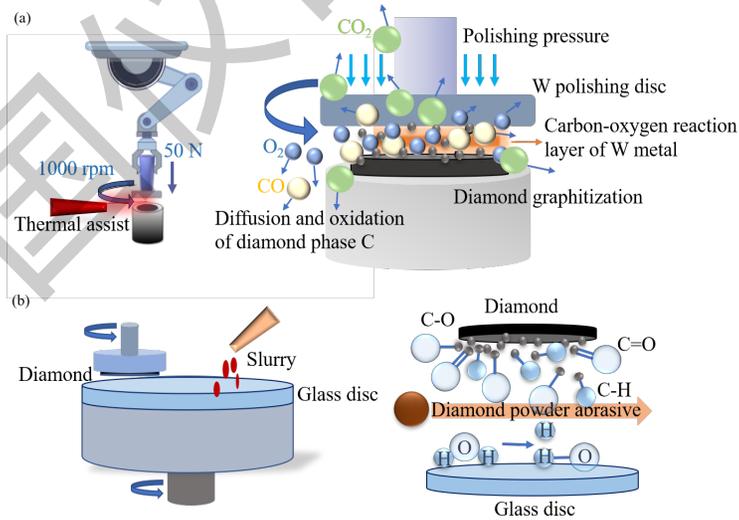


图 2 热辅助 DFP 和 CMP 加工装置及其原理图

Fig2 Schematic diagram of thermal-assisted DFP (a)/CMP (b) equipment and removal mechanism of carbon atoms in DFP (a)/CMP (b) process

3、结 论

通过热辅助机器人进行 DFP 结合 CMP 复合工艺, 获得了 R_q 为 3.9nm 的金刚石表面质量, 并分析了其中反应机理, 该复合工艺被验证可以实现金刚石表面平滑。

参考文献

- [1] Jun R, Kailiang Z, Fang W, et al. Investigation of Diamond Films Polished by Thermal Chemical Mechanical Polishing[J]. ECS. Transactions, 2013, 52, 1, 517-522.
- [2] Yuan Z, Yan H, Jin Z, et al. Prediction of the Interface Temperature Rise in Tribochemical Polishing of CVD Diamond[J]. Chin. J. Mech. Eng-En, 2017, 30, 2, 310-320.
- [3] Ay P. Philos T R Soc B. Diamond thin films: A 21st-century material[J]. Philos. T. R. Soc. B, 2000, 358, 1766, 473-495.
- [4] Puttick K.E. "The properties of natural and synthetic diamond: Ed. J. E. Field[J]. Tribol. Int, 1994, 27, 3, 2085-209.
- [5] Iwai M, Uematsu T, Suzuki K, et al. High efficiency polishing of PCD with rotating metal disc[J]. Adv. In. Abr. Tech, 2001, 235, 231-238.