

# 常压电感耦合等离子体工艺用于加工 光学材料的去除函数研究

王 旭

(中国科学院长春光学精密机械与物理研究所 中国科学院光学系统先进制造技术重点实验室, 吉林 长春 130033)

**摘要** 介绍了使用常压条件下的电感耦合等离子体加工工艺用于加工硅基材料的光学反射镜, 诸如: 熔石英、反应烧结碳化硅(RB-SiC)、硅等材料。主要研究等离子炬在不同硅基材料上的去除函数的有效性。针对获得去除函数进行高斯函数拟合, 其半峰全宽(FWHM)为 18 mm。去除率分别为 10.86, 0.82, 1.51  $\mu\text{m}/\text{min}$ 。利用此工艺加工了一块 100 mm 口径的碳化硅镜坯, 获得的实际面形与虚拟加工面形偏差比在 8.57%, 收敛率偏差在 4.7%。实验结果显示在常压条件下加工大口径非球面反射镜具有良好的去除特性。因此, 常压电感耦合等离子体工艺在高精度大口径非球面反射镜加工领域有着广阔的应用前景。

**关键词** 光学制造; 常压电感耦合等离子体; 碳化硅; 高精度; 非球面

**中图分类号** TH703; TH305 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201441.0816001

## Study on the Fabrication of the High Accuracy Optical Aspherical Mirror with Atmospheric Pressure Inductively Coupled Plasma Chemical Etching Technology

Wang Xu

(Key Laboratory of Optical System Advanced Manufacturing Technology Chinese Academy of Sciences,  
Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences,  
Changchun, Jilin 130033, China)

**Abstract** The inductively coupled plasma chemical etching technology operating at atmospheric pressure is used to fabricate the optical mirror whose materials are fused silica, reaction-sintered silicon carbide (RB-SiC), Si. It is focused of the primary study on the removal function of the plasma torch on different samples. The Gaussian fitting full width at half maximum (FWHM) of the removal function is 18 mm. The removal rates are 10.86, 0.82, 1.51  $\mu\text{m}/\text{min}$  respectively. A 100 mm caliber SiC mirror substrate is processed by using this technology, the error rate of the real obtained surface shape and virtual processed surface shape is 8.57%, and the error of converge rate is 4.7%. The experimental results show that the new technology has a potential application value on fabricating the large-aperture aspherical optical mirror in astronomy. So the inductively coupled plasma chemical etching technology operating at atmospheric pressure will have a promising foreground in the future.

**Key words** optical fabrication; atmospheric pressure moductively coupled plasma; SiC; high precision; aspherical surface

**OCIS codes** 220.4000; 220.5450

## 1 引 言

在地球上已经被发现的物质组成状态主要有三种: 固态、液态、气态。而等离子态经常被人们视为

第四种物质形态。但研究人员发现等离子态在宇宙中是最常见的形态, 在可见的宇宙当中有超过 99% 的物质属于等离子态。

**收稿日期**: 2014-02-11; **收到修改稿日期**: 2014-03-11

**基金项目**: 国家 973 计划(2011CB0320005)

**作者简介**: 王 旭(1982—), 男, 博士, 副研究员, 主要从事大口径非球面快速光学加工及检测等方面的研究。

E-mail: wangxu-308@163.com

根据产生等离子体的环境条件,可以把等离子体分为 2 种:低压等离子体和高压等离子体。低压等离子体主要用于材料的刻蚀与镀膜,高压等离子体主要用于光谱分析等领域。

如果按照产生等离子体的方式来看,可以分为电容耦合等离子体 (CCP) 和电感耦合等离子体 (ICP)。

电容耦合等离子体已经有许多研究人员进行了大量的研究,并且在许多行业里面得到了应用,尤其是在真空和常压下的光学元件的加工方面:王颖男等<sup>[1]</sup>在真空条件下加工了一块直径为 24 mm 的 K9 玻璃和直径为 25 mm 的融石英。王家富等<sup>[2]</sup>利用电容耦合等离子体抛光了 SiC 基片,粗糙度达到了 Ra 0.46 nm。另外日本的科研人员利用 PCVM<sup>[3-5]</sup>(也是一种电容耦合等离子体)在硅基玻璃上面加工出了光学表面:他们是利用一个内径在 2 mm 的管电极加工出了粗糙度在 Ra 0.77 nm 的光学表面。但最有代表性的工作是由德国的 IOM 公司完成的<sup>[6-8]</sup>。他们的技术可以实现硅基玻璃的高速去除,但唯一的不足是去除函数作用区域较小。

电感耦合等离子体在光谱分析领域是一个较为成熟的技术,但在光学加工领域却是个全新的方法,尤其是在国内的光学加工领域。在 21 世纪初美国的 RAPT 公司<sup>[9-10]</sup>与英国的 Cranfield 大学<sup>[11-14]</sup>合作开发了反应原子等离子体技术。Helios 1200 是该公司的代表产品。这个技术被认为是集纳米级精度加工与高速材料去除于一身的表面成形技术。RAPT 的快速加工能力已经在中等口径的硅基光学元件加工方面得到了印证。

中科院长春光机所结合自身的工作特点研制了新型的电感耦合等离子体 (PCET)。PCET 能够用来加工各种硅基光学材料反应烧结碳化硅 (RB-SiC)、烧结碳化硅 (S-SiC)、化学气相沉积碳化硅 (CVD-SiC)、熔石英、超低膨胀玻璃 (ULE) 以及硅。本文主要介绍 PCET 的初步实验结果。更为详细的实验结果将会在后续的文章中进一步介绍。

## 2 实验部分

图 1 中是 PCET 等离子源的前端部的示意图,图 2 是 PCET 等离子源在工作时的照片。PCET 的等离子炬最大工作功率为 2000 W,工作频率为 27.12 MHz,等离子源由射频电源的匹配器来自动匹配。PCET 使用的冷却气为氩气,等离子气同样为氩气,反应工作气体主要为 CF<sub>4</sub> 和氧气(氧气主

要用来加工 SiC 和硅等不含氧元素的光学材料)。射频(RF)电源的功率通过三匝铜质线圈耦合到等离子气。由于等离子气不是良导体,需要使用高压特斯拉线圈来辅助“点燃”等离子炬。工作流程如下:等离子炬由三同轴石英或陶瓷管组成,冷却气以 15 L/min 的流量通过外管与中间管的缝隙,等离子气以 300 mm/min 的流量通过中间管与内管的缝隙,反应工作气体以 0~150 mm/min 的流量通过内管。第一步先通冷却气和等离子气在炬管内部建立较纯的氩气环境,并把射频电源的功率加载到电感线圈上,之后再利用高压特斯拉线圈放电“点燃”氩气,这样“点燃”的氩气在射频电源的激励下持续“燃烧”。最后,在内管通入反应工作气体,气体通过高温的氩气等离子体后被激发为具有活性的氟基团和氧基团。被激发的氟基团可以很容易与硅基材料中的硅元素发生化学反应,而反应后的产物为气态的四氟化硅,通过气态挥发而达到材料去除的目的。反应过程如下所示:

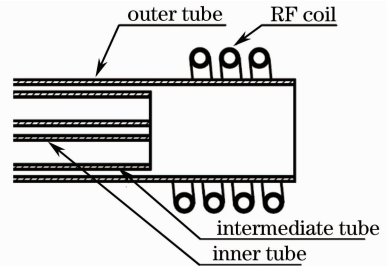
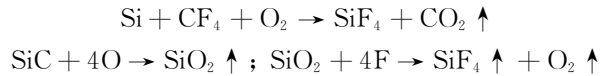


图 1 三同轴炬管及射频线圈的示意图  
Fig. 1 Schematic picture of three co-axial quartz tube and RF coil

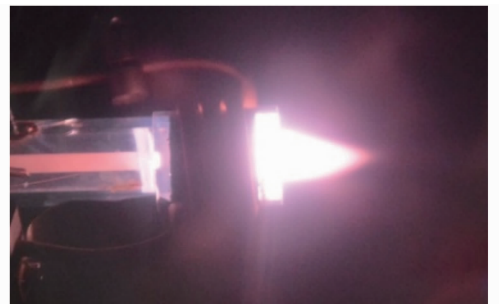


图 2 PCET 等离子炬的工作照片

Fig. 2 Working picture of the PCET torch

本次实验主要加工了 RB-SiC、熔石英和硅材料,实验参数如表 1 所示(1 sccm 为标准状况下 1 mL/min)。

表 1 实验参数  
Table 1 Experimental parameters

| Material              | Fused silica | Si       | SiC      |
|-----------------------|--------------|----------|----------|
| RF power /W           | 1000         | 1000     | 1000     |
| Cooling gas flow /slm | 15           | 15       | 15       |
| Plasma gas flow /sccm | 300~2000     | 300~2000 | 300~2000 |
| CF <sub>4</sub> /sccm | 0~100        | 0~100    | 0~100    |
| O <sub>2</sub> /sccm  | 0~30         | 0~30     | 0~30     |
| Working distance /mm  | 25           | 25       | 25       |
| Sample temperature /℃ | 215          | 160      | 105      |

### 3 实验结果及讨论

经过几轮的验证实验,获得了主要的的数据。图 3 就是使用 PCET 来加工熔石英的结果。反应工作气体的流量为 50 sccm,加工时间为 60 s。去除深度的峰谷(PV)值为 10.86 μm。整个去除曲线由德国蔡司公司的 CMM Zeiss navigator 三坐标测得。采样点为 90。测试点由高斯函数拟合,拟合结果在图 4 中显示。从图中可以测得高斯函数的半峰全宽(FWHM)为 18 mm。



图 3 使用 PCET 来加工熔石英的结果  
Fig. 3 Fabrication result of PCET on fused silica

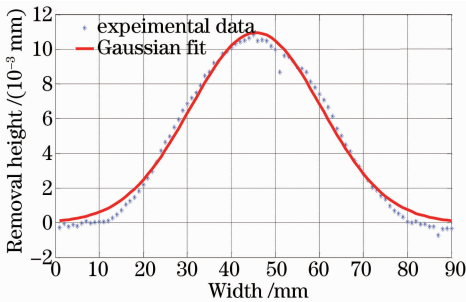


图 4 融石英样片上的 PCET 去除函数及其高斯拟合函数  
Fig. 4 Removal function of PCET on fused silica and its Gaussian fit curve

相似的实验也用于加工 RB-SiC。图 5 就是加工碳化硅材料的去除函数,图 6 是加工结果。反应工作气的流量为 15 sccm,氧气流量为 5 sccm。加工时间为 300 s。去除函数的 PV 值为 6.5λ,由 Zygo 的干涉仪测得。其拟合后的高斯函数 FWHM

仍为 18 mm。此次加工碳化硅的实验中,体去除率为 0.5 mm<sup>3</sup>/min。如果增加反应工作气的流量,体去除量则会继续增加。

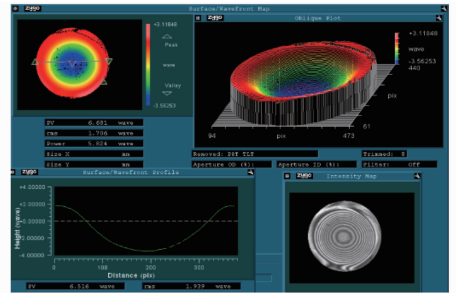


图 5 SiC 样片上的 PCET 去除函数  
Fig. 5 Removal function of PCET on SiC sample



图 6 使用 PCET 来加工碳化硅材料的结果  
Fig. 6 Fabrication result of PCET on RB-SiC

为了验证在硅材料上的加工能力,在硅片上面也开展了同样的实验。反应工作气流量为 10 sccm,氧气流量为 5 sccm。加工时间为 30 s。硅片上的 PCET 去除函数如图 7 所示,加工结果如图 8 所示。

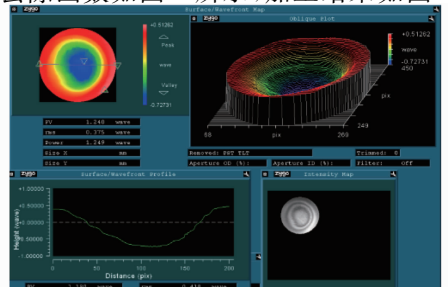


图 7 Si 样片上的 PCET 去除函数  
Fig. 7 Removal function of PCET on Si

去除函数的 PV 值为  $1.19\lambda$ 。

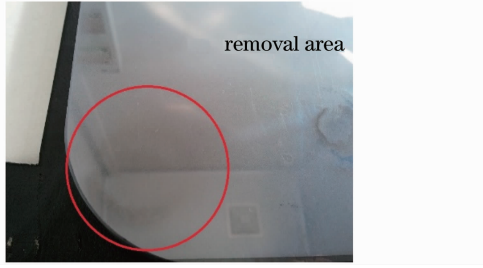


图 8 使用 PCET 来加工硅材料的结果  
Fig. 8 Fabrication result of PCET on Si

以上的实验主要的目的是为了验证使用 PCET 加工 SiC、Si、熔石英等材料的有效性及稳定性。

接下来利用 PCET 工艺加工一块口径为 100 mm 的平面反应烧结碳化硅镜坯,考察此工艺在长时间加工条件下的稳定性。等离子体加工参数设定与前述加工碳化硅实验相同,加工时间为 60 min。在加工前后使用蔡司的三坐标对面形进行测量。测量过程如图 9(a) 所示,测量结果如图 9 所示。表 2 为所测面形数据结果。

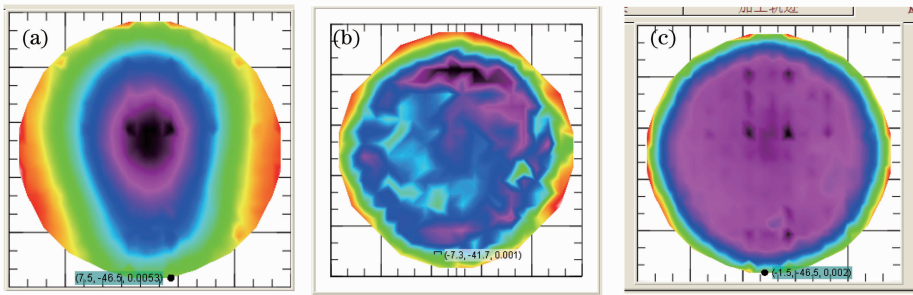


图 9 面形对比。(a) 加工前; (b) 加工后; (c) 虚拟加工

Fig. 9 Surface comparison. (a) Before fabrication; (b) after fabrication; (c) virtual fabrication

表 2 面形数据

Table 2 Surface data

|                     | Before | After | Virtual |
|---------------------|--------|-------|---------|
| PV / $\mu\text{m}$  | 9.04   | 6.95  | 5.91    |
| RMS / $\mu\text{m}$ | 1.93   | 0.96  | 1.05    |

从实际加工结果与虚拟结果的对比来看[均方根(RMS)面形]:实际加工面形结果与虚拟加工结果偏差为  $0.09 \mu\text{m}$ ,偏差比在 8.57%。从面形收敛率来看:实际收敛率为 50.3%,虚拟收敛率在 45.6%,收敛率的偏差在 4.7%。以上的数据显示 PCET 工艺在整个加工过程基本保持了较为稳定的去除函数,显示出了此工艺在长时间加工过程中的稳定性。

在此基础上也对此工件的表面粗糙度进行了测量,由于使用 PCET 工艺加工前工件表面为研磨面,加工后粗糙度仍较大无法使用光学方法进行表面粗糙度测量,最终选取了 Mitutoyo SJ-410 探针式粗糙度仪对工件表面进行测量。测量过程如图 10 所示,测量结果如图 11 所示。

从图 11 中发现在使用 PCET 工艺加工后样片表面粗糙度增加较为明显,因此有必要从微观尺度进行详细的研究。但此工作暂时还没有进行量化的研究。从定性的角度来看,在使用 PCET 加工后工件表面粗糙度都会增大。这种情况在加工 RB-



图 10 Mitutoyo SJ-410 测试 100 mm 口径 SiC 样片粗糙度  
Fig. 10 Testing SiC sample surface roughness of 100 mm aperture with Mitutoyo SJ-410

SiC 时尤为明显。经分析, RB-SiC 在微观上的两相结构(Si 相和 SiC 相)是粗糙度较大的主要原因,样片中的 Si 相由于 Si-Si 键结合能比 SiC 相中的 Si-C 的结合能要弱,因此样片中的 Si 相总是先被去除,即 Si 的去除率总是要大于 SiC 的去除率,这样就会在样片中造成微观的凹坑,最终会影响表面粗糙度,从图 12 的微观照片(由奥林巴斯激光共聚焦显微镜拍摄)中,通过对比加工前后的微观形貌,可以直接观察到这个现象的发生。样片中 Si 相含量越大,获得的表面粗糙度也就越大。这个现象对等离子体加工工艺而言是个原理性的问题,很难通过改进工艺来解决。只能改进 RB-SiC 烧结工艺流程,尽量降低材料中的 Si 含量。对 S-SiC 而言,这个现象要稍好些。而 CVD-SiC 由于是纯 SiC 相,从分析角度来看,其加工的表面粗糙度是最理想的。



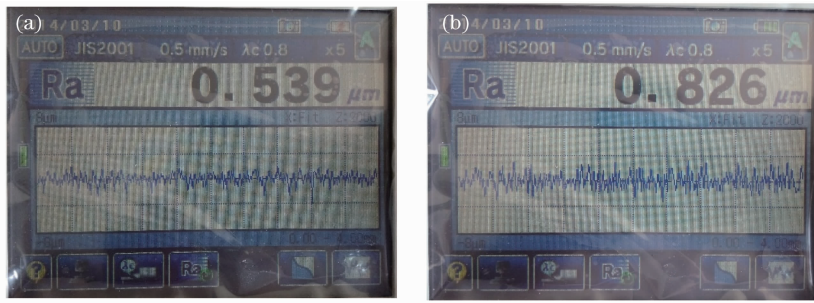
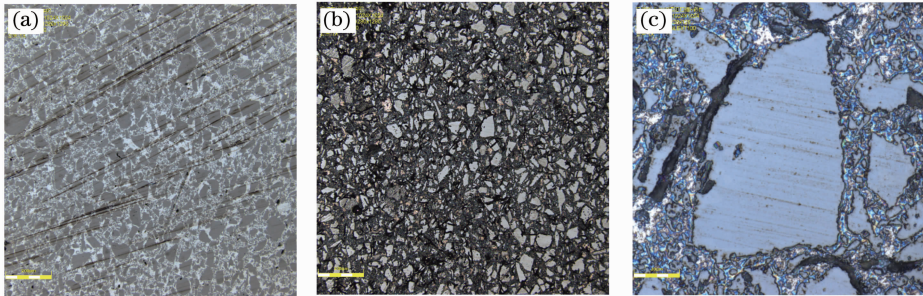


图 11 表面粗糙度测量结果。(a) PCET 加工前；(b) PCET 加工后

Fig. 11 Surface roughness testing results. (a) Before PCET; (b) after PCET

图 12 PCET 工艺加工 RB-SiC 前后的微观结构。(a) 加工前(放大倍数 200 $\times$ )；(b) 加工后(放大倍数 200 $\times$ )；  
(c) 加工前(放大倍数 2000 $\times$ )Fig. 12 Microstructure of RB-SiC before and after PCET process. (a) Before PCET (zoom in 200 $\times$ )；  
(b) after PCET (zoom in 200 $\times$ )；(c) before PCET (zoom in 2000 $\times$ )

针对熔石英及硅材料而言,在理论上都是单相结构,加工获得的粗糙度都比较理想,但在实际加工过程会发现在样片表面会沉积些未知材料从而影响最终的表面粗糙度,但这层沉积物通过简单的抛光就能去除。

通过对几种材料的简单实验及分析,把数控小磨头抛光(CCOS)与 PCET 工艺结合起来,即在 PCET 加工后,再通过 CCOS 对反射镜进行抛光处理便能获得较好的反射镜表面。这也是一个较为新颖的工艺组合。

为了提高 PCET 工艺的通用性,在 PCET 的等离子源前端加入可以调节孔径的装置即可以调节 PCET 工艺的去除函数作用区域。其 FWHM 在 0~18 mm 可调,可以有针对性地修整光学元件表面不同空间频率的面形误差。

在最后需要进一步优化的就是反应工作气体  $CF_4/O_2$  的比例。这个将会是以后的重点研究方向,另外气体流量及射频电源功率的大小与去除函数特性之间的定量化的关系都是未来的研究要点。

由于此工艺在常压条件下操作,有较强的适用性,可以用于大口径非球面反射镜的粗精加工。另外由于是非接触加工工艺,非常适合加工陡度很高的反射镜,尤其是在加工极紫外(EUV)光源高陡度

收集主镜( $R^{\#}=0.58$ )方面有着潜在的优势。

## 4 结 论

主要探讨了一种新型的在常压条件下的电感耦合等离子体化学刻蚀加工工艺。此工艺已经成功应用于加工 RB-SiC、熔石英、硅等材料的光学元件。其工艺去除率与 CCOS、离子束加工(IBF)等工艺相比有很大的优势。在熔石英样片上,去除率的峰值达到了  $10.86 \mu\text{m}/\text{min}$  (反应气体  $CF_4$  流量 50 sccm)。去除函数 FWHM 为 18 mm。在 RB-SiC 样片上,去除率峰值达到了  $0.82 \mu\text{m}/\text{min}$  (反应气体流量:  $CF_4$  15 sccm;  $O_2$  5 sccm),同样的,去除函数 FWHM 为 18 mm。在 Si 样片上,去除率峰值为  $1.51 \mu\text{m}/\text{min}$  (反应气体流量:  $CF_4$  10 sccm;  $O_2$  5 sccm)。如果反应工作气体的流量增加,其去除率也会随之增大。利用此工艺加工了一块碳化硅镜坯,获得的实际面形与虚拟加工面形偏差在 RMS  $0.09 \mu\text{m}$ ,偏差比在 8.57%,收敛率偏差在 4.7%。以上的实验结果显示常压条件下的电感耦合等离子体化学刻蚀加工工艺在加工硅基材料的光学元件方面有着很大的优势。随着不断完善 PCET 的工艺,稳定的、确定性的去除函数将会很容易获得,在加工

大口径非球面反射镜上所耗费的时间及经济成本将得到极大的改善。因此,PCET 工艺在光学精加工领域有着广泛的应用前景。

## 参 考 文 献

- 1 Wang Yingnan, Hang Lingxia, Hu Minda. Super smooth surface fabrication processes-plasma etching [J]. Surface Technology, 2008, 37(1): 51-53.  
王颖男, 杭凌侠, 胡敏达. 等离子体加工光学元件工艺研究[J]. 表面技术, 2008, 37: 51-53.
- 2 Wang Jiafu, Wang Bo, Zhang Jufan, *et al.*. Design of the atmospheric pressure plasma polishing system for machining of ultra smooth surface [J]. Aviation Precision Manufacturing Technology, 2008, 44(4): 11-14.  
王家富, 王 波, 张巨帆, 等. 用于 SiC 超光滑表面加工的大气等离子体抛光系统设计[J]. 航空精密制造技术, 2008, 44(4): 11-14.
- 3 H Takino, N Shibata, H Itoh, *et al.*. Computer numerically controlled plasma chemical vaporization machining with a pipe electrode for optical fabrication[J]. Appl Opt, 1998, 37(22): 5198-5210.
- 4 H Takino, K Yamamura, Y Sano, *et al.*. Removal characteristics of plasma chemical vaporization machining with a pipe electrode for optical fabrication[J]. Appl Opt, 2010, 49(23): 4434-4440.
- 5 K Yamamura, H Mimurab, K Yamauchib, *et al.*. Aspheric surface fabrication in nm-level accuracy by numerically controlled plasma chemical vaporization machining (CVM) and elastic emission machining (EEM)[C]. SPIE, 2002, 4782: 265-270.
- 6 I-M Eichentopf, G Böhm, T Arnold. Etching mechanisms during plasma jet machining of silicon carbide[J]. Surf Coat Technol, 2011, 205: S430-S434.
- 7 I-M Eichentopf, G Böhm, Johannes Meister, *et al.*. Reactive plasma jet high-rate etching of SiC[J]. Plasma Process Polym, 2009, 6: S204-S208.
- 8 T Arnold, G Bohm, R Fechner, *et al.*. Ultra-precision surface finishing by ion beam and plasma jet techniques—status and outlook[J]. Nucl Instrum Methods Phys Res A, 2010, 616(2-3): 147-156.
- 9 P Subrahmanyam. Rapid fabrication of precision surfaces—a new paradigm [C]. San Sebastian: Proceedings of the Euspen International Conference, 2009.
- 10 P K Subrahmanyam, G Gardopee. Reactive atom plasma (RAPTM) processing of mirrors for astronomy[C]. SPIE, 2008, 7018: 701809.
- 11 D M Allen, P Shore, R W Evans, *et al.*. Ion beam, focused ion beam, and plasma discharge machining [J]. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 2009, 58(2): 647-662.
- 12 M Castelli, R Jourdain, P Morantz, *et al.*. Rapid optical surface figuring using reactive atom plasma[J]. Precision Engineering, 2012, 36(3): 467-476.
- 13 C Fanara, P Shore, J R Nicholls, *et al.*. A new reactive atom plasma technology (RAPT) for precision machining: the etching of ULE surfaces[J]. Adv Eng Mater, 2006, 8(10): 933-939.
- 14 W O'Brien. Characterisation and Material Removal Properties of the RAP<sup>TM</sup> Process[D]. Cranfield: Cranfield University, 2011.

栏目编辑: 韩 峰