

# 一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法

申请号：[201310066232.2](#)

申请日：2013-03-01

申请(专利权)人 [中国科学院长春光学精密机械与物理研究所](#)

地址 [130033 吉林省长春市东南湖大路3888号](#)

发明(设计)人 [王彤彤 高劲松 王笑夷](#)

主分类号 [C04B41/91\(2006.01\)I](#)

分类号 [C04B41/91\(2006.01\)I](#)

公开(公告)号 [103204709A](#)

公开(公告)日 [2013-07-17](#)

专利代理机构 [长春菁华专利商标代理事务所 22210](#)

代理人 [田春梅](#)



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103204709 B

(45) 授权公告日 2014. 06. 18

(21) 申请号 201310066232. 2

审查员 彭芳芳

(22) 申请日 2013. 03. 01

(73) 专利权人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130033 吉林省长春市东南湖大路3888号

(72) 发明人 王彤彤 高劲松 王笑夷

(74) 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务所 22210

代理人 田春梅

(51) Int. Cl.

C04B 41/91 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1682355 A, 2005. 10. 12,

CN 101165006 A, 2008. 04. 23,

CN 101177779 A, 2008. 05. 14,

EP 2522301 A2, 2012. 11. 14,

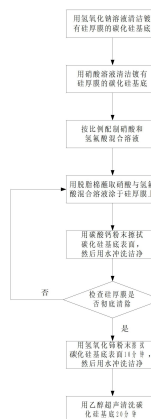
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法

(57) 摘要

本发明去除碳化硅基底上硅厚膜的方法属于薄膜沉积技术领域, 该方法是使用化学试剂去除硅厚膜, 先用碱和酸的溶剂将表面的有机污染物去除, 然后使用混合酸溶液将硅厚膜腐蚀、去除, 最后将碳化硅基底表面清洗干净。本发明的有益效果是: 该方法可以在不损伤碳化硅基底和表面面形的前提下快速去除硅厚膜, 克服了物理抛光法带来的周期长、耗时多和容易改变碳化硅基底的镜胚面形的技术风险问题, 有效地提高了碳化硅基底的加工效率, 具有很高的实用价值。



1. 一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法,其特征在于:该方法包括如下步骤:

步骤一:将质量百分比浓度为 50% 的氢氧化钠溶液与水按照体积比 1:10 配置成溶液,再用配好的氢氧化钠溶液清洁镀有硅厚膜的碳化硅基底 10 分钟;

步骤二:将质量百分比浓度为 68% 的硝酸与水按照体积比 1:3 配置硝酸溶液,并用配好的硝酸溶液清洁镀有硅厚膜的碳化硅基底 5 分钟;

步骤三:将质量百分比浓度为 68% 的硝酸与质量百分比浓度为 40% 的氢氟酸按照体积比 5:1 配制成硝酸和氢氟酸的混合溶液;

步骤四:使用脱脂棉蘸取步骤三中配制好的硝酸和氢氟酸的混合溶液均匀涂于碳化硅基底的硅厚膜上,对硅厚膜进行腐蚀溶解;

步骤五:待硅厚膜完全溶解后,使用脱脂棉蘸取碳酸钙粉末擦拭碳化硅基底表面以去除残余液体,然后用清水冲洗碳化硅基底表面直至清洁;

步骤六:将碳化硅基底自然风干,然后检查碳化硅基底上的硅厚膜是否彻底清除;

步骤七:若碳化硅基底上的硅厚膜仍有残余,则重复第四步至第六步的过程;若碳化硅基底上的硅厚膜已彻底清除,则继续进行步骤八;

步骤八:用脱脂棉蘸取氧化铈粉末擦拭碳化硅基底表面 10 分钟,然后用清水冲洗碳化硅基底表面直至清洁;

步骤九:使用酒精超声清洗碳化硅基底 20 分钟,完全去除碳化硅基底上的硅厚膜。

2. 如权利要求 1 所述的一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法,其特征在于:步骤五所述的碳酸钙粉末是纯度大于 99.5% 的高纯碳酸钙粉末。

3. 如权利要求 1 所述的一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法,其特征在于:步骤八所述氧化铈粉末是纯度大于等于 99.99% 的氧化铈粉末,其细度为中心粒径 1.5-1.8  $\mu\text{m}$ ,最大粒径不超过 11  $\mu\text{m}$ 。

4. 如权利要求 1 所述的一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法,其特征在于:步骤九所述酒精的质量百分比浓度大于等于 99.7%。

## 一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于薄膜沉积技术领域,具体涉及一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法。

### 背景技术

[0002] 碳化硅材料是一种新型的反射镜镜胚材料,具有热稳定性好、比刚度高和近净尺寸成型等优点。作为反射镜基底使用的碳化硅材料通常有 2 种:烧结碳化硅和反应烧结碳化硅。烧结碳化硅是通过高温烧结的方法将粉状的碳化硅烧结成所需的形状,但是在烧结的过程中会形成微孔,这些微孔即使经过精密的抛光也无法消除,当光照射到反射镜表面时会形成体散射,从而影响反射效率。反应烧结碳化硅是通过在烧结的过程中加入硅来降低微孔的产生,但是由于硅的加入,造成了反射镜表面同时存在碳化硅成分和硅成分,由于碳化硅和硅的硬度及弹性模量等特性相差很大,使得抛光时两种成分的去速速率不同,导致镜面在抛光后存在微台阶,当光入射到镜面时,会发生严重的表面散射,降低反射效率。

[0003] 碳化硅表面改性技术针对烧结碳化硅基底和反应烧结碳化硅基底的固有缺陷,在其上镀制一层膜厚大于  $10\mu\text{m}$  的硅厚膜,再通过精细抛光这层硅厚膜,可以有效的消除烧结碳化硅基底和反应烧结碳化硅基底的固有缺陷,消除散射,提高基底表面的质量。

[0004] 但是在光学加工阶段,有时会需要对碳化硅镜胚基底的面形精度进行修正,此时就需要将用于表面改性的硅厚膜去除。如果使用常规的抛光方法,将会花费很多时间,而且还存在面形改变的风险,因此需要一种快速有效的方法将表面改性的硅厚膜去除。

### 发明内容

[0005] 为了解决现有修正碳化硅基底的镜胚面形精度时,传统物理抛光方法周期长、耗时多,且存在碳化硅基底的镜胚面形被改变风险的技术问题,本发明提供一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法。

[0006] 本发明解决技术问题所采取的技术方案如下:

[0007] 一种去除碳化硅基底上硅厚膜的方法包括如下步骤:

[0008] 步骤一:将浓度为 50% 的氢氧化钠溶液与水按照体积比 1:10 配置成溶液,再用配好的氢氧化钠溶液清洁镀有硅厚膜的碳化硅基底 10 分钟;

[0009] 步骤二:将浓度为 68% 的硝酸与水按照体积比 1:3 配置硝酸溶液,并用配好的硝酸溶液清洁镀有硅厚膜的碳化硅基底 5 分钟;

[0010] 步骤三:将浓度为 68% 的硝酸与浓度为 40% 的氢氟酸按照体积比 5:1 配制成硝酸和氢氟酸的混合溶液;

[0011] 步骤四:使用脱脂棉蘸取步骤三中配制好的硝酸和氢氟酸的混合溶液均匀涂于碳化硅基底的硅厚膜上,对硅厚膜进行腐蚀溶解;

[0012] 步骤五:待硅厚膜完全溶解后,使用脱脂棉蘸取碳酸钙粉末擦拭碳化硅基底表面以去除残余液体,然后用清水冲洗碳化硅基底表面直至清洁;

[0013] 步骤六:将碳化硅基底自然风干,然后检查碳化硅基底上的硅厚膜是否彻底清

除；

[0014] 步骤七：若碳化硅基底上的硅厚膜仍有残余，则重复第四步至第六步的过程；若碳化硅基底上的硅厚膜已彻底清除，则继续进行步骤八；

[0015] 步骤八：用脱脂棉蘸取氧化铈粉末擦拭碳化硅基底表面 10 分钟，然后用清水冲洗碳化硅基底表面直至清洁；

[0016] 步骤九：使用酒精超声清洗碳化硅基底 20 分钟，完全去除碳化硅基底上的硅厚膜。

[0017] 本发明的有益效果是：该方法可以在不损伤碳化硅基底和表面面形的前提下快速去除硅厚膜，克服了物理抛光法带来的周期长、耗时多和容易改变碳化硅基底的镜胚面形的技术风险问题，有效地提高了碳化硅基底的加工效率，具有很高的实用价值。

### 附图说明

[0018] 图 1 是本发明去除碳化硅基底上硅厚膜的方法的流程图。

### 具体实施方式

[0019] 下面结合附图对本发明做进一步详细说明。

[0020] 如图 1 所示，本发明去除碳化硅基底上硅厚膜的方法包括如下步骤：

[0021] 步骤一：将质量百分比浓度为 50% 的氢氧化钠溶液与水按照体积比 1:10 稀释成稀氢氧化钠溶液，再用配好的稀氢氧化钠溶液清洁镀有硅厚膜的碳化硅基底 10 分钟；

[0022] 步骤二：将质量百分比浓度为 68% 的硝酸与水按照体积比 1:3 配置成稀硝酸溶液，并用配好的稀硝酸溶液清洁镀有硅厚膜的碳化硅基底 5 分钟；

[0023] 步骤三：将质量百分比浓度为 68% 的硝酸溶液与质量百分比浓度为 40% 的氢氟酸溶液，按照体积比 5:1 配制成硝酸和氢氟酸的混合溶液；

[0024] 步骤四：使用脱脂棉蘸取已配制好的硝酸和氢氟酸的混合溶液均匀涂于碳化硅基底的硅厚膜上，对硅厚膜进行腐蚀溶解；

[0025] 步骤五：待硅厚膜完全溶解后，使用脱脂棉蘸取纯度大于 99.5% 的高纯碳酸钙粉末擦拭碳化硅基底表面以去除残余液体，然后用清水冲洗碳化硅基底表面直至清洁；

[0026] 步骤六：将碳化硅基底自然风干，然后检查碳化硅基底上的硅厚膜是否彻底清除；

[0027] 步骤七：若碳化硅基底上的硅厚膜仍有残余，则重复第四步至第六步的过程；若碳化硅基底上的硅厚膜已彻底清除，则继续进行步骤八；

[0028] 步骤八：用脱脂棉蘸取纯度大于等于 99.99% 的中心粒径为 1.5-1.8  $\mu\text{m}$ ，最大粒径为 11  $\mu\text{m}$  的氧化铈粉末擦拭碳化硅基底表面十分钟，然后用清水冲洗碳化硅基底表面直至清洁；

[0029] 步骤九：使用浓度大于等于 99.7% 的酒精超声清洗碳化硅基底 20 分钟，完全去除碳化硅基底上的硅厚膜。

[0030] 本发明去除碳化硅基底上硅厚膜的方法是使用化学试剂去除硅厚膜，先用碱和酸的溶剂将表面的有机污染物去除，然后使用混合酸溶液将硅厚膜腐蚀、去除，最后将碳化硅基底表面清洗干净。采用该方法去除碳化硅基底的硅厚膜，具有去除速度快、不损伤基底、不损伤表面面形等优点，可以有效的提高碳化硅基底的加工效率，具有很高的实用价值。

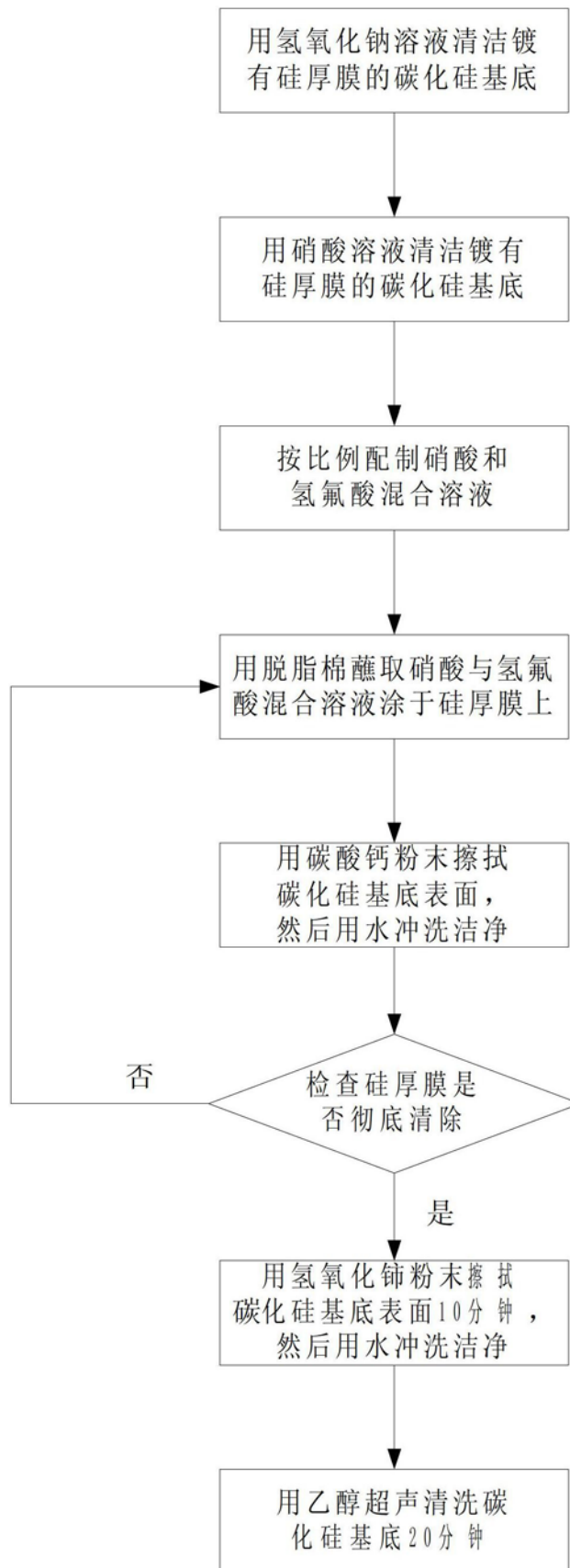


图 1