第35卷 第3期
2015年3月

光 学 学 报
ACTA OPTICA SINICA

Vol. 35, No. 3
March, 2015

碳化硅基底改性硅表面的磁流变抛光

白 杨[1,2] 张 峰[1] 李龙响[1,2] 郑立功[1] 张学军[1]

[1]中国科学院长春光学精密机械与物理研究所,吉林 长春 130033

[2]中国科学院大学,北京 100049

摘要 为克服传统抛光方法在硅改性的碳化硅表面抛光存在的不足,采用磁流变抛光在精抛光阶段实现面形误差高效去除和快速收敛。基于实际应用中的对磁流变抛光液的需求,提出了磁流变液的性能要求,并配制了适合改性硅表面抛光的磁流变抛光液,检测所配制的抛光液体的流变特性和分散稳定性,证明了液体具有良好的性能。对口径为130 mm(有效口径为120 mm)的硅改性的同轴非球面碳化硅工件进行实际抛光。经过两个周期约3 h的抛光,面形误差均方根(RMS)从0.051λ(λ=632.8 nm)快速收敛至0.012λ,粗糙度R_a达0.618 nm。验证了所配制的磁流变抛光液满足碳化硅基底改性硅表面的抛光需求,证明了磁流变抛光技术在镜面硅改性后精抛光阶段具有独特的优势。

关键词 材料;表面改性硅;碳化硅;精抛光;磁流变抛光;非球面

中图分类号 TQ171.684; TH161 **文献标识码** A

doi: 10.3788/AOS201535.0322007

Manufacture of Silicon Modification Layer on Silicon Carbide Surface by Magnetorheological Finishing

Bai Yang[1,2] Zhang Feng[1] Li Longxiang[1,2] Zheng Ligong[1] Zhang Xuejun[1]

[1]*Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Science, Changchun, Jilin* 130033, *China*

[2]*University of Chinese Academy of Sciences, Beijing* 100049, *China*

Abstract Magnetorheological finishing (MRF) process is adopted to overcome the drawback of traditional polishing method in final finishing of SiC after silicon modified and removing the debris of optical surface in final finishing with high efficiency and fast convergence. The requirements of magnetorheological (MR) polishing fluid are proposed according to the actual polishing situation. The rheological characteristic and dispersion stability are tested, which verify that the prepared MR polishing fluid possesses good performance. A silicon modified react-bonded coaxial asphere mirror with diameter of 130 mm (effective sub-aperture is 120 mm) is polished with two iteration in three hours approximately. The root-mean-square (RMS) of the surface accuracy is improved from 0.051λ (λ=632.8 nm) to 0.012λ rapidly and the surface roughness R_a reaches 0.618 nm. The results proves that the prepared MR polishing fluid can satisfy the polishing requirement of modification layer on silicon carbide and MRF possesses outstanding advantages in final finishing of silicon modified mirror.

Key words materials; surface modified silicon; silicon carbide; final finishing; magnetorheological finishing; asphere

OCIS codes 220.4610; 220.5450; 350.4600; 120.4610

1 引 言

SiC材料凭借其在物理特性、热特性、机械特性等方面的优良特性,已经替代玻璃和金属成为新一代空

收稿日期: 2014-09-15; **收到修改稿日期**: 2014-11-10

基金项目: 国家自然科学基金(61036015)、国家973计划(2011CB0132005)

作者简介: 白 杨(1988—),男,博士研究生,主要从事磁流变抛光技术方面的研究。E-mail: baiyang5406@sina.com

导师简介: 张 峰(1969—),男,研究员,博士生导师,主要从事大口径光学加工、检测等方面的研究。E-mail: zhangf@ciomp.ac.cn

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

间反射镜坯体优选材料。但是，作为陶瓷材料，碳化硅表面的致密程度远不如玻璃材料，残留的气孔等缺陷会使抛光后的碳化硅表面粗糙度仅能达到3~4 nm，不能够满足高精度空间相机反射镜表面粗糙度低于1 nm的技术要求。因此，在实际工程当中，先将碳化硅基底加工到精面形度误差均方根(RMS)值达到λ/10 (λ=632.8 nm)左右采用物理气相沉积(PVD)制备Si改性层的改性技术在碳化硅(RB-SiC)反射镜表面镀一定厚度(10 μm左右)的改性膜层，然后再依据相关加工指标对这个改性层进行精密抛光加工[1-4]。传统的抛光方式随着加工的进行，磨头会出现磨损，导致磨头与加工元件变得不吻合，去除效率也会发生变化，导致过程的不可控，这对改性后表面的抛光影响极大，甚至导致面形的不收敛和加工的反复，浪费人力物力[5-6]。而且，传统的加工过程中磨头与工件之间的作用力较大，抛光过程中容易发热，造成镜面的变形。因此，传统加工方法对于硅改性后的碳化硅表面的加工存在诸多的不足。

磁流变抛光(MRF)技术是一种新型的抛光方法，具有以下几种有优点[7-10]：1)磁流变抛光几乎对光学镜面不造成亚表面损伤和形变；2)不存在抛光区域温度升高的问题，不会造成光学镜面的热畸变；3)磁流变抛光的去除函数形状可控，可以满足多种光学元件的抛光需求；4)可控性强、材料去除效率高，不存在传统加工过程中磨头损耗造成的加工不确定性，缩短加工时间。因此，磁流变抛光可以克服传统加工方式缺点，有效解决加工方法和加工需求的矛盾。磁流变抛光的这些优点的发挥和在实现工程当中的应用需要性能优良的磁流变抛光液作为保证，国外对配制磁流变液的关键技术严格保密，国内也有一些关于磁流变(MR)抛光液配制的研究，配制出了性能较好的磁流变抛光液，但在液体的稳定性和去除效率方面与国外仍有差距，制约了磁流变抛光技术在实际工程中的应用[11]。因此，基于实际应用对磁流变液的性能要求，本文配制一种适合于改性硅表面抛光的磁流变抛光液，检测其物理化学性能指标，并对一块非球面碳化硅反射镜进行实际抛光，验证了所配制的磁流变抛光液可确保磁流变抛光对碳化硅基底的改性硅表面的快速抛光和面形的高效收敛，同时，也证明磁流变抛光技术在对硅改性后的碳化硅镜面精抛光阶段具有独特的优势。

2 磁流变抛光原理

作为一种高确定性抛光方法，磁流变抛光可以抛光多种材料的光学元件和一些金属元件，其抛光设备和原理如图1所示。

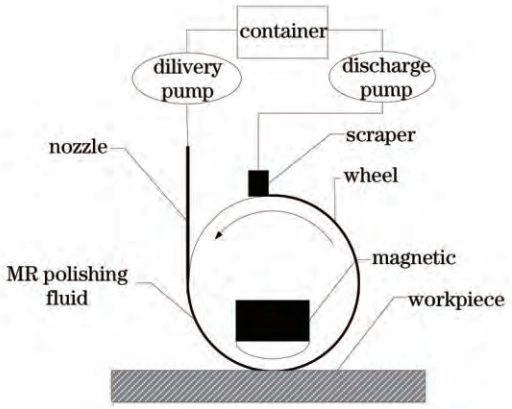


图1 磁流变抛光原理图

Fig.1 Schematic diagram of MRF

喷射泵通过喷嘴将磁流液喷洒在旋转抛光盘上，在抛光盘的带动下通过工件与抛光盘之间的微小间隙时，此处的高梯度磁场使磁流变抛光液发生流变形成一小的瞬时的柔性“抛光磨头”，“抛光磨头”在旋转抛光盘的带动下对工件进行抛光。当磁流变抛光液随抛光轮旋转离开磁场区域后又恢复其流体性质，通过回收装置和回收泵将磁流变抛光液回收到储存磁流变液的搅拌装置中，实现液体的循环。在循环系统搭载冷却机构和相关传感器对液体性能进行实时的监控和成分补给，以确保磁流变抛光液在抛光过程中成分的稳定性。

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

3 磁流变抛光液

由于磁流变抛光是以磁流变抛光液作为抛光介质，磁流变抛光液的性能优劣将决定磁流变抛光是否能够达预期抛光目标。

3.1 磁流变抛光液性能要求

磁流变抛光液主要由羰基铁粉、基液（水或油）、分散稳定剂和抛光粉组成，由于其在应用上与传统的磁流变液的差别，磁流变抛光液在添加成分和性能要求也有所不同，磁流变抛光液的主要性能要求如图2所示。

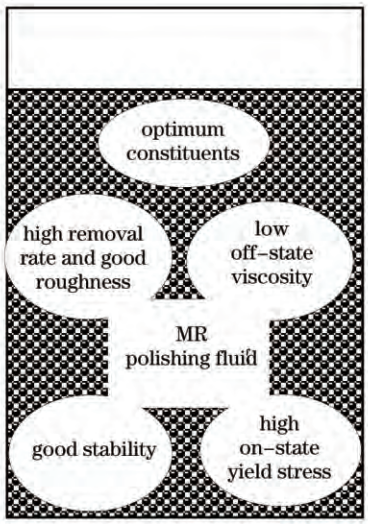


图2 磁流变抛光液的性能要求

Fig.2 Requirements of MR polishing fluid

3.2 磁流变抛光的成分

虽然大多数材料可以使用由羰基铁粉、抛光粉、水性基载液pH为10组成的抛光液进行抛光，如碳化硅和BK7等材料。但是，对于KDP晶体抛光，为了防止水性基载液的对晶体的水解作用，使用油性基载液配制磁流变抛光液更为合适，Jacobs[12]证明降低基液的pH可以提高对磁流变对ZnS的抛光的去除效率。因此，根据抛光材料的差别磁流变抛光液的成分也需要相应改变，所抛光的材料是改性硅表面，根据化学反应机理：改性硅表面的硅原子在碱性的抛光液中与OH^-反应失去电子生成硅的氧化物，反应方程式如下：

$$Si + 4OH^- \rightleftharpoons SiO_2 + 2H_2O + 4e^-. \tag{1}$$

根据此反应机理，调高磁流变抛光液基液的pH值，将有助于抛光效率的提高。磁流变抛光液的基本成分和含量见图表一。为保证磁流变抛光液具有较高的剪切屈服应力和抛光后镜面具有较好的面形质量，所配制抛光液中添加粒径D_{50}=4 μm的中等尺寸羰基铁粉，抛光粉选择纳米金刚石D_{50}=50 nm。

表1 磁流变抛光液的成分和含量

Table 1 Composition and proportion of MR polishing fluid

Components	Iron particle	Abrasive	Base fluid		
Type	Carbonyl iron	Nanodiamond	De-ionized water	Stabilizers	Other agents
Parameters /nm	D_{50}=4000	D_{50}=50	*	Ion dispersants	Buffer agents etc.
Volume proportion /%	38	0.02	Others	1	3

根据(1)式反应机理，在原有液体的基液pH值的基础添加pH调节剂，将基液的pH值分别调整到11和12做单点去除函数实验，并与基液pH值为10的材料去除效率进行对比。抛光材料选择的是一块直径为100 mm经过预抛光的硅改性碳化硅镜面，实验结果如图3所示。图3 (a)、(b)、(c)采用相同抛光参数，如表2所示。材料去除效率包括峰值去除效率（PRR）和体积去除效率（VRR）是根据Zygo干涉仪检测数据经过计算所得。从图3中可以看出随着pH值的提高，所配制的磁流变抛光液对改性硅表面的抛光效率逐渐提高，相对于一般所用的磁流变抛光液，pH为12时PRR提高了31.3%、VRR提高了32%。但是，实际抛光观察发现，

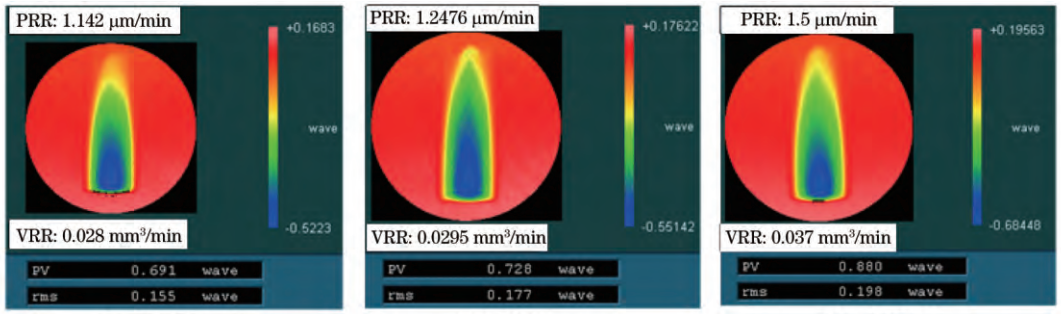
?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

如果基液的pH值高于12磁流变抛光中铁粉将很快发生锈蚀，无法保证长时间、多抛光周期的使用。因此，磁流变抛光液的基液pH为12是最佳选择。同时，实验发现，如果提高抛光粉的体积分数提高0.3%，PRR和VRR分别可达7 μm/min和0.123 mm³/min，可满足大口径光学元件的加工要求。

表2 去除函数实验抛光参数

Table 2 Polishing parameters of removal function experiment

Wheel diameter /mm	Rotation speed /(r/min)	Polishing gap /mm	Polishing time /s
160	120	1.1	20



(a) pH: 10　(b) pH: 11　(c) pH: 12

图3 不同基液pH值下的材料去除效率

Fig.3 Material removal rate under different pH of base fluid

3.3 磁流变液的性能检测

按照表1的添加成分和比例，配制出了磁流变抛光液，并对其性能进行检测。磁流变抛光液的性能优劣主要通过两方面来体现，一是通过检测设备检测液体的物理化学性质；二是将磁流变抛光用于实际抛光，检测其材料去除效率和加工面形的收敛效率。

3.3.1 配制液体的剪切屈服应力检测

磁流变液的流变性体现在其磁场下作用下性质，其中最为重要的是其磁场下的剪切力特性，这性能对于磁流变抛光尤为重要，根据最新的磁流变抛光的材料去除机理：抛光效率(MRR)与抛光材料的所受的剪切力 τ 成正比[13]，可描述为

$$R = K(E/K_C H_V^2)\cdot\tau\cdot V, \tag{2}$$

式中 K 是该模型下的参数，$E/K_C H_V^2$ 是抛光材料的力学特性参数，V 是抛光轮相对工件的速度。

图4是运用MCR302磁流变仪对所配制的磁流变抛光液的流变性检测结果，检测条件是：温度为25 ℃剪切率为1/s。从图4中可以看出所配制的磁流变抛光液流变性较好，在磁场强度为0.3 T时，剪切屈服应力高达32 kPa满足抛光的要求[14]。

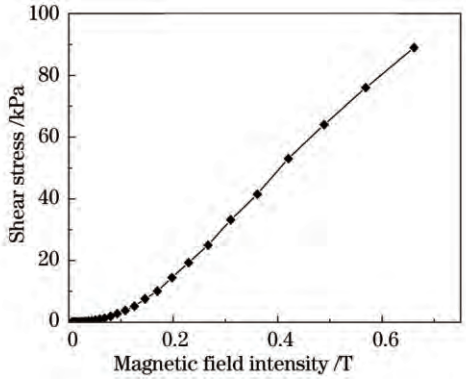


图4 不同磁场强度下剪切应力

Fig.4 Dependence of the shear stress on magnetic field intensity

3.3.2 配制液体的零磁场粘度检测

在保证磁流变液的分散稳定性和前提下，磁流变抛光液的零磁场粘度越低，磁流变液的流变性也越好，

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

并且，在实际抛光过程中，磁流变液的零磁场的粘度越低又有利于液体的传输和液体抛光过程中温度的稳定。对所配制液体的零磁场粘度进行了检测，检测结果如图5所示，可以看出磁流变液在零磁场下具有剪切稀化的特点，当粘度计的2号转子转速达到100 r/min时，粘度趋于稳定，约为0.26 Pa·s，液体零磁场粘度完全满足循环条件，磁流变抛光液的零磁场粘度越小，同样加工条件下去除函数越大，即VRR相对越高。

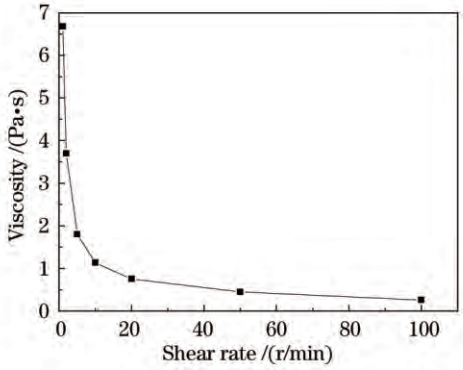


图5 不同剪切率下液体的粘度

Fig.5 Dependence of viscosity on the shear rate

3.3.3 磁流变液的分散稳定性检测

根据固体悬浮液的分散机理，分散的稳定性好坏取决于分散的羰基铁颗粒间的静电斥力，粒子之间排斥势能通常称作ξ势，ξ势的绝对值越高代表粒子间的排斥势能越大，即分散体系的越稳定[15]。一般认为ξ势的绝对值小于30 mV分散体系是不稳定，而当ξ势的绝对值大于30 mV时分散体系是稳定的[16-17]。取配制完成的磁流变液三份，运用Zeta电位测量仪分别测量其ξ势，三份样品的测试结果如图6所示。由图可以看出ξ势的绝对值的平均值大于38 mV，可以保证磁流变抛光液分散体系的稳定，即在抛光过程中磁流变液的性能能够保持长期的一致性，从而保证材料去除效率的稳定性。

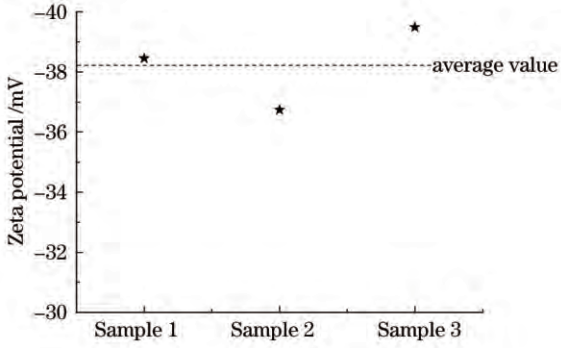


图6 ξ势检测结果

Fig.6 Zeta potential testing result

4 非球面改性硅表面实际抛光

通过对磁流变抛光液基液的优化和材料去除效率的研究，得到所配制的液体具有较高的材料去除效率，并且对所配制液体的物理化学指标进行了检测，可以确定所配制液体具有较好的循环的抛光循环的稳定性和抛光的确定，通过这些指标的检测以及本课题组先前对磁流变抛光液的研究，在实际抛光过程中，循环系统会对液体性能进行实时控制和成分补给，可确保磁流变抛光液成分稳定，不必再进行去除函数的稳定性验证，就可以确定所配制液体具有较好的稳定，能够满足实际加工的需求。因此，对一块直径为130 mm（有效口径为120 mm）的硅改性的非球面RB-SiC工件进行实际抛光，镜面的初始面型和实际抛光过程图片如图7(a)、(b)所示。因为，光学元件的口径为130 mm，考虑到液体的材料去除能力、实际加工的控制以及面形质量的需求，在此选择抛光粉体积分数为0.02%的去除效率较低型号的磁流变抛光液，以面形均方根

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

(RMS)为收敛目标，规划驻留点，通过解算矩阵方程，求解驻留时间，抛光路径采用的是光栅式。如图8(a)所示，经过第一抛光周期面形误差RMS由原始的面形0.051λ(λ=632.8 nm)提高到至0.026λ，所用时间为2 h，所

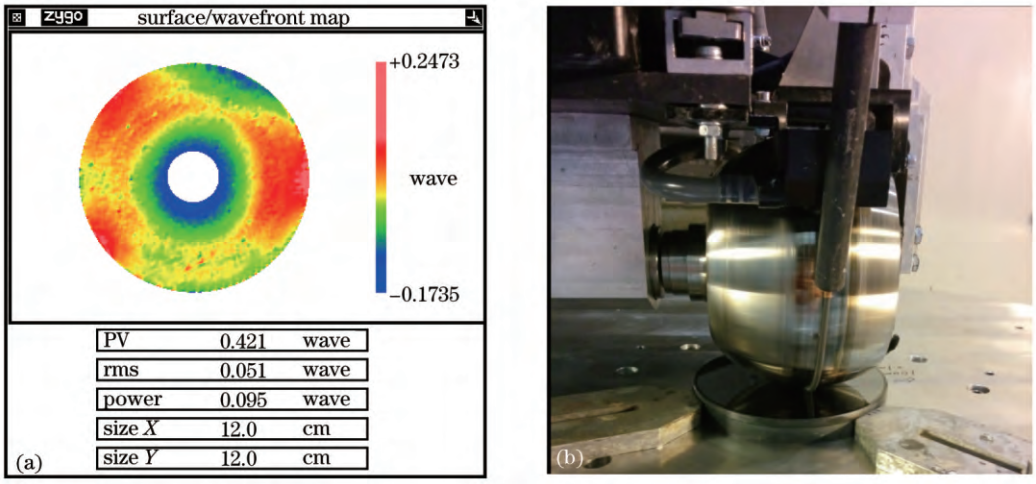


图7 (a)初始面型; (b) 实际抛光照片

Fig.7 (a) Initial surface; (b) photograph of actual polishing

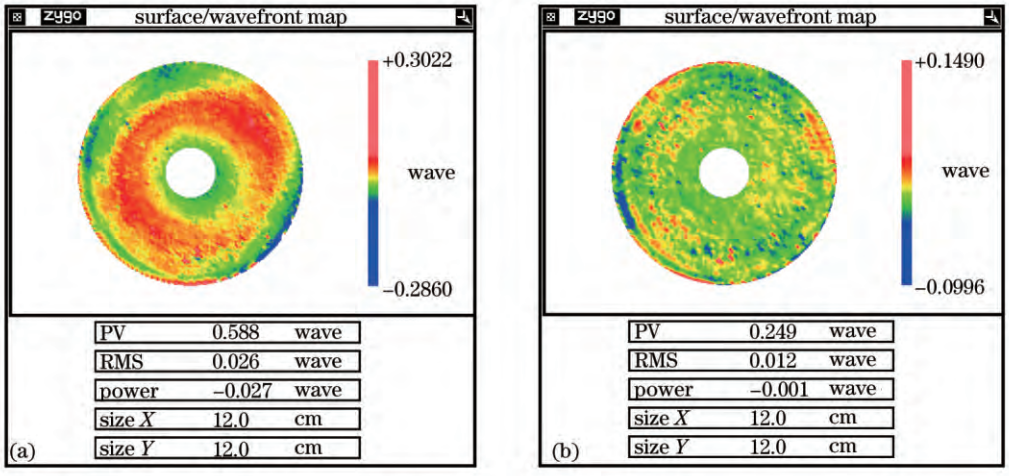


图8 (a)第一抛光周期; (b)第二抛光周期完成后的面形精度

Fig.8 Surface accuracy result after (a) first iteration; (b) second iteration

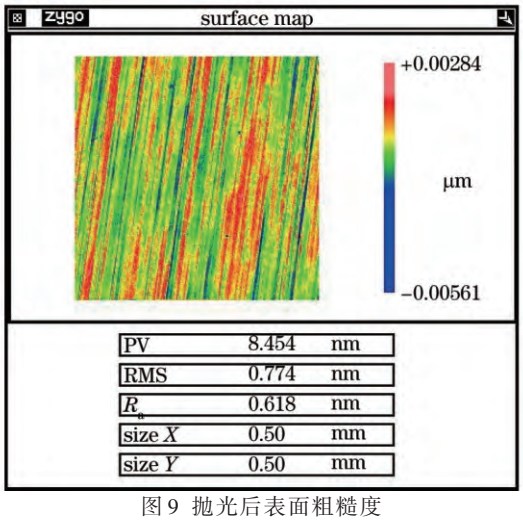


图9 抛光后表面粗糙度

Fig.9 Surface roughness after polishing process

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

用抛光参数见表2。然后根据8 (a)检测的面形数据在进行第二周期的抛光，如图8(b)经过1 h抛光面形误差RMS达到0.012λ。检测抛光完成后的面形粗糙度R_a=0.618 nm，检测结果图如图9所示。经过两个周期3 h的磁流变抛光，工件的面形精度和表面粗糙度均已到了工程要求的指标。

5 结 论

根据磁流变抛光液的实际加工需求，提出了磁流变抛光液的性能要求，根据化学反应机理配制一种适用于改性硅表面抛光的磁流变抛光液，通过去除函数实验发现，相对于使用一般光学材料所用的抛光液体，所配制的抛光液的去除效率PRR提高了31.3%、VRR提高了32%，去除效率明显提升，如果提高抛光粉的体积分数提高0.3%，PRR和VRR分别可达7 μm/min和0.123 mm^3/min。所配制抛光液的零磁场粘度(2#转子，100 r/min时)仅为0.26Pa·s,在磁场为0.3T下，剪切屈服应力达到32KPa，磁流变抛光液分散体系的ξ势达-38 mV以上，所测指标均满足实际抛光对抛光液性能要求。通过对一块直径为130 mm(有效口径为120 mm)的硅改性的同轴非球面RB-SiC工件进行实际抛光，经过两个周期约3小时的抛光，面形精度RMS从0.052λ(λ=632.8 nm)快速收敛至0.012λ，粗糙度R_a达0.618 nm。验证了所配制的抛光液性能优良，磁流变抛光是改性硅表面进行精抛光阶段的有效加工手段。为进一步实现磁流变抛光在大口径和复杂面形光学元件抛光的应用，提供了可靠技术支撑。

参 考 文 献

1 Zhang Jianhan, Zhang Yumin, Han Jiecai, *et al*.. Design, fabrication and testing of space-borne SiC mirror [J]. Optics and Precision Engineering, 2006, 14(2): 179-184.
张剑寒, 张宇民, 韩杰才, 等. 空间用碳化硅反射镜设计制造与测试[J]. 光学 精密工程, 2006, 14(2): 179-184.

2 Yan Yong, Jin Guang. Material preparation, surface modification and aspheric processing of RB- SiC mirrors [J].Optics and Precision Engineering, 2011, 19(8): 1750-1756.
闫 勇, 金 光. RB-SiC反射镜的材料制备、表面改性及非球面加工[J]. 光学 精密工程, 2011, 19(8): 1750-1756.

3 Zhang Feng, Xu Lingdi, Fan Di, *et al*.. Fabrication of surface modification aspheric SiC mirror[J]. Optics and Precision Engineering, 2008, 16(12): 2479-2484.
张 峰, 徐领娣, 范 镝, 等. 表面改性非球面碳化硅反射镜的加工[J]. 光学 精密工程, 2008, 16(12): 2479-2484.

4 Zhang Feng. Combine type polishing of silicon modification layer on silicon carbide mirror for space camera [J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(7): 0716001.
张 峰. 空间相机碳化硅反射镜表面硅改性层的组合式抛光[J]. 中国激光, 2013, 40(7): 0716001.

5 Ajay Sidpara. Magnetorheological finishing: a perfect solution to nanofinishing requirements [J]. Opt Eng, 2014, 53(9): 092002.

6 Liu Zenyu, Luo Xiao, Deng Weijie, *et al*.. Multi-mode optimization for large aspheric mirror [J]. Optics and Precision Engineering, 2013, 21(11): 2791-2797.
刘振宇, 罗 霄, 邓伟杰, 等. 大口径非球面的组合加工[J]. 光学 精密工程, 2013, 21(11): 2791-2797.

7 D C Harris. History of magnetorheological finishing [C]. SPIE, 2011, 8016: 80160N.

8 Shi Feng, Dai Yifan, Peng Xiaoqiang, *et al*.. Magnetorheological finishing for high precision optical surface [J]. Optics and Precision Engineering, 2009, 18 (7): 1859-1864.
石 峰, 戴一帆, 彭小强, 等. 高精度光学表面磁流变修形[J]. 光学 精密工程, 2009, 18(7): 1859-1864.

9 Dai Yifan, Shi Feng, Peng Xiaoqiang, *et al*.. Deterministic figuring in optical machining by magnetorheological finishing [J]. Acta Optica Sinica, 2010, 30(1): 198-205.
戴一帆, 石 峰, 彭小强, 等. 光学镜面磁流变确定性修形的实现[J]. 光学学报, 2010, 30(1): 198-205.

10 Li Longxiang, Deng Weijie, Zhang Binzhi, *et al*.. Dwell time algorithm for large aperture optical element in magnetorheological finishing [J]. Acta Optica Sinica, 2014, 34(5): 0522001.
李龙响, 邓伟杰, 张斌智, 等. 大口径光学元件磁流变加工驻留时间求解算法[J]. 光学学报, 2014, 34(5): 0522001.

11 Bai Yang, Zhang Feng, Deng Weijie, *et al*.. The preparation of MR polishing fluid and the polishing stability study [J]. Acta Optica Sinica, 2014, 34(4): 0416001.
白 杨, 张 峰, 邓伟杰, 等. 磁流变液的配制及其抛光稳定性[J]. 光学学报, 2014, 34(4): 0416001.

12 S D Jacobs. MRF with adjustable pH [C]. SPIE, 2011, 8169: 816902.

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

13 C L Miao, S N Shafir, J C Lambropoulos, *et al*.. Shear stress in magnetorheological finishing for glass [J]. Appl Opt, 2009, 48(13): 2585-2594.

14 William Kordonski, Sergei Gorodkin. Material removal in magnetorheological finishing of optics [J]. Appl Opt, 2011, 50(14):1984-1994.

15 Hans Mollet, Arnold Grubenman. Formulation Technology: Emulation, Suspensions, Solid Forms [M]. Yang Guang Transl. Beijing: Chemical Industry Press, 2004. 618-624.
汉斯·莫利特,阿诺德·顾本门. 乳液、悬浮液、固体配合技术与应用[M]. 杨光, 译. 北京: 化学工业出版社, 2004.

16 S Komkrit, J K Jiang, S Manoranjan, *et al*.. Role of surface area, primary particle size, and crystal phase on titanium dioxide nanoparticle dispersion properties [J]. Nanoscale Res Lett, 2011, 6(27):1-8.

17 Stoll Serge. The importance of zeta potential measurements & role of ionic strength in flocculation processes [J]. Water Technol, 2013, 4(1): 1-5

栏目编辑: 韩 峰

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net