DOI:10.16356/j.1005-2615.2020.01.015

固结磨料研磨蓝宝石单晶的材料去除特性分析

王建彬1,2,杨柳1,江本赤1,疏 达1,王 刚1

(1.安徽工程大学机械与汽车工程学院,芜湖,241000;

2. 南京航空航天大学江苏省精密与微细制造技术重点实验室, 南京, 210016)

摘要: 研磨加工的材料去除速率受到磨料、研磨液、工件材料等诸多因素的影响。本文采用分量处理法把影响材料去除速率的因素逐项分解, 开展固结磨料研磨蓝宝石的实验研究, 分析机械、化学及其耦合作用对材料去除速率的影响。结果表明: 研磨液作用下的机械化学耦合能够有效提高材料去除速率, 耦合作用对材料去除速率的贡献率可达 34.18%。固结垫基体在接触摩擦力的作用下, 可以实现材料的去除, 但其对材料去除速率的贡献率约为5%。

关键词:材料去除速率;固结磨料;蓝宝石;研磨

中图分类号: TG74; TN305.2; O786

文献标志码: A

文章编号:1005-2615(2020)01-0118-06

Analysis on Material Removal Characteristics in Lapping Sapphire Single Crystal Using Fixed Abrasive

WANG Jianbin^{1,2}, YANG Liu¹, JIANG Benchi¹, SHU Da¹, WANG Gang¹

- (1. School of Mechanical and Automobile Engineering, Anhui Polytechnic University, Wuhu, 241000, China;
- 2. Jiangsu Key Laboratory of Precision and Micro-manufacturing Technology , Nanjing University of Aeronautics & Astronautics , Nanjing , 210016 , China)

Abstract: The material removal rate of the lapping process is affected by many factors such as abrasives, lapping fluids, and workpiece materials. The component processing method is used to decompose the factors affecting the material removal rate item by item, and the experimental study on the lapping of abrasive sapphire is conducted to analyze the influence of mechanical, chemical and their coupling effects on the material removal rate. The results show that the material removal rate can be effectively enhanced by the mechanochemical coupling under the action of grinding fluids, and the contribution of the coupling effect to the material removal rate can reach 34.18%. The material can be removed by resin matrix of fixed abrasive pad due to contact friction. However, its contribution to the material removal rate is about 5%.

Key words: material removal rate; fixed abrasive; sapphire; lapping

人工合成的蓝宝石单晶主要成分为三氧化二 铝 $(a\text{-}Al_2O_3)$,具有热膨胀系数低、理化性能稳定、耐腐蚀性强、电绝缘性能好等优点,且红外、紫外及

可见光的透射率可达80%以上[1-2],是空间技术、国防装备以及现代通信和照明领域不可或缺的晶体材料[3]。同时,极高的硬度、弹性模量以及断裂韧

基金项目:安徽省高校优秀青年人才支持计划重点(gxyqZD2019051)资助项目;校国家基金预研(2017yyzr06)资助项目;安徽省人才(Z175050020001)资助项目;安徽工程大学2018年度中青年拔尖人才培养计划资助项目;南京航空航天大学江苏省精密与微细制造技术重点实验室开放基金资助项目。

收稿日期:2019-06-16;修订日期:2019-10-11

通信作者:王建彬,男,博士,副教授,硕士生导师,E-mail:wjb1104@163.com。

引用格式:王建彬,杨柳,江本赤,等. 固结磨料研磨蓝宝石单晶的材料去除特性分析[J]. 南京航空航天大学学报,2020,52(1):118-123. WANG Jianbin, YANG Liu, JIANG Benchi, et al. Analysis on material removal characteristics in lapping sapphire single crystal using fixed abrasive[J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, 2020, 52(1): 118-123.

性使蓝宝石的机械加工非常困难。因此,加工效率 和加工成本一直是蓝宝石应用过程中不可回避的 关键问题。

蓝宝石单晶的机械加工包括掏棒、切片、研磨、抛光等多道工序,其中研磨是快速去除工件表面损伤、提高面形精度的关键工序。在研磨加工中,工件材料的去除主要依靠硬度较高的磨粒在工件与研磨盘之间滚轧,其材料去除速率和研磨压力、研磨盘转速、材料性能等因素具有一定的线性关系,在研磨玻璃这种脆性材料时被总结为Preston经验公式^[4-5]。Lin等对Preston公式进行修正,认为压力是研磨蓝宝石材料去除率贡献最大的参数^[6]。Zhu等的实验表明,在碱性环境下,利用硬度较小的SiO₂磨粒加工蓝宝石可以获得一定的去除率和较好的表面质量^[7-9],说明化学反应在材料去除过程中不可忽视。Luo等认为在蓝宝石加工中机械作用仍然是材料去除的主要形式^[10]。

固结磨料以可控的运动轨迹对工件进行微切削,在硬脆材料加工中具有明显的优势[11]。Kim等采用金刚石固结磨料垫研磨蓝宝石,依靠研磨液中Al₂O₃辅料实现研磨垫的自锐,获得较高的材料去除率^[12]。同时,研磨液与蓝宝石表面的化学作用会生成一定厚度的软化层,更有利于材料去除速率的提升和表面质量的改善^[13-14]。

目前,固结磨料研磨蓝宝石仍处于实验探索阶段,材料去除机理尚不明晰。本文通过对材料去除速率的构成进行分解,开展固结磨料研磨蓝宝石的实验研究,分析材料去除过程中的机械、化学及两者间的耦合作用,以期为蓝宝石的研磨加工提供理论和实验依据。

1 材料去除速率的分解

采用金刚石固结磨料垫研磨蓝宝石工件,由于磨粒镶嵌在研磨垫基体之中,故与工件直接接触的除了磨粒之外,还包括基体材料。同时研磨液作用在工件表面也会使其表层产生不同于本体的变质层(图1)。材料的去除受到磨粒、研磨垫基体、研磨液、工艺参数等诸多因素的制约,且各因素间交互影响。

在材料去除过程中,不仅有磨粒的机械切入,还有研磨液的化学腐蚀。为了理清材料去除机理,从理化角度入手,按照分量处理的原则把复杂因素逐项分解。材料去除速率(Material removal rate, MRR)可分解为机械去除(MRR_M)、化学去除(MRR_c)、机械化学耦合去除(MRR₁)3部分。其中

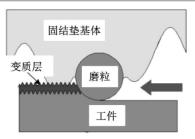


图1 固结磨料研磨蓝宝石工件示意图

Fig.1 Schematic diagram of fixed abrasive lapping sapphire

机械去除又包括磨粒作用机械去除(MRR_{M-D})和基体作用机械去除(MRR_{M-M})两部分;耦合作用去除包括磨粒与研磨液耦合去除(MRR_{I-D})和基体与研磨液耦合去除(MRR_{I-M})两部分。

$$MRR = MRR_{M} + MRR_{C} + MRR_{I}$$
 (1)

$$MRR_{M} = MRR_{M-D} + MRR_{M-M}$$
 (2)

$$MRR_{I} = MRR_{I-D} + MRR_{I-M}$$
 (3)

2 实 验

2.1 实验制备与条件

实验样品采用 5.08 cm的 c 向蓝宝石单晶(d=50.8 mm; h=0.5 mm)。自制固结磨料垫两种:一种为 W14 的金刚石固结磨料垫,另一种为仅有树脂基体的研磨垫。实验设备为智能型纳米级抛光机(Nanopoli-100)。为了确保样品加工条件的统一,实验前先采用 W60 金刚石固结研磨垫对样品加工 15 min。正式实验时的加工参数如表 1 所示。

表 1 研磨实验参数

Table 1 Lapping experiment parameters

参数	值			
Plate speed/(r•min ⁻¹)	80			
Pressure/kPa	(6.9, 13.8, 20.7, 27.6, 34.5)			
Eccentricity/mm	45 (fixed)			
Slurry flow/($ml \cdot min^{-1}$)	100			
Time/min	30			

2.2 测试与分析

实验结束后,采用江南永新 XJX-200 型显微镜 观测工件表面形貌。样品厚度采用日本三丰数显游标卡尺 Mitutoyo SR44(0~25 mm,0.001 mm)测量。样品加工前后的质量采用日本 AND 高精度分析电子天平 GH-202(Max 220 g, Min 1 mg, e=1 mg, d=0.01/0.1 mg)测量,并通过式(4)测算样品加工后的材料去除速率 MRR。

$$MRR = \frac{(M_0 - M) \times h}{M_0 \times t} \times 10^6 (nm/min) (4)$$

式中: M_0 与M表示样品加工前后的质量,g; h表示样品加工前的厚度,mm; t表示样品加工时间, min_0

3 结果与讨论

3.1 机械作用的材料去除

研磨过程中,采用去离子水作为研磨液,则研磨液对蓝宝石工件的化学腐蚀作用可以忽略^[13]。同时,研磨液的流动对工件表面会产生一定的剪切应力,但非常微小,对材料去除的影响也可以忽略^[15-16]。故机械作用的材料去除仅为磨粒的切入、耕犁、刮擦和基体材料的摩擦。

由于研磨压力对蓝宝石材料去除速率的影响最为显著 $^{[6,17]}$,故通过改变研磨压力来分析机械作用的材料去除速率。分别采用含有金刚石磨粒的固结研磨垫和仅为树脂基体的研磨垫,在不同压力下,研磨蓝宝石工件。可获得机械作用的材料去除率(MRR_M)和基体作用的机械去除速率(MRR_M),两者的差值即为金刚石磨粒作用的机械去除速率(MRR_M))(图 2)。

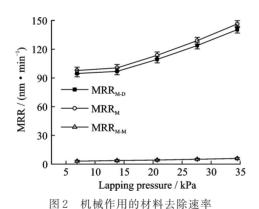


Fig.2 Material removal rate of mechanical action

随着研磨压力的增加,材料去除速率也相应增大,但是基体作用的机械去除速率(MRR_{M-M})相对较小,其数值范围仅为3 nm/min至6 nm/min。基体材料与蓝宝石工件接触,在压力作用下会产生一定的切向摩擦力,其数值随着压力的增加而加大,工件表面凸起的部分由于受到切向摩擦力作用会产生材料的塑性流动直至去除。但由于两者的弹性模量相差悬殊,在压力作用下的树脂基体更易产生弹性变形,影响接触表面切向摩擦力的大小和方向,导致基体作用的材料去除速率偏小。

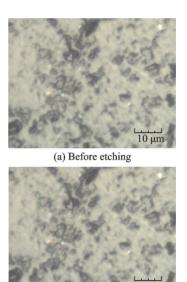
金刚石磨粒在压力作用下,切入工件表层,造成前道工序残留的裂纹扩展,产生崩碎,直至材料去除;且随着研磨压力的增加,切入工件表层的磨粒数与磨粒切入的深度也会相应加大,材料去除速

率会显著提高。

3.2 化学作用的材料去除

在常温下,把蓝宝石工件分别放入去离子水和含有重量百分数为4%的乙二醇溶液中,并不断搅拌溶液,确保溶液流动并与工件充分接触3h。实验后测得去离子水作用前后工件的质量无变化,而含有乙二醇的研磨液作用之后的去除速率仅为0.1 nm/min。进一步说明,去离子水对蓝宝石表面的腐蚀作用非常微弱,几乎没有化学腐蚀作用,即使含有乙二醇的研磨液对蓝宝石表面的纯化学腐蚀率也仅为亚纳米级,这一结论与前人的研究结果基本一致[7.9.14]。

仔细观察含有乙二醇的研磨液腐蚀前后的蓝宝石表面形貌(图3),发现两者之间几乎没有差别,表面未发现明显的腐蚀痕迹^[14]。这是由于蓝宝石(a-Al₂O₃)中的Al元素和O元素的化合态已达到饱和,均处于最高价,原子间的键能较高,在常温下不易破坏,化学性能相对稳定,故研磨液对工件表层的化学腐蚀作用不明显,化学作用的材料去除速率非常微小。



(b) After etching

图 3 工件经研磨液腐蚀前后的表面形貌 Fig.3 Surface morphology before and after etching

3.3 机械化学耦合作用的材料去除

在质量百分数为4%的乙二醇研磨液作用下,分别用含有金刚石磨粒和纯树脂基体的研磨垫,通过调整研磨压力加工蓝宝石工件。根据材料去除模型可知,机械化学耦合作用的材料去除速率为总的材料去除速率减去机械作用和化学作用的材料去除速率。

观察图 4 发现,在其他加工参数相同的条件下,加入研磨液之后,工件的材料去除速率有了显

%

著提高。考虑到纯化学作用对蓝宝石的腐蚀去除较弱,故机械化学耦合作用对材料去除速率的提高具有较大的促进作用。进一步分析可知,采用含有金刚石磨粒的研磨垫加工蓝宝石工件,机械化学耦合作用的去除速率约占总去除速率的1/3;而采用仅为树脂基体的研磨垫加工时,耦合作用的去除速率约为总去除速率的1/2。究其原因,是因为在研磨液的化学腐蚀作用下,蓝宝石表层生成了一定厚度的变质层^[14],硬度变小,磨粒更容易切入,实现材料的去除,压力越大,效果越明显。同时,不断扩展的新鲜裂纹,也更有利于研磨液的渗入,促进表层的化学腐蚀。而当仅有较软的树脂基体与工件接触时,其切向摩擦力对工件表面变质层的去除效果更明显。

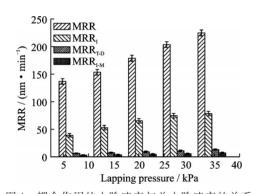


图 4 耦合作用的去除速率与总去除速率的关系 Fig.4 Relationship between removal rate of coupling and total removal rate

对机械化学耦合作用的材料去除速率进行分解(图5)可知,当研磨压力增幅不变时,耦合作用所导致的材料去除率增幅却在逐步变小,可能是由于工件表层与研磨液接触发生化学反应,生成表面变质层的过程中消耗了部分能量,减缓了加工中的机械作用所致。同时,对比发现金刚石磨粒在耦合作用的去除中仍然占有明显的优势,故在固结磨料垫中应着重改善金刚石磨粒的固着状态,以利于材料去除速率的提高。

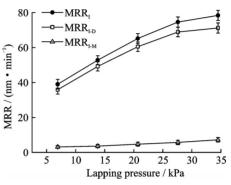


图 5 机械化学耦合作用的材料去除速率

Fig.5 Material removal rate of mechanochemical coupling

3.4 综合作用的材料去除

为了更好地探讨固结磨料研磨蓝宝石的材料 去除机理,把分解后各因素对材料去除速率的影响 与总材料去除速率的比值定义为贡献率。各分解 因素的贡献率如表2所示。

表 2 各分解因素对材料去除率的贡献率

Table 2 Contribution of each factor to material removal rate

分解因素	研磨压力/kPa					₩ ₩
	6.9	13.8	20.7	27.6	34.5	平均
MRR	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
$MRR_{\text{\tiny{M-D}}}$	69.15	63.10	61.10	60.81	62.46	63.32
$MRR_{\text{M-M}}$	2.27	2.41	2.40	2.50	2.62	2.44
MRR_{c}	0.07	0.07	0.05	0.05	0.05	0.06
$MRR_{\text{\tiny I-D}}$	26.24	32.07	33.82	33.84	31.67	31.53
$MRR_{\scriptscriptstyle I\text{-}M}$	2.27	2.35	2.63	2.80	3.20	2.65

由表中数据可知,随着研磨压力的增加,金刚石磨粒的机械作用对材料去除的贡献率逐渐降低。当压力进一步增加到34.5 kPa时,其贡献率反而有所提升。在机械化学耦合作用方面,金刚石磨粒与研磨液耦合作用对材料去除的贡献率是先增大后减小。无论是机械作用还是耦合作用,树脂基体对材料去除的贡献率都在逐步提高。而化学腐蚀作用对材料去除的贡献率较小,且基本保持不变。当研磨压力较小时,金刚石磨粒切入工件表层的深度相对较小,研磨液与工件表层的有效接触面

积小,生成的化学变质层厚度也小,材料去除以金刚石磨粒的机械作用为主。随着研磨压力的逐步增加,磨粒切入造成的工件表层裂纹加剧,有利于表面变质层厚度的生成,耦合作用加剧。当压力增加到一定程度后,工件表层与研磨液的化学反应达到平衡,表面变质层的生成速率基本恒定,研磨压力再增加,必然促使机械作用的贡献率提高。

而树脂基体在研磨压力的作用下,其与工件表层的实际接触面积和有效切向摩擦不断增加,必然导致其对材料去除的贡献率增大。

在材料去除速率的分解的平均数值中,可以看出机械作用的贡献率达到65.76%,在材料去除中处于主导地位。耦合作用的贡献率为34.18%,其对材料的去除影响不容忽视。而化学作用去除的贡献率仅为0.06%,故基本可以忽略。金刚石磨粒参与的材料去除贡献率高达94.85%,说明材料的去除主要依靠磨粒对工件表层的微切削。而基体材料与工件表层的摩擦作用,虽然可以实现材料的去除,但因其受力易变形,故对材料去除的影响有限,其贡献率基本保持在5%左右。

4 结 论

- (1)采用固结磨料研磨蓝宝石单晶时,工件的 材料去除速率可分解为机械去除、化学去除及机械 化学耦合去除三部分。其中机械去除可分解为磨 粒去除和基体去除;耦合去除可分解为磨粒与研磨 液耦合以及基体与研磨液耦合。
- (2) 研磨垫中用于固结磨粒的树脂基体与工件表层接触,在机械切向摩擦力和研磨液的化学耦合共同作用下,其对材料去除速率的贡献率约为5%。
- (3)常温下,研磨液对蓝宝石的化学腐蚀去除 微弱,但其与工件表面反应生成较易去除的变质 层。在机械化学耦合作用下,材料去除效果明显, 对材料去除速率的贡献率高达34.18%。
- (4)金刚石磨粒对材料去除速率的贡献率约为 95%,说明材料的去除主要依靠磨粒对蓝宝石表层 的划擦和切入,故应不断改善固结垫中金刚石磨粒 的出露状态,以提高材料去除速率。

参考文献:

- [1] DOBROVINSKAYA E R, LYTVYNOV L A, PISHCHIK V. Sapphire: Material, manufacturing, applications[M]. New York: Springer Verlag, 2009.
- [2] AKSELROD M S, BRUNI F J. Modern trends in crystal growth and new applications of sapphire [J]. Journal of Crystal Growth, 2012, 360: 134-145.
- [3] GHAZANFARI A, LI W, LEU M C, et al. Advanced ceramic components with embedded sapphire optical fiber sensors for high temperature applications [J]. Materials & Design, 2016, 112: 197-206.
- [4] BUIJS M, KORPELVAN H K. Three-body abrasion of brittle materials as studied by lapping [J]. Wear, 1993, 166(2): 237-245.
- [5] DEGROOTE JE, MARINO AE, WILSON JP, et

- al. Removal rate model for magnetorheological finishing of glass[J]. Applied Optics, 2007, 46(32): 7927-7941.
- [6] LINZC, HUANGWS, TSAIJS. A study of material removal amount of sapphire wafer in application of chemical mechanical polishing with different polishing pads[J]. Journal of Mechanical Science and Technology, 2012, 26(8): 2353-2364.
- [7] ZHU H, TESSAROTO L A, SABIA R, et al. Chemical mechanical polishing (CMP) anisotropy in sapphire[J]. Applied Surface Science, 2004, 236(1): 120-130.
- [8] AIDA H, DOI T, TAKEDA H, et al. Ultraprecision CMP for sapphire, GaN, and SiC for advanced opto-electronics materials [J]. Current Applied Physics, 2012, 12: S41-S46.
- [9] ZHU H, NIESZ D E, GREENHUT V A, et al. The effect of abrasive hardness on the chemical-assisted polishing of (0001) plane sapphire[J]. Journal of Materials Research, 2005, 20(2): 504-520.
- [10] LUO Q, LU J, XU X, et al. Removal mechanism of sapphire substrates (0 0 0 1, 1 1 $\overline{2}$ 0 and 1 0 $\overline{1}$ 0) in mechanical planarization machining [J]. Ceramics International, 2017, 43(18): 16178-16184.
- [11] 王建彬,朱永伟,王加顺,等.研磨方式对单晶蓝宝石亚表面损伤层深度的影响[J].人工晶体学报,2014,43(5):1099-1104.
 - WANG Jianbin, ZHU Yongwei, WANG Jiashun, et al. Effect of lapping methods on subsurface damage depth of single crystal sapphire[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2014, 43(5): 1099-1104.
- [12] KIM H M, MANIVANNAN R, MOON D J, et al. Evaluation of double sided lapping using a fixed abrasive pad for sapphire substrates[J]. Wear, 2013, 302 (1): 1340-1344.
- [13] 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 Jianbin, ZHU Yongwei, XIE Chunxiang, et al. Role of slurry in lapping single crystal sapphire with fixed abrasive pad[J]. Optics and Precision Engineering, 2014, 22(11): 3004-3011.
- [14] 王建彬,朱永伟,居志兰,等.乙二醇对固结磨料研磨蓝宝石晶圆的影响[J].华南理工大学学报(自然科学版),2014,42(11):25-30.
 - WANG Jianbin, ZHU Yongwei, JU Zhilan, et al. Effect of ethylene glycol on lapping of sapphire wafer by fixed abrasive pad[J]. Journal of South China Univer-

sity of Technology, 2014, 42(11): 25-30.

- [15] LUO J. Integrated modeling of chemical mechanical planarization/polishing (CMP) for integrated circuit fabrication: From particle scale to die and wafer scales [D]. Berkeley: University of California, 2003.
- [16] ZHU N N, ZHU Y W, XU J, et al. Modeling and validation of indentation depth of abrasive grain into lithium niobate wafer by fixed-abrasive [J]. Transactions of Nanjing University of Aeronautics and Astro-

nautics, 2017, 34(1): 97-104.

[17] 吕程昶, 孙玉利, 王勇, 等. 双转盘偏心槽球体研磨 均匀性定量评价方法[J]. 南京航空航天大学学报, 2016,48(6): 864-869.

LVY Chengchang, SUN Yuli, WANG Yong, et al. Quantitative evaluation meth of ball lapping uniformity using eccentric lapping method with two rotatable lapping plates [J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2016, 48(6): 864-869.

(编辑: 胥橙庭)

撤稿声明

《南京航空航天大学学报》于 2019 年第 51 卷第 6 期刊登的"民用机场水泥道面维修计划的决策树模型"(作者:凌建明,方意心,张家科,唐龙;DOI:10.16356/j.1005-2615.2019.06.013;页码:828-834)一文,应作者要求,予以撤稿处理。

该文作者所在团队由于沟通不畅,在此文发表后发现本文与该团队其他成员已发表论文重复使用了同一项目的基础数据及研究成果,虽两篇文章查重均未显示异常,但为避免内容重复,经作者所在团队讨论后决定撤稿,并向《南京航空航天大学学报》编辑部提出撤稿申请。

《南京航空航天大学学报》本着尊重科学原创、尊重作者的原则,予以撤稿处理,特此声明!

《南京航空航天大学学报》编辑部

2020年3月17日