

表面质量控制及检测

## 侧面逐层抛光腐蚀法研究亚表面损伤

李军, 王健杰, 郭太煜, 朱永伟, 左敦稳

(南京航空航天大学 机电学院, 南京 210016)

**摘要:** **目的** 直接测量加工后工件的亚表面损伤, 观察亚表面裂纹整体形貌与扩展情况, 探究不同载荷下工件的亚表面损伤形貌及损伤深度, 指导加工工艺设计, 减小加工后工件的亚表面损伤。**方法** 通过静态压痕实验在石英玻璃表面产生压痕, 采用侧面逐层抛光腐蚀法研究压痕载荷对工件亚表面裂纹的影响及裂纹在工件亚表面的扩展情况, 通过回归分析法研究压痕载荷与亚表面裂纹深度之间的关系。**结果** 载荷小于0.098 N时, 工件上压痕为规则菱形, 工件表面发生塑性变形, 亚表面不产生裂纹; 载荷大于0.245 N时, 工件表面出现白色发亮的隆起, 亚表面开始产生裂纹, 且随载荷的增加, 裂纹深度逐渐增大, 裂纹形貌从“八”字型径向裂纹为主逐渐变成中位裂纹和多条径向裂纹并存的“爪”状形貌。**结论** 压痕载荷与亚表面裂纹深度呈幂函数相关, 当压痕载荷较小时, 工件存在一定的塑性加工域; 当载荷大于一定值时, 工件亚表面开始产生裂纹, 载荷越大, 压痕表面越易产生隆起、崩碎、剥落等现象, 同时产生的亚表面裂纹深度也越深。

**关键词:** 侧面逐层抛光腐蚀法; 亚表面损伤; 裂纹; 静态载荷; 回归分析

**中图分类号:** TQ171.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2019)08-0309-07

**DOI:** 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2019.08.041

## Subsurface Damage Studied by Side Layer-by-Layer Polishing and Etching Method

LI Jun, WANG Jian-jie, GUO Tai-yu, ZHU Yong-wei, ZUO Dun-wen

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

**ABSTRACT:** The work aims to directly measure the subsurface damage of the workpiece after machining, observe the whole morphology and expansion of subsurface crack and explore the morphology and depth of the workpiece subsurface damage under different loads, so as to guide the design of the machining process and reduce the subsurface damage of the workpiece after machining. Static indentation test was used to generate indentation on quartz glass surface. Side layer-by-layer polishing and etching method was adopted to investigate the effect of load on subsurface cracks of the workpiece and the crack extension on the subsurface. The relationship between the indentation load and subsurface crack depth was studied through the regression analysis method. When the load was less than 0.098 N, the indentation on the workpiece was in a regular diamond shape. There was plastic deformation on the surface, but no crack on the subsurface. When the load was greater than 0.245 N, there was a noticeable bulge on the surface of the workpiece. The subsurface cracks appeared and the crack depth increased as the load

收稿日期: 2018-10-23; 修订日期: 2018-12-29

**Received:** 2018-10-23; **Revised:** 2018-12-29

**基金项目:** 国家自然科学基金 (51675276); 江苏省自然科学基金 (BK20181294); 大连理工大学精密与特种加工教育部重点实验室研究基金 (JMTZ201801)

**Fund:** Supported by National Natural Science Foundation of China (51675276), Natural Science Foundation of Jiangsu Province (BK20181294) and Research Fund of Key Laboratory of Precision & Special Processing Ministry of Education, Dalian University of Technology (JMTZ201801)

**作者简介:** 李军 (1979—), 男, 博士, 副教授, 主要研究方向为精密超精密加工、固结磨料研磨抛光。邮箱: junli@nuaa.edu.cn

**Biography:** LI Jun (1979—), Male, Doctor, Associate professor, Research focus: precision and ultra-precision machining, fixed abrasive lapping and polishing. E-mail: junli@nuaa.edu.cn

increased, and the crack morphology gradually changed from “splayed” radial cracks to median cracks and plurality of radial cracks. The indentation load is related to the depth of subsurface cracks as a power function. When the load is small, there is a certain plastic processing domain for the workpiece. When the load is greater than a certain value, the crack begins to gradually appear on the subsurface of the workpiece. The bigger the load is, the more likely the surface would be bulged, collapsed, peeled off, etc. The subsurface crack is also deeper.

**KEY WORDS:** side layer-by-layer polishing and etching; subsurface damage; crack; static load; regression analysis

加工过程中,工件极易产生亚表面损伤。亚表面损伤除了降低各类光学元件的工作稳定性和镀膜质量外,还直接影响其使用寿命、成像质量及激光损伤阈值等使用性能,因此要求加工后工件低或无亚表面损伤<sup>[1-2]</sup>。准确获得工件亚表面损伤厚度及形貌,有利于全面评价加工质量及分析亚表面损伤的来源,进而更好地指导工艺优化<sup>[3-4]</sup>。同时也有利于预知下一工序的材料去除量,提高加工效率<sup>[5-6]</sup>。

目前,直接观察亚表面裂纹的方法包括截面显微法、角度抛光法、化学蚀刻法等。Wang 等<sup>[2]</sup>通过界面显微法研究了光学玻璃加工过程中切削力与亚表面损伤深度的相关性,发现亚表面损伤深度与实测切削力的指数成正比。张银霞等<sup>[7]</sup>通过截面显微法研究了固结磨料研磨 SiC 晶片过程中工件亚表面损伤的微裂纹构型,发现亚表面微裂纹构型有垂线状、斜线状、钩状、叉状、树枝状、人字状以及横线状。王健等<sup>[8]</sup>分别通过截面显微法和角度抛光法研究了砂轮磨削反应烧结碳化硅的亚表面损伤,发现截面显微法反映亚表面损伤的形态和分布特征更直观,角度抛光法测量亚表面损伤深度更精确。朱永伟等<sup>[9-10]</sup>通过角度抛光法研究了固结磨料研磨镁铝尖晶石、铈酸锂等的亚表面损伤层深度,分析了研磨工艺参数对工件亚表面损伤层深度的影响。徐晓明等<sup>[11]</sup>采用双片式角度抛光法研究了蓝宝石衬底研磨后的亚表面损伤层深度,并通过对工件抛光斜面加工轮廓进行测量,消除因角度取值不准确带来的方法误差,提高了测量精度。吕东喜等<sup>[12]</sup>通过磁流变角度抛光法检测了不同磨削工艺下工件亚表面损伤深度,建立并验证了工件表面粗糙度与亚表面损伤深度的理论关系模型。戴子华等<sup>[13]</sup>通过 HF 截面腐蚀法研究了 K9 玻璃的亚表面裂纹深度,探索了裂纹深度与载荷和压头压入深度之间的关系。王洪祥等<sup>[14-15]</sup>采用 HF 酸蚀刻法、角度抛光法和磁流变斜面抛光法对熔石英的亚表面损伤进行了检测和分析,发现 HF 酸蚀刻法得到的亚表面损伤深度比角度抛光法和磁流变斜面抛光法的结果大一些,蚀刻速率随着时间的增加呈现递减的趋势。

以上方法大多是观察亚表面裂纹的最大深度及形貌,很少有通过观察裂纹的整体形貌来评价材料的加工特性。文中采用侧面逐层抛光腐蚀法观察裂纹的整体形貌和扩展情况,研究载荷对亚表面裂纹深度和形貌的影响。

## 1 实验

### 1.1 压痕实验

实验采用尺寸为 5 mm×10 mm×20 mm 的石英玻璃,如图 1 所示。在对石英玻璃 A 面进行压痕实验前,采用 5 μm 的氧化铈磨料和聚氨酯垫进行化学机械抛光,获得石英玻璃 A 面的表面粗糙度  $R_a$  值在纳米级即可。

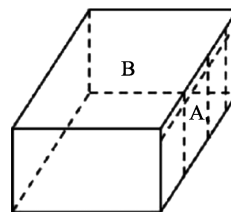


图 1 石英玻璃样品

Fig.1 Sample of quartz glass

采用 HXS-1000AK 型压痕仪在石英玻璃的 A 面印出多处压痕,压头类型为金刚石维氏压头,压痕实验的具体参数见表 1。为便于观察及对比不同载荷下压痕产生的亚表面裂纹的深度及扩展情况,尽量保证压痕的中心在同一条直线上,并与压痕所在面的某一边保持平行。使用光学显微镜观察压痕的表面形貌及其分布,如图 2 所示。

表 1 压痕实验参数

Tab.1 Parameters of indentation experiment

Parameters	Value
Load/N	0.098, 0.245, 0.490, 0.981, 1.961, 2.942, 4.903, 9.807
Load time/s	10
Hold time/s	20
Unloading time/s	10

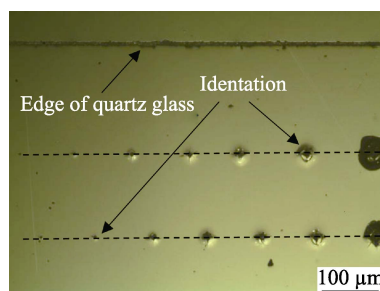


图 2 压痕表面形貌及分布

Fig.2 Surface morphology and distribution of indentation

## 1.2 侧面逐层抛光腐蚀法

如图 3 所示,防止化学机械抛光石英玻璃 B 面时的塌边,选择一块与试件同样尺寸的石英玻璃作为抛光陪件。将试件的压痕面(即 A 面)与陪件的 A 面用石蜡粘贴在一起,形成一个尺寸为 20 mm×20 mm×5 mm 的工件。

首先在 Nano-100 精密环抛机上对工件的 20 mm×20 mm 面进行固结磨料研磨加工,直至压痕亚表面损

伤即将出现。然后按照一定的时间间隔对工件进行化学机械抛光,并使用 HF 酸蚀刻液( $V(\text{HF}):V(\text{NH}_4\text{F})=1:20$ )腐蚀工件表面,每次腐蚀后采用 XJX-200 金相显微镜观察工件的表面形貌。当显微镜下观测到压痕亚表面裂纹出现时,记录此时工件的亚表面损伤形貌及尺寸信息。之后采用设定时间抛光工件,并记录每一次的抛光厚度及抛光后工件的亚表面损伤形貌信息,重复抛光-腐蚀-观察,直至压痕亚表面损伤完全消失。

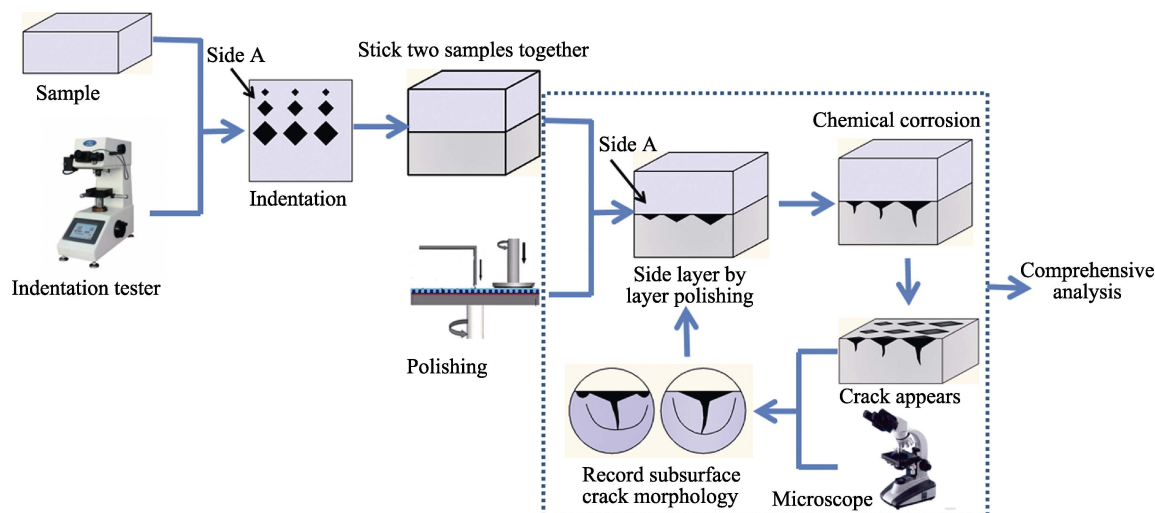


图 3 侧面逐层抛光腐蚀法

Fig.3 Side layer-by-layer polishing and etching method

使用赛多利斯 BS224S 精密天平(0.1 mg)测量工件每次抛光前后的质量。每次抛光所去除的工件厚度  $\Delta h$  由式(1)可得:

$$\Delta h = \frac{(m_0 - m) \times h_0}{m_0} \times 10^3 \quad (1)$$

式中:  $m_0$  和  $m$  分别为抛光前后工件的质量, g;  $h_0$  为抛光前工件的厚度, mm。

## 2 结果与讨论

### 2.1 表面压痕及亚表面裂纹形貌

不同载荷下,石英玻璃表面压痕形貌及亚表面最大裂纹形貌分别如图 4 和图 5 所示。由图 4a、b 和图 5a、b 可以看出,当载荷为 0.098、0.245 N 时,压痕

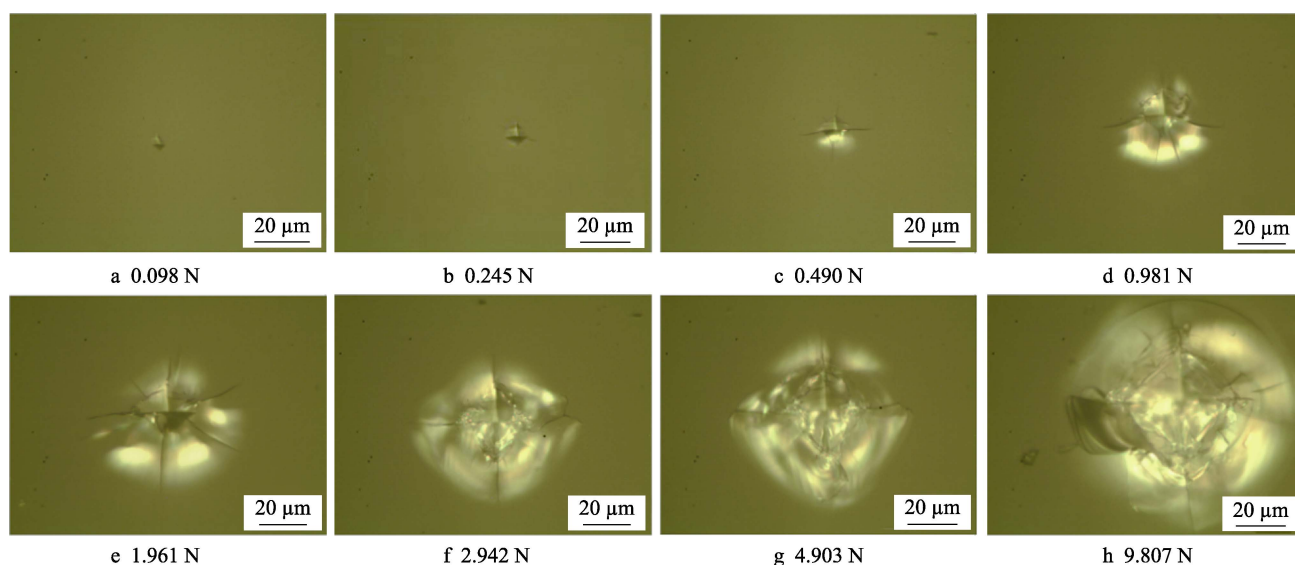


图 4 不同载荷下压痕表面形貌

Fig.4 Surface morphology of indentation under different loads

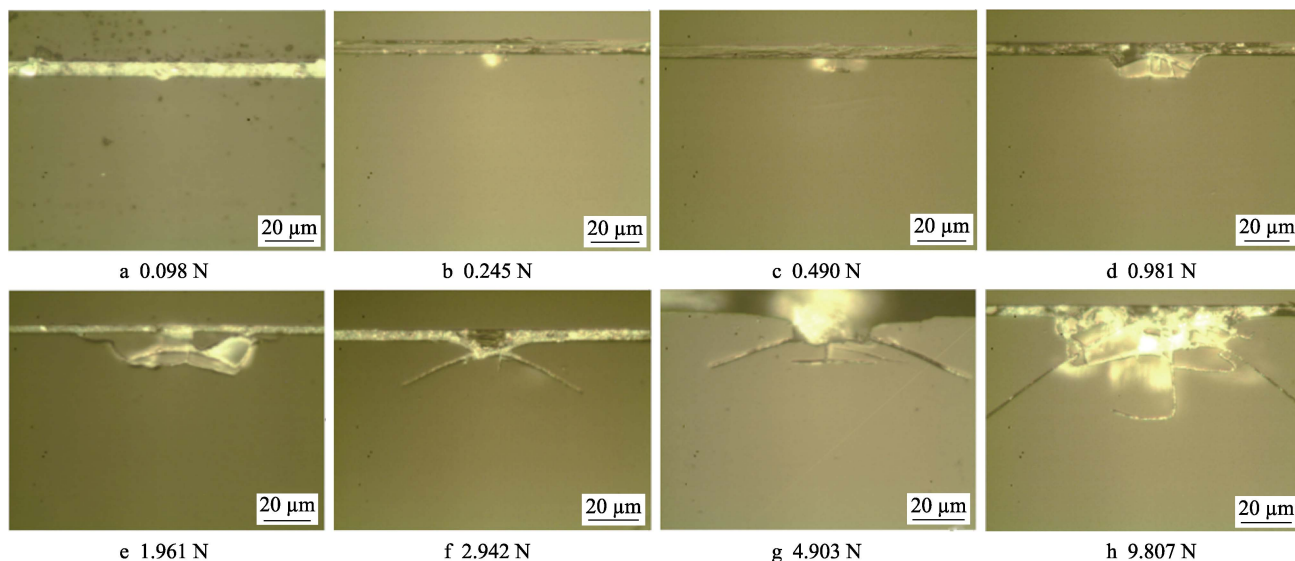


图 5 不同载荷下压痕最大亚表面裂纹扩展形貌

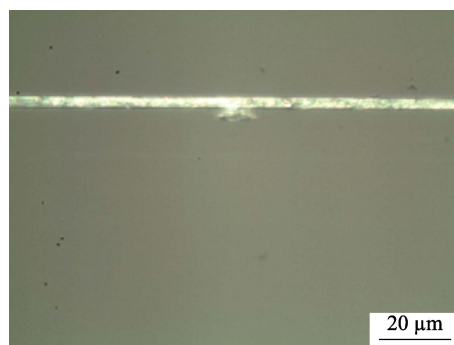
Fig.5 Maximum subsurface crack morphology of indentation under different loads

表面形貌为规则的菱形凹坑,且两种载荷下工件的亚表面形貌类似,只是尺寸不同,均没有出现裂纹或崩碎,说明此时工件为塑性变形。由图 4c 和图 5c 可以看出,从 0.490 N 开始,工件表面压痕出现细小的裂纹,同时亚表面出现径向裂纹,即材料在载荷作用下发生脆性断裂。说明此时压头提供的能量已经超过材料塑性滑移所需要的能量,超出的能量使材料内部发生位错滑移,此时工件亚表面开始出现裂纹。裂纹形貌为“八”字型径向裂纹,且径向裂纹下方存在横向裂纹,在与石英玻璃表面平行的方向上扩展。根据上述分析可知,在压头作用下,石英玻璃发生脆塑性转变的临界载荷在 0.245~0.490 N 之间。由图 4c—h 和图 5e—h 的可以看出,当载荷大于 1.961 N 时,工件表面压痕出现崩碎、剥落、周边隆起等现象。这是由于加载压力过高,压头挤压晶体表面力过大所致。此时工件亚表面产生中位裂纹和多条径向裂纹,中位裂纹形成于塑性变形区下方,垂直于工件表面向材料内部扩展,径向裂纹倾斜于工件表面向内扩展,使裂纹呈现出“爪”状形貌。

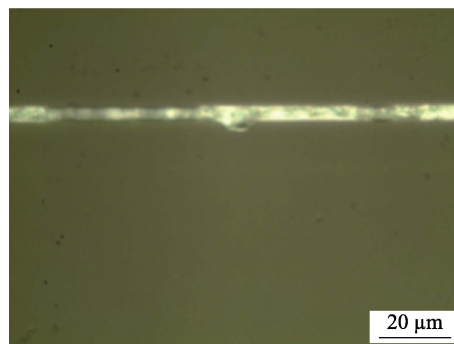
石英玻璃具有完整的硅-氧骨架结构,硅-氧键连接比较稳定。同时,硅-氧骨架结构中存在大量的间隙。当压头施加的载荷小于 0.098 N 时,压头所产生的应力主要用于使工件材料发生致密化过程,即塑性变形,而非裂纹的产生和扩展。当载荷为 0.490~0.981 N 时,压痕边界附近产生应力集中,形成剪切应力,此时剪切应力超过硅-氧键的极限,硅-氧键发生断裂,在工件内部形成裂纹。裂纹的扩展方向具有随机性,且裂纹的扩展范围随载荷的增大而增大。当载荷达到 1.961 N 时,压头对石英玻璃主要起压缩作用,主应力变为压缩应力,石英玻璃内部出现中位裂纹及若干横向裂纹。随着载荷大于 4.903 N 时,晶体内部会出现明显的应力扩散过程,加速亚表面裂纹的扩展。

## 2.2 亚表面裂纹的扩展

在 0.490、1.961、9.807 N 三种不同载荷下,随抛光厚度的增加,亚表面裂纹刚刚显露出来时和裂纹即将消失时的显微图像分别如图 6—8 所示。三种不同载荷下,亚表面裂纹扩展深度随抛光厚度的变化曲线如图 9 所示。由图 5c、e、h 和图 6—8 可以看出,亚表面裂纹是在材料亚表面受应力集中作用的区域



a 裂纹出现阶段



b 裂纹消失阶段

图 6 0.490 N 载荷亚表面裂纹形貌

Fig.6 Subsurface crack morphology under 0.490 N load:

a) Crack appearing; b) Crack disappearing

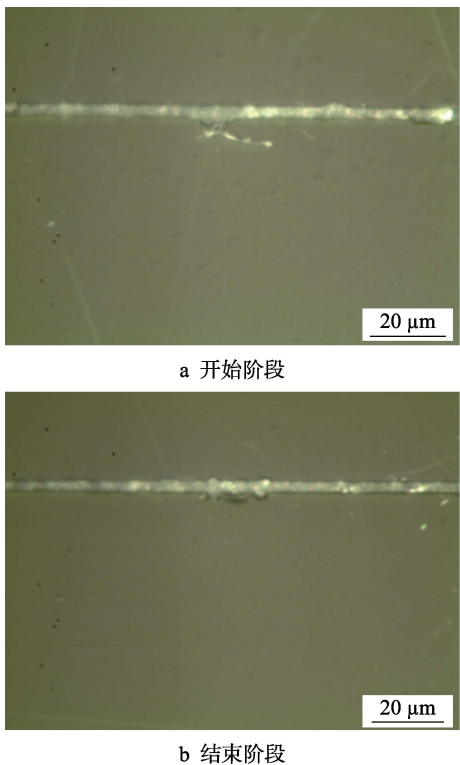


图 7 1.961 N 载荷亚表面裂纹形貌  
Fig.7 Subsurface crack morphology under 1.961 N load:  
a) Crack appearing; b) Crack disappearing

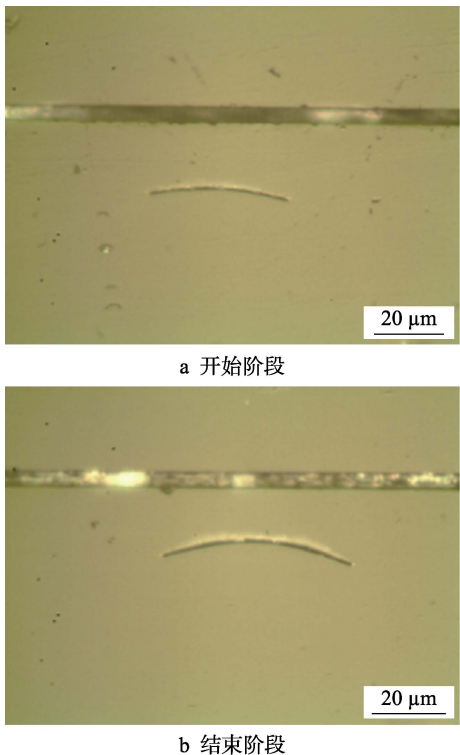


图 8 9.807 N 载荷亚表面裂纹形貌  
Fig.8 Subsurface crack morphology under 9.807 N load:  
a) crack appearing; b) crack disappearing

内产生和扩展的，且同一载荷下，随抛光厚度的不断增加，压痕产生的亚表面裂纹的扩展深度是逐渐变化的。由图 6—8 可以看出，在远离压痕中心处，亚表

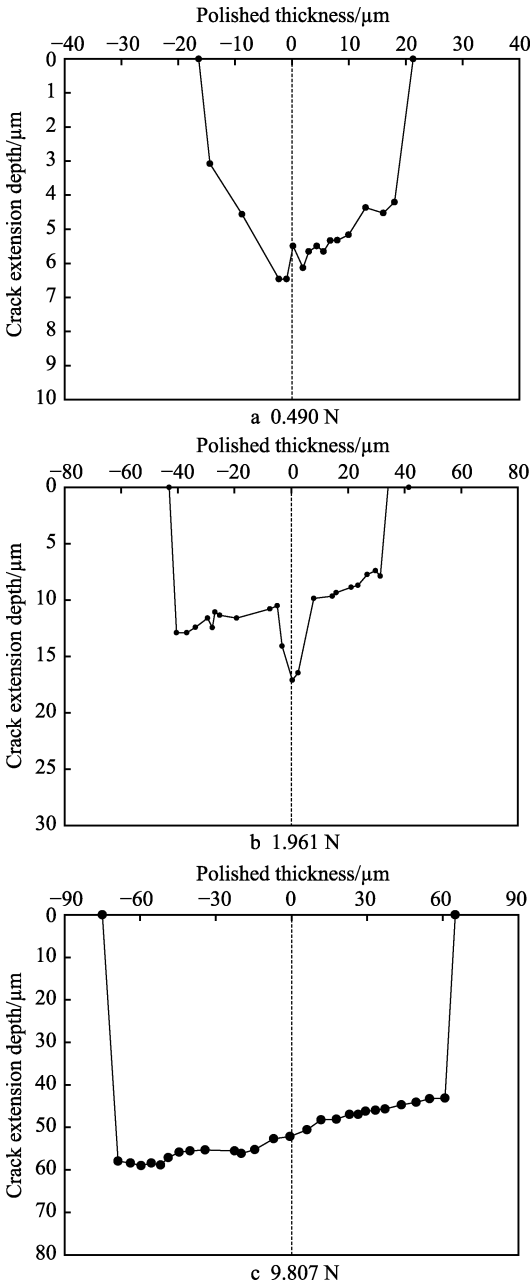


图 9 不同载荷压痕裂纹深度变化曲线  
Fig.9 Variation curve of crack depth under different loads

面裂纹是“拱桥”状的横向裂纹。由图 9 可以看出，当静态载荷小于 1.961 N 时，随抛光厚度的增加，亚表面裂纹扩展深度呈先增大后减小的趋势，且在压痕中心附近存在裂纹最深区域。当载荷为 9.807 N 时，亚表面裂纹扩展深度随抛光厚度的变化较小，且没有明显的裂纹最深区域。在维氏压头静态载荷作用下，石英玻璃产生的裂纹为 Hertz 锥形裂纹。当载荷较小时，压头尖端下方的压痕中心区域应力最集中，产生的亚表面裂纹扩展深度也最深，远离中心区域的裂纹深度较浅。当载荷较大时，亚表面裂纹扩展错综复杂，远离压痕尖端下方的压痕中心区域，横向裂纹扩展深度较大，而在压痕中心区域，中位裂纹扩展深度较大。因此，整体裂纹深度都较深。

## 2.3 载荷与亚表面裂纹深度回归分析

压头压入深度及亚表面裂纹深度值随载荷的变化曲线如图 10 所示。可以看出,随着载荷的增加,压头压入深度和亚表面裂纹深度都逐渐增加,且亚表面裂纹深度的增加速度更快。

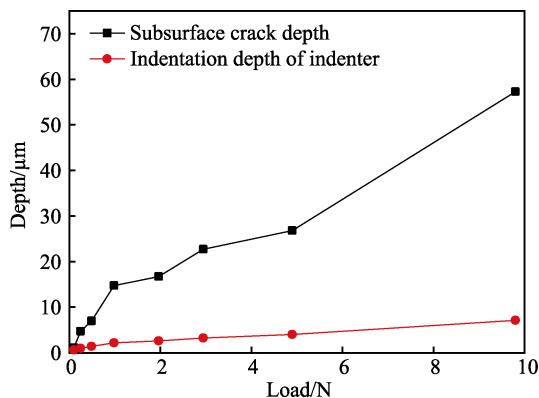


图 10 压头压入深度及亚表面裂纹深度随载荷的变化曲线

Fig.10 Variation curve of indenter penetration depth and subsurface crack depth along with different loads

根据 David 指出的经验公式<sup>[16]</sup>,对于正四棱锥形压头,正压力  $P$  与中位裂纹长度  $C$  的  $3/2$  次幂成正比,即:

$$P \propto C^{3/2} \quad (2)$$

根据式 (2), 设  $P=kL^n$ , 令  $\ln P=y$ ,  $\ln k=t$ ,  $\ln L=x$ , 其中  $L$  为亚表面裂纹深度, 可以得出式 (3)。

$$y = nx + t \quad (3)$$

根据实验测量的结果, 得出  $y$  与  $x$  的拟合曲线如图 11 所示, 且  $y$  与  $x$  之间的关系式为:

$$y = 1.525x - 3.842 \quad (4)$$

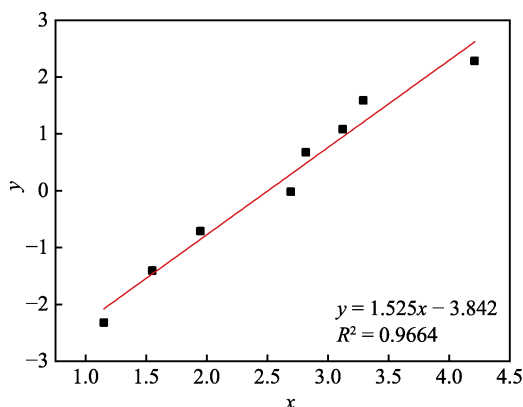


图 11  $y$  与  $x$  的线性拟合结果

Fig.11 Linear fit of  $x$  and  $y$

对比式 (3) 可得,  $n=1.525$ ,  $t=-3.842$ 。对  $y$  与  $x$  的相关系数进行分析, 得出  $R^2=0.966$ 。相关系数  $R^2$  越接近 1, 表示回归方程式的参考价值越高。由此可

以看出,  $\ln P$  与  $\ln L$  高度相关。

结合式 (2) — (4) 可以得出, 压痕载荷  $P$  与亚表面裂纹深度  $L$  之间的关系式为:

$$P=0.0215L^{1.525} \quad (5)$$

由式 (5) 可知, 对于石英玻璃, 静态载荷与裂纹扩展深度的 1.525 次方成正比。与 David 所建模型接近, 体现了回归分析的可靠性。

## 3 结论

1) 当载荷小于 0.098 N 时, 工件亚表面不产生裂纹, 为塑性变形; 当载荷大于 0.245 N 时, 工件亚表面开始产生裂纹, 且随载荷的增加, 裂纹深度逐渐增大, 裂纹形貌从“八”字型径向裂纹为主逐渐变成中位裂纹和多条径向裂纹并存的“爪”状形貌。

2) 当载荷小于 1.961 N 时, 随抛光厚度的增加, 亚表面裂纹深度先增大后减小, 在压痕中心附近存在裂纹最深区域; 当载荷为 9.807 N 时, 亚表面裂纹深度随抛光厚度的变化较小, 且没有明显的裂纹最深区域。

3) 回归分析实验数据, 发现压痕载荷与亚表面裂纹深度之间呈幂指数函数相关。

## 参考文献:

- [1] 戴子华, 朱永伟, 王建彬, 等. K9 玻璃亚表面损伤的分步腐蚀法测量[J]. 光学精密工程, 2013, 21(2): 287-293. DAI Zi-hua, ZHU Yong-wei, WANG Jian-bin, et al. Measurement of sub-surface damage of K9 glass by step-by-step etching method[J]. Optics and precision engineering, 2013, 21(2): 287-293.
- [2] WANG Jian-jian, ZHANG Cheng-long, FENG Ping-fa, et al. A model for prediction of subsurface damage in rotary ultrasonic face milling of optical K9 glass[J]. International journal of advanced manufacturing technology, 2016, 83(1-4): 347-355.
- [3] 王卓, 吴宇列, 戴一帆, 等. 光学材料抛光亚表面损伤检测及材料去除机理[J]. 国防科技大学学报, 2009, 31(2): 107-111. WANG Zhuo, WU Yu-lie, DAI Yi-fan, et al. Detection of subsurface damage and material removal mechanism in optical polishing process[J]. Journal of National University of Defense Technology, 2009, 31(2): 107-111.
- [4] HUO Feng-wei, GUO Dong-ming, KANG Ren-ke, et al. Nanogrinding of SiC wafers with high flatness and low subsurface damage[J]. Transactions of nonferrous metals society of China, 2012, 22(12): 3027-3033.
- [5] ZHANG Wei, ZHU Jian-qiang. Subsurface damage of Nd-doped phosphate glasses in optical fabrication[J].

- Optik-international journal for light and electron optics, 2008, 119(15): 738-741.
- [6] 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 Jian-bin, ZHU Yong-wei, WANG Jia-shun, et al. Effect of lapping methods on subsurface damage depth of single crystal sapphire[J]. Journal of synthetic crystals, 2014, 43(5): 1099-1104.
- [7] 张银霞, 杨乐乐, 邵伟, 等. 固结磨料研磨 SiC 晶片亚表面损伤截面显微检测技术[J]. 人工晶体学报, 2013, 42(5): 906-910.  
ZHANG Yin-xia, YANG Le-le, GAO Wei, et al. Cross-sectional microscopy detection technology for subsurface damage of fixed abrasive lapped SiC wafers[J]. Journal of synthetic crystals, 2013, 42(5): 906-910.
- [8] 王健, 郑非非, 董志刚, 等. 碳化硅磨削亚表面损伤检测方法[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2015, 35(4): 60-65.  
WANG Jian, ZHENG Fei-fei, DONG Zhi-gang, et al. Detection method of subsurface damage of silicon carbide after grinding[J]. Diamond & abrasives engineering, 2015, 35(4): 60-65.
- [9] 朱永伟, 李新路, 王占奎, 等. 光学硬脆材料固结磨料研磨中的亚表面损伤预测[J]. 光学精密工程, 2017, 25(2): 367-374.  
ZHU Yong-wei, LI Xin-lu, WANG Zhan-kui, et al. Sub-surface damage prediction for optical hard-brittle material in fixed abrasive lapping[J]. Optics and precision engineering, 2017, 25(2): 367-374.
- [10] 朱楠楠, 朱永伟, 李军, 等. 铌酸锂晶体的研磨亚表面损伤深度[J]. 光学精密工程, 2015, 23(12): 3387-3394.  
ZHU Nan-nan, ZHU Yong-wei, LI Jun, et al. Subsurface damage depth of lithium niobate crystal in lapping[J]. Optics and precision engineering, 2015, 23(12): 3387-3394.
- [11] 徐晓明, 刘道标, 周海, 等. 蓝宝石衬底双面研磨亚表面损伤双片式角度抛光法检测[J]. 现代制造工程, 2014(5): 118-122.  
XU Xiao-ming, LIU Dao-biao, ZHOU Hai, et al. Double-substrate angle polishing to detect the damage on sapphire substrate body after double-grinding[J]. Modern manufacturing engineering, 2014(5): 118-122.
- [12] 吕东喜, 王洪祥, 黄燕华. 光学材料磨削的亚表面损伤预测[J]. 光学精密工程, 2013, 21(3): 680-686.  
LYU Dong-xi, WANG Hong-xiang, HUANG Yan-hua. Prediction of grinding induced subsurface damage of optical materials[J]. Optics and precision engineering, 2013, 21(3): 680-686.
- [13] 戴子华, 朱永伟, 居志兰, 等. 单颗磨粒作用下 K9 玻璃的亚表面静态裂纹[J]. 硅酸盐学报, 2014, 42(9): 1161-1166.  
DAI Zi-hua, ZHU Yong-wei, JU Zhi-lan, et al. Sub-surface cracks of K9 glass loaded by single grain of abrasive[J]. Journal of the Chinese ceramic society, 2014, 42(9): 1161-1166.
- [14] 王洪祥, 朱本温, 王景贺, 等. 熔石英元件抛光加工亚表面缺陷的检测[J]. 材料科学与工艺, 2015, 23(2): 8-12.  
WANG Hong-xiang, ZHU Ben-wen, WANG Jing-he, et al. Subsurface defects detection for the polishing surface of fused silica optics[J]. Materials science and technology, 2015, 23(2): 8-12.
- [15] 王洪祥, 李成福, 朱本温, 等. 光学元件亚表面缺陷的损伤性检测方法[J]. 强激光与粒子束, 2014, 26(12): 129-133.  
WANG Hong-xiang, LI Cheng-fu, ZHU Ben-wen, et al. Destructive methods for detecting subsurface defects of fused silica optics[J]. High power laser and particle beams, 2014, 26(12): 129-133.
- [16] MARSHALL D B. Geometrical effects in elastic/plastic indentation[J]. Journal of the American ceramic society, 1984, 67(1): 57-60.