

可溶固着软质磨粒抛光薄膜制备及性能研究

赵天晨¹, 冯凯萍^{1*}, 周兆忠¹, 袁巨龙²

(1. 衢州学院 a. 机械工程学院 b. 浙江省空气动力装备技术重点实验室, 浙江 衢州 324000;
2. 浙江工业大学 超精密加工研究中心, 杭州 310023)

摘要: **目的** 实现微小光学器件高效、高质量、绿色的可溶固着软质磨粒薄膜抛光, 对可溶固着软质磨粒抛光薄膜的制备工艺及抛光性能进行研究。**方法** 研究可溶树脂、不可溶树脂、磨粒和薄膜基底等原料对成膜及抛光性能的影响, 探索可溶固着软质磨粒抛光薄膜制备工艺, 以光纤连接器作为加工对象验证抛光薄膜的抛光特性。**结果** 选用双峰 SiO₂ 作为磨粒, 采用环氧树脂 (质量分数为 95%) 和聚丙烯酸树脂 (质量分数为 5%) 组成的“可溶”混合树脂为结合剂, 可实现磨粒层逐步溶解。在磨粒涂覆层中添加 5% (质量分数) 的硅橡胶可调节磨粒涂覆层成膜后的弹性模量和硬度, 使薄膜兼顾抛光性能和耐用性。对 PET 薄膜基底进行电晕处理可增强其表面附着力。选用含 1% (质量分数) 有机硅烷偶联剂的聚氨酯树脂作为 PET 基底和磨粒涂覆层连接剂, 结合强度好, 成膜后表面无裂纹。通过光纤端面抛光对比实验发现, 可溶固着软质磨粒抛光薄膜的抛光性能和耐用性均优于日本 NTTAT 抛光片的相关性能。可溶固着软质磨粒抛光薄膜使用 25 次后, 光纤端面仍可保持表面光滑, 曲面面形完整, 表面粗糙度 R_a 小于 5 nm, 回波损耗大于 45 dB, 连接损耗小于 0.1 dB。**结论** 抛光实验表明, 可溶固着软质磨粒抛光薄膜能实现光纤端面的高效精密加工。

关键词: 可溶固结; 软质磨粒; 抛光薄膜; 制备; 光纤连接器

中图分类号: TG580 文献标志码: A 文章编号: 1001-3660(2024)12-0207-11

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2024.12.017

Preparation and Property of Soluble Fixed Soft Abrasive Polishing Film

ZHAO Tianchen¹, FENG Kaiping^{1*}, ZHOU Zhaozhong¹, YUAN Julong²

(1. a. College of Mechanical Engineering, b. Key Laboratory of Air-driven Equipment Technology of Zhejiang Province, Quzhou University, Zhejiang Quzhou 324000, China; 2. Ultra Precision Manufacturing Center, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310023, China)

ABSTRACT: The work aims to realize high efficiency and high quality of soluble fixed soft abrasive film polishing for micro optical devices, and study the preparation process and polishing performance of soluble fixed soft abrasive films. The influence of raw materials such as soluble resin, insoluble resin, abrasive and film substrate on film formation and polishing performance were studied. The preparation process of soluble fixed soft abrasive polishing films was explored. And the polishing performance of films was verified with the optical fiber connector as a processing object. Experimental results indicated that

收稿日期: 2023-08-08; 修订日期: 2023-10-17

Received: 2023-08-08; Revised: 2023-10-17

基金项目: 浙江省自然科学基金 (LZY22E050007, LZY21E050004); 国家自然科学基金 (52305483, 51935008, 51975531)

Fund: Zhejiang Provincial Natural Science Foundation (LZY22E050007, LZY21E050004); National Nature Science Foundation of China (52305483, 51935008, 51975531)

引文格式: 赵天晨, 冯凯萍, 周兆忠, 等. 可溶固着软质磨粒抛光薄膜制备及性能研究[J]. 表面技术, 2024, 53(12): 207-217.

ZHAO Tianchen, FENG Kaiping, ZHOU Zhaozhong, et al. Preparation and Property of Soluble Fixed Soft Abrasive Polishing Film[J]. Surface Technology, 2024, 53(12): 207-217.

*通信作者 (Corresponding author)

when the abrasive was double-peak SiO_2 , the binder was a "soluble" mixed resin composed of epoxy resin (95wt.%) and polyacrylic resin (5wt.%), the abrasive coating layer could be gradually dissolved. Adding 5wt.% silicone rubber to the abrasive coating layer could adjust the elastic modulus and hardness of the abrasive coating layer after film formation, so that the film had both polishing performance and durability. Corona treatment of PET film substrates could enhance its surface adhesion. Polyurethane resin containing 1wt.% organosilane coupling agent was selected as the connecting agent for PET substrates and abrasive coating layers. It has good bonding strength and there were no cracks on the surface after film formation. The results of optical fiber end face polishing experiments showed that the polishing performance and durability of soluble fixed soft abrasive polishing films were superior to that of Japanese NTTAT polishing films. After the soluble fixed soft abrasive polishing films were used for 25 times, the surface of optical fiber end face could still keep the smooth, the curved surface shape was complete, the surface roughness R_a was less than 5 nm, the return loss was greater than 45 dB, and the connection loss was less than 0.1 dB. In conclusion, soluble fixed soft abrasive polishing films can achieve efficient and precise polishing of fiber end faces.

KEY WORDS: soluble fixed; soft abrasive; polishing film; preparation; optical fiber connector

随着现代光电信息产品性能的不断提高、应用领域的不断扩大,对先进光学材料加工精度和表面质量的要求愈来愈高,需求量不断增加,且应用面日趋复杂^[1-4]。光纤连接器是光纤通信、光纤传感及激光领域的重要无源器件^[5],近年来全球市场产值达到约 50 亿美元。光纤连接器插针体端面为曲率半径 15~25 mm 的球面,其加工精度要求如下:顶点偏移 $\leq 50\ \mu\text{m}$,端面凹陷 $\leq 0.1\ \mu\text{m}$,表面粗糙度 $R_a < 20\ \text{nm}$ 。端面加工质量将直接影响使用性能指标(回波损耗、连接损耗),从而影响整个光纤系统的传输效率^[6-8]。这势必要求微小光学器件的加工工艺具有高效、高精度的特征。目前光学器件所采用的传统游离磨粒抛光技术存在加工效率低、磨粒浪费严重、抛光液处理成本高及环境污染等问题。传统固着磨粒抛光技术具有高效、高质量的加工特点^[9-10],但固着磨粒抛光多采用磨粒凸起均布的平面抛光垫,无法与工件的曲面较好吻合,且固着磨粒凸起间存在凹槽,易破坏工件表面面形,因此很难用于光纤插接头等小直径零件或非平面零件的加工^[11]。

研抛薄膜是一种以金刚石、立方碳化硼等粉末为磨粒,以聚脂类高分子化合物为基体的超精密研抛工具,其磨粒具有多向性和切削刃等高性好的特点。使用研抛薄膜进行加工具有工件表面热量小、工件不易变形、加工质量好等优势^[12-13]。为提高加工精度和表面质量,有学者通过将研抛薄膜的基体材料改为聚酰亚胺,形成了耐水、耐高温并具备一定弹性和强度的软基体薄膜(抛光薄膜),区别于传统固着磨粒抛光垫,抛光薄膜是一种柔性固着磨粒抛光工具^[14-16]。由于抛光薄膜具有较好的弹性与柔韧性,在加工压力下可发生变形,使抛光薄膜表面的磨粒与工件表面贴合并进行材料去除,因此适用于具有一定曲率的非平面器件加工。采用抛光薄膜进行精密、超精密微曲面加工,具有加工效率高和加工表面质量好的特点,在光学仪器、磁性及电子元器件等精密加工制造领域具有广泛的应用前景。抛光薄膜厚度小,一般不进行修整,

因其制作工艺原因,使用一段时间后易出现表面龟裂且磨粒脱落的现象,导致抛光性能急剧下降,因此,薄膜表面磨损及使用寿命是制约其快速发展的重要原因^[17]。同时,抛光薄膜成膜工艺通常采用大量树脂结合剂,在抛光过程中,由于工件与抛光膜的摩擦作用,溶解流出的树脂结合剂会黏着于被抛光工件的表面,很难清洗去除,清洗工序不仅增加了生产成本,所使用的有机溶剂还会对环境造成污染^[18],不符合绿色制造的发展方向。以上问题制约了抛光薄膜在先进光学元器件高质量批量生产中的应用。

为实现微小光学器件的高效、高质量、绿色抛光,解决现有抛光薄膜使用寿命短且易污染环境的问题,本文提出了一种“可溶固着软质磨粒薄膜抛光方法”。该方法选用可被无毒无害水基抛光液溶解的树脂作为结合剂,从而减少对工件表面的黏着污染,消除工件表面的清洗工序,降低对环境的损害;同时,结合剂在抛光液作用下逐步溶解,对磨粒的把持力降低,实现表面钝化磨粒的自我更新,使抛光薄膜拥有较为持久的抛光性能。本文以环氧树脂、聚丙烯酸树脂、 SiO_2 磨粒和聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)薄膜基底等作为原料,研究各原料对成膜及抛光性能的影响,探索了可溶固着软质磨粒抛光薄膜制备工艺,以光纤连接器端面作为对象进行抛光特性研究,以为可溶固着软质磨粒薄膜抛光方法的应用提供研究基础。

1 可溶固着软质磨粒薄膜抛光原理

可溶固着软质磨粒薄膜以可溶材料作为软质磨粒的结合剂,将不同粒径的软质磨粒按一定规律分布涂覆在具有弹性的薄膜基底上,小粒径磨粒既可直接参与抛光过程,又可作为填充物支撑大颗粒,有效降低了薄膜中结合剂的含量,从而避免现有抛光薄膜由于结合剂产生收缩等物性改变而易造成薄膜表面龟裂崩开、使用寿命短的问题。可溶固着软质磨粒薄膜

抛光原理及薄膜表面磨粒自我更新过程如图 1 所示^[19]。在抛光过程中, 薄膜发生弹性变形, 与工件的微曲面吻合, 薄膜表面的磨粒以较高效率对工件进行材料去除, 同时, 无毒无害的水性抛光液溶解薄膜表层的结合剂, 降低结合剂对磨粒的把持力, 使表面钝化的磨粒脱落, 露出新磨粒, 实现抛光薄膜表面磨粒的自更新, 使抛光薄膜拥有较为持久的抛光性能; 此外, 固着在薄膜基底上的磨粒与脱落分散到抛光液中的磨粒对工件共同作用, 实现了工件的高效加工; 可溶固

着软质磨粒薄膜抛光采用软质磨粒, 依靠化学和机械协同作用实现材料去除, 可降低工件表面的机械损伤, 提高加工质量; 同时, 由于结合剂被溶解, 减少了结合剂对抛光表面的污染。

通过与传统的游离磨粒抛光、固结磨粒抛光垫抛光、薄膜抛光技术特点及性能对比发现, 可溶固着软质磨粒薄膜抛光可同时兼顾加工效率、质量、面形精度、耐用性、环境友好性, 是一种高效、高表面质量、低成本的加工方法。性能对比如表 1 所示。

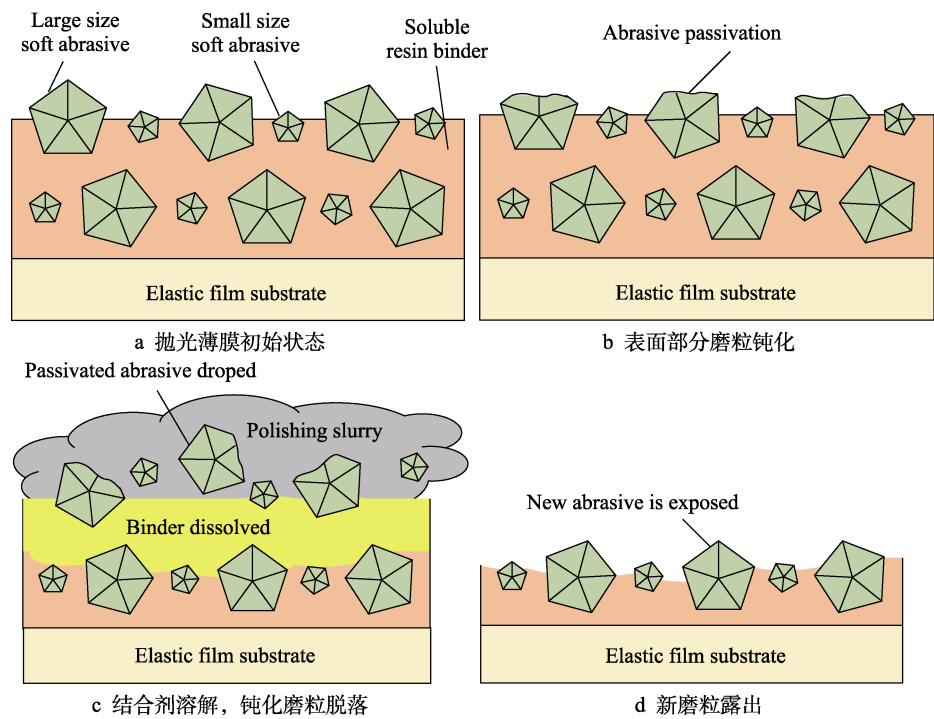


图 1 抛光薄膜表面磨粒更新过程

Fig.1 Self-renewal process of abrasive on surface of polishing film in polishing process: a) initial state of polishing film; b) abrasive passivation on surface layer; c) dissolved binder and fallen passivated abrasive; d) new abrasive exposed

表 1 典型超精密抛光方法性能对比

Tab.1 Performance comparison of typical ultra-precision polishing methods

Polishing method	Machined efficiency	Machined surface quality	Dressing	Range of machined surface shapes	Preparation cost	Environmental friendliness
Free abrasive polishing	Low	High	Cannot	Small	Low	Terrible
Fixed abrasive polishing	High	High	Can	Small	Middle	Fine
Film polishing	High	High	Cannot	Large	Low	Middle
Soluble fixed soft abrasive film polishing	High	High	Can (Self-renewal)	Large	Low	Fine

2 可溶固着软质磨粒抛光薄膜制备

可溶固着软质磨粒抛光薄膜的制备在小型涂覆机上进行, 制备流程主要分为磨粒和结合剂的选择、基材处理、涂底胶、磨粒混合液涂覆、预干燥、涂胶、磨粒混合液涂覆、固化和成品, 工艺流程如图 2 所示。

2.1 成膜结合剂的选择

为使结合剂能够适度地在抛光液中溶解, 以“不可溶”树脂作为基础结合剂, 在其中添加适量“可溶”树脂, 形成“可溶”与“不可溶”混合树脂(以下简称混合树脂)结合剂。混合树脂结合剂可使涂膜表面在抛光液中不溶胀, 表层“可溶”树脂适度溶解, 起

到致孔剂的作用,降低表面树脂结合剂对磨粒的把持力,使磨粒逐步脱落。

为验证混合树脂的“可溶性”,以环氧树脂作为“不可溶”树脂^[20],聚丙烯酸树脂作为“可溶”树脂^[21],搅拌形成混合树脂。其中“可溶”树脂添加量(质量分数,下同)分别是 0%、5%、25%、50%。扫描电子显微镜(SEM)的分辨率达纳米级,放大倍数可至数十万倍,在观察微观形貌时景深大,因此采用 SEM 观测树脂块浸泡在水中 1 h 后的表面形貌变化,对比溶解效果^[22]。如图 3 所示,当“可溶”树脂添加量为 0%时,表面几乎没有发生溶解;当添加量为 5%时,表面产生了溶解后的凹坑,溶解速率较为缓慢;当添加量为 25%时,表面溶解后的凹坑变大,局部溶解渗透到了树脂块里面;当添加量为 50%时,表面发生坍塌式溶解,溶解量大,表面结构发生了变化^[11]。图 4

为不同“可溶”树脂添加量树脂块浸泡后质量变化曲线,可以看到,随着“可溶”树脂添加量的增加,浸泡后的溶解量也在加大。因溶解量太大,不利于抛光工具抛光性能的保持,因此,在抛光薄膜制作中,当“可溶”树脂添加量为 5%时,树脂可实现适量溶解。

2.2 磨粒的选择

进行单峰粒径和双峰粒径下二氧化硅磨粒在涂膜中的填充性能实验。实验采用环氧树脂和聚丙烯酸树脂搅拌形成混合树脂作为结合剂,单峰粒径二氧化硅磨粒平均粒径为 10 nm,双峰粒径二氧化硅磨粒粒径为 10 nm 和 20 nm,二氧化硅的固含量均设定为 75%(质量分数)。涂膜固化后,用刀片在涂膜上划割几道相互平行、间距相等的切痕,通过测量涂膜脱落的面积以判断涂膜附着力等级(划格

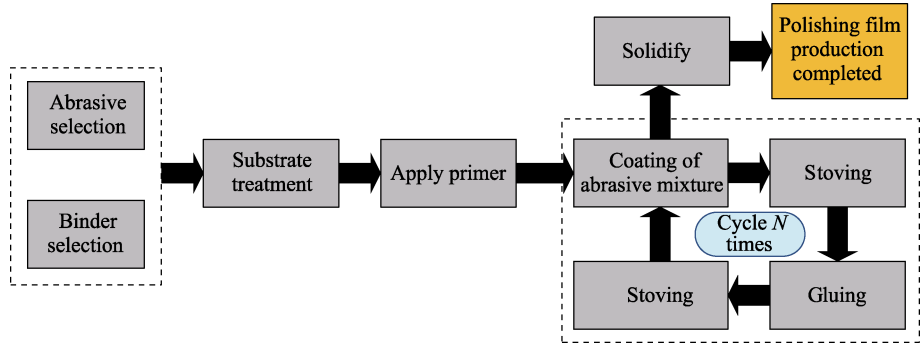


图 2 抛光薄膜制备工艺流程
Fig.2 Flow chart of polishing film production process

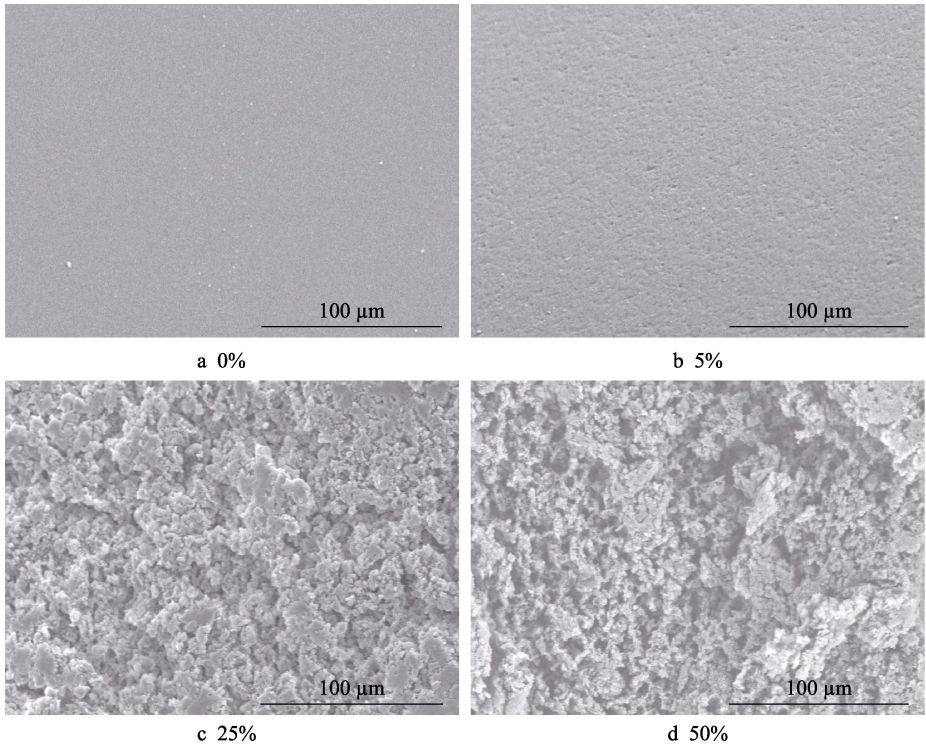


图 3 不同可溶树脂添加量下树脂表面溶解 SEM 显微图
Fig.3 SEM image of surface dissolution under different soluble resin addition

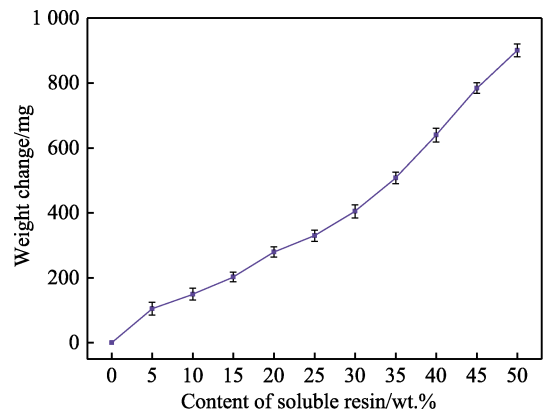


图 4 “可溶”树脂含量对树脂块浸泡后质量的影响
Fig.4 Weight change of resin coagulum with different content of "soluble resin" after immersing

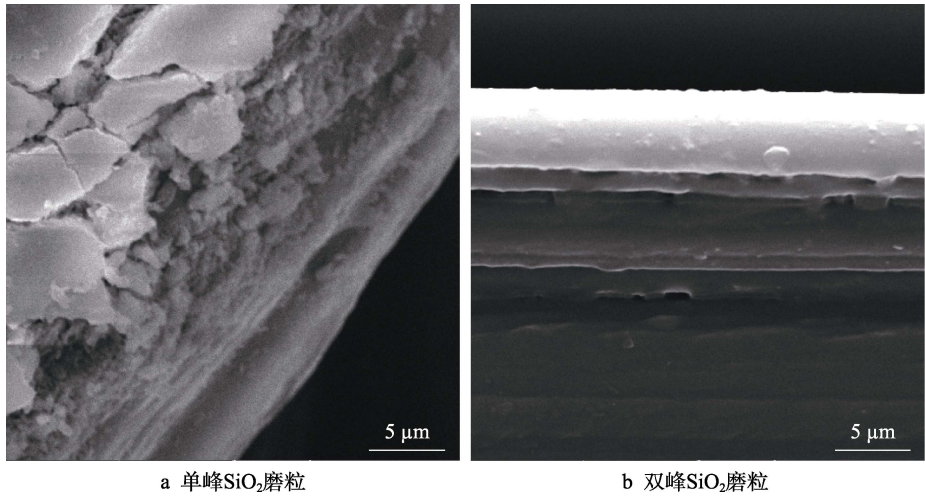


图 5 二氧化硅磨粒涂膜截面 SEM 图
Fig.5 Cross-sectional SEM image of polishing film SiO₂ abrasive with single size and bimodal sizes: a) single size SiO₂ abrasive; b) bimodal sizes SiO₂ abrasive

2.3 磨粒涂覆层成膜

2.3.1 基材处理

基材选择厚度 75 μm 的聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 薄膜^[24], 其玻璃化转变温度 T_g 为 75 ℃, 熔点温度为 265 ℃, 抗张强度大于 40 kg/cm²。未经处理的 PET 薄膜在一定使用温度条件下会产生收缩, 为增强基体和黏结剂之间的亲和力及黏结强度, 须对 PET 薄膜作热定型处理。将 PET 薄膜在 160 ℃ 温度下放置 1 h, 急冷至室温, 热定型后的 PET 薄膜收缩率可小于 0.1%, 从而使其整体形状尺寸在后期涂膜高温干燥过程中不会发生改变。

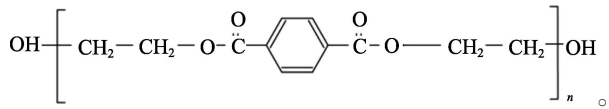
PET 分子结构高度对称, 具有一定的结晶取向能力, 由于其分子特殊性, 一般涂料难以在其表面附着, 直接在其表面进行喷涂或涂覆, 涂层容易起皮、脱落^[25]。为增加 PET 材质的附着力, 对其进行等离子表面处理和电晕表面处理。实验发现, 经等离子表面处理的 PET 薄膜表面附着力可达到 0.52×10^{-3} N 以上, 经电晕表面处理的附着力可达 0.48×10^{-3} N 以上。

法附着力测量)^[23]。当二氧化硅采用单峰粒径 10 nm 时, 涂膜附着力为 4 级, 用刀片将薄膜划开, 观察截面。二氧化硅磨粒涂膜截面 SEM 图如图 5 所示。从图 5a 可以看到, 截面涂膜处发生碎裂。当二氧化硅采用双峰粒径 10 nm 和 20 nm 且质量比为 3 : 1 时, 涂膜附着力为 3 级, 同样观察截面可见涂膜并没有发生碎裂, 横切面较为平整, 如图 5b 所示。实验证明了双峰粒径二氧化硅涂膜中的小粒径磨粒既可以参与抛光过程, 又可以作为填充物质, 起到支撑大颗粒的作用, 降低了薄膜中的树脂结合剂含量, 从而有效避免了现有抛光薄膜中由于树脂结合剂产生收缩等物性改变而造成薄膜表面龟裂崩开的问题。

因等离子表面处理单喷头的处理宽度仅为 50 mm, 需要通过多喷头组合方式才能实现宽幅处理, 处理结构复杂且成本较高。因此, 采用电晕方式对 PET 薄膜进行表面处理。

2.3.2 涂底胶

PET 薄膜主要成分是聚对苯二甲酸乙二醇酯聚合物, 表面结晶高度取向, 其化学结构为:



从其化学式可以看出, 在其大分子结构的两端存在 2 个羟基 (—OH), 中间存在 1 个芳环, 它们通过酯键彼此互相连接。因此, 在选择底胶时, 可向底胶中引入—COOH、—SO₃H、—POH、—NHC=O、—C=O、—NHR—、—OH、—SH 等官能团, 这些官能团易于与 PET 分子中的羟基、酯键等极性基团发生反应, 从而提高界面黏结强度。选用聚氨酯树脂为底胶, 在底胶中添加 1% (质量分数) 有机硅烷偶

联剂。硅烷偶联剂水解生成的 3 个硅羟基中只有 1 个与 PET 薄膜表面键合，剩下的 2 个 Si—OH，或与其他硅烷中的 Si—OH 缩合，或与胶黏剂分子结合，从而在 PET 薄膜和聚氨酯胶黏剂之间起到了“架桥”作用，提高了 PET 薄膜与磨粒涂覆层的黏接强度。底胶的涂覆量为 0.4~1.0 g/m²，膜厚为 1~2 μm，在温度为 80~120 ℃ 的干燥箱内烘烤 5~10 min，保证彻底烘干，实现无溶剂残留。

2.3.3 磨粒树脂混合液涂覆

磨粒树脂混合液由混合树脂、异丙醇硅溶胶以及添加剂(质量分数为 10%)组成。添加剂包括乳化剂、抗静电剂、消泡剂、调节剂等成膜助剂，各添加剂介绍如表 2 所示。在涂覆液制备中，最重要的是混合树脂和磨粒的固含量比例，它直接影响了磨粒涂覆层黏结强度、抛光薄膜的抛光性能。同时，较优的树脂磨粒比能使磨粒涂层形成丰富而均匀的孔隙，在抛光过程中使抛光液快速渗透。

磨粒涂覆层的黏结强度主要通过改变二氧化硅和混合树脂固含量比例来调节。实验使用划格法对涂膜表面黏结强度进行测量。研究发现，当 SiO₂ 与混合树脂质量比小于 65 : 25 时，划格法测试附着力为 2 级，黏结强度高，薄膜摩擦一段时间后，二氧化硅不易脱落，但二氧化硅在涂膜中的固含量低，不利于材料去除，薄膜表面如图 6a 所示。当 SiO₂ 与混合树

脂质量比(下同)为 70 : 20 时，由于树脂结合剂在涂膜中的固含量低，表面摩擦后发生粉化，内聚破坏严重，划格法测试附着力为 3 级，如图 6b 所示。当 SiO₂ 与混合树脂比例为 75 : 15 时，表面有裂纹产生，摩擦后伴有粉化现象，划格法测试附着力为 4 级，如图 6c 所示。抛光薄膜作为一种加工磨具，在保证黏结强度的条件下，磨粒固含量比例越高，抛光效率越高。因此，根据上述实验结果，将涂覆液中 SiO₂ 与混合树脂比例设定为 75 : 15，先涂覆磨粒涂层，再涂覆一层 1 μm 厚的混合树脂乳胶液，固化后混合树脂乳胶层厚度在 0.5 μm 以下，对磨粒涂覆层影响较小。该涂覆方法既保证了薄膜的抛光性能，又增加了黏结强度，如图 6d 所示，抛光薄膜使用后，表面没有出现裂纹及粉化。

实验发现，当磨粒树脂混合或涂覆不均匀时，易导致涂层的气泡或孔隙等薄弱部位形成断裂源，在外应力的作用下出现宏观裂纹，裂纹沿着薄弱区域扩展并发生偏转，最终导致涂层断裂脱落。因此，先将 2 种粒径的硅溶胶混合，搅拌并超声分散 5 min，加入树脂混合液，在乳化机上混合，然后超声分散 30 min，最后真空去泡，获得混合均匀的磨粒树脂涂覆液。磨粒混合液为水性体系^[26]，具有比能高、沸点高、表面张力高的特点，必须严格控制涂覆工艺，才能获得高性能水性涂膜。

表 2 磨粒涂覆液添加剂
Tab.2 Additive of abrasive coating liquid

Additive type	Additive name	Additive amount/wt. %	Function
Emulgator	Sodium dodecyl benzene sulfonate (SDBS)	0.5	Anionic surfactant. Good surface activity, strong hydrophilicity, effectively reduce the tension of oil-water interface, to achieve emulsification
Antistat	alkylamine	0.6	It has a conductive effect, eliminates the static electricity generated by friction, and prevents dirt such as grinding chips from adhering to the surface of the workpiece, and can easily fall off even if attached
Defoamer	Polyether modified polysiloxane	0.5	Eliminate and inhibit foam, reduce surface tension, improve wetting and resistance to shrinkage
Modifier	Silicone rubber	5	Adjust elastic modulus and hardness
Else		3.4	Film forming aid

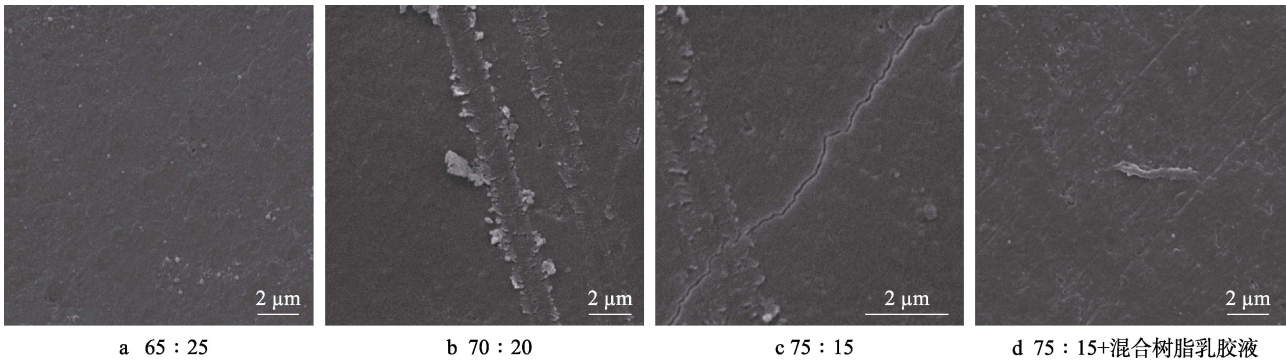


图 6 不同磨粒-树脂比例条件下抛光薄膜表面 SEM 图
Fig.6 SEM diagram of polished film surface under different abrasive-resin ratios

2.3.4 烘干

外界温度对成膜内应力的影响较为复杂,一方面,温度越高,涂覆液中的溶剂扩散速度越快,可降低涂层的内应力;另一方面,涂层的固化反应速度加快,凝胶时间缩短,容易导致开裂。避免开裂最直接的方法就是降低凝胶蒸发速度,缓和固液界面产生的表面张力。也可减少单次涂覆量,涂覆量太大会造成烘干不及时,须将每次涂覆量控制在 8 g/m^2 以内。

在实验过程中,干燥工艺分成两阶段:1) 辐射干燥阶段(恒速干燥阶段),胶乳颗粒失去大部分水分而形成致密的涂膜层,失去原有的流动性;2) 热风循环干燥阶段(降速干燥阶段),水分逐渐丧失,直到所有的水分都蒸发,致密涂膜层形成,此时,水分的蒸发阻力主要来自涂层内部,包括水蒸气在涂层中的扩散速度、涂层导热系数等。

2.3.5 成膜

涂覆成膜时,容易出现流挂、花脸、刷痕和橘皮状褶皱等缺陷。涂层的厚度越大,扩散系数越小,凝胶时剩余的溶剂就越多,涂层的固化时间则越久。随着涂层固化时间的延长,涂层的内应力增大,容易出现开裂。因此,涂覆成膜时采用多次涂覆方法,每次涂覆厚度控制在 $2\sim 3 \text{ }\mu\text{m}$,涂覆 3 次,磨粒涂覆层厚度控制在 $8 \text{ }\mu\text{m}$ 左右。多层涂膜干燥后,通过裁剪得到直径为 12 cm 的抛光薄膜圆片,表面为半透明乳白色,如图 7 所示。



图 7 裁剪后抛光薄膜圆片
Fig.7 Polishing film after cutting

2.4 抛光薄膜物理性能

光纤纤芯是由纯度达 99.99% 以上的 SiO_2 组成的非晶态石英玻璃,具有高硬度和低断裂韧性^[27],光纤纤芯在精密加工过程中易出现脆性裂纹。为确定抛光薄膜的弹性模量及硬度对抛光过程中磨粒切削能力及涂覆层耐用度的影响,使用岛津动态显微硬度仪对薄膜的力学性能进行测量。测量结果表明,当磨粒涂覆层弹性模量大于 10 GPa 时,涂覆层中的二氧化硅磨粒与石英光纤表面在接触瞬间的缓冲作用较差,易在光纤表面产生刮痕,同时磨粒涂覆层的失效形式为弹性变形-少量塑性变形-磨粒涂覆层剥落,如图 8 所示,使用抛光薄膜后涂覆表面有许多微裂纹产生;当磨粒涂覆层弹性模量小于 1 GPa 时,弹性较大,二氧

化硅磨粒几乎不能压入石英光纤表面,磨粒切削能力较差,如图 9 所示,光纤插芯端面在抛光薄膜表面摩擦,涂膜表面较软,变形严重。结合抛光实验发现,当涂膜弹性模量控制在 7 GPa 、硬度控制在 0.5 GPa 时,光纤抛光表面不易产生刮痕,同时磨粒涂覆层不易剥落,抛光薄膜重复使用寿命可达 20 次以上。在成膜过程中,主要通过改变硅橡胶的添加量来调节磨粒涂覆层的弹性模量和硬度。当硅橡胶添加量为 5% 时,磨粒涂覆层弹性模量和硬度测量值约为 7 GPa 和 0.5 GPa ,如图 10 所示。

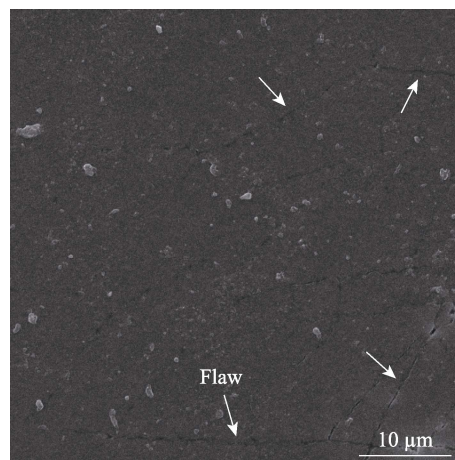


图 8 高弹性模量表面微裂纹
Fig.8 Surface microcracks with high elastic modulus

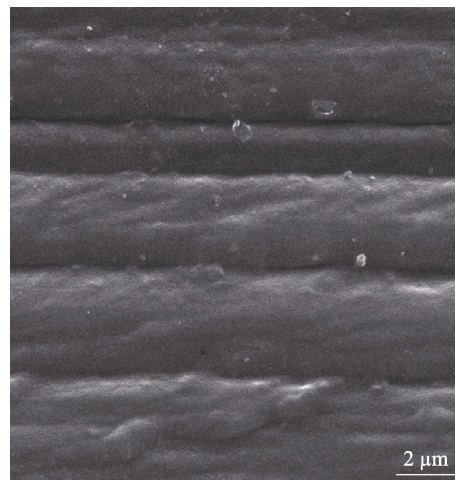


图 9 低弹性模量表面变形
Fig.9 Surface deformation with low elastic modulus

3 抛光实验与结果分析

3.1 抛光液优化

使用薄膜研抛时,通常用纯水作为抛光液,它可起到润滑和冷却的作用,但是薄膜中溶解出的树脂结合剂会黏着于被抛光工件表面,难以清洗去除,如图 11 所示。实验中,选择阴离子表面活性剂(十二烷

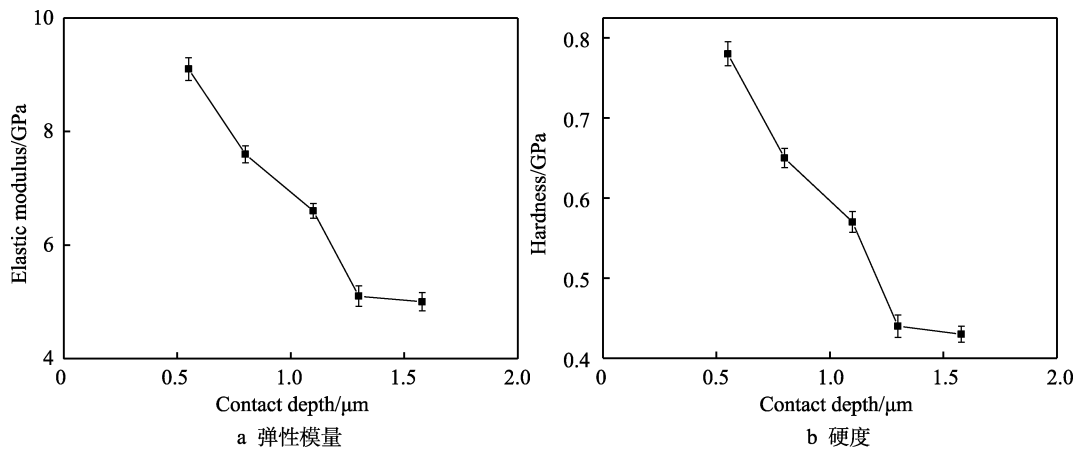


图 10 添加 5%硅橡胶的磨粒涂覆层弹性模量和硬度
Fig.10 Elastic modulus and hardness of abrasive coating with 5wt.% silicon rubber: a) elastic modulus; b) hardness

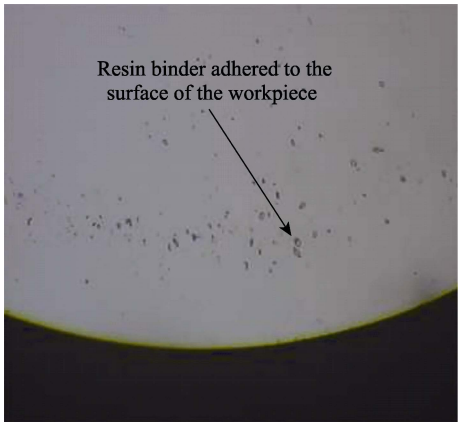


图 11 树脂结合剂黏着于抛光工件表面
Fig.11 Resin adhering to surface of workpiece

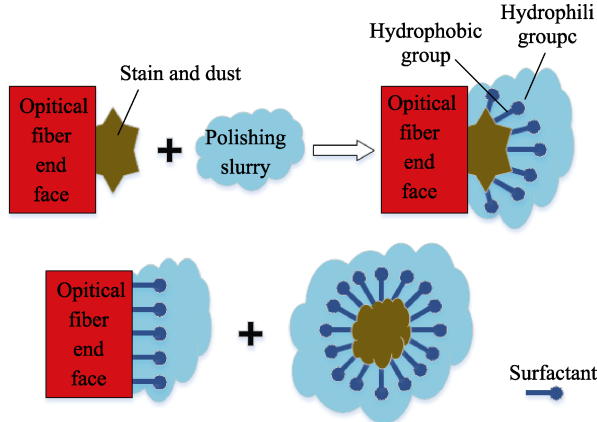


图 12 表面活性剂作用机理
Fig.12 Mechanism of surfactant action

基苯磺酸钠)、非离子表面活性剂(环氧乙烷环氧丙烷嵌段共聚物,HLB 值 16)、氟碳和吐温 60 作为亲水表面活性添加剂加入纯水中,原理如图 12 所示,表面活性剂的疏水基朝向磨粒,而污渍表面及其亲水基朝向相反的方向,从而形成分子级的表面活性层。在抛光过程中,表面活性剂的疏水基朝向光纤插芯端面 and 污渍粉尘,污渍粉尘溶解在水中,控制了污渍在工件表面的附着,被加工表面可保持清洁。当表面活性剂含量(质量分数)为 0.5%~1%时,去污能力效果较好。

同时,在实验中发现,在抛光液中添加适量的乙醇也有利于提高对光纤插芯表面的清洁,这是因为水是极性溶剂,乙醇是非极性溶剂(有很弱的极性),根据相似相溶原理,有些在水中难溶的物质在酒精中溶解度较大容易被去除,同时乙醇的挥发性好,在工件表面的水渍可以快速干燥挥发。实验中,抛光液中 20%(质量分数)的乙醇添加量表现出良好的去污性能。

3.2 光纤抛光工艺实验

光纤端面结构从内到外包含三部分:纤芯、包层和陶瓷插芯。在实际生产中,对光纤端面进行抛光,以降低其表面粗糙度从而提高光纤回波损耗值及降

低连接损耗值。本实验以纤芯半径 20 μm、包层半径 125 μm 及陶瓷插芯半径 1.25 mm/2.5 mm 的光纤端面作为加工对象,在中心加压式抛光机对光纤端面进行抛光实验,对比可溶固着软质磨粒抛光薄膜与市售抛光薄膜的抛光性能及耐用性,研究光纤连接器回波损耗值、连接损耗值、粗糙度与抛光薄膜耐用度之间的关系。

光纤抛光实验步骤如下:第一道工序采用磨粒粒径为 9 μm 的光纤研磨纸研磨 30 s;第二道工序采用磨粒粒径为 3 μm 的光纤研磨纸研磨 30 s;第三道工序采用磨粒粒径为 1 μm 的光纤研磨纸研磨 45 s;最后一道工序采用抛光薄膜抛光 45 s。为对比可溶固着软质磨粒抛光薄膜抛光方法和传统薄膜抛光方法的抛光效果,设计了 3 组对比实验。实验组 E1,可溶固着软质磨粒抛光薄膜+抛光液;实验组 E2,市售薄膜(日本 NTTAT 固着磨粒抛光薄膜)+抛光液;实验组 E3,可溶固着软质磨粒抛光薄膜+去离子水。抛光对比实验条件如表 3 所示。

实验发现,9 μm 金刚石砂纸研磨得到的光纤表面十分粗糙,表面不透明,有较多的凹坑,呈现出片

表 3 抛光对比实验条件
Tab.3 Polishing contrast experiment conditions

Group	Polishing film	Polishing slurry	Load/N	Spindle speeds/(r·min ⁻¹)	Polishing time/s
E1	Soluble fixed soft abrasive polishing film	Optimized polishing slurry	2	40	45
E2	Purchased polished film (Japanese NTTAT)	Optimized polishing slurry	2	40	45
E3	Soluble fixed soft abrasive polishing film	pure water	2	40	45

状剥落形式,表明光纤材料以脆性断裂模式去除;3 μm 金刚石砂纸研磨得到的光纤表面上存在裂纹及断续的研磨条纹,同时研磨表面也出现了塑性变形,材料是以半脆性半延性模式去除;在 1 μm 金刚石砂纸研磨得到的光纤表面上看不到任何的微裂纹及划痕缺陷,表明微细颗粒的磨粒使光纤表面材料产生了塑性流动,表面的凹凸受到挤压而变平,光纤此时处于延性研磨模式;在抛光阶段,以化学机械方式去除表面的微细延性划痕、瑕疵和表面污染物。

对光纤进行研抛的目的是提高光纤连接器的回波损耗值以及降低其连接损耗值,连接器的连接损耗及回波损耗与光纤表面的粗糙度存在对应关系,表面粗糙度值越低,光纤连接器的连接损耗值越小,回波损耗值越高。

表面粗糙度、回波损耗、连接损耗随抛光薄膜重复使用次数变化如图 13 所示。可以发现,在 3 种不

同抛光工艺条件下,均出现随着抛光薄膜使用次数的增加,光纤连接器抛光后的表面粗糙度与连接损耗逐渐上升、回波损耗逐渐下降的现象。当抛光薄膜重复使用 25 次以内时,实验组 E1 (可溶固着软质磨粒抛光薄膜+抛光液) 的光纤表面粗糙度 Ra 小于 5 nm,回波损耗大于 45 dB,连接损耗小于 0.1 dB;实验组 E3 (可溶固着软质磨粒抛光薄膜+去离子水) 抛光后的光纤表面粗糙度及光纤性能参数较实验组 E1 的下降;实验组 E2 (市售薄膜+抛光液) 抛光后的光纤表面粗糙度最大,光纤性能参数最差。

研抛过程中光纤端面的表面形貌变化显微图如图 14 所示,其表面形貌变化白光干涉图如图 15 所示。从图 14、15 可以看出,随着砂纸磨粒粒径的减小,光纤端面的划痕逐渐减少,但无法完全消除。经过薄膜抛光后,光纤端面变得光滑,划痕等表面缺陷被消除,且端面保持了良好的曲面面形。

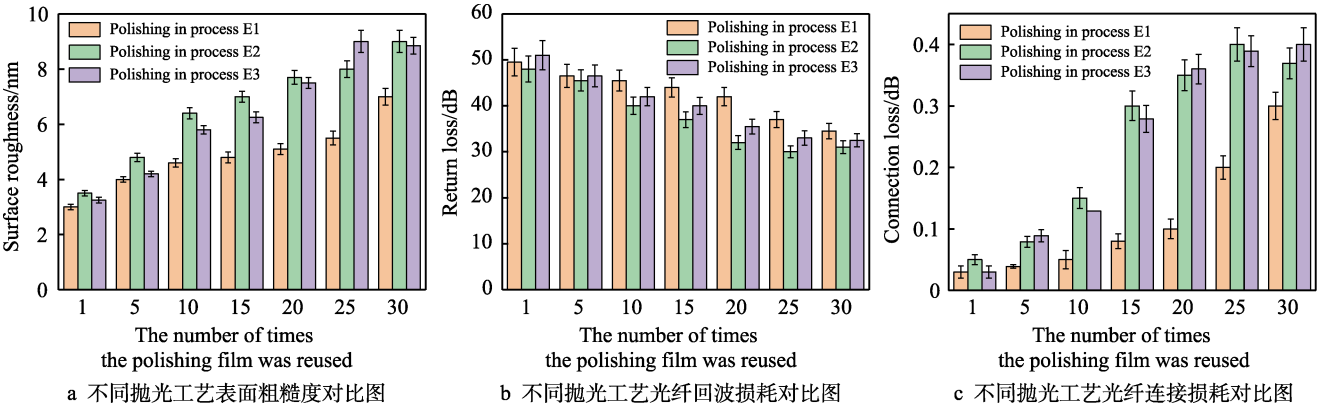


图 13 表面粗糙度、回波损耗、连接损耗随抛光薄膜重复利用次数变化图
Fig.13 Changes of surface roughness, return loss and connection loss with reusing times of polishing films: a) surface roughness in different polishing processes; b) return loss in different polishing processes; c) connection loss in different polishing processes

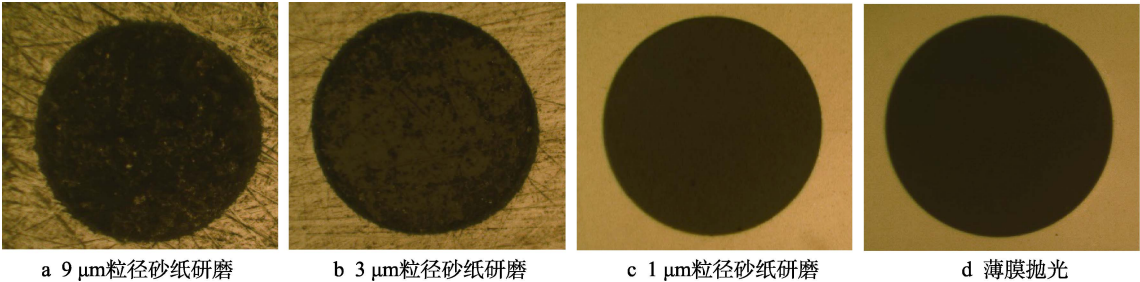


图 14 不同研抛工艺后光纤端面显微照片 (400×)

Fig.14 Micrograph of optical fiber end surface in different processing processes (400×): a) lapping using abrasive paper of 9 μm particle size; b) lapping using abrasive paper of 3 μm particle size; c) lapping using abrasive paper of 1 μm particle size; d) film polishing

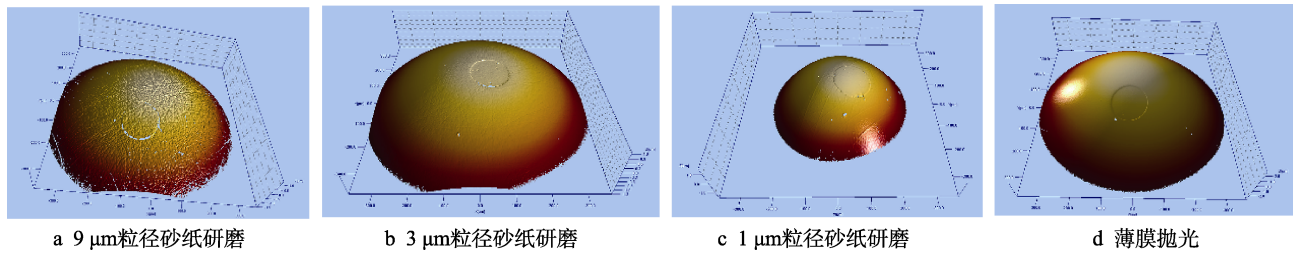


图 15 不同研抛工艺后光纤端面表面形貌图

Fig.15 Surface morphology of optical fiber end surface in different processing processes: a) lapping using abrasive paper of 9 μm particle size; b) lapping using abrasive paper of 3 μm particle size; c) lapping using abrasive paper of 1 μm particle size; d) film polishing

以上对比实验表明了可溶固着软质磨粒薄膜抛光具有良好的耐用性和抛光性能,可实现光纤端面高效、低损伤的精密抛光。

4 结论

针对可溶固着软质磨粒薄膜抛光新方法的加工要求,探索可溶固着软质磨粒抛光薄膜的制备方法及其抛光性能。研究发现,选用双峰 SiO_2 作为磨粒,小粒径磨粒可起到填充和支撑大粒径磨粒作用;采用环氧树脂(质量分数为 95%)和聚丙烯酸树脂(质量分数为 5%)组成的“可溶”混合树脂为结合剂,可实现磨粒层逐步溶解。在磨粒涂覆层中添加 5%(质量分数)的硅橡胶,以调节磨粒涂覆层成膜后的弹性模量和硬度,使薄膜兼顾抛光性能和耐用性。采用搅拌混合、超声分散、真空去泡方法可形成混合均匀的磨粒树脂涂覆液。对 PET 薄膜基底进行电晕处理可增强其表面附着力。选用含 1%(质量分数)有机硅烷偶联剂的聚氨酯树脂作为 PET 基底和磨粒涂覆层连接剂,结合强度好,成膜后表面无裂纹。以光纤端面作为加工对象,通过对比实验发现,可溶固着软质磨粒抛光薄膜的抛光性能和耐用性均优于日本 NTTAT 抛光片的,可溶固着软质磨粒抛光薄膜使用 25 次后,光纤端面仍可保持表面光滑,曲面面形完整,表面粗糙度 R_a 小于 5 nm,回波损耗大于 45 dB,连接损耗小于 0.1 dB。可溶固着软质磨粒抛光薄膜制备及抛光实验表明其能实现光纤端面的高效精密抛光。

参考文献:

[1] 袁巨龙, 张飞虎, 戴一帆, 等. 超精密加工领域科学技术发展研究[J]. 机械工程学报, 2010, 46(15): 161-177.
YUAN J L, ZHANG F H, DAI Y F, et al. Development Research of Science and Technologies in Ultra-Precision Machining Field[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2010, 46(15): 161-177.

[2] 李敏, 袁巨龙, 吴喆, 等. 复杂曲面零件超精密加工方法的研究进展[J]. 机械工程学报, 2015, 51(5): 178-191.
LI M, YUAN J L, WU Z, et al. Progress in Ultra-Precision

Machining Methods of Complex Curved Parts[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2015, 51(5): 178-191.

[3] CHEN H Y, WANG L, PENG F, et al. Hydrogen Retention and Affecting Factors in Rolled Tungsten: Thermal Desorption Spectra and Molecular Dynamics Simulations[J]. International Journal of Hydrogen Energy, 2023, 48(78): 30522-30531.

[4] 杨正, 靳志伟, 陈建军, 等. 聚酰亚胺薄膜的反应离子刻蚀抛光[J]. 光学精密工程, 2019, 27(2): 302-308.
YANG Z, JIN Z W, CHEN J J, et al. Polishing Method for Polyimide Membranes Based on Reactive Ion Etching[J]. Optics and Precision Engineering, 2019, 27(2): 302-308.

[5] 陆宝乐, 陈程, 林启蒙, 等. 被动锁模超短脉冲光纤激光器研究进展(特邀)[J]. 光子学报, 2022, 51(10): 1014003.
LU B L, CHEN C, LIN Q M, et al. Research Progress of Passively Mode-Locked Ultrashort Pulse Fiber Lasers (Invited)[J]. Acta Photonica Sinica, 2022, 51(10): 1014003.

[6] 邹文兵, 刘德福, 胡庆, 等. 阵列光纤组件端面的化学机械抛光试验研究[J]. 表面技术, 2015, 44(4): 132-136.
ZOU W B, LIU D F, HU Q, et al. Experimental Research on Chemical Mechanical Polishing of End Face of Optical Fiber Array[J]. Surface Technology, 2015, 44(4): 132-136.

[7] 金柯, 陈晓荣. 基于机器视觉的光纤端面几何参数测量研究[J]. 计量学报, 2023, 44(2): 165-170.
JIN K, CHEN X R. Research on Measurement of Geometric Parameters of Optical Fiber Endface Based on Machine Vision[J]. Acta Metrologica Sinica, 2023, 44(2): 165-170.

[8] 刘德福, 段吉安. 光纤端面研磨加工机理研究[J]. 光学精密工程, 2004, 12(6): 570-575.
LIU D F, DUAN J A. Mechanism Research on Lapping of Optical Fiber End-Face[J]. Optics and Precision Engineering, 2004, 12(6): 570-575.

[9] 冯凯萍, 吕冰海, 朱国旗, 等. PVA/PF 复合凝胶磨具精密磨削碳化硅陶瓷工艺实验研究[J]. 表面技术, 2022, 51(2): 347-357.
FENG K P, LYU B H, ZHU G Q, et al. Study on Precision Grinding of SiC Ceramic by PVA/PF Composite Sol-Gel Grinding Abrasive Tool[J]. Surface Technology, 2022, 51(2): 347-357.

[10] CHOI J Y, DO JEONG H. A Study on Polishing of Molds

- Using Hydrophilic Fixed Abrasive Pad[J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2004, 44(11): 1163-1169.
- [11] 曹威, 邓朝晖, 李重阳, 等. 化学机械抛光垫的研究进展[J]. *表面技术*, 2022, 51(7): 27-41.
- CAO W, DENG Z H, LI Z Y, et al. Polishing Pad in Chemical Mechanical Polishing[J]. *Surface Technology*, 2022, 51(7): 27-41.
- [12] 杨浩. 薄膜抛光过程仿真与实验研究[D]. 上海: 上海海事大学, 2006.
- YANG H. Simulation and Experimental Study on Thin Film Polishing Process[D]. Shanghai: Shanghai Maritime University, 2006.
- [13] 杨浩, 董丽华, 范春华. 薄膜抛光实验平台设计开发的研究[J]. *机械工程师*, 2006(3): 77-79.
- YANG H, DONG L H, FAN C H. A Study of Polishing Experiment Platform Design[J]. *Mechanical Engineer*, 2006(3): 77-79.
- [14] 斯庆苏都. 聚酰亚胺中添加磨粒作为新型抛光材料的初步研究[D]. 上海: 上海师范大学, 2008.
- SIQING S D. The Study of Polyimide with Abrasive as a Kind of Grinding Slice[D]. Shanghai: Shanghai Normal University, 2008.
- [15] LU J, XU Y C, ZHANG Y H, et al. The Effects of SiO₂ Coating on Diamond Abrasives in Sol-Gel Tool for SiC Substrate Polishing[J]. *Diamond and Related Materials*, 2017, 76: 123-131.
- [16] 周思浩, 相炳坤, 王仕杰, 等. 拉伸模具内孔CVD金刚石薄膜抛光工艺研究[J]. *机械制造与自动化*, 2018, 47(2): 8-10.
- ZHOU S H, XIANG B K, WANG S J, et al. Study of Polishing Process of CVD Diamond Film in Inner Hole of Drawing Die[J]. *Machine Building & Automation*, 2018, 47(2): 8-10.
- [17] 任玉刚, 邓乾发, 叶程, 等. 磨具用树脂结合剂的研究现状与展望[J]. *机械工程材料*, 2012, 36(5): 1-4.
- REN Y G, DENG Q F, YE C, et al. Prospect and Research Progress of Resin Binder Used for Abrasive Tools[J]. *Materials For Mechanical Engineering*, 2012, 36(5): 1-4.
- [18] 陈玉川. KDP 晶体水溶解抛光表面残留物分析及清洗方法[D]. 大连: 大连理工大学, 2019.
- CHEN Y C. Analysis of Surface Residue on KDP Crystal Machined by Water Dissolution Polishing and the Cleaning Method[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2019.
- [19] ZHAO T C, FENG K P, ZHOU Z Z, J et al. Study on Soluble Fixed Soft Abrasive Polishing Film Used on Optical Fiber Connector[J]. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 2020, 9(4): 044009.
- [20] JIN F L, LI X, PARK S J. Synthesis and Application of Epoxy Resins: A Review[J]. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2015, 29(25): 1-11.
- [21] YUAN X M, ZHU B, CAI X, et al. Optimization of Interfacial Properties of Carbon Fiber/Epoxy Composites via a Modified Polyacrylate Emulsion Sizing[J]. *Applied Surface Science*, 2017, 401: 414-423.
- [22] 刘兴光, 张凯锋, 周晖. 基于 FIB/SEM 双束系统的原位、实时观测三点弯曲薄膜测试方法[J]. *表面技术*, 2020, 49(11): 351-357.
- LIU X G, ZHANG K F, ZHOU H. In-Situ Three-Point Bending Test Method with Real-Time Observation Based on FIB-SEM System[J]. *Surface Technology*, 2020, 49(11): 351-357.
- [23] GUZANOVÁ A, BREZINOVÁ J, DRAGANOVSKÁ D, et al. A Study of the Effect of Surface Pre-Treatment on the Adhesion of Coatings[J]. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 2014, 28(17): 1754-1771.
- [24] 宋有信, 鲍俊杰, 陶灿, 等. PET 薄膜用水性聚氨酯胶黏剂的制备[J]. *应用化工*, 2018, 47(4): 737-740.
- SONG Y X, BAO J J, TAO C, et al. Preparation of Water-borne Polyurethane Adhesive for PET Film[J]. *Applied Chemical Industry*, 2018, 47(4): 737-740.
- [25] 丁蕊蕊, 潘均安, 阳范文, 等. PET 薄膜的亲水改性研究[J]. *表面技术*, 2023, 52(4): 374-380.
- DING R R, PAN J A, YANG F W, et al. Hydrophilic Modification of PET Film[J]. *Surface Technology*, 2023, 52(4): 374-380.
- [26] 董满江, 毛小建, 张兆泉, 等. 水溶性环氧树脂为凝胶体系的 SiC 凝胶浇注成型[J]. *硅酸盐通报*, 2008, 27(2): 376-380.
- DONG M J, MAO X J, ZHANG Z Q, et al. Gelcasting of SiC with Epoxy Resin as Gel Former[J]. *Bulletin of the Chinese Ceramic Society*, 2008, 27(2): 376-380.
- [27] 赵兴海, 高杨, 徐美健, 等. 纳秒激光诱导石英光纤端面损伤特性研究[J]. *物理学报*, 2008, 57(8): 5027-5034.
- ZHAO X H, GAO Y, XU M J, et al. Studies on Nanosecond Laser Induced Damage to Fused Fibers[J]. *Acta Physica Sinica*, 2008, 57(8): 5027-5034.