

文章编号: 0253-2239(2008)02-0268-05

# 磷酸盐钕玻璃表面/亚表面损伤特性实验研究

张 伟<sup>1,2</sup> 朱健强<sup>1</sup>

<sup>1</sup> 中国科学院上海光学精密机械研究所高功率激光物理联合实验室, 上海 201800

<sup>2</sup> 中国科学院研究生院, 北京 100039

**摘要** 系统地研究了光学研磨过程中,磨料粒径、载荷大小以及机床转速对钕玻璃表面及亚表面损伤的影响。结果表明,机床转速和载荷基本不改变材料表面粗糙度,而较大载荷或较低机床转速产生较大的亚表面缺陷,表面粗糙度和亚表面缺陷缺陷深度基本与最大磨料粒径呈正比,载荷翻倍使亚表面缺陷与表面粗糙度的常数比值增加 0.05。研究结果为钕玻璃加工工艺改进提供了参考依据。

**关键词** 光学检测; 光学加工; 亚表面损伤; 激光玻璃; 激光损伤阈值

**中图分类号** TN244 **文献标识码** A

## Experimental Investigation on Surface/Subsurface Damage of Nd-Doped Phosphate Glass

Zhang Wei<sup>1,2</sup> Zhu Jianqiang<sup>1</sup>

<sup>1</sup> National Laboratory of High Power Laser and Physics, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China

<sup>2</sup> Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China

**Abstract** This paper investigated the influence of abrasive size, load and spindle speed in grinding process on surface/subsurface damage of Nd-doped phosphate glass experimentally. Results show that the surface roughness is affected little by spindle speed and load. Subsurface damage is much greater in low spindle speed or heavier load. Both surface roughness and subsurface damage are linear to the maximum nominal abrasive size. When the load is doubled, the ratio of subsurface damage to surface roughness increases by 0.05. All the investigating results provide essential foundation for optimizing fabrication techniques of Nd-doped phosphate glass.

**Key words** optical detection; optical fabrication; subsurface damage; laser glass; laser-induced damage threshold

## 1 引 言

磷酸盐激光钕玻璃<sup>[1,2]</sup>是高功率固体激光驱动装置中的激光能量放大介质<sup>[3]</sup>,作为核心元件,钕玻璃平板的质量直接影响到激光系统的性能。

在光学加工中,研磨是重要的成形手段之一,玻璃亚表面通常会出现各种缺陷<sup>[4]</sup>,包括裂纹、划痕、微孔金属或金属氧化物杂质等。这些亚表面缺陷在强激光辐照下可能会产生局部电磁场增强效应<sup>[5~7]</sup>或强烈的光子吸收效应<sup>[8,9]</sup>,是降低激光损伤阈值的主要原因之一。然而目前大口径激光钕玻璃仍采

用传统光学加工工艺,而且在其工艺制程中并未考虑亚表面缺陷的控制。

本文系统地研究研磨过程中的相关参量,例如磨料粒径、载荷大小以及机床转速等对钕玻璃亚表面损伤形成的影响,为在研磨过程中磷酸盐激光钕玻璃亚表面损伤的计量和控制提供参考依据。

## 2 实验方案

实验使用的样品为上海光学精密机械研究所激光玻璃研究室提供的 N31 型磷酸盐钕玻璃。样品

收稿日期: 2007-04-04; 收到修改稿日期: 2009-09-19

作者简介: 张 伟(1979—),男,江苏镇江人,博士研究生,主要从事钕玻璃亚表面缺陷方面的研究。

E-mail: wilson-siom@163.com

导师简介: 朱健强(1964—),男,江苏苏州人,研究员,博士生导师,主要从事激光驱动器方面的研究。

E-mail: jqzhu@mail.shnc.ac.cn

的直径为 60 mm,厚度为 10 mm。研磨盘的直径为 120 mm,为铜制并带有垂直凹槽。磨料为金刚石。

采用传统散粒磨料研磨工艺,对样品进行研磨。为获得样品表面/亚表面缺陷与研磨工艺参量变化的关系,选取几组不同的工艺参量。研磨盘主轴转速分别控制在 75 r/min、120 r/min 和 180 r/min,载荷选择为 20 g/cm<sup>2</sup> 和 55 g/cm<sup>2</sup>。磨料粒径选择为 W28(28~20 μm),W14(14~10 μm),W10(10~7 μm)。水和磨料的质量比为 1:4。样品的研磨时间均为 30 min。研磨后,采用 SJ-201P 型便携式表面粗糙度测量仪测量表面粗糙度峰谷(Peak-to-valley)值,每片样品表面随机采样 8 点,并取平均值。

在测量样品表面粗糙度后,采用击坑法<sup>[10,11]</sup>测量亚表面损伤深度。先用质量分数为 10% 的 HF 溶液腐蚀工件研磨表面 30 s,酸液通过毛细作用渗入裂纹扩展了原本闭合的裂纹,暴露出亚表面损伤。使用已知尺寸的钢球配合亚微米粒径金刚石磨浆在工件腐蚀区域抛出凹坑。图 1 给出了典型的凹坑形貌<sup>[12]</sup>。

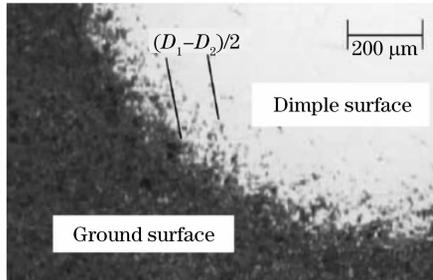


图 1 凹坑显微图

Fig. 1 Optical microphotograph of the dimple

从图 1 可以看出,在样品研磨区域呈现出贝壳状均匀粗糙毛面,这是采用脆性断裂机理进行材料去除形成的典型表面形貌。凹坑边缘的点状物即为亚表面缺陷,其密度由凹坑边缘向中心逐渐降低至零。借助读数显微镜测量出凹坑直径、亚表面缺陷点截至区域直径,通过几何关系可以计算出亚表面损伤的深度。亚表面损伤深度(SSD)可表示为<sup>[3]</sup>

Table 1 Influence of spindle speed on surface/subsurface damage

Abrasive size	High speed /μm		Moderate speed /μm		Low speed /μm	
	Surface roughness $d_{PV}$	$h_{SSD}$	Surface roughness $d_{PV}$	$h_{SSD}$	Surface roughness $d_{PV}$	$h_{SSD}$
W10	2.61±0.06	9.8	2.32±0.07	9.2	2.84±0.03	10.2
W14	3.82±0.07	9.9	3.33±0.09	12.6	3.55±0.08	13.6
W28	6.20±0.19	25.5	6.26±0.13	25.8	6.24±0.18	26.8

发现机床转速变化对亚表面损伤深度的影响也不大。其中低速时表面粗糙度和亚表面损伤均比较大,这是由于机床低速转动时磨料破碎的机率较小,

$$h_{SSD} \approx \frac{D_1 - D_2}{2} \frac{D_1}{2R} - \frac{(D_1 - D_2)^2}{8R}, \quad (1)$$

其中  $R$  为钢球半径, $D_1$  表示凹坑直径, $D_2$  为无损伤区域的直径。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 机床转速对表面/亚表面损伤的影响

选择了三种机床主轴转速,即低速 75 r/min,中速 120 r/min,高速 180 r/min。主轴转速的改变引起样品表面粗糙度和亚表面缺陷的变化如表 1 所示(载荷为 20 g/cm<sup>2</sup>)。

分析表 1 可知,在研究的速度范围内,机床转速的变化对表面粗糙度的影响很小,机床主轴转速的变化引起表面粗糙度变化最大值约为 0.5 μm。主要原因是磨料本身的强度有限。当机床转速增加时,每个磨料颗粒在单位时间内对玻璃表面的作用次数增加,同时对磨粒本身的冲击作用也增加,这就造成了单位时间内粉碎的颗粒增多。由于磨粒碎裂使实际参与研磨的磨粒数量大量增加,经由磨料传递给玻璃的作用力并不会显著增加,这可能就是表面粗糙度没有随机床转速明显变化的原因。此外,随着研磨时间的增加,磷酸盐钕玻璃研磨表面粗糙度几乎保持不变,如图 2 所示(机床主轴转速 75 r/min)。

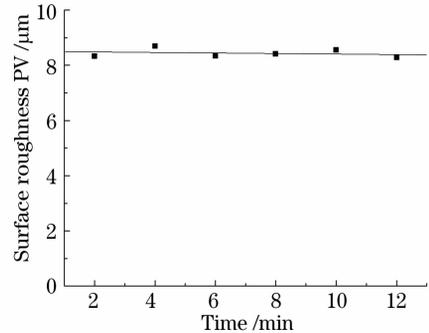


图 2 表面粗糙度随研磨时间的变化关系

Fig. 2 Relation of surface roughness PV and grinding time

表 1 机床转速对表面/亚表面损伤的影响

参与研磨的大尺度磨粒较多,因此对玻璃表面的破坏相对严重。随着机床转速的提高,去除率得到了明显提高。如图 3 所示,在不同磨料粒径尺寸下,材

料去除率随机床转速增加均表现出良好的线性增长趋势。因此我们建议在光学加工中,在综合考虑生产效率与表面/亚表面质量等因素的基础上,应尽量选用较高的机床主轴转速。

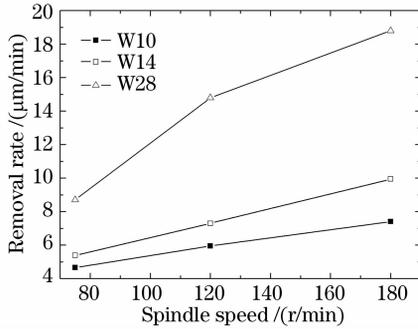


图3 机床转速对去除率的影响(载荷 20 g/cm<sup>2</sup>)

Fig. 3 Effect of spindle speed on removal rate  
(load 20 g/cm<sup>2</sup>)

### 3.2 载荷对表面/亚表面损伤的影响

为了更好地分析载荷大小对工件表面/亚表面缺陷的影响,根据样品自身重量分别选取了差异较大的载荷 20 g/cm<sup>2</sup> 和 55 g/cm<sup>2</sup>,同时综合考虑了不同机床转速的影响。表 2 和表 3 分别给出了不同机床转速条件下,两种载荷对表面粗糙度及亚表面损伤的影响结果。

表 2 载荷对表面粗糙的影响

Table 2 Influence of load on surface roughness  
peak-to-valley value

Abrasive	Speed level	Load (g/cm <sup>2</sup> )	Load (g/cm <sup>2</sup> )
		20	55
		Surface roughness $d_{pv}/\mu\text{m}$	Surface roughness $d_{pv}/\mu\text{m}$
W10	High	2.61±0.06	2.82±0.04
	Moderate	2.32±0.07	2.52±0.06
	Low	2.84±0.03	2.77±0.04
W14	High	3.82±0.07	3.30±0.07
	Moderate	3.33±0.09	3.37±0.07
	Low	3.55±0.08	3.42±0.09
W28	High	6.20±0.19	6.19±0.07
	Moderate	6.26±0.13	6.43±0.19
	Low	6.24±0.18	6.88±0.07

通过比较表 2 中对应各列数据可知,当载荷增加时,样品表面粗糙度峰谷值并没有明显增大,增幅为 0.05~0.6 μm。载荷对表面粗糙度的影响,与机床速度增大情形相仿,形成原因仍是有限的磨料机械强度。施加载荷增加了磨模对磨粒的冲击力,导致研磨过程中去除率急剧上升,如图 4 所示。材料去除率受载荷和主轴转速综合作用影响。对比图 3

数据可知,机床转速保持一定,载荷增加 1.75 倍,而去除率仅增加约 50%。表明载荷增加只造成单位时间内粉碎的磨料颗粒数增加,而磨料传递给玻璃的作用力并没有得到显著增大。磨料不仅对玻璃表面起加工作用,而且也能防止玻璃受到严重冲击,起到一定的缓冲保护作用。

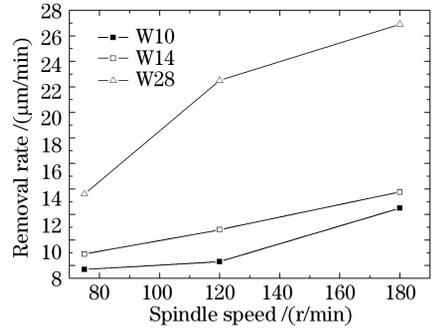


图4 机床转速对去除率的影响(载荷 55 g/cm<sup>2</sup>)

Fig. 4 Effect of spindle speed on removal rate  
(load 55 g/cm<sup>2</sup>)

从表 3 可以看出,载荷较大时产生的亚表面损伤也稍大,增幅为 0.3~4 μm。综合载荷对粗糙度的影响,认为载荷仅仅引起横向裂纹扩展速度增加导致较高的材料去除率,但是并没有引起横向裂纹深度的变化,因而横向裂纹扩展至工件自由表面脱落后形成的凹坑深度(表面粗糙度)变化很小。载荷的增加引起径向裂纹(亚表面微裂纹)向下延伸造成亚表面缺陷深度增大,因此载荷对亚表面损伤深度影响较大。在较低的机床转速较大载荷对亚表面损伤深度影响最大,增幅达到 4 μm 左右。

表 3 载荷对亚表面损伤的影响

Table 3 Influence of load on subsurface damage depth

Abrasive	Speed level	Load (g/cm <sup>2</sup> )	Load (g/cm <sup>2</sup> )
		20	55
		Surface damage /μm	Surface damage /μm
W10	High	9.8	11.2
	Moderate	9.2	10.1
	Low	10.2	10.5
W14	High	15.1	14.5
	Moderate	12.6	13.2
	Low	13.5	14.9
W28	High	25.5	24.9
	Moderate	25.8	26.6
	Low	26.7	30.5

当光学玻璃等脆性材料以脆性断裂机理实施材料去除时,产生的亚表面缺陷(径向裂纹)与表面粗糙度峰谷值存在如下关系<sup>[13]</sup>:

$$F = k \times h, \quad (2)$$

式中  $F$  是亚表面损伤层深度,  $k$  为常量,  $h$  是表面粗糙度峰谷值。需要说明的是, 亚表面缺陷深度是亚表面微裂纹长度的平均值, 表面粗糙度也是采样长度内的峰谷值, 实验中以十点平均高度作为粗糙度的表征量, 以上两项参量均表示统计值。

线性比例常数  $k$  值在亚表面缺陷深度计量方面具有重要参考价值。通常表面粗糙度的测量手段比较简单, 也比较准确。在测量获得常比例系数  $k$  后, 仅需要通过对表面粗糙度的测量就能获得较准确的亚表面缺陷深度信息。

计算出了亚表面损伤深度与表面粗糙度的比值  $k$  随机床转速和载荷的变化关系, 如表 4 所示。

表 4 载荷对亚表面损伤深度与表面粗糙度峰谷值比值的影响

Table 4 Relation of load with the ratio ( $k$ ) of subsurface damage and surface roughness

Abrasive	Speed level	Load / (g/cm <sup>2</sup> )	Load (g/cm <sup>2</sup> )
		20	55
W10	High	3.75	3.97
	Moderate	3.96	4.01
	Low	3.61	3.8
W14	High	3.95	4.4
	Moderate	3.78	3.92
	Low	3.83	4.35
W28	High	4.11	4.00
	Moderate	4.12	4.13
	Low	4.29	4.43

表 2、表 3 及表 4 的分析结果表明, 增加载荷将产生更深的亚表面损伤, 而表面粗糙度几乎不变, 因此相应的  $k$  值有所增加。例如在 20 g/cm<sup>2</sup> 载荷下,  $k=3.94\pm 0.22$ , 而在 55 g/cm<sup>2</sup> 载荷下,  $k=4.12\pm 0.17$ 。

载荷对亚表面损伤深度与表面粗糙度比值  $k$  的

影响并不大<sup>[14]</sup>, 约为载荷的 1/6 幂次方。根据实验采用的载荷大小, 由式(3)计算出的理论值  $K_2/K_1\approx 1.1$ , 而实验结果为 1.05。

$$k = 2.33\alpha_k^{2/3} \left( \frac{E}{H} \right)^{(2-5m)/3} \frac{(\cot \phi)^{1/9}}{(\sin \phi)^{1/2}} \left( \frac{P}{K_c^4/H^3} \right)^{1/6}, \quad (3)$$

其中  $E$  为杨氏模量,  $H$  为硬度,  $K_c$  为断裂应力,  $\alpha\psi$  为磨料切角,  $P$  为冲击力,  $\alpha_k$  介于 0.03 ~ 0.04 间,  $m$  介于 0.33 ~ 0.50 间。

实际上, 施加的配重载荷中仅有部分用于磨削, 这一点可以从一定机床转速下钹玻璃的去除率变化得到证明。当载荷增加 2.75 倍时, 材料的去除率仅增加 1.5 倍, 由此计算  $K_2/K_1 = 1.06$ , 和实验获得的  $k$  值非常接近。因此, 磨料对工件的实际磨削力并不等于施加的配重载荷, 根据去除率的变化得到磨削力对计算  $k$  值更具参考价值。

### 3.3 磨料粒径对表面/亚表面损伤的影响

磨料粒径越大产生的亚表面损伤深度也越大的规律, 基本呈线性关系, 如图 5(a) 所示。当载荷为 20 g/cm<sup>2</sup> 时, 亚表面损伤深度约为磨料基本粒级最大颗粒直径的  $0.96\pm 0.03$  倍。而载荷为 55 g/cm<sup>2</sup> 时, 亚表面损伤深度约为磨料基本粒级最大颗粒直径的  $1.02\pm 0.05$  倍。从上述数据可得到, 磷酸盐钹玻璃在加工中产生的亚表面损伤深度约为加工使用的磨料基本粒级最大颗粒直径。

同时磨料产生的表面粗糙度峰谷值也随磨料粒径的增加而线性增大, 如图 5(b) 所示。当载荷为 20 g/cm<sup>2</sup> 时平均表面粗糙度峰谷值约为磨料基本粒级最大颗粒直径的 0.245 倍; 而载荷为 55 g/cm<sup>2</sup> 时平均亚表面损伤深度约为磨料基本粒级最大颗粒直径的 0.247 倍。可以看出载荷对平均表面粗糙度基本无影响。

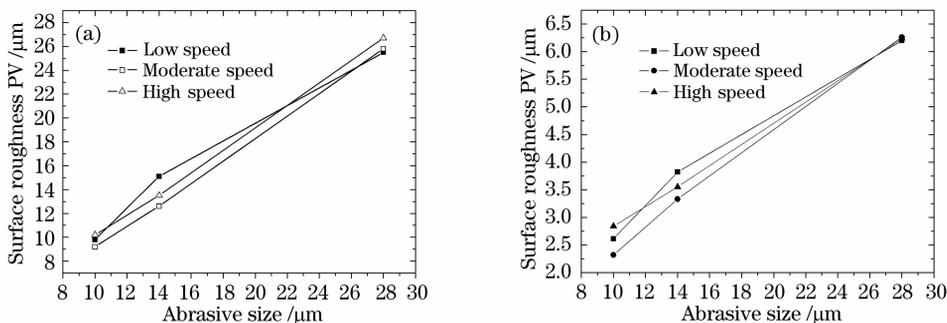


图 5 磨料粒径对亚表面缺陷(a), 表面粗糙度(b)的影响

Fig. 5 Relation between abrasive size and subsurface damage (a), surface roughness (b)

根据在表面粗糙度、亚表面缺陷深度与磨料粒径间通过实验建立的常数比例关系,由磨料粒径就可在研磨前准确预测表面/亚表面损伤深度信息,有利于研磨加工过程中的缺陷控制。

## 4 结 论

实验结果表明,磷酸盐钕玻璃在加工中产生的亚表面损伤深度约为加工使用的磨料基本粒级最大颗粒直径。机床转速和载荷基本不改变材料表面粗糙度。而较大载荷或较低机床转速产生较大的亚表面缺陷,载荷增倍使亚表面缺陷与表面粗糙度的常数比值增加 0.05。可见,较高的机床转速与较小的研磨盘载荷有利于降低磷酸盐钕玻璃加工中产生的亚表面损伤深度,提高表面加工质量。

## 参 考 文 献

- Jiang Zhonghong. ICF laser glasses[J]. *Chin. J. Lasers*, 2006, **33**(9): 1265~1276  
姜中宏. 用于激光核聚变的玻璃[J]. 中国激光, 2006, **33**(9): 1265~1276
- Hu Lili, Jiang Zhonghong. Research progress of phosphate laser glass[J]. *Bulletin of the Chinese Ceramic Society*, 2005, **5**: 125~129  
胡丽丽, 姜中宏. 磷酸盐激光玻璃研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2005, **5**: 125~129
- Feng Guoyin, Lu Baida, Kong Fanlong *et al.*. Experimental study of a Nd-glass slab oscillator and two-stage amplifier system of high beam quality[J]. *Chin. J. Lasers*, 1998, **A25**(11): 965~969  
冯国英, 吕百达, 孔繁龙 等. 高光束质量钕玻璃板条振荡放大系
- 统的实验研究[J]. 中国激光, 1998, **A25**(11): 965~969
- P. E. Miller, T. I. Suratwala, L. L. Wong *et al.*. The distribution of subsurface damage in fused silica [C]. *Proc. SPIE*, 2005, **5991**: 1~25
- F. Y. Génin, A. Salleo, T. V. Pistor *et al.*. Role of light intensification by cracks in optical breakdown on surfaces[J]. *J. Opt. Soc. Am. A*, 2001, **18**(10): 2607~2616
- N. Bloembergen. Role of cracks, pores and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at surface of transparent dielectrics[J]. *Appl. Opt.*, 1973, **12**(4): 661~664
- M. D. Feit, A. M. Rubenchik. Influence of subsurface cracks on laser induced surface damage[C]. *Proc. SPIE*, 2004, **5273**: 264~272
- Austin R R, Michaud R. Effects of structure, composition and stress on the laser damage threshold of homogeneous and inhomogeneous single films and multi-layers[J]. *Appl. Opt.*, 1973, **14**(4): 665~676
- Porteus J O. Absolute onset of optical surface damage using distributed defect ensembles[J]. *Appl. Opt.*, 1984, **233**(21): 3796~3805
- A. Lindquist, Stephen D. Jacobs, A. Feltz. Surface preparation technique for rapid measurement of sub-surface damage depth [C]. *Science of Optical Finishing*, Washington, D. C: OSA, 1990. 57~60
- Yiyang Zhou, Paul D. Funkenbusch, David J. Quesnel *et al.*. Effect of etching and imaging mode on the measurement of subsurface damage in microground optical glasses[J]. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 1994, **77**(12): 3277~3280
- Fuqian Yang. Effect of subsurface damage on indentation behavior of ground ULE™ glass [J]. *J. Non-Cryst. Solids*, 2005, **351**: 3861~3865
- P. Paul Hed, David F. Edwards. Optical glass fabrication technology. 2: Relationship between surface roughness and subsurface damage[J]. *Appl. Opt.*, 1987, **26**(21): 4677~4680
- Joseph A. Randi, John C. Lambropoulos, Stephen D. Jacobs. Subsurface damage in some single crystalline optical materials [J]. *Appl. Opt.*, 2005, **44**(12): 2241~2249