

doi:10.3788/gzxb20184701.0124001

集群磁流变抛光参数对亚表面损伤深度的影响

肖强, 陈刚

(西安工业大学 机电工程学院, 西安 710021)

摘 要:建立了亚表面损伤深度与抛光参数的关系模型,探究集群磁流变抛光后单晶蓝宝石亚表面损伤深度与集群磁流变抛光参数的关系,研究了抛光参数对亚表面损伤深度的影响规律,运用正交实验验证了模型的合理性.实验中使用白光干涉仪作为测量工具, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 抛光液作为抛光液,每个实验因素选择三个水平,结果表明:集群磁流变抛光中,单晶蓝宝石亚表面损伤深度与磨粒粒径和抛光压力有关,亚表面损伤深度随着抛光压力和磨粒粒径的增大而增大,抛光压力对亚表面损伤深度的影响远大于磨粒粒径.当抛光压力和磨粒粒径分别为 25 kg 和 280 nm 时,经过 100 min 抛光,亚表面损伤深度最小值达到 0.9 nm.在集群磁流变抛光中抛光压力是影响亚表面损伤深度的主要因素,当抛光压力为 25 kg 时,集群磁流变抛光可快速去除亚表面损伤.

关键词:特种加工工艺;损伤;正交实验;蓝宝石;抛光;压力;磨粒

中图分类号: TG580.692; TN305.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4213(2018)01-0124001-7

Effect of Cluster Magnetorheological Finishing Parameters on Subsurface Damage Depth

XIAO Qiang, CHEN Gang

(School of Mechatronic Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710021, China)

Abstract: In order to explore the relationship between single crystal sapphire subsurface damage depth and polishing parameters of cluster magnetorheological finishing, a relationship model of the subsurface damage depth and the polishing parameters was established. The influence of the polishing parameters on the subsurface damage depth was studied, the relation model was verified by orthogonal experiments. White light interferometer was used as the measuring tool, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ was used as the polishing liquid, and three levels were selected for each experimental factor in the experiment. The experimental results show that the subsurface damage depth is related to abrasives size and polishing pressure, the subsurface damage depth increases with the increase of the polishing pressure and the abrasives size. The effect of the polishing pressure on the subsurface damage depth is much greater than that of the abrasives size. When the polishing pressure and the abrasives size are 25 kg and 280 nm, the minimum subsurface damage depth reach 0.9 nm after 100 minutes polishing, the polishing pressure is the main factor affecting the subsurface damage depth in cluster magnetorheological finishing. Under the current experimental conditions, the subsurface damage can be quickly removed when the polishing pressure is 25 kg.

Key words: Special processing technology; Defects; Orthogonal experiment; Sapphire; Polishing; pressure; Abrasives

OCIS Codes: 240.5450; 240.6700; 160.0160; 160.4670

基金项目: 陕西省自然科学基金(No.2014JM7257),陕西省教育厅重点实验室(No.16JS046),陕西省教育厅重点实验室访问学者项目(No.14JS029)和陕西省特种加工重点实验室开放基金(No.ST-11006)资助

第一作者: 肖强(1976-),男,教授,博士,主要研究方向为精密超精密加工. Email:175230206@qq.com

通讯作者: 陈刚(1992-),男,硕士研究生,主要研究方向为特种加工. Email:373658518@qq.com

收稿日期: 2017-06-21; **录用日期:** 2017-09-01

<http://www.photon.ac.cn>

0 引言

单晶蓝宝石基片具有很好的红外线透光性,耐磨性以及很高的硬度,其硬度达到莫氏硬度 9 级,仅次于金刚石,强度高,热导率高,抗热冲击性好.这些优良特性使得其在 LED、消费电子、科学研究、医疗器械和航空航天等领域具有很广泛的应用^[1-2].随着各个领域产品性能不断发展,对单晶蓝宝石基片的要求也越来越高,例如超高亮度的 LED 要求蓝宝石衬底材料达到理想状态,即晶格完整,无任何缺陷^[3].目前获得高质量单晶蓝宝石基片的传统工序是切片、研磨、抛光,研磨过程中的硬磨料(例如金刚石, B₄C 等)很容易造成蓝宝石的脆性断裂和表面划痕,损害亚表面层材料的晶体结构.研磨加工形成的亚表面损伤严重影响单晶蓝宝石基片的使用寿命、光学性能和机械性能.因此研究亚表面损伤层的形成机理并选择合适的方法去除亚表面损伤层,对提高单晶蓝宝石基片的应用性能具有重要意义. Malki Pinkas 等^[4]采用热退火法消除蓝宝石的亚表面损伤,研究发现光学抛光蓝宝石的亚表面损伤深度小于 3 μm,并且在 1 450 °C 的高温下热处理 72 h 后可以完全愈合. Purushottam Kumar 等^[5]研究了使用各种蚀刻剂的低温蚀刻法,以揭示在研磨过程中造成的蓝宝石晶片中的亚表面损伤.通过重复化学机械抛光和蚀刻,将亚表面损伤层深度确定为 2.2 ± 0.1 μm. Li 等^[6]在考虑延性效应、晶体取向效应和材料降解作用的前提下建立了硅研磨过程造成的亚表面损伤与表面粗糙度之间的关系模型,基于该模型,通过测量表面粗糙度就可以准确评估亚表面损伤深度.石峰等^[7]运用磁流变抛光方法去除 K9 平面玻璃的亚表面损伤,实验结果表明,经过 156 min 的磁流变粗抛,去除了 50 μm 深度的亚表面损伤层.显然,在亚表面损伤方面的研究众多,但到目前为止,关于单晶蓝宝石亚表面损伤深度与集群磁流变抛光参数的关系方面的研究鲜有报道

集群磁流变抛光是在磁流变抛光技术的基础上发展而来的一种新型的光学表面加工方法^[8],尤其适合对平面工件进行抛光,具有抛光效果好和成品率高的优点,然而此抛光方法是否会产生亚表面损伤,以及抛光参数与亚表面损伤深度的关系尚不明.本文将建立集群磁流变抛光参数与单晶蓝宝石亚表面损伤深度的关系模型,并通过实验验证模型的合理性,得出抛光参数对亚表面损伤深度的影响规律.最后,确定最优抛光参数,为单晶蓝宝石亚表面损伤的去除提供参考依据.

1 集群磁流变抛光中抛光参数与亚表面损伤深度的关系

单晶蓝宝石的研磨位于切片工序之后,其目的是去除切痕、提高基片的平面度,为后续的抛光工序降低工作量.研磨过程中,由于硬质磨料的粒径、棱角、形状均不同,介于研磨盘和基片之间的硬质磨料在均布载荷的作用下与基片表面的接触方式也不尽相同,因此当研磨盘与基片发生相对运动时,磨料对基片材料去除方式包括两体脆性去除、两体延性去除、三体脆性去除和三体延性去除四种.如图 1 所示,当材料去除方式为脆性去除时,硬质磨料嵌入基片表面,在塑性变形区域下形成了平行于表面的横向裂纹和垂直于表面的径向裂纹,横向裂纹导致切屑脱落,降低表面粗糙度,径向裂纹则引起亚表面损伤^[9-10].

集群磁流变抛光原理如图 2 所示,研磨盘由绝磁材料制成,其中均匀镶嵌了数个微小磁极,抛光前,将磁

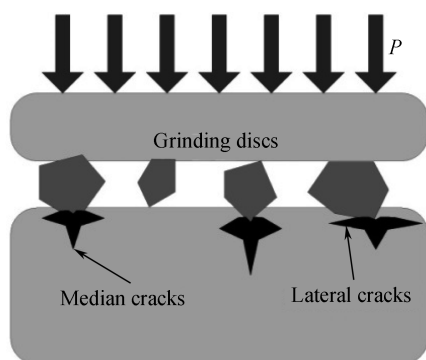


图 1 亚表面损伤形成示意图

Fig.1 The schematic diagram of subsurface damage formation

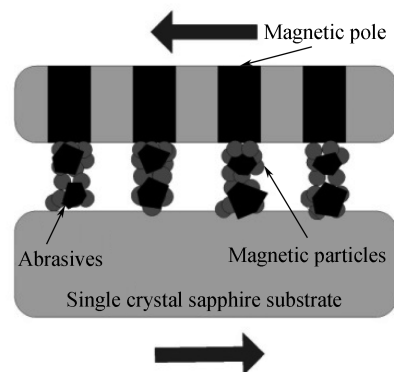


图 2 集群磁流变抛光单晶蓝宝石基片示意图

Fig.2 The schematic diagram of cluster magnetorheological polishing single crystal sapphire substrate

流变液均匀涂抹在磁极上,在磁场作用下,磁流变液中的磁性微粒出现极化现象,形成偶极子,偶极子克服热运动作用形成沿磁场方向的链状结构,混入其中的非磁性磨粒就被极化链“裹挟”着到达基片表面,当磨粒与基片发生相对运动时,磨料依靠对基片表面产生的剪切力实现材料去除^[11-12]。

涂抹在磁极上的磁流变液在磁场的作用下,形成一个个“微磨头”,抛光过程中“微磨头”与基片的有效接触总面积越大单位时间内的材料去除量越多,然而有效接触总面积对抛光后基片的面形精度和表面粗糙度影响较小.由于磁极是均匀镶嵌在研磨盘上,因此抛光过程中单位时间内与基片接触的“微磨头”数量是一定的,又因为磁极的规格相同,所以单位时间内“微磨头”与基片的有效接触总面积是一定的.研磨盘的面积确定,镶嵌在其中的磁极数量是有限的,当增加磁极数量时势必将减小磁极头的面积,即减小了“微磨头”的面积,因此实际“微磨头”与基片的有效接触总面积与未增加磁极数量时相比是一样的.因此,磁极数量不影响抛光质量.

抛光液和磨粒的存在使得集群磁流变抛光与传统抛光的材料去除过程在本质上基本上是相同的,磨粒同样有可能嵌入基片表面.因此可利用传统研磨过程中研磨参数与亚表面损伤深度的关系研究集群磁流变抛光中抛光参数与亚表面损伤深度的关系.Lambropoulos^[13]基于印压断裂理论得出了径向裂纹的理论计算式为

$$C_m = [0.027 + 0.09(m - 1/3)]^{2/3} (E/H)^{(1-m)2/3} (\cot \varphi)^{4/9} (P/K_c)^{2/3} \quad (1)$$

式中, C_m 为径向裂纹深度; E 为材料弹性模量; H 为材料硬度; K_c 为材料断裂韧性; P 为印压载荷; φ 为压头锐度角; m 为一常数,其值在1/3和1/2之间.

假设亚表面损伤深度等于径向裂纹深度,单晶蓝宝石基片特性参数^[14-16]为 $H = 31 \text{ GPa}$, $E = 382 \text{ GPa}$, $K_c = 1.99 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, m 取1/3,得到单晶蓝宝石基片集群磁流变抛光中亚表面损伤深度与抛光参数的关系式为

$$\text{SSD} = 1.9(\cot \varphi)^{4/9} P^{2/3} \quad (2)$$

式中,SSD为亚表面损伤深度; φ 为压头锐度角; P 为施加在基片表面的压力.集群磁流变抛光中,作用在基片表面的力主要包括抛光液流过微磨头与基片间隙所产生的流体动压力,磁极产生的磁化压力和磁致伸缩压力,研磨盘作用在基片表面的抛光压力,以及抛光液浮力,即

$$P = P_d + P_m + P_g + P_f + P_s \quad (3)$$

式中, P_d 为流体动压力; P_m 为磁化压力; P_g 为抛光压力; P_f 为抛光液浮力,远小于其他压力,计算时忽略不计; P_s 为磁致伸缩压力,磁流变液不可压缩,故 P_s 为零.因此式(2)转化为

$$\text{SSD} = 1.9(\cot \varphi)^{4/9} (P_d + P_m + P_g)^{2/3} \quad (4)$$

分析可知,流体动压力和抛光液的黏度和流速密切相关,当抛光液和抛光状态确定后,流体动压力几乎不变,并且与抛光压力相比其值较小,因此对亚表面损伤的形成影响较小.磁化压力与磁场强度和磁流变液有关,集群磁流变抛光中,采用永磁体作为磁场发生装置,磁场强度不变,且抛光过程中磁流变液不更换,所以磁化压力也不变.考虑到磨粒粒径越大,压头锐度角越大,因此式(4)中亚表面损伤深度只与抛光压力和磨粒粒径有关,且亚表面损伤深度随着抛光压力和磨粒粒径增大而增大.

2 实验

2.1 样品制备

实验样品为直径100 mm、厚度0.5 mm的C向单晶蓝宝石基片,其初始粗糙度在300~350 μm 之间.每个基片测量前均需在超声波清洗机中清洗5 min,再在干燥皿中烘干.

2.2 测量方法

实验采用英国Taylor Hobson公司生产的Taylor Surf CCI2000白光干涉仪检测亚表面损伤深度,其纵向分辨率可达到1 nm,最大检测深度可达400 μm ,并且可获得基片表面三维形貌图,是一种非破坏性检测方法.在基片表面的中心与边缘的中间区域选择4个点作为测量点,分别测量4个点处的亚表面损伤深度取平均值,测量点分布如图3所示.

2.3 实验设计

首先对基片精磨,然后再进行集群磁流变抛光实验.所有精磨实验在JP350C高速精磨抛光机上完成,集群磁流变抛光实验在西安工业大学自行研制的磁流变抛光机上进行.所有基片均使用粒度为W3.5的碳化硼研磨液精磨,研磨液浓度为30%,抛光机转速为20 r/min.精磨200 min后,测量所有基片亚表面损伤深度,其值在25 nm左右.

采用正交实验探究集群磁流变抛光实验中单晶蓝宝石基片亚表面损伤深度与磨粒粒径和抛光压力的关系,制定因素水平表如表1,抛光液为 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

抛光液,PH值为12,浓度为30%,研磨盘转速25 r/min,载物盘转速17 r/min,抛光时长40 min.

表1 集群磁流变抛光实验因素与水平分布表

Table 1 Experimental factors and level distribution table of cluster magnetorheological polishing

Factor	A abrasives size/nm	B polishing pressure/kg
Level 1	280	25
Level 2	400	45
Level 3	500	65

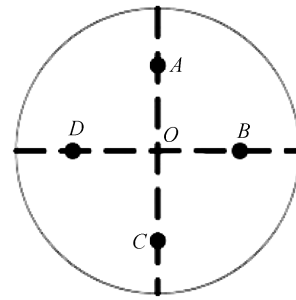


图3 测量点分布示意图

Fig.3 The schematic diagram of the measurement points distribution

3 结果及分析

3.1 正交实验结果及分析

实验结果如表2,根据表中数据以各个因素的水平为横坐标,以亚表面损伤深度均值为纵坐标,得到集群磁流变抛光亚表面损伤深度的因素与水平关系图.

表2 集群磁流变抛光正交实验结果

Table 2 Orthogonal experimental results of cluster magnetorheological polishing

Experiment number	Experimental program		Experimental results
	A abrasives size	B polishing pressure	Subsurface damage depth/nm
a	1	1	7.16
b	1	2	27.68
c	1	3	53.65
d	2	1	12.35
e	2	2	32.24
f	2	3	64.37
g	3	1	15.47
h	3	2	37.55
i	3	3	68.30
Mean 1	29.50	11.66	
Mean 2	36.32	32.49	
Mean 3	40.44	62.11	
Range	10.94	50.45	

由表2中极差大小可以看出,单晶蓝宝石基片集群磁流变抛光过程中,抛光压力对亚表面损伤深度的影响大于磨粒粒径.由图4可以看出,当抛光压力不变,磨粒粒径为280 nm时亚表面损伤深度最小;当磨粒粒径不变,抛光压力为25 kg时亚表面损伤深度最小,本实验的最佳参数为磨粒粒径280 nm,抛光压力25 kg.

3.2 磨粒粒径对亚表面损伤深度的影响

图5为当抛光压力固定时,磨粒粒径对亚表面损伤深度的影响.由图中可以看出,随着磨粒粒径的增大,亚表面损伤深度缓慢增长,磨料粒径越大,能够嵌入基片表面的深度就越大,亚表面损伤就越严重.结合正交实验的结果可知,磨粒粒径对单晶蓝宝石基片亚表面损伤深度的影响较小,为次要影响因素.

3.3 抛光压力对亚表面损伤深度的影响

图 6 为当磨粒粒径固定时,抛光压力对亚表面损伤深度的影响.在不同抛光压力下,亚表面损伤深度截然不同.当抛光压力为 25 kg 时,亚表面损伤深度小于初始值,即集群磁流变抛光实现了去除亚表面损伤的目的.而当抛光压力为 45 kg 和 65 kg 时,亚表面损伤深度均高于初始值,且抛光压力越大,亚表面损伤深度越大.

集群磁流变抛光是一种柔性抛光方法,抛光过程中,磁性微粒形成的极化链能够退让,当磨粒受到基片的反作用力较大时,磨粒能够沿着受力方向没入极化链中,避免磨粒嵌入基片表面,造成亚表面损伤.当抛光压力较小时,磨粒受到的正压力为磁性微粒受到的磁场力和抛光液产生的流体动压力,其值较小,无法将磨粒压入基片表面,因此可以去除亚表面损伤.然而当抛光压力过大时,集群磁流变的抛光状态被破坏,磁性微粒形成的极化链被压溃,磨粒直接与磁极所在的研磨盘相接触,抛光状态如图 7 所示,转化为传统的机械研磨,随着抛光时间的增长,亚表面损伤更加严重.图 8 为正交实验中 a、b、c 号实验后单晶蓝宝石基片表面三维形貌图,由图可以看出,抛光压力增大后,表面粗糙度增大并产生划痕.

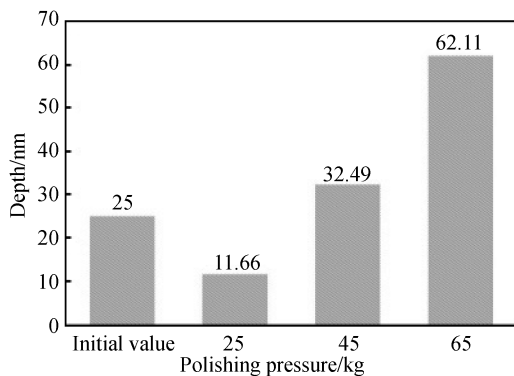


图 6 抛光压力对亚表面损伤深度的影响规律
Fig.6 Effect of polishing pressure on subsurface damage depth

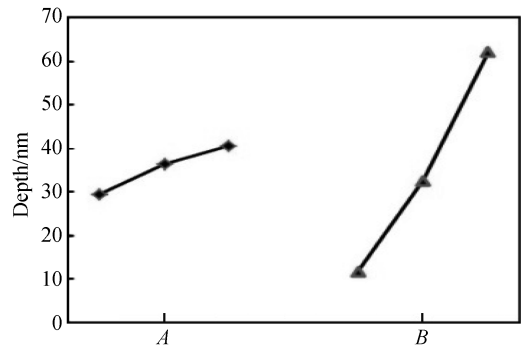


图 4 亚表面损伤深度因素与水平关系图
Fig.4 The diagram of factor and horizontal relationship of subsurface damage depth

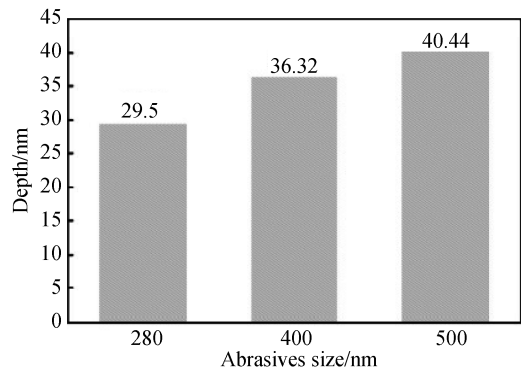


图 5 磨粒粒径对亚表面损伤深度的影响规律
Fig.5 Effect of particle size on subsurface damage depth

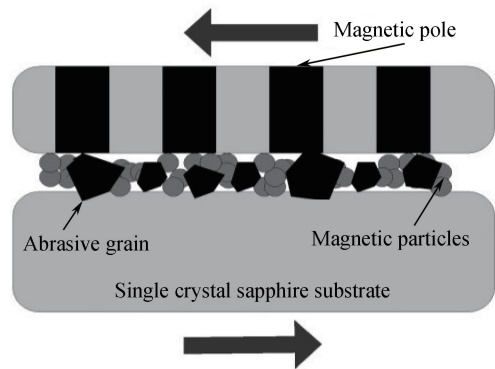
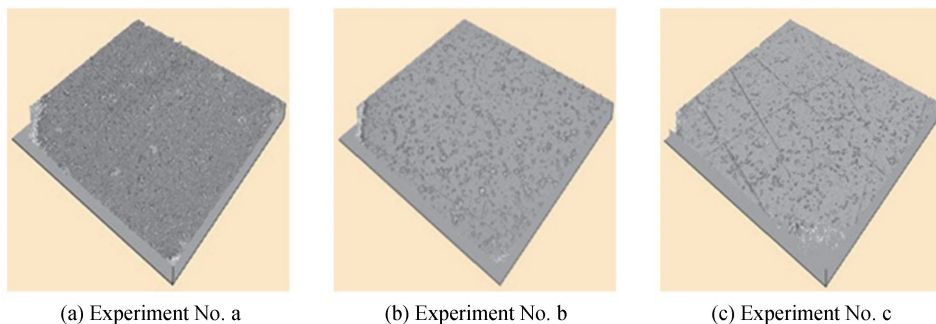


图 7 集群磁流变抛光状态图
Fig.7 The schematic diagram of cluster magnetorheological polishing mode



(a) Experiment No. a (b) Experiment No. b (c) Experiment No. c

图 8 单晶蓝宝石基片表面三维形貌图
Fig.8 Surface three-dimensional topography of single crystal sapphire substrate

3.4 单晶蓝宝石基片集群磁流变抛光去除亚表面损伤

由正交实验结果可知,实验的最佳参数为磨粒粒径 280 nm,抛光压力 25 kg,为验证集群磁流变抛光能够去除单晶蓝宝石基片亚表面损伤,在最佳参数下进行实验.图 9 为 j 号基片抛光后的三维表面形貌图,图 10 为 j 号基片 4 个测量点处在不同抛光时刻的亚表面损伤深度,随着抛光时间的增长,基片上各个点处的亚表面损伤都不断减小.在前 80 min 的抛光时间内,亚表面损伤去除速率较快,这是因为亚表面损伤由水解层和亚表面缺陷层组成,而亚表面缺陷层几乎全部位于水解层以下,水解层的质地相对较软,经过短暂抛光后,亚表面损伤深度就会明显减小.另外,在抛光初期磁流变液形成的微磨头切削性能良好,能够快速去除基片表面材料,降低亚表面损伤深度.80 min 后亚表面损伤深度减小幅度趋于平缓,最终达到最小值.经过 100 min 抛光,j 号基片 4 个测量点 A、B、C、D 处亚表面损伤深度分别为 1.05 nm、0.9 nm、1.23 nm 和 1.3 nm,继续增加抛光时间,亚表面损伤深度无明显降低.

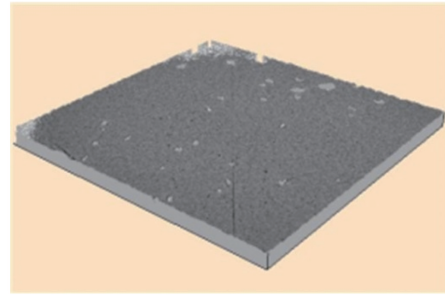


图 9 经过 100 min 抛光后 j 号基片表面三维形貌
Fig. 9 Surface three-dimensional topography of No. j substrate after 100 minutes polishing

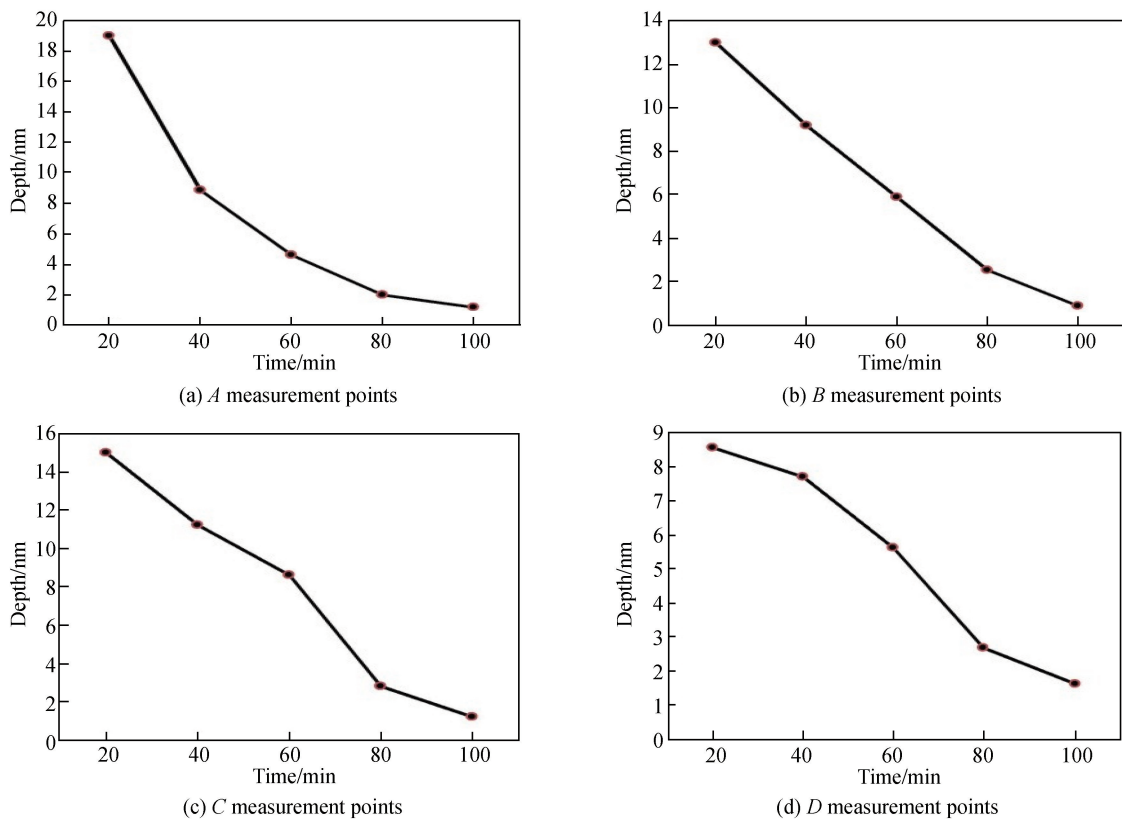


图 10 j 号基片 4 个测量点处亚表面损伤深度
Fig.10 Subsurface damage depth of No. j substrate at the four measurement points

4 结论

基于亚表面损伤的形成机理,理论分析了运用集群磁流变抛光法对单晶蓝宝石基片抛光时,亚表面损伤深度与各抛光参数的关系,建立了关系模型,并进一步通过正交实验研究了各抛光参数对单晶蓝宝石亚表面损伤深度的影响规律.研究发现集群磁流变抛光过程中,单晶蓝宝石基片亚表面损伤深度与抛光压力和磨粒粒径密切相关,并且亚表面损伤深度随着抛光压力和磨粒粒径的增大而增大.正交实验结果表明,抛光压力对单晶蓝宝石基片亚表面损伤深度的影响远远大于磨粒粒径,抛光压力是决定抛光过程中是否产生亚表面

损伤的关键因素.在现有实验条件下,当磨粒粒径为 280 nm,抛光压力为 25 kg 时,集群磁流变抛光能够去除单晶蓝宝石基片机械研磨过程造成的亚表面损伤,随着抛光时间的增长,亚表面损伤深度逐渐减小,经过 100 min 的抛光,基片亚表面损伤深度达到 0.9 nm.该研究结果为单晶蓝宝石的抛光和亚表面损伤的去除提供了参考依据.

参考文献

- [1] FAN Zhi-gang, LIU Jian-jun, XIAO Hao-su, *et al.* Research progress on growth technique and application of sapphire single crystal[J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2011, **39**(5): 880-891.
范志刚,刘建军,肖昊苏,等. 蓝宝石单晶的生长技术及应用研究进展[J]. 硅酸盐学报, 2011, **39**(5): 880-891.
- [2] AKSELROD M S, BRUNI F J. Modern trends in crystal growth and new applications of sapphire[J]. *Journal of Crystal Growth*, 2012, **360**(1): 134-145.
- [3] WANG Ji-cui, DENG Qian-fa, ZHOU Zhao-zhong, *et al.* The study on the method of mechano-chemical polishing about the grinding polishing of sapphire[J]. *Surface Technology*, 2011, **40**(5): 101-103.
王吉翠,邓乾发,周兆忠,等. 蓝宝石晶片机械化学研磨抛光新方法研究[J]. 表面技术, 2011, **40**(5): 101-103.
- [4] PINKAS M, LOTEM H, GOLAN Y, *et al.* Thermal healing of the sub-surface damage layer in sapphire[J]. *Materials Chemistry & Physics*, 2010, **124**(1): 323-329.
- [5] KUMAR P, LEE J, LEE G, *et al.* Low temperature wet etching to reveal sub-surface damage in sapphire substrates[J]. *Applied Surface Science*, 2013, **273**(2): 58-61.
- [6] LI H N, YU T B, ZHU L D, *et al.* Analytical modeling of grinding-induced subsurface damage in monocrystalline silicon [J]. *Materials & Design*, 2017, **130**(2017): 250-262.
- [7] SHI Feng, DAI Yi-fan, PENG Xiao-qiang, *et al.* Removal of subsurface damage in grinding by magnetorheological finishing[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2010, **18**(1): 162-168.
石峰,戴一帆,彭小强,等. 磁流变抛光消除磨削亚表面损伤层新工艺[J]. 光学精密工程, 2010, **18**(1): 162-168.
- [8] PAN Ji-sheng, YAN Qiu-sheng, LU Jia-bin, *et al.* Cluster magnetorheological effect plane polishing technology[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2014, **50**(1): 205-212.
潘继生,阎秋生,路家斌,等. 集群磁流变平面抛光加工技术[J]. 机械工程学报, 2014, **50**(1): 205-212.
- [9] CHANG Y P, HASHIMURA M, DORNFELD D A. An investigation of material removal mechanisms in lapping with grain size transition[J]. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 2000, **122**(3): 413-419.
- [10] ESMAEILZARE A, RAHIMI A, REZAEI S M. Investigation of subsurface damages and surface roughness in grinding process of zerodur ©; glass-ceramic[J]. *Applied Surface Science*, 2014, **313**(7): 67-75.
- [11] GUO Zhong-da, WANG Xin-hai, YANG Zhi-qiang, *et al.* Influence of plasticity on comet tail phenomenon in magnetorheological finishing[J]. *Journal of Xi'an Technological University*, 2010, **30**(2): 112-116.
郭忠达,王新海,阳志强,等. 磁流变抛光可塑性对彗尾疵病的影响[J]. 西安工业大学学报, 2010, **30**(2): 112-116.
- [12] PAN J S, YAN Q S. Material removal mechanism of cluster magnetorheological effect in plane polishing[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2015, **81**(9): 2017-2026.
- [13] LAMBROPOULOS J C, JACOBS S D, RUCKMAN J. Material removal mechanisms from grinding to polishing[J]. *British Ceramic Transactions*, 1999, **102**: 113-128.
- [14] 柯瑞. 辐照/压痕载荷/表面图形化条件下蓝宝石单晶性能研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2014: 1-116.
- [15] ZHANG Sheng-bin, ZUO Dun-wen, LU Wen-zhuang, *et al.* Optical and electrical properties of vanadium pentoxide films prepared by RF reactive magnetron sputtering[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2015, **23**(9): 2438-2445.
张圣斌,左敦稳,卢文壮,等. 磁控溅射法制备的五氧化二钒薄膜光电特性[J]. 光学精密工程, 2015, **23**(9): 2438-2445.
- [16] HU Ke-yan, XU Jun, TANG Hui-li, *et al.* Study on methods to strengthen and toughen sapphire crystal by carbon doped grown by temperature gradient technique (TGT)[J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2013, **28**(3): 307-311.
胡克艳,徐军,唐慧丽,等. 温梯法生长掺碳强韧化蓝宝石单晶的研究[J]. 无机材料学报, 2013, **28**(3): 307-311.

Foundation item: Shaanxi Provincial Natural Science Foundation Project (No.2014JM7257), Shaanxi Provincial Department of Education Key Laboratory Project (No.16JS046), Shaanxi Provincial Department of Education Key Laboratory Visiting Scholar Program (No. 14JS029), Shaanxi Provincial Special Processing Key Laboratory Open Fund Project (No.ST-11006)