

## 多晶金刚石固结磨料研磨垫精研石英玻璃的性能探索

朱永伟, 沈琦, 王子琨, 凌顺志, 李军, 左敦稳

(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, 江苏 南京 210016)

**摘要:** 通过粘结剂将单晶金刚石制成粒径更大的多晶金刚石。采用 SEM 观察了多晶金刚石的微观形貌, 分别制备了单晶和多晶金刚石固结磨料研磨垫, 比较了单晶与多晶金刚石固结磨料研磨垫的研磨性能。结果表明: 单晶金刚石固结磨料垫与多晶金刚石固结磨料垫精研石英玻璃的表面粗糙度相似; 但多晶金刚石固结磨料垫的材料去除率更高且稳定; 多晶金刚石在研磨过程中的微破碎, 确保了其自修整过程的实现。另外, 多晶金刚石研结磨料垫研磨的石英玻璃亚表面损伤层深度小, 约为原始单晶金刚石粒径的 1/2。

**关键词:** 多晶金刚石; 石英玻璃; 固结磨料研磨垫; 研磨性能

**中图分类号:** TG732 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201645.1003003

## Lapping performance on quartz glass of fixed abrasive pad embedded with multi-grain diamond grits

Zhu Yongwei, Shen Qi, Wang Zikun, Ling Shunzhi, Li Jun, Zuo Dunwen

(Jiangsu Provincial Key Laboratory of Precision and Micro Manufacturing Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

**Abstract:** Multi-grain diamond grits were prepared through binding micro diamond particles with binder. SEM (Scanning Electron Microscope) was adopted to observe their microscopic morphology, and both multi-grain diamond grits and single diamond grits are made into fixed abrasive pads (FAP). The lapping performance of FAP embedded with multi-grain diamond particles was compared with that with single diamond particles. Results show that the average surface roughness lapped with multi-grain diamond FAP is almost the same as that lapped with single diamond FAP, and the multi-grain diamond FAP shows a higher and more stable material removal rate. The micro-fracture of multi-grain diamond grit in lapping process guarantees the realization of self-conditioning of hydrophilic FAP. In addition, the subsurface damage depth of quartz glass lapped with multi-grain diamond FAP is much smaller, which is only about 1/2 of that with single diamond FAP.

**Key words:** multi-grain diamond; quartz glass; fixed abrasive pad; lapping performance

收稿日期: 2016-02-05; 修订日期: 2016-03-03

基金项目: 航空科学基金(2014ZE52055); 江苏省精密与微细制造技术重点实验室开放基金;  
南京航空航天大学研究生创新基地开放基金(kfjj20160h502)

作者简介: 朱永伟(1967-), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事精密超精密加工、表面工程等方面的研究。Email: meeywzhu@nuaa.edu.cn

通讯作者: 沈琦(1992-), 女, 硕士, 主要从事精密超精密加工方面的研究。Email: sevshenqi@163.com

## 0 引言

石英玻璃是二氧化硅单一组分的特种工业玻璃,具有极低的热膨胀系数,高的耐温性,极好的化学稳定性,优良的电绝缘性,在紫外、可见光及近红外区域透射性能优越。它是空间技术、原子能工业、国防装备、通讯等关键工业中不可缺少的优良材料之一<sup>[1]</sup>。熔石英表面及亚表面的裂纹大大降低了其激光损伤阈值<sup>[2-3]</sup>。

研磨加工过程中引入的亚表面损伤最大深度约为磨粒粒度的 1/2<sup>[4-5]</sup>。杨明红等采用 HF 蚀刻+逐层抛光法对游离磨料研磨后熔石英的亚表面损伤层进行了表征,其值与磨粒粒度相当<sup>[6-8]</sup>。南京航空航天大学采用亲水性固结磨料技术研磨与抛光石英,利用亲水性树脂遇水溶胀的特点,大大提高了加工过程的稳定性,聚合物基体的“退让”特性,使工件的亚表面损伤和表面粗糙度下降<sup>[9-12]</sup>。

(类)多晶体金刚石由很多细小的金刚石颗粒和一定比例的粘结剂烧结而成。加工过程中,类多晶金刚石间的粘结剂因疲劳而破坏,使该类金刚石具有极佳的自锐特性,可以避免大颗粒金刚石易出现的“钝化”现象,加工过程的稳定性得到明显改善<sup>[13-15]</sup>。

目前,亲水性固结磨料研抛垫中的金刚石磨料,均为单晶金刚石。研磨抛光过程中,磨粒受力较小,磨粒极难出现微破碎,影响了其自锐性,加工稳定性下降,不易体现亲水性固结磨料研抛垫的自修整特性。

国内外关于将(类)多晶金刚石用于亲水性固结磨料研抛垫的报道较少。该研究中,采用陶瓷结合剂,制备(类)多晶金刚石,观察其表面形貌,并将其制成固结磨料研磨垫,探索其研磨石英玻璃的性能,为(类)多晶体磨料在固结磨料研磨垫的应用提供理论指导。

## 1 实验材料与条件

### 1.1 (类)多晶金刚石制备

金刚石多晶体的制备包括混料、制粒和烧结过程。混料过程,将原始粒径 3~5 μm 金刚石和粘结剂按一定的比例充分混合并烘干,得到金刚石与粘结剂的混合粉末。制粒就是将混合粉末制成较大粒径磨料的过程,利用胶黏剂将混合粉末润湿搅匀,再将其

烘干并筛分,再将其高温烧结,得到所需的(类)多晶体金刚石磨料。制备所得的多晶金刚石磨料用 Hitachi S-4800 扫描电子显微镜(SEM)观察其微观表面形貌。

### 1.2 研磨实验

将 3~5 μm 的单晶金刚石和由 3~5 μm 制成的(类)多晶金刚石(粒度 270/300 目)用同样的配方分别制成固结磨料研磨垫 1# 和 2#,用于石英玻璃的精研实验。每组实验持续研磨 6 片工件,除第一次需研磨前修盘,之后均不修盘,每片研磨 30 min。研磨参数如表 1 所示。

表 1 石英玻璃精研工艺参数

Tab.1 Process parameters for fine lapping process of quartz glass

Lapping process	Pad	Main disk rotational speed /rpm	Work station rotational speed/rpm	Lapping pressure /KPa	Lapping time per piece/min
1	1#	85	80	20	30
2				30	
3	2#	85	80	20	30
4				30	

研磨液成分为:3%三乙醇胺+0.3%OP-10 乳化剂,研磨液流量是 100 mL/min。试验前,所有石英工件先用金刚石粒径为 5~10 μm 的固结磨料研磨垫研磨 5 min,保证实验前石英玻璃的表面形貌一致。

### 1.3 材料去除率与表面粗糙度

采用精密分析天平称量加工前后石英玻璃样品的质量,用千分尺测量石英玻璃加工前的厚度,通过公式(1)就可以计算出石英玻璃在精研中的材料去除率 MRR。

$$MRR = \frac{(m_1 - m_2) \cdot h_1 \times 10^6}{m_1 \cdot t} \quad (1)$$

式中: $m_1$ 、 $m_2$  分别为石英玻璃加工前后的质量,单位是 g; $h_1$  为石英玻璃加工前的原始厚度,单位是 mm; $t$  为加工时间,单位是 min。

加工后的表面粗糙度用非接触式的 Bruker ContourGT-K 三维光学显微镜进行测量。

### 1.4 亚表面损伤

研磨后工件的亚表面损伤层参数将决定抛光工艺的制订,抛光时将研磨过程引入的亚表面损伤层

完全去除。该实验中拟采用角度抛光法测量固结磨料研磨垫研磨石英玻璃的亚表面损伤层深度,分为角度抛光(图 1)、轮廓测量(图 2)、裂纹腐蚀等阶段。

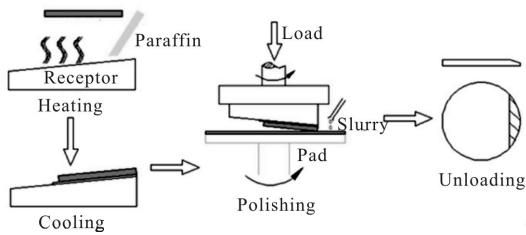


图 1 角度抛光法原理

Fig.1 Schematic illustration of angle polishing process

用 Nanomap 三维形貌仪扫描抛光后的斜面基准线轮廓,从图 2(a)标记的起点扫至终点,得到与图 2(b)类似的轮廓扫描线,作为测量亚表面损伤深度的基准线。

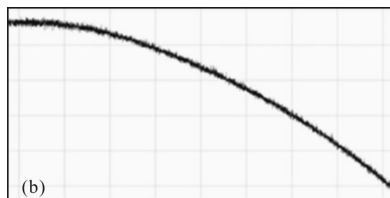
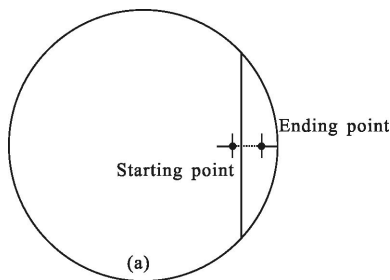


图 2 斜面轮廓扫描

Fig.2 Scanning of inclined plane profile

将抛光斜面后的表面浸入配置好 BOE 蚀刻液中进行腐蚀以打开裂纹,使裂纹易于观测。借助光学显微镜进行斜面裂纹的观测,以图 2(a)起点位置为水平面拍摄第一张图片,之后每移动 0.10 mm 拍摄一张图片,直至裂纹全部消失为止,为截止点。结合图 2(b)中的轮廓线,计算亚表面损伤层深度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 多晶金刚石的面形貌

多晶金刚石主要是通过粘结剂将小颗粒单晶金

刚石粘结成具有一定形状和大小多晶体(图 3),组成多晶体的金刚石颗粒之间有很多的凸起与空隙,这样的结构大大增强了多晶金刚石与研磨垫基体之间的结合力。同时,组成多晶金刚石的微小金刚石颗粒之间的粘结剂在使用过程中受冲击力作用发生疲劳破坏,有利于磨钝金刚石小颗粒的脱落和多晶金刚石其他小颗粒参与切削工作,实现精研过程中亲水性固结磨料研磨垫的自修整。

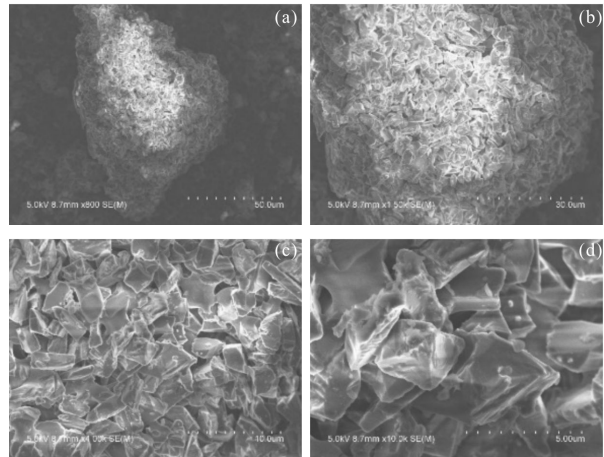


图 3 多晶金刚石的微观 SEM 照片

Fig.3 SEM topographies of the multi-grain diamond particle

### 2.2 石英玻璃的材料去除率

将不同金刚石磨料制备的精研垫 1#、2# 分别精研石英玻璃,所得的材料去除率 MRR 如图 4 所示。

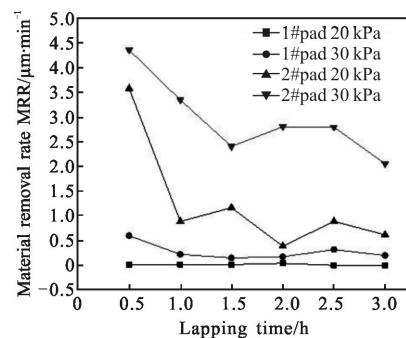


图 4 不同金刚石磨料固结磨料垫的材料去除率变化趋势

Fig.4 Variation trend of material removal rate for different diamond FAPs

可以发现,使用多晶金刚石的 2# 研磨垫研磨石英玻璃精研的材料去除率始终高于 1# 研磨垫。由于 1# 精研垫使用的金刚石磨料粒径太小,研磨过程中,切入石英玻璃的深度较小,造成材料去除率低

下。尽管组成多晶金刚石的单颗金刚石尺寸与前者相同,但由其组成的多晶金刚石结合体,其颗粒尺寸远大于其原始单颗磨粒,磨粒在基体中的出露高度也就更大,因此在切削过程中金刚石切入工件表面的深度更深,材料去除率更大。

随着研磨压力的增大,两种研磨垫对石英玻璃的材料去除率都有所提高,30 kPa 研磨压力下,2# 研磨垫的材料去除率稳定在 2.5~3  $\mu\text{m}/\text{min}$  左右。这是由于:研磨压力提高,金刚石磨粒切入深度增加;较大尺寸的磨屑,对研磨垫的冲蚀作用增强,有利于基体磨损和亚表面层金刚石的出露;多晶金刚石极易实现微破碎(图 5)。

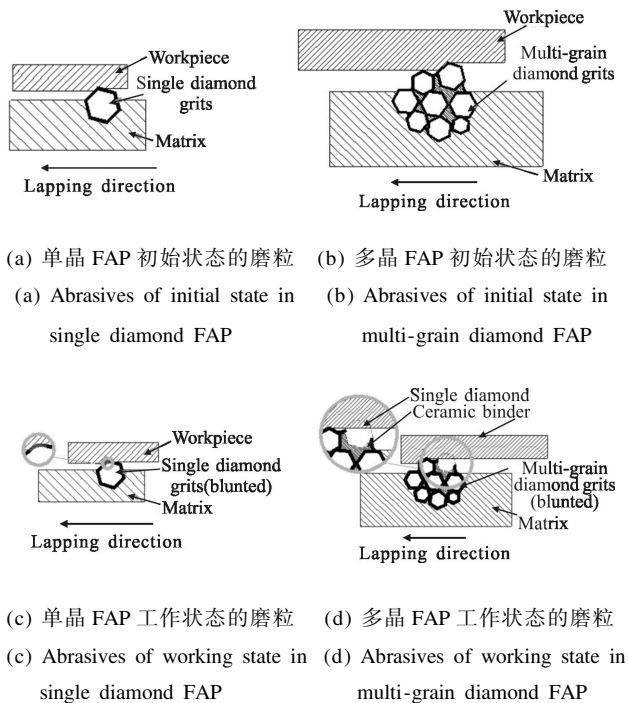


图 5 研磨垫中研磨过程中的金刚石形态变化过程示意图

Fig.5 Change in abrasive morphology in the lapping process of FAPs

随着研磨时间的延长,单晶金刚石制成的研磨垫中的颗粒因磨损,棱角消失,切削能力下降,磨屑尺寸减小,磨屑对研磨垫的基体磨损作用减弱,导致金刚石磨粒出露高度下降;上述过程进一步减小了磨屑和磨屑对研磨垫基体的磨损能力,导致亚表面的磨粒无法及时出露,研磨垫的材料去除速率呈持续下降趋势。而多晶金刚石是通过陶瓷结合剂将微小的金刚石颗粒粘结而成,微小金刚石颗粒之间的陶瓷结合剂的强度低于金刚石的强度,且疲劳强度

低,因而具有出色的微破碎特性,研磨过程中,磨钝的微小颗粒能极时脱落,保证了加工过程中磨粒的棱角始终锋利。这样磨粒对工件表面的切深基本不变,保证了磨削过程的均匀性和磨屑尺寸的稳定性,磨屑对研磨垫的基体层的磨损能力稳定,使得研磨垫基体亚表面的金刚石得以及时出露,实现了研磨垫的自修整,多晶金刚石研磨垫的材料去除速率则呈现先下降后增大最后趋于稳定的波动规律。

### 2.3 工件表面粗糙度

两种研磨垫研磨后的石英玻璃表面光滑,没有肉眼可见的划痕,用 Bruker ContourGT-K 对 30 kPa 研磨压力下的加工表面进行测量,测量结果如表 2 和图 6 所示。1# 研磨垫加工后石英玻璃的平均表面粗糙度为 31.4 nm,2# 研磨垫加工后的平均表面粗糙度为 26.5 nm。可以看出,两种研磨垫精研石英玻璃得到的表面质量差不多,均达到了粗抛的水平。

表 2 石英玻璃精研后表面粗糙度(单位: nm)

Tab.2 Surface roughness of quartz glass after fine lapping(Unit: nm)

Pad	Lapping time						Ra
	0.5 h	1 h	1.5 h	2 h	2.5 h	3 h	
1#	47.7	26.3	36.6	10.6	32.8	34.3	31.4
2#	41.3	17.4	18.1	36.9	27.1	18.4	26.5

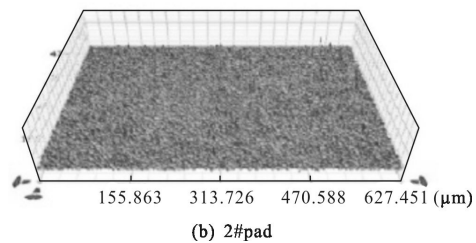
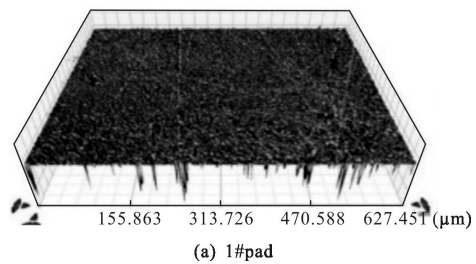


图 6 精研后石英玻璃表面的轮廓

Fig.6 Profile of the surface of quartz glass after lapped with different FA pad

这是因为多晶金刚石虽然整体的粒径大,但它

是由粒径为 3~5 μm 的单晶金刚石粘结而成(如图 1 所示),切削石英玻璃时,不像大颗粒单晶金刚石以较大的刃边在工件表面划擦、切削,使工件表面形成较深的划痕轨迹和较大的塑性变形隆起,而是数个小颗粒单晶金刚石微刃同时对工件进行切削,故划痕较浅且塑性变形较小;一旦磨粒切入工件深度过大,磨粒受力超过了细小磨粒之间陶瓷结合剂的强度,初始小磨粒就会从大颗粒磨粒上脱落。脱落的单晶小颗粒以游离的形式在工件表面及研磨垫之间滚动,不仅对工件起微刃切削的作用,还可以对研磨垫的基体进行磨损。因此,多晶金刚石能获得较好的加工表面。

2.4 工件亚表面损伤

研磨过程产生的亚表面损伤层,尤其是裂纹层降低了石英玻璃的光学性能,该研究测量了精研后石英玻璃的亚表面损伤(裂纹层)深度。

(1) 蚀刻过程裂纹的变化

将多晶金刚石 FAP 研磨后的石英玻璃,进行角度抛光,并将抛光后的工件放在蚀刻液中蚀刻,每次蚀刻 4 min,取出样品进行超声清洗。置于金相显微镜(XJX200)下观察工件。分析表面裂纹随蚀刻时间的变化(图 7)。

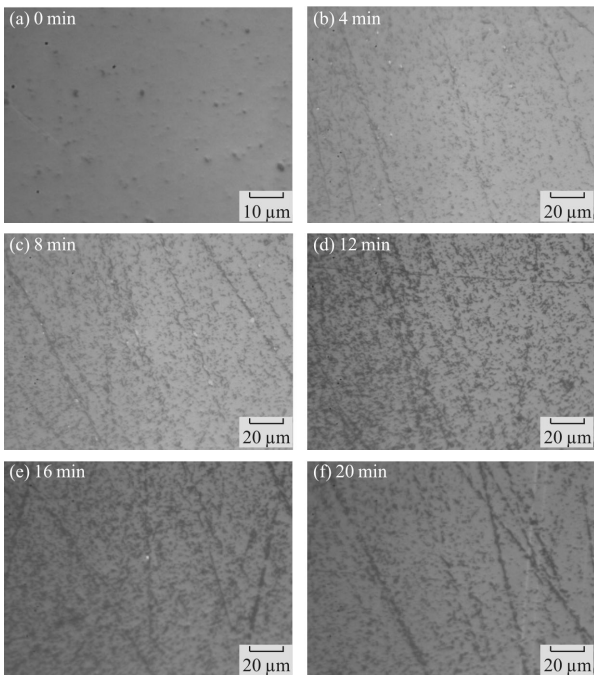


图 7 不同刻蚀过程裂纹的变化

Fig.7 Morphology change of cracks at different etching stage

(2) 亚表面裂纹层深度

刻蚀 12 min 后,表面裂纹的形态已多大变化,因此,为保险起见,该试验选取 16 min 的蚀刻工艺,观察斜面起点到终点的裂纹分布情况,确定裂纹层深度(图 8)。

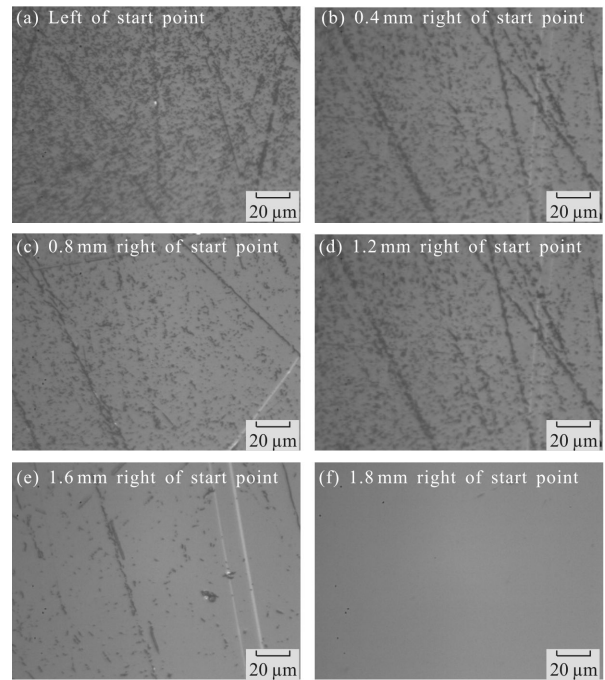


图 8 不同位置的裂纹

Fig.8 Distribution of cracks at different places

图 8 中起点右侧 1.8 mm 处,已无裂纹,对应图 9 中扫面线可知亚表面损伤层的深度为 1.58 μm,因此,多晶金刚石 FAP 研磨石英玻璃的亚表面损伤层深度非常浅,为 1.58 μm,约为组成多晶金刚石的原始单晶金刚石粒度的 1/2。而单晶金刚石研磨后亚表面损伤约为 2.05 μm,因此与多晶金刚石相比,单晶金刚石研磨石英表面所产生的亚表面损伤会要大一些。

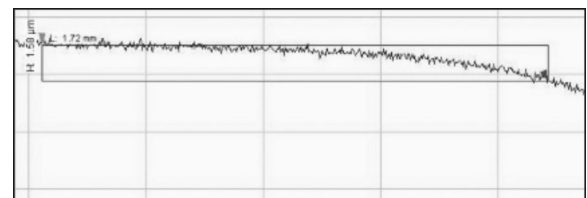


图 9 亚表面损伤深度测量

Fig.9 Measurement of the subsurface damage depth

这主要与研磨垫表面金刚石的脱落方式相关。单晶金刚石的脱落,是由于基体对磨粒的把持力不

足导致,不太可能出现磨粒的宏观破碎。因此,只要基体对磨粒的把持力足够强,部分磨粒嵌入工件的深度会较深,导致亚表面裂纹层深度大。多晶金刚石磨料的整体粒径尽管很大,约为 50~60  $\mu\text{m}$ ,磨粒出露高度也远大于小粒径单晶金刚石。但磨粒切入工件的深度并不大,一旦超过某个临界深度,小颗粒金刚石之间陶瓷结合剂所受的应力超过其断裂强度,该颗粒就会从多晶体上脱落,因此,多晶体金刚石磨粒不易出现大的损伤层。另外,单晶体磨粒棱角磨损之后,其切削能力大幅下降,工件的表面粗糙度会有改善,但对其工件的反复碾压,极易在工件亚表面产生较大裂纹。

### 3 结 论

采用 3~5  $\mu\text{m}$  单晶金刚石制备多晶金刚石,观察了其微观形貌。分别制备了 3~5  $\mu\text{m}$  单晶金刚石及多晶金刚石的固结磨料研磨垫,探索与比较了两者的研磨石性能。

单晶金刚石 FAP 与多晶金刚石 FAP 精研石英玻璃工件的表面粗糙度相当,但后者具有更高的材料去除率;多晶金刚石结构内部微小颗粒之间的陶瓷结合剂的疲劳破坏可以使磨钝磨粒及时脱落现象,露出新刃角,实现自修整;多晶金刚石 FAP 精研石英玻璃的亚表面损伤小于单晶金刚石,约为原始单晶金刚石粒径的 1/2。

### 参考文献:

- [1] Su Ying, He Xingyang, Xiang Zaikui, et al. Structural defects and formation mechanism in silica glasses [J]. *Journal of Wuhan University of Technology*, 2007, 29(8): 50-54. (in Chinese)
- [2] Yang Minghong, Zhao Yuan'an, Su Hanhan, et al. Influence of subsurface cracks on the laser damage resistance of anti-reflection coated fused silica [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2012, 39(8): 0807001. (in Chinese)
- [3] Guo Shaofeng, Lu Qisheng, Yin Yan, et al. Theoretical study on damage thresholds for elastic stress fracture in laser-irradiated optical glass [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2004, 33(2): 133-137. (in Chinese)
- [4] Wang Zhuo, Wu Yuguang, Dai Yifan, et al. Characterization of Subsurface Damage of Optical Materials in Lapping Process [J]. *Nanotechnology and Precision Engineering*, 2008, 6(5): 349-355. (in Chinese)
- [5] Shen J, Liu S, Yi K, et al. Subsurface damage in optical substrates [J]. *Optik-International Journal for Light and Electron Optics*, 2005, 116(6): 288-294.
- [6] Yuan Julong, Wang Zhiwei, Wen Donghui, et al. Review of the current situation of ultra-precision machining [J]. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2007, 43 (1): 35-48. (in Chinese)
- [7] Wang Zhuo, Wu Yulie, Dai Yifan, et al. Rapid detection of subsurface damage of optical materials in lapping process and its influence regularity [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2008, 16(1): 16-21. (in Chinese)
- [8] Yang Minghong, Zhao Yuan'an, Yi Kui, et al. Subsurface damage characterization of ground fused silica by HF etching combined with polishing layer by layer [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2012, 39(3): 0303007. (in Chinese)
- [9] Wang Wenze, Li Jun, Xia Lie, et al. Effect of abrasive sizes on lapping performance of fixed abrasive pad when machining quartz glass [J]. *Diamond & Abrasives Engineering*, 2015(2): 9-13. (in Chinese)
- [10] Zhu Nannan, Zhu Yongwei, Li Jun, et al. Subsurface damage depth of lithium niobate crystal in lapping [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2015, 23(12): 3387-3394. (in Chinese)
- [11] Gao P, Li J, Zhu Y W, et al. Study on subsurface damage after fixed-abrasive lapping with different particle size [J]. *Solid State Phenomena*, 2011, 175: 112-115.
- [12] Liu Tingting, Zhu Yongwei, Wang Jiashun, et al. Influence of Ni covering ratio of diamond on machining performance of fixed abrasive pad [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2014, 43(12): 4045-4050. (in Chinese)
- [13] Chen F, Gen X U, Chun-De M A, et al. Thermal residual stress of polycrystalline diamond compacts [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(2): 227-232.
- [14] Li Chunlin, Chen Jian. Preparation of polycrystalline diamond powders and its yield and wear resistance [J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2012(6): 17-19. (in Chinese)
- [15] Gao Kai. Study on preparation and functional properties of polycrystalline diamond materials [D]. Tianjin: Tianjin University, 2011. (in Chinese)