

文章编号 1004-924X(2007)11-1721-06

KDP 晶体加工表面的亚表面损伤检测与分析

吴东江,曹先锁,王强国,王 奔,高 航,康仁科

(大连理工大学 精密与特种加工教育部重点实验室,辽宁 大连 116024)

摘要:采用截面显微法和择优蚀刻法分别对磷酸二氢钾(KDP)晶体从线切割样品制备到磨削、抛光亚表面损伤进行检测,利用 OLYMPUS MX40 光学显微镜对表面腐蚀现象与亚表面裂纹形状进行观测,并对裂纹深度进行测量。结果表明,由线切割产生的亚表面损伤裂纹形状以“斜线状”为主,裂纹深度最大值为 $85.59 \mu\text{m}$;由 #600 砂轮磨削产生的亚表面损伤深度最大值为 $8.55 \mu\text{m}$ 。在(001)晶面出现了四方形的分布密度较高的位错腐蚀坑;而在三倍频晶面上出现的是密度较低、形状类似梯形的位错腐蚀坑。该研究为 KDP 晶体亚表面损伤提供了一种检测与分析手段。

关键词: KDP 晶体;损伤检测;裂纹形状;裂纹深度

中图分类号:O786 文献标识码:A

Damage detection and analysis of machined KDP crystal subsurface

WU Dong-jiang, CAO Xian-suo, WANG Qiang-guo, WANG Ben, GAO Hang, KANG Ren-ke

(Key Laboratory for Precision and Non-traditional Machining Technology of the Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: The subsurface damage of Potassium Dihydrogen Phosphate (KDP) crystal machined from line-incision to grinding and polishing was detected using section experiment and step etching experiment. The OLYMPUS MX40 optic microscope was used to observe the surface etching phenomena and the sub-surface micro-crack configurations, and to measure the micro-crack depth. The results show that the subsurface micro-crack configurations induced by line-incision is mainly of “bias-figure”, and the max micro-crack depth is $85.59 \mu\text{m}$. While by the #600 grinding wheel the max depth reduces to $8.55 \mu\text{m}$. The square dislocations etching pits with high density are on (001) crystal surface and the low density etching pits with the figure resembled trapezium are on the tripler surface. This study affords a excellent detection and analysis method for the subsurface damage of KDP crystal machining.

Key words: KDP crystal; damage detection; micro-crack configuration; micro-crack depth

1 引言

科学技术的迅速发展,尤其是航空航天、国防军工、信息技术、微电子及光电子等尖端科学技术的不断发展,对材料提出了新的要求,推动了新材料的发展。KDP(KH_2PO_4)晶体是20世纪40年代发展起来的一种非常优良的电光非线性光学晶体材料。由于它具有较大的电光和非线性系数以及较高的激光损伤阈值等特点,已被广泛应用于激光技术中的变频、电光调制和快速光开关等高科技领域。特别是大截面KDP晶体,是目前可以在激光受控热核聚变技术中作为普克尔斯盒二倍频和三倍频转换的唯一非线性光学晶体材料,因此对KDP晶体的研究已引起各国科学家的广泛关注,并相继开展了对KDP晶体材料的精密加工研究^[1-4]。

然而,在目前的加工条件下,从线切割到磨削、抛光,加工都不可避免地会引入表面/亚表面损伤,这将直接影响后续精密加工的加工效率及去除量,所以获得精密、超精密磨削前道工序产生的亚表面损伤裂纹深度值对后续加工具有非常大的指导作用。目前对此类损伤的检测多局限在利用一些光学设备对表面损伤进行观测,对表面损伤以及亚表面裂纹形状以及裂纹深度分布的研究相对较少。本文将利用截面显微法对线切割以及#600砂轮磨削亚表面损伤产生的裂纹进行检测,采用择优蚀刻法对抛光面进行腐蚀研究,利用OLYMPUS MX40光学显微镜对裂纹形状进行观测,利用显微镜自带测量软件OLYSIM Ver3.0对裂纹深度进行测量,获得表面位错腐蚀坑的形貌以及腐蚀坑的密度,以及亚表面损伤深度值,为后续的精密、超精密加工去除量提供参考,以确定后续加工时间,提高加工效率,从而有效地控制加工质量,提高加工KDP晶体样品的良品率。

2 实验工艺

2.1 截面显微法

截面显微检测方法是通过对加工晶体的截面进行检测以获取相关信息,从而得到亚表面微裂纹构形以及晶体亚表面损伤深度。截面显微法是获取亚表面损伤最直接的方法,其样品制备简单,

容易实现,但精确度不高,对损伤较小的晶体检测很困难^[5-7]。

KDP晶体加工所需样品制备在沈阳科晶公司生产的STX-602型精密台式金刚石线切割机上完成(切割参数:金刚石线直径0.27 mm,金刚石粒度W20,线速度100 m/min,进给量为0.8 mm/min),切割后的KDP晶体表面有明显金刚石线切割留下的切痕,粗糙度值较大, $R_a = 4.21 \mu\text{m}$ 。由于线切割产生的亚表面损伤较大,故可以利用截面显微法获得亚表面损伤信息。同时利用截面显微法对#600树脂结合剂的杯型金刚石砂轮磨削亚表面损伤进行检测分析,通过对不同位置取样,得到磨削亚表面裂纹深度值。本文所检测分析的样品为#600金刚石砂轮磨削加工的KDP晶体,采用VG401MK II型超精密磨床,磨削加工参数如表1所示。

表1 试验中KDP晶体的加工参数

Tab.1 Parameters of KDP crystal grinding

设置参数	砂轮转速 n_1 (r/min)	工作台转速 n_2 (r/min)	砂轮进给 f ($\mu\text{m}/\text{min}$)	冷却液
参数值	2 400	200	30	硅油

利用STX-602型金刚石线切割机切割出与检测样品同样大小的晶体作为陪片,并抛光出光滑表面(抛光工艺参数:抛光液为 SiO_2 (粒度为7~20 nm)+酒精的混合液,抛光垫为黑色精抛革,工件转速为60 r/min,压力为0.5 N,抛光时间为20 min),抛光后KDP晶体表面平整,在光学显微镜下观察没有明显的划痕以及裂纹现象,粗糙度在15 nm左右,然后利用M-BOND610专用树脂胶将所需检测面和抛光的面对粘在一起,如图1所示。将一截面粘到自制截面显微夹具上,对另一截面进行研磨抛光处理,研磨时砂纸粒度

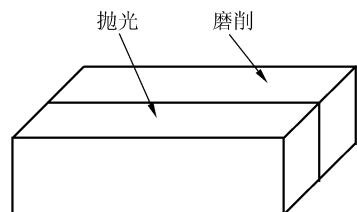


图1 样品粘接方式

Fig.1 Bonding mode of sample

选择从粗到细,每换一种粒度的砂纸都要保证将上一粒度砂纸产生的损伤去除,然后利用配制的腐蚀液对抛光后的截面进行腐蚀,以使损伤显露出来,最后利用 OLYMPUS MX40 光学显微镜对截面进行观测,得到损伤深度值及亚表面裂纹构形信息。

2.2 择优蚀刻法

择优蚀刻法的原理是基于缺陷引起的局部应力场促进腐蚀速率加快,出现速率差,因而需在显微镜下使得缺陷处与完美处形成明暗对比。该方法常用于检测晶体表面的位错形状。其步骤是首先对检测表面进行化学机械抛光,然后用化学腐蚀液对待检测部位进行腐蚀,最后用显微镜观察缺陷的类型和分布^[5-7]。

择优蚀刻法的关键问题在于腐蚀液的选择以及腐蚀时间。通过对腐蚀液的选择进行实验研究,最后确定利用冰醋酸和水(体积比 2 : 1 配比)混合配制的腐蚀液,腐蚀时间在 10 min 能获得最佳效果。

对磨削后的 KDP 晶体进行充分抛光,利用上述择优蚀刻方法的工艺,对抛光后 KDP 晶体的(001)和三倍频晶面进行腐蚀,观测腐蚀后的腐蚀坑形貌,以及腐蚀坑的尺寸大小,进一步对抛光后的晶体亚表面损伤情况分析。

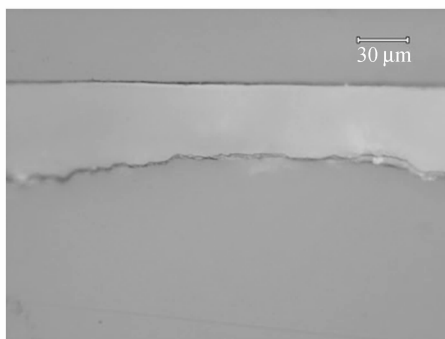
3 结果与分析

3.1 线切割亚表面损伤的分析

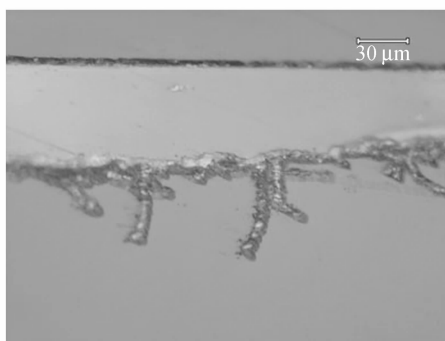
利用 OLYMPUS MX40 显微镜对线切割样品的截面进行观测,如图 2 所示。图 2(a)、(b)分别为腐蚀前后的截面图像。利用显微镜自带测量软件 OLYSIM Ver3.0 对裂纹深度进行测量,得到亚表面损伤深度具体数值。线切割产生的裂纹深度最大值为 85.59 μm ,亚表面损伤比较严重。

图 3 为线切割亚表面裂纹形状图。可以看出,由线切割产生的亚表面裂纹深度较大,损伤较严重。由于金刚石线颗粒粒度不均匀,导致损伤产生的裂纹深度分布不均。同时,裂纹形状也有较大的差异。由截面显微的方法可得线切割亚表面损伤裂纹构形有“人字状”、“斜线状”、“竖折状”、“垂线状”及“横线状”等。

大量实验表明,在线切割亚表面所有的微裂纹形状中,以“斜线状”最多,“人字状”最少,而且



(a) 腐蚀前
(a) Before etching



(b) 腐蚀后
(b) After etching

图 2 线切割截面显微图像

Fig. 2 Cross section micrographs of line-incision

不同形状的裂纹深度不同,同种裂纹深度也有差异,但经对裂纹深度的测量,总的趋势是“斜线状”裂纹深度最深,“横线状”裂纹深度最浅。

对于(001)晶面的 KDP 晶体而言,(111)面为一原子密排面,该面的断裂能最低^[8],因此裂纹容易沿(111)扩展。裂纹除了沿(111)晶面扩展外,其它情况下断裂面最终会偏折向(111)面,偏折路径不同,消耗能量不同,断裂的原子键数目也不同,从而微裂纹扩展的速度不同,出现了上述较复杂的裂纹形状。

在所观察到的裂纹中,“横线状”裂纹明显少于“垂线状”裂纹,这是因为产生“垂线状”裂纹的临界载荷比“横线状”裂纹的临界载荷小的原故。根据压痕断裂力学模型^[9],产生“垂线状”微裂纹的临界载荷为:

$$P^* = 54.5(\alpha/\eta^2\gamma^4)(K_c^4/H^3), \quad (1)$$

其中, α 是常数(普通维氏压头 $\alpha = 2/\pi$); η 和 γ 是常数($\eta \approx 1, \gamma \approx 0.2$); K_c 为材料的断裂韧性; H

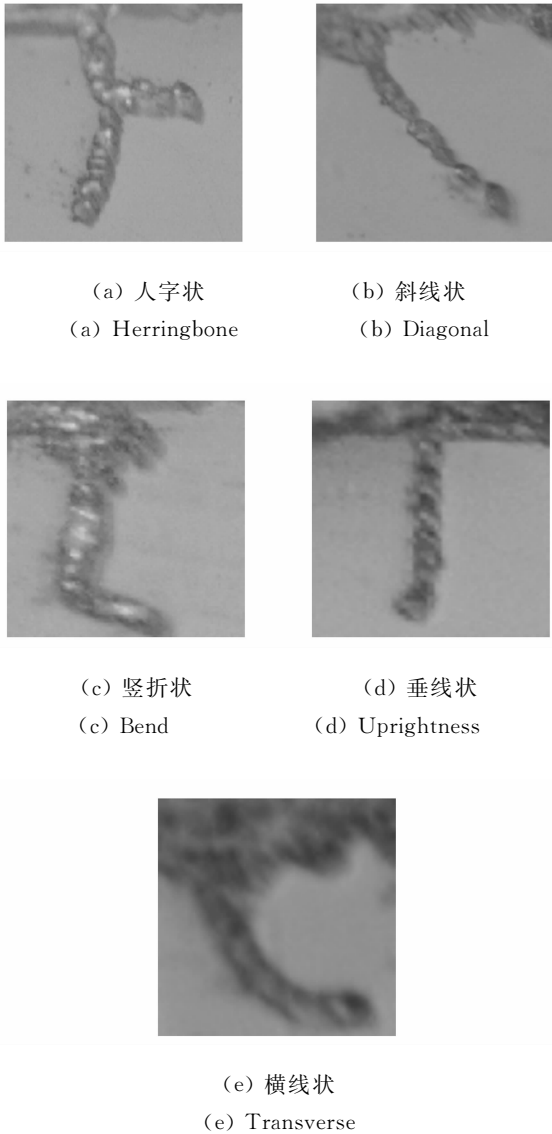


图 3 线切割亚表面裂纹形状图

Fig. 3 Subsurface crack configurations of line-incision

为材料的硬度。

产生横向微裂纹的最小临界载荷为：

$$P_1 = \zeta(K_c^4/H^3) f(E/H), \quad (2)$$

其中, ζ 是一个无量纲常数; $f(E/H)$ 是一个衰减函数; $\zeta \cdot f(E/H) \approx 2 \times 10^5$ 。

则公式(1)和(2)简化为：

$$P^* \approx 2.2 \times 10^4 (K_c^4/H^3),$$

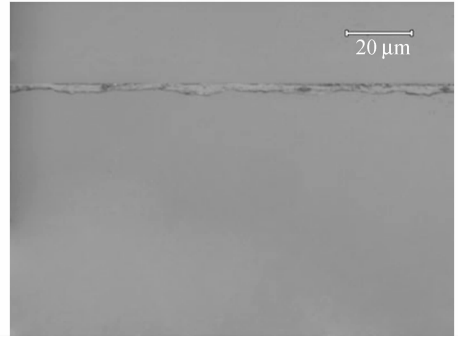
$$P_1 \approx 2.0 \times 10^5 (K_c^4/H^3).$$

所以产生“垂线状”微裂纹的临界载荷要小于“横线状”微裂纹的临界载荷,故“垂线状”裂纹要明显多于“横线状”裂纹。

从图 4 可以看出,经 #600 砂轮磨削加工后的 KDP 晶体存在亚表面损伤,将腐蚀后的宽度

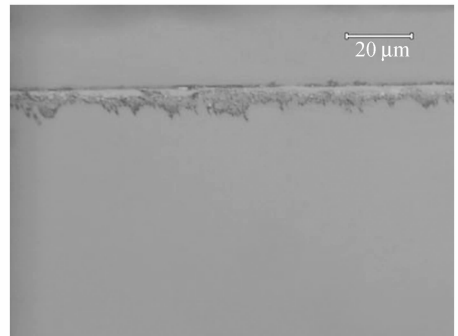
值减去腐蚀之前的胶层宽度,即得到亚表面裂纹损伤深度最大值为 $8.55 \mu\text{m}$,适合精密、超精密磨削前的粗加工。

对于 #600 砂轮磨削亚表面损伤裂纹形状而言,由于 #600 砂轮的粒度较小,且分布较均匀,磨削加工后的 KDP 晶体亚表面损伤较小,裂纹深度较小,裂纹分布较均匀,裂纹形状利用截面显微法观测不是很明显,但从整体来看裂纹大部分表现为“斜线状”,且方向一致。



(a) 腐蚀前

(a) Before etching



(b) 腐蚀后

(b) After etching

图 4 KDP 晶体磨削亚表面损伤显微图

Fig. 4 Subsurface damage micrographs of ground KDP crystal

3.2 蚀坑的观测与分析

利用配好的腐蚀液对抛光面进行腐蚀,腐蚀时间为 10 min,然后利用光学显微镜对腐蚀后的图像进行观测,如图 5 所示。其中图 5(a)为(001)晶面切割^[10-11]与腐蚀后的显微图,图 5(b)为三倍频晶面切割与腐蚀后的显微图。

位错腐蚀坑形状与晶体的结晶学取向有很大关系^[12-13],不同的取向将得到不同的位错腐蚀坑。

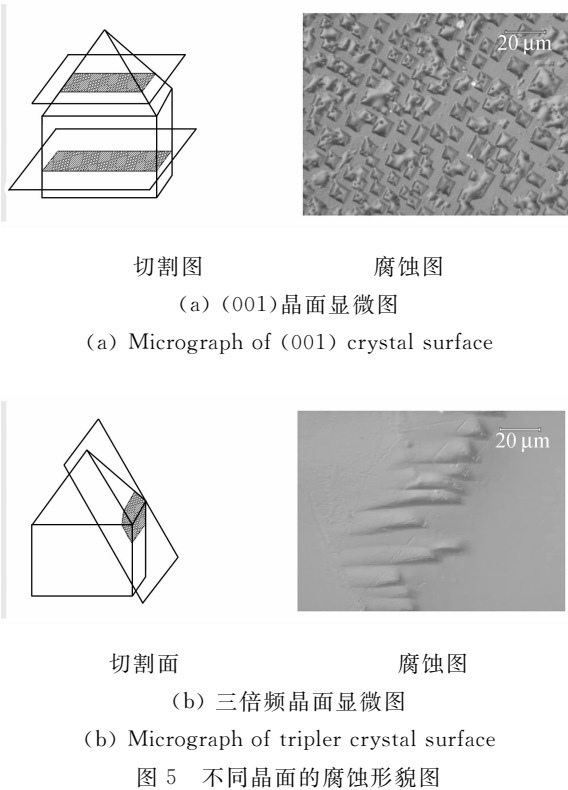


图 5 不同晶面的腐蚀形貌图

Fig. 5 Etching shapes of different crystal surfaces

由图 5(a)可以看出,对于 KDP 晶体的(001)晶面而言,腐蚀后的位错蚀坑为四方形,而且取向非常有规律,腐蚀坑对角线完全朝一个方向,利用显微镜自带测量工具对腐蚀坑进行测量,得到四方形腐蚀坑的边长为 $2\sim 10\ \mu\text{m}$,深度为 $2\sim 3\ \mu\text{m}$ 。对于 KDP 晶体常用的三倍频晶面而言,腐蚀后出现类似梯形的位错腐蚀坑,腐蚀坑深度为 $1\sim 2\ \mu\text{m}$,取向也非常有规律,这些都与 KDP 晶体的结晶学取向有直接关系。

同时,位错腐蚀坑的形状和加工过程有一定的关系。当抛光加工方向与晶面完全平行时,位错腐蚀坑完全垂直于所加工晶面;当抛光加工方向与晶面有一定的夹角时,位错腐蚀坑不完全垂直于晶面,而出现倾斜现象。对于 KDP 晶体的

(001)晶面,由于抛光方向完全平行于(001)晶面,故位错腐蚀坑垂直于晶面;在三倍频晶面上,由于抛光过程中出现的倾斜,使得位错腐蚀坑没有达到完全垂直于三倍频晶面。

根据位错产生机理,在晶体不同晶面位错密度存在较大的差异^[13]。从图 5 中可以看出,在(001)晶面上的位错腐蚀坑密度较高,大约为 $10^4/\text{cm}^2$,而三倍频晶面上的位错腐蚀坑密度较低,大约为 $100/\text{cm}^2$ 。对于具有强烈各向异性的 KDP 晶体来说,由于不同晶面的剪切弹性模量 G 值不同,故抗变形能力也不同,所以在同样的加工工艺条件下,加工产生的损伤也不同,剪切模量 G 越大,抗变形能力越大,加工产生的损伤越小,位错腐蚀坑的密度和深度越小。由于 KDP 晶体的(001)晶面的剪切弹性模量 G 较小,所以加工后的损伤较大,位错腐蚀坑密度和深度也较大;而三倍频晶面的剪切弹性模量 G 较大,所以加工后产生的损伤较小,位错腐蚀坑的密度和深度也较小。

4 结 论

通过采用截面显微法对线切割以及 # 600 砂轮磨削加工亚表面损伤裂纹形状与裂纹深度的观测,发现由线切割产生的亚表面损伤裂纹以“斜线状”为主,裂纹深度最大值为 $85.59\ \mu\text{m}$,由 # 600 砂轮磨削产生的亚表面损伤深度最大值为 $8.55\ \mu\text{m}$ 。实验结果为后续精密、超精密加工去除量提供了参考,在精密、超精密加工 KDP 晶体时至少要去掉由前道工序产生的裂纹深度最大值。

通过采用择优蚀刻法对位错腐蚀坑的形状的实验研究发现,由于不同晶面剪切弹性模量 G 值的不同,在(001)晶面出现四方形的位错腐蚀坑,且密度较高,而在三倍频晶面上出现了密度较低形状类似梯形的位错腐蚀坑。

参考文献:

- [1] 谢英明,李新政,郑滨,等. KDP(KH_2PO_4)晶体材料的研究进展[J]. 河北工业科技,2006,23(6):377-380.
XIE Y M, LI X ZH, ZHENG B, *et al.*. Progress in the research of KDP(KH_2PO_4) crystals[J]. *Hebei Journal of Industrial and Technology*, 2006,23(6):377-380. (in Chinese)
- [2] 孙希威,张飞虎,董申. 单点金刚石铣削 KDP 晶体实验研究[J]. 航空精密制造技术,2006,42(4):18-20.
SUN X W, ZHANG F H, DONG SH. Research on spdt milling KDP crystals experiment[J]. *Aviation Precision*

Manufacturing Technology, 2006, 42(4):18-20. (in Chinese)

- [3] 王景贺, 陈明君, 董申, 等. KDP 晶体光学零件超精密加工技术研究的新进展[J]. 工具技术, 2004, 38(9):56-59.
WANG J H, CHEN M J, DONG SH, *et al.*. Recent advance in ultra precision machining technique of KDP crystal [J]. *Tool Engineering*, 2004, 38(9):56-59. (in Chinese)
- [4] 张文生, 张飞虎, 董申. 光学脆性材料的金刚石切削加工[J]. 光学精密工程, 2003, 11(2):139-143.
ZHANG W SH, ZHANG F H, DONG SH. Diamond cutting of optical brittle materials[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2003, 11(2):139-143. (in Chinese)
- [5] 张银霞. 单晶硅片超精密磨削加工表面层损伤的研究[D]. 大连理工大学, 2006.
ZHANG Y X. *Study on surface layer damage in monocrystalline silicon wafer induced by ultra-precision grinding* [D]. Graduate University of Dalian University of Technology, 2006. (in Chinese)
- [6] 张胜利. 超精密磨削硅片表层损伤检测的试验研究[D]. 大连理工大学, 2005.
ZHANG SH L. *Study on surface/subsurface damage detection of ultraprecision ground silicon wafer* [D]. Graduate University of Dalian University of Technology, 2005. (in Chinese)
- [7] 李玉和, 李庆祥, 王东生, 等. 超精表面缺陷检测系统的实验研究[J]. 光学精密工程, 2005, 13(1):65-68.
LI Y H, LI Q X, WANG D SH, *et al.*. Design and study on a novel micro-detecting device for superfinish surface scratch[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005, 13(1):65-68. (in Chinese)
- [8] 王坤鹏, 房昌水, 张建秀, 等. KDP(KDP*) 晶体结构研究进展[J]. 人工晶体学报, 2004, 33(2):262-265.
WANG K P, FANG CH SH, ZHANG J X, *et al.*. Research progress of KDP(KDP*) crystal structure[J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2004, 33(2):262-265. (in Chinese)
- [9] 孟剑锋, 李剑锋, 孟磊. 硬脆材料锯磨去除机理的研究[J]. 工具技术, 2004, 38(4): 8-10.
MENG J F, LI J F, MENG L. Study on cutting mechanism of hard and brittle materials being sawed and grinded [J]. *Tool Engineering*, 2004, 38(4):8-10. (in Chinese)
- [10] WHEELER E K, MCWHIRTER J T. Scatter loss from environmental degradation of KDP crystals[J]. *31st Boulder Damage Symposium*, 1999, 17(12):408-419.
- [11] OWCZAREK I. Selective etching of rough (001) faces of KH_2PO_4 crystals[J]. *Materials Science Letters*, 1990, 9: 440-442.
- [12] 陈金长, 黄依森, 魏培才. KDP 晶体中位错的研究[J]. 物理学报, 1985, 34(3): 377-380.
CHEN J CH, HUANG Y S, WEI P C. Dislocations in potassium dihydrogen phosphate (KDP) crystals[J]. *Acta Physica Sinica*, 1985, 34(3):377-380. (in Chinese)
- [13] 黄依森, 赵庆兰, 曾金波. 大截面 KDP 晶体的生长与位错的检测[J]. 硅酸盐学报, 1990, 18(2):158-164.
HUANG Y S, ZHAO Q L, ZENG J B. The growth and dislocation examination of KDP crystals with large gross section[J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 1990, 18(2):158-164. (in Chinese)

作者简介: 吴东江(1964—), 男, 山东昌邑人, 大连理工大学机械工程学院教授, 主要从事精密与特种加工等方面的研究。

E-mail: djwudut@dlut.edu.cn