

〈材料与器件〉

超精密车削单晶锗表面性能分析

石广丰, 韩冬冬, 史国权, 付 旺, 王淑坤, 张 华, 刘思宇
(长春理工大学 机电工程学院, 长春 130022)

摘要: 单晶锗是典型的红外光学晶体材料, 其加工表面的评价方法大都局限于面形精度, 而加工过程所产生的位错及晶面间距变化也会影响单晶锗的使用性能。为了全面地评价单晶锗加工后的表面性能, 通过表面粗糙度轮廓仪、X射线衍射仪等设备, 对超精密车削的单晶锗平面及曲面进行了表面粗糙度和X射线检测, 获得了针对单晶锗平面的表面粗糙度与位错密度相结合的性能评价方法, 及针对单晶锗曲面的表面粗糙度与晶面间距变化程度相结合的性能评价方法。相关研究对单晶锗在红外光学及其它领域的加工应用有重要意义。

关键词: 单晶锗; X射线; 摇摆曲线; 晶面间距

中图分类号: TG51 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-8891(2019)03-0208-06

Surface Performance Analysis of Ultra-precision Turning Single Crystal Germanium

SHI Guangfeng, HAN Dongdong, SHI Guoquan, FU Wang, WANG Shukun, ZHANG Hua, LIU Siyu
(School of Mechanical and Electrical Engineering Changchun University of Science and Technology, Changchun 103322, China)

Abstract: Single-crystal germanium is a typical infrared optical crystal material. The evaluation methods of the processed surface are mostly focus on the surface accuracy, but the performance of single-crystal germanium can be affected by the dislocations generated in the processing and variation of the crystal plane spacing. In order to comprehensively evaluate the processed surface properties of single-crystal germanium, surface roughness and X-ray inspection of ultra-precision turned single-crystal planes and curved surfaces were carried out by means of a surface roughness measuring instrument, X-ray diffractometer, etc. Performance evaluation method for combining the surface roughness and dislocation density of single-crystal germanium plane and that for combining surface roughness and percentage change in crystal plane spacing of single-crystal germanium curved surface are obtained. Related research is of great significance for the processing of single-crystal germanium in infrared optics and other fields.

Key words: single crystal germanium, X-ray, rocking curve, interplanar spacing

0 引言

单晶锗是一种重要的红外晶体材料, 在红外光学、航空航天测控、核物理探测、光纤通信等领域都有广泛的应用。但是由于其具有高脆性、易碎、硬度高、断裂韧性低和各向异性的特征, 传统的加工方法很难保证切削后单晶锗表面质量, 必须要采用超精密加工技术。单点金刚石切削以其高效率、高精度的优点常被用作单晶锗的最有效加工方法^[1-4]。单晶锗的超

精密切削加工主要有塑性滑移变形去除和脆性解理断裂去除两种。材料的去除方式不同会导致单晶锗的加工面呈现出不同的形貌, 且表面粗糙度受单晶锗各向异性的影响呈扇形分布^[5]。刀具对单晶锗作用的外力会引发单晶锗发生位错运动, 而位错的存在会对单晶锗的加工以及使用产生负面的影响^[6-7]。

X射线摇摆曲线被广泛应用于晶体的微观缺陷研究^[8-9]。单晶体内的位错密度与摇摆曲线的半峰宽数值上成正比变化, 因此可以用单晶锗摇摆曲线半峰宽的

收稿日期: 2018-06-06; 修订日期: 2019-01-13.

作者简介: 石广丰 (1981-), 男, 副教授, 博士, 主要从事超精密加工技术相关方面研究。E-mail: shiguangfeng@cust.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51405031, 51575057); 吉林省科技厅计划项目 (20170101124JC, 20180414068GH)。

检测结果来表征其表层的位错密度^[10]。国内外大多数学者对单晶锗加工表面的评价主要集中在面形精度方面,对加工表面下的表层位错密度变化鲜有研究,因此有必要对不同车削厚度单晶锗表面的位错密度进行分析^[11-12],对单晶锗加工面的表面粗糙度及表层的位错及晶面间距变化情况进行针对性评价,才能全面地评价单晶锗加工后的表面性能。

1 超精密车削单晶锗平面试验方法

单晶锗的(111)晶面是重要的光学功能表面,也是解理面,在切削的过程中容易发生解理破坏,切削最易失败。利用 Nanoform 700 ultra 单点金刚石车床对单晶锗的(111)晶面进行车削。选用的金刚石刀具参数为:刀尖圆弧半径 1.15 mm,刀具前角-25°,刀具后角 10°。通过计算机程序控制,在同一单晶锗(111)晶面上采用相同切削深度、3次不同进给量(等径长车削距离)进行超精密连续车削试验,如图 1(a)。加工参数如表 1 所示。车削后的单晶锗表面会呈现不同的形貌,如图 1(b)所示。

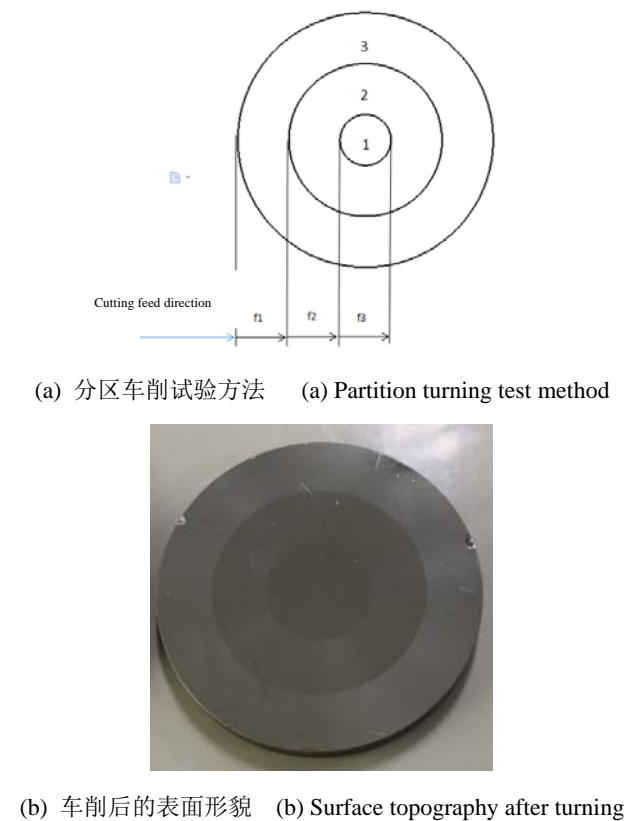


图1 超精密车削单晶锗(111)晶面试验

Fig.1 Ultra-precision turning of single crystal germanium (111) crystal plane test

图 1(a)的最外环对应图 1(b)的第 3 区,即单晶锗(111)晶面的最外环加工表面;第 2 区代表中间环形区域与最外层圆环所夹的圆环的加工表面;1 区代表

中间的圆形区域内的加工表面。一般,普通光学照片中呈现黑暗底色的区域为塑性变形区;较白亮的区域为解理断裂区,但是在光学显微镜中亮暗特征关系正好相反^[6]。图 1(b)照片中心的 1 区加工表面以黑暗底色为主,因此初步判断其材料去除方式主要为塑性变形,而 2、3 区加工表面呈现不太明显的明暗相间的环扇形分布区。

表 1 加工参数选择 Table 1 Processing parameter selection

Cutting amount	Processing area		
	1	2	3
Feed rate/($\mu\text{m}/\text{r}$)	6	8	10
Cutting depth/ μm	10	10	10

1.1 车削后的表面粗糙度测量分析

采用 VEECO 1100 表面粗糙度轮廓仪进行车削厚度单晶锗(111)晶面的表面粗糙度测量,测量结果如图 2~图 4 所示。图 2(a)~图 4(a)为 3 个区域中脆性变形区(较白亮区)的表面粗糙度测量结果,图 2(b)~图 4(b)分别为与前述测量结果相同径长处塑性变形区的表面粗糙度测量结果。可见不同分区的脆性变形区的平均粗糙度 R_a 均大于塑性变形区平均粗糙度 R_a 值,而图 4 的两张数值十分相近,从图 2 到图 4 表面粗糙度的数值有逐渐减小的趋势。

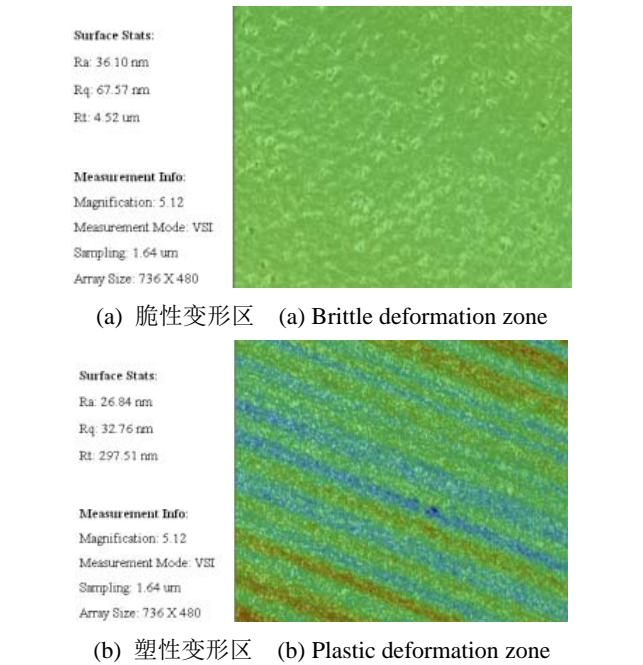


图2 3区表面粗糙度测量

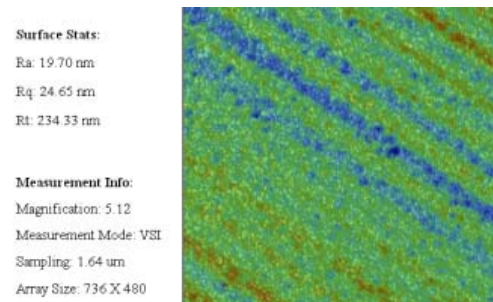
Fig.2 Surface roughness measurement in Zone 3

这说明,随着单晶锗车削进给量的降低,车削后的单晶锗表面粗糙度数值变小;在相同进给量的情况下,脆性变形区域的粗糙度要比塑性变形区域稍大一些。表面粗糙度的变化说明:不同径向上表面粗糙度受单晶锗的各向异性影响,相同径向上改变切削进

给量可以减小单晶锆加工表面的粗糙度。



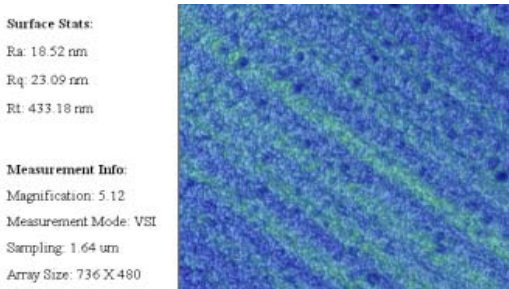
(a) 脆性变形区 (a) Brittle deformation zone



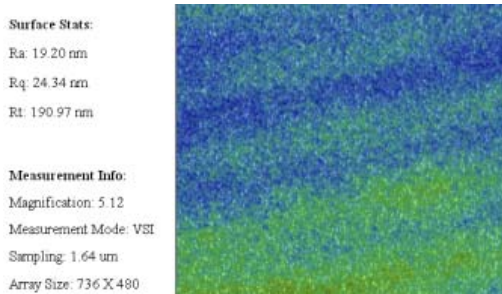
(b) 塑性变形区 (b) Plastic deformation zone

图 3 2 区表面粗糙度测量

Fig.3 Surface roughness measurement in zone 2



(a) 脆性变形区 (a) Brittle deformation zone



(b) 塑性变形区 (b) Plastic deformation zone

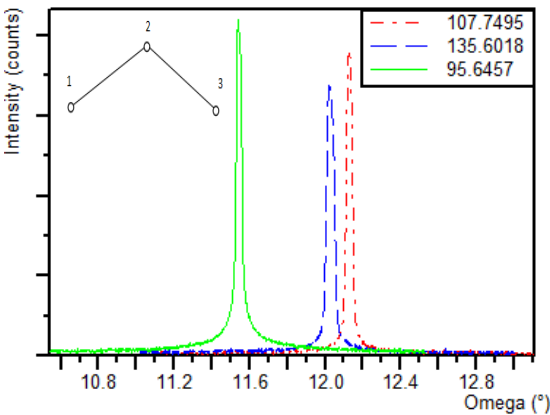
图 4 1 区表面粗糙度测量

Fig.4 Area 1 surface roughness measurement

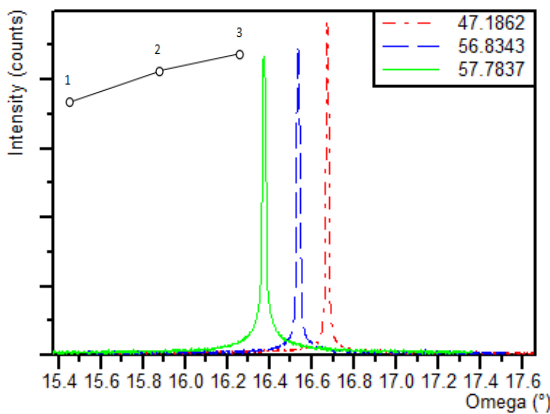
1.2 车削后的表面 X 射线检测及分析

由于车削力的作用，加工面的表层会产生位错，而位错的存在同样影响锆加工面的使用性能，因此也需要对单晶锆的加工后产生的位错程度进行分析评价。利用 X 射线摇摆曲线检测工件表面，通过摇摆曲线的半峰宽来表征位错密度，X 射线摇摆曲线摇摆可以很好地表征单晶锆加工面的缺陷情况，因此不需要

其它的检测分析针。对单晶锆的各向异性，在单晶锆的加工面上选择了 4 条沿径向的测量路线，并分为两组，第一组的两条路线由圆心出发，一条穿过加工面的脆性变形区域，另一条穿过与前一条穿过的脆性变形区域相邻的塑性变形区域。第二组的选择路线方式一致，但选择的区域不重合，以此来对第一组的检测结果进行验证。由于加工件的边缘有破棱现象发生，为了避免破棱对实验结果的影响，在检测的时候选择远离破棱的位置。在测量的过程中存在某些偶然因素，每次测量的结果都会有微小的变化。为了使检测结果根据有说服力，共进行了两组实验，最终获得的 12 次试验结果如图 5~6 所示。



(a) 脆性变形区 (a) Brittle deformation zone



(b) 塑性变形区 (b) Plastic deformation zone

图 5 第一组(a)为白色区域(b)为黑色区域摇摆曲线检测结果
Fig.5 (a) is rocking curves detection results of the white are, and (b) is rocking curves detection results of the black area in the first group

如图 5~6 所示，每图中右上角的数值自上而下为 1~3 区正序测量结果，所显示的数值为摇摆曲线的半峰宽（单位为角秒），左上角的折线图为检测结果的变化趋势。因为位错密度的变化与摇摆曲线半峰宽的数值变化成正比，所以根据摇摆曲线半峰宽数值变化可以知道，在相同的进给量的切削区域上脆性变形区的位错密度要大于塑性变形区。从整体上看，随

随着车削进给量的增加在塑性变形区径向上的位错密度逐渐增加,说明增大车削进给量会增大位错密度,而在含有脆性变形区的径向上位错密度是先增后减的,说明在不同变形区的径向上位错密度的变化趋势是不同的,这点值得注意。发生这些变化的主要原因是单晶锗的各向异性呈连续起伏的周期性变化。每个周期都存在易切区与难切区,在易切区即使进给量较大,切出的表面也很光滑,同时位错密度较小,而在难切区切出的光滑表面需要很小的切削进给量,且切出的光滑表面也会存在大的位错密度,大的位错密度将影响单晶锗成品的使用性能,并且单纯从表面粗糙度上无法分辨,导致加工件表面存在隐患,因此结合单晶锗加工表层的位错密度与表面粗糙度情况综合评价,才能更有效地评价单晶锗的表面性能。

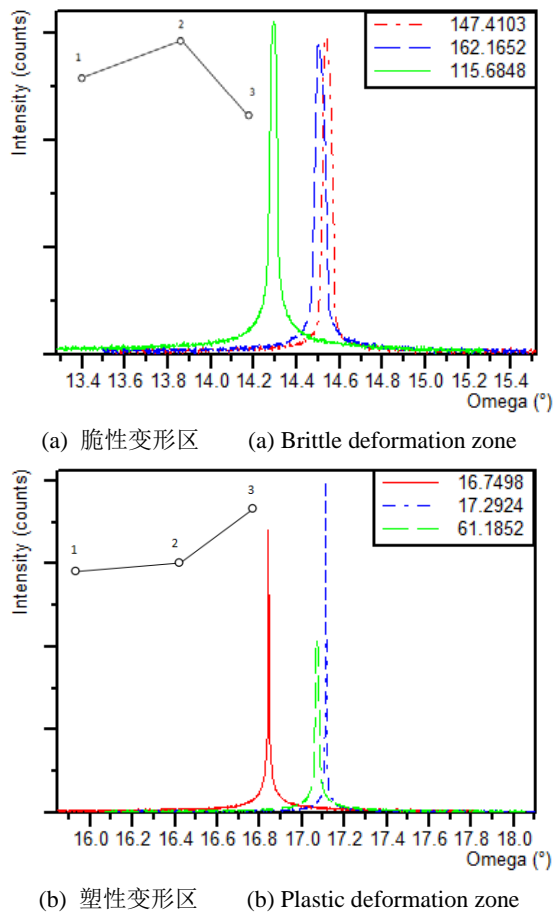


图6 第二组(a)为白色区域(b)为黑色区域摇摆曲线检测结果
Fig.6 (a)is rocking curves detection results of the white area, and (b)is rocking curves detection results of the black area in the second group

2 超精密车削单晶锗曲面分析

在超精密机床上通过超精密车削以(111)晶面为端面的单晶锗棒料圆柱面,可以获得典型单晶锗曲面,如图7所示。由于加工后的单晶锗曲面为连续变

化晶面,所以前面平面晶面所采用的摇摆曲线半峰宽表征位错密度的方法并不适用,下面尝试用晶面间距的变化程度来表征。

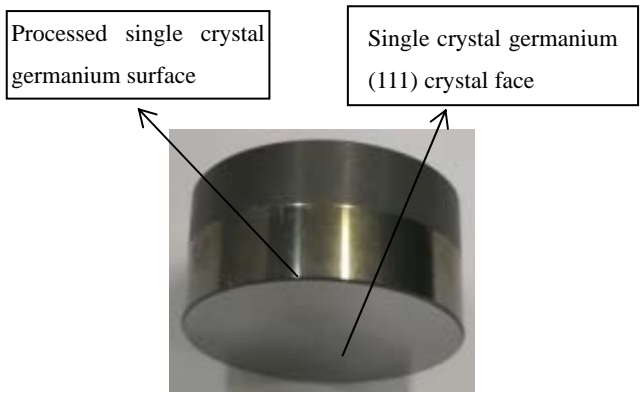


图7 超精密车削获得的直径为25 mm的单晶锗曲面
Fig.7 Single crystal germanium surface with a diameter of 25 mm obtained by ultra-precision turning

残余应力也是影响加工表面质量的重要因素之一,残余应力通常利用晶面间距的变化程度来计算。利用X射线应力分析模块,在工件上选取被测量点,然后以被测量点为中心进行6次样品台的旋转,旋转方式为:以水平方向为旋转轴,从左向右顺时针将样品台旋转不同的角度,每次旋转完成进行一次测量,然后与样品的标准卡片信息进行对比计算,即可获得被测量点的晶面间距变化百分比。利用晶面间距的变化情况虽然不如摇摆曲线那样全面地表达晶体的微观缺陷,但也能突破传统形式单晶锗表面性能评价方式的局限性。

单晶锗曲面同样因其各项异性而存在不同的分区,因此测量的位置的选取为单晶锗(111)晶面的脆性变形区域所对应的轴向上的曲面选取两个测量点,同理在单晶锗(111)晶面的塑性变形区域所对应的轴向上的曲面再选取两个测量点,并且4个点构成的两个平面与单晶锗(111)晶面平行,检测获得的4组晶面间距变化的百分比数据按照数值大小进行排列如表2所示。

结合表2及图8的测量结果可以看出:在一定范围内,随着单晶锗加工表面粗糙度的减小,晶面间距的变化程度呈现增大趋势,而晶面间距的变化会使工件表面存在不同程度的残余应力,为了证明实验结果的正确性,用相同的检测手段又进行了多组检测实验,结果表明了上述结论是正确的,除此之外并没有发现其他明显的规律。因此有必要结合单晶锗加工面的晶面间距变化程度和表面粗糙度来共同判断单晶锗加工曲面的性能。

表 2 四组测量的测量结果
Table 2 Measurement results of four sets of measurements

Name	Group	0°	18.43°	26.57°	33.21°	39.23°	45°	average value
Percent change in interplanar spacing	1#	4.265%	3.886%	4.265%	3.646%	4.557%	5.009%	4.271%
	2#	6.064%	7.115%	6.695%	7.151%	6.105%	6.313%	6.573%
	3#	7.149%	7.149%	7.261%	7.178%	6.641%	7.438%	7.136%
	4#	10.904%	12.191%	10.904%	10.679%	11.366%	11.197%	11.206%

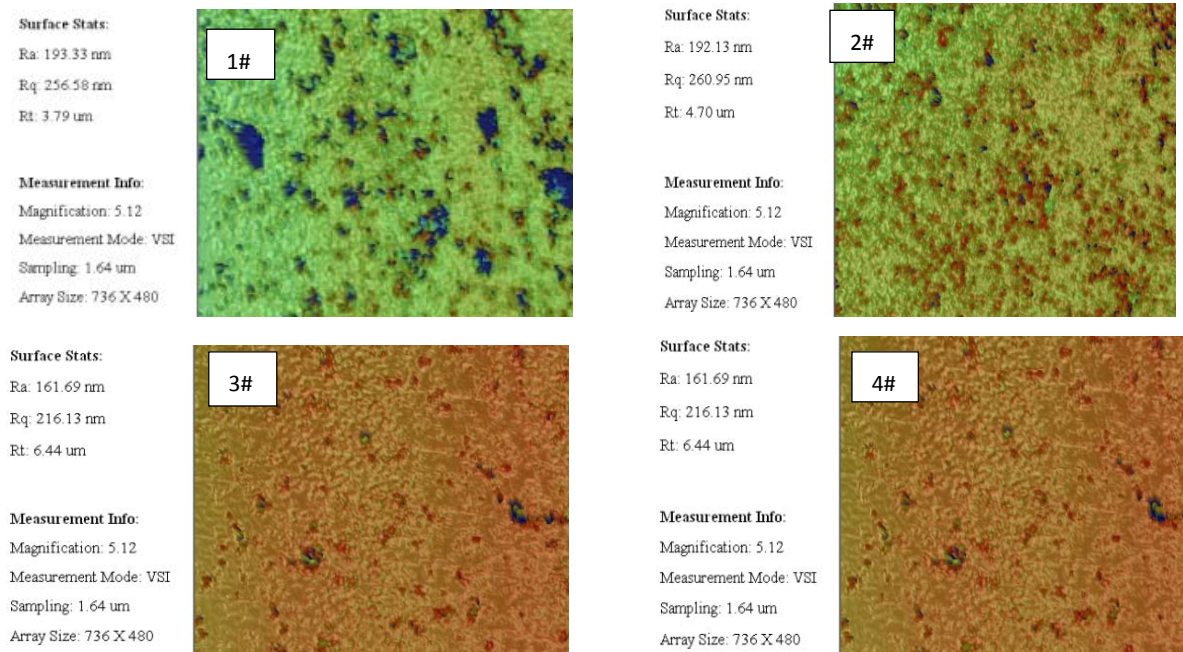


图 8 表面粗糙度测量结果 Fig.8 Surface roughness measurement results

3 结论

通过单晶锗（111）晶面的超精密车削试验，借助于表面粗糙度测量和 X 射线衍射等检测分析手段，获得了平面上表面粗糙度与位错密度的关系，以及曲面上表面粗糙度与晶面间距变化程度的关系。通过对比分析可得，针对单晶锗的平面可以采用表面粗糙度与位错密度相结合的性能评价方法；针对单晶锗曲面可以采用表面粗糙度与晶面间距变化程度相结合的性能评价方法，以此来更好地评价超精密车削单晶锗的表面质量。

参考文献：

[1] 李池娟, 孙昌峰, 孟凡波, 等. 单点金刚石车削技术的研究[J]. 激光与红外, 2009, 39(12): 1341-1343.
LI Chijuan, SUN Changfeng, MENG Fanbo, et al. Study on single point diamond turning technology[J]. *Laser and Infrared*, 2009, 39(12): 1341-1343.

[2] 石广丰, 朱可可, 史国权, 等. 超精密径向调刀飞刀盘研制及弧形微结构的飞切实验[J]. 制造业自动化, 2017, 39(10): 1-3, 9.
SHI Guangfeng, ZHU Keke, SHI Guoquan et al. Development of ultra-precision radial bladed flyhead and fly-cut experiment of curved

microstructure[J]. *Manufacturing Automation*, 2017, 39(10): 1-3, 9.

[3] 谢启明, 李茂忠, 陈俊其, 等. 锗晶体二维转鼓单点金刚石飞切工艺的研究[J]. 新技术新工艺, 2009(3): 22-24.
XIE Qiming, LI Maozhong, CHEN Junqi, et al. Study on the single-point diamond fly-cutting process of two-dimensional drum of germanium crystal[J]. *New Technology and New Process*, 2009(3): 22-24.

[4] Adnan A S, Ramalingam V, Ko J H, et al. Nano texture generation in single point diamond turning using backside patterned workpiece[J]. *Manufacturing Letters*, 2014, 2: 44-48.

[5] 苗实, 史国权, 石广丰, 等. 单晶锗各向异性对加工表面粗糙度的影响[J]. 机械科学与技术, 2017, 36(1): 89-94.
MIAO Shi, SHI Guoquan, SHI Guangfeng, et al. Effect of anisotropy of single crystal crucible on the roughness of machined surface[J]. *Journal of Mechanical Science and Technique*, 2017, 36(1): 89-94.

[6] 赵彪. 单晶锗微纳米切削脆塑转变机理研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2017.
ZHAO Biao. Study on the brittle-plastic transition mechanism of micro-nano cutting of single crystal crucible[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2017.

[7] 赖敏. 单晶锗纳米切削机理和切削极限的研究[D]. 天津: 天津大学, 2016.
LAI Min. Nanocrystalline cutting mechanism and cutting limit for single crystal crucible[D]. Tianjin: Tianjin University, 2016.

[8] YANG Guangliang, Richard Jones, Franz Klein, et al. Rocking curve

- imaging for diamond radiator crystal selection[J]. *Diamond and Related Materials*, 2010, **19**: 719-722.
- [9] Herrmann M, Kempa P B, Doyle S. Microstructure of energetic crystal grain by grain via rocking curve[J]. *Zeitschrift für Kristallographie Supplements*, 2007(s26): 557-562.
- [10] 周小清, 徐容, 黄明, 等. 用高分辨X射线摇摆曲线表征RDX单晶的位错密度[C]//重庆市人民政府、中国工程物理研究院: 全国危险物质与安全应急技术研讨会论文集(上), 2011: 6.
ZHOU Xiaoqing, XU Rong, HUANG Ming, et al. Characterization of Dislocation Density of RDX Single Crystals by High Resolution X-ray Rocking Curve[C]//Chongqing Municipal People's Government, China Academy of Engineering Physics. *National Hazardous Substances and Safety Emergency Technology Conference Proceedings*, 2011: 6.
- [11] LI Nan, FENG Deshen, YIN Shiping, et al. Study on dislocation multiplication in the head of Germanium single crystal[J]. *Rare Metals*, 2006, **25**(S2): 59-64.
- [12] HE S H, HE B B, ZHU K Y, et al. Evolution of dislocation density in bainitic steel: modeling and experiments[J]. *Acta Materialia*, 2018, **149**: 46-56.

全国第十七届红外加热暨红外医学发展研讨会征文通知（第一轮）

由中国光学学会红外与光电器件专业委员会、中国光学光电子行业协会红外分会、国家红外及工业电热产品质量监督检验中心、中国机械工程学会工业炉分会、锦州市光学学会、云南省光学学会、中国电子学会量子电子学与光电子学分会、中国电工技术学会电热专业委员会联合主办,《红外技术》编辑部、《工业加热》编辑部等协办的全国第十七届红外加热暨红外医学发展研讨会,拟定于2019年10月下旬在山东省青岛市召开。

本届会议主要反映与交流近年来,红外加热技术及红外医学领域的新成果和新进展。会议重视学术交流的质量与成效,扩展各学科及技术领域之间的信息交流,最大限度地推动红外加热与红外医学技术创新、应用研究及产业化。为此,在开展正常学术交流的同时,本届会议将同步举办相关的行业信息交流与新产品展示;并就广大企业普遍关注的专业技术问题,邀请国内红外光电领域的知名专家、学者到会做专题技术报告。热诚欢迎从事红外加热与红外医学研究及工程应用的科研人员、医疗专家踊跃投稿并参会!大会学术委员会届时将评选会议优秀论文,并推荐到EI收录的《红外技术》和《工业加热》期刊发表。

一、应征论文范围

1. 红外加热与红外医疗保健技术在国民经济中地位、作用及发展前景的综述、评论;
2. 红外辐射与物质、人体相互作用,红外加热及红外医疗保健理论与机理的研究;
3. 红外加热元件、红外辐射涂料的新成果、新工艺及相关技术研究;
4. 各种红外加热装置的优化设计与制造及应用实例剖析;
5. 红外加热检测技术、物质的红外光谱及相关技术研究;
6. 红外加热技术在节能减排方面的研究成果;
7. 红外加热在生物学与医学中的应用等;
8. 红外医疗保健新仪器、新材料、新技术、新成果及国内外发展动向;
9. 红外医疗保健的临床理论研究,临床应用研究;
10. 红外加热技术在清洁能源供暖领域的应用研究;
11. 红外加热技术与红外保健产品在日常生活领域的应用研究;
12. 相关的红外激光、太赫兹、微波、毫米波研究与应用。

二、应征论文作者请于2019年9月20日前,将论文全文的电子文档发送到E-mail: 1171288057@qq.com或zengyu18@sina.com;或寄到:国家红外及工业电热产品质量监督检验中心(邮政编码:430048)曾宇教授收。并请作者注明详细通讯地址、工作单位及职务、职称和邮政编码。

三、经审稿录用的论文摘要集,将由《红外技术》编辑部、中国学术期刊(光盘版)电子杂志社编辑出版。

四、会议筹备组的通信地址:武汉市东西湖区金银湖东二路5号,国家红外及工业电热产品质量监督检验中心(邮政编码:430048);

联系人:曾宇、吴迪、卢子忱;

电话:13618650428、18672970801、13802568720,

传真:027-85795691,

E-mail: 1171288057@qq.com、zengyu18@sina.com。