

表面摩擦磨损与润滑

铁基金刚石磁性磨料的制备及其性能研究

王鹏川, 金洙吉

(大连理工大学, 辽宁 大连 116024)

摘要: 目的 制备一种新型磁性磨料, 解决结合剂对磨粒相把持力不足的问题。方法 以碳钢钢球为铁磁相, 以金刚石微粉为磨粒相, 以化学镀镍层为结合剂, 通过化学复合镀加滚镀的方式制备铁基金刚石磁性磨料。应用扫描电子显微镜 (SEM) 对磁性磨料的形貌和元素组成进行分析, 采用 XRD 衍射仪对不同热处理温度下镀层的晶态结构进行检测, 通过维氏硬度计和 WS-2005 涂层附着力划痕仪测量硬度和结合力。以 45 钢平面加工为例, 研究不同粒径的铁磁相和磨粒相对磁性磨料加工性能的影响。结果 由扫描电镜观察磁性磨料表面形貌, 发现金刚石微粉在整个镀层表面都有沉积且分布均匀, 没有团聚现象, EDS 能谱图显示镀层主要由 Ni, P, C 3 种元素组成。热处理温度为 400 °C 时, 镀层维氏硬度达到最高 805.12HV, 此时镀层与铁基体的结合力为 130 N。磁力研磨加工实验中发现表面粗糙度和材料去除率与磨粒相和铁磁相的粒径有关, R_a 最低下降到 0.11 μm 。结论 所制备的球形磁性磨料具有较高的硬度和结合力, 磁力研磨加工性能优良。

关键词: 磁性磨料; 金刚石微粉; 化学复合镀; 维氏硬度; 结合力; 粒径; 表面粗糙度

中图分类号: TH117 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2016)12-0078-06

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2016.12.013

Preparation and Performance of Iron-based Diamond Magnetic Abrasive

WANG Peng-chuan, JIN Zhu-ji

(Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

ABSTRACT: The work aims to prepare a new type of magnetic abrasive in order to overcome insufficient bonding of agglutinant to grain phase. With carbon steel balls as ferromagnetic phase, diamond powder as grain phase and chemical nickel plate as agglutinant, the iron-based diamond magnetic abrasive was prepared by combining chemical composite plating and barrel plating. The surface morphology and elemental composition of magnetic abrasive were analyzed by scanning electron microscope (SEM). Crystalline structure of the coating at different heat treatment temperatures was detected by X-ray diffractometer. Hardness and binding force were measured by Vickers hardness tester and WS-2005 coating adhesion scratch tester. The effect of ferromagnetic phase and abrasive grains with different grain diameters on processability of magnetic abrasive was studied in case of 45 steel flat machining. Diamond powder was found to be deposited and uniformly distributed on the whole plating surface and no agglomeration was detected when the surface morphology of magnetic abrasive was observed by scanning electron microscope. According to EDS energy spectrum diagram, the plating was mainly composed of three elements of Ni, P and C.

收稿日期: 2016-04-05; 修订日期: 2016-04-16

Received: 2016-04-05; Revised: 2016-04-16

作者简介: 王鹏川 (1991—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为化学复合镀制备磁性磨料。

Biography: WANG Peng-chuan (1991—), Male, Master, Research focus: preparation of magnetic abrasives by electroless composite plating.

通讯作者: 金洙吉 (1967—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为精密与超精密加工技术。

Corresponding author: JIN Zhu-ji (1967—), Male, Doctor, Professor, Research focus: precision and ultra-precision processing technology.

Vickers hardness of the plating was up to 805.12HV (maximum) at the heat treatment temperature of 400 °C and the binding force between plating and iron substrate was 130 N. In the magnetic grinding machining experiment, the surface roughness and material removal rate related to the grain size of grain phase and ferromagnetic phase. In addition, the surface roughness of workpiece dropped to 0.11 μm (minimum). The hardness and binding force of the prepared spherical magnetic abrasive are good and the processability of magnetic grinding is excellent.

KEY WORDS: magnetic abrasive; diamond powder; chemical composite plating; Vickers hardness; binding force; particle size; surface roughness

随着制造业技术迅速发展,光整加工技术不断趋于柔性化、自动化和集成化,以提高工件表面的抛光质量和效率^[1]。磁力研磨加工作为非传统表面光整技术,可以满足任意形状工件内外表面的抛光,且具有磨料随时补偿、加工效率高、制造成本较低等优点,因此国内外学者在原理和应用上对此研究很多^[2],在多种型面零件如平面^[3]、内圆表面^[4]、非轴对称管件内表面^[5]、三维曲面^[6]以及微小结构零件光整加工^[7]上都有应用。在磁力研磨加工过程中,高导磁率磁性磨料在磁场中受磁场力作用团聚在一起形成柔性磨料刷,磨料刷随着磁场旋转而不断运动,对工件表面产生挤压、划擦、刻划、微量切削等作用,从而实现工件表面抛光的目的^[8]。磁性磨料由铁磁相、磨粒相和粘结剂组成,制备方法主要有机械混合法^[9]、粘结法^[10]、烧结法^[11]、铸造法^[12]、雾化快凝法^[13]等。粘结法和烧结法磨粒相分布不均且粘结不牢固,使用寿命短;铸造法磨粒相和铁磁相的润湿性和密度差要求较高,条件苛刻;雾化快凝法制造设备复杂,成本较高,因此磁性磨料的制备问题大大限制了磁力研磨技术的发展^[14]。化学复合镀可以将磨粒相与镍磷合金共沉积到铁磁相上,颗粒粒径一致性好,使用寿命长,工艺简单^[15]。酸性化学复合镀与碱性化学镀相比,镀速快、镀液较稳定且镀层性能好^[16],因此文中选择酸性化学复合镀,以粒径不同的碳钢钢球作为磁性磨料的铁磁相,以粒径不同的人造金刚石微粉作为磁性磨料的磨粒相,制备出新型球形磁性磨料并研究其性能。

1 实验

1.1 球形磁性磨料制备

文中借鉴电镀中小零件的滚镀工艺^[17],将钢球

置于滚筒中,利用滚筒旋转使各个钢球表面都有磨粒相的沉积。铁磁相为碳钢材质的钢球,粒径分别为 0.4, 0.6, 1.0 mm;磨粒相为人造金刚石微粉,粒径为 5, 10, 32 μm 。钢球需要浸泡在碱性除油液中超声波震荡 25 min,然后在体积分数为 10% 的稀硫酸中活化 2 min。金刚石微粉需要在丙酮溶液中浸泡 20 min,然后分别用稀硝酸和 NaOH 溶液(质量分数均为 10%)煮沸 30 min 以除去杂质。化学复合镀工艺参数为硫酸镍 28 g/L,次磷酸钠 28 g/L,柠檬酸 22 g/L,辅助络合剂 15 g/L,稳定剂 1.5 mg/L,丁二酸 5 g/L,乙酸钠 15 g/L,CTAB 50 mg/L,金刚石浓度 4 g/L,磁力搅拌速度 400 r/min,滚筒转速 5 (°)/s。镀液配制好后,用 NaOH 溶液调 pH 至 5.1,待镀液温度升至 85 °C 后,将经过前处理的碳钢钢球置于滚筒中光镀 12 min,然后加入金刚石微粉进行化学复合镀至规定时间,取出磨料,冲洗干净后在 200 °C 下烘干 1 h 除氢,防止氢脆。金刚石磨粒相作为微小切削刃需要在镀层上有一定的裸露高度,一般占磨粒相高度的 40% 左右即可,实验镀速为 26.62 $\mu\text{m}/\text{h}$,因此粒径为 5, 10, 32 μm 的磨粒相的复合镀时间分别为 7, 14, 43 min。

1.2 磁性磨料性能测定

采用美国 FEI 公司 Q45 型扫描电子显微镜观察表面形貌并用能谱仪分析复合镀层的元素组成。镀层硬度用 HVS-1000 型数显维氏硬度计测量,选取载荷为 500 g,保压时间为 10 s,样品尺寸为 15 mm×15 mm,每个样品测量 9 个点取平均值。采用 XRD 对镀层进行物相分析,机型为日本岛津制作所生产的 XRD-6000,扫描范围-6°~163°。镀层与铁基体间的结合强度用 WS-2005 型涂层附着力自动划痕仪检测,采用声发射信号模式,正压力均匀加载,压头直径 200 μm ,划痕长 5 mm,加载载荷

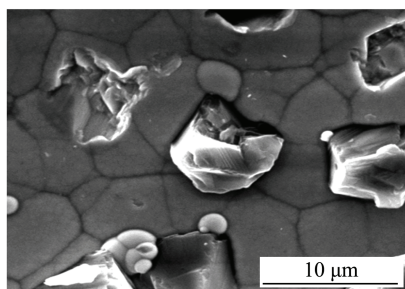
180 N, 加载速度 1 mm/min。

采用改进的平面磁力研磨装置对磁性磨料进行性能检测, 探究铁磁相和磨粒相的大小对表面粗糙度值和材料去除率的影响, 试验参数如下: 加工件材料为 45 钢圆盘 (直径 70 mm), 磁极表面磁感应强度为 700 MT, 磁性磨料用量 15 g, 加工间隙为 5 mm, 相对转速为 250 r/min, 工件横向进给速率为 1 mm/s。表面粗糙度由 NV5000 5022S 型 3D 表面轮廓仪测定, 材料去除量 m 值由试件加工前后的质量差值得到, 质量由 CP225D 电子天平测定。

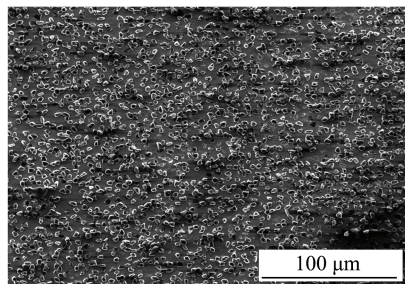
2 结果与讨论

2.1 磁性磨料的表面形貌及成分

铁磁相粒径 1 mm、磨粒相粒径 10 μm 的磁性磨料在低倍率和高倍率条件下的 SEM 外观形貌见图 1。由图 1 可知, 镀层表面呈银白色, 为胞状结构, 且大小基本一致, 这是因为开始阶段镍磷首先在试件表面有位错、小孔、裂痕等处成核, 然后核心逐渐长大并向外蔓延, 随着镀层厚度的增加, 逐渐长成圆丘状的外形, 形成胞状组织^[18], 而金刚石微粉随镍磷共沉积到基体上。金刚石在整个镀层表面都有沉积且分布均匀, 没有较为严重的团聚现象发生, 磨粒相一部分被镀层包裹, 与镀层结合程度高。对镀层表面进行能谱分析, 结果见图 2。Ni,



a 1000倍



b 10 000倍

图 1 磁性磨料的表面形貌

Fig.1 SEM of magnetic abrasive particles

P, C 为镀层主要组成元素, 其中 P 的质量分数为 7.27%, 属于中磷镀层。

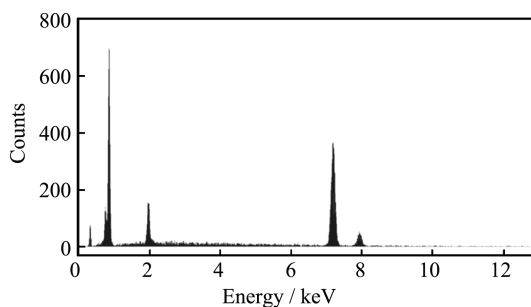


图 2 化学复合镀层的 EDS 谱

Fig.2 EDS spectrum of electroless composite coating

2.2 Ni-P 镀层的硬度及晶态结构

磁性磨料寿命与镀层对磨粒相的把持力有密切关系, 把持力越大, 在磁力研磨加工过程中磨粒相越不易脱落, 磨料寿命越长, 而把持力与镀层硬度有一定的正相关性, 硬度越高, 把持力越大。由于显微硬度计以锥形金刚石为压头, 测量以金刚石为磨粒相的磁性磨料的硬度没有意义, 故对不同热处理温度下的 Ni-P 镀层进行维氏硬度测定, 结果见图 3。由图 3 可知镀层硬度随热处理温度升高先增大后减小, 最佳热处理温度为 400 $^{\circ}\text{C}$, 此时镀层最大维氏硬度为 805.12 HV。

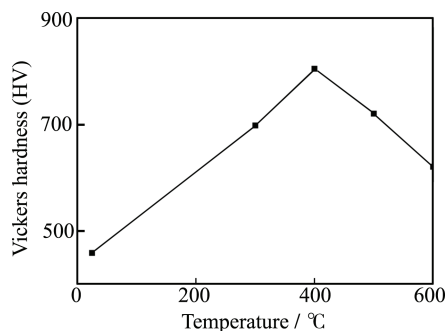


图 3 Ni-P 镀层维氏硬度随热处理温度变化曲线

Fig.3 Vickers hardness curve of Ni-P electroless coatings with heat treatment temperatures

为了分析原因, 用 XRD 衍射仪对不同温度下热处理后的镀层进行晶态结构分析, 结果见图 4。由图 4 可知未经热处理的镀层在 $2\theta=44^{\circ}$ 处出现馒头峰, 说明此时为非晶态结构; 经 300 $^{\circ}\text{C}$ 热处理 1 h 后, 出现高度较低的 Ni 衍射峰和 Ni_3P 衍射峰, 标志着镀层结构向晶态转变; 之后随着热处理温度升高, Ni 峰、 Ni_3P 峰持续增大, 最终镀层完全晶化。由晶态结构分析可知, 镀层经过热处理, 原来

的衍射峰转化为 Ni 峰和 Ni_3P 峰, Ni_3P 粒子均匀弥散在镍固溶体中, 产生沉淀硬化作用, 镀层硬度提高。400 °C 时, Ni_3P 相完全析出, 此时硬度最大。但热处理温度过高, 分布在镍固溶体中的 Ni_3P 硬粒子不断聚集长大, 形成数量少、间距大的粗颗粒, 故镀层硬度下降^[19], 因此最佳热处理温度为 400 °C。

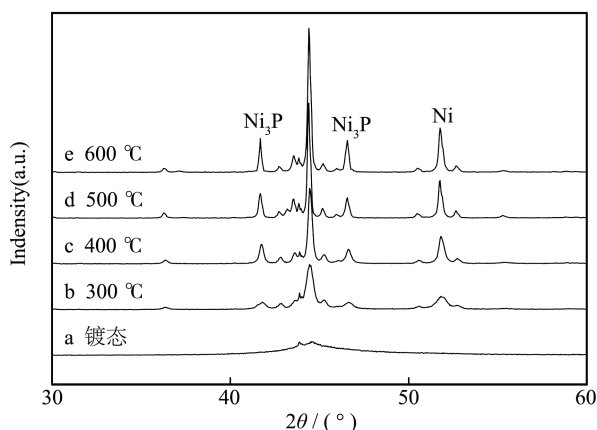


图 4 不同热处理温度下镀层 XRD 衍射图

Fig.4 XRD diffraction diagrams of coatings in different heat treatment temperatures

2.3 磁性磨料结合力评价

磁性磨料寿命与镀层对基体的结合力也有密切关系, 由于球形磁性磨料尺度很小, 难以对其结合力进行测定, 因此对 15 mm×15 mm 试件进行化学复合镀且 400 °C 热处理 1 h 后做划痕实验, 以此评价磁性磨料镀层结合力是否满足加要求, 结果见图 5。由图 5 可知开始阶段声发射信号强度几乎为 0, 压头只在镀层表面滑动; 当加载力达到 90 N 后, 声发射信号变得连续且逐渐增强, 说明压头压入深度不断增大; 当加载力达到 130 N 后, 声发射信号强度瞬间增大, 说明压头和镀层的接触状况发生改变, 镀层结合力为 130 N。由于磁力研磨是微量切

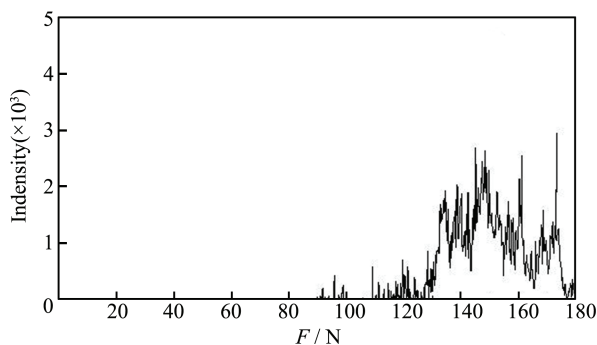


图 5 声发射信号与加载力关系曲线

Fig.5 The curve of acoustic emission signal and loading force

削, 磁性磨料在研磨过程中所受压力远小于 130 N, 故满足磁力研磨要求。

2.4 铁磁相和磨粒相大小对磁性磨料磨削性能的影响

2.4.1 不同粒径磨粒相的加工性能

图 6 中铁磁相粒度为 0.6 mm, 磨粒相粒度分别是 5, 10, 32 μm 时工件表面粗糙度和材料去除量 m 随时间变化的关系曲线。磨粒相粒径为 10 μm 时, 加工 4 min 后 Ra 由 1.2 μm 下降到 0.63 μm, m 达到 3.6 mg, 表面粗糙度值下降快, 加工效率高, 之后表面粗糙度下降趋势减弱直至基本不再变化, 材料去除量上升缓慢。这是因为加工前期工件表面凹凸不平, 在工件凸起处磁力线较为密集, 研磨压力大, 故加工效率高, 之后凸起被磨平, 研磨压力下降, 同时磨粒切削刃磨钝或者脱落, 导致加工效率降低, 表面粗糙度和材料去除率趋于稳定。

从整体趋势上看, 3 种规格磁性磨料的加工性能曲线变化趋势相似, 但金刚石磨粒相粒径越小, 加工效率越低, 即表面粗糙度和材料去除量变化越缓慢, 这是因为铁磁相粒径相同则磁性磨料所受磁场力也相同, 而磨粒相粒径与切削刃大小呈正相关, 切削刃越小加工效率越低。但是磨粒相粒径为 5 μm 时工件表面粗糙度最终达到 0.11 μm, 远小于磨粒相粒径为 32 μm 时所达到的 0.32 μm, 说明磨粒相粒径越小, 在加工达到饱和状态时, 所能达到的表面粗糙度也越小, 表面质量越好。

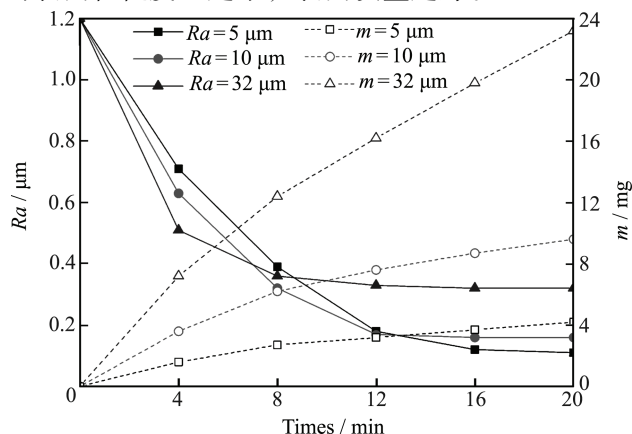


图 6 磨粒相粒径不同时 45# 钢加工性能曲线

Fig.6 45# steel processing performance curve with different sizes of abrasive particles

2.4.2 不同粒径铁磁相加工性能

磨粒相粒度为 10 μm, 铁磁相粒度分别是 0.4,

0.6, 1.0 mm 时工件表面粗糙度和材料去除量 m 随时间变化的关系曲线见图 7。由图 7 可知 3 种磁性磨料的加工性能随时间的变化规律基本一致, 铁磁相粒径越大, 表面粗糙度下降越快, 材料去除量上升越快, 表面粗糙度趋于稳定所用时间也越少, 表明加工效率越高, 这是因为磁性磨料在磁场中所受的力与磨料体积成正比, 即与磨料粒径成正比, 粒径大的磁性磨料所受磁场力越大, 切削深度也就越大。铁磁相粒径为 0.4, 0.6, 1.0 mm 时, 所能达到的最终表面粗糙度分别为 0.13, 0.16, 0.21 μm , 说明铁磁相粒径越小, 能达到的表面粗糙度也越小, 这可能是因为对于相同质量的磨料, 磨料粒度越大, 参与切削加工的有效切削刃越少, 表面粗糙度值也越大。

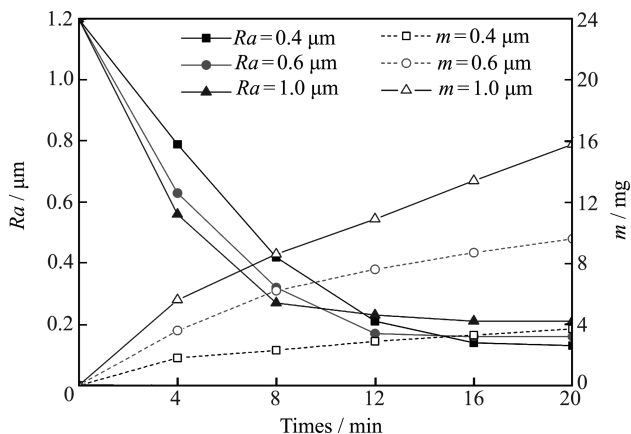


图 7 铁磁相粒径不同时 45#钢加工性能曲线

Fig.7 45# steel processing performance curve with different sizes of ferromagnetic phase

在实际加工中, 大铁磁相、大磨粒相磁性磨料适用于粗加工; 大铁磁相、小磨粒相磁性磨料适用于半精加工; 小铁磁相、小磨粒相磁性磨料适用于精加工。文中采用磁性磨料 A (铁磁相为 1 mm、磨粒相为 32 μm)、B (铁磁相为 0.6 mm、磨粒相为 10 μm)、C (铁磁相为 0.4 mm、磨粒相为 5 μm) 依次加工 4 min, 加工后 R_a 由 1.2 μm 下降到 0.11 μm , 提高了加工效率且表面粗糙度显著降低。

3 结论

1) 采用化学复合镀法制备铁基金刚石球形磁性磨料, 金刚石磨粒相在整个镀层表面都有沉积且分布均匀, 没有较为严重的团聚现象, 磨粒相的一部分被镀层所包裹, 两相接触处结合牢固。

2) 磁性磨料镀层硬度受热处理温度影响较大, 在 400 $^{\circ}\text{C}$ 下热处理 1 h 后 Ni_3P 相析出完全, 受共格相沉淀硬化机制作用, 硬度达到最大值 805.12 HV, 此时, 镀层结合力达到 130 N, 满足磁力研磨加工要求。

3) 表面粗糙度和材料去除量与铁磁相、磨粒相的粒径大小密切相关。采用不同规格的磁性磨料进行分步加工可以有效提高加工效率并降低表面粗糙度值。

参考文献

- [1] 韩光超, 赵甲, 甘春明, 等. 磁场辅助软质工具游离磨粒抛光工艺研究[J]. 华中科技大学学报(自然科学版), 2014(5): 52—56.
HAN Guang-chao, ZHAO Jia, GAN Chun-ming, et al. Research on Soft Tool and Free Abrasive Polishing Technology with Assistant Control of Magnetic Field[J]. Journal of Huazhong University of Science and Technology(Natural Science Edition), 2014(5): 52—56.
- [2] 陈燕, 刘昭前, 王显康. 超声波振动辅助磁力研磨加工研究[J]. 农业机械学报, 2013, 44(10): 294—298.
CHEN Yan, LIU Zhao-qian, WANG Xian-kang. Ultrasonic Vibration-assisted Magnetic Abrasive Finishing[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2013, 44(10): 294—298.
- [3] SDIPARA A, JAIN V K. Experimental Investigations into Surface Roughness and Yield Stress in Magnetorheological Fluid Based Nano-finishing Process[J]. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2012, 1(3): 855—860.
- [4] YOON S, TU J F, LEE J H, et al. Effect of the Magnetic Pole Arrangement on the Surface Roughness of STS 304 by Magnetic Abrasive Machining[J]. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2014, 15(7): 1275—1281.
- [5] 肖作义, 赵玉刚, 吴文权. 磁粒研磨新工艺的开发——磁粒喷洒研磨加工系统[J]. 表面技术, 2003, 32(5): 60—62.
XIAO Zuo-yi, ZHAO Yu-gang, WU Wen-quan. Development of a New Technology on the Magnetic Abrasive Jet Machining System[J]. Surface Technology, 2003, 32(5): 60—62.
- [6] 孙奕澎, 孟祥志, 史家顺, 等. 虚轴机床磁力研磨刀具轨迹点的空间插补[J]. 东北大学学报, 2003, 24(3): 260—263.
SUN Yi-peng, MENG Xiang-zhi, SHI Jia-shun, et al. 3D Space Interpolations for Magnetic Abrasive Finishing by Virtual Axis Machine Tool[J]. Journal of Northeastern University(Natural Science), 2003, 24(3): 260—263.
- [7] BARON K S L, PARK Y M. Micro Deburring for Precision Parts Using Magnetic Abrasive Finishing Method[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 184(4): 260—263.

- 19—25.
- [8] AMINEH S K, TEHRANI A F, MOHAMMADI A. Improving the Surface Quality in Wire Electrical Discharge Machined Specimens by Removing the Recast Layer Using Magnetic Abrasive Finishing Method[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2013, 66(9): 1793—1803.
- [9] NEPOMNYASHCHII V V, VOLOSHCHENKO S M, MOSINA T V, et al. Metal Surface Finishing with Magnetic Abrasive Powder Based on Iron with Ceramic Refractory Compounds(Mechanical Mixtures)[J]. Refractories and Industrial Ceramics, 2014, 54(6): 471—474.
- [10] 侯朋坤, 杨胜强, 李文辉, 等. 粘结法制备磁性磨料及其对轴承钢外圆表面的光整加工研究[J]. 现代制造工程, 2015(3): 75—78.
HOU Peng-kun, YANG Sheng-qiang, LI Wen-hui, et al. The Bounded Magnetic Abrasive Particles and the Research on Bearing Steel Cylindrical Surface Finishing Processing[J]. Modern Manufacturing Engineering, 2015(3): 75—78.
- [11] LIU Z Q, CHEN Y, Li Y J, et al. Comprehensive Performance Evaluation of the Magnetic Abrasive Particles[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2013, 68(1): 631—640.
- [12] 贺美云, 白增树, 孟丽霞. 磁性磨料的制备技术[J]. 表面技术, 2005, 34(4): 76—77.
HE Mei-yun, BAI Zeng-shu, MENG Li-xia. Preparation Technique of Magnetic Abrasive[J]. Surface Technology, 2005, 34(4): 76—77.
- [13] ZHANG G X, ZHAO Y G, ZHAO D B, et al. New Iron-based SiC Spherical Composite Magnetic Abrasive for Magnetic Abrasive Finishing[J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2013, 26(2): 377—383.
- [14] 陈燕, 张旭. 铁基白刚玉磁性磨料的制备工艺[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2013, 33(3): 12—16.
CHEN Yan, ZHANG Xu. Preparation Technology of Iron-based White Corundum Magnetic Abrasive Grits[J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2013, 33(3): 12—16.
- [15] 张翠杰, 刘贯军, 张培彦. Ni-P-PTFE 化学复合镀工艺优化及镀层性能研究[J]. 表面技术, 2015, 43(1): 102—105.
ZHANG Cui-jie, LIU Guan-jun, ZHANG Pei-yan. Process Optimization of Electroless Ni-P-PTFE Composite Plating and Research on the Coating Performance[J]. Surface Technology, 2015, 43(1): 102—105.
- [16] 姜晓霞, 沈伟. 化学镀理论及实践[M]. 北京: 国防工业出版社, 2000.
JIANG Xiao-xia, SHEN Wei. The Fundamentals and Practice of Electroless Plating[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2000.
- [17] 刘婷婷, 朱永伟, 孙韬. 电流密度对金刚石表面镍层形貌及加工特性的影响[J]. 硅酸盐学报, 2014, 42(7): 897—902.
LIU Ting-ting, ZHU Yong-wei, SUN Tao. Influence of Current Density on Coating Morphology of Diamond and Its Machining Performance[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2014, 42(7): 897—902.
- [18] 方信贤, 薛亚军, 戴玉明, 等. 孔表面化学镀 Ni-P 及其沉积机制[J]. 腐蚀与防护, 2011(3): 185—189.
FANG Xin-xian, XUE Ya-jun, DAI Yu-ming, et al. Electroless Plated Ni-P on Hole Surface and Mechanism of Deposition[J]. Corrosion & Protection, 2011(3): 185—189.
- [19] 何新天, 刘建雄, 吴正宇, 等. 镀层激光处理的研究现状[J]. 热加工工艺, 2011, 40(10): 143—146.
HE Xin-tian, LIU Jian-xiong, WU Zheng-yu, et al. Research Status of Laser Treatment on Plating Surface[J]. Hot Working Technology, 2011, 40(10): 143—146.