



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102531676 A

(43) 申请公布日 2012.07.04

(21) 申请号 201210053742.1

(22) 申请日 2012.03.03

(71) 申请人 哈尔滨工业大学

地址 150000 黑龙江省哈尔滨市南岗区西大直街 92 号

(72) 发明人 宗文俊 李增强 胡振江 孙涛

(51) Int. Cl.

C04B 41/51 (2006.01)

C04B 41/53 (2006.01)

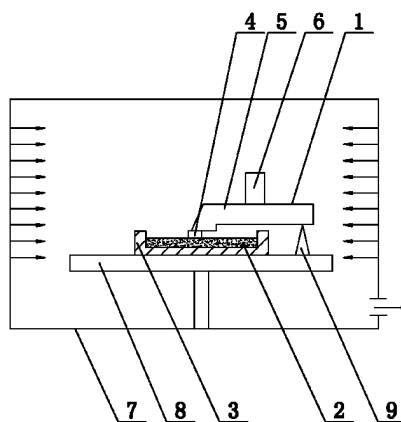
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法

(57) 摘要

基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法。属于超精密切削加工技术领域。可有效去除或修复机械刃磨工艺环节导入刀具表面的损伤层,使刀具表面微硬度和弹性模量等力学参数接近固有值,从而提高刀具刃口耐磨损性能。方法:采用机械刃磨工艺方法刃磨天然金刚石刀具的表面,用丙酮超声清洗干净;取 2-5g 纳米氧化铜粉末置于金属铜器皿中,然后把天然金刚石刀具的刀头置于金属铜器皿内的纳米氧化铜粉末上,同时施加 138g 配重块;把盛有纳米氧化铜的金属铜器皿、天然金刚石刀具和配重块一起放到真空热处理炉内的工作台上进行热处理;完成热处理后取出天然金刚石刀具,并用丙酮把刀具表面擦拭干净。本发明用于去除或修复天然金刚石刀具表面的损伤层。



1. 一种基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,其特征是:所述的方法由下述步骤实现:

步骤一,采用机械刃磨工艺方法刃磨天然金刚石刀具(1)的表面,使得所述的天然金刚石刀具(1)形成锋利的刀刃,然后用丙酮超声将天然金刚石刀具(1)表面清洗干净;

步骤二,选用球状外形的纳米氧化铜粉末(2),并取 2-5g 所述的纳米氧化铜粉末(2)置于金属铜器皿(3)中,然后把天然金刚石刀具(1)的刀头(4)置于金属铜器皿(3)内的纳米氧化铜粉末(2)上,同时向天然金刚石刀具(1)的刀柄(5)上面施加 138g 的配重块(6),所述的纳米氧化铜粉末(2)的粒径 $< 100\text{nm}$;

步骤三,把盛有纳米氧化铜粉末(2)的金属铜器皿(3)、天然金刚石刀具(1)和配重块(6)一起放到真空热处理炉(7)内的工作台(8)上,用调高度的支撑体(9)调整天然金刚石刀具(1)的刀柄(5),使天然金刚石刀具(1)处于水平状态;然后关上炉门进行热处理,热处理工艺参数为:温升率为 $15-20^{\circ}\text{C}/\text{min}$,最高温度为 $200\pm 5^{\circ}\text{C}$,且在最高温度下保持恒温 120min,炉内工作真空度为 $5\times 10^{-3}-5\times 10^{-2}\text{Pa}$,自然冷却至室温,但要求炉温高于 150°C 时保持炉内工作真空度在上述限定的范围内;

步骤四,完成热处理后取出天然金刚石刀具(1),并用丙酮把该天然金刚石刀具(1)的表面擦拭干净。

2. 如权利要求 1 所述的一种基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,其特征是:

步骤二,取 5g 所述的纳米氧化铜粉末(2)置于金属铜器皿(3)中;步骤三中,热处理工艺参数为:温升率为 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$,最高温度为 200°C ,且在最高温度下保持恒温 120min,炉内工作真空度为 $5\times 10^{-3}-5\times 10^{-2}\text{Pa}$ 。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的一种基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,其特征是:步骤三中,真空热处理炉(7)内位于工作台(8)的上、下、左、右侧的内壁上安装金属钼带,实现整个真空热处理炉(7)内的辐射加热。

基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法

技术领域

[0001] 本发明属于超精密切削加工技术领域,特别涉及一种天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法。

背景技术

[0002] 天然金刚石刀具以硬度高、耐磨损、化学惰性优良而著称,但对于精度要求严格的应用场合,刀具刃口的耐磨损性能还需特殊考虑。而随着人类逐步深入认识天然金刚石晶体的物理、力学性能,若不考虑冷却液(气)、振动辅助、低温和表面改性等工艺措施,晶体筛选法和晶面优选法被认为是提高刀具刃口耐磨损性能最传统、且行之有效的方法。

[0003] 为了提高天然金刚石刀具刃口的耐磨损性能,Decker 等人提出了 X 射线预选晶面的方法,并采用扫描和透射电子显微镜对刀具刃口质量进行跟踪、对比。天然金刚石晶体具有明显的各向异性特征,采用 X 射线从不同角度照射晶体表面,会出现不同的 X 射线衍射图案,而根据不同晶面的特征图案即可选择合适的晶面。此后不久,袁哲俊等学者提出了近似原理的天然金刚石刀具晶面预选方法,即激光晶体定向方法。

[0004] Ikawa、Shimada 和 Yamaguchi 等日本学者提出了基于赫兹压痕实验并结合红外吸收(infrared absorption,简称 IRA)和电子自旋共振技术(electron spin resonance,简称 ESR)来筛选天然金刚石晶体,从而提高刀具刃口轮廓的稳定性。他们认为,天然金刚石晶体的 IRA 系数和 ESR 相对强度可在一定程度上体现出晶体内部微量杂质的含量,两者的数值越低,赫兹压痕实验得到的天然金刚石晶体强度就越高,相应的刀具刃口越耐磨损。与此筛选原理类似,目前已出现基于 X 射线荧光光谱分析技术的天然金刚石晶体筛选方法。

[0005] 袁哲俊等学者则提出了基于摩擦因数的晶面优选法。他们通过采样分析天然金刚石晶体不同晶面与有色金属间的摩擦因数,认为把摩擦因数越小的晶面定向为天然金刚石刀具的前后刀面,就越能提高刀具的耐磨损性能。

[0006] 此外,基于 X 射线、激光预选晶面方法,不少学者又提出了采用切削实验的逆向优选晶面方法。他们先用 X 射线或激光定向法选择前后刀面具有不同晶面组合的天然金刚石刀具,然后通过大量切削实验对比分析刀具刃口磨损数据,由实验数据筛选出完美刃口保持最长的晶面组合。

[0007] 但是近年来,随着尖端科学技术的迅猛发展,技术指标的不断攀升已反过来对天然金刚石刀具刃口的耐磨损性能提出了更苛刻的要求,而传统的晶体筛选法和晶面优选法已不能完全满足技术要求。因此,为了适应尖端科学技术的发展趋势,在晶体筛选法和晶面优选法的基础上,进一步提高金刚石刀具刃口耐磨损性能已成为亟需解决的技术难题。

[0008] 针对上述全新的应用需求,有学者从天然金刚石刀具刃磨工艺环节考虑,提出了刀具表层工艺损伤层消除方法。如美国学者 Frederick 等人提出了化学抛光方法制备高精度天然金刚石刀具。该方法采用真空等离子物理气相沉积工艺在研磨盘表面沉积上氧化硅镀层,然后把天然金刚石刀具直接置于氧化硅镀层上进行刃磨。刃磨过程中,摩擦生热致天然金刚石刀具表面碳原子活化,并在氧化硅镀层作用下发生氧化,生成 CO 或 CO₂ 后由真空

泵抽出。使用该工艺可获取较完美的刀具刃口。日本学者 Haisma 则又提出了无损伤机械化学抛光法。此工艺需先在 NaOH 溶液中加入金刚石微磨粒和纳米硅土粉,通过强静电作用使硅土粉吸附在金刚石微磨粒上,蒸干处理后把它们涂覆于铸铁研磨盘,即可对天然金刚石刀具进行加工。该工艺利用纳米硅土粉与刀具表面碳原子发生化学反应,反应层则在金刚石磨粒的微切作用下被去除。上述两种方法可在一定程度上缓解天然金刚石刀具的刃磨损伤层问题。

[0009] 日本学者 Furushiro 等人提出了大气条件下的铜盘抛光方法,即用机械刃磨工艺预先加工出天然金刚石刀具成品,然后继续在加温铜盘的光洁表面进行抛光。他们认为,该后置抛光方法利用化学氧化原理,可有效去除机械刃磨工艺导入刀具表面的损伤层,减少微裂纹等缺陷。实践证明,该方法有效解决了大尺寸微结构模辊超精密切削加工中的微圆弧、尖刃金刚石刀具刃口耐磨损性能不足的关键技术难题。

[0010] 但是,化学抛光方法和无损伤机械化学抛光方法的工艺复杂,对磨料制备工艺的稳定性要求高,因此生产成本较高。大气环境下的铜盘抛光方法虽然工艺简单,但要预先抛光铜盘获得超光滑表面,因此整体加工效率低。综上所述,为了克服上述技术方法的工艺复杂和加工效率低的不足,本发明提出了基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法。

发明内容

[0011] 本发明的目的是提供一种基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,该方法作为机械刃磨工艺的后置处理方法,可有效去除或修复机械刃磨工艺环节导入刀具表面的损伤层,使刀具表面微硬度和弹性模量等力学参数接近固有值,从而提高刀具刃口的耐磨损性能。

[0012] 实现上述目的的技术方案是:

一种基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,所述的方法由下述步骤实现:

步骤一,采用机械刃磨工艺方法刃磨天然金刚石刀具的表面,使得所述的天然金刚石刀具形成锋利的刀刃,然后用丙酮超声将天然金刚石刀具表面清洗干净;

步骤二,选用球状外形的纳米氧化铜粉末,并取 2-5g 所述的纳米氧化铜粉末置于金属铜器皿中,然后把天然金刚石刀具的刀头置于金属铜器皿内的纳米氧化铜粉末上,同时向天然金刚石刀具的刀柄上面施加 138g 的配重块,所述的纳米氧化铜粉末的粒径 < 100nm;

步骤三,把盛有纳米氧化铜粉末的金属铜器皿、天然金刚石刀具和配重块一起放到真空热处理炉内的工作台上,用调高度的支撑体调整天然金刚石刀具的刀柄,使天然金刚石刀具处于水平状态;然后关上炉门进行热处理,热处理工艺参数为:温升率为 15-20℃/min,最高温度为 200 ± 5 ℃,且在最高温度下保持恒温 120min,炉内工作真空度为 5×10^{-3} - 5×10^{-2} Pa,自然冷却至室温,但要求炉温高于 150℃时保持炉内工作真空度在上述限定的范围内;

步骤四,完成热处理后取出天然金刚石刀具,并用丙酮把该天然金刚石刀具的表面擦拭干净。

[0013] 本发明的效果:作为机械刃磨工艺的后处理工艺,本发明的化学腐蚀方法借助纳

米氧化铜的化学活性,在真空高温的催化作用下,纳米氧化铜先对金刚石晶体表层吸附的氢原子进行化学解吸附,然后天然金刚石刀具表层受损碳原子与纳米氧化铜发生氧化、还原反应,而氧化生成的气体由真空泵排出,还原生成的金属铜既不会催化金刚石晶体发生石墨化,也不会扩散溶解金刚石碳原子。同时表层受损碳原子还可在真空高温环境下发生退火重组,重新修复回金刚石碳原子结构。总之,在化学解吸附、氧化、还原以及退火重组的耦合作用下,去除机械刃磨工艺导入天然金刚石刀具表面的受损碳原子层 6-10nm,使天然金刚石刀具表面的微硬度和弹性模量恢复到金刚石晶体的固有值,从而提高刀具刃口的耐磨损性能。

附图说明

[0014] 图 1 为本发明的基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法加工原理图,真空热处理炉 7 内部的箭头表示辐射加热,真空热处理炉 7 外部的箭头表示抽真空;

图 2 为真空热处理炉加热工艺曲线图,图中 L1 表示预热阶段,L2 表示保持工作真空度。

具体实施方式

[0015] 具体实施方式一:一种基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,所述的方法由下述步骤实现:

步骤一,采用机械刃磨工艺方法(专利号 ZL 200510010404. X)刃磨天然金刚石刀具 1 的表面,使得所述的天然金刚石刀具 1 形成锋利的刀刃,然后用丙酮超声将天然金刚石刀具 1 表面清洗干净(不能残留金刚石磨粒、油质等污染物);

步骤二,选用球状外形的纳米氧化铜粉末 2,并取 2-5g 所述的纳米氧化铜粉末 2 (用小勺盛取)置于金属铜器皿 3 中,然后把天然金刚石刀具 1 的刀头 4 置于金属铜器皿 3 内的纳米氧化铜粉末 2 上,同时向天然金刚石刀具 1 的刀柄 5 上面施加 138g 的配重块 6 (使天然金刚石刀具的刀头表面与纳米氧化铜粉末充分接触),所述的纳米氧化铜粉末 2 的粒径 < 100nm ;如图 1 所示;

步骤三,把盛有纳米氧化铜粉末 2 的金属铜器皿 3、天然金刚石刀具 1 和配重块 6 一起放到真空热处理炉 7 内的工作台 8 上,用调高度的支撑体 9 调整天然金刚石刀具 1 的刀柄 5,使天然金刚石刀具 1 处于水平状态;如图 1 所示,然后关上炉门进行热处理(此时,打开冷却循环水泵,打开压缩空气阀门,开启真空热处理炉电源),热处理工艺参数为:温升率为 15-20℃ /min,最高温度为 $200 \pm 5^\circ\text{C}$,且在最高温度下保持恒温 120min,炉内工作真空度为 5×10^{-3} - 5×10^{-2} Pa,自然冷却至室温,但要求炉温高于 150℃时保持炉内工作真空度在上述限定的范围内;

加热工艺曲线如图 2 所示。真空热处理炉 7 内安装扩散泵和机械泵,确保真空热处理炉 7 内工作真空度符合本发明的热处理工艺参数要求。

[0016] 当炉内温度降到 150℃后,扩散泵停止工作,同时机械泵也在延时半小时后停止工作,然后真空热处理炉 7 处于待机状态。

[0017] 步骤四,完成热处理后取出天然金刚石刀具 1,并用丙酮把该天然金刚石刀具 1 的表面擦拭干净。

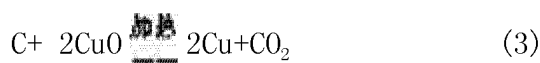
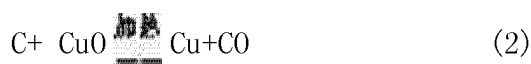
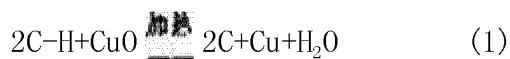
[0018] 具体实施方式二:如图 1 所示,具体实施方式一所述的基于纳米氧化铜的天然金

金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,步骤二,取 5g 所述的纳米氧化铜粉末 2 置于金属铜器皿 3 中;步骤三中,热处理工艺参数为:温升率为 20℃/min,最高温度为 200℃,且在最高温度下保持恒温 120min,炉内工作真空度为 5×10^{-3} – 5×10^{-2} Pa。上述技术方案的组合带来的技术效果是:经天然金刚石刀具表面的纳米压痕实验数据显示:在相同的 30nm 压痕深度,表面微硬度从 50GPa 提高到了 59GPa,弹性模量从 1150GPa 提高到了 1560GPa。

[0019] 具体实施方式三:如图 1 所示,具体实施方式一或二所述的基于纳米氧化铜的天然金刚石刀具真空热化学腐蚀方法,步骤三中,真空热处理炉 7 内位于工作台 8 的上、下、左、右侧的内壁上安装金属钼带,实现整个真空热处理炉 7 内的辐射加热。

[0020] 加工原理:金刚石是由碳元素组成的晶体材料,最表层碳原子化学吸附氢原子,所以金刚石晶体的表层原子十分稳定,其化学惰性非常好。但是,当金刚石晶体和一些含有未配对自由电子的金属材料接触时,如铁、钴、镍、钛、钒等,加温催化下金刚石晶体的表层碳原子会发生石墨化,从晶胞中分离后扩散到金属材料基体与未配对自由电子发生中和反应,之后瞬间分解、重团聚或形成碳化物。而金、铜、铝、锌、硅等不含未配对自由电子的材料,加温催化下不会使金刚石晶体发生石墨化。受此启发,若寻找一种不含未配对自由电子的氧化物,在高温作用下使其与金刚石晶体接触发生氧化与还原反应,则可实现缓慢腐蚀金刚石晶体表层碳原子的目的。

[0021] 纳米氧化铜是一种金属弱氧化物,具有表面比高、化学活性好等优良特性。在加温催化条件下,纳米氧化铜对金刚石晶体表层氢原子具有较好的化学解吸附能力,由此打开金刚石晶体的碳悬键,使其处于亚稳定状态。同时在真空加热催化作用下,纳米氧化铜与金刚石晶体碳原子又会发生氧化与还原反应,碳原子氧化生成气体被排出,而由金刚石碳原子置换生成的金属铜既不会催化金刚石碳原子发生石墨化,也不会使金刚石碳原子发生物理扩散。整个过程涉及的化学反应如下:



此外,金刚石晶体的高温真空退火处理技术的研究成果表明,当金刚石晶体表层碳原子受损时,加温到 200–1200℃进行退火处理,即可修复受损的碳悬键,重新形成金刚石碳结构。根据本发明的热处理工艺参数条件,真空环境下的处理温度控制到了 200 ± 5 ℃,因此被纳米氧化铜完成解吸附氢原子的金刚石表层受损碳原子,在被腐蚀过程中还同时发生退火处理,即受损碳原子重组,重新修复生成金刚石碳结构。

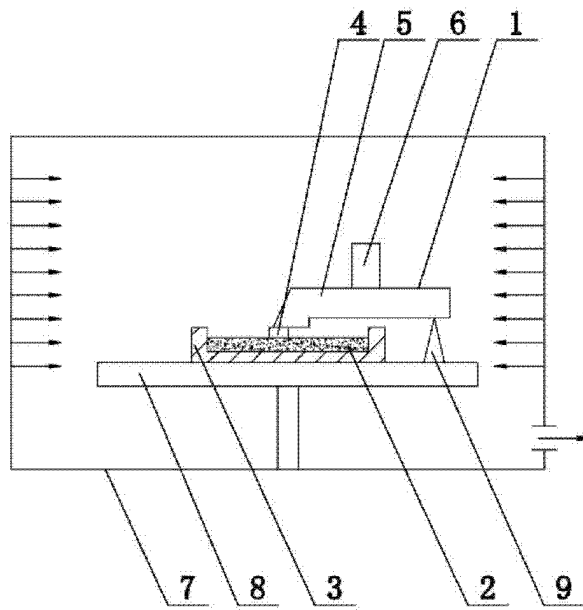


图 1

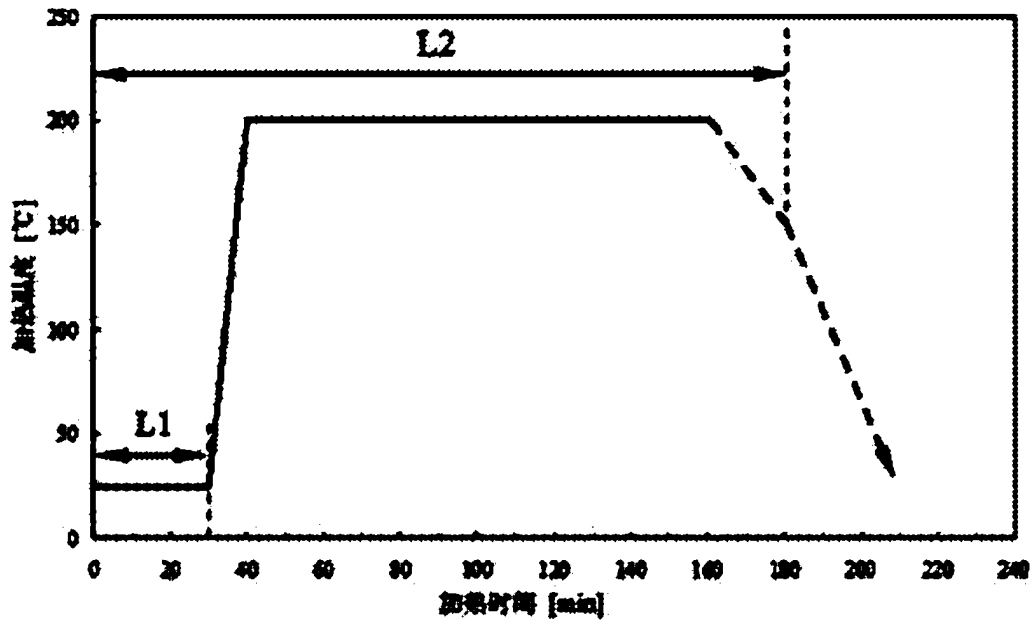


图 2