

文章编号 1004-924X(2023)20-2975-11

在线电解修锐砂轮氧化膜界面反应及 复合磨粒形成机理

郅吉才^{1*}, 段云乾¹, ARDASHEV D V²

(1. 河南理工大学 机械动力与工程学院, 河南 焦作 454000;

2. 南乌拉尔国立大学 机械与工程学院, 俄罗斯 车里雅宾斯克 454080)

摘要: Electrolytic In-process Dressing (ELID) 砂轮氧化膜具有辅助抛光性能, 对改善磨削表面质量具有极其重要意义。分析了 ELID 砂轮表面氧化膜界面反应及复合磨粒的形成机理, 利用 X-射线衍射 (μ -XRD) 微区分析及电子能谱仪 (XPS) 对复合磨粒的组成成分、复合区域进行了测试, 用扫描电镜 (SEM) 和透射电镜 (TEM) 对其形状、粒度、微观结构进行了研究。研究表明, 氧化膜中复合磨粒是以磨粒为中心, 从中心到边缘的成分依次为 α -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃, FeO(OH), Fe(OH)₃ 等氧化物的复合结构。复合磨粒表面形成的氧化膜, 呈层层堆积的圆葱状结构, 磨削脱水后呈龟背状裂纹。复合磨粒形状为近似长圆形, 粒度可达 11.5 μ m 到 50 μ m。若干个复合磨粒在氧化膜内连续成网状结构, 该网状结构对氧化膜辅助抛光有利, 复合磨粒有效去除宽度为磨粒粒度及 α -Fe₂O₃ 层宽度。

关键词: ELID 磨削; 氧化膜; 界面反应; 复合磨粒; α -Fe₂O₃

中图分类号: TG580 **文献标识码:** A **doi:** 10.37188/OPE.20233120.2975

Interfacial reactions and forming mechanism of composite abrasive grains in oxide film on ELID wheel

KUAI Jicai^{1*}, DUAN Yunqian¹, ARDASHEV D V²

(1. School of Mechanical and Power Engineering, Henan polytechnic University, ,
Jiaozuo 454000, China;

2. Department of Mechanical Engineering, South Ural state University,
Chelyabinsk 454080, Russian Federation)

* Corresponding author, E-mail: hitgc@163.com

Abstract: An oxide film with assistive polishing properties is of great importance for improving the quality of grinding in an ELID grinding wheel. The interface reaction of oxide film on the surface of an ELID grinding wheel and the formation mechanism of the composite abrasive particles were analyzed. The composition regions of the composite abrasive particles were examined using X-ray diffraction micro-zone analysis (μ -XRD) and electron energy spectroscopy (XPS). The shapes, particle sizes, and microstructures were studied using scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. The oxide film is

收稿日期: 2023-04-12; 修订日期: 2023-05-06.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 51475147); 河南省攻关项目资助 (No. 222102520003); 俄罗斯联邦科学与高教部项目资助 (No. FENU-2020-0020)

centered on the composite abrasive particles, with $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{FeO}(\text{OH})$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, and other oxides extending from the center to the edges. The oxide film that formed on the surface of the composite abrasive grains has a layered onion-like structure and, upon grinding and dehydration, a tortoise-black-like crack. The composite abrasive grains have an elongated-circular shape, with particle sizes ranging from 11.5 to 50 μm . Several composite abrasive grains continuously formed a mesh structure in the oxide film. The mesh structure favors auxiliary polishing of the oxide film, and the effective removal width of the composite abrasive grains is the size of an abrasive grain plus the width of the α -iron oxide layer.

Key words: electrolytic in-process dressing grinding; oxide film; interfacial reactions; composite abrasive grain; $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

1 引 言

ELID(Electrolytic In-process Dressing)磨削技术广泛用于难加工材料的超精密磨削,磨削精度及表面质量远高于传统磨削技术,究其原因在于,砂轮表面电解后形成一层氧化膜。为研究其磨削机理,众多的学者对 ELID 砂轮氧化膜的生成机理、理化性能、摩擦抛光等进行了研究。REN 等^[1]建立了 ELID 圆弧磨削氧化膜厚度模型,研究了工件摆动速度、幅度对电解电流及氧化膜厚度的影响。研究认为,工件摆动幅度、速度越大,电解电流越大,氧化膜厚度越小。关佳亮等^[2]研究了碳化钛材料的 ELID 磨削机理,认为由于氧化膜的无正压力的研抛加工,获得了镜面效果。万林林等^[3]建立了氧化膜形成的数学模型,研究了氧化膜厚度、粘附力和致密性,并用橡皮擦除次数表征氧化膜粘附强度,用孔隙率表征氧化膜致密性。研究认为,随着电压的升高,氧化膜的厚度和生成速率均逐渐增加,其粘附强度也显著增强,随着极间间隙的增大,氧化膜的孔隙率逐渐增大,其致密性逐渐变差。Kuai 等^[4]利用纳米压痕技术对铜基结合剂金刚石砂轮氧化膜的力学性能进行了系统研究,得到了氧化膜的硬度 2 000~2 300 MPa,弹性模量 100~120 GPa,刚度 0.6~1.3 mN/nm。EZURA 等^[5]研究了添加炭黑的弹性导电橡胶砂轮的 ELID 电解与磨削性能,认为在橡胶砂轮表面形成了富含 C-O-C 键和氧元素的氧化膜,使得弹性橡胶砂轮硬度改善,耐用度与去除能力增加,因而获得了更好的表面质量。OHMORI 等^[6]提出了氧化膜分层模型,认为氧化膜分为 4 层,由外向内依次为疏松

层、抛光层、磨削层和界面层。疏松层无磨粒,比较疏松,易于脱落;抛光层有少许磨粒,粘结强度较低,适于抛光加工;磨削层是磨削加工最合适的区域,界面层是和砂轮机基体的过渡区域。向道辉等^[7]比较了普通磨削、超声磨削、超声-ELID 磨削三种方法磨削 12Cr2Ni4A 合金钢的表面粗糙度和残余应力,研究显示,由于氧化膜的摩擦挤压抛光,使得超声-ELID 磨削 12Cr2Ni4A 合金钢的表面粗糙度最小,残余压应力最大。CHEN 等^[8]研究了超声-ELID 磨削 ZTA 陶瓷的氧化膜热机耦合效应,研究认为,超声 ELID 磨削方法机械力小、磨削温度低、热应力小,砂轮表面氧化膜质量更好,因而磨削表面质量更好。ALQAHTANI 等^[9]研究了电压、电极间隙、电解液速率对砂轮表面氧化膜的影响,研究显示,三种参数对氧化膜的生成均有显著影响。伍俏平等^[10]研究了碳纳米管电解液的电解性能,研究表明,碳纳米管能显著提高电解液的电解能力,使氧化膜厚度增大,粘附强度增大,充分发挥氧化膜的研磨、抛光效果。Kuai 等^[11-12]在氧化膜的冷却传热性能、氧化膜的成分与抛光性能等方面进行了一些尝试,发现氧化膜抛光性能与其中含有的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粒子密切相关。

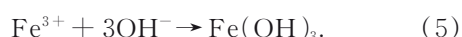
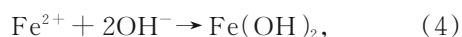
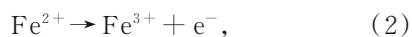
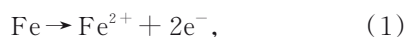
由此可见,大多研究者认为砂轮表面氧化膜性能均一,因而作为整体进行研究。但是磨粒是砂轮上承载切削的主体,主要的磨削行为发生在磨粒周围^[13,18,23],因此磨粒承担了绝大部分磨削力与磨削热。因为砂轮表面热化学反应受磨削热影响较大,因而磨粒周围的氧化膜成分、理化与抛光性能、界面反应及微观结构等应该有别于无磨粒区域^[14-15]。根据这一理论,把磨粒及周围

发生热化学反应的氧化膜看作一个整体,称之为复合磨粒。根据热化学反应进行的程度,复合磨粒有三种类型:(1)单一型,此种类型的磨削温度较低,未达到氧化膜成分脱水转化温度,氧化膜未转化,生成单一的化学产物 $\text{Fe}(\text{OH})_3$;(2)复合型,此种类型的磨削温度较高,达到了氧化膜成分的脱水转化温度,氧化膜转化不完善,依热化学反应进行的程度生成的化学产物有 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等多种;(3)脱离型,此种类型虽然发生热化学反应,但是氧化膜并没有粘附于磨粒表面,而是形成了独立的形态。尽管可以粗略的描述复合磨粒的定义、类型,但是相关的研究很少,因而磨粒周围氧化膜成分、性能、界面反应机制、微观结构等亟待明确。文章首先分析了ELID砂轮氧化膜界面反应及复合磨粒的形成机理,从理论上明确了砂轮表面复合磨粒的微观结构;其次用 $\mu\text{-XRD}$ 微区分析技术和XPS能谱分析技术对复合磨粒的微观结构进行了测试;最后用扫描电镜SEM及透射电镜TEM对复合磨粒形状、粒度、微观结构进行了实验研究,进一步提出了由氧化膜和磨粒组成的复合磨粒的模型,明确了复合磨粒的材料去除机理,并对平板玻璃进行了ELID磨削,验证了复合磨粒的材料去除机理。

2 界面反应及复合磨粒形成理论

2.1 砂轮表面电化学反应过程

新电解生成的氧化膜呈湿润、疏松多孔结构,其孔隙内吸附大量电解液,在磨削热作用下,首先发生吸附水的物理蒸发过程,而后随磨削温度继续升高,逐步完成氧化膜的转化过程。砂轮表面电化学反应过程如下:



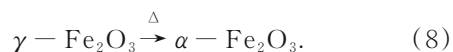
2.2 ELID砂轮界面反应及复合磨粒理论

由热化学原理可知, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 在高温作用下分解生成 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 及 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 在300℃时生成,而 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 则在500℃时生成^[16-17]。因此在磨削过程中砂轮表面生成的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 在磨削高

温作用下会发生脱水转化,随温度升高会逐渐完成脱水过程。由于参与磨削的磨粒周围产生很高的磨削温度,在磨削高温的作用下,磨粒周围氧化膜中的吸附水首先蒸发,然后 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 发生了首次脱水反应,脱去一个晶格水,生成 FeOOH ,如式(6),随温度持续升高,达到 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 转化温度时,则发生再次脱水反应,继续脱去晶格水,生成 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$,如式(7):



当磨削温度持续升高到500℃以上,磨粒周围氧化膜中的氧化铁将由不稳定的 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 向较稳定的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 转变:



由磨削原理及已有研究可知,每个磨粒都相当于一个高温热源,热量从磨粒中心到边缘呈梯度分布^[18,22]。由此可知,ELID磨削砂轮表面磨粒周围内层界面高温区域最终会完成由 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 向 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的转化,而离磨粒较远的最外层界面,由于温度较低,可能仍然是 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 成分,介于内层界面和外层界面之间的中间各层,依反应进行的程度,可能是 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH 等成分。由此判断,磨粒周围最终会形成靠近磨粒的内层界面成分为 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$,外层界面成分可能为 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等结构的复合磨粒。

3 ELID砂轮复合磨粒的实验

3.1 实验设备仪器与参数

实验设备与仪器:ELID磨削机床,W40,W10,W1.5镶块铁基金刚石砂轮,浓度100%,结合剂成分铸铁粉占82%,其余成分为铜粉、石墨粉以及添加剂。ELID-V电解磨削液,扫描电镜NoVaTM Nano SEM 430、透射电镜JEM-2010F、经过加装光学显微镜瞄准系统及位移台的微束 $\mu\text{-Ultima IV}$ X-射线衍射仪、多功能成像电子能谱仪(XPS) Thermo ESCALAB 250XI,表1是ELID磨削参数。

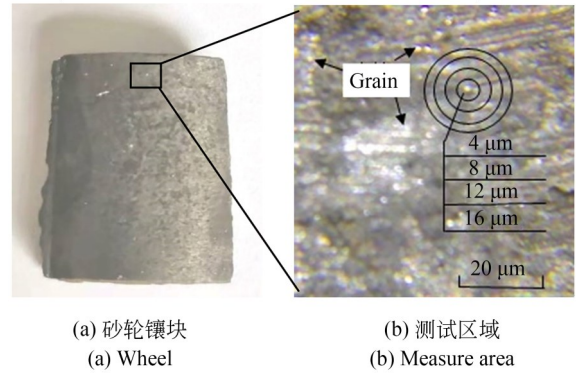
实验方法:首先取电解好的新鲜的、松散的氧化膜砂轮镶块,在SEM下观察复合磨粒形状及微观形貌;其次取经过若干碾压行程,氧化膜

表 1 ELID 磨削实验参数

Tab. 1 Parameter of ELID grinding

Grinding speed /(m·s ⁻¹)	Grinding depth /mm	Feed rate /(m·min ⁻¹)	Voltage /V	Current /A	Pulse width /μs	Inter-pulse /μs
15.7	0.001~0.01	0.100~1	60~120	20~50	20	20

已经脱水、固化、粘附在磨粒上的砂轮镶块进行 μ -XRD 测试复合磨粒周围氧化膜成分及分布宽度,SEM 观察其微观形貌。最后,刮落氧化膜,在 TEM 透镜上观察磨粒微观形貌。砂轮镶块如图 1(a),取砂轮镶块上单颗磨粒周围区域测试其氧化膜成分及其分布宽度, μ -XRD 测试区域为以复合磨粒为中心,4 μm ,8 μm ,12 μm ,16 μm 区域,光学显微镜图片如图 1(b)。



(a) 砂轮镶块
(a) Wheel
(b) 测试区域
(b) Measure area

图 1 砂轮镶块及测试区域

Fig. 1 Wheel and measure area

利用 μ -XRD 的微区分析功能,实现对指定区域的原位微区分析。 μ -XRD 带有光学显微镜观察定位系统,可以精准定位需要分析的微区位置,以及带有精度微米级的运动平台,实现微米级的位移,因而可以实现对复合磨粒的精准定位,以及对复合磨粒周围微区宽度内的物相的精准测量^[19]。 μ -XRD 微区分析技术是确定复合磨粒组成成分的有利分析工具。

扫描参数如下:步进扫描,Cu-K α 靶,步进速度为每步 0.1°,每步探测活时间 2 s,扫描范围 20°~80°,这样大概 20 min 即可完成一个微区的扫描,4 μm ,8 μm ,12 μm ,16 μm 总计 4 个微区,共需约 80 min。

3.2 复合磨粒 μ -XRD 微区分析

测试结果如图 2~图 5。图 2 是 W1.5 砂轮 μ -XRD 测试图谱。图 2(a)为 W1.5 砂轮 4 μm 微区 μ -XRD 测试图谱,可见, α -Fe₂O₃ 的全部主峰分别出现在 24.15°,33.16°,35.61°,40.86°,49.93°,

54.04°,62.40°,65.45°处,和 α -Fe₂O₃ 标准图谱 JCPDS33-0664 比较,峰的大小和位置完全一致,由此判断,离磨粒最近的 4 μm 微区内的氧化膜成分主要是 α -Fe₂O₃。图 2(b)是 8 μm 微区 μ -XRD 测试图谱,由图可见,在 35.61°位置的 (110) 峰为最高峰,为 α -Fe₂O₃ 和 γ -Fe₂O₃ 的合成峰,显示在此区域内主要为 γ -Fe₂O₃。图 2(c)是 12 μm 微区 μ -XRD 测试图谱,在 21.05°和 33.16°等处则出现了 FeOOH 的衍射峰,显示存在较多的 FeOOH,由此判断,此区域主要为 FeOOH。图 2(d)是 16 μm 微区的 μ -XRD 测试图谱,此时的谱图明显可见处在 35.64°位置的尚在转化过程中的 Fe_{1.833}(OH)_{0.5}O_{2.5} 的主峰 (110),显示此区域氧化膜主要成分为 Fe(OH)₃。由此判断,在 W1.5 砂轮表面生成了复合磨粒,初步证实了复合磨粒的界面反应理论及层状梯度分布模型。即复合磨粒从中心到边缘的构成为: α -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃, FeOOH 和 Fe(OH)₃ 四层。

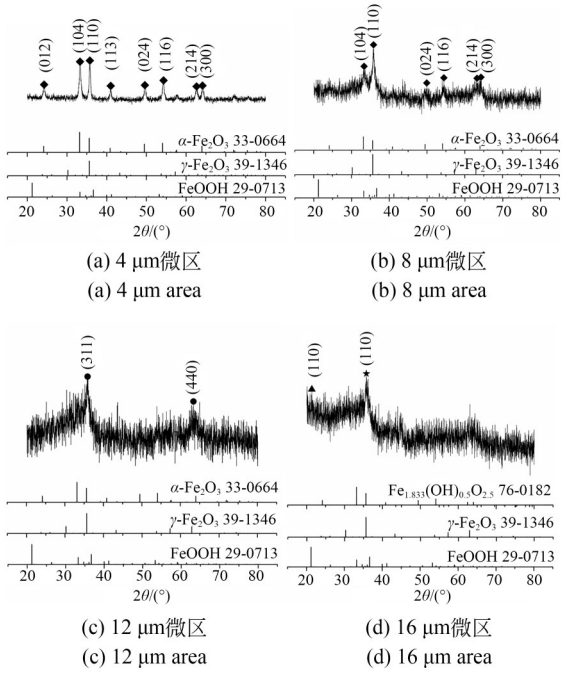


图 2 W1.5 微区 μ -XRD 测试

Fig. 2 μ -XRD measure area on W1.5 wheel

图3是W10砂轮的 μ -XRD测试图谱。图3(a)是4 μm 微区测试结果,由图3(a)可见,表征 α - Fe_2O_3 的主峰全部显现,显示此区域主要是 α - Fe_2O_3 成分。图3(b)是8 μm 微区测试结果,可见(110)峰是最高峰,是因为 α - Fe_2O_3 峰与 γ - Fe_2O_3 峰在此处复合的结果。由此可见,此区域主要为 γ - Fe_2O_3 。图3(c)是12 μm 微区测试结果,在 21.05° 和 33.16° 等处则出现了FeOOH的衍射峰,意味着 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 已经完成首次脱水,以及向FeOOH的转化,即主要成分为FeOOH。图3(d)是16 μm 微区的 μ -XRD测试结果,在 35.64° 位置可见 $\text{Fe}_{1.833}(\text{OH})_{0.5}\text{O}_{2.5}$ 的主峰(110),显示此时 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 正处于转化过程中,此区域含有较多的处于转化过程中的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。以上分析表明,W10砂轮表面生成了复合磨粒,其复合结构由内向外呈梯度分布,各层依次为: α - Fe_2O_3 、 γ - Fe_2O_3 、FeOOH和 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。

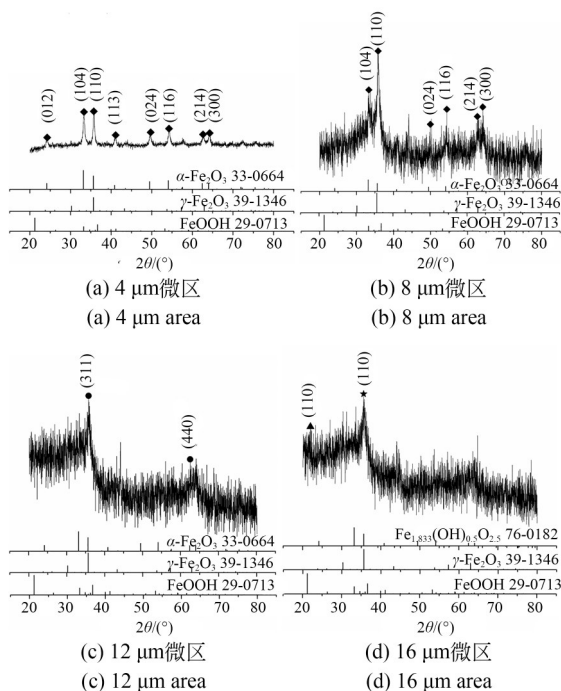
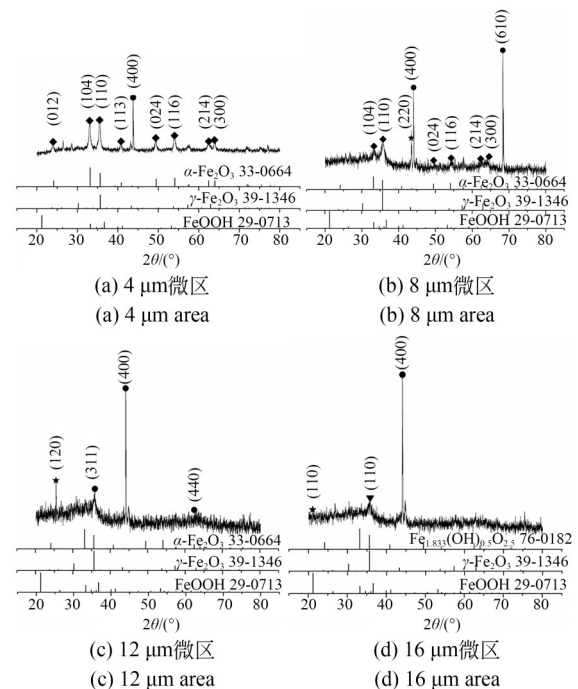
图3 W10微区 μ -XRD测试Fig. 3 μ -XRD measure area on W10 wheel

图4是W40砂轮 μ -XRD测试图谱。图4(a)是4 μm 微区测试结果,由图可见, α - Fe_2O_3 全部主峰已经显现,此处的成分主要以 α - Fe_2O_3 为主;图

4(b)是8 μm 微区 μ -XRD测试结果,由图可见 γ - Fe_2O_3 的两个主峰,显示此区域生成了 γ - Fe_2O_3 ;图4(c)是12 μm 微区 μ -XRD测试结果,同样可见FeOOH的一个主峰,显示此区域主要以FeOOH为主;图4(d)是16 μm 微区 μ -XRD测试结果,可见 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 脱水中间产物 $\text{Fe}_{1.833}(\text{OH})_{0.5}\text{O}_{2.5}$,显示 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 首次脱水反应正在进行中,此区域以 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 为主。分析可知,W40砂轮表面已经生成复合磨粒,主要呈层状梯度分布,由内向外各层依次为: α - Fe_2O_3 、 γ - Fe_2O_3 、FeOOH和 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。

图4 W40微区 μ -XRD测试Fig. 4 μ -XRD measure area on W40 wheel

3.3 复合磨粒XPS能谱分析

上述 μ -XRD微区测试并证实了复合磨粒在二维平面的分布为 α - Fe_2O_3 、 γ - Fe_2O_3 、FeOOH和 $\text{Fe}(\text{OH})_3$,呈梯度分布。为探究复合磨粒三维结构,需明确在深度方向的分布规律。因XPS能谱分析技术测试深度为表面几个纳米,为此对复合磨粒进行了XPS分析。图5~图7为W1.5, W10, W40三种砂轮的复合磨粒XPS全谱分析结果。由图可见,复合磨粒中含有P, Mo, C, N, Sn, O, Cr, Fe, Cu等成分,为研究 Fe_2O_3 成分含量,对其中O, Fe元素的含量做了放大处理。图5(a),

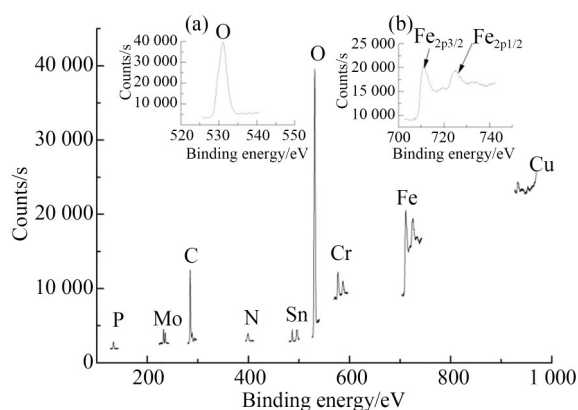


图5 W1.5砂轮复合磨粒XPS测试

Fig. 5 XPS measure of composite grain on W1.5 wheel

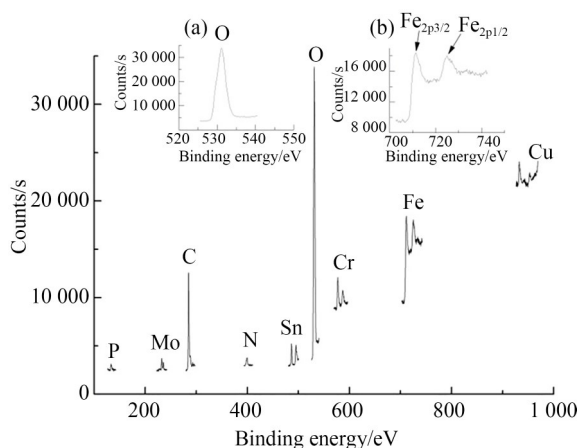


图6 W10砂轮复合磨粒XPS测试

Fig. 6 XPS measure of composite grain on W10 wheel

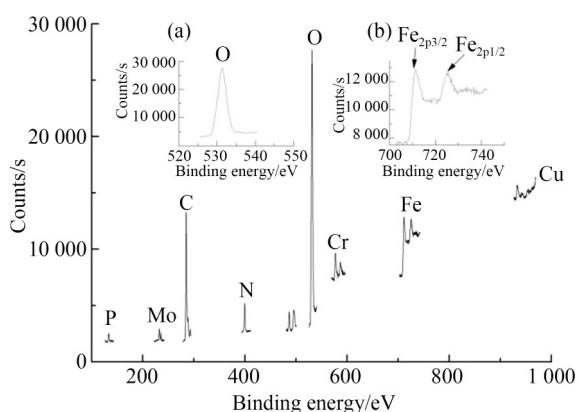


图7 W40砂轮复合磨粒XPS测试

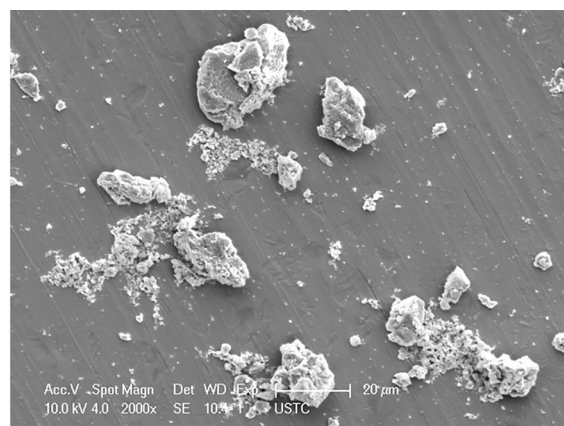
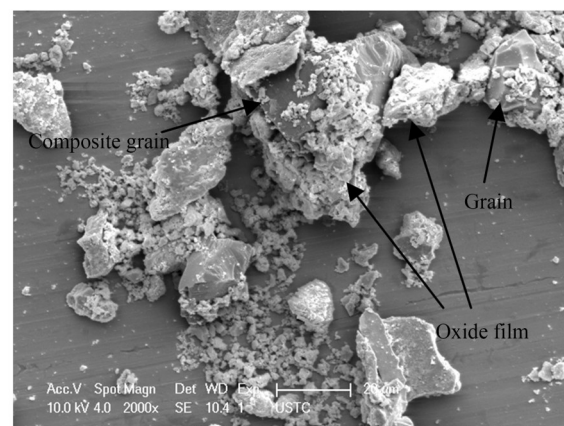
Fig. 7 XPS measure of composite grain on W40 wheel

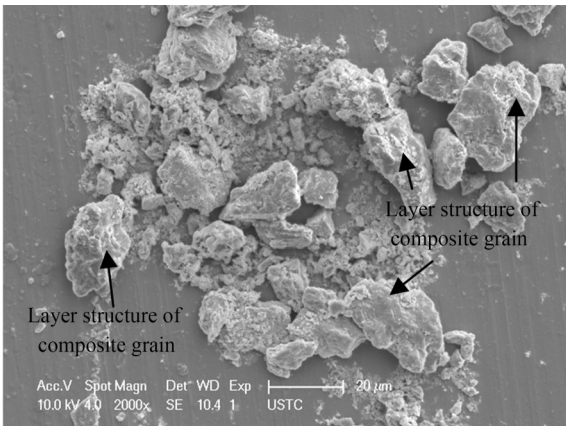
图6(a)和图7(a)显示的是复合磨粒氧元素的含量。图5(b),图6(b)和图7(b)中 $\text{Fe}_{2p3/2}$ 和 $\text{Fe}_{2p1/2}$ 的结合能分别位于710.6 eV和724.3 eV,峰间

差值为13.7 eV,与 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 中 Fe_{2p} 的标准谱一致,表明存在 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ^[20-21]。因此复合磨粒表面主要是以 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 为主。参考已有研究,磨削温度在深度方向呈梯度分布^[18,22],由界面反应理论可知,复合磨粒在深度方向也是呈梯度分布,即复合磨粒由表及里各层成分依次为: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH 和 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。

3.4 复合磨粒微观形貌

为获得微观形貌,使用SEM对刮落的复合磨粒进行了观察,图8(a)为W1.5砂轮的复合磨粒SEM图。由图可见,刮落后的磨粒被氧化膜包裹,形状近似长圆形,粒度增加到十几微米,则易得磨粒周围包裹的氧化膜厚度应该在5~8 μm 以上。图8(b)是W10砂轮的复合磨粒,由图可见,有的磨粒呈裸露状态,没有氧化膜粘附,粒度约在10 μm ;有的磨粒则被氧化膜层层覆盖,表面

(a) W1.5砂轮复合磨粒
(a) Composite grain on W1.5 wheel(b) W10砂轮复合磨粒
(b) Composite grain on W10 wheel



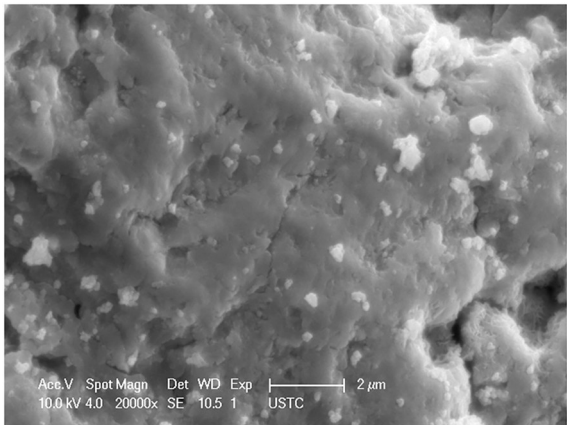
(c) W40砂轮复合磨粒
(c) Composite grain on W40 wheel

图 8 复合磨粒SEM 图片
Fig. 8 SEM photo of composite grain

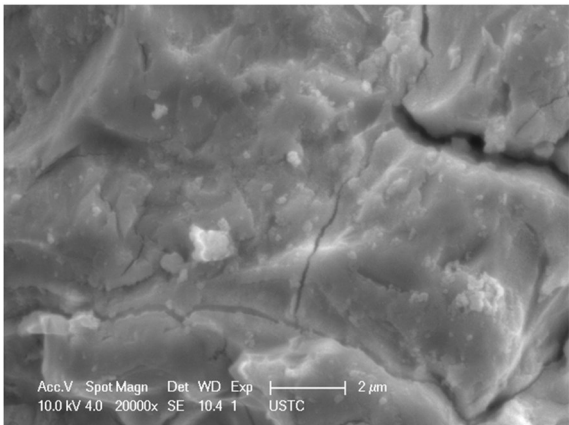
可见清晰层次结构。形状为长圆形,复合粒度可达 30 μm 以上,磨粒外围包裹的氧化膜厚度约 10 μm。图 8(c)是 W40 砂轮的复合磨粒,复合磨粒

形状为长圆形,粒度在 50 μm 以上,磨粒外围包裹氧化膜厚度在 5 μm 以上。细观复合磨粒表面可见清晰的层次结构,显示氧化膜层层堆积、粘附在磨粒上,因而从另一个方面解释了复合磨粒的梯度结构的形成机理。

图 9 是经过若干磨削行程后,在磨削热作用下,磨粒周围氧化膜脱水后形成的复合磨粒微观形貌。由图可见,磨粒已经湮没,故而,ELID 磨削实际上是氧化膜代替砂轮基体,夹携着磨粒,而且本身也参与了磨削过程。氧化膜具有一定硬度^[4],氧化膜与磨粒以及各层之间有一定结合强度,因而也会产生去除作用。由于复合磨粒粒度大于磨粒粒度,故其去除宽度应大于磨粒去除宽度。由图 9(a)可见,上面依然有孔隙存在,因而能够存储水分,在 ELID 磨削过程中能够吸收磨削热,冷却磨削区,降低磨削温度。由图 9(b)可见,在脱水后的氧化膜表面存在裂纹,裂纹纵横龟裂,类似龟背纹理。



(a) 氧化膜上孔隙
(a) Hole on the oxide film



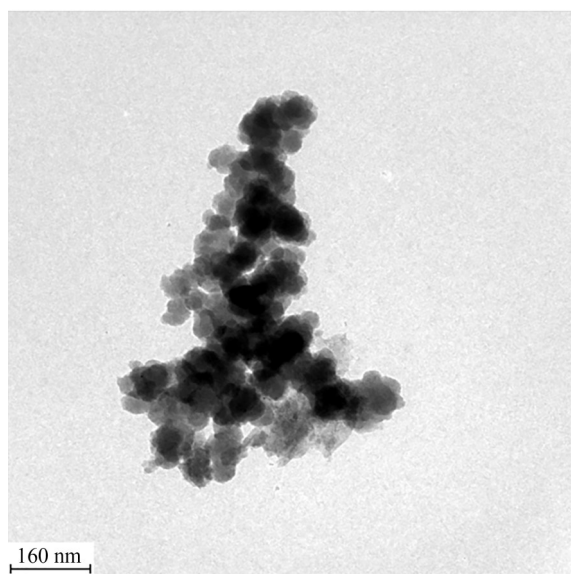
(b) 氧化膜上的裂纹
(b) Crack on the oxide film

图 9 脱水后的复合磨粒SEM 图
Fig. 9 SEM photo of composite grain after lost water

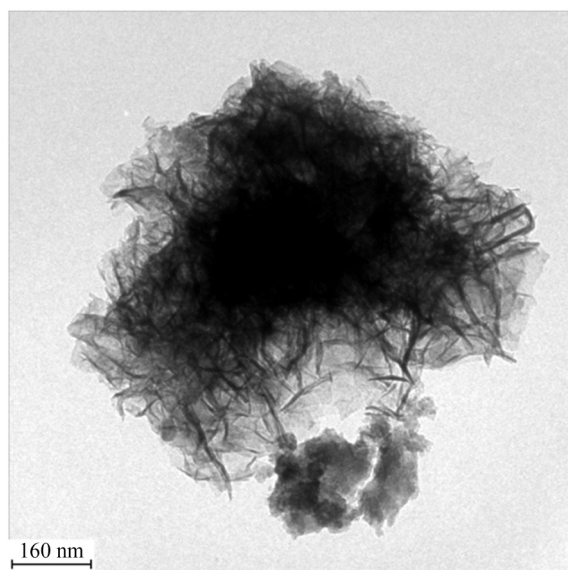
3.5 复合磨粒中纳米粒子的微观形貌

为探究复合磨粒周围的纳米粒子形态,取刮落的氧化膜进行 TEM 测试,测试结果如图 10 所示。由图 10(a)可见,显示氧化膜的组成中各种氧化物呈球状,粒度在 5~50 nm,该结果和 XRD 测试后计算结果比较吻合。由图 10(b)可见,部分粒子形态呈膜状,而且有较好的结合强度,经

过长时间超声分散,仍形态完整。由此可知,氧化膜中各种铁的氧化物的粒度基本在纳米尺度,而且具有较好的结合强度,因此氧化膜辅助抛光时,材料去除单位极其微小,抛光过程极其精细,这也是 ELID 磨削技术能够得到好的抛光质量的原因之一。



(a) 复合磨粒周围纳米粒子TEM图
(a) TEM photo of nano grain on composite grain



(b) 复合磨粒周围纳米薄膜
(b) Nano film on composite grain

图 10 复合磨粒上纳米粒子TEM图

Fig. 10 TEM photo of nano grain on composite grain

4 复合磨粒形成机理模型

4.1 复合磨粒形成机理

由砂轮电化学反应可知,电解较好的氧化膜厚度可达 $80\ \mu\text{m}$ 以上^[22],初始阶段比较湿润,粘附在磨粒周围。随着磨削的进行,在砂轮碾压、摩擦以及磨削热等因素影响下,逐渐脱水、干涸、

并固化在磨粒周围。参考已有文献资料及磨削温度仿真结果^[23],由于在磨削热持续的冲击作用下,磨粒周围形成了以磨粒为中心的温度场,该温度分布是中心最高,向周围依序降低。因此,在离磨粒较远处,温度较低,只发生吸附水蒸发,此区域的氧化膜主要成分是 $\text{Fe}(\text{OH})_3$;随着向磨粒趋近,温度升高, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 发生首次脱水,生成 FeOOH ,此区域的氧化膜主要成分是 FeOOH ;继续趋近于磨粒,则温度持续升高, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 发生再次脱水,生成 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$,此区域主要成分为 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$;最后在磨粒最近的一层区域,温度最高,超过 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 向 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的转化温度,因此,在离磨粒最近的区域氧化膜主要成分是 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 。由此可知,在参与切削的磨粒周围形成了以磨粒为中心,由内向外成分依次为 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等层层堆积的圆葱层状结构,即复合磨粒,如图 11。此复合磨粒几何模型与实验结果吻合较好,与 OHMORI 等提出的氧化膜分层模型^[6]有异曲同工之妙。

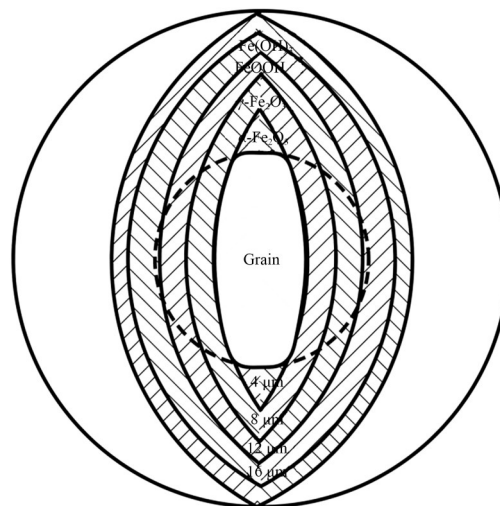


图 11 复合磨粒几何模型

Fig. 11 Model of composite grain

4.2 复合磨粒去除宽度

由图 11 可见,复合磨粒由 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 各层堆积形成。前述研究已经证实各层分布范围大概为距磨粒 $4\ \mu\text{m}$, $8\ \mu\text{m}$, $12\ \mu\text{m}$, $16\ \mu\text{m}$ 区域。因此复合磨粒粒度可达数微米到数十微米之间。在 ELID 磨削时,氧化膜

辅助抛光作用正是由这些复合磨粒完成的,若干个复合磨粒连续成片,组成网状结构,如图12,该网状结构是以复合磨粒为节点,节点之间以氧化膜维系,形成了新的基体,挟持着复合磨粒参与磨削过程。因为 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粒子是性能优异的抛光剂,因此可以判断磨粒周围的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 层宽度即氧化膜材料去除宽度,即磨粒周围的 $4\text{ }\mu\text{m}$ 区域,如图12所示。由图10可见,复合磨粒周围的纳米粒子尺度在 $5\sim 50\text{ nm}$,因此每个纳米粒子的材料去除在纳米量级,故可以达到很高的表面质量。

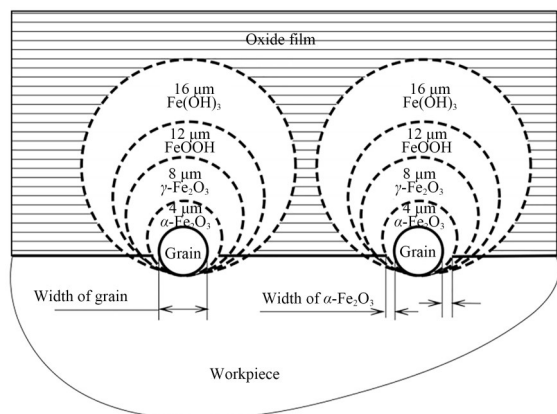


图12 氧化膜网状结构几何模型

Fig. 12 Model of oxide film with mesh structure

4.3 复合磨粒磨削表面质量

利用表1的ELID修锐及磨削参数,采用W40, W10, W1.5三种铁基金刚石砂轮,在MM7120平面磨床上对平板玻璃分别进行了ELID粗磨削、精密磨削和超精密磨削,对获得的试件进行清洗并利用原子力显微镜检测,结果如图13所示。

由图13可见,在扫描区域 $5\text{ }\mu\text{m}\times 5\text{ }\mu\text{m}$ 范围内,未见有脆性断裂痕迹,材料呈塑性域去除特征,表面塑性域划痕基本在纳米量级,这是由于复合磨粒 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粒子粒度在 $5\sim 50\text{ nm}$,使得去除单位极其微小,大概是其粒度的 $1/2$,也就是在 $2.5\sim 25\text{ nm}$ 范围内,这就保证了最终的表面质量。经原子力显微镜检测,试件粗糙度 $R_a=0.464\text{ nm}$,最大峰高 $R_p=18.1\text{ nm}$,最大谷深 $R_v=$

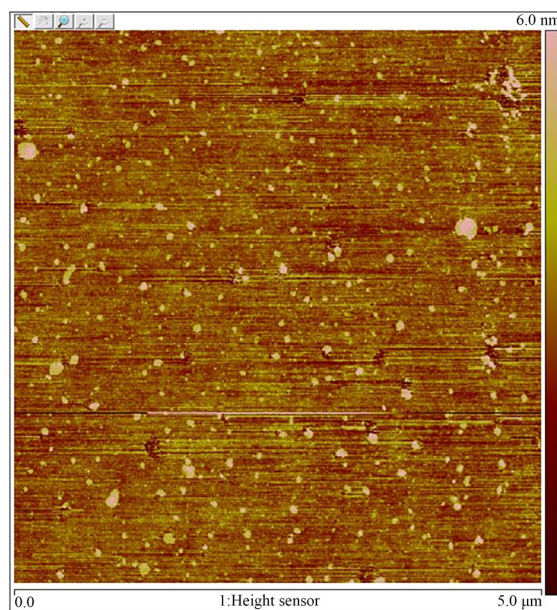


图13 平板玻璃ELID磨削表面AFM检测图片

Fig. 13 AFM photo of ELID grinding surface of glass

24.5 nm ,轮廓最大高度 $R_z=42.6\text{ nm}$ 。

5 结 论

本文分析了ELID砂轮氧化膜的界面反应机理,及复合磨粒的形成机理,提出了复合磨粒的几何模型。运用X射线微区分析和XPS能谱仪分析、扫描电镜SEM、透射电镜TEM、原子力显微镜AFM等技术对复合磨粒的成分组成、微观结构、形状、粒度尺寸以及抛光性能进行了系统研究。研究表明,ELID砂轮表面复合磨粒成分组成为内核是磨粒,由磨粒中心向外缘、由表及里依次是由 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, FeOOH , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等成分组成的氧化膜的圆葱状层次结构;复合磨粒形状为长圆形,在本次实验条件下复合磨粒粒度可达 $11.5\sim 50\text{ }\mu\text{m}$,复合磨粒周围粒子形状为球形和膜状,粒度 $5\sim 50\text{ nm}$;氧化膜的辅助抛光作用是通过复合磨粒去除实现的,氧化膜去除宽度为磨粒周围 $4\text{ }\mu\text{m}$ 区域,经复合磨粒抛光后,平板玻璃表面粗糙度 $R_a=0.464\text{ nm}$,轮廓最大高度 $R_z=42.6\text{ nm}$ 。该“磨粒+纳米粒子”的复合磨粒能够得到较好的表面质量。

参考文献:

- [1] LIU Z D, REN C Z, ZHAO K, *et al.* Modeling of oxide-film thickness in electrolytic in-process dressing grinding with workpiece swing[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2022, 122(3/4): 1695-1718.
- [2] 关佳亮, 李鑫, 穆德明, 等. 碳化钛材料 ELID 磨削加工机理及工艺实验研究[J]. *工具技术*, 2023, 57(1): 49-53.
GUAN J L, LI X, MU D M, *et al.* Experimental research on ELID grinding mechanism and technology of titanium carbide material[J]. *Tool Engineering*, 2023, 57(1)49-53. (in Chinese)
- [3] 万林林, 罗晔, 邓朝晖, 等. ELID 磨削预修锐与氧化膜成膜的影响因素[J]. *机械科学与技术*, 2021, 40(3): 410-416.
WAN L L, LUO Y, DENG Z H, *et al.* Influencing factors of pre-dressing and oxide film formation in ELID grinding[J]. *Mechanical Science and Technology for Aerospace Engineering*, 2021, 40(3): 410-416. (in Chinese)
- [4] KUAI J C, WANG J W, JIANG C R, *et al.* Mechanical properties of the oxide film on ELID electrolytic copper-based grinding wheel by nanoindentation[J]. *Ferroelectrics*, 2017, 521(1): 26-31.
- [5] EZURA A, INAZAWA K, OMORI K, *et al.* ELID mirror surface grinding for concave molds by conductive elastic wheel containing carbon black[J]. *International Journal of Automation Technology*, 2022, 16(1): 21-31.
- [6] DAI Y, OHMORI H, LIN WEI MIN, *et al.* A fundamental study on optimal oxide layer of fine diamond wheels during ELID grinding process[J]. *Key Engineering Materials*, 2006, 304/305: 176-180.
- [7] 向道辉, 雷小飞, 彭培成, 等. 超声振动辅助 ELID 磨削淬硬 12Cr₂Ni4A 合金钢表面特性的研究[J]. *表面技术*, 2021, 50(9): 333-341.
XIANG D H, LEI X F, PENG P C, *et al.* Study on surface characteristics of 12Cr₂Ni4A alloy steel by ultrasonic vibration assisted ELID grinding[J]. *Surface Technology*, 2021, 50(9): 333-341. (in Chinese)
- [8] CHEN F, LI G X, ZHAO B, *et al.* Thermomechanical coupling effect on characteristics of oxide film during ultrasonic vibration-assisted ELID grinding ZTA ceramics[J]. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2021, 34(6): 125-40.
- [9] ALQAHTANI B, ZHANG M M, MARINESCU I, *et al.* Microscopic characterization and modeling of oxide layer for electrolytic in-process dressing (ELID) grinding with focus on voltage, electrode-wheel gap, and coolant flow[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, 105(12): 4853-4862.
- [10] 伍俏平, 欧阳志勇, 阳慧, 等. 碳纳米管对大粒度多层钎焊金刚石砂轮电解修整磨削性能的影响研究[J]. *机械工程学报*, 2020, 56(7): 231-239.
WU Q P, OUYANG Z Y, YANG H, *et al.* Influence of carbon nanotubes on electrolytic dressing grinding performance of a multi-layer brazed coarse-grained diamond wheel[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2020, 56(7): 231-239. (in Chinese)
- [11] KUAI J C, ZHANG H L, ARDASHEV D V, *et al.* Discovery and temperature dependence of α -Fe₂O₃ in oxide film on iron bonded wheel and effect mechanism of temperature[J]. *Integrated Ferroelectrics*, 2021, 217(1): 116-128.
- [12] KUAI J C, ZHANG H L. Measurements on grinding wheels for investigating α -Fe₂O₃ in precision electrolytic in-process dressing grinding[J]. *Advances in Mechanical Engineering*, 2018, 10(3): 168781401876557.
- [13] 白倩, 马浩, 殷景飞. 基于偏振激光共聚焦的研磨石英玻璃亚表面损伤检测[J]. *光学精密工程*, 2021, 29(8): 1795-1803.
BAI Q, MA H, YIN J F. Polarized laser confocal technique for subsurface damage of lapped quartz glass[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2021, 29(8): 1795-1803. (in Chinese)
- [14] 叶震, 姚鹏, 于世孟, 等. 柱面微透镜阵列的精密磨削[J]. *光学精密工程*, 2021, 29(7): 1567-1579.
YE Z, YAO P, YU S M, *et al.* Precision grinding of cylindrical microlens array[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2021, 29(7): 1567-1579. (in Chinese)
- [15] 高尚, 李天润, 郎鸿业, 等. 工件旋转法磨削硅片的亚表面损伤深度预测[J]. *光学精密工程*, 2022, 30(17): 2077-2087.
- [16] GAO S, LI T R, LANG H Y, *et al.* Prediction for subsurface damage depth of silicon wafers in workpiece rotational grinding[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2022, 30(17): 2077-2087. (in Chinese)
- [16] 景志红, 吴世华. 室温研磨固相反应法制备 γ

- Fe₂O₃纳米粉体及其气敏性能研究[J]. 无机化学学报, 2006, 22(3): 483-487.
- JING Z H, WU S H. Preparation and gas sensing properties of γ -Fe₂O₃ nanopowders by solid-state grinding method at room temperature[J]. *Chinese Journal of Inorganic Chemistry*, 2006, 22(3): 483-487. (in Chinese)
- [17] 张剑光, 张明福, 韩杰才, 等. 新型燃烧合成方法制备 α -Fe₂O₃ 纳米晶[J]. 材料工程, 2001, 29(7): 40-42.
- ZHANG J G, ZHANG M F, HAN J C, *et al.* α -Fe₂O₃ nanocrystallites prepared by a combustion method [J]. *Journal of Materials Engineering*, 2001, 29(7): 40-42. (in Chinese)
- [18] S. 马尔金著, 蔡光起, 巩亚东, 等译. 磨削技术理论与应用[M]. 沈阳: 东北大学出版社, 2002: 114-119.
- MALKIN S, CAI G Q, GONG Y D, *et al.* *Grinding Technology Theory and Applications of Machining with Abrasives*[M]. Shenyang: Northeast University Press, 2002: 114-119. (in Chinese)
- [19] 姜其立, 刘俊, 帅麒麟, 等. 一种微束 X 射线衍射仪及其应用研究[J]. 原子能科学技术, 2020, 54(5): 876-881
- JIANG Q L, LIU J, SHUAI Q L, *et al.* Study of micro X-ray diffractometer and its application[J]. *Atomic Energy Science and Technology*, 2020, 54(5): 876-881 (in Chinese)
- [20] ZBORIL R, MASHLAN M, PETRIDIS D. Iron (III) oxides from thermal Processes Synthesis, structural and magnetic properties, mössbauer spectroscopy characterization, and applications [J]. *Chemistry of Materials*, 2002, 14(3): 969-982.
- [21] SORESCU M, BRAND R A, MIHAILA-TARABASANU D, *et al.* The crucial role of particle morphology in the magnetic properties of haematite [J]. *Journal of Applied Physics*, 1999, 85(8): 5546-5548.
- [22] 王党利, 马保吉, 宁生科. ELID 磨削预修锐阶段砂轮表面氧化膜厚度测量及生长特性[J]. 中国机械工程, 2012, 23(18): 2173-2175, 2207.
- WANG D L, MA B J, NING S K. Thickness measurement and growth behaviors of oxide layers on grinding wheel surface in pre-dressing process of ELID [J]. *China Mechanical Engineering*, 2012, 23(18): 2173-2175, 2207. (in Chinese)
- [23] 李征, 丁文锋, 周欢, 等. 基于混合材料模型的颗粒增强钛基复材高速磨削温度研究[J]. 机械工程学, 2019, 55(21): 186-198.
- LI Z, DING W F, ZHOU H, *et al.* Grinding temperature of particulate reinforced titanium matrix composites in high-speed grinding based on multi-material model [J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2019, 55(21): 186-198. (in Chinese)

作者简介:



郜吉才(1972—),男,黑龙江绥化人,博士,副教授,2003年于哈尔滨工业大学获得硕士学位,2009年于哈尔滨工业大学获得博士学位,现为河南理工大学教师,主要从事超精密加工技术方面的研究。

E-mail: hitgjc@163.com



Dmitrii V. Ardashev(1979—),男,俄罗斯人,教授,博士生导师,2002年、2005年于俄罗斯南乌拉尔国立大学分别获得硕士学位、博士学位,现为俄罗斯南乌拉尔国立大学教师,主要从事超精密磨削、界面化学,微加工技术等方面的研究。

E-mail: ardashev dv@susu.ru