DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2022.2235

因瓦合金超光滑表面加工的研究

王　婉[1],王志军[1],马晓康[1],周　青[1],许　泉[2],王永杰[3],傅建明[2]

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室,陕西 西安 710072; 2. 上海机电工程研究所,上海 201109; 3. 中国科学院西安光学精密机械研究所,陕西 西安 710119)

摘　要:为了实现因瓦合金高质量表面的超精密加工,提高因瓦合金的抛光质量,基于多层级纳米抛光技术对因瓦合金进行了表面质量研究。通过不锈钢抛光盘和自动抛光机对因瓦合金进行粗磨、细磨、粗抛和细抛,并采用光学轮廓仪、三维轮廓仪、残余应力测试仪和 X 射线光电子能谱仪(XPS)对 4 个抛光阶段下因瓦合金的表面形貌、表面粗糙度、残余应力和表面化学状态等方面进行分析,进一步探究因瓦合金逐级加工过程中的表面组分及状态。结果表明,逐级加工可以将因瓦合金的表面粗糙度降至 5 nm 以下,大幅度提高工件表面质量,实现合金表面超光滑状态。抛光过程中工件表面的残余应力主要为压应力,且残余应力随着抛光精度的提升逐渐降低,但切应力始终维持在一个较低的水平。X 射线光电子能谱分析结果表明,抛光后工件表面部分 Ni 和 Fe 原子以+2 价的氧化状态存在,占所有原子数的 21.86%左右。通过多层级抛光技术实现了 5 nm 以内的表面粗糙度,对因瓦合金超精密加工工艺和提高成品质量具有重要的意义。

关键词:因瓦合金;抛光;精密加工;表面形貌;表面粗糙度

中图分类号:TG132.1+1　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2022)12-1058-05

Research on Super-smooth Surface Processing of Invar Alloys

WANG Wan[1], WANG Zhijun[1], MA Xiaokang[1], ZHOU Qing[1], XU Quan[2], WANG Yongjie[3], FU Jianming[2]

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Shanghai Institute of Mechanical and Electrical Engineering, Shanghai 201109, China; 3. Xi'an Institute of Optics and Fine Mechanics of CAS, Xi'an 710119, China)

Abstract: In order to achieve ultra-precise machining of high-quality surfaces and improve the polishing quality of Invar alloys, a surface quality study based on multistage polishing technology was conducted. Four polishing states, including coarse grinding, fine grinding, and coarse and fine polishing, were attained by stainless steel polishing disc and automatic polishing machine. The surface morphology, surface roughness, residual stress and surface chemical state of the Invar alloy in each stage were analysed using an optical profilometer, surface 3D profiler, residual stress detector and X-ray photoelectron spectroscopy. The surface components and states during the machining process were further investigated. The results show that the surface roughness of the alloy can be reduced to less than 5 nm, and the surface quality of the workpiece can be greatly improved to achieve a super-smooth surface. The results of X-ray photoelectron spectroscopy show that some Ni and Fe atoms exist in the oxidation state of +2 valence on the surface after polishing, accounting for appximately 21.86% of all atoms. Surface roughness within 5 nm is achieved by multilevel polishing technology, which is of great significance for the ultra-precision machining process of Invar alloys and the improvement of finished product quality.

Key words: Invar alloy; polishing; precise machining; surface topography; surface roughness

1897 年，法国工程师 Guillaume 发现了因瓦效应,并发明了因瓦合金。因瓦合金为 Fe-36Ni 的铁基合金及在此基础上开发的一类低热膨胀系数合金，也称为殷钢[1-3]。因瓦合金在室温至居里温度的范围内,平均热膨胀系数在 1.5×10^{-6}/℃以内，是目前热膨胀系数最小的合金种类。因其具有优异的低热膨胀性质,因瓦合金零件在保证尺寸热稳定性方面具有重要的优势，对精密测量以及具有高低温服役环境的航空航天器件具有重要的意义。目前因瓦合金已经大量应用于精密仪器、航空航天、特殊电缆及油气存储等领域[4-5]。

收稿日期:2022-07-27

基金项目:国家自然科学基金(51801161);凝固技术国家重点实验室自主研究课题(2022-BJ-03)

作者简介:王　婉(1998—),硕士生.研究方向:金属材料摩擦学行为.电话:18637193083,
Email: wangwan@mail.nwpu.edu.cn

通讯作者:王志军(1984—),教授.研究方向:金属材料设计、制备及性能调控.电话:13484671484,
Email: zhjwang@nwpu.edu.cn

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

在航空航天领域,冷热交替的服役环境使得材料热膨胀,进而引起的密封性及应力等问题对飞行器的效率和安全都有重要的影响。在关键部位采用低热膨胀系数合金可以有效解决变温环境引起的热膨胀问题。目前,低热膨胀系数合金一方面主要用于提高密封间隙的场合,例如作为密封环、外环、紧固件等。另一方面,作为关键连接件与具有较低膨胀系数的陶瓷材料连接,以在提高连接密闭性的基础上减少热应力。因此,因瓦合金在航空航天领域关键构件的应用不可或缺,并随着设计的优化提升具有新的应用场景。

对于密封件和连接件,表面质量的好坏直接影响了性能。表面粗糙度大的工件将会导致密封过程中大的间隙。目前设计对表面粗糙度的影响主要基于现有机械加工的水平。因瓦合金的表面质量控制主要通过切削工艺和磨削工艺实现,然而因瓦合金的硬度较低,切削性黏软,使其切削加工性能显著下降,因此加工性很低[6-7]。现有的机械加工可以使表面粗糙度达到 1 μm,高精度磨削控制可以使表面粗糙度达到 0.5 μm，满足现有部件性能的要求[5,8]。表面粗糙度的进一步降低对部件服役效率的提升具有怎样的影响规律,目前仍未获得关注。如果将因瓦合金表面粗糙度进一步降低两个数量级,达到 10 nm 以内，相应的工程和科学对象是否会有新的现象和问题仍未可知。同时,抛光作为因瓦合金材料超精密加工的一道工序,其加工质量在其应用场合直接决定产品的使用性能和寿命。然而其抛光技术还不太成熟,易产生划痕、裂纹等表面及亚表面损伤,进而影响其机械性能[9-11]。因此,从航空航天领域的未来突破性技术储备的角度来看,因瓦合金超光滑表面值得更多的关注。然而,目前针对因瓦合金超光滑抛光的技术研究基本没有报道。

研究者们对抛光过程中磨粒的选取、抛光液的制备、抛光液 pH 以及抛光垫的选取等一系列核心技术进行了研究[12-17]。董坤[12]通过使用 SiC 磨粒、BN 磨粒和 Al_2O_3 磨粒对工件进行加工，发现氧化铝磨粒在切削多晶铜中,晶体内部会产生相对较多的晶体缺陷。Liao 等[13]研究了具有不同 pH 值和氧化剂的化学机械抛光浆料对抛光单晶金刚石表面质量的影响,发现由二氧化硅、硫酸亚铁、过氧化氢、氨三乙酸和去离子水组成的最佳浆料能使工件表面达到最低表面粗糙度。Mu 等[14]研究了抛光液 pH 值对化学机械抛光过程中钇铝石榴石的化学和机械作用的影响。发现在酸性条件下,更多磨粒与钇铝石榴石相互作用,有助于提高材料去除率。这些研究对指导开发满足工程需求的加工表面具有一定意义，但获得超光滑加工表面主要还是依赖于加工者的操作经验。因此本文通过多层级抛光技术对因瓦合金进行了超光滑表面加工,实现了 5 nm 以内的表面粗糙度,研究了加工过程中表面残余应力的变化规律，确定了超光滑表面加工后的表面组分及状态。

1　实验材料与方法

本文选用因瓦合金 36%Ni(质量分数)为研究对象,抛光尺寸为 50 mm×50 mm×5 mm 的板材,如图 1(a)所示。采用扫描电镜对合金的晶粒尺寸进行了表征,合金呈现再结晶组织,晶粒为 10 μm 左右的不规则晶粒,如图 1(b)所示。

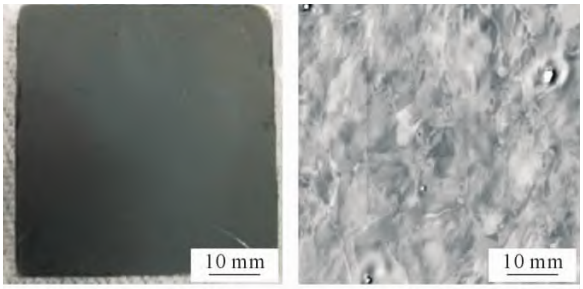


图 1 因瓦合金试板及其微观组织

Fig.1 Invar alloy sample and its microstructure

抛光采用回转式抛光机(YM350A-03),整个抛光过程分为粗磨、细磨、粗抛、精抛 4 个阶段。碳化硼作为一种重要的特种陶瓷,因其超高的硬度(35~45 GPa)、低密度(2.5 g/cm^3)、低成本、耐磨、高化学稳定性、耐腐蚀等特点,在其他硬质材料工件如陶瓷、硬质合金等的研磨抛光过程中可代替金刚石磨料，从而有效降低加工成本[18]。因此,本实验中粗磨采用 60~120＃碳化硼作为磨料,以不锈钢为抛光盘,进行磨削处理。细磨按照 W40、W20、W7 依次减小碳化硼的粒度。粗抛过程抛光粉为钻石粉,颗粒度为 W5。精抛过程采用 W0.5、W0.25 进一步减小钻石粉的颗粒度。

面精度采用 4D technology nanocam Sq 动态轮廓仪进行测量,测量范围为 1 mm×1 mm;表面粗糙度和表面形貌采用三维光学表面轮廓仪进行观察,测量范围为 100 μm×200 μm;表面残余应力采用残余应力测试仪(LXRD MG2000)进行测量,在试样表面选取 3 个位置进行测试，选取平均值作为测试结果；表面化学状态采用 X 射线光电子能谱分析仪(Phi5000 Probe III)进行测量。

2　实验结果及讨论

2.1　表面形貌分析

图 2 给出了抛光过程中不同阶段处理后的宏观

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

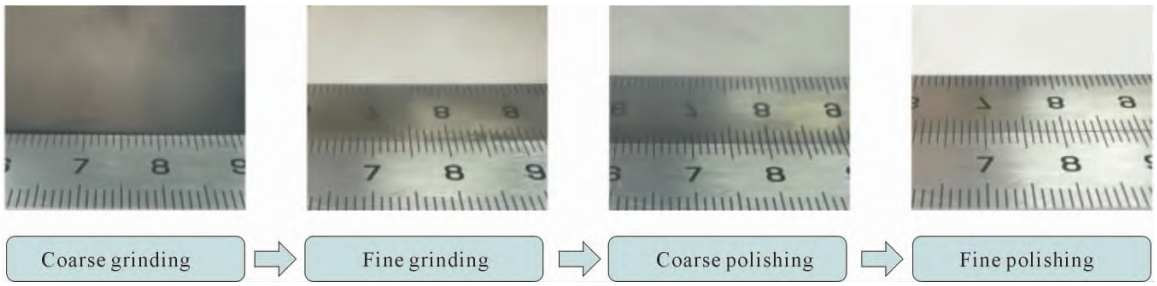


图 2 抛光不同阶段试样宏观形貌
Fig.2 Macromorphology of samples at different stages of polishing

形貌。粗磨阶段主要用于提升面平面度，表面粗糙度仍然比较大，无法达到镜面效果。从图中可以看出，细磨后表面已经出现镜面效果，随着粗抛和精抛的进行，表面镜面效果逐渐提升，这主要归因于表面粗糙度的减小。后续通过白光干涉对表面精度和表面粗糙度进行分析，研究不同抛光阶段表面粗糙度的提升效果。

图 3 为细磨、粗抛和精抛 3 个阶段后因瓦合金的表面形貌。图 3(a)表明细磨后，最大峰谷值为 765 nm，在 1 mm×1 mm 的区域内，存在明显的离散分布的峰，这是由于细磨时磨粒的颗粒度较大导致工件表面依旧不平整。经过粗抛阶段，最大峰谷值显著降低至 197 nm，如图 3(b)所示。粗抛后，峰谷位置分布相对均匀。图 3(c)为最后一步精抛后表面情况，由于磨粒已对工件表面进行了粗磨、细磨和粗抛，且磨粒留下的划痕可以被后续颗粒度较小的磨粒磨削。同时，由于减少了相邻波峰谷的高度差，峰谷分布更加均匀。因此精抛后最大峰谷值为 116 nm。与细磨相比，最大谷峰值降低了84.8%，表面质量得到明显改善。

图 4 为粗磨、细磨、粗抛和精抛 4 个阶段后因瓦合金的表面粗糙度，以及粗磨到精抛的三维表面形

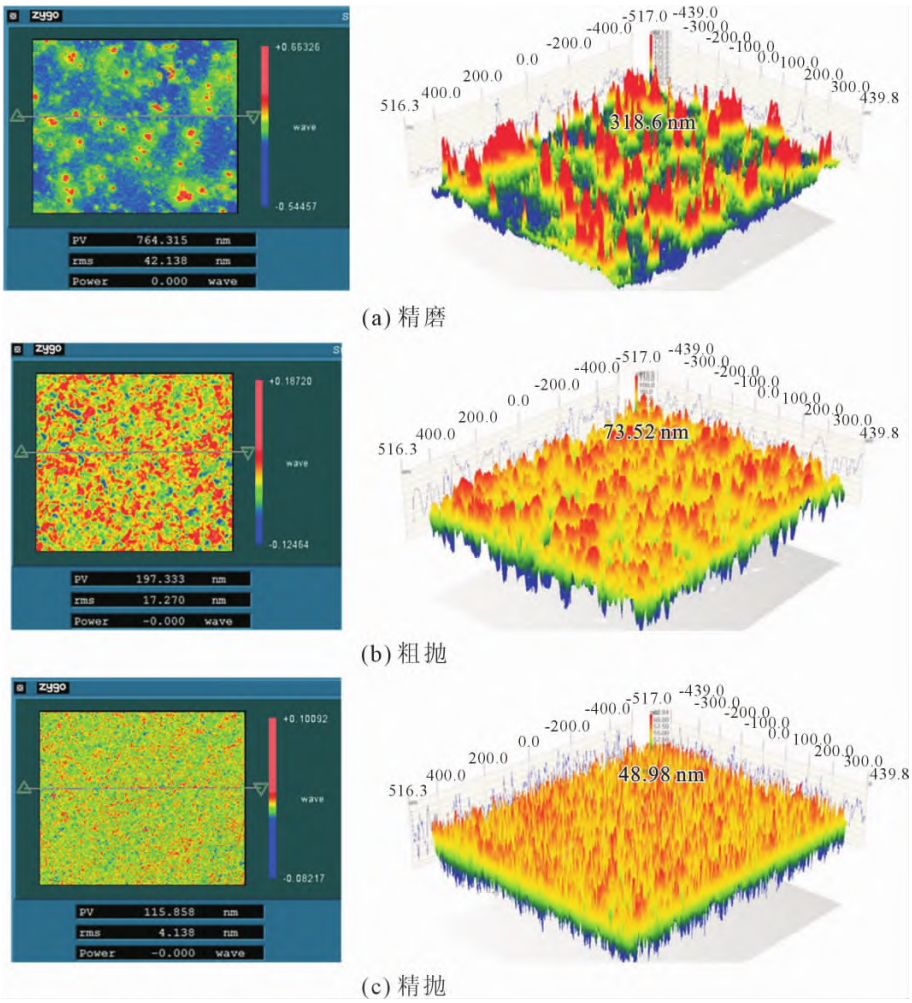


图 3 不同抛光阶段处理后的表面形貌
Fig.3 Surface morphology after different polishing stages

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

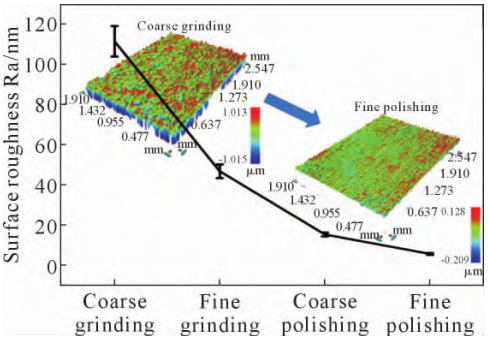


图 4　不同抛光阶段处理后表面粗糙度

Fig.4　Surface roughness after coarse grinding, fine grinding, coarse polishing and fine polishing

貌变化。从图 4 可以看出，粗磨后工件表面没有明显的划痕，但存在大量的坑洞，工件表面极不均匀。细磨后，合金表面粗糙度已经降至 50 nm 以下。粗抛后，合金表面粗糙度可以达到 20 nm 以下。精抛后，合金的表面粗糙度为 4.5 nm，此时合金表面的磨损机理主要为磨粒磨损[19]。磨粒与合金表面持续不断地碰撞、滚压和划擦，在合金表面留下了排列规整的沟槽，由于精抛时磨粒的运动方式存在一定的差异，引起加工表面的塑性变形程度不同，因此加工后的沟槽深度不同[20]。但表面划痕和缺陷可得到明显改善，从而降低了表面粗糙度。同时，由于粗磨和细磨时，对合金的材料去除量最大，而抛光时的材料去除量较小[21]，表面粗糙度在粗磨和细磨阶段大幅度降低。相比初始表面，精抛后的 Ra 降低了 95.88%。由此可见，采用的层级抛光工艺以层层递进的方式减小表面粗糙度，可以实现因瓦合金表面粗糙度小于 5 nm 的加工精度。

2.2　表面残余应力分析

工件表面产生的残余应力对工件的使用寿命、耐磨性和抗疲劳性等性能有重要影响[22]。金属材料抛光过程中，磨料颗粒通过与表面相互作用达到去除材料的目的。去除过程中，金属表面发生纳米尺度塑性变形，从而产生残余应力。因瓦合金的硬度比较低，加工硬化能力比较强[23]，因此更容易在样品表面产生塑性变形区，引发残余应力。采用 X 射线表面残余应力测试法对表面的残余应力进行了测定。测定结果如图 5 所示，抛光过程中产生的残余正应力主要以压应力为主。在粗磨阶段由于去除量较大，表面发生塑性变形剧烈，产生加工硬化，从而有较大的残余应力。随着抛光工序的进行，采用的磨料粒度越来越小，对表面的磨削作用逐渐减弱，从而使表层的残余应力减小。在粗磨、精磨、粗抛、精抛 4 个阶段工件表面残余压应力分别为 769、735、345、202 MPa。而表面的残余切应力在整个抛光过程中始终维持在一个较低的水平上 (58 MPa 左右)。表面层的残余应力主要由于形变位错导致[24]。位错的回复引起的表面形变量非常微弱，对表面的粗糙度没有影响。因瓦合金为稳定的奥氏体相，不存在相变，表面抛光后状态比较稳定。

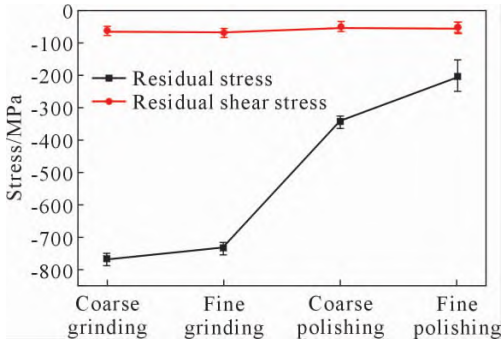


图 5　不同抛光阶段处理后表面残余应力变化

Fig.5　Surface residual stress changes after different polishing stages

2.3　表面化学状态分析

抛光过程是在抛光液的辅助下采用纳米颗粒进行表面金属去除[25]。金属表面抛光过程中将有可能发生氧化反应[26]。为了确认表面化学状态，采用 X 射线光子能谱分析仪对表面成分和原子价态进行了分析。XPS 能谱图的结果表明，表面主要由 Fe、Ni 和 O 元素组成。图 6 为 Fe 和 Ni 元素 XPS 曲线峰的位置。从 XPS 分峰结果可以看出，Fe 的价态为 0 价和 +2 价，含量分别为 87.13%和 12.87%，Ni 的价态为 0

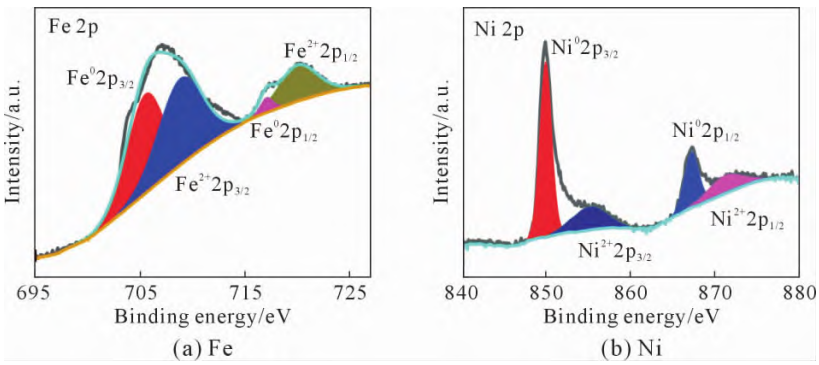


图 6　Fe 和 Ni 元素 XPS 能谱

Fig.6　XPS spectra of Fe and Ni elements

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

价和 +2 价，含量分别为 62.59%和 38.41%。由此可见，Fe 和 Ni 元素的氧化价态主要以 +2 价为主。根据因瓦合金中的元素占比可以得出被氧化的 Fe 元素占 8.33%，被氧化的 Ni 元素占 13.53%，被氧化的金属原子总数在 21.86%左右。以 XPS 结果计算，金属元素 Ni 和 Fe 的比例为 35.24:64.76，与因瓦合金初始成分一致。

3 结论

本文采用逐级机械抛光的方式实现了因瓦合金超光滑表面的加工，研究加工过程中粗糙度变化的规律，揭示了表面残余应力的变化，确定了最终的表面化学状态。主要研究结论如下：

(1)采用粗磨、细磨、粗抛和细抛 4 个阶段的抛光可以将因瓦合金的表面粗糙度降至 5 nm 以下，因瓦合金表面呈现超光滑状态。

(2)抛光过程中工件表面的残余应力为压应力，并随着抛光精度的提升逐渐降低，切应力始终维持在一个较低的水平。

(3)抛光后工件表面部分 Ni 和 Fe 原子以 +2 价的氧化状态存在，占所有原子数的 21.86%左右。

参考文献：

[1] MOHN P. A century of zero expansion[J]. Nature, 1999, 400: 18-19.
[2] SCHILFGAARDE M, ABRIKOSOV I A, JOHANSSON B. Origin of the invar effect in iron-nickel alloys[J]. Nature, 1999, 400: 46-49.
[3] SAHOO A, MEDICHERLA V R R. Fe-Ni Invar alloys: A review [J]. Materials Today: Proceedings, 2021, 43: 2242-2244.
[4] 刘江. 低膨胀合金的应用和发展[J]. 金属功能材料，2007, 14 (5): 33-37.
[5] KHANNA N, GANDHI A, NAKUM B, et al. Optimization and analysis of surface roughness for INVAR-36 in end milling operations[J]. Materials Today: Proceedings, 2018, 5(2): 5281-5288.
[6] ZHAO G, HUANG C, HE N, et al. Preparation and cutting performance of reactively hot pressed TiB_2-SiC ceramic tool when machining Invar36 alloy[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2016, 86: 2679-2688.
[7] KIM S, CHOI S, CHOI W, et al. Pulse electrochemical machining on Invar alloy: Optical microscopic/SEM and non-contact 3D measurement study of surface analyses[J]. Applied Surface Science 2014, 314: 822-831.
[8] 乔玉鹏，康仁科，金洙吉. 精密磨削 Invar36 合金时的磨料选择[J]. 金刚石与磨料磨具工程，2009(6): 8-10.
[9] 袁巨龙，张飞虎，戴一帆，等. 超精密加工领域科学技术发展研究[J]. 机械工程学报，2010, 46(15): 161-177.
[10] UHLMANN E, MIHOTOVIC V, COENEN A, et al. Modelling the abrasive flow machining process on advanced ceramic materials[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209: 6062-6066.
[11] WANG L, ZHOU P, YAN Y, et al. Micro-scale contact behavior and its effect on the material removal process during chemical mechanical polishing[J]. Tribology International, 2021, 156: 106831.
[12] 董坤. 基于分子动力学的固液两相磨粒流抛光机制数值模拟研究[D]. 长春：长春理工大学，2016.
[13] LIAO L, ZHANG Z, MENG F, et al. A novel slurry for chemical mechanical polishing of single crystal diamond [J]. Applied Surface Science, 2021, 564: 150431.
[14] MU Q, JIN Z, HAN X, et al. Effects of slurry pH on chemical and mechanical actions during chemical mechanical polishing of YAG [J]. Applied Surface Science, 2021, 563: 150359.
[15] WANG L, ZHOU P, YAN Y, et al. Micro-scale contact behavior and its effect on the material removal process during chemical mechanical polishing[J]. Tribology International, 2021, 156: 106831.
[16] XIE W, ZHANG Z, LIAO L, et al. Green chemical mechanical polishing of sapphire wafers using a novel slurry[J]. Nanoscale, 2020,12: 22518.
[17] STREY N F, SCANDIAN C. Abrasive polishing load effect on surface roughness and material removal rate of Al_2O_3, ZTA and SiC [J]. Wear, 2021, 477: 203787.
[18] 吴芳. 碳化硼陶瓷及其摩擦学研究[D]. 长沙：中南大学，2001.
[19] LUO D, ZHOU Q, YE W, et al. Design and characterization of self-lubricating refractory high entropy alloy-based multilayered films[J]. ACS Applied Materials Interfaces, 2021, 13: 55712-55725.
[20] 王婉，周青，华东鹏，等. 因瓦合金纳米抛光材料去除机理的分子动力学模拟[J]. 中国表面工程，2021, 34(6): 160-167.
[21] 雷冲，刘元坤. 一种基于双目结构光的光学元件精磨表面面形测量方法[J]. 光学与光电技术，2022, 20: 14-20.
[22] 王立涛，柯映林，黄志刚，等. 航空结构件铣削残余应力分布规律的研究[J]. 航空学报，2003, 24(3): 277-288.
[23] ZHAN X, LIU X, WEI Y, et al. Microstructure and property characteristics of thick invar alloy plate joints using weave bead welding[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 244: 97-105.
[24] LI P, GUO X, YUAN S, et al. Effects of grinding speeds on the subsurface damage of single crystal silicon based on molecular dynamics simulations[J]. Applied Surface Science, 2021, 554: 149668.
[25] 杨朔. 光学玻璃化学机械抛光微观材料去除机制研究[D]. 大连：大连理工大学，2019.
[26] 李海鹏. 抛光垫粗糙峰尺度下铜化学机械抛光材料去除过程研究[D]. 大连：大连理工大学，2021.

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net