

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.⁷
B02C 17/00
C01B 21/064



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02123910. X

[43] 公开日 2003 年 2 月 12 日

[11] 公开号 CN 1396003A

[22] 申请日 2002.7.9 [21] 申请号 02123910. X

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号

[72] 发明人 汤华国 马贤峰 赵 伟 阎学伟

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称 纳米立方氮化硼的制备方法

[57] 摘要

本发明属于以立方氮化硼(以下称 cBN)单晶粉末为原料,通过机械合金化技术制备纳米 cBN 的方法。采用粒度小于 50 目的 cBN 单晶为原料,将其加入碳素钢材质的高能球磨罐中,球料重量比为 30-150:1,通过球的撞击、剪切、摩擦等方式,实现 cBN 的有效破碎和颗粒球形化、纳米化,产物粒度在 5-100 纳米之间。高能球磨装置能量大,破碎效率高。该方法具有工艺简单、操作方便等特点。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种纳米立方氮化硼的制备方法,其特征在于选择颗粒小于 50 目的 cBN 单晶,将其加入碳素钢材质的高能球磨罐中,球料重量比为 30-150: 1,氩气保护下密封,合成罐转速为 950-1550 转/分,合成时间为 16-240 小时,产物用 2mol/L 的盐酸除去机械合金化引入的杂质 Fe,产物粒度在 5-100 纳米之间。

纳米立方氮化硼的制备方法

技术领域：本发明属于以立方氮化硼（以下称 cBN）单晶粉末为原料，通过机械合金化技术制备纳米 cBN 的方法。

背景技术：cBN 是硬度仅次于金刚石的超硬材料。由于 cBN 具有比金刚石高的耐热冲击和抗氧化能力以及不与铁族元素发生反应的化学惰性，在不同的材料领域具有广泛的应用。纳米结构的 cBN 是一种既具有 cBN 优异性能，又具有纳米材料特性的高技术材料，因此更具有广泛的应用：用于制备高性能 cBN 烧结体和复合片作为机械加工刀具、磨具；配置汽车、机床用的润滑油可提高摩擦性能并提高使用寿命；用于增强塑料、树脂和密封橡胶以提高耐用性能；配置研磨膏和抛光液用于高硬度铁系合金制品的精细加工等。纳米 cBN 具有高硬度、加工精度高、使用寿命长、高活性等优点，更适合材料的高速与精密加工，以满足现代工业技术发展的需求。

高温高压的方法是合成 cBN 单晶的基本方法，所得到的样品颗粒度较大，一般为 50-400 目。由于 cBN 具有很高的硬度，极难破碎，普通球磨只能得到 5-10 μ 的细粉。迄今为止，尚无纳米 cBN 的合成报道。

发明内容：本发明的目的是提供一种纳米 cBN 的合成方法，通过机械合金化技术实现 cBN 的纳米化。

本发明采用粒度小于 50 目的 cBN 单晶为原料，采用机械合金化装置，通过球的撞击、剪切、摩擦等方式，将宏观的动能提供给体系，实现 cBN 的有效破碎和颗粒球形化、纳米化。高能球磨装置能量大，破碎效率高。得到产物为高活性的纳米粉，颗粒为球形，粒度分布均匀。该方法具有工艺简单、操作方便等特点。

本发明的过程是选择颗粒小于 50 目的 cBN 单晶，将其加入高能球磨罐中，罐的直径是 54 毫米，高是 54 毫米，磨罐和磨球均为碳素钢材质。球料重量比为 30-150: 1，氩气保护下密封，合成罐转速为 950-1550 转/分，合成时间为 16-240 小时，产物用 2mol/L 的盐酸除去机械合金化引入的杂质 Fe。

产物经 X 射线粉末衍射和透射电镜分析证实为纳米 cBN，电镜分析表明，颗粒为球形，且粒度分布均匀。随球磨时间不同，产物粒度在 5-100 纳米之间。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1：将重量为 1 克，粒度为 400 目的 cBN 放入球磨罐中，再放入钢球 150 克，氩气保护密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 950 转/分，球磨时间 16 小时，得到的粉末经 2mol/L 的盐酸处理，洗成中性，烘干。产物粒度 50-60 纳米。

实施例 2：将重量为 1 克，粒度为 50 目的 cBN 放入球磨罐中，再放入钢球 150 克，氩气保护密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1280 转/分，球磨时间 24 小时，得到的粉末经 2mol/L 的盐酸处理，洗成中性，烘干。产物粒度 80-100 纳米。

实施例 3：将重量为 5 克，粒度小于 400 目的 cBN 放入球磨罐中，再放入钢球 150 克，氩气保护密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1400 转/分，球磨时间 72 小时，得到的粉末经 2mol/L 的盐酸处理，洗成中性，烘干。其粒度 25-35 纳米。

实施例 4：将重量为 2 克，粒度为 350 目的 cBN 放入球磨罐中，再放入钢球 150 克，氩气保护密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1450 转/分，球磨时间 120 小时，得到的粉末经 2mol/L 的盐酸处理，洗成中性，烘干。产物粒度为 20-30 纳米。

实施例 5：将重量为 1 克，粒度为 350 目的 cBN 放入球磨罐中，再放入钢球 150 克，氩气保护密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1550 转/分，球磨时间 240 小时，得到的粉末经 2mol/L 的盐酸处理，洗成中性，烘干。产物粒度为 5-10 纳米。