

氮化硅陶瓷表面 DLC 膜的高温摩擦学性能^{*}

卓会丹, 宋宝玉, 古 乐

(哈尔滨工业大学 机电工程学院, 哈尔滨 150001)

摘 要: 利用离子注入与沉积工艺在氮化硅陶瓷盘表面制备了厚约 500 nm 的类金刚石碳膜(DLC 膜)。采用有限元模型模拟计算了 DLC 膜的热应力, 分析了不同工作温度下薄膜热应力的分布; 利用高温球盘摩擦试验机考察了陶瓷盘表面 DLC 膜的摩擦磨损特性; 将表面沉积 DLC 膜的氮化硅陶瓷球经历不同温度循环后分别装入满装角接触轴承, 测试了轴承的滚动摩擦力矩。试验结果表明: 在常温到 350 ℃ 范围内, 氮化硅陶瓷表面的 DLC 膜可降低滑动摩擦因数和轴承的滚动摩擦力矩值, 但随着温度的升高, DLC 膜的磨损寿命变短。在经历 400 ℃ 热循环后, 陶瓷表面 DLC 膜在热应力和机械力的共同作用下起皱、脱落, 配副摩擦恢复到未镀膜水平。

关键词: 滚动摩擦; 高温; DLC 膜; 陶瓷

中图分类号: TG115.58

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289(2011)04-0047-04

Friction Characteristics of DLC Films on the Silicon Nitride Ceramic Surfaces at High Temperature Conditions

ZHUO Hui-dan, SONG Bao-yu, GU Le

(Department of Mechanical Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001)

Abstract: Based on the ion plantation and deposition technology, diamond like carbon (DCL) films about 500 nm thicknesses were prepared on the surface of silicon nitride ceramics. The finite element modeling method was used to simulate the thermal stress between DCL film and the ceramic substrate. Their sliding friction properties were investigated on high-temperature ball-on-disk friction tester. Rolling friction torque of full-ball angle contact bearings filled with ceramic balls deposited DLC films and experienced different temperature loops were tested. The results show that the DLC films on silicon nitride surfaces can lower the sliding and rolling friction ranging from room temperature to 350 ℃. The wear duration lives of DLC films get shorter with the rising of temperature. DLC films wrinkle and fall off from the ceramic basis after the temperature circulation to 400 ℃ because of the combined function of the thermal and mechanical stress. Their frictional characteristics return to normal level of uncoated pairs.

Key words: rolling friction torque; high temperature; DLC film; ceramics

0 引 言

氮化硅陶瓷材料在滚动轴承中的成功应用, 为航空宇航等高速、高温、贫油与自润滑工况下的轴承技术开辟了新的方向^[1]。自润滑陶瓷轴承的润滑剂来源包括自润滑复合材料保持架、滚道表面改性润滑膜和滚动体表面改性润滑膜。随着无保持架满装球轴承的广泛应用, 对滚动体表面的润滑改性的需求也日趋强烈。张传伟^[2]设计了专用夹具并利用离子注入与沉积工艺在

氮化硅陶瓷球上制备了分布均匀的类金刚石(DLC)膜。荆翠妮^[3]对常温下陶瓷表面 DLC 膜的力学性能与滑动摩擦磨损性能研究表明陶瓷表面的 DLC 膜在较小载荷和速度下具备优异的减摩耐磨作用。陶瓷表面润滑薄膜的承载能力除了与机械变形应力有关外, 还与工作过程中的界面热应力关系密切。文中主要研究热作用下陶瓷表面 DLC 膜的滑动摩擦和滚动摩擦性能的变化, 为陶瓷表面改性润滑膜的实际应用提供基础。

1 氮化硅陶瓷表面 DLC 薄膜的制备

采用等离子体基离子注入与沉积技术, 在哈

收稿日期: 2011-04-18; 修回日期: 2011-06-02

基金项目: * 国家自然科学基金(50875058); 国家“973”计划(2007CB607602)

作者简介: 卓会丹(1986—), 女(汉), 河南周口人, 硕士生。

尔滨工业大学 DLZ-01 型等离子体基离子注入设备上完成氮化硅陶瓷片和陶瓷球上 DLC 膜的制备。陶瓷球表面薄膜制备过程中采用文献[2]中的轴承球专用夹具,陶瓷球直径为 Φ 7.938 mm,表面粗糙度 R_a 为 $0.032\text{ }\mu\text{m}$ 。陶瓷片为直径 Φ 22 mm $\times$ 3 mm 的圆盘,经加工、研磨和抛光,表面粗糙度 R_a 为 $0.04\text{ }\mu\text{m}$,详细制备过程和制备参数见参考文献[3]。

2 膜基界面热应力有限元分析

薄膜与基体界面的热应力是由于二者物理参数不匹配及晶格的失配而造成的,影响热应力的物理参数有热膨胀系数、弹性模量、泊松比、厚度及温度变化等。目前薄膜热应力数学模型是基于传统的梁弯曲理论来计算的,薄膜相对于基底非常薄,假设尺寸无限宽,根据 stoney 方程^[4]可知:

$$\sigma_{\text{热}} = \frac{E_{\text{ef}} \left(\int_{T_i}^{T_s} \alpha_s - \alpha_f \right) dT}{1 + 4 \left(\frac{E_{\text{ef}}}{E_{\text{es}}} \right) \left(\frac{h}{H} \right)}$$

(1)

式中

$$E_{\text{ef}} = \frac{E_f}{(1 - \nu_f)} \quad E_{\text{es}} = \frac{E_s}{(1 - \nu_s)}$$

E_{ef} 、 E_{es} 分别是薄膜和基底的有效弹性模量, ν_s 、 ν_f 、 h 、 H 、 T_d 、 T 、 α_f 、 α_s 分别是基底泊松比、薄膜泊松比、薄膜厚度、基底厚度、工作温度、室温、薄膜和基底热膨胀系数。

文中使用 Ansys 软件建立了用于分析 DLC 薄膜热应力的有限补轴对称模型图。实际模型是在直径为 Φ 22 mm $\times$ 3 mm 氮化硅陶瓷片上沉积厚为 500 nm 的 DLC 薄膜,材料参数^[5]见表 1。只取薄膜的 1 个截面,在模型左边施加对称约束进行计算。以镀膜温度作为参考温度,轴承工作的环境温度作为薄膜和基底的温度载荷。为简化计算,对所建的有限元模型作如下的假设:①薄膜与基底材料的热物理参数具有各向同性,并且材料性能随温度变化忽略不计;②轴承在工作过程中,模型温度一直是均匀的,不考虑瞬态效应;③热应力主要是由基底与薄膜的热膨胀系数不同所引起的;④在边界条件中不考虑系统的导热、对流与辐射等影响。为保证计算精度,对模型进行映射网格划分,DLC 薄膜及接近薄膜的基

底部分采用较小的网格密度,而对于离薄膜较远的基底采用较大的网格密度,整个模型分析采用热固耦合分析单元 plane 13。模型计算结果与式(1)计算结果如图 1 所示,在不同工作温度下热应力随工作温度的升高而增大。在制膜温度为 50 ℃,工作温度为 400 ℃时,薄膜内热应力最大值约为 6.64 MPa。

表 1 DLC 和氮化硅材料的基本参数
Table 1 Material parameters of DLC and Si₃N₄

名称	杨氏模量 E_x/GPa	线膨胀系数 $\alpha/(\times 10^{-6})$	泊松比 ν
DLC	110	2.85	0.13
氮化硅	300	3	0.22

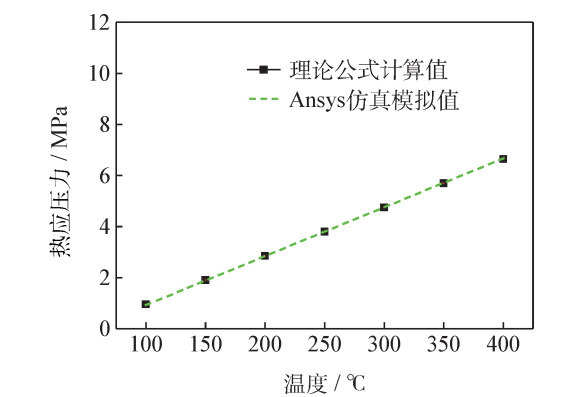


图 1 膜基界面热应力与工作温度关系曲线
Fig. 1 The interface heat stress between DLC film and ceramic basis at different temperature

3 试验部分

3.1 高温滑动摩擦性能测试

利用 HT-1000 型高温球盘摩擦试验机进行氮化硅陶瓷表面 DLC 膜的滑动干摩擦试验,试验温度分别为:100 ℃、200 ℃、250 ℃、300 ℃、400 ℃。摩擦配副为氮化硅陶瓷自配副,其中陶瓷盘上制备约 500 nm 厚 DLC 膜,陶瓷球直径为 Φ 7.938 mm。试验滑动速度为 0.034 m/s,载荷为 1.5 N。

3.2 满装陶瓷球轴承滚动摩擦力矩测试

利用 BRG3000 型轴承摩擦力矩测试仪进行满装陶瓷球轴承的摩擦力矩测试。轴承所用陶瓷球表面制备约 500 nm 厚 DLC 薄膜。试验轴

承型号为 7205 型双瓣内圈角接触球轴承,内径 25 mm,外径 52 mm,宽度 15 mm,无保持架满装 15 个陶瓷球,球直径为 Φ 7.938 mm,球直径偏差小于 1 μm 。将完成表面镀膜的 1 组陶瓷球均匀加热到 100 $^{\circ}\text{C}$ 保温 1 h 之后,随炉冷却到室温,然后装入轴承进行摩擦力矩测试。完成测试后将该组陶瓷球取出分别经历 150 $^{\circ}\text{C}$ 、200 $^{\circ}\text{C}$ 、250 $^{\circ}\text{C}$ 、300 $^{\circ}\text{C}$ 和 400 $^{\circ}\text{C}$ 温度循环并测试相应滚动摩擦力矩。试验条件:轴向载荷 5 N,动态测试转速为 1~10 r/min,每转速下重复测试 3 次,测量角度为 360 $^{\circ}$ 。测试过程中旋转主轴带动被测轴承内圈旋转,传感器通过花键齿与安装在轴承外圈上的夹具固连并测试轴承运转过程中的摩擦力矩,传感器量程 0.7 N $\cdot$ cm,精度 1%。

4 结果与讨论

4.1 氮化硅表面 DLC 膜的高温摩擦磨损性能

图 2 为氮化硅陶瓷球与表面制备 DLC 膜陶瓷盘配副在 1.5 N 载荷、0.034 m/s 速度和不同温度下的摩擦因数曲线。可以看出在不同温度情况下,摩擦因数大小在起始摩擦阶段没有明显变化。但是随着温度的升高,DLC 膜保持较低摩擦因数的时间变短。在 100 $^{\circ}\text{C}$ 时,陶瓷球与 DLC 膜陶瓷片配副摩擦延续到 240 min 仍然保持 0.05

以下的低摩擦因数,说明薄膜未脱落且保持润滑能力。而在 200 $^{\circ}\text{C}$ 、250 $^{\circ}\text{C}$ 、300 $^{\circ}\text{C}$ 时,配副的低摩擦阶段延续时间分别为 80 min、60 min、30 min,而后配副就开始出现很大的摩擦噪声,摩擦因数大幅增加,说明薄膜已磨损并最终成为无润滑膜的陶瓷自配副摩擦。在 400 $^{\circ}\text{C}$ 时,摩擦因数直接迅速上升且很不稳定。

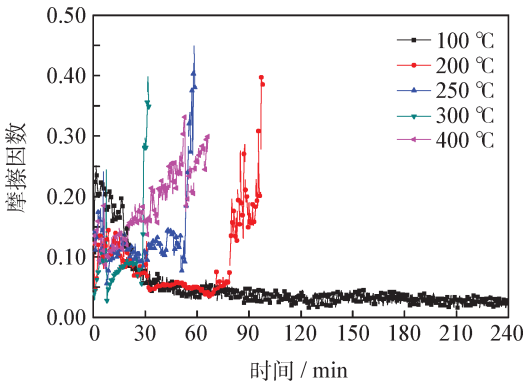


图 2 陶瓷球与镀 DLC 膜陶瓷盘配副摩擦因数
Fig. 2 Friction coefficient of ceramic ball with DLC films coated ceramic disks

图 3 为各温度下镀 DLC 膜陶瓷盘表面的磨损图片。从图中可知,随温度升高,磨痕宽度和深度越来越大,磨损情况越来越严重。100 $^{\circ}\text{C}$ 时,陶瓷片表面仅出现了轻微磨痕,经过 240 min 后,

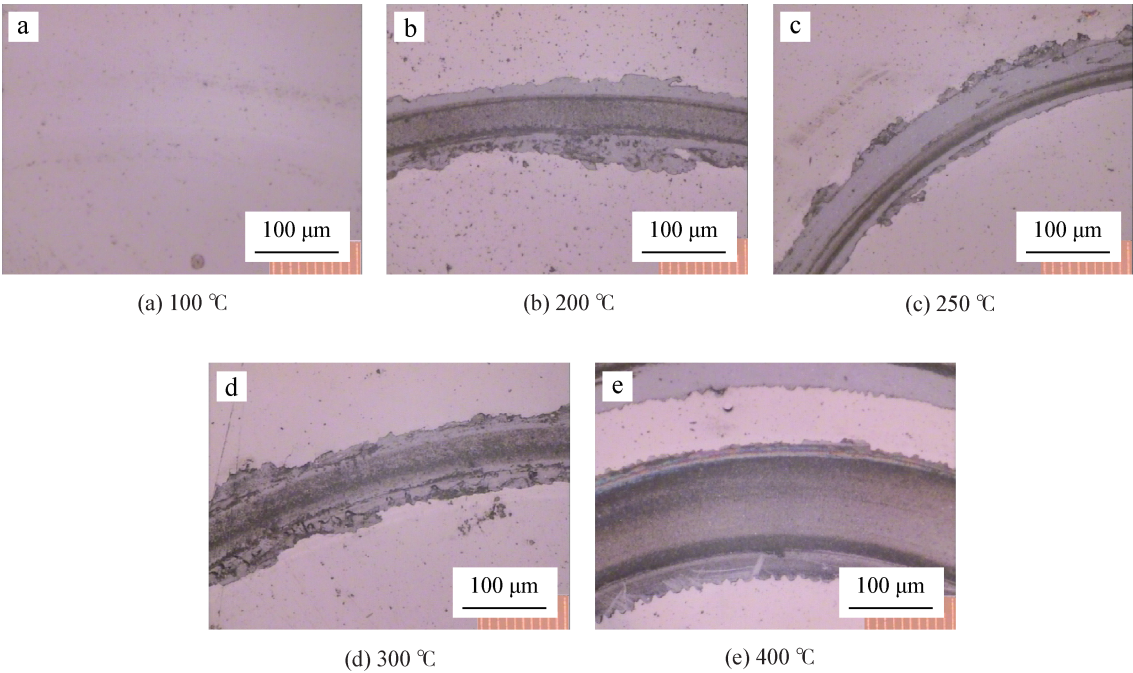


图 3 陶瓷盘表面磨损形貌
Fig. 3 Wear photographs on the ceramic disks

DLC 膜仍未被磨破;200 ℃时,出现了比 300 ℃时较深较宽的犁沟,边上的膜已被大片磨掉,观察此温度下的摩擦因数曲线,可以看到摩擦因数陡升而后又快速复原的现象。在试验过程中,摩擦因数陡升时,伴有摩擦噪声,复原时声音消失,综合考虑,出现上述现象是因为摩擦中有微小颗粒参与,在一定压力下颗粒以极小面积作用于膜上,膜开始脆裂,进而被碾压并加快了磨损。300 ℃比 250 ℃时犁沟更宽更深,磨掉的 DLC 膜被压成层状结构分布于沟壑两边,旁边还有细小的磨屑。而在 400 ℃时,可以看到 DLC 膜在碾压区有很宽的磨痕,这是机械压力作用的结果,而碾压区之外的薄膜大片起皱,脱落,则是由于热应力过大而引起的。

根据薄膜的断裂理论^[6]可知,薄膜受到张应力过大而发生裂纹破裂现象。由摩擦磨损试验可知,在 400 ℃时,陶瓷盘表面的薄膜大面积的起皱、脱落。而在此温度下计算得到的热应力值为 6.638 MPa,则此应力可近似估算氮化硅陶瓷表面 DLC 膜的热承载力。

4.2 满装陶瓷球轴承摩擦力矩

将经过不同温度循环的陶瓷球装入轴承进行摩擦力矩测试,各工况下轴承的平均摩擦力矩曲线如图 4 所示。从图中可知,陶瓷球未镀膜的轴承在 1~10 r/min 范围内,平均摩擦力矩

为 0.028~0.031 N·cm。镀膜之后的陶瓷球轴承在经过 100~350 ℃的高温之后的平均摩擦力矩均小于未镀膜陶瓷轴承的平均摩擦力矩。而经过 400 ℃之后的陶瓷球轴承的摩擦力矩变大,与未镀膜之前的平均矩值持平。由此可见氮化硅陶瓷球表面的 DLC 膜在 350 ℃以下均能有效降低轴承的滚动摩擦力矩,而在经过 400 ℃的高温之后,陶瓷球表面的 DLC 薄膜已经脱落,轴承摩擦力矩恢复到未镀膜水平。

5 结 论

(1) DLC 膜在 100~350 ℃高温范围内,能较好降低氮化硅陶瓷自配副的滑动摩擦因数,在 400 ℃时薄膜因热应力脱落。

(2) 镀 DLC 膜的陶瓷球装入轴承后可在 100~350 ℃温度范围内降低轴承滚动摩擦力矩。

参考文献

- [1] Wang L, Snidle R W, Gu L. Rolling contact silicon nitride bearing technology: a review of recent research [J]. Wear, 2000, 246(1-2):159-173.
- [2] 张传伟. 陶瓷球轴承固体润滑涂层制备与承载特性分析 [D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2009.
- [3] 荆翠妮,古乐,张传伟,等. 氮化硅陶瓷表面 DLC 膜的制备及摩擦性能研究 [J]. 润滑与密封, 2010,35(9): 21-25.
- [4] Haider J, Rahman M, Corcoran B, et al. Simulation of thermal stress in magnetron sputtered thin coating by finite element analysis [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 168: 36-241.
- [5] Frewund L B, Suresh S. Thin film materials - stress. Defect Formation and Surface Evolution [M]. 2006(1): 77-79.
- [6] 陈为兰. 光学薄膜应力的研究 [D]. 杭州:浙江大学, 2008.

作者地址: 哈尔滨西大直街 92 号

150001

哈尔滨工业大学 424 信箱

Tel: (0451) 8640 2012 (古乐)

E-mail: gule@hit.edu.cn

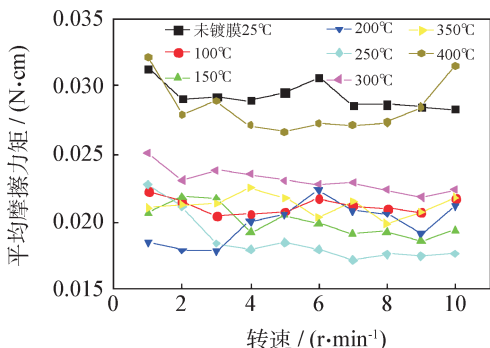


图 4 不同温度循环后满装陶瓷球轴承平均摩擦力矩

Fig. 4 Average running torques of full-ball bearings during different high temperature loops