

GCr15 轴承钢的 PIID 表面改性工艺研究

孙 韬, 汤宝寅, 王浪平, 王晓峰, 于永皓

(哈尔滨工业大学 材料学院现代焊接生产技术国家重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘 要: 采用等离子体浸没离子注入与沉积 (PIID) 技术在 GCr15 轴承钢表面制备了 TiN、TiC 薄膜, 并对其进行了显微硬度和摩擦磨损测量。结果发现: 注入时间、注入脉宽和工作气体对 GCr15 轴承钢表面改性效果具有显著的影响。通过对比分析, 获取了最佳处理工艺参数。

关键词: 表面改性; 等离子体浸没离子注入与沉积; 显微硬度; 摩擦磨损性能

中图分类号: TG174.44

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289(2005)01-0039-03

Study on Surface Modification of GCr15 Bearing Steel by Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition

SUN Tao, TANG Bao-yin, WANG Lang-ping, WANG Xiao-feng, YU Yong-hao

(Harbin Institute of Technology, State key Laboratory of Advanced Welding Production & technology, Harbin, 150001 China)

Abstract: In this paper, TiN and TiC thin films were synthesized on GCr15 bearing steel substrates by plasma immersion ion implantation and deposition (PIID). After PIID treatments, the as-deposited samples were evaluated by the microhardness and tribological tests. The results show that the processing time, the pulse duration and the working gas can greatly effect the mechanical properties of the samples. Consequently, according to the results of microhardness and wear tests, the best parameters of PIID process for enhancing the surface properties of GCr15 steel can be obtained.

Key words: surface modification; plasma Immersion ion implantation and deposition (PIID); microhardness; wearability

0 引 言

轴承是一种通用性机械零部件,但在服役过程中容易失效。轴承失效分析表明,其失效主要发生在工作表面和表面层^[1]。因此,迫切需要利用现代表面改性技术改善轴承的使用性能。与其它方法相比,由等离子体浸没离子注入(PII)技术^[2]和脉冲阴极弧金属等离子体源技术^[3,4]相结合发展而来的等离子体浸没离子注入与沉积(PIID)技术,具有能够处理形状复杂零件、膜基结合力高、膜层厚、不影响材料的热处理状态和尺寸精度等优点^[5]。而且由于合金元素和抗磨元素的注入、沉积,显著增强了表面改性的效果,是一种更具应用前景的表面改性技术。

TiN、TiC 薄膜作为产业化并广泛应用的硬质薄膜材料具有硬度高,耐磨性好,耐腐蚀性优异,化学稳定性好等一系列性能优点。文中采用 PIID 技

收稿日期: 2004-11-25

作者简介: 孙韬(1980-),男(汉),黑龙江齐齐哈尔人,博士研究生。
术在 GCr15 轴承钢表面合成 TiN、TiC 薄膜。试验

中 PIID 过程通过 RF 射频辉光放电和脉冲阴极弧金属等离子体源实现,其中 RF 射频辉光放电产生氮、乙炔等离子体,钛等离子体由脉冲阴极弧金属等离子体源提供。通过显微硬度和摩擦磨损的测试,研究了不同注入时间、注入脉宽和工作气体对 GCr15 轴承钢表面改性效果的影响,为轴承的延寿提供了理论依据。

1 试验材料与方法

试验采用调质态的 GCr15 轴承钢为基体材料,其化学成分质量百分数为: C 0.9~1.05, Si 0.1~0.35, Mn 0.25~0.45, Cr 1.40~1.65, S、P 皆 ≤ 0.025 ; 其热处理工艺参数为 830 °C~845 °C 油淬,然后在 150 °C~160 °C 回火处理,并保温 2 h。通过线切割将 GCr15 轴承钢切割成 $\phi 12 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ 的圆形试样。采用金相砂纸对试样表面进行打磨,然后机械抛光至镜面,使表面粗糙度 $R_a \leq 0.04 \mu\text{m}$ 。所有试样在放入真空室前均经丙酮超声清洗两次,每次 10 min。

PIID 试验在哈尔滨工业大学现代焊接生产技

术国家重点实验室自行研制的多功能等离子体浸没离子注入与沉积装置上进行^[6]，由于金属源主弧脉宽大于被处理试样上的高压注入脉宽，在相同频率和相位下，即有注入脉宽又有注入脉宽时，氮离子或碳离子会与钛离子一起注入到样品表面，仅有主弧脉宽时，钛离子则沉积到试样表面。由此可在 GCr15 轴承钢表面形成TiN或TiC薄膜。试验过程中可以通过调节注入脉宽与金属源主弧脉宽的比例，改变注入与沉积过程的比例，获得效果不同的改性层。

所有试样在注入与沉积之前均须进行Ar⁺溅射清洗，以除去试样表面可能存在的吸附气体和氧化膜等杂质污染，这样将有利于薄膜与基体之间形成良好的附着。试验的本底真空为 5.0×10^{-3} Pa,工作气压 2.0×10^{-2} Pa, 注入电压 18 kV。金属源和射频源的参数为：金属源脉冲峰值电流 200 A，脉冲重复频率 55 Hz，主弧脉宽 280 μ s，磁导管偏压 12 V，射频源功率 600 W。为比较注入时间、注入脉宽和工作气体等参数对改性层效果的影响，共在GCr15 轴承钢表面合成 4 组TiN薄膜，1 组TiC薄膜，具体工艺参数见表 1，其中试样 0 为未处理试样。

表 1 各组试验参数

Table 1 Experimental data of the samples			
试样编号	注入脉冲宽度/ μ s	处理时间/h	工作气体
0			
1	30	1	N ₂
2	30	2.5	N ₂
3	30	3	N ₂
4	45	2.5	N ₂
5	30	2.5	C ₂ H ₂

对经PIIID处理的试样和未处理的试样进行了显微硬度和摩擦磨损性能的测试。显微硬度测量在HX-1000 型显微硬度计上进行，载荷为 25 g，加载时间 20 s。每个样品的显微硬度值均取 5 个测试点的硬度平均值作为最后结果。摩擦磨损性能测试是在CJS111A型多功能摩擦磨损试验机上完成的，测试载荷为 20 g，球为 ϕ 3 mm的SiC，盘为GCr15 轴承钢试样，转速 105 r/min，旋转半径 3 mm，室温无润滑下予置行程 1 375 圈。

2 结果与讨论

2.1 显微硬度

改性层显微硬度的测试结果见表 2。按显微硬度的测试经验，压痕深度为 0.1~0.2 膜厚时，基体对膜的力学性能测试结果无明显影响，随着压痕深度的不断增加，基体对测试结果的影响越来越大，会逐渐逼近基体的力学性能。研究中显微硬度计压头压入的深度已达基体内部，故此时所测硬度值实际上是改性层同基体材料硬度的综合反映。由表 2 可以看出，经 PIIID 处理后试样硬度都有明显的增加，均高于未处理的样品，其中第 5 组试件的显微硬度提高达近 50 %。

表 2 显微硬度测量结果

Table 2 Microhardness of the GCr15 samples untreated and treated by PIIID

试样编号	显微硬度/ $\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$	显微硬度增加/%
0	842.8	0
1	965.6	14.6%
2	1190.0	41.2%
3	1212.8	43.9%
4	1258.4	49.3%
5	1262.2	49.8%

选择试样 1、2、3 对其显微硬度值进行对比分析。这 3 组试样其它 PIID 工艺参数相同，而注入时间不同，分别为 1、2.5、3 h。由表 2 可见，它们的显微硬度随注入时间的增加而增加。但是，试样 3 并未比试样 2 的显微硬度有较大幅度的提高。这是因为 PIID 时间过长则会因为达到溅射和注入、沉积的动态平衡或吸出相趋于饱和等原因而不能获得更有效的改性效果。试样 2、4 的注入脉宽分别为 30 μ s、45 μ s，其它工艺参数相同。对其显微硬度值比较可知，使用较宽的注入脉宽对增加显微硬度可以收到较好的效果。这是因为在相同的时间下，脉冲宽度越宽注入剂量越高，随注入剂量的增加，生成的强化相也增加。因此，其显微硬度也增大。试样 2、5 分别在氮、乙炔等离子体中与金属钛离子进行 PIID 处理，其它工艺参数完全相同。通过显微硬度值的对比可知，试样 5 的显微硬度提高更明显。这是因为在其表面生成了比 TiN 更坚硬

的 TiC 改性层。

2.2 摩擦磨损性能

图 1 是注入时间不同的情况下试样 0、1、2、3 同陶瓷球对磨时的摩擦因数随滑动圈数变化的关系曲线。可以看出, 摩擦磨损试验一开始时由于试样表面的油膜及氧化物的作用其摩擦因数一般较低(0.1~0.3)。然而, 随着摩擦磨损的进行, 未处理试样的摩擦因数会急剧上升并迅速稳定下来(0.8~0.9), 而处理后的试样一般摩擦因数比未处理的试样小得多、上升速度慢得多。当改性层全部磨透后, 摩擦因数才会迅速上升, 达到未处理试样的摩擦因数并稳定下来。这是因为经 PIHID 处理后试样表面形成了具有较低摩擦因数的改性层, 大大提高了 GCr15 轴承钢的抗磨能力。但是, 不同的被处理试样的摩擦磨损曲线也各不相同。试样 2 表面维持了较长时间的低摩擦因数, 而且摩擦磨损曲线最后稳定在摩擦因数较低的范围内(0.6~0.7), 并没有达到基体水平(0.8~0.9)。说明在予置行程圈数内改性层没有被磨透, 相比之下其摩擦磨损性能最为优异。而试样 1、3 在滑动圈数达 1 100 圈左右时摩擦因数上升到 0.8~0.9, 达到基体水平。说明此时改性层已经被磨透, 则其磨透圈数均为 1 100 圈。但在绝大部分的摩擦磨损过程中, 试样 1 比试样 3 保持了相对较低的摩擦因数, 所以试样 1 的摩擦磨损性能优于试样 3。总之, PIHID 处理 2.5 h 对于改善试样耐磨性十分有效。

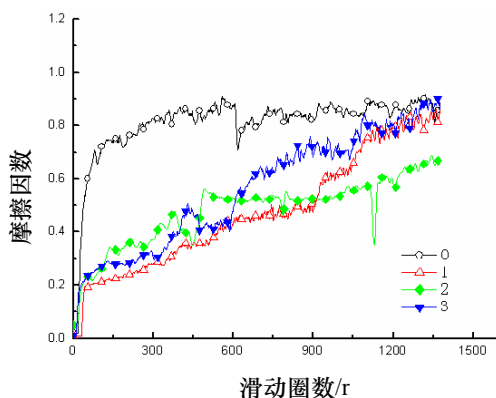


图 1 不同注入时间试样的摩擦曲线

Fig.1 The friction curves of the samples with different processing time

图 2 是注入脉宽不同的试样 0、2、4 的摩擦曲

线。从图中可见, 试样 4 的摩擦曲线上升趋势平缓, 梯度相对较小, 且出现平台、圆滑过度特征甚至一度出现缓降趋势。其摩擦因数长时间稳定在 0.4 以下而且在予置圈数内没有磨透改性层。相比之下试样 2 的摩擦曲线上升相对剧烈而且在各阶段摩擦因数都比试样 4 要高。所以注入脉宽为 45 μ s 对试样抗磨性的改善效果较好。

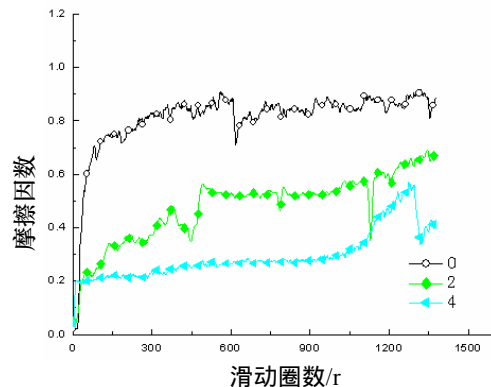


图 2 不同注入脉宽试样的摩擦曲线

Fig.2 The friction curves of the samples with different pulse duration

图 3 是不同工作气体的试样 2、5 的摩擦磨损曲线。从图中可见, 两组试验均不同程度的提高了试样的抗磨损能力。起始阶段摩擦因数上升速度大体相同, 但在 1 350 圈左右时试样 5 的摩擦因数已接近未处理试样的同期水平, 此时 TiC 改性层已经磨穿。相比之下含有 TiN 改性层的试样 2 其摩擦因数稳定在较低的水平, 说明合成的 TiN 改性层的摩擦磨损性能优于 TiC 改性层。

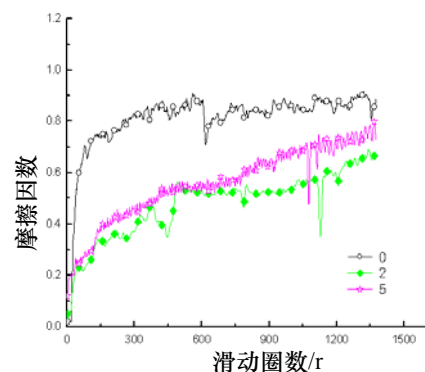


图 3 工作气体不同试样的摩擦曲线

Fig.3 The friction curves of the samples with different working gas

(下转第 46 页)

虽然 TiC 改性层比较坚硬可以明显提高试样的

显微硬度,但其耐磨损性能较差。为了弥补 TiN 改性层在显微硬度上的不足,完全可以通过增加注入脉冲宽度来解决。由表 2 可见,注入脉宽为 45 μs 的试样 4 的显微硬度已与试样 5 相差无几,并且摩擦磨损性能远远优于试样 5。

3 结 论

通过对试样显微硬度和摩擦磨损性能的测量,对比分析了 PIIID 过程中不同注入时间、注入脉宽和工作气体等工艺参数对改性层性能的影响,得出以下结论:

(1) 经 PIIID 处理后的 GCr15 试样,表面显微硬度和耐磨性都明显提高,其中显微硬度最多提高了约 50 %,表面摩擦因数由 0.8 左右降为 0.1~0.3 之间。

(2) 注入时间越长,显微硬值越高。但过长的注入时间并不能使试样的摩擦磨损性能得到更明显改善,最佳注入时间应为 2.5 h。

(3) 增加注入脉宽,试样的显微硬度及摩擦磨损性能均有明显提高,最佳注入脉宽为 45 μs 。

(4) 试样在氮等离子体和钛离子中进行 PIIID 处理可以得到更好的摩擦磨损性能,而在乙炔等离子体和钛离子中进行 PIIID 处理后的改性层具有更高的显微硬度。

参考文献:

- [1] 靳九成,赵佳国. 磨削变质及表面改性 [M]. 长沙: 湖南大学出版社, 1992: 1-20.
- [2] Conrad J R, Radtke J L, Dodd R A et al. Plasma source ion implantation technique for surface modification of material [J]. J. Appl. Phys, 1987, (62): 4591-4594.
- [3] 汤宝寅,王浪平,王小峰,等. 用于材料表面强化处理的第三代多功能 PIII 装置 [J]. 核技术, 2002, 25 (9): 691.
- [4] 张涛,侯君达,张荟星. 磁过滤弯管的金属等离子体传输研究 [J]. 北京师范大学学报(自然科学版), 2000, 36(1): 49.
- [5] 汤宝寅,王松雁,王晓峰,等. 9Cr18 轴承钢的金属离子加氮离子复合注入处理新工艺 [J]. 中国表面工程, 2000, (4): 24-27.
- [6] Chu P K, Tang B Y, Cheng Y C et al. Principles and characteristics of a new generation plasma immersion ion implantation [J]. Rev. Sci. Instrum, 1997, 68(4): 1495-1498.

作者地址: 哈尔滨工业大学材料学院 150001

现代焊接技术国家重点实验室

Tel: (0451)86418728 E-mail: suntao@hit.edu.cn