

试验研究

灰铸铁密封环失效分析及其非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜研究

黄元林, 朱有利, 李占明

(装甲兵工程学院装备再制造技术国防科技重点实验室, 北京 100072)

[摘要] 在对某重型车辆灰铸铁密封环进行失效分析的基础上, 设计采用非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜工艺对其进行了表面耐磨减摩处理, 并采用 XRD、扫描电镜 (SEM) 等方法测试了其组织结构与基本性能。同时, 在 MM-200 型环-块式摩擦磨损试验机上考察了该双层膜与其 45 钢偶件对摩时的摩擦学性能。结果表明: 该双层膜组织主要为 CrN 、 AlN 、 MoS_2 及少量的 TiN , 其显微硬度达 $1054.3\text{HV}_{0.5}$; $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜与 45 钢对摩时摩擦因数比未经处理时明显降低, 自身磨损重量及其偶件磨痕宽度均减少了约 2/3。这说明在表层 MoS_2 及次表层 CrAlTiN 的协同作用下, 复合处理后的灰铸铁的耐磨减摩性能明显提高。这是因为表层 MoS_2 具有优良的润滑减摩性能, 而次表层高硬度的 CrAlTiN 具有较高的抗磨性能, 并可以为接触面提供一定的支撑, 抵抗塑性变形。

[关键词] 非平衡磁控溅射; 铸铁; $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$; 摩擦学; 磨损; 减摩性

[中图分类号] TG156.8

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2007)03-0001-03

Failure Analysis of Cast Iron Sealed Ring and Study on $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ Bilayer Films Prepared by Unbalanced Magnetron Sputtering on Cast Iron Sealed Ring

HUANG Yuan-lin, ZHU You-li, LI Zhan-ming

(State Key Laboratory for Remanufacturing, Academy of Armed Force Engineering, Beijing 100072, China)

[Abstract] Failure mechanism of a sealed ring (made of cast iron) of some heavy vehicle was analyzed first. Then on the basis of its failure mechanism, $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ bilayer films were prepared by unbalanced magnetron sputtering on the sealed ring substrate. The microhardness of the $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ bilayer films was $1054.3\text{HV}_{0.5}$, about 3 times that of the cast iron substrate. XRD analysis showed that the main composition of the composite films system were CrN , AlN , MoS_2 and a little TiN . Block-on-ring wear tests showed that the coefficient of friction was sharply reduced for the treated cast iron surface against 45 steel. Because of the superior lubrication property of the MoS_2 above-layer and the wear resistance performance of the high hardness CrAlTiN under-layer, the bilayer system shows favorable friction reduction as well as wear resistance.

[Key words] Unbalanced magnetron sputtering; Cast iron; $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$; Tribology; Wear; Friction reduction

0 引言

某重型车辆传动箱轴承座的灰铸铁密封环工作表面仅经过了简单的发黑防腐处理, 由于工作环境苛刻, 不可避免有灰尘、沙土等杂质进入其内, 导致密封件机械磨损严重。不仅造成配合间隙超标, 同时大大降低了其密封作用, 使其在不到一个中修期就因磨损而失效, 严重影响了车辆的正常使用。因此, 迫切需要采用恰当的表面改性技术对其工作表面进行改性处理, 延长其使用寿命。

磁控溅射技术由于具有以下一些优点: 如镀膜的沉积速率及厚度易于控制; 膜层没有液滴颗粒问题; 可以镀制几乎所有的金属、合金和陶瓷材料等, 已经得到了广泛的应用^[1-2]。但是磁控溅射靶表面横向磁场紧紧地束缚带电粒子, 使得镀膜区域的离子密度很低, 一定程度上削弱了该技术的镀膜优势。非平衡磁控溅射技术是在原有磁控溅射靶设计基础上加上调制磁场, 克服了常规磁控溅射的缺点, 其等离子体的浓度可以达到 $5 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 等离子体的飞行距离可以达到溅射靶前的 200 ~ 300mm 等, 这些特点使得非平衡磁控溅射技术成为一种新型的替代技术而得到广泛的研究和应用^[3]。目前这种技术已经在 TiN 、 TiAlN 、 MoS_2 、 C_xN_{1-x} 、DLC 等多种薄膜制备领域得到研究^[4-5]。本工作拟采用该技术在密封环表面设计并制备一种多元双层膜—— $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 。其中, 底层 CrAlTiN 膜具有较高的硬度及良好的防腐和抗磨性能; 表层 MoS_2 膜是一种公认的被广泛应用的固体润滑膜层。 CrAlTiN 膜表面复合 MoS_2 膜后,

[收稿日期] 2006-07-11

[基金项目] 教育部留学回国科研启动基金项目 (教外司留[2005]383号)

[作者简介] 黄元林 (1973-), 女, 湖南涟源人, 助理研究员, 硕士, 主要从事表面强化与润滑技术。

该双层膜将兼备良好的防腐、抗磨性能及润滑减摩性能。

1 失效机理

图1给出了某重型车辆传动箱轴承座的灰铸铁密封环表面磨损 SEM 照片。可见,密封环工作表面布有较深的横向和纵向塑性梨沟及块状剥落坑,剥落坑直径约为 $20\mu\text{m}$,深度为微米量级。较深的横向和纵向塑性梨沟说明存在磨粒磨损;块状剥落坑是由于灰铸铁密封环与其 45 钢偶件轴承座表面相互摩擦时,在交变应力作用下,由于接触疲劳作用形成的点蚀坑。因此,灰铸铁密封环的失效形式为综合的磨料磨损、接触疲劳磨损。

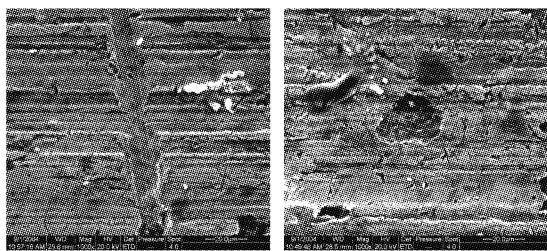


图1 密封环表面磨损 SEM 照片 $1000\times$
Figure 1 SEM micrograph of the worn sealed ring

2 非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜处理

2.1 试验方法

2.1.1 试样制备

试样形状依照 MM-200 型磨损试验机要求的尺寸加工,下试样为外径 $\phi 40\text{mm}$ 、内径 $\phi 16\text{mm}$ 的环块,材质为密封环材质灰铸铁;上试样为 $30\text{mm} \times 30\text{mm} \times 10\text{mm}$ 内孔 $\phi 16\text{mm}$ 方块,材质为密封环偶件 45 钢。工作表面经精磨加工,表面粗糙度 $R_a = 0.2\mu\text{m}$ 。

2.1.2 溅射工艺参数

真空度为 $4.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$,反应、溅射气体为高纯氮气和氩气,工作气压为 5Pa ,真空度和气体流量分别由真空计和气体质量流量计来调节和控制,溅射靶材为 CrTiAl 合金靶及 MoS_2 靶。其中 MoS_2 靶是用纯度为 99.8% 的 MoS_2 粉在 $650\text{kg}/\text{cm}^2$ 的压力下用专用模具压制而成的。靶的尺寸为 $\phi 60\text{mm} \times 5\text{mm}$,溅射靶的工作电流设定为 3A ,电压在 $390 \sim 443 \text{ V}$ 之间,调制磁场的电流为 2A 。 CrTiAl 合金靶及 MoS_2 靶的溅射时间分别为 60 min 和 30 min , CrAlTiN 膜和 MoS_2 膜的厚度分别约 $1.2 \mu\text{m}$ 和 $0.6 \mu\text{m}$ 。

2.1.3 性能评价

采用 HVS1000 数显显微硬度计测量了 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜的显微硬度,所加载荷为 50g 。加载时间为 10s ,取 5 次测定数据的平均值。试样形貌观察采用 QUANT-200 环境扫描电镜;物相分析采用了 D8ADVA/VCE 型 X 射线衍射仪;摩擦磨损试验采用 MM-200 型环块式摩擦磨损试验机,上试样为块固定,下试样为环转动,试验参数如表 1 所示。

表1 磨损试验条件

Table 1 Wear test conditions

载荷/kg	滑速/($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	时间/min	润滑条件
15	0.6	40	干摩擦

2.2 试验结果与讨论

2.2.1 显微硬度

各试块的显微硬度值见表 2。由表 2 可知,灰铸铁基体经过非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜后,其显微硬度提高了近 3 倍。

表2 显微硬度测试结果

Table 2 Results of microhardness tests

材料	灰铸铁基体	$\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$
显微硬度/ $\text{HV}_{0.5}$	265.5	1054.3

2.2.2 表面形貌

$\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜表面形貌的 SEM 照片见图 2。由图 2 可见, $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜表面光滑、均匀、致密,未出现龟裂及液滴颗粒现象。这是由于非平衡磁控溅射技术加设了调制磁场,克服了常规磁控溅射易出现“液滴”颗粒现象等缺点。

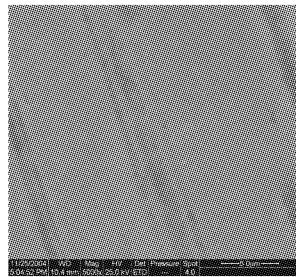


图2 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜表面形貌的 SEM 照片
Figure 2 SEM surface micrograph of $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$

2.2.3 物相分析

$\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜的 XRD 图谱见图 3。由图 3 可见, $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜的主要组织为 CrN 、 AlN 、 MoS_2 及少量的 TiN 。

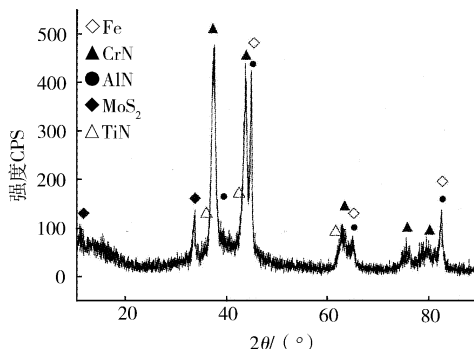


图3 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 膜的 XRD 图谱

Figure 3 XRD results of $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ films

2.2.4 摩擦磨损

各试块的摩擦磨损试验结果及其摩擦曲线图分别见表 3 和图 4。由表 3 及图 4 可知,灰铸铁工作表面经过非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜处理后,磨损重量和摩擦副偶件的磨痕宽度都降低了约 $2/3$;摩擦因数也明显降低,摩擦曲线由剧烈跳

跃状转变为平缓稳定。这说明灰铸铁经处理后,不但自身的抗磨减摩性能明显提高,同时也有效地减少了其偶件的磨损量。究其原因,这与 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜中表层 MoS_2 及次表层 CrAlTiN 的协同作用有关:表层 MoS_2 具有优良的润滑减摩性能,使摩擦系数大幅下降,从而大大减小了造成犁沟和划痕的摩擦力,而次表层高硬度的 CrAlTiN 具有较高的抗磨性能,并可以为接触面提供一定的支撑,抵抗塑性变形。

表 3 摩擦磨损试验结果

Table 3 Results of friction and wear tests

处理状况	灰铸铁基体	$\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$
磨损重量/mg	1.9	0.6
摩擦副偶件磨痕宽度/mm	2.8	0.9
摩擦因数	0.14	0.05

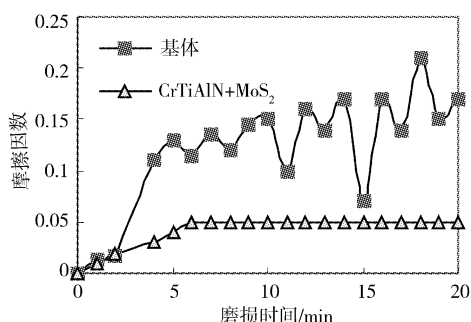


图 4 基体及 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 膜的摩擦曲线

Figure 4 Wear curve of substrate and $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ films

图 5 给出了灰铸铁处理前、后与其相应偶件磨痕形貌的 SEM 照片。由图 5 可见,灰铸铁处理前,磨痕表面布有犁沟及剥落坑(图 5a),呈磨粒磨损及粘着磨损;其相应偶件 45 钢基体也呈严重的粘着磨损,表现出片状剥落(图 5c);灰铸铁经过非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜处理后,磨痕表面较光滑,未出现犁沟及剥落坑现象(图 5b),其偶件磨痕也未出现粘着磨损现象(图 5d)。这进一步说明 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜的镀制不但提高了灰铸铁基体自身的摩擦学性能,同时还有效地保护了其偶件。

以上试验和分析结果表明,密封环灰铸铁经非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜处理后,该双层膜具有优良的减摩耐磨性能,可以有效地延长密封环及其配副的使用寿命,有较好的推广应用价值。

3 结 论

1) 对某重型车辆传动箱灰铸铁密封环进行了失效分析,其失效形式为综合的磨料磨损、接触疲劳磨损。

2) 灰铸铁密封环经过非平衡磁控溅射 $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜处理后,表面光滑、均匀、致密,未出现龟裂及液滴颗粒现象,其显微硬度提高了近 3 倍,主要组织为 CrN 、 AlN 、 MoS_2 及少量的 TiN 。

3) $\text{MoS}_2/\text{CrAlTiN}$ 双层膜可大大降低灰铸铁密封环材料和 45 钢偶件的犁沟和粘着磨损,降低其摩擦因数。不但提高了密封环铸铁基体自身的摩擦学性能,同时还有效地保护了其偶件。

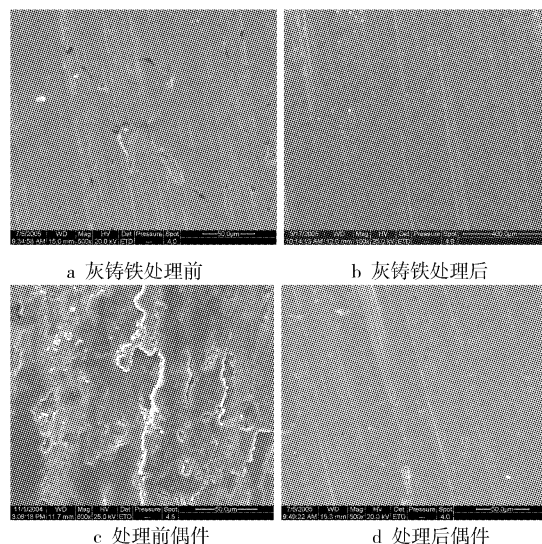


图 5 灰铸铁处理前后与其相应偶件磨痕形貌的 SEM 照片

Figure 5 SEM micrograph of the wear surface of cast iron and counterparts before and after treatment

[参 考 文 献]

- [1] Thornton J A, Penfold A S. Thin Film Processes[M]. New York: Academic, 1978: 75
- [2] 刘云峰,茅昕辉,张浩康,等. 交流磁控溅射技术及其应用[J]. 电子器件,1998,21(1):1-5
- [3] 董骥,范毓殿. 非平衡磁控溅射及其应用[J]. 真空科学与技术, 1996,16(1):51-57
- [4] 赵建生, Choy K L, Teer D G. 非平衡磁控溅射氟化类金刚石(DLC)薄膜的结构和性能[J]. 中国机械工程,1999,10(1):93-96
- [5] 付永辉,朱晓东,何家文,等. 非平衡磁控溅射沉积类石墨膜及其摩擦磨损性能研究[J]. 摩擦学学报,2003,23(6):463-467

第十七届全国书市订货码洋创历史新高

第十七届全国书市(全国图书交易博览会)于4月25日至5月1日在重庆国际会展中心隆重举行,通过展销和研讨等九大功能促进出版发行业繁荣,积极倡导全民阅读。全国人大常委会副委员长许嘉璐、重庆市委书记汪洋、新闻出版总署署长柳斌杰、新闻出版总署副署长邬书林等领导出席了第十七届全国书市开幕式。

本届书市举办了包括三峡库区对口支援、新华书店建店70周年等18项重点活动,以及签名售书、论坛等126项各类文化活动。书市展位共1444个,共有34个地区、1600多家单位的21.5万种图书和4.5万种电子音像制品参展,展出规模超过历届,《表面技术》杂志也应邀参展。截至4月29日下午5点,本届书市已成交码洋达15亿元人民币,到馆选购图书的总人数40万人次。全国多家出版社负责人均表示,本届书市是一个气势宏大的文化盛会。