

氧化铝陶瓷在高温磨损过程中的 塑性变形与再结晶^{*}

肖 汉 宁

(湖南大学材料科学与应用化学研究所 长沙 410082)

千田哲也

(船舶技术研究所材料加工部 东京都三鹰市 181 日本)

摘要 Al_2O_3 陶瓷在 800℃ 以上高温下的磨损明显减小, 在摩擦表面形成了由极细晶粒构成的表面层。为了探讨这种表面层的形成机理, 研究了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩擦副在 800~ 1200℃ 下于干摩擦时的塑性变形与再结晶, 且用表面层厚度和晶粒大小来表征。表面层厚度和再结晶粒子尺寸均取决于试验温度、表观接触压力和滑动速度。根据对应变速率和摩擦表面温度的测算, 发现再结晶粒子尺寸与 Zener-Hollomon 常数 Z 的对数存在良好的线性关系, 说明 Al_2O_3 陶瓷在高温磨损中的再结晶属动态再结晶。由塑性变形引发的动态再结晶是导致表面层形成的主要机理。

关键词 Al_2O_3 陶瓷 高温磨损 塑性变形 再结晶 干摩擦

分类号 TQ 174.758.11

陶瓷材料具有耐高温、耐腐蚀和耐磨损等优异性能, 特别适合在苛刻的高温环境下作为耐磨材料应用。 Al_2O_3 陶瓷是得到广泛应用的重要耐磨材料之一, 有关其在高温环境下的摩擦磨损特性已有不少的研究成果公开发表^[1~3]。文献[4, 5]都报道了 Al_2O_3 陶瓷在高温下的磨损减小, 并且指出在摩擦表面形成了由极细晶粒构成的表面膜层, 认为这层膜对摩擦磨损特性有重要影响。为了探讨这种表面层的形成机理和影响因素, 本文作者考察了表面层厚度及再结晶颗粒大小与试验温度、滑动速度和表观接触压力的关系, 同时讨论了再结晶机理。

1 试验部分

试样材料是一种商品化的烧结 Al_2O_3 陶瓷(日本化学陶业 SSA-S), 其中所含 Al_2O_3 的质量分数为 99.6%, 体积密度为 3.89 g/cm³, 晶粒的平均尺寸约为 5 μm。试样的几何尺寸如图 1 所示, 摩擦面为圆环状。磨损试验在空气中于干摩擦条件下进行, 摩擦试验机的主要结构如图 2 所示。试样分别安装在由高频感应线圈加热的不锈钢支承体上。试验温度由焊接在支承体上的热电偶控制, 滑动速度的控制通过调节环状试样的转动速度来实现, 表观接触压

^{*} 中国国家教委留学回国基金和日本 STA Fellowship 资助项目/1995-11-20 收到初稿/本文通讯联系人肖汉宁。

肖汉宁 男, 1961 年 6 月生, 湖南省宁乡县人, 1991 年在湖南大学获博士学位, 曾留学日本, 目前主要从事工程陶瓷材料的设计和摩擦学研究, 发表论文 50 余篇, 现为湖南大学教授、博士生导师。

千田哲也 男, 1952 年 11 月生, 日本国大阪府人, 1978 年在日本京都大学获硕士学位, 目前主要从事陶瓷摩擦学及材料腐蚀的研究, 发表论文 50 余篇, 现为日本船舶技术研究所材料加工部性能评价研究室室长。

力由压缩空气经伺服气缸控制 为了确定表面层结构与摩擦条件之间的相互关系, 根据已有的研究工作经验, 选定的摩擦试验条件为: 温度 $800 \sim 1\,200$, 线速度 $0.002 \sim 0.2$ m/s, 负荷 $53 \sim 320$ N (相应的接触压力处于 $0.4 \sim 1.2$ MPa 的范围), 摩擦行程 100 m.

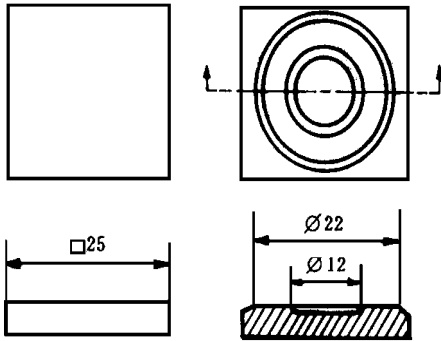


Fig 1 Specimen geometry

图1 试片的几何尺寸

比较大, 磨损也都相当严重. 在 600 以后, 磨损率明显下降, 在温度高于 $1\,000$ 时的摩擦性能十分稳定, 在 $1\,200$ 时的磨损率比在 600 时的下降了 2 个数量级, 摩擦因数也由室温时的 $0.5 \sim 0.6$ 降低成 0.3 左右^[5].

图 4 是在温度为 $1\,000$, 滑动速度为 0.2 m/s 和接触压力为 0.8 MPa 的条件下, 摩擦 100 m 后试样表层的典型显微结构照片. 可以看出, 接触面光滑平整, 表层由 $0.1 \mu\text{m}$ 左右的极细微粒构成. 用透射电子显微镜 (TEM) 观察到表层下面是一层由高浓度位错和孪晶构成的过渡层 (图略)^[4], 图 4(a) 给出的是摩擦表面层的 SEM 照片, 其结构如图 4(b) 所示.

图 5 给出的是在不同的试验条件下表面层厚度和粒径变化的试验结果. 随着温度的上升, 表面层的厚度减小, 而粒径增大, 这特别是在 $1\,100 \sim 1\,200$ 之间尤为明显 [见图 5(a)]. 分析认为, 表面层厚度的减小是由于塑性变形增大而导致摩擦应力作用区域变小的缘故, 而粒径的增大则与高温环境下的再结晶有关. 表观接触压力的增大, 可以增大摩擦应力及其作用深度, 这有利于表面层厚度的增大, 同时随着压力的增大, 表面摩擦发热也增加, 温度上升, 这都有利于塑性变形和晶粒长大. 因此, 当压力高于临界值以后, 摩擦应力的作用深度会因为表面层的塑性变形而发生衰减, 于是出现了 1.2 MPa 下的表面层厚度反而明显比 0.8 MPa 下的小. 这种结果 [见图 5(b)]. 随着滑动速度的提高, 应变速率增大, 表面层

对磨损后的试片沿垂直于摩擦面方向按四等分切割至接近摩擦面 (留 $0.5 \sim 1.0$ mm), 然后使之沿切痕断裂. 用扫描电子显微镜 (SEM) 观察表面层的显微结构, 由亚微米级粒子构成的表面层厚度用 4 个断面上观测到的最大厚度的平均值来表示. 再结晶粒子的大小根据显微照片上粒子在某一相同方向上的线性长度的平均值求得.

2 结果与分析

AlO_3 陶瓷在不同温度下的磨损率及其在典型位置上的摩擦力矩的记录结果如图 3 所示. 可以看出, 其在室温和 600 时的摩擦性能波动都

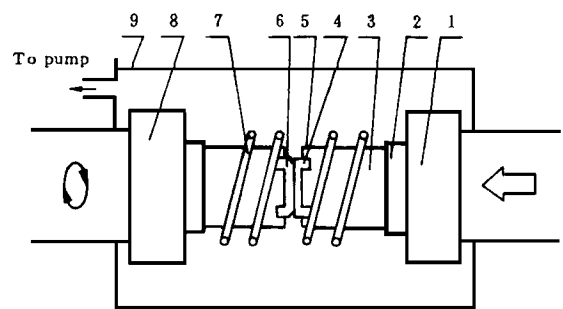


Fig 2 Schematic of the test section of wear test rig

- 1- Stationary rod, 2- Insulator, 3- Sample holder,
- 4- Plate sample, 5- Thermocouple, 6- Annular sample,
- 7- RF coil, 8- Rotatory rod, 9- Vacuum chamber

图2 试验装置的主要结构示意图

- 1- 固定杆, 2- 绝缘体, 3- 试样支架, 4- 板式样,
- 5- 热电偶, 6- 环试样, 7- RF 线圈, 8- 旋转杆, 9- 真空腔

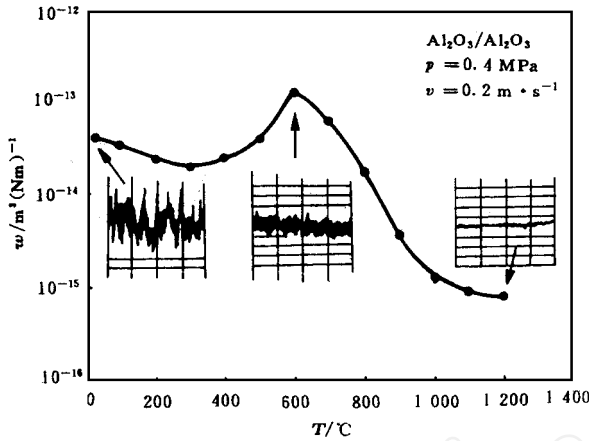


Fig 3 Wear rate and friction torque vs temperature

图 3 磨损率及摩擦力矩与温度的关系

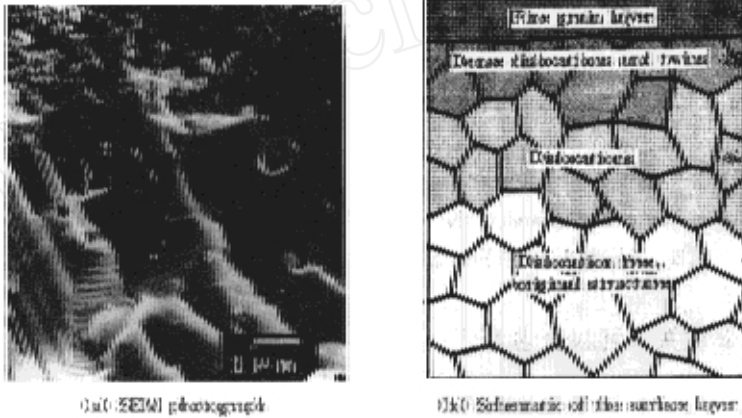


Fig 4 Typical microstructure of the surface layer of Al_2O_3 tested at 1000 °C, 0.2 m/s and 0.8 MPa

图 4 Al_2O_3 在 1000 °C, 0.2 m/s 和 0.8 MPa 条件下摩擦表面层的典型显微结构

的厚度和晶粒粒径也都程度不同地增大, 这有利于塑性变形和再结晶。特别是当滑动速度由 0.02 m/s 变化到 0.20 m/s 时, 表面层的厚度增加近 1 个数量级[见图 1(c)]。

3 讨论

材料在高温条件下产生的塑性变形致使其处于一种高能的不稳定状态。为了降低位能: 使变形复原, 释放能量; 形成具有次晶界的微粒集合体结构, 转变为界面能。可以将前者称为动态复原, 而将后者称为动态再结晶。位错形成能高的材料易于动态复原, 而位错形成能低的材料则容易产生再结晶^[6]。动态再结晶的动力学取决于温度和应变速率, 可以用 Z (Zener-Hollomon 常数) 表示^[7]:

$$Z = \epsilon \exp \frac{Q}{RT} \quad (1)$$

式中: ϵ 为应变速率, Q 为产生塑性变形的活化能, R 为气体常数, T 为绝对温度。对于动态再

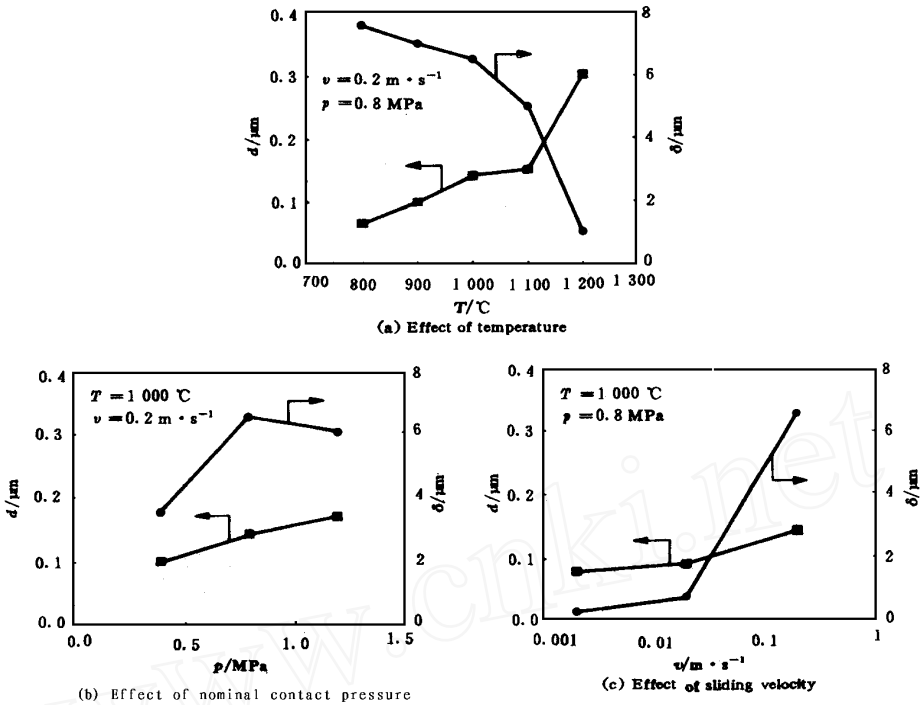


Fig 5 Grain size and thickness of the surface layer formed under various test conditions

图 5 不同试验条件下形成的表面层厚度随粒径变化的关系曲线

结晶, 粒径 d 与 Z 的关系可以表达为^[8]

$$\log d = -a \log Z + b. \quad (2)$$

式中: a 和 b 均为常数

当接触面以滑动速度 v 对摩时, 如果将表面层的厚度看作有效应变层, 那么应变速率就可以用界面的滑移速度 ($v/2$) 除以表面层的厚度 δ 来求得:

$$\epsilon_{\text{eq}} = \frac{v}{2\delta}. \quad (3)$$

关于摩擦面的温度, 可以认为试样背面 (与支承体的接触面) 的温度 T_0 近似等于控制温度, 假定摩擦热是从摩擦面向背面一维稳定传热, 则试样表面温度 T_s 便可表示为

$$T_s = T_0 + \frac{\mu p v l}{2A k}. \quad (4)$$

式中: μ 为摩擦因数, p 为负荷, l 为试样厚度, A 为表观接触面积, k 为导热系数

根据对 Al_2O_3 陶瓷在高温下蠕变的研究结果, 可以求出在相应温度条件下的变形活化能为 450 kJ/mol ^[9], 若将 ϵ_{eq} 和 T_s 分别取代式 (1) 中的 ϵ 和 T , 则

$$Z = \epsilon_{\text{eq}} \exp \frac{Q}{RT_s}. \quad (5)$$

用式 (5) 求出的 Z 与实验所得结晶粒径的关系如图 6 所示, 可见与式 (2) 的线性关系基本吻合, 回归可得线性关系中常数 a 和 b 的值分别为 0.21 和 3.42, 这说明 Al_2O_3 陶瓷在

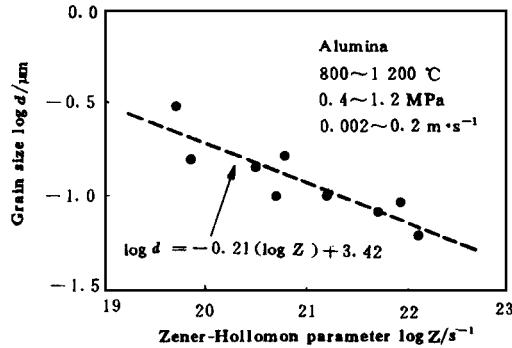


Fig 6 Relationship between the grain size and the Zener-Hollomon parameter Z

图6 再结晶粒径与 Zener-Hollomon 常数 Z 的关系

高温磨损过程中的再结晶属于动态再结晶, 这与某些金属材料的再结晶相似^[10]。

4 结论

a Al_2O_3 陶瓷在高温磨损过程中的塑性变形与再结晶均取决于试验温度、滑动速度和表观接触压力。表面层厚度随着温度的升高而减小, 随着滑动速度的提高而增大, 而与接触压力的关系存在临界值, 大于此值时表面层的厚度减小。再结晶粒子尺寸均随温度、速度和压力的增加而增大。

b 再结晶是一个动态过程, 粒径 d 与 Zener-Hollomon 常数 Z 符合 $\log d - \log Z$ 的线性关系, 这与某些金属材料的再结晶相似。

c 由塑性变形引发的动态再结晶, 是使 Al_2O_3 陶瓷高温摩擦表面产生极细晶粒结构的主要机理。

参 考 文 献

- 1 Dong X, Jahannir S, Hsu M. Tribological characteristics of α -alumina at elevated temperatures. J Am Ceram Soc, 1991, 74: 1036~1044.
- 2 Kitaoka S, Yamaguchi Y, Takahashi Y. Tribological characteristics of α -alumina in high-temperature water. J Am Ceram Soc, 1992, 75: 3075~3080.
- 3 Wang H, Kimura Y, Okada K. Sliding friction and wear of ceramics at elevated temperatures up to 1000 °C. Proc Jpn Inter Tribol Conf, Nagoya, 1990. 1389~1394.
- 4 Senda T, Drennan J, McPherson R. Sliding wear of oxide ceramics at elevated temperatures. J Am Ceram Soc, 1995, 78: 3018~3024.
- 5 肖汉宁, 千田哲也, 殷冀湘. 氧化铝陶瓷的高温磨损与自润滑机理研究. 无机材料学报, 1997, 12: 420~424.
- 6 Sakai T, Jonas J J. Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations. Acta Metall, 1984, 32: 189~209.
- 7 Zener C, Hollomon J H. Effect of strain rate upon plastic flow of steel. J Appl Phys, 1944, 15: 22~23.
- 8 MeQueen H J, Wong W A, Janos J J. Deformation of aluminum at high temperatures and strain rates. Can J Phys, 1967, 45: 1225~1234.
- 9 Cannon R M, Rhodes W H, Henner A H. Plastic deformation of fine-grained alumina (Al_2O_3): I. Interface-controlled diffusional creep. J Am Ceram Soc, 1980, 63: 46~53.
- 10 Jonas J J. Dynamic recrystallization- Scientific curiosity of industrial tool. Mater Sci Eng, 1994, A184: 155~165.

Plastic Deformation and Recrystallization of Alumina during Sliding Wear at Elevated Temperature

Xiao Hanning

*(Material Science and Applied Chemistry Institute
Hunan University Changsha 410082 China)*

Senda Tetsuya

(Ship Research Institute Mitaka Tokyo 181 Japan)

Abstract The wear loss of alumina ceramics at temperature over 800 °C decreased obviously and a surface layer composed of submicron particles has been consistently observed in previous studies. For further investigation on the mechanism of the surface layer formation, a series of wear tests of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ couples were conducted in dry sliding friction at temperature from 800 °C to 1200 °C. Plastic deformation and recrystallization were characterized as thickness and grain size of the surface layer. Both the thickness and the grain size are dependent on the testing temperature, nominal contact pressure and the sliding velocity. The strain rate and local temperature of the friction surface were estimated by taking frictional heat into account and Zener-Hollomon parameter Z was calculated. A logarithmic plot of the grain size and Z yields a good linear relationship. This suggests that the recrystallization of alumina occurring in the friction surface belongs to dynamic recrystallization, which is responsible for the formation of the surface layer.

Key words alumina ceramics high temperature wear plastic deformation recrystallization dry friction

Classifying number TQ174.758.11