

# C/C-SiC 复合材料的制备及其 湿式摩擦磨损性能研究

王秀飞<sup>1</sup>, 黄启忠<sup>1</sup>, 苏哲安<sup>1</sup>, 宁克焱<sup>2</sup>, 常 新<sup>1</sup>, 杨 鑫<sup>1</sup>

(1 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083;

2 车辆传动国家重点实验室, 北京 100072)

**摘要:** 采用 T700 碳纤维针刺毡, 经超声振动渗硅、化学气相沉积 (CVD)、硅化处理及液相浸渍 炭化新工艺制备 SiC 呈“岛状”分布的 C/C-SiC 复合材料, 利用偏光显微镜和扫描电子显微镜观察其微观组织结构并分析其形成机制, 在 MM-1000 型湿式摩擦磨损试验机上研究 C/C-SiC 复合材料的摩擦磨损性能。结果表明: 在初始转速恒定的条件下, 动摩擦系数随制动比压的增加而逐渐减小; 当制动比压恒定时, 摩擦系数随初始转速的增加呈现出先增大而后降低的趋势; 在本文试验条件下, 摩擦系数稳定在 0.088 ~ 0.126 之间; 在 300 次磨损试验后, 其磨损量检测值为 0。

**关键词:** C/C-SiC 复合材料; 湿式摩擦材料; 超声振动; 微观结构; 摩擦磨损性能

**中图分类号:** TB332; TH117.3

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1004-0595(2007)06-0534-05

湿式摩擦材料是 20 世纪 30 年代问世、用于浸油封闭环境的摩擦材料。由于其特殊的工作环境, 使其与以往的干式摩擦材料相比具有磨损率低、能量吸收能力高、对外密封防尘好及受外界影响小等特性, 被用于各种工程机械的离合器和制动力矩大、工作环境恶劣的大型重载车辆的制动器等特殊领域<sup>[1~3]</sup>。

理想的湿式摩擦材料应具有高而稳定的摩擦系数、导热性、耐热性以及耐磨性良好等性能。目前普遍使用的湿式摩擦材料为烧结青铜摩擦材料和纸基摩擦材料<sup>[4~9]</sup>, 将 C/C-SiC 复合材料用于湿式摩擦材料还很少见。

但由于粉末冶金摩擦材料存在的热翘曲变形等问题<sup>[10]</sup>而导致材料的使用寿命短, 纸基摩擦材料尚不能有效地应用于高能工况。这是由于摩擦材料冷却不充分, 在工作时所产生的热量超过其极限热容所致。

针对现今某型号车辆使用的湿式粉末冶金材料摩擦系数小、磨损量大且变形严重的现状, 本文作者探索采用 1 种新方法制备出 C/C-SiC 复合材料, 研究了 C/C-SiC 复合材料应用于某型号车辆离合器的摩擦磨损性能。

## 1 实验部分

### 1.1 试样制备

将 PAN 基碳纤维针刺毡加工成尺寸 200 mm × 150 mm × 15 mm 的长方体, 针刺毡采用日本东丽公司产 T700 碳纤维叠层针刺而成。将粒径 ≤ 10 μm 的硅粉放入 6% ~ 10% 的聚乙烯醇 (PVA) 树脂的水溶液中, 搅拌均匀制成混合料浆, 将针刺毡在硅粉料浆中经超声振动渗硅、化学气相沉积 (CVD)、硅化处理以及液相浸渍 炭化等工艺制备出 SiC 含量为 10% ~ 15% 的 C/C-SiC 样品。将碳纤维坯体完全浸入混合料浆中, 在 CQX25-06 型超声波清洗器中振动 30 min, 然后在化学气相沉积 (CVD) 炉中进行增密, 以丙烯 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>) 作为碳源气体, N<sub>2</sub> 作载气, 增密至 1.5 ~ 1.6 g/cm<sup>3</sup>, 在 2 200 ± 100 °C 下进行 2.5 ± 0.5 h 的硅化处理, 最后利用呋喃树脂进行加压浸渍 炭化进一步增密至 1.80 ~ 1.95 g/cm<sup>3</sup>, 得到 C/C-SiC 复合材料。

### 1.2 性能测试

采用光学显微镜 (OM) 和 S-750 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察 C/C-SiC 复合材料的组织结构, 用 RIGAKU-3014 型 X 射线衍射仪 (XRD) 进行物相分

基金项目: 车辆传动国家重点实验室基金资助项目 (51457030105QT7106); 国家重点基础研究发展计划 (973 计划) 资助项目 (2006CB600901)。

收稿日期: 2006-12-24; 修回日期: 2007-03-22 联系人黄启忠, e-mail: qzhuang@mail.csu.edu.cn

作者简介: 黄启忠, 男, 1962 年生, 博士, 博导, 目前主要从事炭复合材料研究。

析,用 CSS-44100 型电子万能试验机对其抗弯强度和层间剪切强度进行检测。

在 MM-1000 型湿式摩擦磨损试验机上进行湿式摩擦性能试验,按照 GB13826-98 测定摩擦系数。试样采用内外径分别为  $\phi 65$  mm 和  $\phi 85$  mm 的圆环,厚度为 13~15 mm,表面加工 12 个油槽并磨平,槽宽 2 mm,槽深 0.75 mm。偶件为 65Mn 钢,其硬度为 HRC40~45,几何尺寸与试样圆环相同。所用润滑油为某型号的重型车辆专用传动油,油压小于 1 MPa,流量为 3~5 mL/min。

首先对摩擦副试验环进行磨合,当目视接触面积达到 80% 后进行摩擦试验,分别进行 2 种试验:

(1) 变比压试验,固定转动惯量,将惯性轮速度设定为 2 500 r/min,制动比压依次为 0.5 MPa、1.0 MPa、

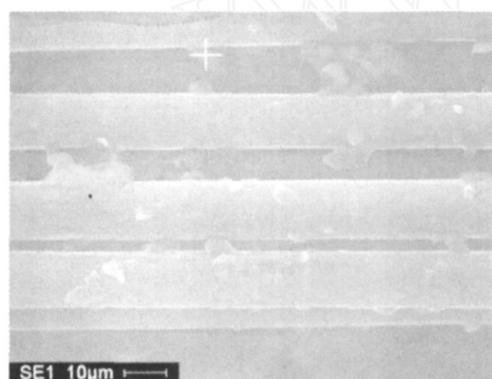
1.5 MPa、2.0 MPa、2.5 MPa; (2) 变转速试验,固定转动惯量,保持制动比压为 1.0 MPa,动盘初始转速分别为 1 500 r/min、2 000 r/min、2 500 r/min、3 000 r/min、3 500 r/min、4 000 r/min 及 4 500 r/min。同种条件下测试 5 次,取其平均值作为材料的摩擦系数。

利用精度 0.001 mm 的千分尺测量样品的磨损量,磨损试验条件:转动惯量为  $0.2 \text{ kg} \cdot \text{m}^2$ ,转动速度为 3 000 r/min,制动比压为 1.0 MPa。在摩擦环上选取 3 个点,测量其 300 次制动前后的数值,取 3 点差值的平均值为其磨损量。

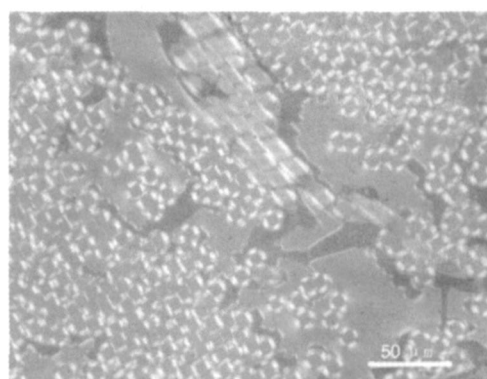
## 2 结果与讨论

### 2.1 C/C-SiC 的组织结构

图 1 所示为碳纤维针刺毡超声振动渗硅后的组



(a) SEM



(b) PLOM

Fig 1 SEM image of carbon fiber preform infiltrated silicon (a) and polarized light optical microstructure (b) of C/C-SiC composites

图 1 针刺毡渗硅后的表面形貌及 C/C-SiC 材料的偏光组织形貌照片

织形貌 SEM 照片以及 C/C-SiC 材料的偏光组织形貌照片。从图 1(a) 可见,经过超声波振动渗硅后,硅粉均匀分布于碳纤维周围,从而保证在后期的增密过程中得到 SiC 均匀分散的 C/C-SiC 复合材料。由图 1(b) 可见:深色形状不规则的部分为孔隙,其表面光滑平整并存在微孔;形状不规则的块状体为树脂炭,中间夹杂具有光学活性的物质为包围在纤维外表面的热解炭。树脂炭与热解炭的结合方式特别,树脂炭边缘有热解炭,少量热解炭粘着在树脂炭的边缘,部分热解炭和环形热解炭之间的孔隙较大。这是由于树脂固化、炭化时的收缩应力很大,将与其接触的热解炭拉断并粘着在自身的边缘,树脂固化、炭化收缩和分解气体的放出,造成粘着在其边缘的少量热解炭和环形热解炭间的孔隙增大,纤维被热解炭包覆。热解炭的表面存在许多 CVD 生长的环形裂纹,但有些裂纹不连续,表明相邻 2 次 CVD 热解炭

结合良好。被热解炭包围的圆形部分是碳纤维,两者结合紧密,这主要是由于热解炭易石墨化,与碳纤维的物理相容性和结合性较好。

图 2 所示为 C/C-SiC 复合材料表面形貌 SEM 照片及其 XRD 图谱。可以看出样品中只有 C 相和  $\beta$ -SiC 相,由此表明该材料经过 2 100 °C 高温处理后,超声波振动渗硅后的单质 Si 颗粒完全反应生成 SiC。另外,经 XRD 分析结果可见,有些区域中没有 Si 元素存在。由此可知在所制备的 C/C-SiC 材料中, SiC 分布于碳纤维和热解炭的界面附近, SiC 呈“岛状”分布于材料内部且较均匀。表明利用从超声波振动渗入的微细硅粉颗粒在原位熔化并与附近的炭发生原位反应生成了 SiC。

与熔渗法相比,超声波振动渗入硅粉原位反应生成 SiC 的方法所得 C/C-SiC 复合材料中网络分布 SiC 的形貌差别很大。由于超声波振动渗入硅所添

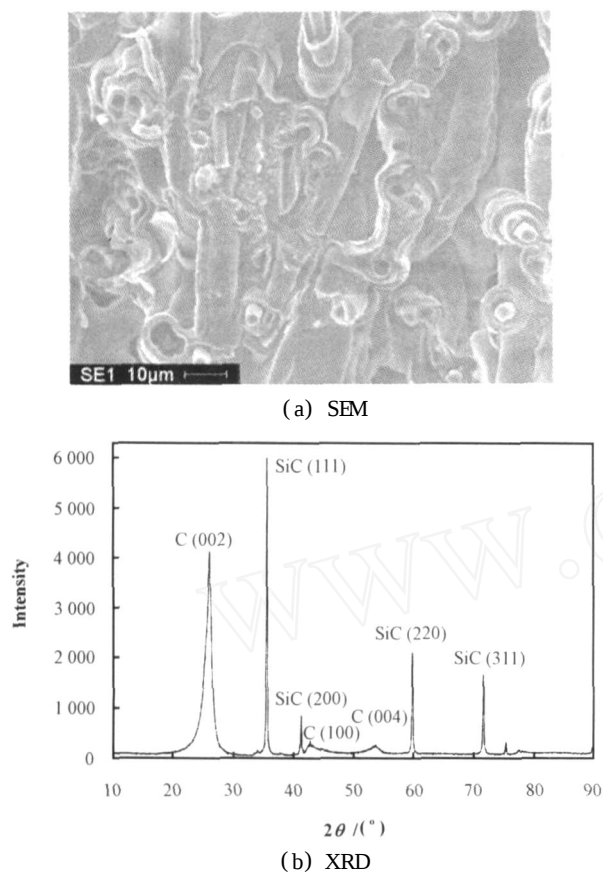


Fig 2 Microstructure (a) and XRD analysis (b) of C/C-SiC composites

图 2 C/C-SiC复合材料的组织形貌及其 XRD图谱

加的硅含量较低,经化学气相沉积后被沉积炭包围,经过高温热处理后硅完全反应,所生成的 SiC 含量较少但分布均匀,反应发生在 CVD 炭的石墨化阶段,是由处于纤维和热解炭间的硅原位生成的,材料中 SiC 分布于纤维和热解炭的界面附近.经过多次 CVD 增密使得基体中与硅粉连通的毛细管缝隙不多,不利于液态硅在毛细管力作用下的流动,原位反应生成的 SiC 仍然处于孤立的“岛状”分散分布,没有形成熔渗法制备的 C/C-SiC 复合材料中的 SiC 网络分布.

## 2.2 力学性能

由复合材料的弯曲强度和层间剪切强度测试结果可以看出,其抗弯强度为 98.6 MPa,抗弯模量为 19.5 GPa,材料的层间剪切强度为 6.4 MPa.复合材料的应力-应变曲线和断口形貌 SEM 照片见图 3.由图 3(a)可见:在达到材料的弹性极限前,载荷随变形增加而近似呈线性增大,达到弹性极限后开始发生“假塑性”变形,曲线表现出类似金属屈服曲线的变化趋势,出现明显的非线性,直至达到试样的最高

载荷后挠度缓慢降低,整条曲线表现出明显的“假塑性”特征.从图 3(b)的断口形貌可见,其断口不平整,有较长的纤维被拔出及纤维束被拔出后留下很深的凹坑,拔出的纤维上仍裹覆一层较厚的热解炭,

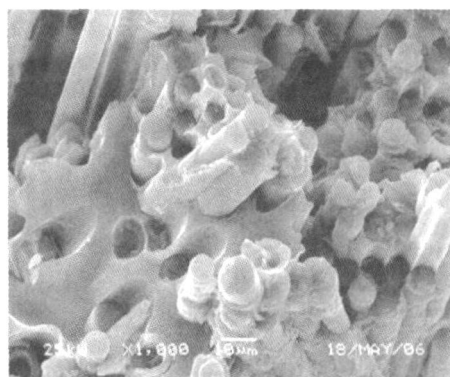
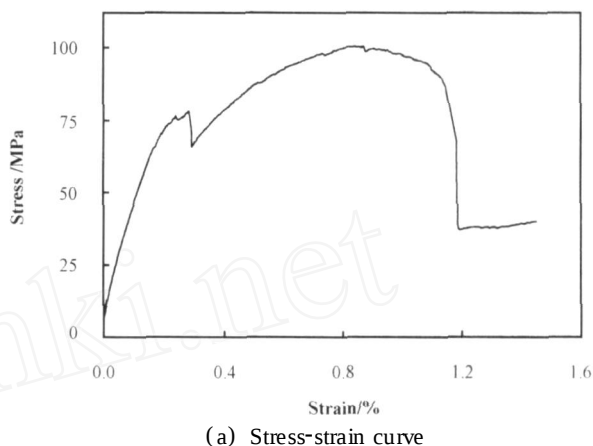


Fig 3 Stress-strain curve (a) and SEM morphology (b) of C/C-SiC composites

图 3 C/C-SiC复合材料的应力-应变曲线及断口形貌 SEM 照片

基体炭的脱粘、分层现象明显,表明材料的断裂为“假塑性”断裂.

碳纤维针刺毡的密度为  $0.6 \text{ g/cm}^3$ ,碳纤维在材料中的含量相对较高,增强作用明显,因此在弯曲断裂时,由于碳纤维的增强,在施加弯曲应力的作用下,热解炭首先断裂,热解炭与纤维的界面易被破坏,随后纤维逐渐断裂,宏观上表现为材料的“假塑性”断裂.

## 2.3 摩擦磨损性能

评价摩擦材料湿式摩擦性能的主要指标是动摩擦系数的大小及其稳定性,提高动摩擦系数是 C/C-SiC 摩擦材料研发过程中的主要设计思路.图 4 和图 5 分别示出了在不同制动比压与初始转速条件下 C/C-SiC 复合材料摩擦系数.由图 4 可见:在初始转

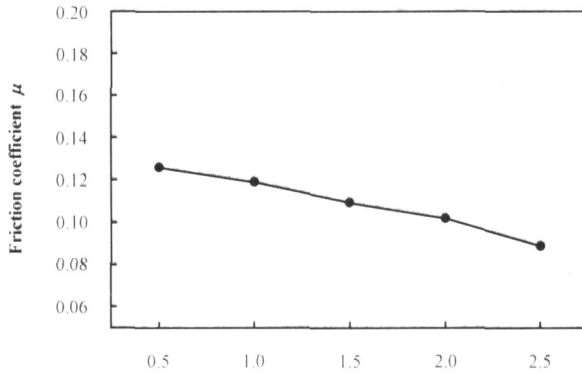


Fig 4 Relationship between friction coefficient and brake pressure

图 4 摩擦系数随制动比压变化的关系曲线

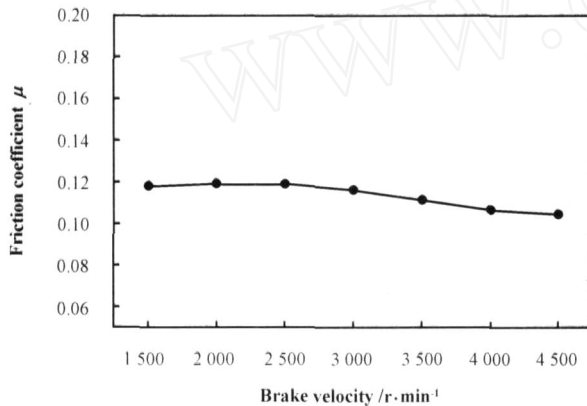


Fig 5 Relationship between friction coefficient and brake velocity

图 5 摩擦系数随制动速度变化的关系曲线

速恒定、制动比压从 0.5 ~ 2.5 MPa 变化的过程中,摩擦系数随着制动比压的增加而缓慢减小,从比压 0.5 MPa 时的 0.126 降至 2.5 MPa 时的 0.088;在制动速度一定、制动比压增大的情况下,压力较低时摩擦表面的润滑油黏度较高,摩擦表面油膜较厚,摩擦力矩主要为油膜剪切力,由于润滑油黏度和剪切力较大,因而摩擦力矩较大.这是由于润滑油具有牛顿流体性质<sup>[11]</sup>,其粘温特性可用 Reynolds 方程表示为:  $\eta = \eta_0 e^{-\beta(T - T_0)}$  (其中  $\eta_0$  为温度  $T_0$  时的黏度,  $\beta$  为粘系数,  $T$  为摩擦表面温度).

随着压力增加,制动时间缩短,摩擦表面温度在较短时间内升高,润滑油黏度降低,摩擦表面润滑膜变薄,油膜剪切力减小,由油膜剪切力所产生的摩擦力矩减小. Davis 等<sup>[12]</sup>研究发现,温度升高将明显减小摩擦表面的油膜厚度,当油膜厚度小于摩擦表面的粗糙度时,将增大摩擦界面的机械接触以及由机械接触的犁沟效应、粘着效应、分子吸附和排斥作用

所产生的接触摩擦力矩,但润滑油黏度减小而导致摩擦力矩降低的趋势占主导,二者综合作用的结果是随着制动比压升高,动摩擦力矩呈现减小趋势,摩擦系数减小<sup>[13]</sup>.

由图 5 可见,初始转速在 1500 ~ 2500 r/min 的过程中,摩擦系数随初始转速的增加而略有增大,从 0.118 增至 0.126;当初始速度大于 2500 r/min 后,动摩擦系数又逐渐降至 4500 r/min 时的 0.104.

在制动比压固定而改变制动速度的情况下,随着制动速度增加,材料在制动过程中吸收的能量增大,材料表面的温度升高,润滑油黏度减小,摩擦系数减小;另一方面,随着转动速度增加,润滑油在高速下的切应变率稀化,也将导致润滑油的黏度降低而呈现非牛顿特性<sup>[12]</sup>.在高剪切力作用下,使分子排列规则化,减少相邻层间的作用而降低表观黏度,从而导致摩擦系数降低.

经测定,复合材料经 300 次制动前后的磨损量为 0,表明该复合材料具有优异的耐磨性能.

### 3 结论

a 超声振动渗硅是 1 种较好的渗硅方法,且碳纤维针刺毡的初始密度越高,渗硅量越少,渗入的硅粉粒径越小.

b 所制备的 C/C-SiC 复合材料形成了在纤维外表面紧密包覆的热解炭,热解炭的外围分布着树脂炭的多孔结构.材料内部的 SiC 分布于碳纤维与热解炭的界面, SiC 均匀分布呈“岛状”,材料断裂为“假塑性断裂”.

c C/C-SiC 复合材料的摩擦系数在 0.088 ~ 0.126 之间.在初始转速恒定、制动比压处于 0.5 ~ 2.5 MPa 时,摩擦系数随制动比压的增大而逐渐减小;在制动比压恒定、初始转速由 1500 ~ 4500 r/min 变化的过程中,摩擦系数随初始转速的增加呈现出先增大而后减小的趋势.

d 在 300 次的磨损试验后, C/C-SiC 复合材料的磨损量为 0.

### 参考文献:

- [1] 段广汉. 离合器结构图册 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1985.
- [2] 林荣会, 孙平, 方亮. 重型汽车用湿式无石棉纸基摩擦材料研究 [J]. 非金属矿, 2003, 9(26): 54-55.
- [3] Lin R H, Sun P, Fang L. Study on wet non-asbestos paper-based friction material for heavy vehicle [J]. Non-metallic Mines, 2003, 9(26): 54-55.
- [3] Tonu Matsuoka, Akihito Ohashi, Takeo Nakayama. Effect of lubri-

- cating oils on flaking of a wet clutch [J]. JSAE Review, 1996, 17: 127-132
- [4] Lloyd F, Dipino M A. Advances in wet friction materials 75 years of progress [J]. SAE Paper, 1980, 800977: 3 088-3 096
- [5] Ralph B, Smith Eric T, Dickinson V T, *et al*. Manufacture of asbestos-free friction facing material [P]. USP4, 631209, 1986
- [6] 樊毅, 刘伯威. 烧结压力对湿式铜基烧结摩擦材料性能的影响 [J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2002, 7 (3): 228-232  
Fan Y, Liu B W. Effect of sintering pressure on behaviors of copper-base wet friction materials [J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2002, 7 (3): 228-232
- [7] 付业伟, 李贺军, 李克智. 纸基摩擦材料绿色制备工艺与摩擦磨损性能研究 [J]. 摩擦学学报, 2004, 24 (2): 172-176  
Fu Y W, Li H J, Li K Z. Study on the green preparation process and friction performance of paper-type friction materials [J]. Tribology, 2004, 24 (2): 172-176
- [8] 叶世学. 铁铜基湿式烧结摩擦材料 [J]. 粉末冶金技术, 1995, 11 (4): 282-284  
Ye S X. Investigation of iron-copper based wet type sintered friction materials [J]. Powder Metallurgy Technology, 1995, 11 (4): 282-284
- [9] 丁华东, 韩文政, 遇元宏, 等. 功能化处理技术在新型坦克摩擦片上的应用 [J]. 装甲兵工程学院学报, 2000, 14 (2): 27-30.  
Ding H D, Han W Z, Yu Y H, *et al*. Application of function treatment technique in new type tank friction sheets [J]. Journal of Armored Force Engineering Institute, 2000, 14 (2): 27-30
- [10] 蔡丹, 魏宸官, 宋文悦. 湿式摩擦离合器片翘曲变形研究 [J]. 北京理工大学学报, 2000, 20 (4): 449-451.  
Cai D, Wui C G, Song W Y. Friction discs distortion phenomena in wet clutch [J]. Journal of Beijing Institute of Technology, 2000, 20 (4): 449-451
- [11] 温诗铸, 黄平. 摩擦学原理 [M]. 北京: 清华大学出版社, 2003.
- [12] Davis Coby L, Farshid Sadeghi, Krousgrill Charles M. A simplified approach to modeling thermal effects in wet clutch engagement: Analysis and experimental comparison [J]. Transaction of the ASME, Journal of Tribology, 2000, 122: 110-118
- [13] Mikael Holgersson. Optimizing the smoothness and temperatures of a wet clutch engagement through control of the normal force and drive to torque [J]. Transaction of the ASME, Journal of Tribology, 2000, 122: 119-123.

## Study on the Fabrication and Wet Friction Performance of C/C-SiC Composites

WANG Xiu-fei<sup>1</sup>, HUANG Qi-zhong<sup>1</sup>, SU Zhe-an<sup>1</sup>, N NG Ke-yan<sup>2</sup>, CHANG Xin<sup>1</sup>, YANG Xin<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China;

2. National Key Laboratory of Vehicle Transmission, Beijing 100072, China)

**Abstract:** A new manufacturing process was developed to fabricate the C/C-SiC composites. The process is characterized by ultrasonic impregnation of silicon, chemical vapor deposition (CVD), siliconizing, resin impregnation and carbonization process with needle-punching carbon felt of T700 fiber as the reinforcing material. SEM and PLOM were used to investigate the microstructure, and the forming mechanism was analyzed. The friction and wear behavior of the C/C-SiC composites was comparatively investigated with the MM-1000 wet friction machine by conducting inertia testing and constant-velocity friction testing. The results show that the dynamic friction coefficient decreased as the apparent contact pressure increased with the initial rotational speed keeping constant. While keeping brake contact pressure constant, the dynamic friction coefficient decreased as the initial rotational speed increased first and then declined. The friction coefficient of C/C-SiC composites was stabilized in the range 0.088 ~ 0.126, and the measured result of wear rate was 0 after 300 times brake testing.

**Key words:** C/C-SiC composites, wet friction materials, ultrasonic vibration, microstructure, friction and wear properties

**Author:** HUANG Qi-zhong, male, born in 1962, Ph. D., Professor, e-mail: qzhuang@mail.csu.edu.cn