

低温离子渗硫层的摩擦学性能研究

张 宁¹, 庄大明¹, 王燕华¹, 刘家浚¹, 方晓东², 官明喜²

(1 清华大学 机械工程系, 北京 100084;

2 北京朝阳达威新技术试验厂, 北京 100024)

摘要: 采用低温离子渗硫技术在 45[#] 钢和 GCr15 钢表面形成渗硫层, 用 SRV 往复摩擦磨损试验机分别在干摩擦和液体石蜡润滑下对渗硫层的摩擦学性能进行了研究, 用 SEM、EDAX 和 XRD 研究了渗硫层的形貌和结构, 并对磨痕的形貌及成分进行了分析。结果表明: 渗硫层表面呈多孔结构, 由 FeS 和 FeS₂ 硫化物相及基体相组成; 在干摩擦和液体石蜡润滑下, 渗硫层具有明显的减摩润滑作用, 并在一定程度上提高了材料表面的耐磨性, 但渗硫层厚度对摩擦系数影响不大; 相同试验条件下, GCr15 钢渗硫层的耐磨性优于 45[#] 钢渗硫层

关键词: 低温离子渗硫; 渗硫层; 减摩作用; 耐磨性

中图分类号: TG156 81

文章标识码: A

文章编号: 1004-0595(1999)04-0348-06

通常可以通过增加表面硬度和用润滑油来提高零部件的性能和使用寿命。然而工件表面硬度增加会加剧其偶件的磨损, 高硬度引起的韧性下降也对抵抗疲劳磨损不利; 另外, 在高温、高压、高速及真空等特殊工况条件下润滑油难以发挥作用, 为此常采用固体润滑技术。人们发现, 采用含硫添加剂的润滑油, 在极压条件下可在工件表面生成 FeS 化学反应膜, 显著改善工件表面的摩擦学性能^[1~3]。本研究采用新型的低温离子渗硫技术直接在 45[#] 钢和 GCr15 钢表面得到 FeS 膜层, 其原理与离子渗氮相似, 可避免传统电解渗硫法^[4,5]所造成的环境污染, 而且具有操作温度低、工件不易变形、工艺参数易于控制及表面无氧化等特点。同时对渗硫层在干摩擦及液体石蜡润滑条件下的摩擦学性能进行了系统的试验研究。

1 试验方法

试验材料选用调质 45[#] 钢, 硬度为 26~ 30HRC; 淬火+ 低温回火 GCr15 钢, 其硬度为 57~ 62HRC。试样尺寸为 $\phi 4$ mm $\times$ 5 mm, 表面粗糙度 R_a 为 0.11 μ m。试样经低温离子渗硫后形成厚 4 μ m、8 μ m 及 12 μ m 的硫化物层, 在光学显微镜下观察横截面以测定其厚度。未渗硫的对比试样表面经机械抛光, 表面粗糙度 R_a 为 0.04 μ m。采用 X 射线衍射分析渗层的相结构, 入射线为 CuK α 射线。采用 SEM 和 EDAX 分析渗硫层的形貌及成分。

摩擦磨损试验在 SRV 往复试验机上进行。上试样采用 $\phi 10$ mm 的 GCr15 钢球, 硬度为 770HV, 下试样为渗硫前后的圆盘。试验条件: 室温大气环境, 干摩擦, 振幅 1 mm, 频率 15 Hz 和 30 Hz, 载荷 20 N 和 50 N, 试验时间在 20 N 下为 3 min, 50 N 下为 2 min。为了研究

材料在磨损过程中的变化, 对 45[#] 钢试样在 50N、15Hz 及 1mm 条件下试验 20s 时停机, 取下试样观察磨损表面形貌。液体石蜡润滑下的试验条件为: 振幅 1mm, 频率 15 Hz, 载荷 80 N, 试验所用时间 4~5 min。试验过程中用 X-Y 记录仪记录摩擦系数的变化, 试验后采用光学显微镜测量下试样表面的磨痕宽度, 并采用 SEM 和 EDA X 分析磨痕的形貌和成分。所得试验结果均为 3 次试验数据的平均值。

2 结果及分析

2.1 离子渗硫层的形貌和结构

图 1 为 GCr15 钢渗硫层表面形貌 SEM 照片。可以看出, 渗硫层表面

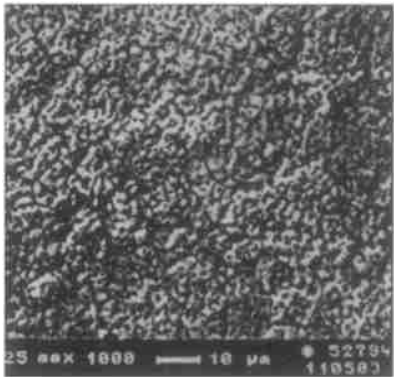


Fig 1 Morphology of 12 μm thick sulfide layer on 52100 steel

图 1 GCr15 钢表面厚 12 μm 渗硫层形貌 SEM 照片

多孔, 组织比较疏松。XRD 相结构分析表明, 渗硫层由基体相和硫化物相组成。主要相 α-Fe 强度很高; 硫化物主要是 FeS 和 FeS₂, 其强度较弱。

2.2 摩擦磨损试验结果

渗硫层摩擦系数 μ 随时间的变化如图 2 所示。在试验开始阶段, μ 较低且稳定, 当试验进行一段时间后, 渗硫层因磨损而失去保护作用, 上下试样金属表面发生直接接触, 此时 μ 突然急剧上升, 且波动较大。在干摩擦及石蜡润滑条件下, 分别以 μ 小于 0.3 及 μ 小于 0.1 时的试验时间 t_c 以及 t_c 前后的摩擦系数 μ_b 和 μ_i 作为评价渗硫层耐磨寿命和减摩性能的指标。对于未渗硫的 45[#] 钢

和 GCr15 钢表面, 在干摩擦条件下 $t_c = 0$, 而具有厚 4 μm 渗硫层的表面在干摩擦条件下 t_c 分别为 31 s 和 29 s (见图 3)。在液体石蜡润滑条件下, 未渗硫表面的 t_c 为 10 s, 而渗硫表面

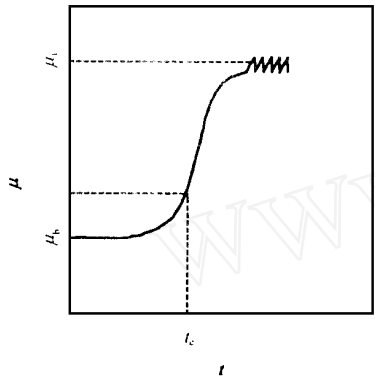


Fig 2 Variation of friction coefficient μ of sulfide layer with sliding time t

图 2 渗硫层 μ 随时间 t 的变化

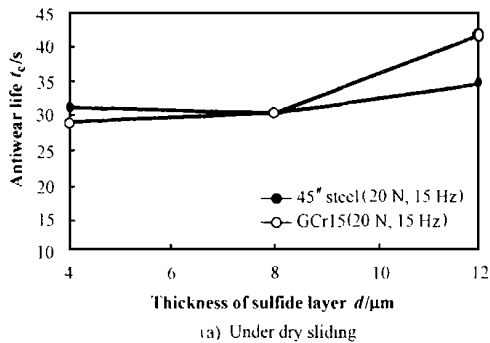
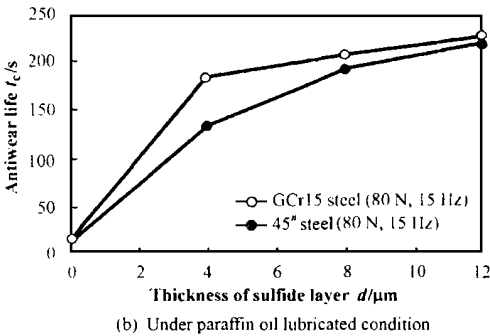


Fig 3 Variation of antiwear life of sulfide layer with thickness

图 3 渗硫层耐磨寿命随厚度的变化关系



的 t_c 为 125 s 和 180 s (见图 4)。图 3 示出了渗硫层耐磨寿命 t_c 随其厚度的变化。可以看出, 渗

硫层厚度增加, t_c 有所增加 图 4 所示为摩擦系数随渗硫层厚度的变化关系 可见, 在干摩擦条件下, 渗硫层的摩擦系数 μ_b 仅为未渗硫表面的 30% 左右, μ_t 也略低于未渗硫表面, 说明渗

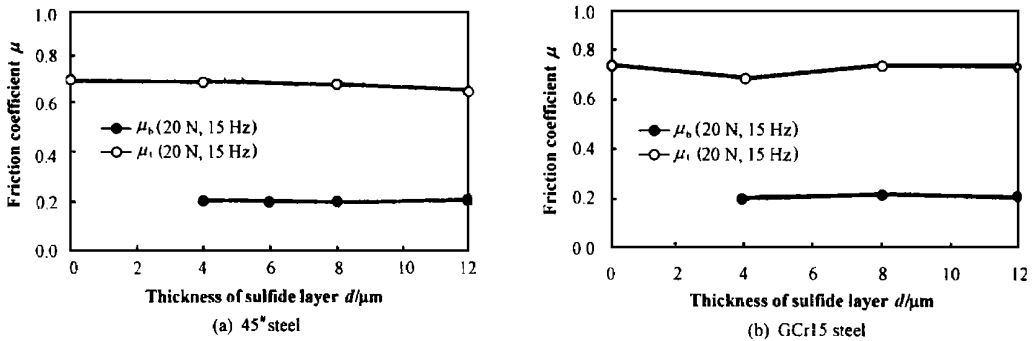


Fig 4 Variation of friction coefficient with thickness of sulfide layer under dry condition

图 4 干摩擦条件下摩擦系数随渗硫层厚度的变化关系

硫层起到了明显的减摩作用 随渗硫层厚度增加, μ_b 基本不变 在石蜡润滑条件下, 渗硫层 μ_b 均在 0.08 ~ 0.10 之间且与厚度无关 图 5 示出了磨痕宽度随渗硫层厚度的变化 可见: 渗

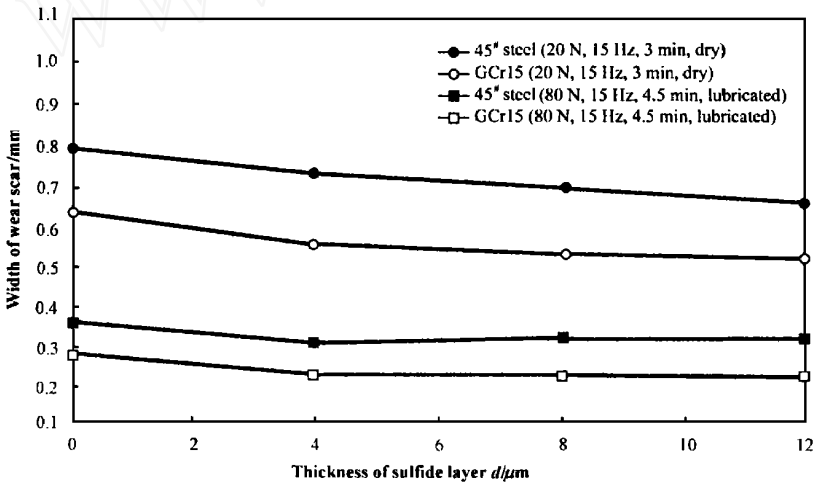


Fig 5 Variation of wear scar width with thickness of sulfide layer

图 5 磨痕宽度随渗硫层厚度的变化关系

硫层磨痕宽度明显小于无渗层表面的磨痕宽度, 在干摩擦条件下, 随渗硫层厚度增加, 磨痕宽度减小, 表明表面耐磨性增加; 而在石蜡润滑条件下基本不变 另外, 相同表面状态的 45# 钢和 GCr15 钢试样在相同试验条件下, GCr15 钢基体试样耐磨性比 45# 钢基体试样好

2.3 磨痕的形貌及成分

图 6 示出了 45# 钢未渗硫表面及厚 12 μm 的渗硫层表面在 50 N、15 Hz、1 mm 及干摩擦条件下磨损 20 s 左右时的磨痕形貌 SEM 照片 可见: 在试验起始阶段, 未渗硫表面就已发生擦伤且磨损严重; 而渗硫层表面磨痕细腻, 成分分析表明磨痕上大片黑色粘附膜为硫化

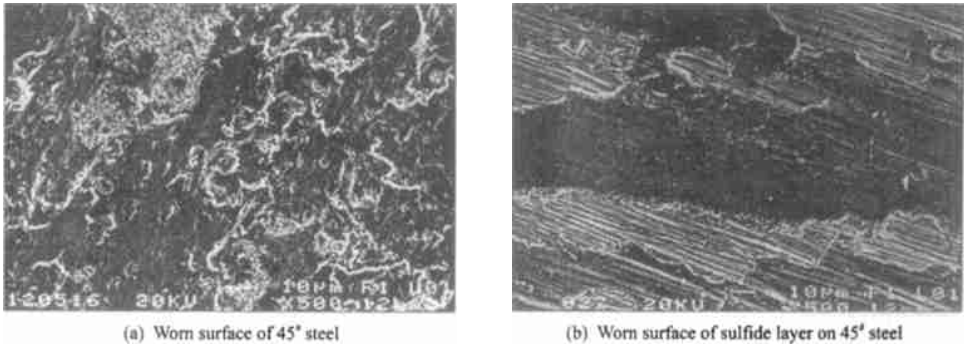


Fig 6 Morphologies of wear scars of 45# steel surface and its sulfide layer under dry sliding
图 6 干摩擦条件下 45# 钢表面及其渗硫层的磨痕形貌 SEM 照片

物膜 当试验进行 2 m in 时, 两种试样表面均已发生擦伤, EDAX 分析表明, 此时渗硫层表面几乎无 S 元素存在 图 7 示出了 45# 钢与 GCr15 钢及其表面渗硫层在 80 N、15 Hz、1 mm 及

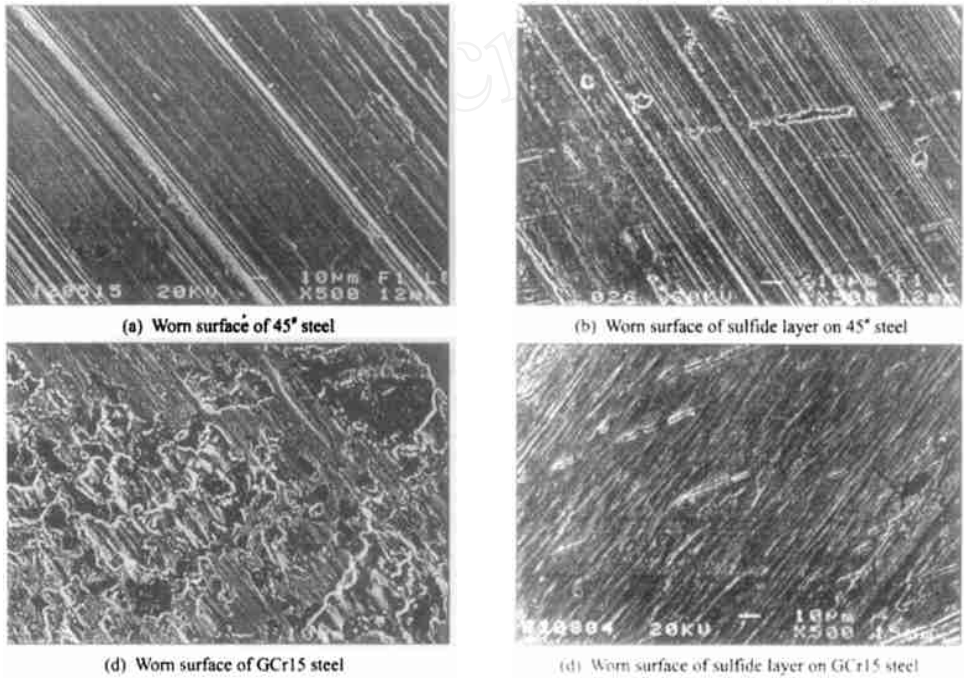


Fig 7 Morphologies of wear scars of 45# and GCr15 steels and their sulfide layers under lubricated sliding
图 7 45# 钢与 GCr15 钢及其渗硫层在液体石蜡润滑下的磨痕形貌 SEM 照片

液体石蜡润滑下的磨痕形貌 SEM 照片. 可见: 未渗硫表面磨痕较粗, 且 GCr15 钢表面发生擦伤; 而渗硫层表面磨痕细腻, 无擦伤痕迹, EDAX 分析表明磨痕表面仍残留少量 S 元素

3 讨论

从 Fe-S 二元状态图可知^[6], S 在 Fe 中的溶解度极低 930 下 S 在 α -Fe 中的溶解度为

0.02%, 而在 700 °C 下几乎降为 0。因此在 200 °C 的渗硫温度下, 只能形成 FeS, 当“活性硫”饱和时还可能形成 FeS₂。通过 XRD 分析可知, 渗硫层中的 S 主要以 FeS 和 FeS₂ 形式存在。FeS 是六方结构($a = 5.97 \text{ \AA}$, $c = 11.74 \text{ \AA}$), 易沿密排面滑移, 并具有低剪切强度和较高熔点(1100 °C), 是优良的固体润滑剂。FeS₂ 为正交或立方结构, 不具备自润滑性能。在离子渗硫过程中, 表面微突体由于突出基体表面, 受到离子轰击的几率大, 渗硫深度较深; 相反凹陷处渗硫深度较浅, 渗硫层硬度很低, 仅为 50~100HV^[6]。因此微突体在受到“软化”的同时, 还被适度削峰, 改善接触状态, 这有利于磨合的进行^[7]。试验开始后, 渗硫层被碾压, 粘附于摩擦表面, 并填充于表面凹陷处, 有效地阻碍了金属表面间的直接接触, 避免了粘着。另外, 由于渗硫层疏松且多孔, 在润滑条件下, 也易于吸附润滑油并形成油膜。随着试验的进行, 渗硫层逐渐被磨损, 但仍有少量硫化物残留于表面而继续发挥作用。当硫化物过少而不能对摩擦表面起到有效保护时, 才会导致擦伤。在磨损过程中, 摩擦表面在机械力和摩擦热的作用下会发生一系列复杂的物理化学变化。硫化物会因受热而氧化, 析出活性 S 原子。活性 S 原子一方面可被部分氧化, 另一方面可与 Fe 反应生成 FeS, 同时伴随铁的氧化物的生成。由铁的氧化物与 FeS 共同组成的边界润滑膜能使承载能力明显提高^[8]。在干摩擦条件下, 当渗硫层厚度增加时, t_c 延长而磨痕宽度减小, 但由于渗硫层相结构并无显著变化, 起减摩作用的仍主要是 FeS 相, 因此 μ_b 基本不变; 而在润滑条件下, 新形成的边界膜的润滑作用可能占据了主导地位, 因此随渗硫层厚度增加, t_c 增加不明显, μ_b 和磨痕宽度基本不变。

4 结论

- a 45# 钢和 GCr15 钢经低温离子渗硫后, 在干摩擦和液体石蜡润滑条件下, 均可显著降低摩擦系数, 减少磨损
- b 随渗硫层厚度增加, 渗硫层的耐磨寿命略有延长, 但摩擦系数基本不变。在干摩擦条件下, 耐磨性有所提高, 而在液体石蜡润滑条件下, 耐磨性变化不大
- c 渗硫层摩擦系数与试验条件有关, 而与基体关系不大
- d 相同试验条件下, GCr15 钢渗硫层比 45# 钢渗硫层耐磨寿命稍长

致谢 本研究得到清华大学材料系陶锴教授和李彬先生的大力帮助, 在此表示衷心感谢

[参 考 文 献]

- [1] 赵兴中, 刘家浚, 朱宝亮. 一种轮-轨润滑油的极压抗磨性[J]. 摩擦学学报, 1997, 17(2): 165~170
- [2] Sakurai T, Ikeda S, Okabe H. A kinetic study on the reaction of labeled sulfur compounds with steel surfaces during boundary lubrication[J]. ASLE Transactions, 1965, 8: 39~47
- [3] 官文超, 雷洪. 水溶性烷基硫代磷酸锌在钢球磨斑表面形成的润滑薄膜的分析研究[J]. 摩擦学学报, 1998, 18(1): 75~97
- [4] Cosmacini E, Veronesi V. A study of the influence of low temperature sulphurization on the behaviour of lubricants in standard extreme pressure tests[J]. Wear, 1981, 73: 1~8
- [5] 岩野利彦. 低温电解渗硫(柯贝特法)[J]. 国外化学热处理, 1982, 1: 20~24
- [6] 洪班德, 姚仲凯. 化学热处理[M]. 哈尔滨: 黑龙江人民出版社, 1981
- [7] 吴承伟. 平面接触副磨合机理的试验与理论分析[D]. 北京: 清华大学机械系, 1984
- [8] Godfrey D. Chemical changes in steel surfaces during extreme pressure lubrication[J]. ASLE Transactions, 1962, 59: 57~66

A Study on the Tribological Properties of Sulfide Layer Produced by Ion Sulphurization

ZHANG Ning¹, ZHUANG Daming¹, WANG Yan-hua¹, LIU Jia-jun¹,
FANG Xiao-dong², GUAN Ming-xi²

(1. Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China;

2. Chaoyang Dawei New Technology Experimental Factory, Beijing 100024, China)

Abstract: Sulfide layers were made on the surface of A ISI 1045 and SAE 52100 steels by means of low temperature ion sulphurization process. The tribological properties of the sulfide layers were investigated on an SRV reciprocating tester under dry and paraffin oil lubricated conditions. SEM equipped with EDAX and XRD were adopted to analyze the morphology and structure of the sulfide layers. The morphologies and composition of the wear scars were also analyzed. The results show that the sulfide layers were porous and composed of FeS, FeS₂ and substrate phases. Under both dry and paraffin oil lubricated conditions, the sulfide layers showed remarkable friction-reducing effects and improved wear-resistance to a certain extent. With the increase of the layer thickness, its antiwear life was prolonged, but the thickness and substrate did not affect the friction coefficient greatly. Under the same experimental conditions, the antiwear life of the sulfide layers on SAE 52100 steel was longer than that on A ISI 1045 steel, and the wear-resistance of the former was better.

Key words: low temperature ion sulphurization; sulfide layer; friction-reducing effect; wear-resistance

Classifying number: TG156.81