起始温度对C_f/C-陶瓷摩擦副摩擦性能影响

魏金花 胡志远 康鹏飞 王 凯 李军平

(航天材料及工艺研究所,先进功能复合材料技术重点实验室,北京 100076)

文 摘 目前,针对C_t/C-ZrO₂和C_t/C-Si₃N₄组成的摩擦副的摩擦性能研究较少,尤其是温度对其摩擦性能 的影响,因此,本文进行了起始温度对这两种摩擦副摩擦性能的研究,开展了C_t/C复合材料分别与氧化锆 (ZrO₂)和氮化硅(Si₃N₄)组成的销盘摩擦副的摩擦试验,研究了摩擦因数、磨损量、摩擦界面在200~700℃起始 温度条件下的变化趋势。结果表明,低于400℃,C_t/C-ZrO₂的平均摩擦因数小于C_t/C-Si₃N₄,两种摩擦副的磨损 形式为磨粒磨损和黏着磨损的混合磨损;高于400℃,C_t/C-ZrO₂的平均摩擦因数大于C_t/C-Si₃N₄,磨损形式转变 为磨粒磨损和黏着磨损的混合磨损。在各个起始温度下ZrO₂盘的磨损率均小于Si₃N₄;随着起始温度的升高, 因C_t/C销的氧化磨损加剧,因此磨损率也逐渐增大。当起始温度高于800℃,C_t/C复合材料无法保持稳定的宏 观编织结构,受热氧化,发生破坏。

关键词 C_t/C复合材料,氧化锆,氮化硅,摩擦因数,磨损形式

中图分类号:TH117 DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2025.02.010

Effect of Initial Temperature on the Tribological Property of C_f/C-Ceramics

WEI Jinhua HU Zhiyuan KANG Pengfei WANG Kai LI Junping

(Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology,

Science and Technology on Advanced Functional Composites Laboratory, Beijing 100076)

Abstract Currently, there is limited research on the tribological properties of frictional pairs composed of C_r/C–ZrO₂ and C_r/C–Si₃N₄, particularly regarding the influence of temperature on their friction behavior. Therefore, the effect of initial temperature on the tribological performance of these two pairs were investigated in this work. Friction tests were conducted using pin–on–disc configurations where C_r/C composites were paired with zirconia (ZrO₂) and silicon nitride (Si ₃ N ₄), respectively. The variations in friction coefficient, wear loss, and friction interface morphology under initial temperatures ranging from 200°C to 700°C were systematically analyzed. The results indicate that below 400°C, the average friction coefficient of the C_r/C–ZrO₂ pair is lower than that of the C_r/C–Si₃N₄ pair, with both pairs exhibiting mixed wear mechanisms dominated by abrasive wear and adhesive wear. Above 400°C, the average friction of abrasive wear and oxidative wear. Under all tested temperatures, the wear rate of the ZrO₂ disc is consistently lower than that of the Si₃N₄ disc. As the initial temperature exceeds 800°C, the C_r/C composite fails to maintain its stable macroscopic woven structure, undergoing thermal oxidation and structural degradation.

Key words $C_{f}C$ composite, ZrO_2 , Si_3N_4 , Coefficient of friction, Wear form

0 引言

碳纤维增强碳基复合材料(C_t/C)因其高比强度、 高比刚度、耐高温、耐腐蚀、耐磨损等优良特性,在高 温下具有化学稳定性高、对裂纹不敏感等性能,且其 天然的表面微结构是新一代高温摩擦副材料的发展 重点,对我国航空航天事业的发展具有重要意义^[1]。 摩擦副的摩擦性能受与其配副的材料性能的影响较 为显著。一般来说,由于C_fC复合材料表面复杂的 纤维增强相,其自配副的摩擦学性能往往较差^[2-3]。 研究表明,将纤维增强材料与光滑表面的均质材料

收稿日期:2023-06-13

第一作者简介:魏金花,1991年出生,博士,高级工程师,研究方向为纤维增强陶瓷基复合材料摩擦学性能评价及复合材料装配工艺技术。 E-mail: 15222527210@163.com

配副,有望获得较好的综合摩擦性能^[4-5]。因此,对 于 C_t/C 复合材料来说,也应考虑使用表面较为光滑 的材料与其配副,如具有耐高温特性的陶瓷材料,以 得到更好的摩擦性能。

在陶瓷材料的摩擦性能研究方面,在高温工况 下,氧化锆(ZrO₂)陶瓷是理想的候选材料,由于它优 异的高温稳定性,被广泛应用于航空、航天等领 域^[6-7]。国内外研究学者对其与其他各种材料组成 的摩擦配副的摩擦特性进行了广泛研究。研究表 明,ZrO,与高纯高密度氧化铝陶瓷对磨时,表现出较 低的摩擦因数,而与氧化铝复合材料对磨时,磨损更 小^[8]。通过研究掺杂 BaF,/CaF,和 Mo 的氧化钇增韧 ZrO,与SiC摩擦副的摩擦性能,结果表明,ZrO,表现 出良好的自润滑性和抗磨损性^[9]。但随着温度的升 高,当温度达到某个点时,ZrO,会发生相变而体积膨 胀^[10],从而出现微裂纹,使摩擦副失效。氮化硅陶瓷 (Si₃N₄)则是另一种候选材料^[11],它具有良好的抗氧 化和自润滑性能以及优异的导热能力。因此,Si₃N₄ 的高温热稳定性好,有望弥补ZrO2的高温缺陷。关 于Si₃N₄与陶瓷^[12-13]、钢^[14-15]、合金^[16-17]配副的摩擦学 特性的研究已经非常多,甚至氮化硅复合材料和陶 瓷摩擦副的摩擦性能也已经被广泛研究[18-19]。

但目前关于 C_r/C-ZrO₂和 C_r/C-Si₃N₄摩擦副摩擦 性能的研究较少,尤其是温度变化对其摩擦性能的 影响。因此,本文研究了不同起始温度条件下 C_r/C-ZrO₂和 C_r/C-Si₃N₄两种摩擦副的摩擦性能,揭示了磨 损机理,为该种摩擦副的实际应用工况提供理论 指导。

1 实验

1.1 试验材料

摩擦副所用材料分别为采用液相浸渍转化法制备的三维针刺C_t/C复合材料,密度约1.72g/cm³;氧化镁增韧的氧化锆(ZrO₂)陶瓷,密度5.64g/cm³,表面硬度1395.68kgf/nm²;反应烧结方式制备的氮化硅(Si₃N₄)陶瓷,密度2.65g/cm³,表面硬度(1850±50)kgf/nm²。根据作者前期的相关研究,常温下磨削后的ZrO₂以及表面有微凹坑的Si₃N₄与C_t/SiC复合材料组成的摩擦副具有优异的摩擦性能^[20]。因此,本研究中,ZrO₂表面使用80*金刚石砂轮磨削加工;Si₃N₄表面使用大族激光打标机雕刻凹坑状微结构。最终,组成C_t/C复合材料-ZrO₂和C_t/C复合材料-Si₃N₄两种摩擦副。摩擦试验前各材料的表面微结构见图1。



(a) 具有微凹坑结构的Si₃N₄表面



的Si₃N₄表面 (b) C_r/C 表面 图 1 摩擦前销盘表面微结构 Fig. 1 Microstructures of pin and disc before friction

1.2 试验方法

摩擦副采用销盘摩擦形式,其中,C₄C复合材料 制作成 Ф5 mm×12 mm 的圆柱销,所用的两种陶瓷材 料制作成 Ф55 mm×10 mm 的圆盘。所用试验仪器为 布鲁克摩擦磨损试验机,具体试验设置方式见图2。

摩擦实验过程中所加正压力为30 N,摩擦线速 度为0.5 m/s,润滑方式为干摩擦,起始温度梯度分别 为200、300、400、500、600、700℃。每次试验时间为3 600 s,相同试验条件下做两次重复试验。试验过程中实 时摩擦因数(coefficient of friction, COF)由设备记录, 平均摩擦因数为摩擦副进入稳定摩擦阶段的实时摩 擦因数的平均值。

考虑到温度变化情况下摩擦副的磨损由高温氧 化磨损和摩擦磨损两部分组成,因此,为了得到试验 - 78 --



(c) 磨削ZrO,表面

Fig. 2 Setup of tribological experiments

中由摩擦带来的损耗,首先使用万分之一天平 ZA805AS测量每次试验前后销和盘各自的质量之 ^{宇航材料工艺} http://www.yhclgy.com 2025年 第2期 差,记为 m_1 ;然后使用同样的起始温度条件,摩擦副 不接触,测量试验前后销和盘各自的质量之差,记为 m_2 ;那么,最终由摩擦磨损带来的质量差 $\Delta m = m_1 - m_{2^\circ}$ 当 Δm 数值为正时,说明摩擦副的质量是减少的,磨 损较大;相反,摩擦副的质量是增加的,接触面间发 生了黏着磨损,发生了材料之间的相互转移。由公 式(1)可计算出销和盘各自的磨损率。

$$\Delta W = \Delta m / \rho F v t \tag{1}$$

式中, ρ 为销或盘的密度,F为实验载荷,v为实验摩擦 线速度,t为实验时间。

2 结果与讨论

2.1 起始温度对实时摩擦因数的影响

图3为不同起始温度下COF随时间变化的历程 图,发现当起始温度为200°C时,两个摩擦副的摩擦 过程均比较稳定,稳定磨合后COF无明显波动。 300°C时,C₄/C-Si₃N₄的COF在实验开始的一段时间内 比较平稳,然后突然增大,摩擦声音显著增大、刺耳, 且一直持续,实验不得不人为停止,且两次重复实验 均出现了同样的现象;C₄/C-ZrO₂的COF相对平稳,但 实验过程中也会出现偶尔突然增大的现象,伴随着 COF的增大,摩擦声音变大,但持续时间不长,可以 完成3600 s的实验。

400°C时, C_{f}/C -Si₃N₄的第一次实验COF出现一些 波动, 直到2700 s, 摩擦声音太大, 实验停止; 第二次 实验开始后80 s左右, COF突然增大, 实验声音太大 导致无法继续; 而 C_{f}/C -ZrO₂的COF与300°C时类似; 500°C时, 二者的摩擦过程都较300和400°C时平稳, 但摩擦副 C_{f}/C -ZrO₂的COF 波动更大; 600°C的摩擦过 程与500°C相似; 700°C时, C_{f}/C -ZrO₂的COF 波动消 失, C_{f}/C -Si₃N₄COF的波动再次出现。根据以上分析 可知, 200°C时两个摩擦副的摩擦过程均比较平稳, 300和400°C时, C_{f}/C -Si₃N₄摩擦副无法进行较长时间 的摩擦, 摩擦性能极差, C_{f}/C -ZrO₂的COF 偶有波动, 500°C以后, 两个摩擦副的摩擦性能均变好。







— 79 —









图4 不同表面处理方法的陶瓷盈与CrC 指 在500℃时的摩擦因数



为了进一步验证在高温条件下磨削后的ZrO₂和 表面有微凹坑结构的Si₃N₄与复合材料对磨表现出最 优的摩擦性能,采用文献[20]同样的陶瓷盘表面制 备方法,在500℃下分别与C₄C 销的摩擦实验,摩擦 正压力、摩擦转速、摩擦时间同样为30 N、0.5 m/s 和 60 min,润滑方式为干摩擦。实验结果如图4所示。 结果表明,磨削后的 ZrO₂ 和表面有微凹坑结构的 Si₃N₄在高温下确实比其他表面处理方法得到的陶瓷 盘与 C₄C 销组成的摩擦副表现出更稳定的摩擦过程 及更小的 COF,即最优的摩擦性能。

2.2 起始温度对平均摩擦因数和磨损率的影响

图 5 对比了两个摩擦副在不同起始温度下的摩 擦实验结果。400°C之前,摩擦副C₁/C-Si₃N₄的COF大 于C₁/C-ZrO₂。从500°C开始,C₁/C-Si₃N₄的COF减小, C₁/C-ZrO₂的COF略微增大,前者开始小于后者; 400°C时C₁/C-Si₃N₄的COF变化范围最大,而500°C为 两个摩擦副COF的转折点。两个摩擦副的盘在300 和400°C时,Si₃N₄的磨损远大于ZrO₂,其余起始温度 下,两者的磨损相差不大,且起始温度对盘的磨损影 响不大。200~400°C,与ZrO₂摩擦的C₄/C销的磨损率 相差不大,数值稳定在22×10⁻⁹ cm³/Nm左右;500°C销 的磨损率最大,随起始温度的升高,磨损率呈下降趋 势。500°C之前,与Si₃N₄摩擦的C₄/C销一直处于磨损







状态,且400℃时是最大的。随着起始温度的增大, 销的磨损逐渐减小,起始温度为600、700℃时Cr/C销 增重,且起始温度越高,增重越大。

2.3 Cr/C复合材料抗氧化温度研究

为研究 C_t/C 的抗氧化温度,分别做了 C_t/C-Si₃N₄ 摩擦副在800、1000℃下及C/C-ZrO2摩擦副在1 000℃下的摩擦实验,同时将700℃的摩擦结果引入 作为对照组。试验中用实时摩擦因数和Δz两个指标 评价摩擦过程。实时摩擦因数可以通过试验机的实 时数据得到,Δz表示随着温度的升高整个高温腔内 部销、盘和系统在z轴方向上的热膨胀与磨损之差, 实验过程中可以实时记载销的z轴高度,通过数据处 理便可以得到各个时刻销的z轴高度与初始高度之 差。图6展示了700、800和1000℃三个起始温度下 实时摩擦因数和Δz的变化。发现虽然800和1000℃ 的 COF 均不大, 且1000℃的 COF 小于 800℃的, 但 800℃后 C/C 发生严重的氧化,导致 Δz 的瞬间急剧下 降,材料的宏观结构发生严重破坏;该实验结果也从 侧面说明700°C前C/C对两种摩擦副的摩擦性能差 异影响较小。

宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2025年 第2期









3 摩擦机理分析

图7给出了不同起始温度摩擦后盘表面的SEM 图。200℃时,两个盘表面均可见明显的黏着;随着 起始温度的升高,300℃的黏着更明显,涂覆物更多; 但400℃时涂覆物减少,且起始温度越高,涂覆物越 少;600℃时盘表面几乎无黏着、涂覆现象。500℃后 ZrO₂盘表面出现少量塑性变形,但Si₃N₄表面无明显

— 81 —



(b) 500、600、700°C下



变化。经EDS分析,黑色涂覆物的主要组成元素为 碳,即来自对磨销C₄C。随着起始温度升高,磨损加 剧;随着摩擦过程的进行,黏着在陶瓷盘表面的碳与 空气中的氧气反应生成CO₂;氧化与黏着同时进行。 300℃时氧化速度小于黏着速度,涂覆物增多;400℃ 后,氧化速度逐渐大于黏着速度,因此涂覆物减少。 因为黏着减少,界面间摩擦力减小,所以500℃后 C₄ - 82 - C-Si₃N₄摩擦副更快进入稳定摩擦阶段,COF减小,但 C_f/C-ZrO₂的COF反而增大。因为在摩擦应力和高温 的作用下,ZrO₂内部部分四方相转变为单斜相^[21],导 致摩擦力增大,摩擦性能下降;而黏着磨损的减少, 可以平衡部分相变带来的摩擦性能的下降,所以 500°C 后 C_f/C-ZrO₂摩擦副整体的摩擦性能依然 较好。



图 8 不同起始温度摩擦后销表面扫描电镜照片 Fig. 8 SEM images of pins after friction under different initial temperature

图 8 展示了不同起始温度摩擦后销表面的 SEM 图。400℃之前,陶瓷盘与 C_t/C 销摩擦界面间来自 C_t/ C 的碳尚未开始氧化,涂覆在销和盘表面,黏着磨损 严重,所以摩擦力和磨损均较大;且 Si₃N₄的硬度大于 ZrO₂,所以 Si₃N₄对 C_t/C 的微细切削更严重^[20], C_t/C-Si₃N₄摩擦界面间的磨粒更多,磨粒磨损更严重,所以 其摩擦性能与 C/C-ZrO₂比更差。400℃之后,摩擦界 宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2025年 第2期 面间的碳开始氧化,起始温度越高,氧化速度越快, 界面间的黏着物减少,摩擦副可以快速进入磨合阶 段,所以摩擦性能变好。

综上所述,400℃之前,两种摩擦副的磨损形式 为磨粒磨损和黏着磨损的混合磨损;400℃之后,摩 擦界面间来自C_f/C的碳开始氧化,磨损形式转变为 磨粒磨损和氧化磨损的混合磨损。

— 83 —

4 结论

本文研究了 C₄/C 复合材料分别与磨削 ZrO₂和微 凹坑 Si₃N₄组成的摩擦副在起始温度 200~700℃内的 摩擦磨损性能,主要结论如下:

(1)C_t/C-ZrO₂摩擦副在整个温度变化过程均表 现出较好的摩擦性能,C_t/C-Si₃N₄摩擦副在400℃表现 出最差的摩擦性能,500℃开始摩擦性能有所改善;

(2)C/C 复合材料的抗氧化温度不超过800℃, 超过800℃后,其宏观结构会发生严重破坏,无法保 持稳定宏观形貌。

(3)低于400℃,两种摩擦副的磨损形式为磨粒 磨损和黏着磨损的混合磨损;高于400℃后转变为磨 粒磨损和氧化磨损的混合磨损。

参考文献

[1] 邓娟利,成来飞,张立同.三维针刺C/SiC复合材料 无纬布纤维方向对材料力学性能的影响[J]. 硅酸盐通报, 2012(03):571-574.

DENG L J, CHENG L F, ZHANG L T. Effect of direction of fibers in the non-woven cloth in 3D needled C/SiC composites on the mechanical performance [J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2012(03):571–574.

[2] FAN S, ZHANG L, CHENG L, et al. Microstructure and frictional properties of C/SiC brake materials with sandwich structure [J]. Ceramics International, 2011, 37(7): 2829–2835.

[3] BIANCHI V, FOURNIER P, PLATON F, et al. Carbon fiber-reinforced (YMAS) glass-ceramic matrix composites: dry friction behaviour [J]. Journal of the European Ceramic Society, 1999, 19(5): 581-589.

[4] ZHANG G, LIAO H, LI H, et al. On dry sliding friction and wear behaviour of PEEK and PEEK/SiC-composite coatings [J]. Wear, 2006, 260(6): 594-600.

[5] UNAL H, MIMAROGLU A, KADIOGLU U, et al. Sliding friction and wear behaviour of polytetrafluoroethylene and its composites under dry conditions [J]. Materials & Design, 2004, 25(3): 239-245.

[6] SHARIFI H, OSTOVAN K, TAYEBI M, et al. Dry sliding wear behavior of open-cell Al-Mg/Al₂O₃ and Al-Mg/SiC-Al₂O₃ composite prefoams produced by a pressureless infiltration technique [J]. Tribology International, 2017, 116: 244-255.

[7] QI H, LI G, LIU G, et al. Comparative study on tribological mechanisms of polyimide composites when sliding against medium carbon steel and NiCrBSi [J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2017, 506: 415–428.

[8] TUCCI A, ESPOSITO L. Microstructure and tribological properties of ZrO_2 ceramics [J]. Wear, 1994, 172(2): 111–119.

[9] KONG L, BI Q, ZHU S, et al. Tribological properties of ZrO_2 (Y_2O_3) -Mo-BaF₂/CaF₂ composites at high temperatures [J]. Tribology International, 2012, 45(1): 43-49.

[10] BONIECKI M, GOLEBIEWSKI P, WESOLOWSKI

W, et al. Alumina/zirconia composites toughened by the addition of graphene flakes [J]. Ceramics International, 2017, 43(13): 10066–10070.

[11] BARAHENI M, AMINI S. Predicting subsurface damage in silicon nitride ceramics subjected to rotary ultrasonic assisted face grinding[J]. Ceramics International, 2019, 45(8): 10086–10096.

[12] SKOPP A, WOYDT M. Ceramic-ceramic composite materials with improved friction and wear properties [J]. Tribology International, 1992,25(1):61-70.

[13] YE C, LIU W, CHEN Y, et al. Tribological behavior of dy – sialon ceramics sliding against Si_3N_4 under lubrication of fluorine–containing oils[J]. Wear, 2002, 253(5): 579–584.

[14] SUN Z, WU L, LI M, et al. Tribological properties of γ -Y₂Si₂O₇ ceramic against AISI 52100 steel and Si₃N₄ ceramic counterparts[J]. Wear, 2009, 266(9): 960–967.

[15] ZHAO X, LIU J, ZHU B, et al. Tribological characteristics of Si_3N_4 ceramic sliding on stainless steel [J]. Wear, 1997, 206(1): 76–82.

[16] HUANG C, ZOU B, LIU Y, et al. Study on friction characterization and wear-resistance properties of Si_3N_4 ceramic sliding against different high-temperature alloys [J]. Ceramics International, 2016, 42(15): 17210–17221.

[17] MO J L, ZHU M H. Sliding tribological behaviors of PVD CrN and AlCrN coatings against Si_3N_4 ceramic and pure titanium [J]. Wear, 2009, 267(5): 874–881.

[18] XING Y, DENG J, WU Z, et al. Effect of regular surface textures generated by laser on tribological behavior of Si_3N_4 /TiC ceramic [J]. Applied Surface Science, 2013, 265: 823–832.

[19] KOVALCIKOVA A, BALKO J, BALAZSI C, et al. Influence of hBN content on mechanical and tribological properties of Si_3N_4 /BN ceramic composites [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2014, 34(14): 3319–3328.

[20] WEI J H, WANG J, PEI T H, et al. Effect of ceramic surface texture on the tribological property of ceramics and carbon fiber reinforced silicon carbide ceramic matrix composite (C/SiC) [J]. Surface Topography: Metrology and properties, 2022, 34(14): 3319–3328.

[21] 单科,郭兴敏.氧化镁稳定氧化锆纳米粉末的制备 与物相分析[J].粉末冶金材料科学与工程,2013,18: 429-433.

SHAN K, GUO X M. Preparation and characterization of nano-poder zirconia stabilized by magnesia[J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2013, 18:429-433.

[22] 汪彩芬,徐俊,赖新春,等. 氮化硅陶瓷摩擦磨损性 能研究进展[J]. 材料导报,2013,27:319-322.

WANG C F, XU J, LAI X C, et al. Research progress on tribological and wear properties of silicon nitride [J]. Materials Review, 2013, 27:319-322.

— 84 —