

激光脉冲次数对织构化涂层的摩擦学性能影响

万 轶¹, 李建亮², 熊党生², 李 航²

¹南京航空航天大学金城学院机电工程系, 江苏 南京 211156;

²南京理工大学材料科学与工程学院, 江苏 南京 210094

摘要 采用 Nd:YAG 固体脉冲激光器对 45 钢盘表面进行了织构化处理, 形成了具有不同微孔深度的织构化阵列。在织构化钢盘表面制备了 Ni-MoS₂ 复合镀层, 对 Al₂O₃ 陶瓷球/45 钢盘进行了摩擦性能测试, 并对试样表面的磨损形貌进行了分析。结果表明, 不同脉冲次数对微孔最大直径的影响较小, 但随着脉冲次数的增加, 微孔深度和内部空腔体积显著增大。在干摩擦条件下, 具有织构化阵列的复合镀层摩擦系数比未织构镀层的降低 0.1~0.15, 且随着微孔深度的增加, 摩擦系数进一步降低, 其中 40 个脉冲形成的织构化镀层具有最佳的抗磨减摩性能, 且磨损寿命是 20 个脉冲形成的织构化镀层的 3 倍。

关键词 激光技术; 表面织构化; 脉冲次数; 微孔深度; 摩擦学性能

中图分类号 TN249 **文献标识码** A

doi: 10.3788/LOP54.031403

Effect of Number of Laser Pulses on Tribological Property of Textured-Coating

Wan Yi¹, Li Jianliang², Xiong Dangsheng², Li Hang²

¹Department of Electromechanical Engineering, Jincheng College, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing, Jiangsu 211156, China;

²School of Material Science and Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing, Jiangsu 210094, China

Abstract The texturing process on 45 steel disc surface is done by using Nd:YAG solid pulsed lasers and the textured arrays with different micro-hole depths are formed. The Ni-MoS₂ composite coatings are prepared on the surfaces of textured steel discs. The test of the tribological performance of Al₂O₃ ceramic ball/45 steel disc is done, and the worn morphology of sample surfaces is analyzed. The results show that number of pulses has a small influence on the maximum diameters of micro-holes. As the number of pulses increases, the depths of micro-holes and the volumes of internal cavities increase significantly. Under the dry friction condition, the friction coefficient of textured-coating is less than that of untextured-coating by 0.1-0.15, and the friction coefficient is further decreased with micro-hole depths increasing. The textured coating with 40 pulses has the best antifriction property, and its wear life is three times of that of the textured coating with 20 pulses.

Key words laser technique; surface texturing; number of pulses; micro-hole depth; tribological properties

OCIS codes 140.3390; 140.3538; 310.1860

1 引言

通过改变摩擦接触面的润滑状态或控制表面形貌等技术可有效改善机械表面的抗磨减摩性, 延长使用寿命^[1-3]。各种表面织构化技术, 如反应离子蚀刻、激光表面织构、电解加工、喷丸处理, 都可以制备微米级尺寸表面形貌的材料^[4-6]。激光表面织构化(LST)是利用脉冲激光对材料进行熔融处理, 在材料表面制造出一系列微孔、凹槽等形貌, 这些微孔、凹槽作为润滑剂的存储器使润滑剂保留在接触副之间, 显著增强了接触副

收稿日期: 2016-11-14; **收到修改稿日期:** 2016-11-25

基金项目: 江苏省自然科学基金(16KJB460014, BK20151487)、国家自然科学基金(51101087)

作者简介: 万 轶(1982—), 女, 博士, 副教授, 主要从事激光表面改性和表面涂层摩擦学性能方面的研究。

E-mail: wan2721@163.com

的承载能力和耐磨性并减小摩擦系数^[7-10]。表面织构的大小和分布决定了接触面间的摩擦性能,在对活塞环/气缸、端面密封等研究中发现,织构密度和径深比是影响摩擦性能的重要参数,相比无织构表面,表面织构处理后材料的摩擦系数降低了 30%~40%^[11-14]。周建忠等^[15-16]在对球磨铸铁表面进行激光微造型处理后,湿摩擦条件下铸铁表面摩擦系数降低了约 11.8%,且磨损程度明显轻于光滑表面,氧化物也明显减少。表面织构处理可以降低摩擦磨损、增加油膜厚度,但在干摩擦或高温的苛刻条件下,无法发挥出较好的作用。固体润滑涂层,如二硫化钼、石墨、聚四氟乙烯,具有良好的摩擦性能,在极端条件下具有优势,国内外研究小组对其进行了大量的研究^[17-20]。但以上技术单一使用时均存在使用区间窄和寿命短等缺陷,难以满足连续润滑的长效需求。将多种抗磨减摩技术协同使用,可进一步提高机械摩擦表面的润滑能力,具有很好的理论意义和工程价值。

本文将激光织构化和电沉积技术相结合,对 45 钢盘表面进行复合处理,通过改变激光脉冲次数制备了具有不同深度的织构阵列,并在织构化表面制备了 Ni-MoS₂ 复合镀层,利用球/盘式摩擦试验机对不同织构深度的配副在干摩擦条件下进行了摩擦性能试验,研究脉冲次数对织构形貌的影响,得到了具有最佳摩擦性能的织构深度。

2 试验方法及设备

2.1 表面织构化

采用直径为 43 mm、厚度为 5 mm 的 45 钢圆盘作为基体试样,将钢盘表面打磨抛光至表面粗糙度低于 0.5 μm,将其放置在丙酮中超声清洗 3 min,采用 Nd:YAG 脉冲激光器对钢盘表面进行织构化处理,钢盘表面形成规则排列的微孔型环形阵列。激光参数为:波长 1064 nm,脉冲宽度 100 ns,脉冲频率 20 kHz,打点时间间隔 0.1 ms,最大单脉冲能量 50 MJ。分别采用 5,20,40 个激光脉冲在钢盘表面形成具有不同深度的微孔型织构,利用日本电子株式会社 JSM-6380LV 型扫描电子显微镜和福州莱博特科学仪器有限公司 Talysurf CCI 白光干涉表面形貌仪观察织构的形貌特征。

2.2 复合镀层制备

将织构化钢盘按抛光、除油、水洗、脱脂、水洗、稀酸活化的过程进行预处理。采用恒威电源有限公司型号为 SMC-30S 的双脉冲电源电镀沉积 Ni-MoS₂,电镀装置示意图如图 1 所示,电镀液成分(质量浓度)及工艺参数见表 1、2,其中 CTAB 为溴化十六烷三甲基铵。

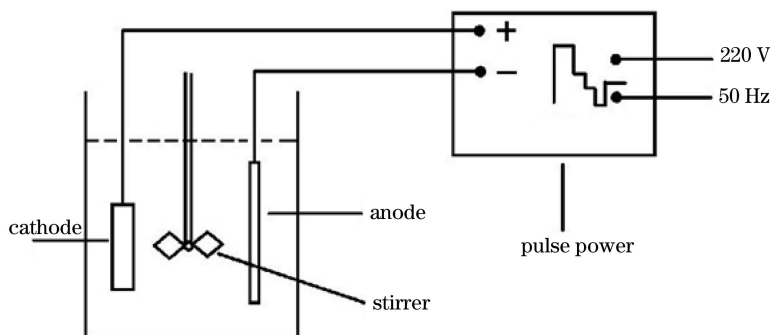


图 1 电镀装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of plating setup

表 1 电镀液成分

Table 1 Components of electroplating solution

Component	Mass concentration / (g/L)
NiSO ₄ ·6H ₂ O	150
NiCl ₂ ·6H ₂ O	30
H ₃ BO ₃	25
Na ₂ SO ₄	12.5
CTAB	0.5
MoS ₂	2-10

表 2 工艺参数

Table 2 Technological parameters

Technological parameter	Value
pH	4-6
Temperature /°C	40-60
Current density /(A/dm^2)	2.5-6.0
Stirring speed /(r/min)	200-400

电镀后利用日本电子株式会社 JSM-6380LV 型扫描电子显微镜观察镀层结合面情况,利用中国科学院上海硅酸盐研究所 D/Max-rA 型 X 射线衍射仪对镀层进行组织结构分析。镀层晶粒度大小由 X 射线衍射图谱结合 Scherrer 公式确定:

$$d = K\lambda / (\beta \cos \theta), \quad (1)$$

式中 d 为晶粒平均直径; K 为常数,通常取 0.89; β 是以弧度为单位的衍射峰半峰全宽; θ 是衍射角,单位是度($^\circ$); λ 为入射 X 射线波长。试验采用 Cu 靶的 $K\alpha$ 辐射,入射光波长 $\lambda = 0.154060$ nm,扫描角度 2θ 范围为 $20^\circ \sim 90^\circ$,电压为 40 kV,电流为 30.0 mA,扫描步长为 0.05° ,扫描速度为 $5^\circ/min$ 。

2.3 摩擦磨损性能测试

采用可控气氛摩擦磨损试验机对 Al_2O_3 陶瓷球/45 钢盘的配副进行试验,对比织构化复合镀层与未织构化处理的镀层的摩擦学性能。试验条件为:干摩擦,载荷 3 N,摩擦滑动半径 15 mm,转速 300 r/min,对应的线速度 0.5 m/min。

试验结束后,将试样放入丙酮溶液中超声清洗 10 min 后烘干,利用精度为 0.1 mg 的上海天平仪器厂 TG328 型分析天平测得试样在磨损后的重量,对比不同表面形貌的摩擦配副在相同条件下的磨损率,并利用金相显微镜以及扫描电子显微镜对磨损表面形貌进行观察,研究其磨损机理。

3 试验结果与分析

3.1 织构化表面形貌

图 2 为不同脉冲次数下钢盘表面进行织构化处理形成的单个微孔织构形貌。图 2(a)为 5 个脉冲下形成的微孔,因为脉冲次数较少,且脉冲加工以螺旋线的方式进行,所以在微孔内部只有较浅区域的金属发生了熔化,且保留了螺旋线的轨迹,微孔深度约为 $5 \mu m$ 。随着脉冲次数增大到 20,微孔呈倒锥型且深度增加,更多的金属被熔化去除掉,在孔的边缘凝固堆积,微孔深度约为 $10 \mu m$,如图 2(b)所示。当脉冲次数增加到 40,微孔最外圈直径变化不大,但微孔的内部轮廓非常清晰,且空腔体积明显增大,其直径约为 $200 \mu m$,深度约为 $20 \mu m$,如图 2(c)所示。利用激光对金属进行加工时,高功率密度激光可以使材料快速加热至气化温度,蒸发形成孔洞,同时孔洞边缘出现金属熔化后的沉积物。

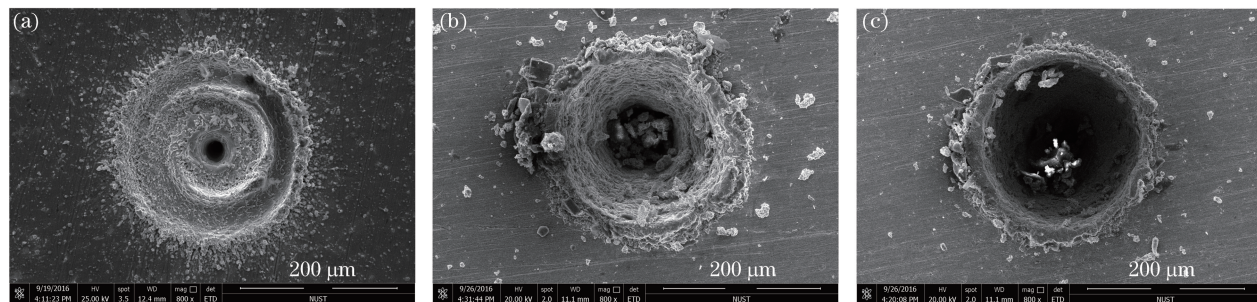


图 2 不同脉冲次数下形成的微孔形貌。(a) 5;(b) 20;(c) 40

Fig. 2 Morphology of micro-hole processed under different number of pulses. (a) 5; (b) 20; (c) 40

图 3 为织构化复合镀层的阵列形貌。试样表层经过抛光处理后,能部分消除激光溅射形成的堆积物,微孔直径约为 $200 \mu m$,周向间距和径向直径约为 $800 \mu m$,微孔密度约为 2.8%。

图 4 为微孔内金属熔化的显微照片。激光表面织构作用过程如下^[21]:金属材料被功率密度为 $10^6 \sim 10^9$ W/cm² 的激光辐照后温度升高,材料表面发生熔化或气化;被气化的分裂混合物在孔内爆炸喷射

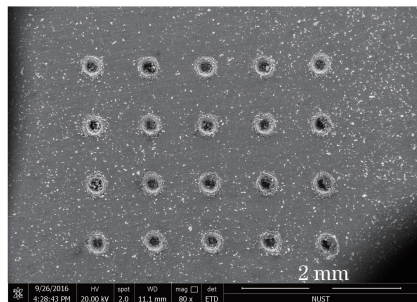


图3 微孔型结构阵列形貌

Fig. 3 Morphology of micro-hole texturing array

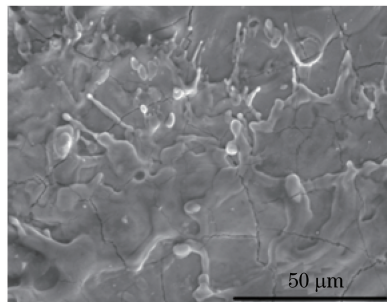


图4 微孔内金属熔化后的形貌

Fig. 4 Morphology of molten metals in micro-hole

出来,随着分裂物的喷射,气化以不变的速度向材料内部移动,材料被气化去除,微孔的深度和有效直径逐渐增大;到某一瞬间,液体、蒸气以及单位排放量趋于恒定,熔化、气化迅速结束,形成尖锥形底部,并在微孔内部形成金属飞溅的痕迹。

3.2 镀层形貌及表征

图5为复合镀层的截面图,其中上方较薄部分为Ni-MoS₂镀层,下方为45钢基体。可以看出,镀层表面平整,和基体结合的位置不存在过渡区域且有明显分界线,说明两者是通过金属在表面形核与长大的方式互相结合的。电镀的预处理越好,电镀沉积层与基体的结合力就越强。镀层厚度约为100 μm,与预期值相比略小,可能是由于对镀层进行抛光处理时,表层材料被去除掉了一部分。

图6为镀层的X射线衍射图。图中出现了两个明显衍射峰,分别为纯镍的(111)和(200)晶向,衍射峰强度较强,根据(1)式可知,复合镀层中Ni的平均晶粒直径为50 nm。其余三个较弱的衍射峰显示为MoS₂。Ni峰的面积大且高。由于金属晶粒细化后,单位体积内的晶粒数目增加,因此偏移布拉格条件的晶粒数也相应增加,进而发生偏移的衍射线增加,导致衍射峰变宽。

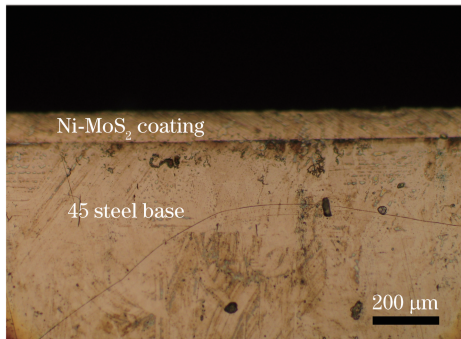


图5 镀层的截面形貌

Fig. 5 Sectional morphology of composite coatings

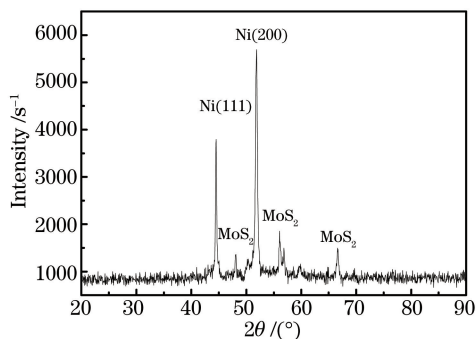


图6 复合镀层的X射线衍射图谱

Fig. 6 X-ray diffraction pattern of composite coatings

3.3 摩擦性能

3.3.1 织构化的影响

图7为不同配副材料的摩擦系数随滑动距离的关系曲线。可以看出,未织构化镀层的摩擦系数随滑动距离的增大从0.20升高到0.35;织构化镀层配副微孔的存在会提高表面粗糙度,经过初始磨合阶段后,摩擦系数在0.08~0.12之间波动,在磨损中后期,摩擦系数随着滑动距离的增大而增大。镀层中Ni的硬度和强度都大于基体中的,Ni与软质MoS₂共同作用形成了硬基体和软质点的配合,对固体润滑剂起到支撑作用,降低了摩擦系数和磨损量。

3.3.2 微孔深度影响

图8为不同微孔深度对摩擦性能的影响。从图8(a)可以看出,在摩擦过程初期,微孔对表面固体润滑涂层有保持作用,摩擦系数维持在较低水平且变化平稳;随着滑动距离的增加,5个脉冲形成的织构微孔深度较浅,在干摩擦过程中容易被刮掉,因此摩擦系数快速上升;而40个脉冲形成的织构化接触面在滑动距离超过700 m后才开始增大。从图8(b)也能发现,具有一定深度的微孔可以使摩擦过程中形成的转移膜维持

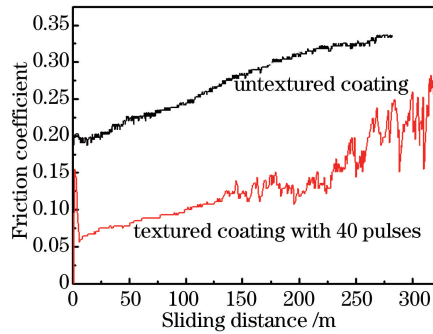


图 7 不同配副材料的摩擦系数随滑动距离的关系曲线

Fig. 7 Friction coefficient of different pair materials versus sliding distance

更久的时间,并有效降低磨损率。其中,40个脉冲形成的织构化镀层具有最佳的抗磨损性能,且磨损寿命是20个脉冲形成的织构化镀层的3倍。

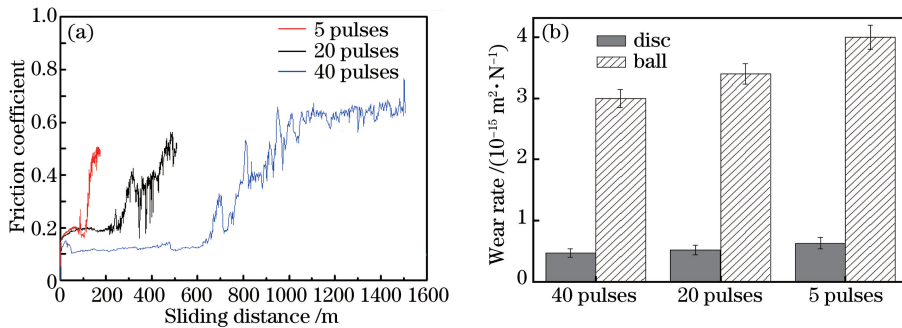


图 8 不同微孔深度对摩擦系数的影响。(a)摩擦系数;(b)磨损率

Fig. 8 Effect of different pore depth on frictional coefficient. (a) Friction coefficient; (b) wear rate

3.4 摩擦磨损机理

图9为织构化复合镀层摩擦磨损后的显微照片。镀层中的 MoS_2 是具有层片状结构的软质固体润滑剂,摩擦过程中容易发生剪切断裂,在载荷和速度的作用下具有一定的流动性,摩擦受热后粘附在接触面间的无织构区域,如图9(a)所示;磨损初期随着滑动距离的增加,镀层上的微孔深度变小,微孔周围区域的镀层出现剥落现象并形成白色层片状转移膜,如图9(b)所示,利用X射线能谱(EDS)分析可知,微孔内部仍保留少量的固体润滑剂。在循环应力的作用下,镀层发生塑性变形,产生微观裂纹,裂纹沿着切应力方向以纯剪切方式扩展,最终形成磨屑^[18]。在摩擦过程中,转移膜沿着滑动方向铺展,与微孔排列方向一致,与其他微孔内的 MoS_2 连接成润滑膜,延长摩擦副的使用寿命。

对图9(b)中的微孔区域进行EDS分析可知:元素Fe含量为57.81%(质量分数,下同),元素Ni含量为40.8%,元素Mo含量为1.39%。试验选用45钢为基体,基体中主要含有Fe元素,说明在摩擦过程中镀层里的Ni和 MoS_2 从表面脱落,部分形成磨屑留在微孔内,部分转移至对磨材料表面,并形成连续转移膜。

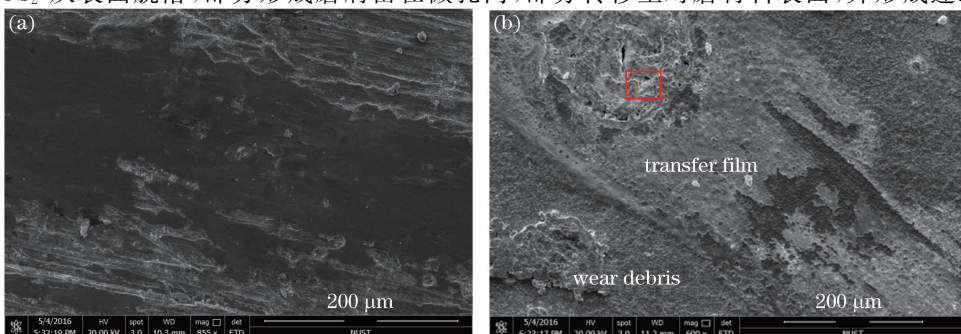


图 9 织构化镀层的磨损形貌。(a)微孔周围区域;(b)其他区域

Fig. 9 Wear topography of textured coating. (a) Regions around micro-hole; (b) other regions

4 结 论

利用脉冲激光对 45 钢盘表面进行了微孔型织构化处理,通过控制激光脉冲次数形成具有不同深度的微孔,在 5、20、40 个脉冲下分别形成了不同深度的织构阵列。随着脉冲次数的增加,微孔最大直径无明显变化,但深度和空腔体积明显增大,40 个脉冲形成的微孔直径约为 $200\ \mu\text{m}$,深度约为 $20\ \mu\text{m}$ 。干摩擦条件下,织构化处理的复合镀层可以明显降低球/盘配副的摩擦系数。对不同脉冲次数形成的织构化镀层进行摩擦试验表明,微孔深度的增加可进一步降低摩擦系数。表面织构可以有效地储存摩擦副表面的固体润滑剂,减缓润滑剂的释放,并在织构附近形成连续转移膜。其中,40 个脉冲形成的织构配副具有最低的摩擦系数和磨损率,且磨损寿命是 20 个脉冲形成的织构化镀层的 3 倍。

参 考 文 献

- [1] Gandra J, Krohn H, Miranda R M, *et al.* Friction surfacing – A review [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, 214(5): 1062-1093.
- [2] Yang Benjie, Liu Xiaojun, Dong Lei, *et al.* Effect of surface topography on the interface tribological behavior of sliding contact[J]. *Tribology*, 2014, 34(5): 553-560.
杨本杰, 刘小君, 董磊, 等. 表面形貌对滑动接触界面摩擦行为的影响[J]. *摩擦学学报*, 2014, 34(5): 553-560.
- [3] Wan Yi, Li Jianliang, Xiong Dangsheng. Influence of sliding velocity on lubrication state of surface texturing [J]. *Journal of Central South University (Science and Technology)*, 2015, 46(12): 4442-4447.
万轶, 李建亮, 熊党生. 滑动速度对织构化表面润滑状态的影响[J]. *中南大学学报(自然科学版)*, 2015, 46(12): 4442-4447.
- [4] Sued M K, Pons D, Lavroff J. Design features for bobbin friction stir welding tools[J]. *Materials and Design*, 2014, 54: 632-643.
- [5] Huang Zhihui, Liu Huixia, Shen Zongbao, *et al.* Process parameters analysis on surface texturing under laser shock peening[J]. *Chinese J Lasers*, 2012, 39(5): 0503004.
黄志辉, 刘会霞, 沈宗宝, 等. 工艺参数对激光冲击微造型效果的影响[J]. *中国激光*, 2012, 39(5): 0503004.
- [6] Feldman Y, Kligerman Y, Etsion I, *et al.* The validity of the Reynolds equation in modeling hydrostatic effects in gas lubricated textured parallel surfaces[J]. *Journal of Tribology*, 2006, 128(2): 345-350.
- [7] van Kuilenburg J, Masen M A, Groenendijk M N W, *et al.* An experimental study on the relation between surface texture and tactile friction[J]. *Tribology International*, 2012, 48: 15-21.
- [8] Grabon W, Koszela W, Pawlus P, *et al.* Improving tribological behaviour of piston ring-cylinder liner frictional pair by liner surface texturing[J]. *Tribology International*, 2013, 61: 102-108.
- [9] Fu Yonghong, Liu Qiangxian, Ye Yunxia, *et al.* Research on laser surface micro texturing processing of single pulse intervals[J]. *Chinese J Lasers*, 2015, 42(12): 1203005.
符永宏, 刘强宪, 叶云霞, 等. 同点间隔多次激光微织构工艺研究[J]. *中国激光*, 2015, 42(12): 1203005.
- [10] Gu C X, Meng X H, Xie Y B, *et al.* Effects of surface texturing on ring/liner friction under starved lubrication[J]. *Tribology International*, 2016, 94: 591-605.
- [11] Shinkarenko A, Kligerman Y, Etsion I. The effect of surface texturing in soft elasto-hydrodynamic lubrication [J]. *Tribology International*, 2009, 42(2): 284-292.
- [12] Ibatan T, Uddin M S, Chowdhury M A K. Recent development on surface texturing in enhancing tribological performance of bearing sliders[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2015, 272: 102-120.
- [13] Hu J, Xu H B. Friction and wear behavior analysis of the stainless steel surface fabricated by laser texturing under water[J]. *Tribology International*, 2016, 102: 371-377.
- [14] Joshi B, Tripathi K, Gyawali G, *et al.* The effect of laser surface texturing on the tribological performance of different Sialon ceramic phases[J]. *Progress in Natural Science: Materials International*, 2016, 26(4): 415-421.
- [15] Zhou Jianzhong, Wang Jianjun, Feng Xu, *et al.* Tribological behavior of laser textured nodular cast iron surface[J]. *Chinese J Lasers*, 2016, 43(6): 0602007.
周建忠, 王建军, 冯旭, 等. 激光微造型球墨铸铁表面的摩擦学特性[J]. *中国激光*, 2016, 43(6): 0602007.
- [16] Vlădescu S C, Olver A V, Pegg I G, *et al.* Combined friction and wear reduction in a reciprocating contact through

- laser surface texturing[J]. *Wear*, 2016, 358-359: 51-61.
- [17] Gharam A A, Lukitsch M J, Balogh M P, *et al.* High temperature tribological behavior of W-DLC against aluminum [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2011, 206(7): 1905-1912.
- [18] Segu D Z, Kim J-H, Choi S G, *et al.* Application of Taguchi techniques to study friction and wear properties of MoS₂ coatings deposited on laser textured surface[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2013, 232: 504-514.
- [19] Zhang Junyan. Design and research advances of tribological films and coating[J]. *Tribology*, 2006, 26(4): 387-396.
张俊彦. 薄膜/涂层的摩擦学设计及其研究进展[J]. *摩擦学学报*, 2006, 26(4): 387-396.
- [20] Donnet C, Erdemir A. Historical developments and new trends in tribological and solid lubricant coatings[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2004, 180-181: 76-84.
- [21] Fan Jinrong, Huang Shu, Zhou Jianzhong, *et al.* Analysis and expectation of microscale laser shock forming[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2012, 49(1): 010003.
范金荣, 黄舒, 周建忠, 等. 激光微冲击成形技术分析与发展[J]. *激光与光电子学进展*, 2012, 49(1): 010003.