

载能粒子沉积用于钻探机具的硬质润滑薄膜

于翔, 刘宝林, 王成彪

(中国地质大学(北京)工程技术学院, 北京 100083)

摘要: 提高钻探机具耐磨、耐蚀性能及其在苛刻工况条件下的使用寿命是地质工程领域中急待解决的一个关键技术问题。在评述钻探机具表面强化研究概状和热点问题的基础上, 围绕载能粒子对气相沉积硬质摩擦学薄膜结构和综合摩擦学性能的影响这一中心, 从提高钻探机具零件耐磨减摩性能出发, 以多种载能粒子沉积技术为制备手段, 以复合化、纳米化和多层梯度化的研究思路合成出多种硬质润滑薄膜, 进行了钻探机具零件摩擦学薄膜制备、结构、性能和应用的基础研究。试图为硬质润滑薄膜在易损件耐磨减摩应用中拟定有效的表面强化实用技术, 同时为研制新型钻探机具、提高钻探效率和改善星际钻探等机具适用性提供新的技术。

关键词: 载能粒子沉积; 钻探机具; 硬质润滑薄膜

中图分类号: P634.3

文献标识码: A

文章编号: 1672-7428(2009)S1-0074-08

Energetic-Particle Depositing Hard-Lubricated Films for Drilling Implements

YU Xiang, LIU Bao-lin, WANG Cheng-biao

(School of Engineering and Technology, China University of Geosciences (Beijing), Beijing 100083 China)

Abstract: A key concern in the field of geo-engineering is to improve the wear and corrosion resistance of the drilling tools so as to extend their service life under rigorous and severe working conditions. In this paper, it firstly reviews the researches on surface enhancement of wearing parts for drilling implements, and goes on to explore the impact of energetic particles on the structural and combined tribological performance of various films. Several hard-lubricated films have been synthesized. The design of these films normally involves with the nanometric engineering of multilayered composites and the variation of layer gradients. The research fundamentally covered the preparation, the formation of microstructure, the creation of suitable properties and the adequate application of tribological films for the geo-drilling implements. Results of the studies offer useful theoretical pointers for: (i) developing new drilling implement, (ii) improving drilling efficiency and (iii) guaranteeing the adaptability of drilling components in extraterrestrial exploration.

Key words: energetic-particle deposition; drilling implement; hard-lubricated film

钻探机具是完成地质勘探并取得第一手地质资料的重要设备。钻探机具质量的优劣直接影响钻探工程实施的工作效率和经济效益。钻探机具零件在使用过程中产生的磨损使钻具系统性能退化, 当磨损到一定程度时就会出现故障, 严重时整个钻探系统不能继续正常工作, 甚至会出现事故。磨损不但影响了机具的可靠性、延长了钻探周期, 而且处理相关事故耗费了大量的人力、物力和财力。零件表面强化是提高钻探机具寿命和使用效率的重要途径, 是一项集科学与技术于一体的关键地质工程

技术。

提高在苛刻地质工况条件下零件表面的摩擦学性能是钻探机具研究中的重要前沿领域课题。但目前国内尚未对钻探机具表面强化实用技术进行系统研究, 迄今为止, 有关利用多元材料、多种沉积方法改善零件在复杂条件下减摩、耐磨和耐蚀性能的研究仍为空白。

伴随着降低摩擦磨损的迫切需要, 载能粒子沉积硬质、超硬薄膜和固体润滑薄膜逐步得到人们的重视。载能粒子沉积的硬质润滑薄膜具有特殊的结

收稿日期: 2009-08-30

作者简介: 于翔(1969-), 男(汉族), 甘肃人, 中国地质大学(北京)工程技术学院副教授, 博士生导师, 从事钻探机具表面强化方面的工作, 北京市海淀区学院路29号, yuxiang@cugb.edu.cn。

构和良好的综合摩擦学性能:(1)高硬度和超高硬度赋予零件远优于基材的耐磨性;(2)自润滑和低摩擦系数能够大幅度提高摩擦副在苛刻工况条件下的使用寿命;(3)高的薄膜/基材结合强度能够保证镀膜件的可靠性;(4)平滑的表面和几十纳米至数微米的厚度选择范围能够满足零件的加工精度和密封要求;(5)利用载能粒子沉积能够实现镀膜材料的复合化、纳米化和多层梯度化,从而可以根据特定的使用要求针对性地选择所需要的薄膜材料;(6)镀膜过程中没有污染。由于具有特殊的结构和良好的综合摩擦学性能,载能粒子沉积的硬质润滑薄膜是极具应用潜力的先进表面强化技术,在机械加工、机械制造和航空航天工业中都有广泛的应用前景。

1 传统钻探机具表面强化方法的不足

随着深钻和高精度定向钻探等钻探任务的迅速增加,钻进条件变得更加苛刻,对钻探机具表面强化提出了越来越高的要求。例如:旋转导向钻具的纠偏装置利用高压液体使活塞与缸套发生相对运动来控制钻进方向,结构合金钢制的活塞和缸套构成的摩擦副存在摩擦系数和磨损率高的问题,这会导致高压液体发生泄漏、动力传递效率低、纠偏能力减弱或丧失^[25,26]。孔底液动锤也会由于活塞与活塞缸之间产生的严重摩擦磨损导致密封性能和动力传递效率降低,甚至出现冲蚀沟槽,致使液动锤失效。对这些摩擦副进行表面强化和减摩处理,降低磨副的摩擦系数和磨损率,对进一步改善孔底功能钻具的工作性能、延长机具使用寿命具有重要意义。在一些新型的孔底功能钻具如转阀式液动锤等研制中常采用端面密封的盘阀结构来实现对高压泥浆的分配和密封,要求盘阀端面要具有耐磨、密封、摩擦系数低等性能。

目前采用单一材料的传统钻探机具表面强化方法有四类:(1)表面淬火。工艺简单、成本低,但耐磨性能不好。(2)渗氮。渗氮是氮原子渗入零件表面形成富氮硬化层,缺点在于减摩性欠佳^[17,18]。(3)电镀铬。液压件普遍采用电镀铬提高零件耐腐蚀和耐磨损性能;镀铬层耐磨、耐蚀、表面光亮;但电镀硬铬工艺会导致严重的环境问题,镀铬使用的铬酸溶液会产生含铬酸雾和废水,六价铬离子对环境污染严重。(4)热喷涂。通过某种热源将喷涂材料加热至熔融或半熔融状态,然后喷射到基材表面形成一层性能优于原来基材的涂

层。具有工艺简单,涂层和基材选择范围广,涂层厚度变化范围大和沉积效率高的优点。但是热喷涂层是由变形粒子相互交错呈波浪式堆叠在一起的层状结构,粒子之间存在着孔隙和氧化物夹杂缺陷,导致涂层存在结合力差、孔隙率高和均匀性差等问题;为解决结合力差问题而衍生出来的喷涂加重熔两步法工艺,又由于基材热变形而限制了其使用范围^[21,22]。传统的表面强化方法在工艺上滞后并存有缺陷,已不能满足现代钻探机具发展的需要,其原因除受到本身技术的制约外,还突出反映表面处理后的产品性能单一、质量偏低、污染严重。

随着超深钻探和星际钻探等新型钻探机具的发展,迫切需要改善在苛刻地质工况条件下金属零件的摩擦学性能,研究在多介质地质环境中利用多种材料进行表面强化的问题。钻具表面强化是通过对接材表面进行强化处理使零件获得抗磨、减摩和耐蚀等摩擦学性能。气相沉积硬质摩擦学薄膜技术在这一领域中得到了迅猛的发展,许多研究成果正逐步得到应用,并成为表面强化中新的发展方向。由于摩擦副零件主要是低回火温度材料,在气相沉积过程中能够实现薄膜材料的低温化、复合化和多层化,改善摩擦副的运动可靠性和寿命。利用该技术进行表面减摩耐磨处理,可用低成本材料替代原来需要用高合金材料的零件,而达到同等甚至更高的使用效果,最终实现节能、节材及提高效率的目的。

2 载能粒子沉积硬质润滑薄膜

在薄膜生长过程中引入载能粒子能够明显改变薄膜显微结构,改善薄膜性能,提高薄膜的使用寿命,在薄膜发展过程中的作用越来越重要,但目前对载能粒子沉积薄膜的生长机理知之甚少。随着载能粒子沉积如等离子体化学气相沉积、真空阴极多弧离子镀和磁控溅射等的应用,新型硬质薄膜如氮化硼(BN, Boron Nitride)和具有低摩擦高抗磨性的类金刚石碳(DLC, Diamond-like Carbon)薄膜等应运而生。近来有关低摩擦耐磨薄膜、离子能量和流量及复合薄膜体系问题已成为该领域的研究焦点。

1999年Balzers公司的V. Derflinger等人]预言利用气相沉积技术制备出兼备耐磨和低摩擦系数的薄膜能实现无润滑液切削,拓宽现有薄膜的应用并将成为新一代环保而有效的工具涂层。图1示出在硬质合金刀具上沉积由WC/C减摩顶层和TiAlN

耐高温过渡层构成的多层膜。与传统涂层相比,这种低摩擦耐磨多层膜在金属切削操作中表现出优越的性能,尤其用于钢及铝合金的钻孔和攻丝。此外,对工具涂层磨损机理的认识从切削边缘延伸至退出磨屑的接触区域,利用涂层的低摩擦性能,使少用甚至不用切削润滑液成为可能,由于这些润滑液通常是有毒的且需要后处理,减少切削润滑液用量对于改善操作环境和保护资源有重要意义。遗憾的是,他们的预言并没有得到研究人员的重视,国内外很少有类似的研究报道。

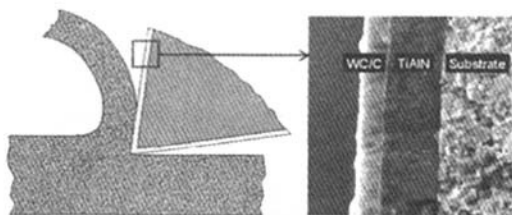


图1 在硬质合金刀具上沉积由 WC/C 减摩顶层和 TiAlN 耐高温过渡层构成的多层膜

硬质润滑薄膜兼备硬质薄膜的高硬度(硬质)和固体润滑薄膜的低摩擦系数(润滑)的特性,因此有广泛的耐磨减摩应用前景。在摩擦学应用中,还应当注意薄膜和基材间的结合力(附着力),包括薄膜各层间的结合力,是保障薄膜具有硬质润滑特性的基础。硬质润滑薄膜具备良好的综合摩擦学性能,包括膜基间的结合力、薄膜硬度和薄膜摩擦磨损性能。在结合力好(临界载荷 L_c ? 40 N)的基础上,硬度越高,摩擦系数越低、磨损率越小,薄膜的综合摩擦学性能越好。然而,实际上得到的薄膜往往具有部分综合性能,仅具有一种和一种以上的良好性能,限制了薄膜的应用。

硬质薄膜是指沉积在工件表面的高硬度耐磨涂层。为了提高零件耐磨性,早期开发的镀层以提高硬度作为主要目标。最典型的是 TiN 和 TiC 镀层, TiC 比 TiN 硬度高,但其抗冲击、抗高温氧化及色泽等不及 TiN, TiC 在切削高温下和钢基材易因增碳而脆化。我国 20 世纪 80 年代初引进的气相沉积设备多以单一 TiN 为主要镀膜对象。随着机械制造业的迅速发展,难加工的零件越来越多,加工精度要求越来越高,对薄膜的要求亦随之提高。与此同时,硬质薄膜应用也从刀具扩展到模具、抗磨件和精密零件。除了高硬度,硬质薄膜还需要有良好的膜基结合力、耐热性、韧性和耐冲击等性能,

即薄膜具有在规定工况条件下的适应性。

改善材料耐磨性能的方法有两种,一种是上述的硬质薄膜,另一种是固体润滑薄膜。摩擦和磨损的反面是润滑,润滑的目的是为了降低摩擦和减少磨损。在空间应用中,在高真空、强辐射和温变条件下不允许使用油脂类润滑材料,利用摩擦学设计固体润滑薄膜,能够改善空间机械零件耐磨性能,提高材料利用率,延长摩擦副使用寿命,进而提高整个设备的可靠性。固体润滑薄膜具有摩擦系数小的特点;摩擦系数小于 0.2 的薄膜具有自润滑特性而将其称为润滑薄膜。DLC 和 MoS_2 薄膜是两种最重要的固体润滑薄膜,具有广泛的应用前景;DLC 薄膜的优势在于同时具备高硬度和低摩擦系数的特性,即硬质润滑薄膜; MoS_2 薄膜的空间摩擦学性能随航天工业的发展已成为一个研究热点。

3 载能粒子沉积用于钻探机具的硬质润滑薄膜

钻探机具发展迅速,尤其是超深钻探和星际钻探,但遭受日趋严重的磨损危害,迫切需要采用环保而有效的耐磨减摩表面强化技术降低和预防金属零件磨损失效。改善苛刻条件下零件的摩擦学性能已成为影响地质工程和地质资源发展的一个重要研究课题。由于具备特殊的结构和综合摩擦学性能,载能粒子沉积硬质润滑薄膜有望成为改善不同工况条件下零件表面摩擦学性能的有效实用技术。

单一材料表面强化不能满足在苛刻工况条件下零件的耐磨使用要求。钻探机具工作条件恶劣,金属零件在多介质和多过程工作环境中受到诸多因素影响,载能粒子沉积的硬质、超硬和固体润滑薄膜可满足对零件改性提出的综合摩擦学性能要求,具有广泛的应用前景。载能粒子对薄膜的主要作用有:(1)优化薄膜显微结构;(2)改善膜基间结合力;(3)提高薄膜硬度和降低薄膜摩擦系数。

针对现有的单一材料表面强化方法和单一薄膜难以实用化的症结,硬质润滑薄膜的研究思路是利用“三化”:多组元复合化、晶粒纳米化和多层梯度化,进行气相沉积多元材料和多种方法的研究来满足不同工况条件下金属零件的表面强化要求,将这“三化”有机地统一于一体是获得硬质润滑薄膜的有效途径。

3.1 MoS_2 薄膜润滑

星际钻探的发展迫切需要能够在极端真空条件下使用的固体润滑材料,而层状 MoS_2 薄膜是一种重要的空间固体润滑材料。9Cr18 马氏体不锈钢具

有良好的柔韧性、可加工性和低温适应性，作为一种常用轴承钢材料，9Cr18 不锈钢在航空航天工业中应用多年。使用结果显示^[118]，9Cr18 轴承遭受摩擦学性能不好而引起的早期失效，以至于影响到整个机械系统的可靠性，而 9Cr18 轴承摩擦副构件失效主要发生在工作表面和次表面层。

精密角接触球轴承是一种常用空间机械组件，航天器的定向、运动控制和仪表运转等许多重要功能都需要通过它来实现。由于易于遭受冷焊等引起的早期失效，没有可靠固体薄膜润滑的角接触球轴承几乎不可能具有苛刻空间工况条件下所需要的准确性和可靠性，球轴承的运转可靠性主要取决于其润滑情况。因此需要采用固体润滑薄膜来改善空间用球轴承的使用寿命。问题在于不但需要选择和合成具有低摩擦和高可靠性能的固体润滑薄膜，而且需要优化轴承部件和润滑薄膜配置。迄今为止，很难看到有关复杂空间组件润滑实效过程和机理分析的文献报道，而相关系统试验资料的报道更少，这些问题阻碍了固体润滑薄膜的应用。

为此，系统考察了 9Cr18 钢摩擦副在大气和真空环境中以及在有无 MoS₂ 基薄膜润滑条件下的摩擦磨损性能；利用溅射 MoS₂ 基复合薄膜和离子镀 TiN 薄膜改进精密角接触球轴承固体润滑薄膜系统。试图探明在复合表面改性处理中 0 至 200eV 低离化载能粒子对复合薄膜结构和综合摩擦学性能的影响，考察精密角接触球轴承薄膜润滑过程，为 MoS₂ 基薄膜在 9Cr18 钢等零件上的应用提供实验依据和理论指导。

待测试的 C6205（Φ25mm × Φ52mm × 15 mm）型角接触球轴承是由内外套圈（Inner and outer races）、轴承球（Balls）和保持器（Retainer）组合而成，球轴承结构示意图和早期处理方法见图 2。从表 1 可以比较在不同角接触球轴承部件上进行的早期和后期处理。

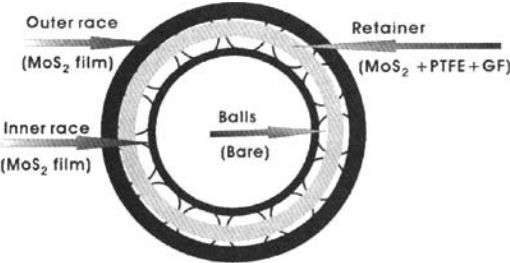


图 2 待测试角接触球轴承结构示意图和早期处理

表 1 不同球轴承部件上早期和后期处理比较

位置	处理方法比较	
	早期处理	后期处理
外套圈	溅射 MoS ₂ 薄膜（约 0.6μm 厚）	溅射含有微量稀土元素和金的 MoS ₂ 复合薄膜（约 1 μm 厚）
内套圈	溅射 MoS ₂ 薄膜（约 0.6μm 厚）	溅射含有微量稀土元素和金的 MoS ₂ 复合薄膜（约 1 μm 厚）
钢球	未镀膜	电弧离子镀 TiN 复合薄膜
保持器	未镀膜，用固体复合材料（PTFE + GF（玻璃纤维）+ MoS ₂ 粉）	未镀膜，用固体复合材料（PTFE + MoS ₂ 粉）

注：为了克服内、外套圈曲面引起 MoS₂ 膜厚不均，套圈分别朝上和朝下各镀一次。

在 30min 摩擦实验期间，每间隔 5min 取点绘出 9Cr18 钢摩擦副的摩擦试验曲线，如图 3 所示，跑合阶段的摩擦系数比较小，随后增大并趋于平缓，因为球与盘实际接触面积在跑合阶段较小，球盘间粘着强度较弱，导致摩擦系数较低；当盘表面微凸起物被磨掉后，球 - 盘实际接触面积增大，摩擦热效应也变大，摩擦振动加剧使摩擦系数增大，从啮合直至失效。

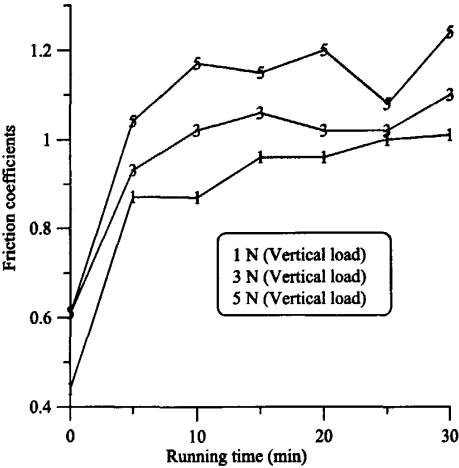


图 3 大气环境中不同载荷下 9Cr18 摩擦副的摩擦系数变化曲线

利用图 3 所述方法，图 4 示出在不同实验条件下采集到的摩擦系数特征值（包括最大值、平均值、最小值）。通过比较这些特征值可以看出：在大气条件下，9Cr18 球 - 盘摩擦副的平均摩擦系数随载荷增加而增大，但是在真空条件下的变化趋势

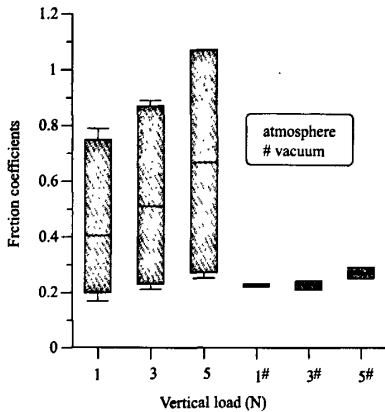


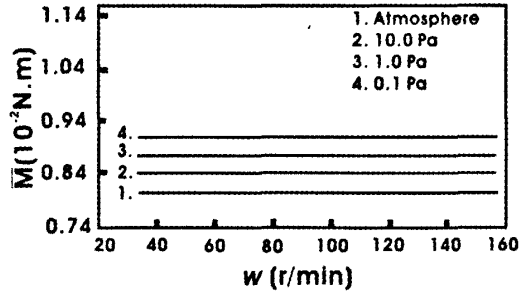
图4 从摩擦试验中采集到的滑动摩擦系数特征值

不太明显; 9Cr18 球-盘摩擦副在大气条件下的平均摩擦系数比在真空条件下的高得多。

MoS₂ 基薄膜的固体润滑作用是很明显的, 在大气中和真空条件的摩擦系数都降低了 3~4 倍, 在真空条件下 9Cr18 摩擦副的摩擦系数低于 0.1, 说明 9Cr18 摩擦副的摩擦系数随环境气压的降低而减小。MoS₂ 基薄膜具有良好的转移和自补偿性能, 在摩擦过程中容易填入摩擦副表面凹陷处, 增大了表面实际接触面积并形成了转移润滑膜。如图 5 所示, 在中真空 (6Pa) 真空条件下 9Cr18 盘磨痕更加均匀光滑, MoS₂ 薄膜润滑降低了磨粒磨损、粘着。

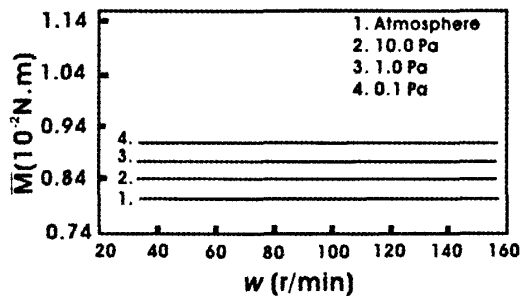
在真空环境中, 由于金属滑动摩擦副表面氧化膜和吸附膜脱附, 粘着性增加, 摩擦热聚集, 导致摩擦振动加剧, 摩擦温度升高, 摩擦系数往往比在大气环境中的大^[128]。但在 6Pa 真空条件下 9Cr18 摩擦副的摩擦系数低于大气条件下的, 这个异常现象有待进一步分析, 估计和 9Cr18 盘表面粗糙度、低载荷有关。

由图 6 可知, 在 30~160 r/min 转速 w 范围

图6 不同压力条件下和 w 的对比曲线

内, 轴承副的平均摩擦力矩值基本上保持恒定; 随着真空室压力从大气降至 0.1 Pa, 值呈现出降低的趋势, 说明 MoS₂ 溅射膜润滑的球轴承性能随着沉积压力降低变得更好。

由图 7 可知, 在 0 至 1×10^6 r 转数范围内, 球轴承润滑状态良好; 当转数超过 1×10^6 r 后, $\bar{M}$ 值明显升高, 球轴承出现振动, 润滑性能逐步恶化; 将镀有 MoS₂ 等膜球轴承的润滑过程依次分为 AB、BC 和 CD 三个阶段。

图7 MoS₂ 膜润滑球轴承副的和 n 比曲线

分析球轴承薄膜润滑性能失效过程有助于了解其润滑失效机理。首先, 在膜表面层中, 钢球在内外套圈沟道 MoS₂ 膜上往复滚动引起了轻微磨损;

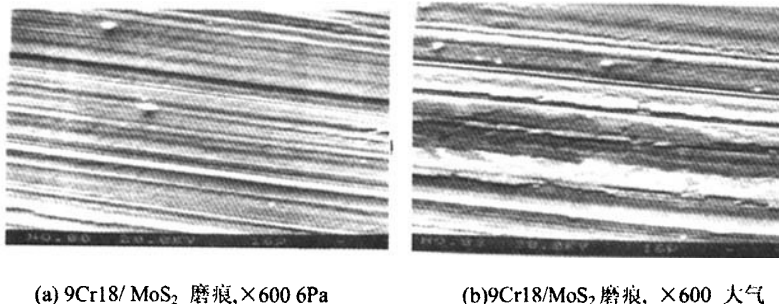


图5 磨痕表面对比

接着,在 MoS_2 膜双向转移过程中,球轴承经过一个长而稳定的工作期。滑动摩擦使膜发生磨粒磨损。由于 GF 划伤形成的硬制颗粒使磨损加剧,钢球表面变得粗糙。当 MoS_2 膜减薄至一定程度,出现膜表面泡状隆起和破裂,摩擦力矩增大,膜润滑系统性能变差。由于磨粒磨损和疲劳微裂纹增加, MoS_2 膜减薄加剧。在某些微区中残余 MoS_2 膜剥离后,摩擦力矩增大直至 MoS_2 膜接近耗尽。疲劳点蚀扩展至 MoS_2 膜和轴承基材交界面,引起基体外露。随着振动变得明显,摩擦力矩显著增加, MoS_2 膜固体润滑失效。

在角接触球轴承润滑系统中采用了表 1 所示的后期处理:(1) 去除保持器中 GF 成分来避免出现 GF 划伤;(2) 在 MoS_2 靶材中混入含氟稀土元素化合物 (REMF) 和 Au 来提高 MoS_2 膜的耐磨损能力;(3) 在球表面以离子镀沉积 TiN 复合膜来提高钢球的耐划伤能力。后期真空寿命检测结果显示,球轴承的使用寿命得到显著提高,在低而稳定摩擦力矩条件下有效转数超过 $1 \times 10^8 r$ 。这个试验结果也证实了所提出角接触球轴承固体润滑失效机理的可行性,这个机理对改善其它球轴承的薄膜润滑性能同样有借鉴作用。

3.2 含铬类金刚石 (DLC) 薄膜

含铬 DLC 薄膜是一种极具应用潜力的硬质润滑薄膜,由非晶碳和碳化铬 (CrC) 等晶粒相组成,碳化铬兼有高熔点、高硬度和高密度的优点,还有很好的耐腐蚀和高温氧化性。 ta-C 薄膜的高内应力使薄膜厚度局限在 $1\mu\text{m}$ 范围内,限制了 DLC 薄膜的应用。如何利用中频磁控溅射实现多层梯度化薄膜设计,通过多层、梯度以及掺杂等手段来降低 DLC 薄膜的内应力从而制备出综合摩擦学性能优异的较厚 DLC 薄膜成为一个必需解决的关键问题。由于单一结构、单一成分的薄膜很难具备良好的综合性能,需用多层梯度化设计合成同时具有硬质和润滑性能的 DLC 薄膜来满足迅速发展的工程应用要求。

针对以上情况,以数百 eV 中度离化粒子沉积的含铬 DLC 薄膜为研究对象,研究中频磁控溅射含铬 DLC 薄膜研制中的重要基础科学问题。

采用的是北京实力源科技开发有限公司研制的 SP8050 镀膜机。利用中频磁控对靶溅射系统制备 CrN 和含铬 DLC 多层膜,由图 8 可知,在镀膜机的圆柱形真空室中放置了四对磁控对靶,包括两个铬 (Cr) 靶和六个石墨 (C) 靶。石墨靶和铬靶规

格均为 $420 \times 80 \times 8\text{mm}^3$ 、纯度为 99.99%。每对磁控对靶的两个平面磁控靶在真空室中以 70cm 间隔面对面排列,工件架置于真空室中心区域。利用施加在待沉积基片上的一个单级脉冲 DC 电源控制基体负偏压和基体偏流;利用四个 40kHz 中频电源分别控制四对磁控靶工艺参数。中频电源有两种可选择的工作模式:恒流和恒功率。利用 PLC 系统自动控制工艺参数。

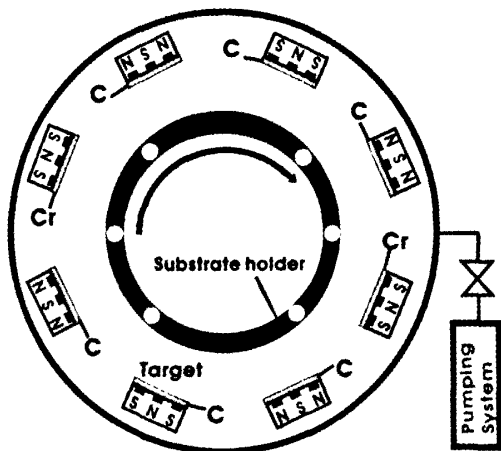


图 8 SP8050 镀膜机横截面示意图

无氢 DLC 薄膜的主要缺点是和钢基体间结合力不好和脆性高。有人在膜基界面加入含 B 和 Ti 等间隔层以改善 DLC 膜和钢基体间的结合力;或在 DLC 膜中采用含 TiN、TiCN 和 TiC 层,改善其力学性能。在此,利用新型中频对靶磁控溅射技术,通过 C 和 Cr 靶的选择性溅射和共溅射在高速钢基材上合成具有多层梯度结构的含铬 DLC 膜,并考察磁控溅射参数、DLC 薄膜结构及薄膜性能之间的关系。

非平衡磁控溅射 DLC 膜性能受薄膜生长期间离子流量和离子轰击能量影响很大。在中频对靶磁控溅射试验中发现,作为离子流量指数的基体偏压电流和靶功率、基体偏压、基体温度以及工作压力相关。例如:在基体温度不超过 150°C 、 0.3 Pa 氩气、 6 kW 靶功率和 -250 V 基体负偏压条件下,沉积碳膜的基体偏压电流可高达 3 A ;当工作压力从 0.3 Pa 升高至 1 Pa 或基体温度从 150°C 升至 450°C 时,基体偏压电流还会升高。而离子轰击能量随着基体负偏压升高而增大。为了便于操作,在基体温度恒定为 200°C 和溅射压力 0.3 Pa 条件下,调节靶电流和基体负偏压来制备 DLC 膜。

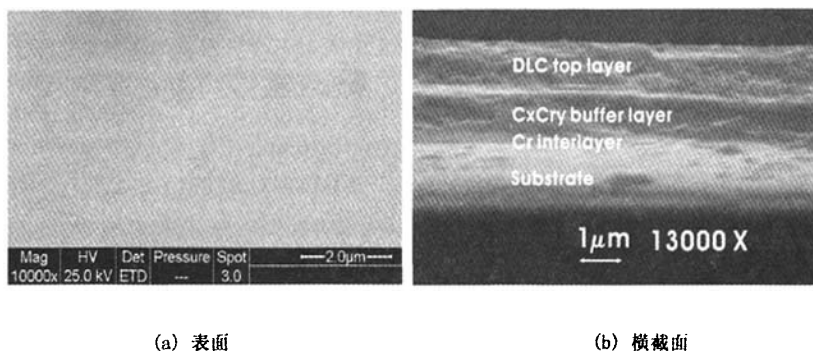


图9 硅基片上含铬 DLC 膜的表面 SEM 照片和横截面 SEM 照片

由图 9 (a) 可知合成薄膜表面非常平滑, 平均表面粗糙度 $Ra = 6 \text{ nm}$, 没有从靶材中溅射出来的可见疏松颗粒, 这种平滑表面归功于中频对靶磁控溅射的高离子流。利用非平衡磁控溅射方法在精密零件上沉积薄膜时, 有时会出现基体起弧现象, 如果局部表面起弧严重, 从溅射靶“跑道”中飞溅出来的液滴和形成的坑会使精密零件失效, 而中频脉冲磁控溅射是抑止此类表面缺陷的有效方法。从图 9 (b) 可见, 除了制样引起部分表面粗糙度偏差外, 含铬复合 DLC 薄膜整体呈多层梯度结构, 含有 Cr 附着层、 C_xCr_y 过渡层和 DLC 表面层; 各层之间结合紧密, 没有任何可见缺陷; 其中, C 靶和 Cr 靶共溅射合成的 C_xCr_y 层嵌入 DLC 层中, C_xCr_y 过渡层对 DLC 层起到良好支持作用。利用这种多层梯度结构能减轻 DLC 层和基体之间物理性能的不兼容性, 致密而完整的整体结构能够保证复合 DLC 膜在耐磨应用中具有高硬度。利用铬层和含铬层可调节溅射碳膜应力状态, 通过调节工艺参数, 从表面层 DLC 逐步梯度过渡到应力状态不同的基体界面。

为了考察多层梯度结构和基体负偏压对 DLC 膜结合力的影响, 合成了三种 DLC 膜, 即纯 DLC 膜、含有 Cr 附着层的 DLC 膜和含有 Cr 附着层和 C_xCr_y 过渡层的 DLC 膜, 测试结果示于图 10。由图 10 (a) 可知, 由于 DLC 膜和钢基体之间界面性能不匹配和 DLC 膜内应力高, 纯 DLC 膜结合力较差, 在达到 16 N Lc 后, 薄膜开始从基体表面剥离。含有 Cr 附着层 DLC 膜的划痕试验结果示于图 10 (b), 为分析起见, 将临界载荷 Lc 分为 Lc_1 和 Lc_2 (薄膜内聚失效和界面失效的临界载荷); 在 Lc_1 达到 21 N 时, 含有 Cr 附着层的 DLC 膜开始发生内聚失效, 但 Lc_2 仍然持续到 60 N , 说明利用 Cr

附着层能够改善 DLC 膜结合力。从图 10 (c - d) 示出在 -100 V 和 -160 V 偏压下合成含有 Cr 附着层和 C_xCr_y 过渡层 DLC 膜的划痕测试结果可以看出, 膜基间结合力得到明显改善, 在 -160 V 偏压作用下合成复合 DLC 膜具有最好的结合力, Lc 为 65 N 。

钢基材上的 DLC 膜在低载荷下表现出低而稳定的摩擦系数, 处于 0.08 至 0.15 之间; DLC 膜的摩擦系数在 1 N 、 2 N 和 5 N 低载荷下差别不大。图 11 对比示出了在钢基材上硬度为 34 GPa 的硬制 DLC 膜和硬度为 45 GPa 超硬 DLC 膜的摩擦系数变化曲线, 薄膜沉积参数亦标识在图中, 图中插图为两种不同硬度薄膜在 500 m 滑动距离最后阶段磨痕的光学显微镜照片。由图 11 可知, 超硬 DLC 膜的平均摩擦系数为 0.08 , 硬质 DLC 膜的平均摩擦系数为 0.1 。图中显微镜照片显示在 5 N 载荷下 500 m 滑动距离中, 没有观察到 DLC 膜的磨损失效; 和硬质 DLC 膜相比, 超硬 DLC 膜的磨痕显得更加浅而平整。据此可知含铬 DLC 膜对钢基材有明显的抗磨保护效果, 其中超硬 DLC 膜的耐磨性能更好。硬度超过 40 GPa 的超硬 DLC 膜的平均摩擦系数比硬度处于 30 GPa 和 40 GPa 之间的硬制 DLC 膜的平均摩擦系数低, 说明 DLC 膜的耐磨性能和其硬度和 sp^3 键含量相关, 硬度较高的 DLC 膜具有较低的摩擦系数和更好的耐磨性。

4 结语

钻探机具是与水、岩石和砂土等相互作用的复杂系统, 随着超深钻探和星际钻探等的发展, 传统的单一材料强化方法不能满足钻探机具在苛刻地质工况条件下的使用要求, 必须针对性地采用多元材料和多种表面强化方法改善金属零件的摩擦学性

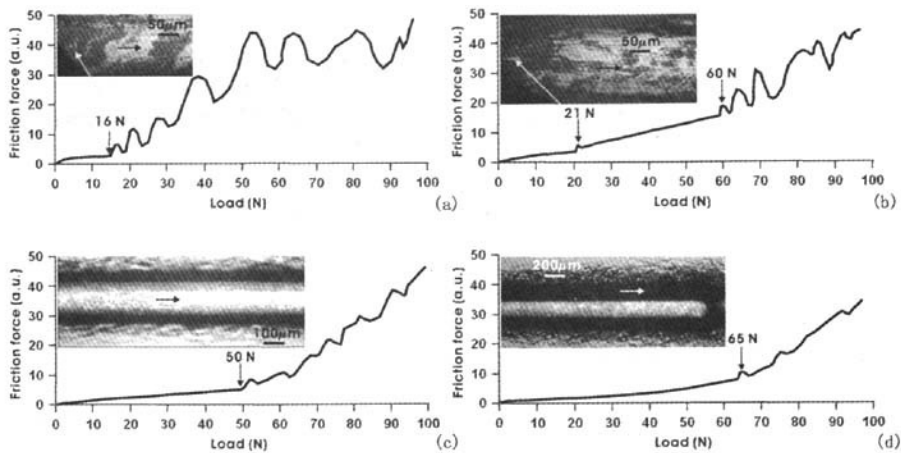


图 10 多层结构设计和基体负偏压对 DLC 膜结合力的影响 (靶电流 6 A)

(a) - 100 V 下的纯 DLC 膜; (b) - 150V 下含有 Cr 附着层的 DLC 膜;

(c) - 100 V 下含有 Cr 和 C_xCr_y 层的 DLC 膜; (d) - 160V 下含有 Cr 和 C_xCr_y 层的 DLC 膜

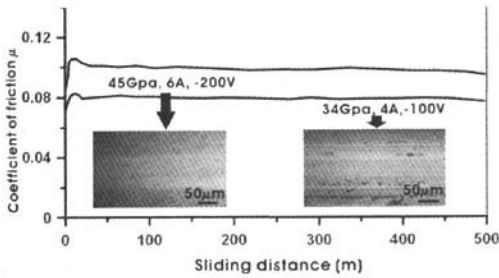


图 11 硬度为 34GPa 和 45GPa 的 DLC 膜摩擦系数随滑动距离变化的两个对比曲线

能。但目前国内尚未开展钻探机具表面强化实用技术的系统研究,急待探索零件耐磨减摩中重要的基础性科学问题和解决其中的关键技术问题,为拟定有效的零件表面强化实用技术,同时为研制新型钻探机具、提高钻探效率提供理论依据。载能粒子沉积硬质润滑薄膜有望成为改善零件耐磨抗蚀性能、提高机具使用寿命、节能而环保的有效方法。

载能粒子沉积硬质润滑薄膜的探索性研究今后仍将是富有挑战性的前沿课题。就理论研究而言,以后应考虑结合实时监测手段观测在沉积期间载能粒子组成、流量和能量的变化特征,找到它们和薄膜结构、性能间的内在关联性,研究硬质润滑薄膜的生长机理。就应用研究而言,应在钻探机具金属易损件上试用研制的薄膜,考察薄膜在苛刻地

质工况下的适用性。

参考文献:

[1] Derflinger V., Zimmermann H., Grischke M., et al. Extended application ranges by new hard/lubricant tool coating [M]. International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films. April 1999, San Diego, US.

[2] 左汝强. 钻掘工程国内外发展水平与差距及建议(下) [J]. 探矿工程, 2003, (2): 1-7.

[3] 鄢泰宁, 补家武, 吴翔, 等. 试论月球表面钻探取样的难点与关键技术 [J]. 地质科技情报, 2004, 23 (4): 12-14.

[4] 王达. 论钻探工程技术体系 [J]. 探矿工程(岩土钻掘工程), 2007, 34 (254): 1-6.

[5] Yu X., Wang C. B., Liu Y., et al. Recent developments in magnetron sputtering. Plasma [J]. Science and Technology, 2006, 8(3): 337-343.

[6] Yu X., Wang C. B., Jiang G. W., et al. Tribological mechanism and property of 9Cr18 friction pair at atmosphere and in vacuum [J]. Vacuum, 2004, 72(4): 461-466.

[7] Yu X., Wang C. B., Liu Y., et al. A study of hard diamond-like carbon films in mid-frequency dual-magnetron sputtering [J]. Diamond and Related Materials, 2006, 15 (9): 1223-1227.