

# 类金刚石薄膜在干摩擦、油和脂润滑条件下的摩擦学性能分析

白越<sup>1\*</sup> 黄敦新<sup>2</sup> 曹萍<sup>3</sup> 高庆嘉<sup>1</sup>

(1. 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所 长春 130033; 2. 西南大学 重庆 400715;  
3. 长春工程学院理学院 长春 130022)

## Tribological Characteristics of Diamond-Like Carbon Films in Lubricants of Oil and Greases

Bai Yue<sup>1\*</sup>, Huang Dunxin<sup>2</sup>, Cao Ping<sup>3</sup>, Gao Qingjia<sup>1</sup>

(1. Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China;  
2. Southwest University, Chongqing 400715, China;  
3. School of Science, Changchun Institute of Technology, Changchun 130022, China)

**Abstract** The diamond-like carbon (DLC) films were coated on steel substrates. The surface microstructures, before and after the test, were characterized with atomic force microscopy. The results show that the DLC films significantly decrease the friction, and that the lubricant type and rotation rate strongly affect the friction coefficient. For example, the 4122 oil and L252 grease decrease the maximum coefficient of static friction (COF) by 17% and 38%, respectively, as compared with that of the control sample (air at the interface). As the rotation rate increases in 0~2000 r/min range, the COF of the DLC decreases, with oil lubrication resulting in 15%~48% lower than that of the control sample; the COF under the grease lubrication, at a rotation rate in 0~500 r/min, is smaller than that of the control sample, however, at a rotation rate over 500 r/min, the COF of the control sample is smaller. The wear rates in the cases of oil and grease lubrication were 7.4 times and 15.5 times lower than that of the control sample, respectively; and the surfaces were worn out much less serious.

**Keywords** Oil lubrication, Grease lubrication, DLC, Friction, Wear

**摘要** 通过钢/类金刚石(DLC)薄膜摩擦副在干摩擦、4122油和L252脂润滑条件下的球-盘摩擦学试验,对比分析润滑条件、载荷、速度对DLC膜摩擦系数的影响,利用原子力显微镜分析膜层磨损性能,研究润滑条件对膜层磨损寿命的影响。结果表明:油、脂润滑下DLC膜最大静摩擦系数分别减小了17%和38%;从0~2000 r/min转速范围内,DLC膜摩擦系数随转速增加而减小,油润滑下相比干摩擦DLC膜摩擦系数小15%~48%。脂润滑下相比干摩擦DLC膜摩擦系数在0~500 r/min转速范围小,超过500 r/min后干摩擦DLC膜摩擦系数小;油和脂润滑条件下,DLC膜层的磨损程度明显降低,磨损率相比干摩擦条件下分别减小了7.4倍和15.5倍。

**关键词** 油润滑 脂润滑 类金刚石 摩擦 磨损

中图分类号:TH117.3 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1672-7126.2011.05.09

类金刚石(Diamond-like Carbon, 简称DLC)薄膜是亚稳态非晶态碳膜,具有高硬度、低摩擦、高化学稳定性、良好的生物相容性,尤其是具有良好的力学

性能、性质类似于金刚石且具有独特的摩擦学特性的新型薄膜材料,受到了人们越来越多的关注<sup>[1]</sup>。

自1971年,Asisenberg等<sup>[2]</sup>第一次报道了用离

收稿日期:2010-09-28

基金项目:国家自然科学基金项目(50905174);中科院 十一五 支撑项目(61501.02.03.04);吉林省自然科学基金项目(20101530);教育部留学回国基金资助项目

\* 联系人: E-mail: baiy@ciomp.ac.cn

©1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

子束沉积 (IBD) 技术制备出 DLC 薄膜之后, 人们对 DLC 薄膜的制备方法、结构特征和物理性能及工业应用等方面进行了广泛的研究<sup>[3-10]</sup>。为了满足摩擦应用中日益提高的润滑性能的要求, 近年来, DLC 膜在有油润滑下的性能研究工作得到了越来越多的关注。Ksenija<sup>[11]</sup>在石墨型 DLC 膜层使用无添加剂基础油润滑时获得较低的边界润滑摩擦系数; Kalin 等<sup>[12]</sup>通过 DLC 膜在极限边界润滑状态下往复滑动摩擦试验, 发现添加剂可减少高达 80% 的摩擦接触; K. Vercaemmen 等<sup>[13]</sup>认为膜本身的特性对其磨损率的影响要比润滑油添加剂要大得多。从已有的研究报道看, 液体润滑剂的存在可降低摩擦, 但国内外对 DLC 薄膜油润滑条件下的摩擦学性能研究相对较少, 而对 DLC 薄膜在脂润滑条件下的摩擦学性能研究方面的工作尚未开展。

本文通过钢/DLC 薄膜在干摩擦、油润滑和脂润滑条件下的球-盘式摩擦学试验, 对比分析润滑条件、载荷及速度对 DLC 膜摩擦系数及磨损性能的影响。

## 1 实验

### 1.1 试验材料及薄膜制备

球-盘试验摩擦副为钢/DLC 膜, 其中试验用钢球材料为 9Cr18, 表面粗糙度 0.014 μm, 硬度 60 HRC; DLC 膜基底圆盘材料为 9Cr18, 直径 70 mm, 厚度 9 mm, 硬度 60 HRC;

试验用 DLC 膜采用等离子体增强化学气相沉积法制备, 膜制备前, 钢质基盘需分别采用丙酮、乙醇等离子水进行超声清洗, 用高压氮气吹干; 制备 DLC 所用碳源气体为 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, 流速为 40 ml/min (标准状态); 辅助气体为 Ar, 流速为 20 ml/min; 电压为 3 kV, 沉积时间 120 min; 所制备 DLC 膜层厚度为 0.2 μm。

试验用润滑剂为 4122 润滑油和润滑脂 L252, 4122 润滑油在 100 时的运动黏度为 14.48 mm<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>, L252 润滑脂的基础油为合成酯油, 稠化剂为锂复合皂, 40 时的运动黏度为 150 mm<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>。

### 1.2 试验装置及试验条件

试验装置示意图如图 1 所示, 测试圆盘安装于由电机驱动的基盘上, 钢球可通过调节支柱的高度以保证悬臂梁与基盘的平行度; 通过 Agilent 数据采集器 (34970A) 采集平行梁式高灵敏度压力传感器 (CZL-608) 输出的电压信号, 对采集的数据进行处理

分析得到摩擦副摩擦系数。利用原子力显微镜 (AFM) 对磨损后的 DLC 膜表征以研究其磨损特性。

试验在干摩擦、4122 润滑油和 L252 润滑脂三种不同润滑条件下进行; 测试圆盘的旋转速度分为静止启动、100, 200, 500, 1000 和 2000 r/min 不同转速; 施加的载荷分别为 2, 4, 6, 8, 10 和 12 N; 测得的摩擦系数为相同条件下三次测试结果的平均值。

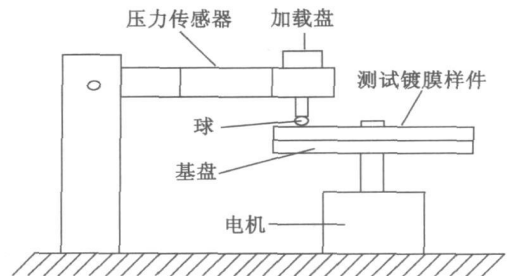


图1 摩擦测试系统结构

Fig 1 Schematic diagram of the test system of tribological experiment

## 2 结果与分析

### 2.1 摩擦特性

#### 2.1.1 速度特性

图 2 给出了钢球/DLC 膜摩擦副在 6 N 载荷时不同转速下干摩擦、4122 油润滑和 L252 脂润滑下的摩擦系数变化曲线。

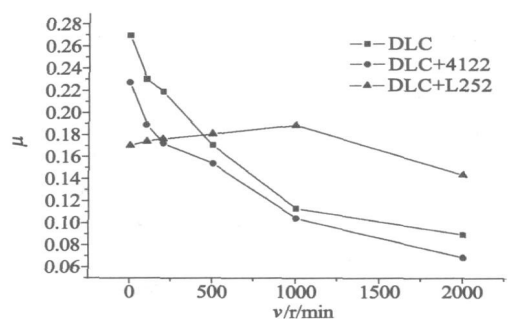


图2 DLC膜在不同润滑条件及转速下的摩擦系数

Fig 2 The COF of the DLC film under different lubrications and speeds

由图 2 可以看出, 在由静止启动时, DLC 膜干摩擦下的最大静摩擦系数为 0.272, 4122 油润滑下的最大静摩擦系数为 0.225, 相对于干摩擦条件, 4122 油润滑下的最大静摩擦系数降低了约 17%; L252 脂润滑下的最大静摩擦系数为 0.169, 相对于干摩擦条

件, L252 脂润滑下的最大静摩擦系数降低了约 38%。润滑油、脂的存在降低了 DLC 膜最大静摩擦系数, 且润滑脂效果更好。

干摩擦下 DLC 膜摩擦系数随摩擦对偶转速升高而下降, 摩擦系数从启动的 0.272 下降到 2000 r/min 时的 0.091, 降低了约 67%, 且摩擦系数的下降趋势基本呈线性化; 4122 油润滑下 DLC 膜摩擦系数随摩擦对偶转速升高而下降, 摩擦系数由启动时的 0.225 下降为 2000 r/min 时的 0.069, 降低了约 67%, 下降趋势同干摩擦时的趋势基本相同; L252 脂润滑下的 DLC 膜摩擦系数随转速增加缓慢增加, 1000 r/min 摩擦系数为 0.181, 相比启动时最大静摩擦系数增大了约 7%, 随着转速的进一步升高, 摩擦系数逐渐降低, 到 2000 r/min 时摩擦系数为 0.143, 相比启动时的最大静摩擦系数降低了约 15%。

DLC 膜的石墨化-转移膜理论认为, 由于 DLC 薄膜中的碳处于一种亚稳态结构, 如果 DLC 结构中其亚稳态的碳在摩擦过程中能够克服一定的能量势垒, DLC 膜层中不定形碳结构碳便可发生石墨化而转变为结构稳定的石墨<sup>[14-15]</sup>。石墨是层状的网状结构, 层内的碳原子以共价键结合, 但层与层之间以 Van-der 力结合, 较弱的层间结合力使得其具有较低的剪切强度, 当其在摩擦对偶表面形成转移膜参与摩擦时会引起摩擦系数的降低, 从而 DLC 薄膜表现出良好的减摩性能。

DLC 膜在有液体润滑条件下进入相对滑动状态后, 随着摩擦对偶不断摩擦, DLC 膜表层石墨化程度逐渐增高, 摩擦对偶间可形成转移膜的石墨颗粒也越来越多。石墨化的 DLC 由于处于油润滑环境中, 其摩擦系数较干摩擦条件下要好, 石墨棱面(侧面)的表面能比基础面的高 100 倍, 在真空中棱面比基础面更容易吸附在金属表面<sup>[16-17]</sup>。有液体润滑剂存在条件下, 棱面与油分子的吸附避免了其因侧面直接粘着在金属表面而使摩擦系数升高, 而具有更好的减摩性能。石墨化主要依赖于摩擦表面的温度, 随着转速升高, DLC 膜表层温度升高, 石墨化程度加剧, 摩擦副摩擦系数减小。润滑脂相对于润滑油的动态黏度大很多, 随着转速增加, 摩擦阻力随转速增加而加大, 另一方面 DLC 膜表面石墨化程度也随转速升高而加大, 在这两种作用下, L252 脂润滑下的 DLC 膜摩擦系数表现为随转速增加而缓慢上升, 随着转速增加, DLC 膜表层石墨化减摩作用超过了黏度影响, 此后 L252 脂润滑下的 DLC 膜摩擦系

数表现为随转速增加而减小。

### 2.1.2 载荷特性

通过 DLC 膜在转速为 500 r/min 时的载荷特性试验, 得到其摩擦系数与载荷的关系, 如图 3 所示, 中低载荷下 DLC 干摩的摩擦系数随载荷的增加而逐渐降低。在有润滑剂润滑时, 摩擦系数随载荷变化特性明显与干摩擦不同, 当载荷从 2 N 增至 4 N 时摩擦系数有一较大降低趋势, 4122 油润滑和 L252 脂润滑下摩擦系数从 2 N 载荷到 4 N 载荷分别降低了约 20% 和 18%; 随着载荷的继续增加, 摩擦系数均无明显变化趋势, 表明在油、脂润滑条件下, DLC 膜在高载荷下的摩擦系数对载荷变化不敏感。

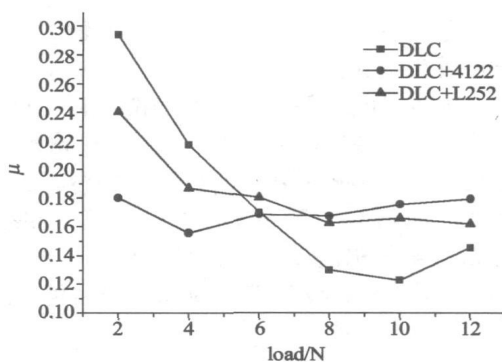


图3 DLC膜的摩擦系数随载荷在不同润滑条件下的变化  
Fig 3 The COF of the DLC film under different loads and lubrications

另外, 由图 3 中可看出, 当试验载荷低于 8 N 时, DLC 膜在 4122 油润滑条件下的摩擦系数低于采用 L252 轴承脂润滑时的摩擦系数, 而当载荷高于 8 N 时, DLC 膜在 4122 油的摩擦系数反而高于 DLC 膜在 L252 脂时的摩擦系数。这是因为载荷较低时, 4122 润滑油可在 DLC 膜表面形成良好的高压流体膜实现减摩效果, 而当载荷较高时, 弹性流体膜形成受到影响, 导致摩擦系数增加。

## 2.2 磨损特性

### 2.2.1 膜层磨损表征

分别于磨损试验前后利用 AFM 对 DLC 膜表面和摩擦沟道作相关检测, 获得了 DLC 膜在不同润滑条件摩擦试验后的表面形貌 AFM 结果(图 4)。

图 4(a) 为 DLC 膜干摩擦试验后的原始形貌 AFM 结果和相应的微观轮廓曲线, 从图中可看出膜表面呈现较为明显沟状宽条纹, 通过对其相应微观轮廓曲线分析获得的 DLC 膜干摩擦时的膜层表面

粗糙度( $R_a$ )约为23.1 nm。

镀DLC膜层的钢质基盘表面粗糙度为0.1~0.2 μm,采用等离子化学气相沉积法制备的DLC膜层厚度为0.2 μm,膜层厚度与基盘表面粗糙度值无明显差距,因此,镀膜后DLC膜层轮廓主要表现为基底轮廓。经过干摩擦磨损试验后,DLC膜表层发生一定程度的石墨化,并形成转移膜参与摩擦,为摩擦副提供润滑;由于DLC膜层硬度高,稳定性好,石墨化程度较弱,故摩擦后膜层表征仍主要体现为钢质基底的轮廓表征,故DLC膜层磨损表面的AFM结果可观测到钢质基底所具有的较宽沟状条纹。另外,由于石墨化的DLC颗粒在形成转移膜-脱落-吸附转移过程中,部分颗粒有效地填充了表面凹陷处,故在摩擦学试验后,膜层的表面粗糙度值表现为一定程度的降低。

图4(b)为DLC膜在4122油润滑条件下摩擦后的磨损表面形貌AFM结果和相应的微观轮廓曲线。从图中可看出,油润滑条件下经过摩擦学试验后的DLC膜层表面与DLC膜在干摩擦试验后结果类似,表面分布有若干相同纹理的沟状条纹,但条纹更密集,相应微观轮廓曲线分析发现油润滑时的DLC膜

层表面粗糙度( $R_a$ )为46.7 nm。

DLC膜在油润滑时的磨痕表面变得较干摩擦明显粗糙,主要因为润滑油的存在改变了DLC膜转移膜正常的生成-转移-脱落-转移摩擦过程。由于石墨棱面(侧部面)的表面能高,极易与润滑油分子发生吸附并混于油中,液体润滑剂加速石墨化的DLC颗粒转移,故石墨化的碳颗粒对磨痕的填充很少,以至磨痕表面主要为钢质基底表面。

图4(c)为DLC膜在L252脂润滑条件下经过与钢球相互摩擦后的磨损表面形貌AFM结果和相应的微观轮廓曲线。从图中可看出,DLC膜在脂润滑条件下的磨痕摩擦学表征与其在干摩擦和4122油润滑条件下得到结果有较大差别,反映钢质基底的沟状条纹变得相对较弱,同时纹理数量也明显减少。通过对其相应微观轮廓曲线分析发现采用L252脂润滑时的DLC膜层表面粗糙度( $R_a$ )为12.5 nm,表面精度高于DLC膜干摩擦和油润滑下的结果,其原因为L252脂运动粘度要比4122号仪表油高,流动性相对润滑油较差,DLC膜石墨化后的碳颗粒在发生转移-脱落过程中极易混于脂中参与摩擦,摩擦过程中更易填补膜层凹凸处。

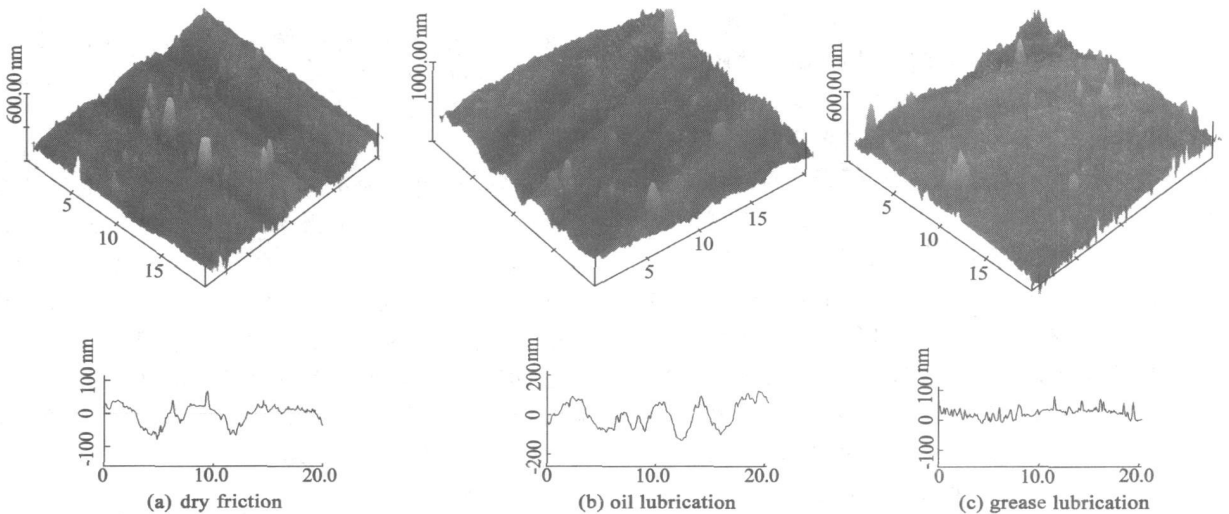


图4 实验后的DLC膜形貌及表征

Fig 4 The AFM surface topographies and characteristics of the DLC film after the experiment

### 2.2.2 膜层磨损率及耐磨寿命

通过对磨痕的检测及磨损率计算方法(式1)得出DLC膜在干摩擦下的平均磨损率为 $4.3 \times 10^{-8} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ 。

$$c = V N^{-1} s^{-1} \quad (1)$$

式中, $c$ 为磨损率, $V$ 为膜磨损损失量, $N$ 为试验中所施加法向载荷, $s$ 为磨损试验中滑行距离。

在4122油润滑条件下,DLC膜平均磨损率为5.1

$10^{-9} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ , 相比于干摩擦 DLC 膜在油润滑条件下磨损率减小约 7.4 倍; 在 L252 脂润滑条件下, DLC 膜平均磨损率为  $2.6 \times 10^{-9} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ , 相比于干摩擦 DLC 膜在油润滑条件下的磨损率减小了约 15.5 倍。油和脂润滑条件下, DLC 膜层的磨损程度明显降低, 磨损率显著减小, 脂润滑较油润滑改善 DLC 磨损性能更为突出。

### 3 结论

(1) 润滑油和润滑脂的存在均能够明显改善 DLC 膜的最大静摩擦系数, 4122 油和 L252 脂润滑下 DLC 膜最大静摩擦系数分别减小了 17% 和 38%; 从 0~2000 r/min 转速范围内, DLC 膜摩擦系数随转速增加而减小, 油润滑下相比干摩擦 DLC 膜摩擦系数减小 15%~48%, 在 0~500 r/min 转速范围脂润滑下相比干摩擦 DLC 膜摩擦系数减小, 超过 500 r/min 后干摩擦下的 DLC 膜摩擦系数小于脂润滑; 在 4122 油润滑和 L252 脂润滑条件下, DLC 膜在高载荷下的摩擦系数对载荷变化不敏感;

(2) 润滑油和润滑脂可以显著降低 DLC 膜层磨损率, 在 4122 油和 L252 脂润滑条件下, DLC 膜层的磨损程度明显降低, 磨损率相比干摩擦条件下分别减小了 7.4 倍和 15.5 倍。

#### 参 考 文 献

- [1] Messier R, Badzian A R, Badzian T, et al. From Diamond-Like Carbon to Diamond Coatings[J]. *Thin Solid Films*, 1987, 153(1-3): 1-9
- [2] Sol Aisenberg, Ronald Chabot. Ion-Beam Deposition of Thin Films of Diamond-Like Carbon [J]. *J Appl Phys*, 1971, 42(7): 2953-2958
- [3] 杨莉, 陈强, 张受业. PECVD 法沉积类金刚石膜的结构及其摩擦学性能[J]. *真空科学与技术学报*, 2009, 29(3): 292-297
- [4] 周, 马胜歌, 康光宇, 等. 不同掺氮量的类金刚石薄膜的微观结构及其性能研究[J]. *真空科学与技术学报*, 2009, 29(1): 77-80
- [5] 宋仕永, 王成兵, 张俊彦, 等. 类金刚石薄膜表面有机单分子薄膜的制备及其摩擦性能研究[J]. *摩擦学学报*, 2007, 27(6): 515-518
- [6] 刘宏华, 尹云飞, 王平. 磁头 DLC 保护膜的研究现状[J]. *材料导报*, 2008, 22(11): 11-15
- [7] Tagawa M, Yokota K, Matsumoto K, et al. Space Environmental Effects on MoS<sub>2</sub> and Diamond-Like Carbon Lubricating Films: Atomic Oxygen-Induced Erosion and its Effect on Tribological Properties[J]. *Surf Coat Technol*, 2007, 202(4-7): 1003-1010
- [8] Eryilmaz O L, Erdemir A. TOF-SIMS and XPS Characterization of Diamond-Like Carbon Films after Tests in Inert and Oxidizing Environments[J]. *Wear*, 2008, 265(1-2): 244-254
- [9] 杨莉, 张受业, 陈强. PET 瓶内镀 DLC 薄膜的结构、成分及其阻隔性研究[J]. *真空科学与技术学报*, 2009, 29(21): 59-63
- [10] 丰杰, 李建国, 梅军, 等. 单双层加热结构对纳米金刚石膜形貌及摩擦性能的影响[J]. *真空科学与技术学报*, 2010, 30(5): 474-478
- [11] Ksenija Topolovedniklozic, Frances Lockwood, Hugh Spikes. Behaviour of Boundary Lubricating Additives on DLC Coatings[J]. *Wear*, 2008, 265(11-12): 1893-1901
- [12] Kalin M, Vintin J. A Comparison of the Tribological Behaviour of Steel/Steel, Steel/DLC and DLC/DLC Contacts when Lubricated with Mineral and Biodegradable Oils[J]. *Wear*, 2006, 261(1): 22-31
- [13] Vercammen K, Van Acker K, Vanhulsel A, et al. Tribological Behaviour of DLC Coatings in Combination with Biodegradable Lubricants[J]. *Tribology International*, 2004, 37(11-12): 983-989
- [14] Liu Y, Erdemir A, Meletis E I. A Study of the Wear Mechanism of Diamond-Like Carbon Films[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1996, 82(1-2): 48-56
- [15] Liu Y, Erdemir A, Meletis E I. An Investigation of Relationship between Graphitization and Frictional Behavior of DLC Coatings[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1996, 86-87(1-3): 564-568
- [16] Erdemir A, Bindal C, Fenske G R, et al. Characterization of Transfer Layers Forming on Surface Sliding Against Diamond-Like Carbon[J]. *Surface & Coatings Technology*, 1996, 86-87: 692-69
- [17] 石森森. 固体润滑技术[M]. 北京: 中国石化出版社, 1998: 115-117