

# C/C素坯密度对GSI C/C-SiC 复合材料摩擦磨损性能的影响\*

刘荣军, 缪花明, 王衍飞, 孙国帅

(国防科技大学新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室, 长沙 410073)

**[摘要]** 采用气相渗硅工艺(GSI)制备C/C-SiC复合材料,研究了C/C素坯密度对GSI C/C-SiC复合材料物相组成与摩擦磨损性能的影响,分析了C/C-SiC复合材料的制动过程,并归纳了其摩擦磨损机理。结果表明,随着C/C素坯密度的增大,GSI C/C-SiC复合材料的密度呈递减趋势,且C含量和开气孔率逐渐增加,而SiC含量和残余Si含量逐渐减少;自对偶条件下,复合材料的平均摩擦系数、磨损率均呈现先增大后减小的趋势,当C/C素坯密度为 $1.25\text{g}/\text{cm}^3$ 时有最大值,而制动稳定系数则不断增大。GSI C/C-SiC复合材料的制动过程是犁沟效应和粘着效应共同作用的结果,制动初始阶段和刹停阶段以犁沟效应为主,中间阶段以粘着效应为主。

**关键词:** C/C素坯密度; GSI; C/C-SiC复合材料; 摩擦磨损性能

**DOI:** 10.16080/j.issn1671-833x.2017.16.016



刘荣军

博士,副研究员,硕士研究生导师。主要从事碳化硅陶瓷基复合材料的基础及应用研究工作。获湖南省技术发明一等奖1项,累计发表学术论文70余篇,获发明专利授权20余项。

C/C-SiC复合材料因其具有密度低、强度和热导率高、热物理性能和摩擦磨损性能优异等特点,成为新一代高性能结构/功能复合材料,在空间光机结构件、飞行器面板等航空航天领域及飞机、高速列车和重型汽车刹车片等高能载制动领域具有非常广泛的应用前景<sup>[1-6]</sup>。

C/C-SiC复合材料常用的制备方法有:先驱体浸渍裂解法(Precursor infiltration and pyrolysis, PIP)、化学气相渗透法(Chemical vapor infiltration, CVI)和气相/液相渗硅法(Gas silicon infiltration/Liquid silicon infiltration, GSI/LSI)等。PIP法和CVI法制备的复合材料力学性能比较优异,但其缺点是制备周期长、生产成本低,所得复合材料的致密度较低<sup>[7-12]</sup>。而GSI/LSI法因其具备工艺简单、制备周期短、生产成本低和易实现近净成形等优点<sup>[13-17]</sup>,成为目前制备C/C-SiC复合材料较

常用的方法。相比于LSI过程,GSI采用气相Si与C反应,反应过程温和,渗透深度高,制备的C/C-SiC复合材料结构均匀性好。本课题组前期曾报道素坯密度对气相渗硅法制备的复合材料结构与力学性能的影响,但素坯密度对其摩擦磨损性能的影响研究未见报道。本文通过气相渗硅法(GSI)制备C/C-SiC复合材料,研究不同C/C素坯密度对C/C-SiC复合材料物相组成与摩擦磨损性能的影响。

## 试验材料与方法

### 1 试环制备

试验选用密度分别为 $1.00\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.25\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.32\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.55\text{g}/\text{cm}^3$ 的三维针刺C/C为原材料,将C/C素坯置于底部铺满硅粉的坩埚中,在氩气保护下经过6h升温到 $1650^\circ\text{C}$ ,然后真空保温一段时间,使Si熔融并蒸发,并以气态形式充分渗入到材

\* 基金项目:国防科学技术大学科研计划项目(JC14-01-01)。

料内部,与C充分接触反应生成SiC基体,最后在真空条件下冷却,得到GSI C/C-SiC复合材料试样。同时,采用以上4种密度的C/C加工成试环,经GSI处理后共制备4对用于摩擦磨损试验的C/C-SiC试环,编号为GSI-1~GSI-4。

## 2 性能测试

采用阿基米德排水法测量材料的密度及开气孔率;采用HF-HNO<sub>3</sub>混酸腐蚀法测定残余Si含量;采用空气热氧化法使C在800℃下充分氧化,从而测定C含量,余量即为SiC含量。摩擦磨损试验在MM-1000型摩擦磨损试验机上于自对偶条件下进行,即对偶件为相同材质的GSI C/C-SiC试环。为了获取比较平稳的试验数据,每对试环均进行20次摩擦试验,记录最后3次的的数据,作为该环的摩擦性能数据。摩擦试验完成之后,进行3组磨损试验,每组对摩20次,计算单次对磨磨损的平均值。摩擦磨损试验的参数为转动惯量为0.32kg·m<sup>2</sup>,转速为7900r/min,压力为0.87MPa,能载为0.11×10<sup>6</sup>J。通过扫描电子显微镜(SEM)观察复合材料表面的微观形貌。

## 结果与讨论

### 1 C/C-SiC复合材料的物相组成

GSI-1~GSI-4四组C/C-SiC试环GSI前后的密度、开气孔率及各相组成情况如表1所示。随着C/C素坯密度的增大,GSI C/C-SiC复合材料的密度呈递减趋势,且C含量和开气孔率依次增加,SiC含量和残余Si含量依次减少。这是由C/C密度增大即热解C含量增加,使得气态Si向材料内部渗透通道受阻,气态Si不能充分与热解C接触反应所致。

### 2 C/C-SiC复合材料的摩擦磨损性能

GSI-1~GSI-4试环的摩擦磨损性能见表2,C/C素坯密度对GSI C/C-SiC试环摩擦磨损性能的影响见图1。

从表2和图1可以看出,随着C含量增加,复合材料的平均摩擦系数、磨损率均呈现先增大后变小的趋势,而制动稳定系数则不断增大,制动时间除GSI-1试环较长外,其余均为14s左右。

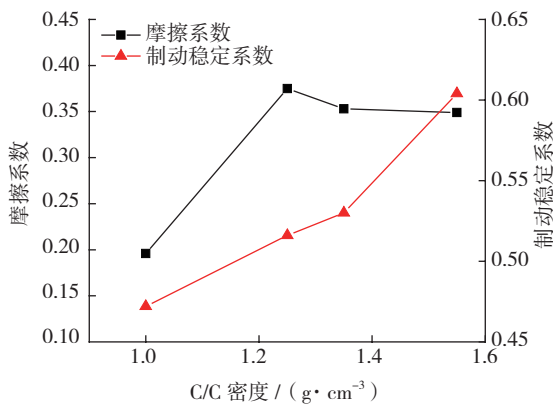
当C/C素坯密度从1.00g/cm<sup>3</sup>增至1.25g/cm<sup>3</sup>时,GSI C/C-SiC试环的

表1 GSI C/C-SiC试环密度、孔隙率及各相组成体积分数

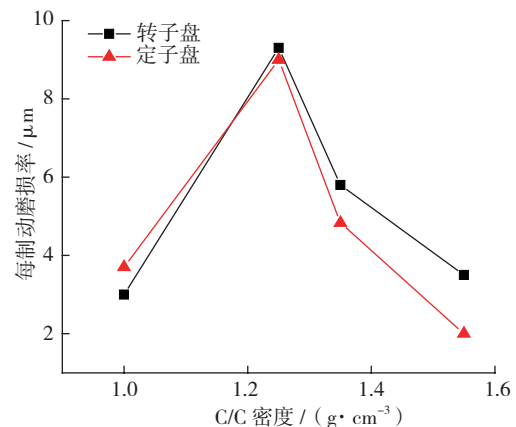
样品编号	C/C 密度 / (g·cm <sup>-3</sup> )	C/C-SiC 密度 / (g·cm <sup>-3</sup> )	开气孔率 / %	C 含量 / %	Si 含量 / %	SiC 含量 / %
GSI-1	1.00	2.45	4.0	31.7	24.8	39.5
GSI-2	1.25	2.25	10.1	43.0	17.8	29.1
GSI-3	1.32	2.24	10.7	54.3	7.7	27.3
GSI-4	1.55	2.20	12.9	65.4	4.6	17.1

表2 GSI C/C-SiC试环摩擦磨损性能

试样编号	平均摩擦系数	制动稳定系数	制动时间 / s	材料磨损 / (μm·次 <sup>-1</sup> )	对偶磨损 / (μm·次 <sup>-1</sup> )
GSI-1	0.196	0.472	20.5	3.00	3.70
GSI-2	0.375	0.516	13.9	9.30	9.00
GSI-3	0.353	0.530	14.5	5.80	4.83
GSI-4	0.349	0.604	13.7	3.50	2.00



(a) 摩擦系数和制动稳定系数



(b) 磨损率

图1 C/C试环密度对GSI C/C-SiC试环摩擦磨损性能的影响

Fig.1 Effect of C/C green density on friction and wear properties of GSI C/C-SiC composites

摩擦系数增大,磨损率升高。这是因为热解 C 质软、易变形,随着热解 C 含量增加会降低材料表面硬度,表面硬质凸起更容易互相嵌入、啮合,啮合效应增强,使得摩擦系数增大,磨损率升高。

当 C/C 试环密度大于  $1.25\text{g}/\text{cm}^3$  时, GSI C/C-SiC 试环的摩擦系数逐渐减小且磨损率降低,制动稳定系数不断增大。这是因为石墨结构的热解 C 具有自润滑性,有助于摩擦膜的形成。热解 C 含量进一步增加,使得制动过程中摩擦表面形成的摩擦膜逐渐变得连续且厚度增加,更加完整的摩擦膜覆盖在摩擦副硬质凸起表面,限制了其啮合效应,提高了其制动稳定性,同时 SiC 含量逐渐降低,摩擦表面硬质凸起的数量减少,犁沟效应减弱。

对于航空器、高速列车等制动能载巨大,制动时间要求短的这类刹车材料,既要求优异的耐高温性能,又要求高的制动稳定性,但其摩擦系数允许相对低一些。结合表 1 与表 2 可知,随着 C/C 试环密度增大, GSI C/C-SiC 复合材料 SiC 含量与其制动稳定性呈现相反的变化趋势,而 SiC 含量往往与材料的耐高温性能相关,故 C/C 素坯密度存在一个理论最佳值得使得 GSI C/C-SiC 复合材料的耐高温性能与制动稳定性能达到辩证统一。

图 2 为试验过程中 GSI-1~GSI-4 的制动力矩曲线。可以看出,随着 C 含量的增加,曲线的前峰现象逐渐明显,且前峰要远小于尾峰,尾峰呈先增大后减小趋势。

如图 2 (a) 所示,当 C/C 试环密度为  $1.00\text{g}/\text{cm}^3$  时, GSI C/C-SiC 试环的制动力矩曲线的前峰现象不明显,制动力矩随着制动过程的进行而逐渐增大,在刹停的瞬间制动力矩达到最大值。这主要是因为该组 C/C 试环密度较小, C 含量较少, SiC 和 Si 含量较高,使得材料表面硬度

较高。制动初期,表面硬质凸起与对偶件互相嵌入、啮合较为困难。相对运动过程中,在剪切力作用下表面硬质凸起不能被迅速削平,不能产生大量的磨屑,犁沟效应较弱,所以制动力矩较小、平均摩擦系数较小、磨损率较低。而且因为材料的 C 含量较少,磨屑难以粘连形成连续的摩擦膜,而是破碎成更多细小的硬质凸起,制动过程中加强了摩擦面的犁沟效应,使得制动力矩不断增大。

如图 2 (b)~(d),随着 C/C 素坯密度增大,前峰增大,制动力矩曲线开始呈现“马鞍”状。制动初期,制动力矩增大,出现“前峰”现象;制

动中期,制动力矩降低并趋于水平;制动后期,制动力矩不断增大,出现“尾翘”现象。

从制动力矩曲线看,随着 C 含量的增大,尾峰呈现先增大后减小趋势,与前峰的规律不同,这是受摩擦膜影响所致。随着 C 含量的增大,摩擦膜变得连续且不断增厚,覆盖在硬质凸起表面,限制了其啮合效应,因此在 C 含量超过一定程度后,尾峰逐渐减小。

由以上分析可知,力矩曲线的前峰和尾峰均主要由硬质凸起的啮合效应造成,且曲线的前峰远小于尾峰,这与制动环速度相关。为了更好地解释其原因,制作了如图 3 所示模

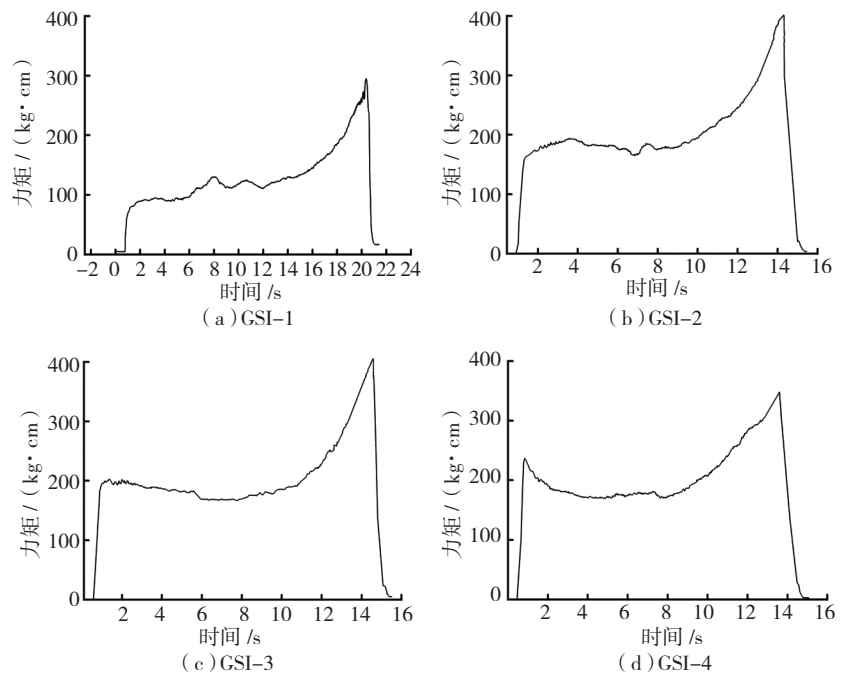


图2 各GSI C/C-SiC试环的制动力矩曲线  
Fig.2 Braking torque curve of GSI C/C-SiC testing rings

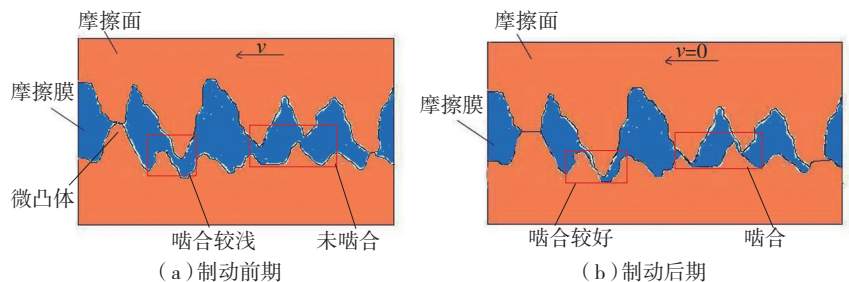


图3 不同制动时期硬质凸起的啮合情况  
Fig.3 Meshing situation of hard convexity at different braking stages

型。

图3为不同制动时期硬质凸起啮合情况示意图。制动过程中,在同样的制动压力下,制动前期,因为转速高,硬质凸起受压时间短,变形小,如图3(a)所示,硬质凸起啮合数量较少,啮合深度较浅,啮合效应不充分;制动后期,转速较慢,特别是刹停后,硬质凸起可以经受较长时间的的压力,变形更加充分,如图3(b)所示,有更多的硬质凸起参与啮合,啮合程度更好,制动力矩也就更大。

### 3 摩擦表面形貌

图4为摩擦试验后 GSI-1~GSI-4 的宏观表面形貌。如图4(a)、(b)所示, GSI-1 试环 C 含量较低,摩擦表面犁沟严重;随着 C 含量的增加, GSI-2~GSI-4 试环表面的犁沟数量和深度都逐渐减小,且摩擦表面颜色逐渐变深,摩擦膜逐渐变得连续,厚度增加。图4(b)为 GSI-1 摩擦试验后局部形貌,可以看到,由于 GSI-1 试环 C 含量最低,磨屑难以粘连形成连续的摩擦膜,其表面大部分是犁沟,只有少部分为残留的有金属亮泽的膜,该膜主要成分为 Si 和 SiC,由于缺乏 C 成分的粘连作用,在摩擦过程中容易大量脱落。图4(h)为 GSI-4 摩擦试验后的形貌,因为 GSI-4 试环 C 含量最高,所以摩擦表面形成了连续、平整、致密且较厚的摩擦膜。

图5为 GSI-3 试环摩擦表面电镜照片,可以看到摩擦膜比较连续,在纤维束区域较少,但是单根纤维间隙和纤维表面均覆盖了一层膜状物,其他区域膜则更厚。进一步放大看出,摩擦膜较厚,且不同区域厚度不同。

### GSI C/C-SiC 复合材料 摩擦机理

C/C-SiC 复合材料在制动过程中的摩擦力主要源于粘着效应与犁

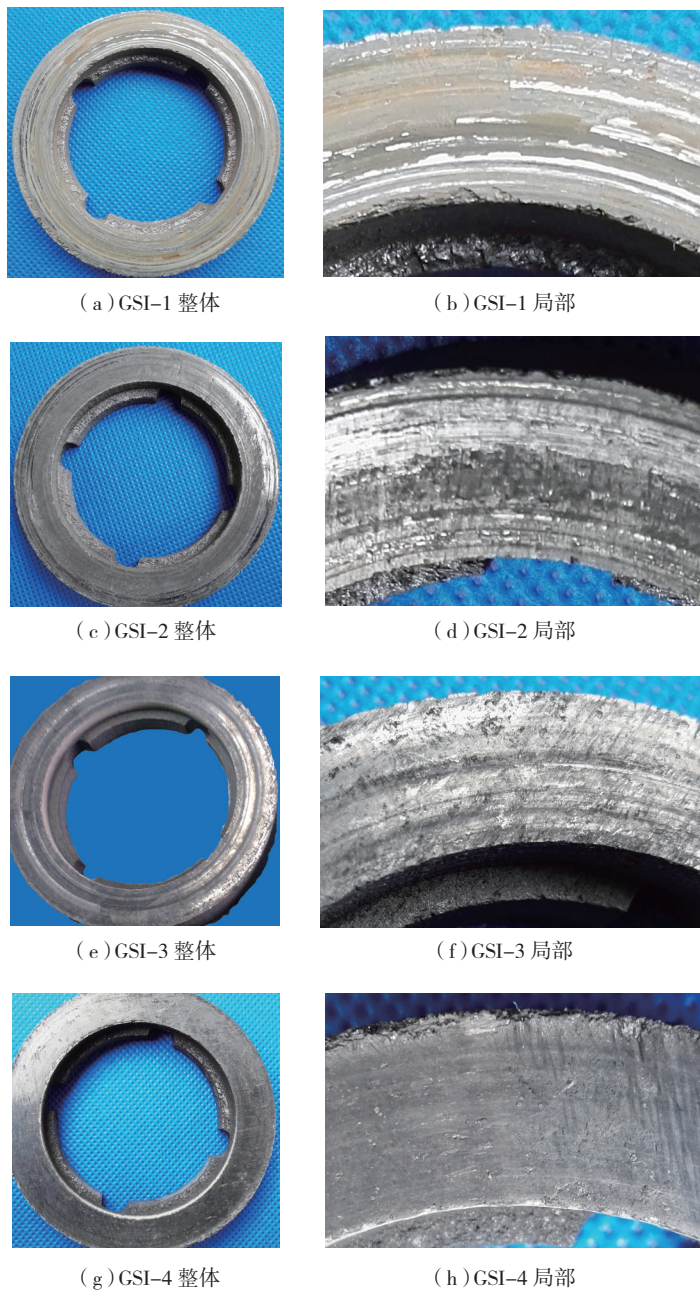


图4 摩擦试验后各GSI C/C-SiC试环表面形貌  
Fig.4 Surface morphology of GSI C/C-SiC testing rings after friction test

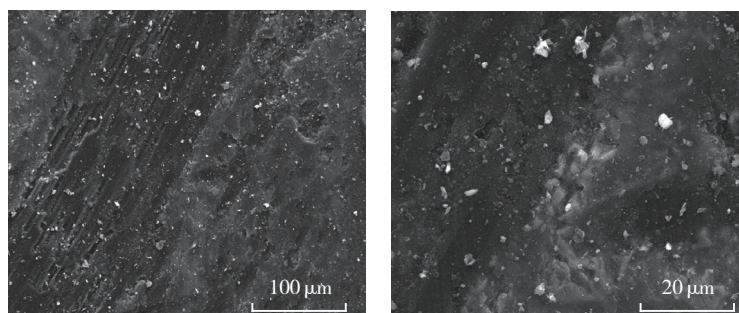


图5 GSI-3试环摩擦表面形貌  
Fig.5 Surface morphology of GSI-3 testing rings after friction test

沟效应。粘着效应是一种分子间作用,是指由于分子力的作用,摩擦对偶面之间的接触区域相互吸引、贴合而造成粘着,当发生相对滑动时产生剪切作用。犁沟效应是一种机械作用,是指在压力的作用下,材料摩擦表面硬度较高的硬相质点嵌入摩擦对偶面较软的区域,当发生相对滑动时推挤基体材料,从而犁削出一条条沟槽。

按照 C/C-SiC 复合材料典型的制动曲线,可以将制动过程分为初始、中间和刹停 3 个阶段。制动力矩曲线分段情况与不同阶段摩擦表面接触状况如图 6 所示。

**初始阶段:** 摩擦副表面存在着大量硬质凸起,在制动压力作用下,高速旋转的动环压上静环,硬质凸起相互嵌入、啮合,同时硬质凸起部分压入 C 区域和 Si 区域,发生对软质区域的犁削作用,使得滑动方向上的阻力快速增加,制动力矩在很短的时间内急剧增大。同时,剪切力使得脆性的硬质凸起大量断裂,凸起数量快速减少导致制动力矩降低,所以制动力矩曲线出现“前峰”现象。初始阶段的摩擦力主要来源

于犁沟效应。

**中间阶段:** 随着摩擦的继续进行,刮出的软质磨屑越来越多,填充到摩擦表面的沟壑里,并被压实,逐渐形成摩擦膜。摩擦膜中的 C 屑,能够在相对旋转速度较高的两个环之间提供稳定的制动力矩。制动过程中,摩擦膜中的磨屑不断脱落,同时摩擦表面不断有新的磨屑产生,对摩擦膜进行补充,使得摩擦膜的形成过程达到了一个动态平衡。摩擦膜的存在增大了材料与对偶件的真实接触面积,并且产生了一种润滑效果,从而降低了摩擦力,提高了制动稳定性,使制动力矩的变化趋于水平。摩擦膜覆盖在硬质凸起表面,限制了其互相嵌入与啮合,犁沟效应减弱,故中间阶段的摩擦力主要来源于粘着效应,即摩擦膜和摩擦表面的粘贴和撕裂。

**刹停阶段:** 速度降低,即摩擦能量降低,新磨屑产生速度减小,小于摩擦膜中磨屑的脱落速度,使得摩擦膜形成与撕裂的动态平衡被打破,硬质凸起和对偶件表面再次接触、嵌入与啮合,犁沟效应又开始突出,制动力矩不断增大,制动曲线出现“翘尾”

现象。“翘尾”的最大值一般出现在制动停止的瞬间。因为刹停的瞬间硬质颗粒嵌入对偶件表面的软质区域中形成啮合效应,摩擦类型从动摩擦变成静摩擦,而 C/C-SiC 制动材料的静摩擦系数大于其动摩擦系数,故刹停时制动力矩最大。刹停阶段跟初始阶段类似,摩擦力主要来源于犁沟效应。

### 结论

本文通过 GSI 工艺制备了 C/C-SiC 复合材料,研究了 C/C 素坯密度对 GSI C/C-SiC 复合材料物相组成与摩擦磨损性能的影响,并总结归纳出摩擦磨损机理,得到如下结论:

(1) 随着 C/C 素坯密度的增大, GSI C/C-SiC 复合材料的密度呈递减趋势,且 C 含量和闭孔率依次增加, SiC 含量和残余 Si 含量依次减少。

(2) 自对偶条件下,随着 C 含量增加,复合材料的平均摩擦系数、磨损率均呈现先增大后减小的趋势,当 C/C 素坯密度为  $1.25\text{g/cm}^3$  时有最大值,而制动稳定系数则不断增大。

(3) GSI C/C-SiC 复合材料的制动过程是犁沟效应和粘着效应共同作用的结果。制动初始阶段和刹停阶段以犁沟效应为主;中间阶段以粘着效应为主。

### 参考文献

[1] 张德珂,曹英斌,刘荣军,等. C/SiC 复合材料空间光机结构件的研究进展与展望[J]. 材料导报, 2012, 26(7):7-11.  
ZHANG Deke, CAO Yingbin, LIU Rongjun, et al. Progress and prospect of C/SiC composites used in space opto-mechanical structures[J]. Materials Review, 2012, 26(7):7-11.  
[2] 徐永东,张立同,成来飞,等. 碳/碳化硅摩擦阻复合材料的研究进展[J]. 硅酸盐学报, 2006, 34(8):992-998.  
XU Yongdong, ZHANG Litong, CHENG Laifei, et al. Research progress on carbon/silicon carbide friction composite[J]. Journal of

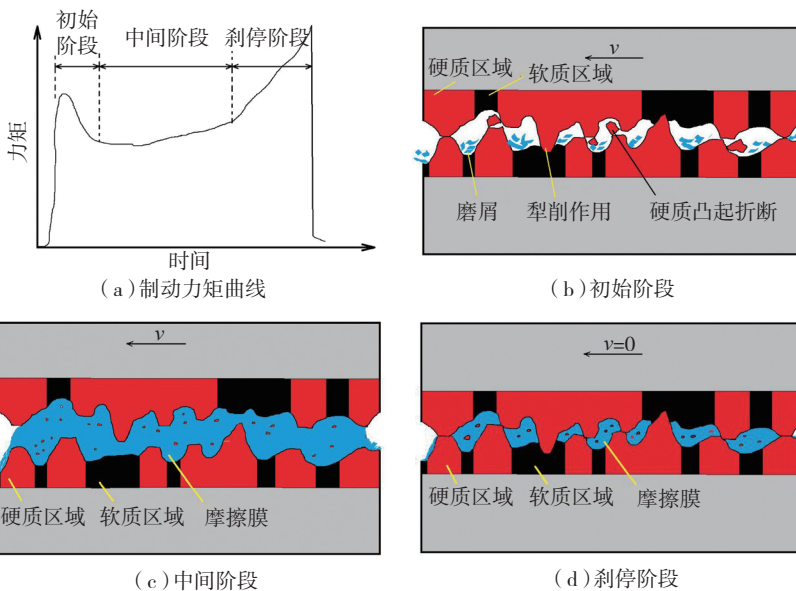


图6 制动力矩曲线分段状况与不同阶段摩擦表面接触状况

Fig.6 Section of braking torque curve and schematic diagram on friction surface contacting situation at different braking stages

- the Chinese Ceramic Society, 2006, 34(8):992-998.
- [3] NASLAIN R. SiC-matrix composites: nonbrittle ceramics for thermo-structural application[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2005, 2(2):75-84.
- [4] KRENKEL W, BERNDT F. C/C-SiC composites for space applications and advanced friction systems[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 412(1/2):177-181.
- [5] KRENKEL W, HEIDENREICH B, RENZ R. C/C-SiC composites for advanced friction systems[J]. Advanced Engineering Materials, 2002, 4(7):427-436.
- [6] 肖鹏, 刘逸众, 李专, 等. SiC 含量对 C/C-SiC 摩擦材料摩擦磨损性能的影响[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2012, 17(1):121-126.
- XIAO Peng, LIU Yizhong, LI Zhuan, et al. Effect of the SiC content on friction and wear properties of C/C-SiC composites[J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2012, 17(1):121-126.
- [7] 张智, 郝志彪, 闫联生. C/C-SiC 复合材料制备方法及应用现状[J]. 碳素, 2008(2):29-35.
- ZHANG Zhi, HAO Zhibiao, YAN Liansheng. Preparation methods and application of C/C-SiC composites[J]. Carbon, 2008(2):29-35.
- [8] 肖鹏, 徐永东, 张立同, 等. 旋转 CVI 制备 C/SiC 复合材料[J]. 无机材料学报, 2000, 15(5):903-906.
- XIAO Peng, XU Yongdong, ZHANG Litong, et al. Rapid fabrication of C/SiC composites using rotating chemical vapor infiltration[J]. Journal of Inorganic Materials, 2000, 15(5):903-906.
- [9] XU Y D, CHENG L F, ZHANG L T. Carbon/silicon carbide composites prepared by chemical vapor infiltration combined with silicon melt infiltration[J]. Carbon, 1999, 37(8):1179-1187.
- [10] 李厚补, 张立同, 成来飞. 先驱体转化法制备碳化硅陶瓷产率研究评述[J]. 高分子材料科学与工程, 2007, 23(4):20-23.
- LI Houbu, ZHANG Litong, CHENG Laifei. Review on ceramic yield of silicon carbide fabricated by polymer impregnation and pyrolysis[J]. Polymer Materials Science and Engineering, 2007, 23(4):20-23.
- [11] FAN S W, XU Y D, ZHANG L T, et al. Preparation and properties of self-healing coating for C/SiC brake materials[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2008, 5(2):204-209.
- [12] KRENKEL W. Cost effective processing of CMC composites by melt infiltration (LSI-process)[J]. Ceramic Engineering and Science Proceeding, 2001, 22(3):443-454.
- [13] 秦明升, 肖鹏, 熊翔. C/C-SiC 制动材料的研究进展[J]. 材料导报, 2008, 22(8):36-38.
- QIN Mingsheng, XIAO Peng, XIONG Xiang. Research progress in C/C-SiC braking materials[J]. Materials Review, 2008, 22(8):36-38.
- [14] 崔园园, 白瑞成, 孙晋良, 等. 熔融渗硅法制备 C/C-SiC 复合材料的研究进展[J]. 材料导报, 2011, 25(1):31-36.
- CUI Yuanyuan, BAI Ruicheng, SUN Jinliang, et al. Research of C/C-SiC composites prepared by liquid silicon infiltration[J]. Materials Review, 2011, 25(1):31-36.
- [15] MUHLRATZER A. Production, properties and applications of ceramic matrix composites[J]. Ceramic Forum International, 1999, 76(4):30-35.
- [16] SHOBU K, TANI E, KISHI K, et al. SiC-intermetallics composites fabricated by melt infiltration[J]. Key Engineering Materials, 1999, 159-160:325-330.
- [17] LIU W C, WEI Y L, DENG J Y. Carbon-fiber-reinforced C-SiC binary matrix composites[J]. Carbon, 1995, 33(4):441-447.

通讯作者: 刘荣军, E-mail: rongjunliu@nudt.edu.cn.

## Effect of C/C Green Density on Friction and Wear Properties of C/C-SiC Composites Prepared by GSI Process

LIU Rongjun, MIAO Huaming, WANG Yanfei, SUN Guoshuai

( Science and Technology on Advanced Ceramic Fibers & Composites Laboratory, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China )

**[ABSTRACT]** C/C-SiC composites were prepared by gaseous silicon infiltration (GSI) using C/C as green body. The effect of C/C density on the phase composition, friction and wear properties was studied. Through analyzing the braking process, the friction and wear mechanism of C/C-SiC composites is discussed in detail. The results show that, with C/C green density increasing, the density of GSI C/C-SiC composites decreases, and C content and open porosity gradually increase, while the contents of SiC and residual Si decrease. Under the self-dual circumstances, the average friction coefficient and wear rate of the composites increase firstly and then decrease, however, the braking stability coefficient increases continuously. When the density of C/C is  $1.25\text{g/cm}^3$ , the average friction coefficient and wear rate reach the maximum value. The braking process mechanism of GSI C/C-SiC composites is controlled by furrow effect and adhesion effect. The furrow effect is the main part in initial stage and late stage of braking, while the adhesion effect is the main factor in the middle stage.

**Keywords:** C/C green density; GSI; C/C-SiC composite; Friction and wear property

(责编 李丹)