

DOI:10.3969/j.issn.1001-4551.2016.06.009

氮化硅陶瓷球材料性能参数测试 及其相关性分析研究^{*}

周芬芬,袁巨龙^{*},赵 萍,李 帆,彭 岩,郑 斌
(浙江工业大学 超精密加工研究中心,浙江 杭州 310014)

摘要:针对目前氮化硅陶瓷球材料性能评价体系不完善,以及各个厂家生产的陶瓷球质量参差不齐的问题,对 3 个较著名厂家(记为 A、B、C)的陶瓷球的密度、显气孔率、硬度、断裂韧性及压碎载荷等主要性能参数进行了研究,对陶瓷球各性能参数之间的内在联系进行了相关性分析,建立了一种包含上述主要材料性能参数评价指标的评价体系,利用精密天平、硬度测量仪及万能试验机对上述材料性能参数进行了测试。研究表明,综合运用以上评价指标可以实现对陶瓷球材料性能的全面测评,B 厂生产的陶瓷球综合性能较高,C 厂家球体因压碎载荷值偏低而未达到性能评价标准;球体性能参数内在联系表现为断裂韧性与硬度相关性最大且为负相关,压碎载荷与显气孔率相关性最大。

关键词:陶瓷球;材料性能;压碎载荷;相关性分析

中图分类号:TH145.1⁺1;TH140.8

文献标志码:A

文章编号:1001-4551(2016)06-0689-05

Test and correlation analysis on material performance parameters of silicon nitride ceramic ball

ZHOU Fen-fen, YUAN Ju-long, ZHAO Ping, LI Fan, PENG Yan, ZHENG Bin
(Ultra-precision Machining Center, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China)

Abstract: Aiming at the problems of imperfect material performance evaluation system of silicon nitride ceramic ball and uneven quality of ceramic balls from different manufacturers, the test of main performance parameter of ceramic balls from three different manufacturers (A, B, C), which contained the density, porosity, hardness, fracture toughness and crushing load was researched. The inherent relationship between various performance parameters of ceramic ball was analyzed by correlation analysis. An evaluation system which contained above-mentioned performance parameters was established. Precision balance, hardness measuring instrument and universal testing machine were used to measure. The results indicate that the materials properties of ceramic ball can be comprehensive evaluated by the above evaluation system, the comprehensive performance of ceramic ball from B manufacturer is better, and the balls from C manufacturer cannot reach the evaluation standard for crushing load value is generally low, the correlation between fracture toughness and hardness is the maximum with negative correlation, and the correlation between crushing load and porosity is the maximum.

Key words: ceramic ball; material performance; crushing load; correlation analysis

收稿日期:2016-01-25

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51375455,51275476,U1401247)

作者简介:周芬芬(1988-),女,江西九江人,博士研究生,主要从事超精密加工技术及装备方面的研究。E-mail:zhoufen8888fen@163.com

通信联系人:袁巨龙,男,博士,教授,博士生导师。E-mail:jlyuan@zjut.edu.cn

0 引 言

陶瓷材料因具有密度小、硬度高、耐磨损和耐腐蚀等优异性能而成为制造高精度轴承滚动体和滚道的理想材料^[1-3]。为提高球轴承的性能和精度,陶瓷球体材料特性至关重要^[4-5]。

陶瓷球材料性能方面的研究已有大量报道^[6-8]。M. Ichikawa 等^[9]进行了滚动轴承陶瓷球的压碎试验来研究压碎载荷值对其尺寸依赖性的统计特征,其发现球体的压碎载荷值服从威布尔分布,并且依赖于球径和形状参数。Stenfan Strobl 等^[10]应用“表面裂纹弯曲法”进行了陶瓷球测试,断裂韧性实验结果显示测量误差小于 $\pm 5\%$ 。Serkan Nohut^[11]指出测试陶瓷球的双轴向强度的 B3B 法(ball-on-three-balls)依赖于测试样品的尺寸和加载条件,同时发现 B3B 法中样品失效归因于根据法向应力原理的表面缺陷。J. L. Zhou 等^[12]通过分析抗拉应力寿命模型进行了滚动接触疲劳试验,结果显示陶瓷球在最大拉应力下失效而不是在最大的剪切应力下。S. M. Hsu 等^[13]进一步研究了利用材料性能、运行参数及一些磨损模型来预测陶瓷的磨损。

本研究选取 3 个不同厂家的陶瓷球,建立以材料体积密度、显气孔率、硬度、断裂韧性及压碎载荷为评价指标的评价体系,对各材料性能参数对轴承的影响及其测量方法进行介绍,分析实验结果,并在此基础上对各项材料性能参数的相关性进行分析计算。

1 试样选择及评定标准

该试验所用氮化硅陶瓷球选自国内较著名的 3 个陶瓷球生产厂家(记为 A、B、C),其由微米级粒径的氮化硅粉末经烧制而成。每个厂家选择 9 颗直径约 10.38 mm 的球体进行测试,球体压碎载荷试验选取了 6 种直径系列。

ASTM F2094-03a^[14]标准对轴承用氮化硅陶瓷材料的组成成分进行了限定,将材料性能划分为 I、II、III 3 个等级,随着材料等级的增大其材料性能依次下降。为全面地评价陶瓷球材料性能,本研究建立了以材料体积密度、显气孔率、硬度、断裂韧性、压碎载荷为评价指标的评价体系,有关评定标准如表 1 所示^[15-16]。

2 材料性能参数测试方法

2.1 密度和显气孔率

密度可以评价陶瓷球的致密性、纯净度等,显气孔

表 1 氮化硅陶瓷球材料性能的评定标准

性能参数	材料类别		
	I	II	III
密度/($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	$3.26 \pm 0.04 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, 批密度差 $< 0.02 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$		
显气孔率/(%)	0.02	0.06	0.06
硬度/HV10	1 480	1 380	1 325
断裂韧性/MPa $\text{m}^{1/2}$	6.0	5.0	5.0
压碎载荷/kN	大于同规格轴承钢球压碎载荷标准值的 30%, 批压碎载荷差 $< 2 \text{ kN}$		

I 类材料—最高等级的材料; II 类材料—一般类材料; III 类材料—制造轴承的低等级材料,仅适用于低端应用
率为多孔材料中气孔体积和该物体体积之间的比率。陶瓷球密度约为轴承钢密度的 40%,当轴承高速旋转的情况下,陶瓷球的离心力小,轴承的旋滚比更小,获得更好的高速性能。显气孔率对密度有很大的影响,进而影响轴承的疲劳寿命及承载能力。本研究利用排水法测量密度和显气孔率。测量仪器为如图 1(a)所示的 SI-234 精密天平,其精度为 0.1 mg,测量原理如图 1(b)所示。

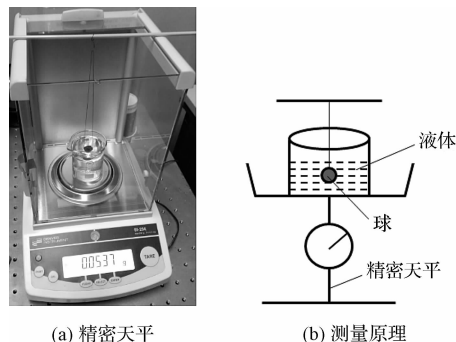


图 1 密度和显气孔率的测量

本研究首先利用天平测出陶瓷球的干重,其次将陶瓷球完全浸没在密度为 D_l 的液体中,测出陶瓷球所受的浮力。

陶瓷球的密度 D 为:

$$D = \frac{M_0}{M_1} D_l \quad (1)$$

式中: M_0 —陶瓷球的干重, M_1 —陶瓷球所受的浮力, D_l —液体的密度。

陶瓷球置于液体中完全饱和吸收后测量其湿重,显气孔率 P 为:

$$P = \frac{M_2 - M_0}{M_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中: M_2 —陶瓷球的湿重。

2.2 硬度和断裂韧性

硬度是材料抵抗外加载荷施加于材料表面的能力,对于高速和高精密轴承,高硬度的滚动体可以提高

轴承抗震动冲击能力。

根据下式测量表面压痕的对角线长度即可计算出维氏硬度值：

$$HV = \frac{1\ 854\ 400P}{(2a)^2} \tag{3}$$

式中： P —加载力； $a = (2a_1 + 2a_2)/4$ 。

维氏硬度测量仪器如图 2 所示。



图 2 维氏硬度测量仪器

维氏硬度测量仪器的加载压力是 10 kg,持续时间为 30 s。

维氏硬度的压痕图像如图 3 所示。

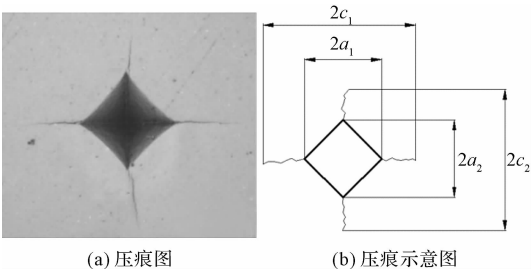


图 3 维氏硬度压痕图及压痕示意图

断裂韧性是抵抗微裂纹不稳定扩散和脆性断裂的能力,陶瓷材料的断裂是陶瓷球轴承最致命的失效形式,分析其断裂韧性,是提高陶瓷球轴承可靠性的基础。其测量方法与硬度测量方法相同。如图 3(b)所示,本研究通过测量对角线方向上压痕和微裂纹的显微长度。断裂韧性 K_{IC} 为：

$$K_{IC} = 10.4 \frac{a^{0.8}}{c^{1.5}} E^{0.4} P^{0.6} \tag{4}$$

式中： E —弹性模量； P —加载力； $c = (2c_1 + 2c_2)/4$ 。

2.3 压碎载荷

承载能力是设计和选用轴承的主要依据,其大小主要取决于滚动体的压碎载荷(字母 CL 表示)。压碎载荷值越大表明轴承的承载能力越强。三球法测量压碎载荷时,其位于中间位置的球体受力后两端的接触状态都是点接触,使得其内部产生的裂纹可以快速展

开直至球体碎裂,进而可以反映试验球发生碎裂时的瞬时载荷值。在试验前设计并加工出了的测量球体压碎载荷的夹具如图 4 所示。

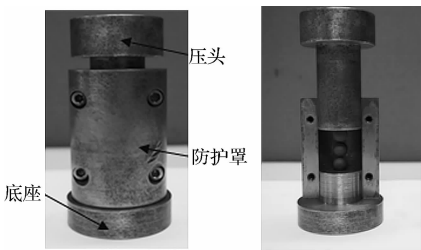


图 4 三球法测量压碎载荷的夹具

该夹具主要由压头、防护罩(2 片)和底座 3 部分组成,在压头和底座与待测球体接触的中心部位还定制了一定锥角的锥孔,以便于实现球体的定位。压碎载荷利用的 REGER-RGM-3200/3300 型万能试验机如图 5 所示,加载速度为 0.5 mm/min。

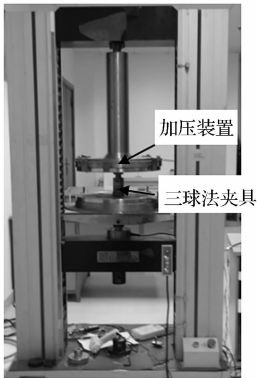


图 5 万能试验机

3 实验及结果分析

A,B,C 三厂陶瓷球密度的测量结果如图 6 所示。

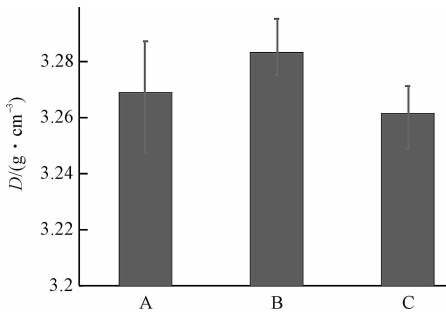


图 6 不同厂家陶瓷球的密度均值及偏差

其密度均值和标准差均在表 1 规定的密度范围内,B 厂的密度平均值最高,偏差也相对较小,说明该厂陶瓷球材料的致密性相对较高。

A,B,C 三厂陶瓷球显气孔率的测量结果如图 7 所示。

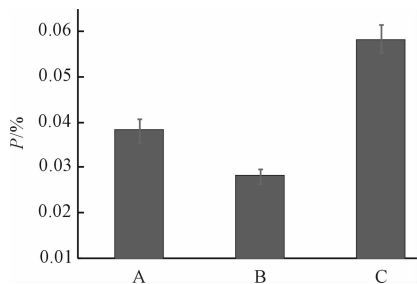


图7 不同厂家陶瓷球的显气孔率均值及偏差

其显气孔率均值均符合表1中Ⅱ类陶瓷材料的标准,B厂的显气孔率均值及相对偏差均最低。从密度和显气孔率的角度上结合分析可知:在表1的规定范围内,高密度,低显气孔率,反映了陶瓷球更好的烧结程度。

不同厂家陶瓷球硬度测量结果如图8所示。

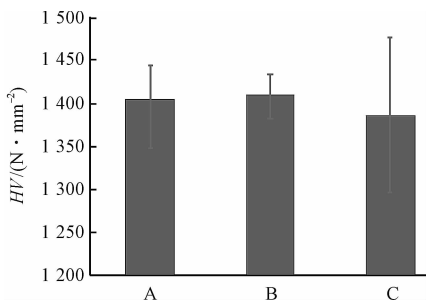


图8 不同厂家陶瓷球的硬度均值及偏差

B厂陶瓷球的表面硬度值最高,A厂次之,C厂最低,且C厂的偏差也最大。三厂家陶瓷球的维氏硬度都大于1380,均达到了表1中规定的Ⅱ级材料标准。

不同厂家陶瓷球断裂韧性的测量结果如图9所示。

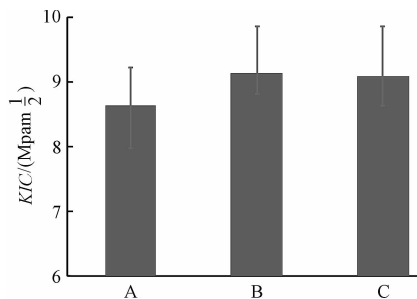


图9 不同厂家陶瓷球的断裂韧性均值及偏差

B厂陶瓷球的断裂韧性的平均值是最高的,而且其多次测量结果的相对标准偏差也是最低的。其余两厂陶瓷球的断裂韧性虽稍低于B厂,但也完全达到了表1中Ⅰ级氮化硅材料断裂韧性大于6.0 MPa·m¹/²的规定。

各厂陶瓷球压碎载荷测量均值的比较如图10所示。

3个厂压碎载荷值在大体上均是随着球体直径的

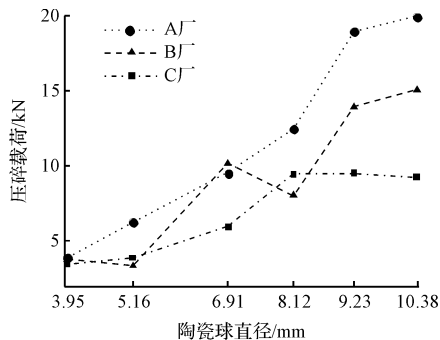


图10 不同厂家陶瓷球压碎载荷测量均值比较

增大而增大。A厂和B厂的陶瓷球压碎载荷虽存在一定的波动性,但从平均值上来看其基本上都达到了表1中约为钢球压碎载荷30%的标准。对于C厂的陶瓷球,其压碎载荷值普遍偏低,多数均为未达到以上材料标准。当球体直径大于8.12 mm时,其压碎载荷平均值呈下降趋势,这是由于球体内部组织反应烧结不够彻底进而造成球体强度不足。

选取A厂陶瓷球与钢球压碎载荷的对比如图11所示。

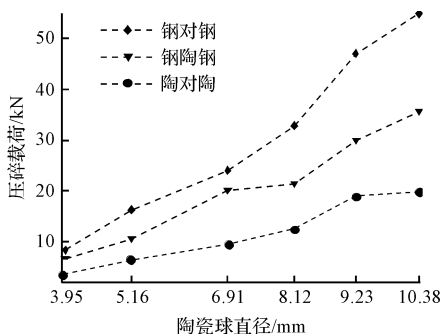


图11 陶瓷球与钢球压碎载荷的对比

从测量结果中可知,钢陶钢球体组合的压碎载荷明显高于陶对陶的压碎载荷。由于钢球塑性材料,当受到外加载荷时产生塑性变形;而陶瓷球为脆性材料,受载后的塑性变形非常微小。钢陶钢最能反映混合陶瓷球轴承中陶瓷球的极限受载情况,其压碎载荷在前两种情况之间,实验过程中常出现钢球碎裂而陶瓷球完好无损的情况,这说明在同等接触应力状态下陶瓷球的承载能力并不比钢球差。

4 材料特性参数的相关性分析

相关性分析常用于反映两个或更多变量之间的关系,相关系数的计算公式^[17]为:

$$r = \frac{\sum XY - \frac{\sum X \sum Y}{N}}{\sqrt{\left(\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{N} \right) \left(\sum Y^2 - \frac{(\sum Y)^2}{N} \right)}} \quad (5)$$

式中: X, Y —两种不同的参数; N —实验值; r —相关系

数,其取值范围在 -1 到 $+1$ 之间,即 $|r| \leq 1$ 。
 $|r|$ 越接近 1 ,则表明 x 与 y 线性相关程度越高。
若 $-1 \leq r < 0$ 时,表明 x 与 y 负相关;若 $0 < r \leq 1$ 时,表明 x 与 y 正相关; $r = 0$,则 x 与 y 无相关性。

上述分析中将陶瓷球的各项性能参数进行测试,这些参数主要体现陶瓷球材料的物理特性和力学特性,陶瓷球这两特性之间的相关性系数如表 2 所示。

表 2 各性能参数之间的相关系数

力学性能 物理特性	断裂韧性	压碎载荷
	密度	显气孔率
密度	0.007 9	0.298 7
显气孔率	0.072 4	0.652 0
硬度	-0.998 7	0.581 6

由表 2 可知,断裂韧性和硬度之间的相关系数接近 -1 ,说明硬度与断裂韧性之间相关度最高且为负相关,而密度与断裂韧性之间相关度最低,显气孔率次之。高硬度的材料一般韧性较差而具有高韧性的材料其硬度一般也不高,因此在保证陶瓷高硬度的条件下对其实现增韧是另一发展趋势。

显气孔率与压碎载荷之间的相关度最高,其次为硬度,再次为密度。显气孔率影响的是陶瓷球的结构强度,进而影响球体的承载能力。硬度与压碎载荷的相关度也较大,陶瓷球必须拥有足够的硬度才可抵御外界载荷。

5 结束语

本研究选取 A、B、C 3 个厂家的陶瓷球进行了各项材料性能参数的测试,得出 B 厂在各项材料性能参数中体现优势,除压碎载荷参数中 A 厂略优于 B 厂外,A、B 厂陶瓷球基本符合 II 级材料标准,满足较高精度轴承用球的技术要求。

陶瓷球压碎载荷测试中,球体直径越大,压碎载荷值越大;在钢陶钢压碎试验中,说明了陶瓷球具有与钢球相当的承载能力。

根据相关性系数可知各项材料性能之间的内在联系,断裂韧性与硬度之间的相关性最大且为负相关;压碎载荷与显气孔率之间的相关性最大,与硬度的相关性次之。

参考文献 (References):

[1] WANG L, SNIDLE R W, GU L. Rolling contact silicon nitride bearing technology: a review of recent research [J]. **Wear**,2000,246(s1-2):159-173.

[2] YUAN J L, WANG Z W, LV B H, et al. Simulation study on the developed eccentric V-grooves lapping mode for precise ball [J]. **Key Engineering Materials**, 2006 (304-305):300-304.

[3] 林明星,吕冰海,袁巨龙,等. 高精度氮化硅陶瓷球批量加工研磨工艺研究[J]. 机电工程,2013,30(2):171-174.

[4] 孙永乾,孙永安,李县辉. 陶瓷球压碎载荷试验分析[J]. 轴承,2001,36(5):23-25.

[5] YUAN J L, CHEN L N, ZHAO P, et al. Study on sphere shaping mechanism of ceramic ball for lapping process[J]. **Key Engineering Materials**,2004(259-260):195-200.

[6] 赵江铭,杨晓蔚,张永乾,等. 氮化硅陶瓷毛坯球材料性能试验研究[J]. 轴承,2001,36(2):29-32.

[7] 李建华,李军林,郭向东,等. 陶瓷球轴承性能分析与试验研究[J]. 轴承,2001,36(12):32-35.

[8] 刘高进,马会防,戴素江. 陶瓷球轴承高精密电主轴临界转速分析[J]. 机电工程技术. 2014,43(4):66-70.

[9] ICHIKAWA M, TAKAMATSU T, OKABE N, et al. Statistical Properties of Crushing Strength of Si₃N₄ Balls for Ceramic Bearings [J]. **Journal of the Society of Materials Science Japan**,1991(40):1355-1360.

[10] STROBL S, LUBE T, SCHIPPL O. Toughness measurement on ball specimens. Part II: Experimental procedure and measurement uncertainties[J]. **Journal of the European Ceramic Society**,2014,34(7):1881-1892.

[11] NOHUT S. A general formulation for strength prediction of advanced ceramics by ball-on-three-balls (B3B)-test with different multiaxial failure criteria[J]. **Ceramic International**,2012,38(3):2411-2420.

[12] ZHOU J L, WU G Q, ZHU W N, et al. Tensile stress fatigue life model of silicon nitride ceramic balls [J]. **Tri-bology International**,2009,42(11):1838-1845.

[13] HSU S M, SHEN M. Wear Prediction of Ceramics [J]. **Wear**,2004,256(9):867-878.

[14] ASTM F2094-03a, Standard Specification for Silicon Nitride Bearing Balls[S]. West Conshohocken: ASTM International,2003.

[15] 张永乾. 陶瓷球轴承制造技术及失效分析[D]. 合肥:合肥工业大学机械工程学院,2004.

[16] 中华人民共和国国家标准——滚动轴承钢球. GB/T 308.1—2002. 中国标准书号[S]. 北京:中国标准出版社,2002.

[17] 贾俊平. 统计学[M]. 北京:清华大学出版社,2004.

[编辑:李 辉]

本文引用格式: