

涂层 / 基体材料界面结合强度测量方法的现状与展望*

杨班权^{1,2} 陈光南^{1,†} 张坤¹ 罗耕星¹ 肖京华¹

¹ 中国科学院力学研究所, 北京 100080

² 中国人民解放军装甲兵工程学院机械工程系工程力学教研室, 北京 100072

摘要 界面结合强度是涂层 / 基体材料体系中的一项重要力学性能指标, 而表征与评价涂层 / 基体材料的界面结合强度又得依靠实验方法的测定. 由于涂层 / 基体材料体系的多样性与复杂性, 至今还没有形成适合于测量这类材料的界面结合强度的标准方法. 目前, 常用来测量涂层 / 基体材料的界面结合强度的方法有: 拉伸法、剪切法、弯曲法、划痕法、压入法等. 本文就目前表征与评价涂层 / 基体材料界面结合强度的测量方法做了综述, 讨论了它们的适用范围, 比较了它们的优势与不足.

关键词 涂层 / 基体材料, 界面结合强度, 测量方法

1 引言

在表面工程与材料科学中^[1~5], 广泛地采用各种各样的涂层技术以达到防护基体材料的目的. 如航空航天设备中的各种耐热耐高温陶瓷涂层, 集成电路中发挥绝缘等作用的涂层, 枪炮管内抗烧蚀的电镀铬涂层和日常生活中的各种起装饰作用的涂层等等. 对于工程实际中的多数涂层 / 基体材料, 从很大程度上说, 涂层材料的寿命可以决定整个零部件或设备的寿命. 在服役的过程中, 由于涂层材料与基体材料在力学、热学等性能方面存在着差异, 因此在机械、热等各种载荷的作用下会表现出两种材料在应力、应变上的失配, 最终会导致涂层材料的失效. 工程实际中, 涂层 / 基体材料典型的失效模式为: 涂层在基体上的剥落 (spallation). 在实际工况下, 枪炮管内抗烧蚀的电镀铬涂层的失效模式, 如图 1 所示. 这种失效的过程可以这样来描述: 先是脆性铬涂层本身的开裂, 裂纹很快贯穿到界面, 然后是铬涂层与韧性钢基体的界面开裂, 界面裂纹扩展到一定程度就导致了铬涂层从基体上的剥落.

从工程实际情况来看, 我们得出导致枪炮管内涂层剥落最主要的原因是涂层与基体的界面开裂,

由于脆性的铬涂层与钢基体在力学性能上存在着较大的差异, 铬涂层本身的开裂在枪炮管的使用初期就会发生. 通过比较, 寿命长的枪炮管产生的界面开裂时间较晚和界面裂纹扩展的速度较慢. 涂层从基体

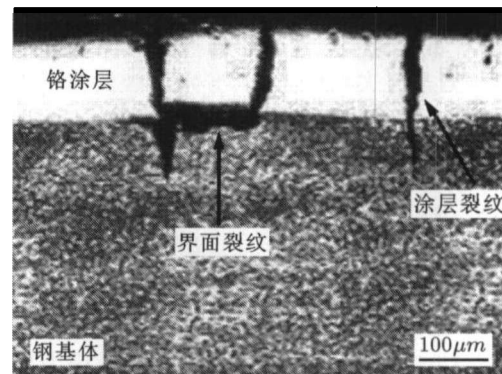


图 1 实际工况下枪炮管内的电镀铬涂层的失效模式

上的剥落在某种意义上意味着结构、设备或器件的失效. 撇开导致涂层失效的外界因素, 如载荷条件等, 影响该种材料体系服役寿命的内因至少包含涂层材料与基体材料间的界面结合力学性能的优与劣. 可以说, 界面结合的良好与否从很大程度上决定着这种材料的服役寿命. 在相同的外界载荷下, 界面结合

收稿日期: 2005-12-06, 修回日期: 2006-07-27

* 国家自然科学基金 (50471087, 50531060) 资助项目

† E-mail: gnchen@imech.ac.cn

的强度越高和界面的韧性越好,就意味着抵抗界面裂纹产生和扩展的能力会越强,从而延迟涂层从基体上剥落,最终延长工件的服役寿命.因此,表征与评价涂层/基体材料界面结合力学性能就显得十分重要.由于基体上的薄膜材料也是涂层材料的一种,因此本文所指的涂层材料也包括通常的薄膜涂层材料.

2 界面结合力学性能表征

涂层/基体材料界面力学性能(interfacial mechanical properties)的定量表征是研究者与使用者追求的目标,但由于涂层(包括薄膜涂层)品种和技术的多样性,追求单一的表征参量和表征方法的努力至今并无成功的迹象.在今天的表面工程领域,有推荐采用简单的弯曲次数表征与评价涂层与基体界面结合的力学性能,也有采用临界载荷指标来表征和评价涂层和基体界面结合的力学性能.基于更为科学的观点,表征和评价涂层/基体材料界面结合的力学性能应该采用以下两种不同的形式:(1)基于应力(单位面积上的力)的观点:涂层从基体上剥离时单位面积所需要的力的大小,即涂层与基体的界面结合强度(interfacial bonding strength or interfacial adhesive strength),包括界面拉伸强度(interfacial tensile strength)与界面剪切强度(interfacial shear strength),单位为MPa;(2)基于能量学的观点:涂层从基体上剥离时单位面积所需要的能量的大小,单位为 J/m^2 .界面的拉伸强度和剪切强度分别表征涂层/基体材料在界面起裂瞬间作用在界面上的最大正应力与最大剪应力,其分别反映该种材料体系的界面抵抗拉伸与剪切破坏的能力,属于强度指标,它们与能量学中的表征指标是不同的.在能量学的观点中,有界面韧性和界面断裂韧性指标表征,值得一提的是,这两者的定义也是不同的,不能混同.根据文[6,7]中关于韧性(toughness)的定义,界面韧性(interfacial toughness)是表征在涂层/基体材料的界面上,从产生变形直到断裂的整个过程中所吸收的能量,而界面断裂韧性(interfacial fracture toughness)是表征在界面预先存在裂纹的情形下,该种材料体系抵抗该预先存在的界面裂纹进一步扩展的能力.因此,根据这一定义,界面韧性所吸收的能量包含了界面断裂韧性所吸收的能量.界面结合的拉伸强度和剪切强度非常适合于工程中一点失效就代表整个结构或构件失效的情况,比如工程中的一拉、压杆与连接件等.由于测量界面结合的拉伸强度和剪切强度不涉及到复杂的断裂力学理论分析,测量出来的值相对来说比较准确,因此工程实际中常常采用这两种指标来表征与评价涂层/基体材料界面结

合的力学性能.当然,工程中也大量存在结构或构件的一点失效并不代表整个结构或构件的失效的情况,因此,除了从应力强度指标来表征与评价外,也可以从能量学的角度采用韧性指标来表征与评价,比如界面韧性、界面断裂韧性等. Volinsky等^[8]主要从能量学的观点,综述了多种涂层/基体材料体系的界面韧性指标的理论基础、测量方法和这些方法的优缺点.本文将基于经典的应力强度的观点从强度指标的角度讨论涂层/基体材料界面结合强度测量和评价方法的现状与展望.

3 测试方法

由于涂层/基体材料体系的多样性与复杂性,再加上涂层较薄(通常为纳米量级至毫米量级),传统的力学性能测试方法已经不再适用.一种方法测量某种特定涂层/基体材料的结合强度是可行的,但对另一种涂层/基体材料可能就不再合适^[8,9].因此就导致了目前测量涂层/基体材料界面结合强度的实验方法的多样性和复杂性,正如文献[8]中所述,目前测量涂层/基体材料的界面结合性能方法多达200多种,但是目前还没有一种标准的测试方法适合于各类涂层/基体材料体系. Chalker等^[10]提出要理想地测量出涂层/基体材料界面结合的力学性能,应至少满足两个条件:一是要有合理的反映涂层从基体上剥离时的良好力学模型;二是要能够准确地测量出有关反映界面结合性能的力学参量.根据涂层/基体材料体系的韧性与脆性特征,本文将涂层/基体材料体系分为:韧性涂层/脆性基体(如电镀铜/Si基体等)(I类),韧性涂层/韧性基体(如Ni涂层/钢基体等)(II类),脆性涂层/脆性基体(如SiN涂层/Si基体等)(III类),脆性涂层/韧性基体(电镀铬/钢基体、TiN/钢基体、 Al_2O_3 /铝合金基体等)(IV类).本文将材料按韧、脆分的目的是脆性材料可以在开裂前只考虑其弹性变形,忽略其塑性变形,而韧性材料则多数情形应该考虑其塑性变形.按界面结合的强与弱可分为强界面结合与弱界面结合涂层/基体体系.为了测量这些涂层/基体体系的界面结合强度,常用的测量方法有拉伸、剪切、弯曲、划痕、压入和动态测试等方法.下面将分别讨论这些测量方法.

3.1 拉伸法

拉伸法^[11~25]是目前被广泛采用的测量涂层/基体材料界面结合强度的方法.这类方法分两种,一种叫横向拉伸法(tensile test)^[11~16],最早由Agrawal和Raj^[11]提出,其示意图见图2.

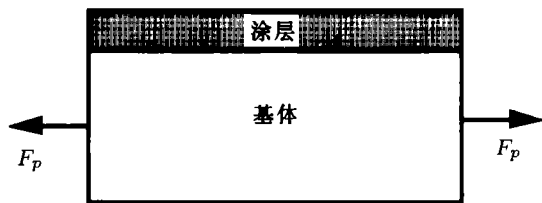


图2 横向拉伸法示意图

在拉伸载荷作用下,涂层断开的每一小块中的拉伸应力和界面剪应力分布如图3所示。

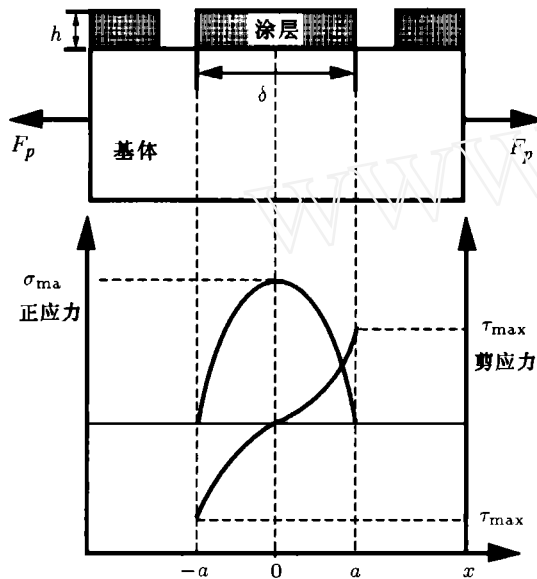


图3 小块涂层内的正应力与界面上的剪应力分布图

这种方法的理论基础是基于纤维增强复合材料中的剪滞模型 (shear-lag model)^[12],即涂层所受的任何应力都必须经由涂层与基体的界面来传递,表达式为

$$\sigma = \frac{1}{h} \int_0^a \tau(x) dx \quad (1)$$

其中: \$h\$ 为涂层的厚度, \$\tau(x)\$ 为界面的剪应力, \$\sigma\$ 为涂层内的正应力, \$a\$ 为断开后的小块涂层粘接在基体上的一半长度。

Agrawal 和 Raj^[11] 的实验对象为脆性 Si 薄膜涂层与韧性纯铜基体材料, Si 薄膜涂层的厚度为 60nm。在拉伸载荷的作用下,脆性 Si 薄膜涂层沿与垂直拉伸的方向开裂,当裂纹到达饱和之后,即裂纹的数量不再随着拉伸应变的增加而增加的时候,涂层与基体的界面剪切强度可按下式计算

$$\tau = \frac{\pi \sigma_b h}{\delta_{max}} \quad (2)$$

其中: \$\delta_{max}\$ 为涂层裂纹最大间距, \$\sigma_b\$ 为涂层的断裂强度。

Xie 等^[13] 采用此方法测量了脆性的 Al₂O₃ 薄膜涂层与韧性 Al-5% Mg 基体的界面剪切强度,他们采用的 Al₂O₃ 薄膜涂层的厚度为 0.1 \$\mu\$m,基体的厚度为 1mm。但是他们并没有采用公式(2)计算,而是采用了 ABAQUS 有限元分析软件,通过建立薄膜涂层与基体界面的粘接模型 (cohesive interface model),采用平面应力的 4 节点缩减积分单元,计算了变化宽度的小块涂层与基体界面的正应力与剪应力分布场,估计出了该种材料体系的界面剪切强度值。在有限元建模的过程中,为了更加精确地获得界面塑性变形和界面应力分布的规律,在界面区域和裂纹边界上必须有足够的网格划分密度^[13] 以此减少由于网格稀疏带来的误差。Chen 等^[14] 采用此方法测量了 1.3 \$\mu\$m 厚的 TiN 薄膜涂层与 304 钢基体的界面结合强度,同时他们对此模型进行了修正,考虑了 TiN 薄膜涂层内的残余应力对测量界面结合强度的影响。Shieu 等^[15] 采用此方法测量了 0.1 \$\mu\$m 厚的 SiO_x 薄膜涂层分别在 Au 和 Cu 基体上的界面结合强度。

郑小玲等^[16] 指出,这种纯拉基体的方法仅适于测定弹性模量大于金属基体的脆性薄膜涂层,即适合于第 IV 类,并且测试值与界面结合强度的真实值可能存在较大差异,而当涂层的变形能力大于金属基体的变形能力时,该法就无法测定涂层与金属基体间的界面结合强度。但是这种方法非常适合于结合强度较强的脆性涂层和韧性基体材料,因为这种方法就是利用了涂层本身的开裂特征(比如裂纹最大间距、饱和裂纹密度等)来计算剪切强度的。

另一种方法叫垂直拉伸法 (pull-off test)^[17~25]。这种方法的实施是将某种胶粘剂(比如环氧树脂)将涂层或薄膜涂层表面粘接在某一能够方便施加载荷的物体上,比如大头钉等,然后在该物体的一端施加拉伸载荷,其示意图见图 4。

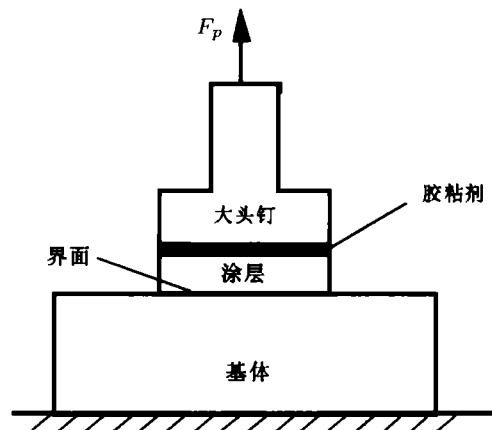


图4 垂直拉伸法示意图

评价该种材料体系的界面结合强度非常简单,即根据涂层与基体界面断开所对应的载荷 F_p 除以涂层与基体的接触面积 A , 即平均拉伸强度为其界面结合的拉伸强度. 计算公式为

$$\sigma = \frac{F_p}{A} \quad (3)$$

这种方法的好处在于能够较准确地和量化地测量出界面结合的拉伸强度, 但是测量的结合强度值有一限度, 通常为小于 90 MPa^[25]. 同时, 这种方法的不足之处是如果出现了胶粘剂的粘接强度小于涂层与基体的界面拉伸强度, 就会导致实验失败. 这类类似于比较简单的胶带法 (tape test)^[10]. 因此要采用这种实验方法来测量界面拉伸强度的前提条件是胶粘剂的粘接强度要大于涂层与基体材料的界面拉伸强度. 对于这种方法, Markus 等^[18] 采用了 ABAQUS 有限元软件模拟该种实验, 他们在基体的上下两个面上采用薄膜单元, 在其它处采用轴对称的二维线性连续单元, 同时分别考虑了弹性基体与刚性基体两种模型对测量结果的影响, 得出采用弹性基体模型的结合强度值要小于刚性基体模型的结合强度值, 原因是刚性基体将应力集中转移到了涂层与胶粘剂的界面上.

3.2 剪切法

剪切法 (shear test)^[26~28] 常用于测量厚涂层与基体材料间的界面剪切性能, 其示意图如图 5.

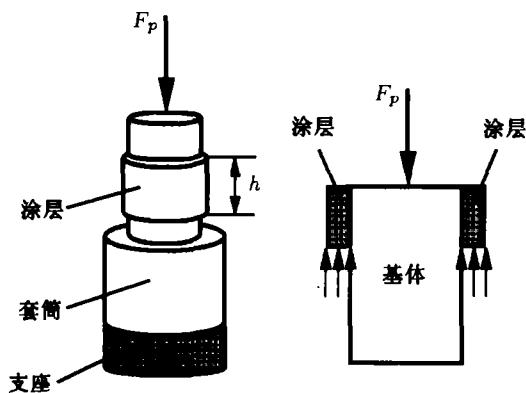


图 5 剪切法示意图

这种实验装置较简单, 圆柱形试件不带涂层部分的半径接近于被固定的套筒的半径, 凸出的涂层将在载荷 F_p 的作用下被剪切掉. 界面的平均剪切强度可按下式计算

$$\tau = \frac{F_p}{\pi D h} \quad (4)$$

其中: F_p 为涂层被剪断的临界载荷, D 为试件的直径 (不加上涂层的厚度), h 为涂层在试件上的高度. 这种方法操作起来比较简单, 非常适合于各类厚涂层 / 基体材料, 例如文 [26] 与文 [27] 所采用的热障

涂层厚度分别约 300 μm 和 200 μm . 但是, 对于十分薄的涂层 (纳米至十几微米) 可能会无法实施. 因为套筒与试件的加工误差可能会在涂层的厚度范围内, 这个厚度的涂层可能不会被剪切到. Era 等^[26] 指出, 剪切法有一不足之处在于靠近涂层自由边界的界面处存在应力集中, 为了减少该处的应力集中, 他们在试件的该处预制了一个半圆形的凹槽, 以减少应力集中.

3.3 弯曲法

弯曲法 (bending test)^[29~33] 也被广泛地应用于测量涂层 / 基体材料的界面结合性能. 最常用的是采用悬臂梁弯曲、3 点弯曲与 4 点弯曲. 刘等^[29] 采用悬臂梁模型并结合声发射技术测量了厚度约 3 μm 的 TiN 薄膜涂层在 Ti 基体上的结合强度. 他们在悬臂端悬一轻质容器, 不断的向容器内注水以实现连续加载, 直到出现明显且连续发生的声发射信号为止, 然后通过金相显微镜观察, 进一步证实界面开裂与否. Oettel 等^[30] 采用 4 点弯曲法测量了厚度为 3 μm 左右的 TiN 薄膜涂层在钢基体上的结合强度.

Zhang 等^[31] 采用悬臂梁模型并结合声发射仪器测量了 Al_2O_3 陶瓷涂层与铝合金基体的界面结合强度. 其示意图如图 6.

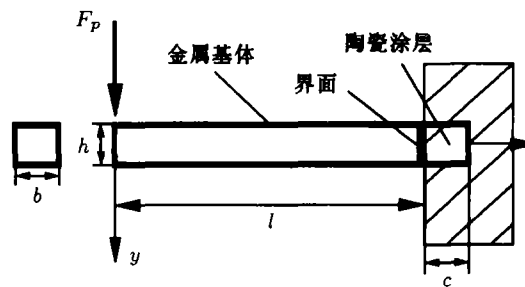


图 6 悬臂梁弯曲法示意图

他们也是采用声发射技术来判断界面是否开裂, 根据悬臂梁的几何尺寸和界面瞬时开裂所对应的临界载荷就可以确定界面结合的结合的拉伸强度. 这种方法的不足之处是在加载时加载端的压头容易发生滑动, 从而也会产生强烈的声发射信号, 这样容易将此信号误认为界面开裂的信号. 他们认为加载头是否会在试件上滑动取决于试件的尺寸和载荷的大小, 并给出了是否会产生滑动的临界载荷, 当满足关系式

$$\frac{1 - \cos \theta}{\cos^2 \theta} \cdot \frac{E \cdot h \cdot b}{F_p} \geq \mu$$

时就会产生滑动. 其中: $\theta = F_p l^2 / 2EI$, I 是悬臂梁的截面惯性矩, l 是悬臂梁的长度, E 是金属基体的弹性模量, h 是悬臂梁的高度, F_p 是载荷, b 是悬臂梁的宽度, μ 是加载头与金属基体的摩擦系数. 因此, 为了避免加载头与试件间的滑动, 这种实

验方法必须事先估计载荷大小来确定试件的几何尺寸. 另外这种方法适合于较厚的涂层, 文中所用的陶瓷涂层厚度达到 5 mm, 对于太薄的涂层, 这种实验方法不适用. 因为涂层太薄, 基体本身的自重可能会导致涂层无法承受载荷而屈服或脆裂. 另外, 涂层是

被固定端固定下来的, 如果对于较脆的涂层, 可能会在固定时, 很容易使它们脆裂.

Beydon 等^[32]采用了一种 3 层结构的 3 点弯曲实验用来测量界面结合强度. 其示意图为图 7.

在 a (基体)、 b (涂层)、 c (与基体对称层) 3 层

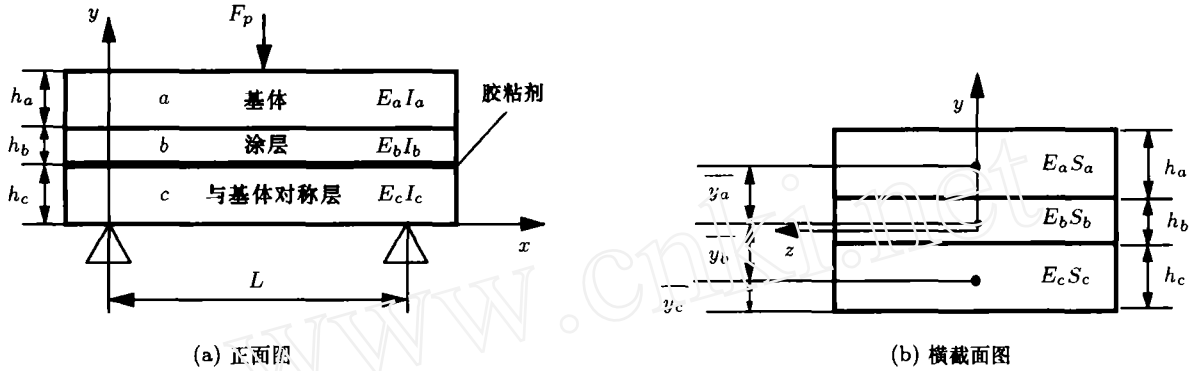


图 7 3 点弯曲法示意图

内的拉应力、剪切应力计算公式分别为

$$(\sigma_x)_i = -\frac{M_z E_i}{\langle EI \rangle} y \quad (5)$$

$$(\tau_{xy})_a = \frac{|T| E_a (y_h^2 - y_o^2)}{\langle EI \rangle} \quad (6)$$

$$(\tau_{xy})_b = \frac{|T| (y_i^2 - y_o^2) E_b + (y_h^2 - y_i^2) E_a}{\langle EI \rangle} \quad (7)$$

$$(\tau_{xy})_c = \frac{|T| E_c (y_b^2 - y_o^2)}{\langle EI \rangle} \quad (8)$$

其中: M_z 为弯矩, $|T|$ 为剪力, h_i 、 E_i 、 S_i 、 I_i ($i = a, b, c$) 分别表示所对应层的高度、弹性模量、横截面面积、横截面惯性矩; y_o 是横截面上的考虑点; \bar{y}_a 、 \bar{y}_b 、 \bar{y}_c 分别为 a (基体)、 b (涂层)、 c (与基体对称层) 层在图示坐标系中的形心坐标, 并有以下的关系式

$$(E_a S_a + E_b S_b + E_c S_c) = \langle EI \rangle \quad (9)$$

$$E_a S_a \bar{y}_a + E_b S_b \bar{y}_b + E_c S_c \bar{y}_c = (E_a S_a + E_b S_b + E_c S_c) \bar{y} \quad (10)$$

$$y_h = h_a + h_b + h_c - \bar{y} \quad (11)$$

$$y_i = h_b + h_c + \bar{y} \quad (12)$$

$$y_b = -\bar{y} \quad (13)$$

$$\bar{y}_a = h_c + h_b + \frac{h_a}{2} \quad (14)$$

$$\bar{y}_b = h_c + \frac{h_b}{2} \quad (15)$$

$$\bar{y}_c = \frac{h_c}{2} \quad (16)$$

这种实验情形几乎可以近似为纯剪切实验, 因为

在涂层与基体的界面上拉伸应力几乎为零, 而主要表现出来的是剪切应力. 因此这种实验实质上是测量涂层 / 基体材料的界面剪切强度. 这种方法适合于结合强度较弱的各类涂层 / 基体材料. 对于那些结合强度大于涂层本身的断裂强度的材料, 该方法不适合. 因为可能会出现界面还未开裂涂层本身就先开裂了, 从而无法测量其界面的剪切强度.

3.4 划痕法

前面介绍的几类方法的理论基础都比较简单, 下面介绍另一类方法: 划痕法 (scratch test). 划痕法^[34~60]是目前使用十分广泛的一种半定量^[34]的测量硬质薄膜涂层 / 基体材料界面结合性能的方法. 该方法是将一很小曲率半径、圆锥形端头的金刚石类硬质材料针, 立在涂层表面, 不断地施加法向载荷 F_n 与切向载荷 F_t , 并同时使划针沿着涂层表面进行刻划, 通过划伤涂层来测量涂层 / 基体材料的界面结合强度, 其示意图如图 8. 这种方法主要适用于厚度在 $7 \mu\text{m}$ 以下的硬质薄膜涂层 (如 TiN、TiC 等)^[35]. Bull 等^[34]也指出, 该方法不能测量厚度大于 $50 \mu\text{m}$ 的涂层的结合性能, 因为该方法在涂层破裂前不可能产生足够大的界面应力场使得界面开裂.

由于这种方法对试样的制作不需要严格的规范, 操作起来十分方便, 因此得到广泛地应用. 同时, 这种方法常常是配备声发射装置来检测界面的开裂与否. Benjamin 和 Weaver^[36]早期试图采用划痕法来测量界面结合强度, 并给出了计算涂层与基体界面剪切强度的表达式

$$\tau = \frac{kAH}{(R^2 - A^2)^{1/2}} \quad (17)$$

其中: R 为划针头的半径, A 为划针头与涂层的接触半径, $A = (F_c/\pi H)^{1/2}$, F_c 为临界载荷, H 为基体的硬度, k 是无量纲常数, 取值范围在 0.1 到 0.2 之间. 这一公式表明, 随着基体硬度的增加, 界面的剪切强度也是增加的. 这一公式的得出是采用了完全的塑性变形的理论模型, 适用的范围非常有限. 目

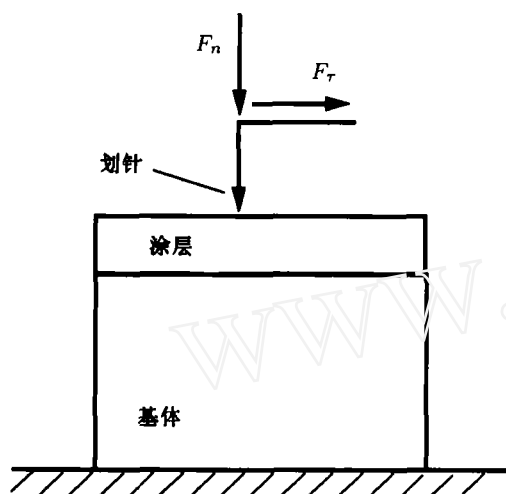


图 8 划痕法示意图

前, 划痕法中最多的还是采用界面开裂瞬时时所对应的临界载荷指标来表征涂层与基体材料的界面结合强度. 这一指标虽然能在一定程度上反映了界面的结合性能, 但也未必就全部反映了界面的结合性能, 这种方法受到许多外在与内在因素的影响^[37]. 第 1, 这种方法单凭涂层在基体上剥离瞬时时所对应的法向临界载荷作为半定量地表征与评价界面结合强度不是十分的科学, 因为临界载荷是力的概念, 国际单位是牛顿 (N), 不是反映强度的应力指标概念, 正如 Zhang 等^[38]所指出的划痕法中的临界载荷不是断裂韧性一样, 临界载荷也不是强度指标. 第 2, 临界载荷指标未能反映涂层与基体材料的力学、几何等参数对临界载荷的影响, 因此, 这里的临界载荷只能说是部分地反映了界面结合性能. 第 3, 如果它是依靠声发射技术或者在划痕时产生的载荷位移曲线的突变来判断界面是否开裂也缺乏可靠性, 因为声发射仪器对声音信号特别敏感, 有时声发射捕捉到的强信号未必就是涂层与基体界面开裂的信号, 涂层本身的开裂也可以产生强烈的信号; 依靠划痕时产生的载荷位移曲线的突变来判断涂层与基体界面开裂也是存在不足的, 因为实际材料存在缺陷, 偶尔的曲线突变并不一定是界面开裂. 第 4, 划痕法几乎不能排除非界面产生的结果, 即划痕法得到的所谓临界载荷不一定是界面剥离时所对应的法向载荷, 划针的位置很难控制刚好在界面上, 划针的位置可能会在涂层内或在基体内或在界面的附近, 这就给划痕法评价涂层

/ 基体材料的界面结合强度带来了不确定性. 最后, 所得到的临界载荷与加载速度、划痕速度、划头的半径、划针头的磨损和涂层内的残余应力等因素有关.

从实验结果来看, 划痕法导致涂层失效模式多种多样^[39~41], 同一时刻可能存在多种失效模式, 有拉伸、剪切、失稳、剥落等模式, 给理论分析带来了很大的难度. 通过划痕法来表征和评价涂层基体材料的界面结合强度, 很重要的一点就是要知道界面与涂层内的应力分布情况, 但由于被测结构的特殊性、复杂的载荷情况、划头与材料间的摩擦磨损、划头的几何形状和尺寸、涂层和基体材料的弹性和塑性性能等等, 所有的这些因素将会使得划痕法成为一个高度复杂的非线性问题, 目前还未见有关划痕法比较成熟的理论建模与分析的报道, 这也给力学科技工作者提出了极大的挑战. 因此, 采用划痕法测量涂层 / 基体材料界面结合性能, 还有许多的工作值得去深入研究.

3.5 压入法

在科研实践与工程实际中, 压入法 (indentation test)^[61~79] 也是一种十分普遍的定量、半定量或定性的测量涂层或薄膜涂层 / 基体材料界面结合性能的方法. 它具有操作方便, 试样制备简单等优点. 压入方法有多种, 按压头的位置分, 常见的有: 涂层表面压入法、侧面基体压入法和界面压入法. 在压入法中, 压头的形状也有多种, 常见的有球形压头、圆锥形压头、三棱锥压头、四棱锥压头、楔形压头等.

涂层表面压入法 (coating surface indentation)^[61~72] 是将压头直接压在涂层的表面, 其示意图如图 9.

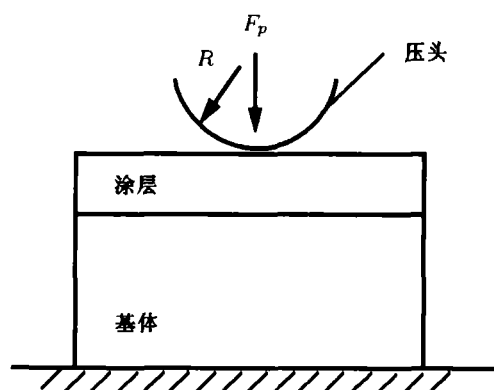


图 9 涂层表面压入法示意图

采用涂层表面压入法测量界面结合强度是建立在实验的基础上, 在能判断界面瞬时开裂的条件下, 利用瞬时开裂所对应的载荷, 即临界载荷, 建立有限元模型, 根据实验得到的涂层基体材料在压入的过程中的应力应变关系, 采用合适的有限元接触单元, 计算临界载荷情形下的界面应力场. Qi 等^[64] 采用涂

层表面压入法得出了计算金刚石薄膜涂层与金属基体（多晶铜）界面结合强度的表达式

$$\sigma_x = E\{[1 + (ab(\exp(-bx)))^2]^{1/2} - 1\} \quad (18)$$

其中： E 为金刚石薄膜涂层的弹性模量， x 为界面上的点的横坐标， a 为常数，取决于压入载荷的大小，压头的形状和涂层与基体材料的性质以及涂层的厚度； b 也是一个常数，主要取决于涂层与基体材料的性质以及涂层的厚度。另一种计算界面剪切强度和拉伸强度的模型为采用球形压头的赫兹接触模型，根据临界压痕半径、涂层和基体材料的几何、力学等参数，可以求得界面的结合强度。由于公式较长，在此未列出，详细计算公式可参阅文献 [52, 86]。

这种方法适合于弱结合界面，且必须配备有能判断界面是否开裂的设备，比如光学显微镜，声发射等。这种方法不足之处是在实验的过程中，表面压入很容易使脆性涂层产生径向和环向裂纹，如果有限元的模型与实验过程中的真实情况差别很大的话，计算出来的界面结合强度就会存在着很大的误差。

基体侧面压入法 (cross-sectional indentation) [73~78] 是把压头放在试件侧面离界面一定距离的基体上，其示意图如图 10。

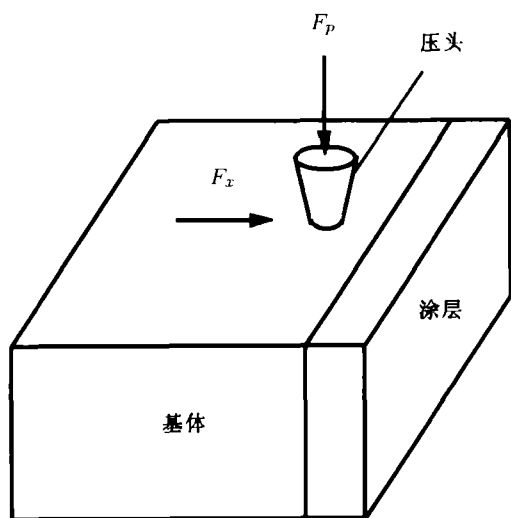


图 10 基体侧面压入法示意图

近几年来，这种方法被广泛用来测量涂层与基体材料的界面结合性能（也包括界面的韧性指标 [66~72]）。Zhang 等 [74,75] 采用侧面基体压入法测量了热喷涂类涂层与韧性基体的界面结合强度。这种方法的新颖之处就是利用了侧向力（图 10 中的 F_x ）与压入时间曲线的斜率突变来判断界面是否开裂。

这种得出界面结合强度的方法采用了有限元和 Brewer 和 Lagace [81] 提出的二次脱层准则 (quadratic delamination criterion) 来计算和判断当界面开裂瞬

时在界面上产生的最大正应力和最大剪应力，这最大的正应力和最大的剪应力分别就是界面的拉伸强度和剪切强度。二次脱层准则常被用于复合材料的脱层分析 [82~84]，其表达式为

$$\frac{(\sigma_{xz})^2 + (\sigma_{yz})^2}{(Z^S)^2} + \frac{(\sigma_{zz})^2}{(Z^N)^2} = \lambda = 1 \quad (19)$$

其中 σ_{xz} , σ_{yz} 为界面的剪应力， σ_{zz} 为界面的正应力， Z^S , Z^N 为界面的剪切强度和拉伸强度。满足式 (19) 的界面剪应力、正应力即为界面的剪切强度和拉伸强度。为方便起见，在式 (19) 中定义了一个 λ ，当 $\lambda = 1$ 时，界面开裂就会发生；当 $\lambda < 1$ 时，界面开裂就不会发生。由于方程中有两个未知数，如果要计算出界面剪切强度和拉伸强度，至少要在不同位置完成两次的压入实验。同时还得采用计算程序来判断界面上满足式 (19) 的应力点，排除那些不满足式 (19) 的应力点。

由于这种方法的特点是压头不直接压涂层，而是压在离界面一定距离的基体上，这样就可以避免涂层直接接触载荷而使问题复杂化。这种方法非常适合于弱结合界面的脆性涂层 / 脆性基体材料，因为脆性基体材料在压入的过程中可以不考虑基体材料的塑性变形，这样就可以使问题相对变得简单些。同时，侧面基体压入法也适合于具有弱结合类的 I、IV 类涂层 / 基体材料。

界面压入法 (interfacial indentation) [79] 是一种将压头直接压在界面上，从而使界面开裂的方法。其示意图如图 11。

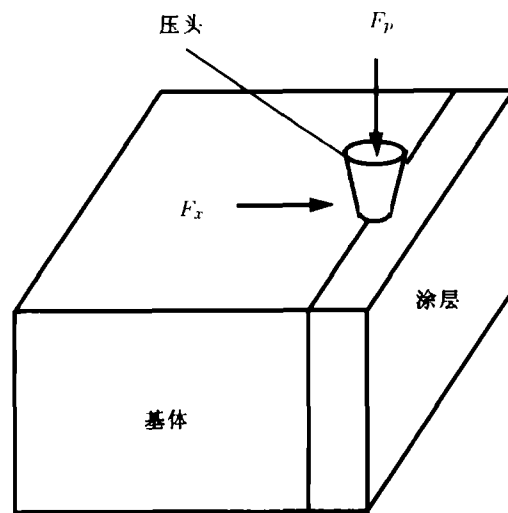


图 11 界面压入法示意图

这种表征界面结合强度的参数为界面开裂的临界载荷。这种表征参数与划痕法中的表征参数存在类似的不足。这种方法对于较厚的涂层比较合适，但

是对于较薄的涂层不太适合, 因为对于太薄的涂层, 不易使压头的中心位置正好控制在界面上。

在压入法测量界面结合强度时, 至少含有以下两点不足。其一: 在压头的附近应力状态非常复杂, 产生的边缘效应使得难以精确地计算出实际应力的 大小, 从现有的成果看, 研究者们都是采用在压头的附近划分足够精细的网格密度来弥补这一不足。其二: 当测量对象为脆性涂层时, 有时会出现界面还未开裂, 而涂层本身就先开裂了。如果出现这种情形, 将给采用有限元计算界面结合强度带来理论建模的复杂性, 比如在建模时得考虑涂层动态三维裂纹的扩展模型, 计算出涂层裂纹在动态的扩展过程中引起的界面应力场的变化和界面瞬时开裂时界面上对应的应力状态。前面的研究成果都是针对只出现界面开裂而没有出现涂层开裂的情形。Su 和 Zhang 等^[73]在采用侧面基体压入法测量电镀铬涂层 / 钢基体材料的界面结合强度时, 发现在界面开裂前, 涂层先出现 3 条十分明显的裂纹, 其中一条先出现在正对压痕中心的位置上, 且裂纹方向近乎垂直于界面, 后出现的两条是对称于前一条裂纹的斜裂纹 (与界面有一定的夹角), 如图 12 所示。这种情形的出现至少取决于这几个因素, 即压头的形状、压头中心离界面的距离、加载的速率、涂层 / 基体材料的弹塑性性能和界面结合强度的大小。其中有一很重要的因素就是界面结合强度越强, 涂层就越容易先开裂^[85,86]。这其中的大部分因素对界面开裂影响的理论与实验研究尚未见报道。对于是因为界面结合强度而导致的界面还未开裂而涂层先开裂的情形, 压入法也可以从定性的角度去评价该种材料体系的界面结合性能, 比如给定压入点的位置、压头形状、载荷大小等参数, 去比较产生的界面裂纹的长度^[78]。

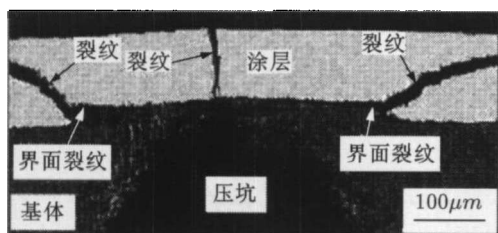


图 12 侧面基体压入法测量电镀铬涂层 / 钢基体材料的界面结合强度时产生的开裂情形

总之, 压入法针对不同的涂层 / 基体体系, 可以从定量、半定量或定性的角度去评价界面结合的强度。对于界面结合较弱的 I 类、III 类、IV 类涂层 / 基体体系, 压入法还是可以从定量的角度去评价界面结合的强度, 而对于界面结合较强的 I 类、III 类、IV 类涂层, 界面结合强度不容易得出, 压入法

也可以从定性的角度去评价界面的结合强度。

3.6 动态测量法

由于涂层 / 基体材料最终还是要实际的工况下使用, 因此动态地表征与评价涂层 / 基体材料界面结合强度也相应的产生。黄^[87]采用单摆冲击划痕法从载荷与能量两个角度定量地评价了涂层 / 基体的界面结合强度。朱等^[88]、He 等^[89]提出球滚接触疲劳法, 用涂层与基体间的最大剪应力幅度来评价界面结合的好坏。Song 等^[90]采用滚压接触疲劳法评价了 CuCr 合金涂层与³⁵基体间的界面结合强度。Chen 等^[91]采用循环加载接触疲劳法评价了灰色氧化铝涂层的界面结合强度, 实验得出表层剥落的主要原因是平行于次表面域表层下的最大剪应力或正交剪应力作用的结果。Wang 等^[92]研制了 CM-I 型多功能擦膜 / 摩擦实验机, 提出了对应一定摩擦系数的临界法向应力作为表征与评价涂层与基体界面的结合强度。在动态条件下来评价涂层与基体的界面结合强度, 对工程具有更实际的指导意义。

3.7 其它测试方法

前面介绍了一些测量或评价涂层与基体材料界面结合强度的常用方法。除了这些方法外, 还有胶带法 (tape test)^[10]、激光层裂法^[93~96]、鼓泡法 (blister test)^[97~99]、剥皮法 (peeling test)^[100,101]等, 这些方法由于存在许多的限制, 因此在实际应用中不是十分广泛。比如胶带法虽然操作起来简单, 但太原始, 并且适用范围非常有限, 只是针对那些结合强度非常低的涂层与基体材料。激光层裂法由于设备的昂贵、计算方法和操作程序的复杂性而受到限制。鼓泡法和剥皮法存在试样制作上的困难, 同时, 对于较薄的韧性涂层, 在涂层内残余应力的作用下, 很容易发生褶皱。在此不再对每一方法进行详细论述。

4 测量方法与结合强度关系的讨论

对于在一定工艺等条件下生产出来的某种涂层 / 基体材料, 其界面结合强度可以作为其很重要的力学本征参数之一, 但是如何将这一重要的本征参数测量出来? 不同的测量方法将会影响到测量值与真实值之间的差异。科学的测量方法是测量值能真实地反映出界面结合强度的本征值, 而要反映真实的结合强度, 关键的问题是如何将外界条件的临界值转变为涂层 / 基体体系界面结合强度本征的力学表征。不同的科技工作者可能会采用不同的测试方法, 相应地也可能会采用不同的力学模型、理论基础或计算方法, 从而导致由于测量方法所带来的误差。

比如,要测量某种特定涂层/基体材料界面的拉伸强度,若采用前面所提到的垂直拉伸法,采用弹性基体与刚性基体模型将会得出不同的结合强度值,若采用其余方法,如悬臂梁弯曲法、压痕法等,也很可能会存在一些误差,但是如果误差不是很大,则可以认为是准确的。例如,Zhang等^[75]在采用基体侧面压入法测量 Al_2O_3 /铝合金基体界面结合的拉伸强度时,同时还采用了垂直拉伸法与该方法做比较,发现两种测试方法所得出的界面拉伸强度在误差的范围内。再比如,要测量某种特定的涂层/基体材料界面的剪切强度,可根据该种材料体系的综合特性,在横向拉伸法、纯剪切法、4点弯曲法、压痕等方法中有选择性的采用一种或多种方法进行对比。只要是测量出来的强度值的误差不大,就可以认为是准确的。因此,对于给定的一种涂层/基体材料体系,不管我们采用哪种测量方法,在表征指标相同的情况下,所测得的界面结合强度的值应该接近于本征值才是科学的,并且这些测量方法也是存在可比性的。这里,特别强调不同的测量方法在测量同一强度指标时的对比,如果表征指标不同,比如要在定量、半定量和定性的表征和测量方法之间作比较,是不是可以从它们代表界面结合强度的强与弱的趋势的角度来考虑?比如界面的拉伸强度或剪切强度与划痕法中的临界载荷指标,从量纲的角度分析可以说根本无可比性,但是,针对同时又十分适合于划痕法的特定涂层/基体材料体系,如果它们测出来的值能说明该种材料体系界面结合强度在强或弱的趋势上都是一致的,那么,这些测量方法之间似乎也应该存在着可比性,因为它们至少可以说明和证实该种材料体系是属于强结合的涂层/基体体系还是弱结合的涂层/基体体系。另外,从现有的资料来看,采用临界载荷指标的表征,似乎只有在划痕法这一方法中出现,而在其它方法中,采用临界载荷指标来表征的情形还未见有关报道。最后,在表征指标相同的情形下,又如何减少由于测量方法的不同而引起的误差呢?看起来应该至少考虑以下因素:(1)测量方法的合适选取。比如,测量的对象为较薄的涂层(纳米至十几微米),采用剪切法不仅会存在难以实现的可能,也可能存在由于选择此方法而带来较大误差。再比如,如果被测的界面拉伸强度远大于90MPa,如果还采用垂直拉伸法(pull off test)或胶粘法测量,也会存在方法上难以实施的可能和测量值与真实值的较大误差。(2)在建立力学模型时,应该考虑加载的载荷特征、涂层与基体材料的弹性与塑性性能以及它们之间的差异。比如,对于脆性涂层和脆性基体,可以只考虑其弹性性能,反之,则应该充分考虑其塑性

性能。(3)在采用有限元模拟时,应该选择合理的界面层模型,同时,在一些关键的地方,比如界面处、裂纹边界、自由边界、压入法中的压头接触部位等须采用足够精密的网格划分密度以此减少由于网格稀疏所带来的误差。只有考虑到尽量多的影响因素,才可能尽量地减少由于测量方法的不同选取和与之相应的力学模型给真实值的测量带来的误差。

5 结论与展望

界面结合强度是涂层/基体材料体系中的一项重要力学性能指标。由于涂层/基体材料体系的多样性与复杂性,至今还没有形成适合于测量这类材料的界面结合强度的标准方法。在众多的测量方法中,我们只讨论了一些常用的测量方法,从中我们可以得到以下几点:

(1)目前在涂层/基体材料体系的界面强度指标表征中,多数情形是采用界面拉伸强度和剪切强度指标进行表征。从现有的资料来看,采用临界载荷指标表征,似乎只有在划痕法这一方法中出现,而在其它方法中,采用临界载荷指标来表征的情形还未见有关报道。

(2)在测量某种具体的涂层/基体材料的界面结合强度之前,最好先确定涂层材料与基体材料的力学、热学等性能,并比较它们之间的差异,然后选择某种或几种合适的方法进行测量。从目前所取得的一些成果来看,对于脆性涂层/韧性基体这类材料体系,可以优先考虑采用横向拉伸法测量其界面的剪切强度;对于界面拉伸强度在90MPa以下的涂层/基体材料,可以尝试采用垂直拉伸法测量;对于较厚的涂层(通常大于 $200\mu\text{m}$)可以考虑直接采用标准的剪切方法测量其界面的剪切强度;对于结合强度较弱的涂层/基体体系,在判断涂层可能不会发生开裂的情形下,可以尝试采用弯曲法测量。这些方法的好处在于可以定量的测量出界面的拉伸或剪切强度。在确定了界面结合强度的测量方法之后,应该根据该种方法的载荷特征和涂层与基体的力学性能,选择合理的力学分析模型,最后根据实验方法的特点和结果,选择合适的求解界面结合强度的方法,比如是解析的还是计算的方法,或者两者可以同时采用。

(3)至于划痕法采用临界载荷指标表征与测量涂层/基体体系的界面结合强度,其合理性目前还存有争议,有人认为该方法是一种定性的方法,有人认为该方法是一种半定量的方法。其争议的部分原因来自于该方法本身会带来许多与界面结合强度无关的因素,这些无关的因素会影响到界面结合强度的

准确测量。

(4) 从目前所掌握的资料来看,除了韧性涂层/韧性基体材料体系外,压入法可以从定量、半定量或定性的角度去评价界面结合强度。值得注意的是,在涂层表面压入法和侧面基体压入法中,在界面起裂之前涂层没有出现开裂的情形才是比较合适的,如果界面还没有开裂,涂层就出现了裂纹,这样会给理论建模和分析带来难度,也会给测量的结果带来大的误差。

(5) 在测量某种具体的涂层/基体材料的界面结合强度时,在表征和评价指标相同的情形下,可以将不同实验方法得到的结果进行对比,并且不同的实验方法所得到的界面结合强度值应该在误差范围内。如果表征指标不同,或者说要在定量、半定量和定性的表征和测量方法之间作比较,它们所表征的指标应该在表现界面强与弱的趋势上是一致的。

对于在测量与评价涂层/基体材料体系的界面结合强度的方法研究中,我们认为以下几个方面将是以后研究关注的问题:

(1) 对现有测量方法的不断修正和改善。比如对于看似简单的垂直拉伸法,采用弹性基体模型和刚性基体模型会存在着差异,又比如剪切法在靠近涂层自由边界的界面处存在应力集中,为减少该处的应力集中,可以采取预制一个半圆形的凹槽,还比如在测量过程中,配备各种先进的仪器设备(比如声发射、光学显微镜等)来判断和观察开裂情况。

(2) 对测量新方法不断探索。针对各类涂层/基体材料体系,测量其界面结合强度的新方法将会不断的涌现,比如侧面基体压入法、界面压入法、激光层裂法和剥皮法等都是近些年来出现的新方法。

(3) 对韧性涂层/韧性基体材料体系界面结合强度的测量。目前,对于脆性涂层/脆性基体、脆性涂层/韧性基体和韧性涂层/脆性基体这几类材料体系,其界面结合强度的测量研究工作的报道相对较多,而对于韧性涂层/韧性基体这类材料体系,其界面结合强度的测量研究工作的报道相对较少。其根本原因在于在测量这类材料体系的界面结合强度过程中,塑性较好的涂层与基体会同时发生较大的塑性变形,这会给力学建模及理论分析带来很大的难度。因此,对这类材料体系的界面结合强度的测量方法探索和相应的力学模型的理论、计算分析也是值得发展的一个方面。

(4) 对强结合涂层/基体体系的界面结合强度测量方法的探索。界面结合强度越高,会给测量方法的合适选取和测得的结果分析带来的难度越大,特别是对于那些界面结合强度大于涂层本身的断裂强度

而涂层本身又是非常的脆的情形,给测量方法的合适选取带来了很大的挑战,比如电镀铬涂层/钢基体材料,这类涂层与基体材料的界面结合强度大于涂层本身的断裂强度^[102]。虽然这类材料的界面结合强度大于涂层本身的断裂强度,事实上,实际工程中的涂层失效的主要模式还是由于涂层与基体的界面开裂而导致涂层在基体上的剥落。在测量这类材料体系界面结合强度的过程中,其中一部分困难会表现在界面还未开裂涂层就开裂的情形,或者甚至于出现涂层和基体都断裂而界面开裂都不发生的情形。因此,能成功地测量这类材料体系的界面结合强度将是研究者们追求的目标之一。

(5) 对一些测量方法建立合理的力学模型进行求解。比如划痕法,由于其牵涉到的是一个高度复杂的非线性的问题,至今还没有比较合理的力学模型去求解它。还比如在侧面基体压入法和界面压入法中,压头的附近会出现非常复杂的应力状态,产生的边缘效应难以精确地计算出实际应力的大小。这些问题都需要将来有合理的力学模型去描述和求解它。

最后,本文只对涂层/基体材料界面结合性能中的强度指标的测量方法进行了讨论,其实在涂层/基体材料体系中,界面结合性能中的韧性指标也是很重要的力学性能指标,比如界面韧性、界面断裂韧性、界面结合能等。因此,测量涂层/基体材料的韧性指标也是一项很重要的工作。由于在测量界面韧性指标的过程中,很多情形都会涉及到复杂的(界面)断裂力学理论或塑性理论分析,因此,这一研究领域一直以来都是比较热门和具有更高挑战性的领域。

参 考 文 献

- 1 Freund L B, Suresh S. *Thin Film Materials, Stress, Defect Formation and Surface Evolution*. Cambridge: Cambridge University Press, 2003
- 2 徐滨士, 朱绍华. *表面工程的理论与技术*. 北京: 国防工业出版社, 1999
- 3 李国英. *材料及其制品表面加工新技术*. 长沙: 中南大学出版社, 2003
- 4 曲敬信, 汪泓宏. *表面工程手册*. 北京: 化学工业出版社, 1998
- 5 钱苗根, 姚寿山, 张少宗. *现代表面技术*. 北京: 机械工业出版社, 2000
- 6 Dieter G E. *Mechanical Metallurgy*. 2nd ed. New York: McGraw-Hill, 1976
- 7 Callister J W D. *Materials Science and Engineering an Introduction*. 6th ed. New York: Wiley, 2003
- 8 Volinsky A A, Moody N R, Gerberich W W. Interfacial toughness measurements for thin films on substrates. *Acta Materialia*, 2002, 50(3): 441~466
- 9 Smith G A, Jennett N, Housden J. Adhesion of thin coatings — the VAMAS (TWA 22-2) interlaboratory exercise. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 197(2-3): 336~344

- 10 Chalker P R, Bull S J, Rickerby D S. Review of methods for the evaluation of coating-substrate adhesion. *Materials Science and Engineering A*, 1991, 140: 583~592
- 11 Agrawal D C, Raj R. Measurement of the ultimate shear strength of a metal-ceramic interface. *Acta Metallurgica*, 1989, 37 (4): 1265~1271
- 12 Cox H L. The elasticity and strength of paper and other fibrous materials. *British Journal of Applied Physics*, 1952, 3: 72~79
- 13 Xie C J, Wei T. Cracking and decohesion of a thin Al₂O₃ film on a ductile Al-5 %Mg substrate. *Acta Materialia*, 2005, 53(2): 477~485
- 14 Chen B F, Hwang J, Yu G P, Huang J H. In situ observation of the cracking behavior of TiN coating on 304 stainless steel subjected to tensile strain. *Thin Solid Films*, 1999, 352(1-2): 173~178
- 15 Shieu F S, Shiao M H. Measurement of the interfacial mechanical properties of a thin ceramic coating on ductile substrates. *Thin Solid Films*, 1997, 306(1): 124~129
- 16 郑小玲, 游敏. 拉伸法测定涂层界面强度的适用性研究. *粘接*, 2003, 24(2): 7~9
- 17 何贤昶, 沈挺, 沈荷生等. 用垂直拉伸法测定金刚石薄膜的附着强度. *机械工程材料*, 1998, 22(5): 7~9
- 18 Turunen M P K, Marjamaki P, Paaajanen M, et al. Pull-off test in the assessment of adhesion at printed wiring board metallisation/epoxy interface. *Microelectronics Reliability*, 2004, 44(6): 993~1007
- 19 Kohl J G, Singer I L. Pull-off behavior of epoxy bonded to silicone duplex coatings. *Progress in Organic Coatings*, 1999, 36(1-2): 15~20
- 20 Perera D Y. On adhesion and stress in organic coatings. *Progress in Organic Coatings*, 1996, 28(1): 21~23
- 21 Yang Y Z, Liu Z Y, Luo C P, Chuang Y Z. Measurements of residual stress and bond strength of plasma sprayed laminated coatings. *Surface and Coatings Technology*, 1997, 89(1-2): 97~100
- 22 Qi H F, Fernandes A, Gracio J. Diamond coating on steel with a titanium interlayer. *Diamond and Related Materials*, 1998, 7(2-5): 603~606
- 23 Qi H F, Fernandes A, Pereira E, Grácio J. Adherent diamond coating on copper using an interlayer. *Vacuum*, 1999, 52(1-2): 193~198
- 24 Schmidbauer S, Hahn J, Richter F, Rother B, Jehn H. Adhesion of metal coatings on ceramics deposited by different techniques. *Surface and Coatings Technology*, 1993, 59(1-3): 325~329
- 25 Qi H F, Fernandes A, Pereira E, Grácio J. Adhesion of diamond coatings on steel and copper with a titanium interlayer. *Diamond and Related Materials*, 1999, 8(8-9): 1549~1554
- 26 Era H, Otsubo F, Uchida T, Fukuda S, Kishitake K. A modified shear test for adhesion evaluation of thermal sprayed coating. *Materials Science and Engineering A*, 1998, 251(1-2): 166~172
- 27 Guo S Q, Mumm D R, Karlsson A M, Kagawa Y. Measurement of interfacial shear mechanical properties in thermal barrier coating systems by a barb pullout method. *Scripta Materialia*, 2005, 53(9): 1043~1048
- 28 Heinrich G, Horst W. A novel shear test for plasma-sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology*, 1991, 45(1-3): 317~323
- 29 刘长清, 李美柱, 金柱京等. 精细 TiN 陶瓷薄膜的抗拉强度和界面结合强度. *金属学报*, 1992, 28(9): 423~426
- 30 Oettel H, Bertram T, Weihnacht V, et al. Mechanical behaviour of TiN coatings. *Surface and Coatings Technology*, 1997, 97 (1-3): 785~789
- 31 Zhang H, Li D Y. Determination of interfacial bonding strength using a cantilever bending method with in situ monitoring acoustic emission. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 155 (2-3): 190~194
- 32 Beydon R, Bernhart G, Segui Y. Measurement of metallic coatings adhesion to fibre reinforced plastic materials. *Surface and Coatings Technology*, 2000, 126(1): 39~47
- 33 Gan Z H, Mhaisalkar S G, Chen Z, et al. Study of interfacial adhesion energy of multilayered ULSI thin film structures using four-point bending test. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 198(1-3): 85~89
- 34 Bull S J, Berasetegui E C. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. *Tribology International*, 2006, 39(2): 99~114
- 35 冯爱新, 张永康, 谢华琨等. 划痕试验法表征薄膜涂层界面结合强度. *江苏大学学报 (自然科学版)*, 2003, 24(2): 15~19
- 36 Benjamin P, Weaver C. Measurement of adhesion of thin films. *Proceedings of the Royal Society of London Series A*, 1960, 254: 163~176
- 37 Steinmann P A, Tardy Y, Hintermann H E. Adhesion testing by the scratch test method: The influence of intrinsic and extrinsic parameters on the critical load. *Thin Solid Films*, 1987, 154(1-2): 333~349
- 38 Zhang S, Sun D, Fu Y Q, Du H J. Toughness measurement of thin films: a critical review. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 198(1-3): 74~84
- 39 Bull S J. Failure modes in scratch adhesion testing. *Surface and Coatings Technology*, 1991, 50(1): 25~32
- 40 Bull S J. Spallation failure maps from scratch testing. *Materials at High Temperatures*, 1995, 13(1-2): 169~174
- 41 Bull S J. Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. *Tribology International*, 1997, 30(7): 491~498
- 42 Stallard J, Poulat S, Teer D G. The study of the adhesion of a TiN coating on steel and titanium alloy substrates using a multi-mode scratch tester. *Tribology International*, 2006, 39(2): 159~166
- 43 蔡珂, 顾剑锋, 周平南等. 离子束增强沉积 TiN 薄膜界面结合强度的研究. *金属热处理学报*, 1997, 18(2): 30~35
- 44 Kinbara A, Baba S. Adhesion measurement of non-metallic thin films using a scratch method. *Thin Solid Films*, 1988, 163(2): 67~73
- 45 Perry A J. Scratch adhesion testing of hard coatings. *Thin Solid Films*, 1983, 107(2): 167~180
- 46 Butler D W, Stoddart C T H, Stuart P R. The stylus or scratch method for thin film adhesion measurement: some observations and comments. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1970, 12(3): 877~883
- 47 Buijnsters J G, Shankar P, Enckevort van W J P, et al. Adhesion analysis of polycrystalline diamond films on molybdenum by means of scratch, indentation and sand abrasion testing. *Thin Solid Films*, 2005, 474(1-2): 186~196
- 48 Jacobs R, Meneve J, Dyson G, et al. A certified reference material for the scratch test. *Surface and Coatings Technology*, 2003, 174-175: 1008~1013
- 49 Ichimura H, Ishii Y. Effects of indenter radius on the critical load in scratch testing. *Surface and Coatings Technology*, 2003, 65 (1-3): 1~7
- 50 Ollendorf H, Schneider D. A comparative study of adhesion test methods for hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 1999, 113(1-2): 86~102

- 51 Julia S C, Hintermann H E. Microscratch testing to characterize the adhesion of thin layers. *Surface and Coatings Technology*, 1991, 48(1-1): 1~6
- 52 Das D K, Srivastava M P, Joshi S V, Sivakumar R. Scratch adhesion testing of plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia coatings. *Surface and Coatings Technology*, 1991, 46(3): 331~345
- 53 Hedenqvist P, Olsson M, Jacobson S, Söderberg S. Failure mode analysis of TiN-coated high speed steel: In situ scratch adhesion testing in the scanning electron microscope. *Surface and Coatings Technology*, 1990, 41(1): 31~49
- 54 Bull S J, Rickerby D S, Matthews A, et al. The use of scratch adhesion testing for the determination of interfacial adhesion: The importance of frictional drag. *Surface and Coatings Technology*, 1988, 36(1-2): 503~517
- 55 Arai T, Fujita H, Watanabe M. Evaluation of adhesion strength of thin hard coatings. *Thin Solid Films*, 1987, 154(1-2): 387~401
- 56 Perry A J. The adhesion of chemically vapor deposited hard coatings to steel the scratch test. *Thin Solid Films*, 1981, 78(1): 77~94
- 57 Steinmann P A, Hintermann H E. Adhesion of TiC and Ti(C, N) coatings on steel. *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 1985, 3(6): 2394~2400
- 58 Baba S, Kinbara A. Measurement of the adhesion of silver films to glass substrates. *Thin Solid Films*, 1985, 124(3-4): 343~349
- 59 Bull S J, Rickerby D S. New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films. *Surface and Coatings Technology*, 1990, 42(2): 149~164
- 60 Zaidi H, Djamai A, Chin K J, Mathia T. Characterisation of DLC coating adherence by scratch testing. *Tribology International*, 2006, 39(2): 124~128
- 61 李河清, 蔡珣, 马峰等. 压痕法测定薄膜(涂层)的界面结合强度. *机械工程材料*, 2002, 26(4): 11~13
- 62 韦习成, 李健, 袁成清. 磁控溅射 TiN 界面结合强度的压痕法测试. *摩擦学学报*, 2000, 20(3): 229~231
- 63 贾俊辉, 戚振中. 表面附着力的压痕法测定. *机械工程材料*, 1988, 12(6): 31~33
- 64 Qi H F, Fernandes A, Pereira E, Grócio J. Evaluation of adherence of diamond coating by indentation method. *Vacuum*, 1999, 52(1-2): 163~167
- 65 Ikeda R, Hayashi M, Yonezu A, et al. Fracture observation of polycrystalline diamond film under indentation test. *Diamond and Related Materials*, 2004, 13(11-12): 2024~2030
- 66 Li W Z, Thomas S. An analysis of the indentation test to determine the interface toughness in a weakly bonded thin film coatingsubstrate system. *Acta Materialia*, 2004, 52(10): 2989~2999
- 67 Lima M M, Godoy C, Modenesi P J, et al. Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WCCo thermally sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2004 (177-178): 489~496
- 68 Kim J J, Jeong J H, Lee K R, Kwon D. A new indentation cracking method for evaluating interfacial adhesion energy of hard films. *Thin Solid Films*, 2003, 441(1-2): 172~179
- 69 Zheng X J, Zhou Y C, Liu J M, Li A D. Interfacial adhesion analysis of Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ (PZT) thin films by nano-indentation test. *Physics Letters A*, 2002, 304(3-4): 110~113
- 70 Roman A, Chicot D, Lesage J. Indentation tests to determine the fracture toughness of nickel phosphorus coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 155(2-3): 161~168
- 71 Vasinonta A, Beuth J L. Measurement of interfacial toughness in thermal barrier coating systems by indentation. *Engineering Fracture Mechanics*, 2001 (68): 843~860
- 72 Begley M R, Mumm D R, Evans A G, Hutchinson J W. Analysis of a wedge impression test for measuring the interface toughness between films/coatings and ductile substrates. *Acta Materialia*, 2000, 48(12): 3211~3220
- 73 Su J Y, Zhang K, Chen G N. Evaluation of the interfacial adhesion between brittle coating and ductile substrate by cross-sectional indentation. *Transactions of Materials and Heat*, 2004, 25(5): 1187~1190
- 74 Zhang H, Li D Y. Application of a novel lateral force-sensing microindentation method for evaluation of the bond strength of thermal sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 197(2-3): 137~141
- 75 Zhang H, Chen Q, Li D Y. Development of a novel lateral force-sensing microindentation technique for determination of interfacial bond strength. *Acta Materialia*, 2004, 52(7): 2037~2046
- 76 Elizalde M R, Sánchez J M, Mart'nez-Esnaola J M, et al. Interfacial fracture induced by cross-sectional nanoindentation in metalceramic thin film structures. *Acta Materialia*, 2003, 51(14): 4295~4305
- 77 Zheng X J, Zhou Y C. Investigation of an anisotropic plate model to evaluate the interface adhesion of thin film with cross-sectional nanoindentation method. *Composites Science and Technology*, 2005, 65(9): 1382~1390
- 78 Sánchez J M, El-Mansy S, Sun B, et al. Cross-sectional nanoindentation: a new technique for thin film interfacial adhesion characterization. *Acta Materialia*, 1999, 47(17): 4405~4413
- 79 Chicot D, Araujo P, Horny N, et al. Application of the interfacial indentation test for adhesion toughness determination. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 200(1-4): 174~177
- 80 霍林 J. 摩擦学原理. 上海交通大学摩擦学研究室译. 北京: 机械工业出版社, 1981. 46~50
- 81 Brewer J C, Lagace P A. Quadratic stress criterion for initiation of delamination. *Journal of Composite Materials*, 1988, 22(10-12): 1141~1155
- 82 Jakl S I, Rammerstorfer F G. Numerical investigations of free edge effects in integrally stiffened layered composite panels. *Composite Structures*, 1993, 25(1-4): 129~137
- 83 Fenske M T, Vizzini A J. The inclusion of in-plane stresses in delamination criteria. *Journal of Composite Materials*, 2001, 35(15): 1325~1341
- 84 Paul L, Narendra A B. Efficient Use of Film Adhesive Interlayers to Suppress Delamination. Philadelphia: ASTM Special Technical Publication, 1992. 384~396
- 85 Evans A G, Marshall D B. The mechanical behavior of ceramic matrix composites. *Acta Metallurgica*, 1989, 37(10): 2567~2583
- 86 Gupta V, Yuan J, Martinez D. Calculation, measurement, and control of interface strength in composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 1993, 76(2): 305~315
- 87 黄林国. 用单摆冲击划痕法测定膜基界面结合强度. *表面技术*, 2005, 34(1): 19~21
- 88 朱晓东, 胡奈赛, 何家文. 滚动接触法评定硬质薄膜的结合强度. *中国表面工程*, 1999, 12(3): 15~18
- 89 He J W, Xu K W, Hu N S. Evaluation of bonding strength of thin hard films by spherical rolling test. *Surface and Coatings Technology*, 1997, 97(1-3): 295~298
- 90 Song Z X, Ju X H, Xu K W, Liu C L. Adhesive strength of CuCr alloy films evaluated by rolling contacting fatigue test.

- Journal of Materials Processing Technology*, 2005, 168(2): 258~261
- 91 Chen H, Xu K W, He J W. Bonding strengths of PCVD films under cyclic loading. *Surface and Coatings Technology*, 1995, 74-75: 253~258
- 92 Wang L Q, Qi Y L, Song B Y. Study on loading capacity of the coating-substrate system of vapour-deposited TiN and TiC on bearing balls II: Rubbing method in experiments and analysis. *Wear*, 1997, 209(1-2): 37~42
- 93 Ikeda R, Cho H, Sawabe A, Takemoto M. Laser spallation method to measure strength against Mode-I decohesion of CVD diamond films. *Diamond & Related Materials*, 2005, 14(3-7): 631~636
- 94 Kobayashi A, Jain A, Gupta V, Kireev V. Study on the interface strength of zirconia coatings by a laser spallation technique. *Vacuum*, 2004, 73(3-4): 533~539
- 95 Wang J L, Sottos N R, Weaver R L. Tensile and mixed-mode strength of a thin film-substrate interface under laser induced pulse loading. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2004, 52(5): 999~1022
- 96 周明, 张永康. 激光层裂法定量测定薄膜界面结合强度. *中国科学 (E 辑)*, 2002, 32(1): 28~36
- 97 简晓刚, 孙方宏, 陈明等. 鼓泡法定量测量金刚石薄膜膜基界面结合强度的实验研究. *金刚石与磨料磨具工程*, 2003, 136(4): 1~4
- 98 胡斌, 孙方宏, 简晓刚等. 鼓泡法在金刚石薄膜 / 硅基界面结合强度定量测量中的应用分析与试验研究. *航空精密制造技术*, 2003, 39 (4): 21~24
- 99 Jeong H S, White R C. Variational principle of thin film adhesion. *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 1993, 11(4): 1373~1376
- 100 Kim K S, Aravas N. Elastoplastic analysis of the peel test. *International Journal of Solids and Structures*, 1988, 24(4): 417~435
- 101 Wei Y G, Hutchinson J W. interface strength, work of adhesion and plasticity in the peel test. *International Journal of Fracture*, 1998, 93(1-4): 315~333
- 102 Underwood J H, Witherell M D, Sopok S, et al. Thermo-mechanical modeling of transient thermal damage in cannon bore materials. *Wear*, 2004, 257(9-10): 992~998

A REVIEW ON MEASUREMENT METHODS FOR INTERFACIAL BONDING STRENGTH BETWEEN COATING AND SUBSTRATE *

YANG Banquan ^{1,2} CHEN Guangnan ^{1,†} ZHANG Kun ¹ LUO Gengxing ¹ XIAO Jinghua ¹

¹ Institute of mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100082, China

² Department of Engineering Mechanics, Armored Force Engineering Institute, Beijing 100072, China

Abstract The interfacial bonding strength is a crucial factor in determining ultimate mechanical properties and performances of coatings and thin films, and the life of a specimen or workpiece, apart from the external factors, such as loading conditions. So the evaluation of the interfacial bond strength for a coating is an important task. However, it is difficult due to the variety of coating/substrate systems. As a result, a test that works with one film system may not necessarily work with another. In this paper, the measurement methods for interfacial bonding strength between a coating and a substrate are reviewed. The tensile test, shear test, bending test, scratch test, indentation test and dynamic test are discussed, and comparisons are made.

Keywords coating/substrate material, interfacial bonding strength, measurement methods

* The project support ed by the National Nature Science Foundation of China(50471087, 50531060)

† E-mail: gnchen@imech.ac.cn