

试验研究

评价强界面涂层界面结合能力的横截面压入法

张国祥^{1,2,3}, 张坤¹, 陈光南¹, 罗耕星¹, 肖京华¹(1. 中国科学院力学研究所, 北京 100080; 2. 山东理工大学, 山东 淄博 255000;
3. 中国科学院研究生院, 北京 100080)

[摘要] 为了解强界面脆性涂层/硬性金属基体涂层结构横截面压入时的涂层剥落特点, 以电镀铬层/硬性金属基体为研究模型, 在原位观察系统下进行横截面压入试验, 其结果表明: 铬层断裂和剥落与载荷-位移曲线上出现的3个载荷下降点相对应, 首先是在铬层横截面上形成一条与压头轴线平行的中间裂纹; 随后又出现了以第1条裂纹为对称轴的2条斜裂纹; 随着3条裂纹的稳态扩展和汇合, 形成了与周围铬层相隔离、仅靠基体支撑的2块1/4圆形局部“孤岛”铬层; 最后“孤岛”铬层沿界面剥落。以此“孤岛”剥落为力学计算模型, 提出定量评价强界面脆性涂层/硬性金属基体的界面结合能力的横截面压入法, 该方法利用载荷-位移曲线计算“孤岛”剥落所需要的总能量, 测量界面剥落面积, 并计算两者的比值, 给出临界界面能量释放率, 以此数据作为评价界面结合能力的指标, 并给出了应用举例。

[关键词] 横截面压入法; 强界面; 界面结合能力**[中图分类号]** TB302.3**[文献标识码]** A**[文章编号]** 1001-3660(2006)06-0001-04

Cross-sectional Indentation Method to Evaluate Strong Interface Adhesive Strength

ZHANG Guo-xiang^{1,2,3}, ZHANG Kun¹, CHEN Guang-nan¹, LUO Geng-xing¹, XIAO Jing-hua¹(1. Institute of Mechanics, China Academy of Sciences, Beijing 100080, China;
2. Shangdong Institute of Science and Technology, Shangdong 255000, China;
3. Graduate School of China Academy of Sciences, Beijing 100080, China.)

[Abstract] In order to understand the chromium coatings spallation characteristic when the cross-sectional indentation experiment on strongly interfacial brittle coating/hard metal substrate, the chromium-plating on hard metal substrate is used as studied model, the cross-sectional indentation experiment is carried out with the help of in situ observational system. The result shows that the coatings crack and spallation corresponds to three load dropping points of load-displacement, firstly, a middle crack corresponding to the indenter axis forms on the chromium coatings cross-section, then, two symmetric inclined cracks to middle crack form, with the propagation and intersection of above three cracks, two chromium coatings "island" of one fourth circle shape form, which separate from other Cr coatings and are supported only by the substrate, in the final, "island" spalls along the interface. Based on the mechanical model of the "island" spallation, the cross-sectional indentation method to evaluate strong interfacial adhesion is presented. In the method, the interfacial spallation energy is calculated through the load-displacement curve and spallation area is measured, the critical interface energy release rate is given by the above two values. As applied example, the adhesive ability of the experimental sample is measured.

[Key words] Cross-sectional indentation method; Strong interface; Interface adhesive strength**[收稿日期]** 2006-08-12**[基金项目]** 国家自然科学基金资助项目(50471087, 50531060)**[作者简介]** 张国祥(1963-), 男, 山东淄博人, 副教授, 博士, 研究方向: 涂层制备与破坏力学。

0 引言

目前的横截面压入法^[1-6]是利用弱界面结合的涂层/基体结构先在界面处形成界面裂纹的特点对界面结合能力进行评价的方法。根据所选用的压头类型和涂层/基体材料体系的不同,主要有如下2种测量方法:1)采用三棱锥压头评价塑性薄膜/脆性基体的界面结合能力,该方法的界面裂纹形成特点是基体与与基体强结合的脆性中间层一起先断裂,由断裂后的三棱锥状微小块体向外推动最外面塑性涂层变形,从而在最外面涂层与中间层的弱界面处形成界面裂纹,利用薄板理论作为力学模型,测量其临界界面能量释放率^[1-4];2)采用锥形压头评价脆性涂层/塑性基体的界面结合能力,利用载荷-时间曲线寻找形成界面裂纹时的最大载荷^[5-6],通过有限元计算模型,测量其界面结合强度。前者是通过能量的方法评价抑制界面裂纹扩展的临界能量释放率,而后者是通过强度理论给出评价抑制界面裂纹形成的最大应力值。

这2种方法共同的不足之处就是仅仅适用于弱界面结合情况,力学模型的特征是形成界面裂纹,这种特征也是涂层表面压入法评价弱界面结合能力所需要的力学模型特征^[7]。为了将横截面压入法延伸到对强界面结合能力的评价,本文以球形压头对硬性钢基体上电镀铬的涂层/基体结构的横截面压入试验为研究模型。利用具有光学显微镜原位观察系统的宏观硬度仪,对镀铬层的断裂和剥落过程进行原位观察,将涂层断裂和剥落现象与载荷-位移曲线的变化特征进行相关性分析。在明确相关性基础上,提出临界界面能量释放率(涂层沿界面单位面积剥落时所需要的能量)的力学计算模型,并以此作为强界面结合能力的评价指标。作为应用举例,该方法用于了试验涂层结构的界面结合能力的评价。

1 试件准备与试验设备

1.1 试件准备

基体材料为30CrNi2MoV合金钢,经调质处理后显微硬度为360HV。按传统电镀工艺,得到图1所示的镀铬层/硬性钢基体结构。将镀铬钢基体切制成30mm×12mm×30mm的矩形块体,30mm×12mm矩形平面为试验用横截面,铬层厚100μm。对试验用横截面进行打磨、抛光,保证铬层边缘没有导角出现。

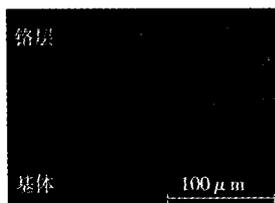
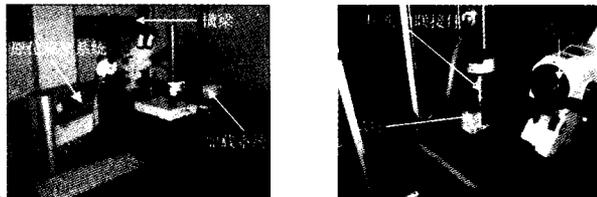


图1 与横截面压入试验相对应的光学横截面图

1.2 试验设备

为了分析该类涂层断裂和剥落特点,本试验建立了如图2a

所示的原位动态观察加载系统。该系统由计算机控制的宏观硬度仪和原位观察光学系统两部分组成。前者是型号为Gopoint的宏观硬度仪,可以实现载荷、位移变化规律的动态监测;后者是带有自动图像采集功能、型号为Stemi SVII的体式光学显微镜。如图2b所示,将光学显微镜的物镜与横截面成一定角度并对准压入位置,以便可以同时观察横截面和铬层的表面。



a 原位动态观察加载系统

b 局部图

图2 试验装置

2 观察结果

2.1 载荷-位移曲线变化规律

采用控制位移加载方式,加载速率为0.020mm/min。在如图3所示的横截面上,距界面150μm的距离处采用球形压头(半径为0.2mm)压入基体表面。

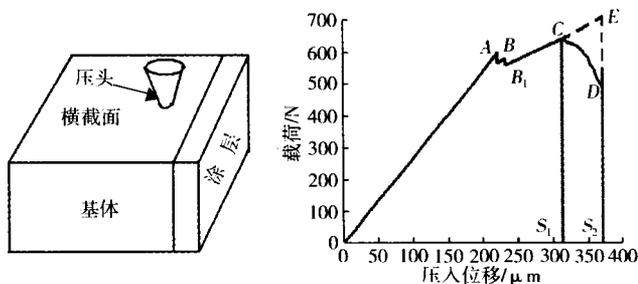


图3 横截面压入试验示意图

图4 典型载荷-位移曲线

在加载过程中,实时观察载荷、位移的变化规律,最后得到了如图4所示的典型载荷-位移曲线。图4中:加载初期,载荷-位移曲线为直线,之后分别出现了3个明显的载荷下降点A、B和C,在C点处以后,曲线出现了明显地连续下降,直到D点,曲线变成了与位移坐标轴相垂直的直线。

2.2 铬层断裂和剥落与载荷-位移曲线的相关性分析

在载荷-位移曲线上出现A、B、C、D点的时刻,利用光学原位观察系统采集铬层断裂的裂纹和剥落形貌,得到图5~图7。

图5表明:在载荷-位移曲线第1个下降点A处,在铬层上出现了一个与压头轴线相平行并且垂直于界面的中间裂纹,该裂纹先从铬层的表面开裂,随着压入进行,同时向界面和沿着压入方向扩展,但一直保持与压头轴线平行。如图6所示:当中间裂纹扩展到一定程度和载荷-位移曲线出现B点时,铬层上又出现了2条以中间裂纹为对称轴的斜裂纹,斜裂纹明显与界面成一定角度,并且在界面处先开裂。伴随着压头的进一步压入,斜裂纹向表面和沿着压入方向扩展。当加载到C点时,3条裂纹汇合,形成了2块表面为1/4圆形的“孤岛”铬层,该“孤岛”已

与其它周围铬层完全分开,仅仅通过界面由基体支撑,没有发生剥落。在D点时,铬层已经完全剥落(图7)。

拱度。计算剥落界面面积时,需要在光学显微镜下测量如图9所示的横截面尺寸数据,将数据带入(3)式即可。

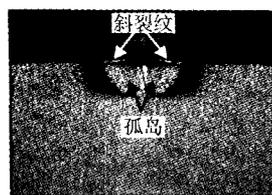


图5 与载荷曲线上A点对应的铬层中间裂纹

图6 与B、C点对应的斜裂纹和铬层“孤岛”形貌

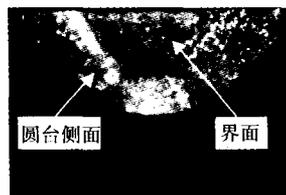


图7 与D点相对应的铬层剥落形貌

图8 铬层剥落断面形貌

为了进一步分析铬层剥落断口的形貌,将压头移去,得到如图8所示的铬层剥落断口的形貌平面图。图8表明:铬层断面呈半圆台状,圆台的侧面是铬层,其锥度是由斜裂纹控制。铬层表面的底面呈半圆状,而另一个底面是界面,根据接触力学的球空穴模型^[8]可知:界面表面呈半球扇形。

通过上述分析可知:在横界面上压头连续压入时,先在铬层上依次形成3条裂纹和由3条裂纹与铬层横截面围成的“孤岛”而后发生剥落,并且铬层裂纹的形成和剥落与载荷-位移曲线的下降点存在着——对应关系。

2.3 理论模型

通过2.2中对涂层剥落过程和载荷-位移曲线的相关性分析可知:载荷-位移曲线的CD段对应着“孤岛”铬层剥落。本文采取利用涂层表面压入法评价界面结合能力的载荷-位移曲线的外延插值法^[7,9,14],计算涂层剥落所需的能量,即如果没有“孤岛”的剥落,则载荷应该沿着直线B₁C的外延插值曲线B₁CE继续延伸,但由于铬层的剥落,实际载荷-位移曲线是CD。则CE线、DE线和曲线CD组成的曲边三角形的面积S_{CE_D}就是“孤岛”铬层剥落所需的总能量,也就是2块“孤岛”铬层剥落释放的界面能量。其数值应等于面积S_{CS₁S₂E}减去S_{CS₁S₂D},表达式为:

$$\Delta U = \int_{S_1}^{S_2} (P_{CE} - P_{CD}) dS \quad (1)$$

式中的P_{CE}、P_{CD}分别是外延插值曲线CE和实际曲线CD对应的载荷,S₁、S₂分别是剥落开始和结束时的压入位移。其临界界面能量释放率可以表示为^[15-16]:

$$G_{im} = \frac{dU}{dA} = \frac{\Delta U}{A} = \frac{\int_{S_1}^{S_2} (P_{CE} - P_{CD}) dS}{A} \quad (2)$$

式中:A为铬层从基体上剥落的界面面积。根据半球扇形的表面面积计算公式^[17],界面剥落面积为:

$$A = \frac{\pi r(2h+a)}{2} \quad (3)$$

式中r、a、h分别是如图9所示的球半径、弓形底圆半径和

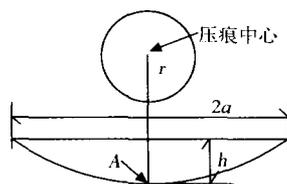


图9 界面剥落面积测量示意图

2.4 理论模型的应用

利用上述计算临界界面能量释放率的力学计算模型,对图4所示的CE和卸载曲线CD分别进行曲线拟合,得到式(4)、式(5)所示的曲线拟合方程:

$$P_{CE} = 328 + 0.997S \quad (4)$$

$$P_{CD} = -0.05S^2 + 31.3S - 4298 \quad (5)$$

对应C、E点的压入深度S₁、S₂分别为313μm、371.6μm。

利用式(1),计算出的临界界面能量释放率为:

$$\Delta U = 7447 \times 10^{-6} \text{ J}$$

在光学显微镜下按照图9说明进行测量,利用式(3)计算出界面剥落面积为:A = 11 × 10⁻⁶ m²

则临界界面能量释放率为:G_{im} = 677.6 J/m²。

3 讨论

3.1 “孤岛”形貌

通过“孤岛”形貌形成的过程可知:“孤岛”的形成是由于铬层形成了3条对称的裂纹,但3条裂纹的形成位置和扩展方向不尽相同,其原因是:由于压头前面的基体球形外涨变形,在界面处形成以压痕中心为对称轴、作用在铬层上的挤压载荷。为了分析方便,将铬层简化成两端固定梁^[14],分析两端固定梁的内力可知^[18]:在球扇形中间部分的铬层受到正弯矩作用,因此中间部分铬层表面受拉应力作用,而固定端的铬层受到负弯矩作用,则该界面处的铬层受到拉应力作用,又由于图9中的中点A处的铬层受到的基体挤压力最大,因此在中点处的弯矩也大于固定端的,则中点处的铬层表面先开裂形成中间裂纹;当中间裂纹出现后,可以将中间裂纹两侧的铬层看成自由端悬臂梁,在固定端的弯矩仍然是负值,随着压头压入的进行,基体对铬层的挤压力增加,对铬层作用区域的范围加大,则固定端的弯矩也增加,当固定端处铬层界面受到的拉应力达到铬层断裂强度时,固定端处的界面铬层断裂,形成2条对称的斜裂纹。

在压入深度方向上,随着离横截面表面距离的增加,基体的变形量减小,则对铬层的挤压范围也相应地变小。由于中间裂纹是由表面向界面扩展且垂直于界面,因此形成了一条与压头轴线平行的部分贯通铬层厚度的直裂纹(贯通部分对应界面、非贯通部分对应半圆台的侧面);而斜裂纹起源于界面,由界面向铬层表面扩展,由于斜裂纹与界面成一定角度和压头前端球形变形区的影响,随着深度的增加,梁的长度也变小,则斜裂纹

向中间裂纹倾斜扩展。最后,3条裂纹尖端在整个铬层厚度方向汇合,形成了2块1/4的圆形“孤岛”铬层区域。

3.2 压头中心到界面的距离对临界界面能量释放率的影响

为了分析压头中心到界面的距离与临界界面能量释放率的关系,取压头中心到界面距离为50~500 μm ,每间隔50 μm 作1次压入试验,利用2.3中的公式计算临界界面能量释放率,其值和距离的关系如图10所示。图10表明:当压入中心到界面的距离小于或等于涂层厚度时,临界界面能量释放率很大,但当距离大于涂层厚度时,所测的值为 $664.6 \pm_{14.6}^{15.4} \text{J/m}^2$ 。该现象和用锥形压头测试脆性基体的临界界面能量释放率^[1]具有相同之处。为此,利用横截面法评价界面结合能力时,压头中心到界面距离应该大于涂层的厚度。界面距离在涂层厚度范围内出现特别高的数值的原因也是下一步对该方法进行数值模拟分析要说明的问题。

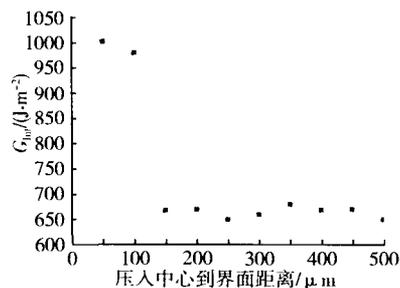


图10 压入中心到界面距离与临界界面能量释放率之间关系

3.3 测量精度影响分析

在3.2中通过试验分析了压头中心到界面距离对测量结果的影响。由于加载设备是通过丝杠带动图2所示的横梁和与横梁连接的压头及压头与横梁之间的联接件一起向下运动,对试件进行挤压。设备所给出的位移是横梁的位移量,为此,载荷-位移曲线中的位移实际上是横梁的位移。从图2b可看出,该位移包括了压头及其联接件的被压缩量;在“孤岛”铬层从界面剥落过程中,压头迫使基体的弹-塑性变形也消耗部分能量。上述2个因素的影响存在于公式(1)的计算中,为此增加了临界界面能量释放率,即所计算的能量高于实际铬层界面结合能。这2个因素对测量结果的影响程度分析将是下一步要开展的实验和数值模拟工作。

4 结论

通过对横截面压入过程中涂层剥落过程的动态原位观察和模型计算,得出如下结论:

1) 硬性钢基体上强结合脆性涂层剥落可分为3个阶段:(1)铬层内部依次形成3条对称裂纹;(2)随着3个裂纹的稳态扩展,形成仅靠基体支撑的局部“孤岛”铬层;(3)“孤岛”铬层沿界面剥落。

2) 本文提出的评价强结合脆性涂层/硬性钢基体的界面结合能力的横截面压入法是可行的,弥补了原来横界面压入法不

能测量强界面结合涂层的缺陷。

3) 为了消除压痕中心到界面距离对测量结果的影响,该距离应该大于涂层的厚度。

[参考文献]

- [1] J M Sánchez, S El-Mansy, B Sun, et al. Cross-sectional nanoindentation: a new technique for thin film interfacial adhesion characterization [J]. *Acta Materialia*, 1999, 47(17): 4253-4259
- [2] M R Elizalde, J M Sánchez, J M Martínez-Esnaola, et al. Interfacial fracture induced by cross-sectional nanoindentation in metal-ceramic thin film structures [J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(14): 4295-4305
- [3] Xian-Fang Li. Effects of an elastic substrate on the interfacial adhesion of thin films [J]. *Surface & Coatings Technology*, 2006, 200: 5003-5008
- [4] X J Zheng, Y C Zhou. Investigation of an anisotropic plate model to evaluate the interface adhesion of thin film with cross-sectional nanoindentation method [J]. *Composites Science and Technology*, 2005, 65: 1382-1390
- [5] H Zhang, D Y Li. Application of a novel lateral force-sensing microindentation method for evaluation of the bond strength of thermal sprayed coatings [J]. *Surface & Coatings Technology*, 2005, 197: 137-141
- [6] H Zhang, Q Chen, D Y Li. Development of a novel lateral force-sensing microindentation technique for determination of interfacial bond strength [J]. *Acta Materialia*, 2004, 52: 2037-2046
- [7] D B Marshall, A G Evans. Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation. I. Mechanics of interface delamination [J]. *J. Appl. Phys.*, 1984, 56(10): 2635-2638
- [8] K L Johnson. *Contact mechanics* [M]. London: Cambridge university press, 1985. 171-172
- [9] Michael Lane. Interface fracture [J]. *Annu. Rev. Mater. Res.*, 2003, 33: 29-54
- [10] A A Volinsky, N R Mooly, W W Gerberich. Interfacial toughness measurements for thin films on Substrates [J]. *Acta Mater.*, 2002, 50: 441-466
- [11] B Rother, H A Jehn. Coating and interface characterization by depth-sensing indentation experiments [J]. *Surface and Coatings Technology*, 1996, 85: 183-188
- [12] B Rother, D A Dietrich. Evaluation of interface strength between TiN coatings and hardened high speed steel substrates [J]. *Surface and Coatings Technology*, 1995, 74-75: 625-628
- [13] B Rother, T Lunow, G Leonhardt. Interface strength of titanium nitride coatings on hardened high-speed steel [J]. *Surface and Coatings Technology*, 1995, 71: 229-232
- [14] B Rother, L A Donohue, H Kappl. Quantification of the interface strength between (Ti,Zr)N coatings and high speed steel [J]. *Surface and Coatings Technology*, 1996, 82: 214-217
- [15] Xiaodong Li, DongFeng Diao, Bharat Bhushans. Fracture mechanics of thin amorphous carbon films in nanoindentation [J]. *Acta mater.*, 1997, 45(11): 4453-4461
- [16] Xiaodong Li, Bharat Bhushan. Measurement of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon films [J]. *Thin Solid Films*, 1998, 315: 214-221
- [17] 《数学手册》编写组. *数学手册* [M]. 北京:人民教育出版社, 1979. 77
- [18] S 铁摩新柯著. *材料力学* [M]. 萧敬勋, 刘文秀译. 天津:天津科学技术出版社, 1989. 195-199