

涂层界面结合强度检测研究(II): 涂层结合界面应力检测系统*

张永康^{1,2)} 孔德军^{1)†} 冯爱新¹⁾ 鲁金忠¹⁾ 葛 涛¹⁾

1) 江苏大学机械工程学院, 镇江 212013)

2) 华东理工大学机械与动力工程学院, 上海 200237)

(2005 年 9 月 22 日收到, 2006 年 3 月 20 日收到修改稿)

利用 X 射线衍射技术(XRD)测试了涂层及其基体材料的应力及其变化规律,建立了一种涂层结合界面应力检测系统,进行界面结合状态的检测研究.利用涂层从基体脱粘前后的界面应力变化量,结合涂层材料的物性参数和涂层-基体系统温度场参数,用涂层残余应力衍射峰来表征涂层与基体的结合强度,创立一种研究检测涂层结合强度理论的实验新方法,适用于各种热障涂层的界面结合强度测量.

关键词: X 射线衍射法(XRD), 界面结合强度, 涂层, 残余应力

PACC: 6860, 6180E, 8100

1. 引 言

涂层技术是提高材料表面性能的重要手段之一,广泛应用于机械工程、航空航天、信息技术、微电子技术、光信息科学和计算机科学等领域.其中界面结合性能是影响涂层质量的首要指标和发挥其性能的基本条件^[1,2].美、日等国对 C + SiC, TiC, TiN, TiB₂ 等涂层进行了广泛研究^[3],研究结果表明,涂层与基体材料的结合强度(或附着力)是涂层材料性能的重要指标,残余应力与涂层的剥落有直接的关系,涂层残余应力对涂层与基体的界面结合状态和涂层界面结合性能起着十分重要的作用.残余应力在涂层内贮存了大量的弹性能,并作用于涂层与基体的界面上,弹性能很大时会导致涂层开裂甚至剥落,使涂层/基体系统失效^[4,5].因此开展涂层结合界面的残余应力检测研究是十分必要的.

目前检测涂层界面结合强度的方法很多,如划痕试验法、激光层裂法、压痕试验法、界面压入法等,所测得结合界面强度均表现为工程结合强度,其测试结果受结合界面本征结合强度与其他非界面因素

的综合影响,这些影响因素主要包括测试技术本身的影响和涂层材料的机械性能(如加载方式、涂层应力、涂层厚度).这些测试方法在理论分析和测量技术上存在亟待解决的问题,具体表现在同一种方法测量数据不稳定,不同种方法测得的数值可能会相差几个数量级,甚至会产生定性的差异^[6].在各种测定残余应力的方法之中,X 射线衍射法(XRD)是一种最可靠的检测方法,表现为检测精度高、非接触无损检测、具有一定穿透深度、方便快捷等优点.在涂层界面结合强度检测研究(I)中对涂层结合界面应力进行了理论分析,构建了涂层的应力模型.本文建立了涂层结合界面应力检测系统,用涂层残余应力衍射峰来表征涂层与基体的结合强度,创立一种检测涂层结合强度的实验新方法.

2. 实验方法

2.1. X 射线衍射法检测机理

X 射线衍射法是测定涂层残余应力最可靠的方法,其基本原理是多晶材料存在残余应力时,应力作

* 国家自然科学基金(批准号:50405035),江苏省研究生创新计划(批准号:XM05-32, XM04-24)资助的课题.

† 通信联系人 E-mail: kong-dejun@163.com

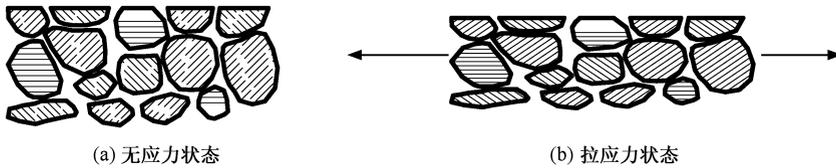


图1 残余应力状态下晶面间距的变化

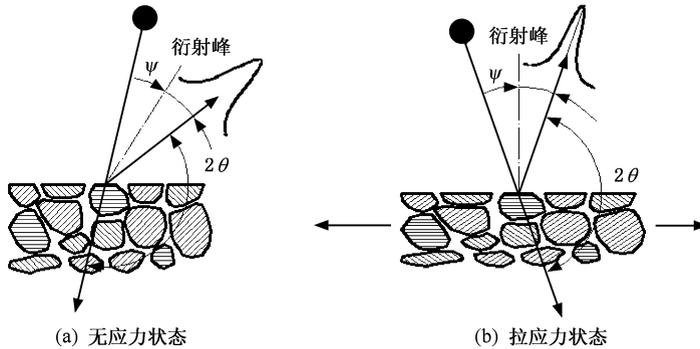


图2 残余应力状态下衍射峰的变化

用使晶面间距发生变化(图1),相应的衍射峰也将产生位移(图2)。从弹性力学与X射线衍射理论可以推出残余应力^[7]

$$\delta_{\theta} = \frac{-E}{\alpha(1+\gamma)} \frac{1}{\tan\theta_0} \frac{\pi}{180} \frac{\alpha(2\theta)}{\alpha \sin^2\psi} - K \frac{\alpha(2\theta)}{\alpha \sin^2\psi}$$

式中 E 为弹性模量; γ 为泊松比; θ_0 为材料无应力状态时特定晶面衍射角; θ 为与入射线成 ψ 角的晶面衍射角; K 为 $\sin^2\psi$ 法中 X 射线应力常数; ψ 为试样表面法线与衍射晶面法线夹角。

涂层-基体系统失效各阶段节点残余应力发生变化,用节点残余应力作为界面结合状况的诊断检测信号,可表征界面结合强度。

2.2. 试验装置

测试装置(图3)由5个部分组成:1)由YAG激光器和入射光路系统组成的激光划痕系统,实现以红外激光非接触热加载取代传统划痕法中的金刚石压头接触式机械加载,测得的是界面准静态结合强度,这与多数涂层实际工作的静态、准静态应变状态相一致。2)由进给机构、工作台、夹具和试件组成的工作台与试件夹具系统,在激光能量逐步增加的同时,试样相对激光束作进给运动,使每个激光作用时刻的膜-基系统状况相同,较全面地反映了不同激光

能量作用下的界面结合状况。3)包括激光束参数检测信号检测诊断系统。4)由控制器、激光器电源与功率控制模块、光电二极管触发开关组成控制系统。5)由计算机、双通道示波器和X射线应力分析仪组成信号处理系统等,以X射线衍射检测诊断技术代替传统划痕法的声发射检测和激光层裂法的干涉仪检测。

激光束经由可调光缆、分光镜、导光系统、聚焦镜等组成的入射激光束光路系统直接辐射于试样涂层表面,通过激光器电源及控制模块使激光能量逐步增加,同时控制器使进给系统带动工作台上夹具和试件作进给运动,从而使激光在涂层表面产生划痕,直至涂层基体界面破坏。X射线应力分析仪检测涂层应力参数,并输入信号分析处理系统,判断涂层界面破坏的临界点,据此建立界面失效判据,使界面失效的临界点由涂层热应力破坏剥落提前到涂层脱粘或翘曲,检测结果更接近界面本征结合强度。

3. 试验结果与分析

3.1. 残余应力

涂层界面残余应力由两部分组成^[8-10]:1)由于基体与涂层热膨胀系数的差异,使涂层从高温冷却到室温时产生热应力;2)非热影响产生的本征应力

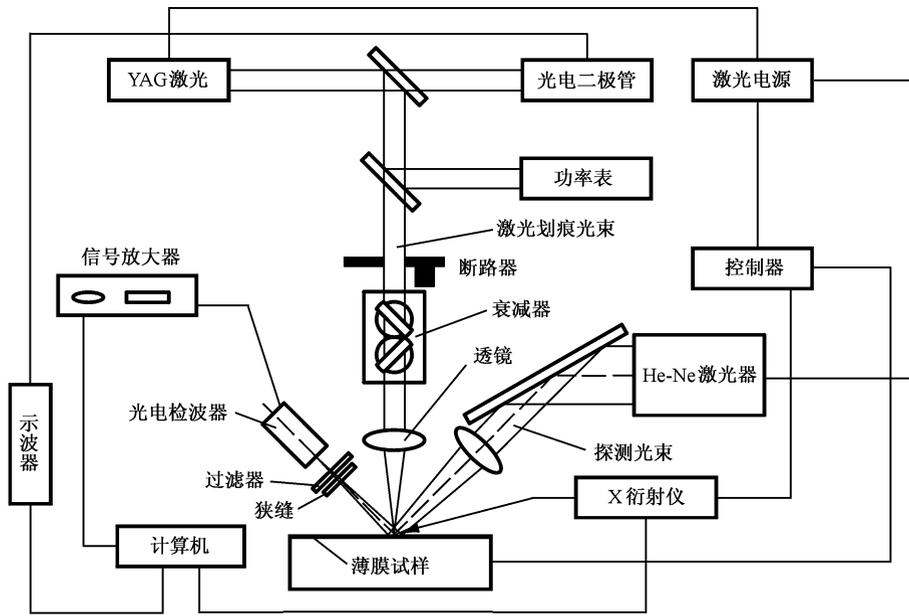


图3 XRD检测系统装置

(或内应力)。由于涂层残余应力存在,加速了涂层内热力耦合作用,使其成为涂层破坏的敏感因素。涂层中残余应力是涂层生长过程和存放环境条件共同作用的结果,其性质和大小与基体和涂层材料、沉积技术、沉积条件以及后处理工艺等密切相关。涂层应力形成是一个较复杂的过程,涂层应力是在生长过程中以及老化过程逐步形成和发展的。

X射线衍射应力测量方法应用于涂层时有相当大的困难,具体表现在:1)涂层的衍射强度低;2)涂层内应力大而导致衍射线宽化严重;3)涂层应力的 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线常常出现弯曲和震荡的现象;4)涂层结构的影响等。

利用X射线衍射技术测量激光划痕过程涂层及其下基体材料的应力及变化规律,进行界面结合状态的检测诊断理论研究,利用XRD检测系统装置可以检测涂层界面结合强度检测研究(I)中的剥离应力和正应力。图4为在激光热辐射条件下涂层应

力变化规律,图4(a)为XRD检测的界面剥离应力变化规律;图4(b)为界面的正应力变化规律。在涂层从基体脱粘时,界面正应力、剪应力和剥离应力发生显著变化。涂层从基体脱粘前后的界面应力变化量,结合涂层材料的物性参数和涂层-基体系统温度场参数,来表征涂层界面的结合强度。

激光直接辐射试样涂层表面,通过激光电源及控制模块使激光能量逐步增加,同时控制进给系统工作台上试件的进给运动,从而使激光在涂层表面产生划痕,直至涂层-基体界面破坏。X射线应力分析仪检测涂层应力参数,输入到数据处理系统,判断涂层界面破坏的临界点。在涂层失效过程中,其残余应力发生相应的变化。在涂层脱粘失稳时残余应力发生突变,以残余应力峰值发生突变的点(图4中A点)作为界面破坏临界点,以该点残余应力作为界面结合强度表征参数。

XRD检测的特点:1)XRD法测得的是准静态结

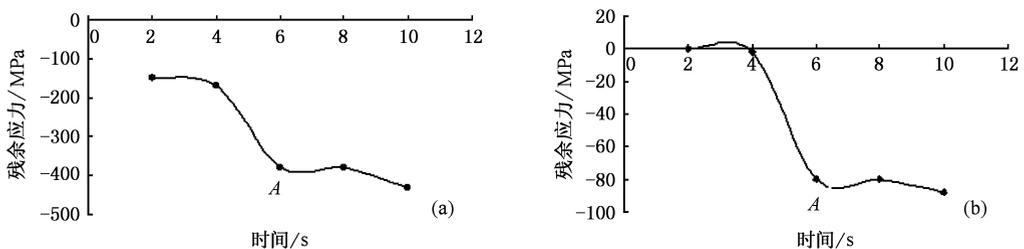


图4 涂层应力变化规律 (a)径向残余应力与作用时间关系;(b)厚度方向残余应力与作用时间关系

合强度,即工程界面结合强度,这与膜基系统静态、准静态工作环境相一致,便于工程应用。2)简化了临界载荷的影响因素,测量结果主要影响因素有界面结合状况、激光参数、膜基系统物性参数等。3)非接触测量,无机械力和摩擦作用,膜基系统弹塑性变形小,测量结果较划痕法更能反映界面结合状况和结合质量,可实现表面膜制备过程中实时在线检测。

XRD 测薄膜界面结合强度需要解决以下问题:

1)由于激光是对涂导以表面单点重复加载,激光作用区涂层-基体系统组织、结构、性能和界面结合状况不断变化,工艺过程复杂,要避免表面涂层烧蚀,需研究涂层损伤阈值。2)激光作用时间极短,它引起的冲击波及其传播使测试结果分析、计算和处理变得十分复杂,需要进一步深入研究其作用机理。

3.2. 结合界面强度

XRD 检测结合强度以红外激光对涂层表面非接触式热加载,取代传统划痕法的压头接触式加载,以长脉冲或连续波激光的准静态加载取代激光层裂法的短脉冲激光的高应变率动态加载;以 X 射线衍射检测诊断技术代替传统划痕法的声发射检测和激光层裂法的干涉仪检测,并用界面破坏的临界点所对应的激光束参数,结合检测参数以及涂层、基体材料的物性参数来表征界面结合强度,适用于硬质工具涂层,还适用于有机高分子膜、光学涂层、装饰功能膜、厚膜以及膜厚小于 $2\mu\text{m}$ 的涂层等多种基系统界面结合性能的测量。

其检测过程以长脉冲或连续波激光直接准静态加载于试样的涂层表面,同时试样相对于激光束作

进给运动,利用红外激光对涂层表面的准静态热效应,使涂层-基界面破坏并产生划痕。在激光作用于涂层-基体系统时,涂层会产生失效脱粘、界面裂纹扩展、脱粘层弹性失稳翘曲、贯穿裂纹萌生扩展和脱粘层断裂剥落等过程,激光作用的中心点残余应力值会发生相应的变化。脱粘时涂层发生弹性翘曲失稳,其节点的残余应力发生突变,以此时中心点的残余应力作为界面结合状况的检测信号,残余应力峰值发生突变的点(图 4 中 A 点)作为界面破坏临界点,采用此刻残余应力值来表征涂层界面结合强度。

4. 结 论

1. 建立了基于 XRD 技术的涂层-基体结合强度检测的实验新方法,以残余应力发生突变点的峰值来表征涂层结合强度,适用于精确测定单晶体与多晶体涂层、光学涂层和软膜等准静态工程界面结合强度,并预测特定使用条件下的涂层使用寿命和失效方式(如硬质工具涂层的失效形式与使用寿命,光学薄膜损伤阈值等)。

2. 基于 XRD 技术的界面结合状态检测结果较划痕试验法具有更高的可靠性和可信度。在涂层制备过程中,通过涂层残余应力、界面结合强度、涂层厚度、涂层形貌的实时在线检测,实现涂层制备过程质量实时在线控制。

3. 以长脉冲或连续波激光的准静态加载取代激光层裂法的短脉冲高应变率动态加载,形成 XRD 技术检测界面准静态工程结合强度的新方法。

- [1] Feng A X, Zhang Y K, Zuo D W *et al* 2005 *Proc. of SPIE* 60281G-1
- [2] Zhang Y K, Feng A X, Kong D J *et al* 2005 *Proc. of SPIE* 60290H-1
- [3] Tao Y M, Jiang Q, Cao H X 2005 *Acta Phys. Sin.* **54** 274 (in Chinese)[陶永梅、蒋青、曹海霞 2005 物理学报 **54** 274]
- [4] Ma B X, Yao N, Jia Y *et al* 2005 *Acta Phys. Sin.* **54** 2858 (in Chinese)[马丙现、姚宁、贾瑜等 2005 物理学报 **54** 2858]
- [5] Ollendorf H, Schneider D 1999 *Surface and Coatings Technology* **11**

386

- [6] Shinke, Noboru 2002 *Nippon Kikai Gakkai Ronbunshu* **68**(7)116
- [7] Ogawa S 1998 *JSME International Journal* **A41** 446
- [8] GUPTA VIJAY 1995 US Patent No. US5438402
- [9] LOH R L, Rossington C, Evans A G 1996 *J. Am. Ceram. Soc.* **69** 139
- [10] Sartori C, Oltra R, Dubief P 1998 *Surface and Coatings Technology* **106** 251

Study on the detection of interfacial bonding strength of coatings (II) : detecting system of bonding strength *

Zhang Yong-Kang^{1,2)} Kong De-Jun^{1)†} Feng Ai-Xin¹⁾ Lu Jin-Zhong¹⁾ Ge Tao¹⁾

1 *School of Mechanical Engineering , Jiangsu University , Zhenjiang 212013 , China)*

2 *School of Mechanical and Power Engineering , East China University of Science and Technology , Shanghai 200237 , China)*

(Received 22 September 2005 ; revised manuscript received 20 March 2006)

Abstract

Stresses and its variation of coating and matrix are measured by XRD (X-ray diffraction). A test system that measures coating stress on the bonding interface is established , and the measurement of interface bonding status is researched . By using interfacial stress variation before and after coating debonding from matrix , combined with the physical parameters of coating material and temperatures field parameter of coating-matrix system , the bonding strength of coating-matrix is represented by the diffraction peak of coating residual stress . A new experiment method to measure bonding strength of coating and matrix is introduced which is applicable to measuring interfacial bonding strength of all kinds of polycrystalline thermal barrier coatings .

Keywords : X ray diffraction (XRD) , interfacial bonding strength , coating , residual stress

PACC : 6860 , 6180E , 8100

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 50405035) and the Innovation Program of Graduated Student of Jiangsu Province ,China (Nos. XM05-32 , XM04-24).

† Corresponding author. E-mail :kong-dejun@163.com