

# 测量镀铬层界面韧性的激光屈曲法

张国祥<sup>1,2,3</sup>, 张坤<sup>1</sup>, 罗耕星<sup>1</sup>, 陈光南<sup>1</sup>, 李怀学<sup>1,3</sup>

(1. 中国科学院力学研究所, 北京 100080; 2. 山东理工大学材料科学与工程学院, 山东 淄博 255000; 3. 中国科学院研究生院, 北京 100080)

**摘要:**为了测量强界面电镀铬层的界面韧性, 利用连续 CO<sub>2</sub> 激光器对钢基体上的电镀铬层表面进行循环扫描实验。结果表明: 该种加热方式能够诱发铬层沿激光扫描方向呈周期性分布的屈曲变形。在此基础上, 结合涂层屈曲变形理论, 提出测量镀铬层界面韧性的激光屈曲法。该方法只需对一个屈曲单元的最大屈曲高度和屈曲半长进行测量, 就可给出界面韧性。作为应用举例, 利用该方法对上述镀铬层/钢基体结构界面韧性进行了测量。

**关键词:**材料的表面与界面; 实验力学; 界面韧性; 镀铬层; 激光屈服法; 连续 CO<sub>2</sub> 激光器  
**中图分类号:** TG174.441 **文献标识码:** A **文章编号:** 1671-5497(2008)01-0057-04

## Laser buckling method to measure interfacial toughness of chromium-plating coating

Zhang Guo-xiang<sup>1,2,3</sup>, Zhang Kun<sup>1</sup>, Luo Geng-xing<sup>1</sup>, Chen Guang-nan<sup>1</sup>, Li Huai-xue<sup>1,3</sup>

(1. Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China; 2. School of Material Science and Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255000, China; 3. Graduate School of China Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

**Abstract:** To measure the interfacial toughness of strong Cr-plating coating on substrate, experiment of laser periodical scanning into the surface of Cr-plating coating on steel substrate is carried out using CO<sub>2</sub> continuous laser. It is observed that this mode of heating can induce chromium coating to periodically buckle along the laser scanning direction. Based on this observation, incorporating the theory of coating buckling deformation, the laser buckling method is presented. This method can be used to measure the interfacial toughness of Cr-plating coating with the help of just one buckling unit. As a case study, the interfacial toughness of the chromium coating on steel substrate is measured by this method.

**Key words:** surface and interface of materials; experimental mechanics; interfacial toughness; chromium-plating coating; laser buckling method; CO<sub>2</sub> continuous laser

界面结合能力是衡量薄膜或涂层寿命的重要指标之一, 可从材料力学<sup>[1]</sup>和界面断裂力学<sup>[2]</sup>角度出发, 分别利用界面结合强度<sup>[1]</sup>和界面韧性<sup>[2]</sup>对界面结合能力进行评价。在众多的评价方法

中, 脉冲激光器作为加载工具广泛地用于测量界面薄膜的界面拉伸强度, 目前主要分为: 激光层裂技术<sup>[3]</sup>和激光超声法<sup>[4]</sup>。两者都需要一个光学监测系统, 对薄膜或基体的表面位移波形进行动

收稿日期: 2006-12-21.

基金项目: 国家自然科学基金项目(50471087, 50531060).

作者简介: 张国祥(1963-), 男, 副教授, 博士. 研究方向: 涂层制备和破坏力学. E-mail: zgx20021@sina.com

态监测以计算界面的拉伸强度;另外,它们要求基体和涂层厚度不能过大,以便脉冲激光产生的应力波到达界面和在表面上能够检测到位移波形的变化,这就给实验室评价薄膜的界面结合能力增加了设备和试件制备的难度。文献[5]中利用脉冲 CO<sub>2</sub> 激光器在固定位置对 ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 脆性涂层进行辐射,观察到了涂层屈曲剥落现象,并对产生该现象的机理做了初步解释,该文提出以临界剥落尺寸为衡量涂层抗剥落能力的指标<sup>[5]</sup>,没有涉及界面结合强度和韧性测量问题。此外,还利用激光热效应对涂层界面的结合能力进行评价<sup>[6]</sup>。钢基体上电镀铬涂层(铬属于脆性材料),属于强界面结合金属镀层类<sup>[7]</sup>,很难(甚至无法)通过直接施加应力的方法将涂层和基体在界面处分离<sup>[8]</sup>,这就使传统的涂层表面压入法<sup>[9]</sup>、四点弯曲法<sup>[10]</sup>等定量评价该类涂层界面韧性的方法失效。为了将连续激光器作为加载工具并测量强结合电镀铬层的界面韧性,作者利用连续 CO<sub>2</sub> 激光器对电镀铬层表面进行循环扫描,对这种激光加热方式诱导铬层屈曲变形现象进行实验观察。在此基础上,结合涂层屈曲理论,提出测量镀铬层界面韧性的激光屈曲法,并将该方法用于钢基体/电镀铬层结构的界面韧性测量。

## 1 实验

### 1.1 试件

在型号为 30CrNi<sub>2</sub>MoV、厚度为 10 mm 的材料上,按照 PJ 130101-2 标准进行镀前处理和镀铬。镀铬后的铬层/基体结构如图 1 所示。图 1

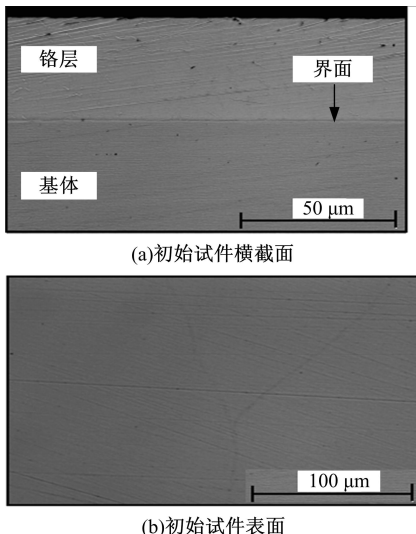


图 1 初始试件界面和表面形貌

Fig. 1 Morphology of initial sample interface and surface

(a)和(b)表明:初始试件的界面没有裂纹和缺陷存在,铬层表面平整。

### 1.2 铬层屈曲实验

利用最大功率为 2 kW 的轴流式连续 CO<sub>2</sub> 激光器,实验参数为:激光器功率为 800 W,光斑直径为 5 mm,扫描速度为 36.6 mm/min,扫描长度为 20 mm(实验参数由图 2 所示的控制面板进行设置)。工作台可由控制面板设置成自动往返运动,以便实现激光对试件表面进行循环扫描。扫描长度的选择应考虑消除在工作台往返起点处,由于加热速度不均匀对铬层变形的影响。在激光扫描过程中,为了尽量产生热冲击效果,利用酒精对扫描过的铬层表面进行实时冷却。

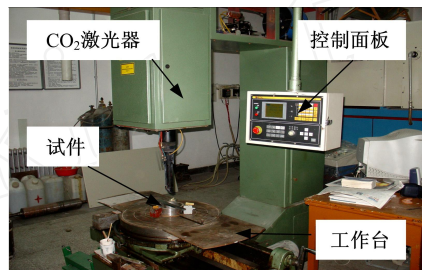


图 2 试验设备

Fig. 2 Photo of experimental set-up

### 1.3 实验分析

激光循环扫描 10 次后,在体视显微镜下对铬层表面进行观察,得到扫描后铬层表面(见图 3),与图 1(b)比较可知:铬层表面已形成周期性的波浪形貌。按照图 3 中所示的箭头方向,随机取一个铬层凸起单元,对凸起单元的最大横截面进行分析,得到如图 4 所示的铬层凸起单元横截面图,由于凸起单元的界面分离长度远远大于凸起高度,为了突出铬层凸起变形,在形成图 4 时,两个方向的图形缩小比例不同,故图 4 中的比例尺仅代表水平尺度。比较图 1(a)、图 4 可知:在激光热循环作用下,铬层表面凸起单元实际上是由铬

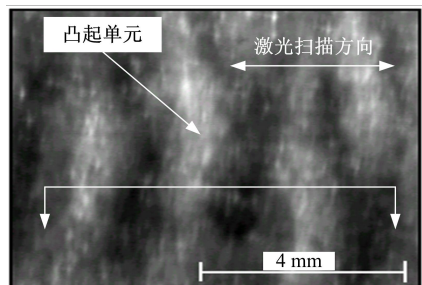


图 3 铬层屈曲表面形貌

Fig. 3 Surface morphology of Cr-coating buckling

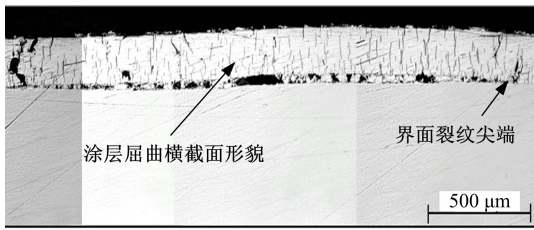


图 4 单个屈曲单元的横截面图

Fig. 4 Cross-sectional morphology of single buckling unit

层屈曲变形所致,即在铬层表面上形成的凸起单元就是铬层屈曲单元,故形成了界面裂纹。

由此可见:利用连续 CO<sub>2</sub> 激光器循环扫描镀铬层/钢基体结构,可以诱发铬层沿激光扫描方向发生周期性屈曲变形,由此导致铬层与基体在界面分离,这个现象和利用脉冲 CO<sub>2</sub> 激光器在固定位置热冲击脆性涂层所产生的现象相一致<sup>[5]</sup>,所不同的是,由于作者是利用激光往返运动和酒精冷却实现对脆性铬层反复加热,因此形成了沿激光扫描方向周期性变化的铬层屈曲形貌,其单个屈曲单元形貌是沿垂直激光扫描方向的,呈细长形,在光斑中心部分屈曲单元的变形最大;而 CO<sub>2</sub> 脉冲激光器只是形成一个与光斑直径相对应的近似球形的形貌<sup>[5]</sup>。

## 2 屈曲变形理论模型

通过上述实验发现:连续 CO<sub>2</sub> 激光器循环扫描镀铬层表面,可以使铬层发生周期性屈曲变形。因此,根据其他情形的薄膜屈曲变形分析模型<sup>[11]</sup>(例如:电话卡薄膜屈曲情况<sup>[12]</sup>),将上述一个屈曲单元简化成图 5 所示的直边屈曲模型。

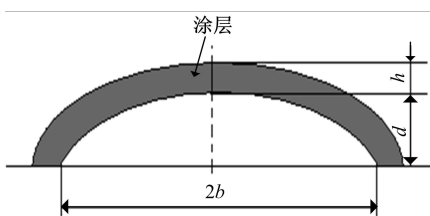


图 5 计算模型图

Fig. 5 Sketch map of calculating model

### 2.1 临界屈曲应力

涂层经典临界屈曲应力<sup>[12]</sup>为

$$\sigma_c = \frac{2}{12} \frac{E}{1 - \nu^2} \left( \frac{h}{b} \right)^2 \quad (1)$$

式中: $E$ 、 $\nu$ 分别表示涂层的弹性模量和泊松比; $h$ 、 $b$ 分别表示屈曲涂层厚度和屈曲半径长。

### 2.2 涂层内实际应力

屈曲后的涂层受到的实际应力<sup>[12]</sup>用下式计算

$$\frac{d}{h} = \left[ \frac{4}{3} \left( \frac{\sigma_c}{\sigma} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

式中: $d$ 是涂层屈曲变形的最大高度。

### 2.3 界面韧性

由于几何数据和应力计算都是铬层屈曲失效后的测量结果,故界面韧性可用铬层屈曲起始点处(界面裂纹尖端处)的临界能量释放率来表示<sup>[13]</sup>

$$G_c = \left[ \frac{(1 - \nu^2) b}{2 E} \right] (\sigma_c - \sigma) (\sigma_c + 3 \sigma) \quad (3)$$

## 3 实验结果

通过上述理论模型可知:在计算表征界面韧性的临界能量释放率时,除了材料力学性能参数 $E$ 、 $\nu$ 以外,仅需要知道图 4 所示的涂层厚度 $h$ 、涂层屈曲最大高度 $d$ 和涂层屈曲半长 $b$ 。铬层的弹性模量、泊松比分别取为: $E = 280 \text{ GPa}$ ,  $\nu = 0.21$ <sup>[14]</sup>。铬层的厚度由图 1(a)测得, $h = 50 \text{ μm}$ ;屈曲半长由图 4 测得, $b = 1100 \text{ μm}$ ;为了测量涂层屈曲最大高度,对图 4 的最大高度点附近进行放大,见图 6,从图 6 测得 $d = 18 \text{ μm}$ 。

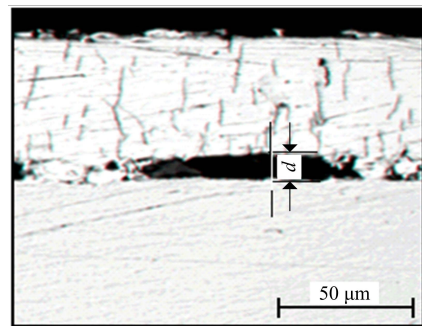


图 6 屈曲最高点放大图

Fig. 6 Enlarged drawing of buckling highest point

将上述数据带入式(1)~式(3)中,得到的测量结果如下: $\sigma_c = 497.3 \text{ MPa}$ ,  $\sigma = 545.6 \text{ MPa}$ ,  $G_c = 8.34 \text{ J/m}^2$ 。

## 4 讨论

由于试件的基体厚度远远大于铬层的厚度,可以把基体看成在热载荷作用下不发生变形的刚性材料,其上涂层在加热过程中,需要膨胀,而由于在界面附近的铬层受到基体不变形的约束,则

上述膨胀趋势被抑制住,故在涂层内形成了压应力;当激光扫过以后,温度下降,铬层收缩,此时与加热现象相反,铬层受到拉应力作用,因此铬层屈曲变形发生在激光加热过程中。

作者在确定铬层屈曲变形几何参数  $d$ 、 $b$  时,选取的是最大屈曲变形量,选取不同位置测量屈曲变形量对界面韧性的影响程度的分析是需要进一步考虑的问题。

利用同样的  $\text{CO}_2$  激光器和铬层/基体结构,采用不同于上述的激光扫描实验参数,对铬层表面进行循环扫描辐射后,形成如图 7 所示的铬层表面裂纹,而屈曲现象没有发生,这说明在激光扫描铬层表面时,存在一个激光功率和扫描速度最佳配合的阈值,该阈值决定铬层是否发生屈曲变形,该值的确定也是细化激光屈曲法测量铬层界面韧性和向其他涂层推广使用需要进一步开展的工作。

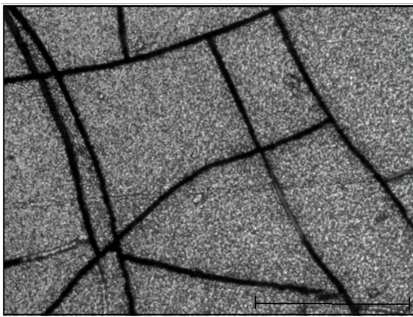


图 7 铬层表面裂纹

Fig. 7 Surface crack of Cr-coating

## 5 结 论

(1) 利用连续  $\text{CO}_2$  激光器可以使铬层发生沿激光扫描方向呈周期性分布的屈曲变形。

(2) 通过测量描述屈曲单元变形程度的最大高度和屈曲半长的尺寸,就可以对镀铬涂层的界面韧性进行测量。

(3) 与激光层裂技术和激光超声法相比,本文提出的方法不需要光学动态监测系统。

### 参考文献:

- [ 1 ] 马峰,蔡赜. 膜基界面结合强度表征和评价[J]. 表面技术,2001,30(5):15-19.  
Ma Feng,Cai Jie. Characterization and evaluation of the interfacial bond strength between coating and substrate [J]. Surface Technology,2001,30(5):15-19.
- [ 2 ] Volinsky A A, Moody N R, Gerberich W W. Interfa-

cial toughness measurements for thin films on substrates [J]. Acta Materialia, 2002, 50:441-466.

- [ 3 ] 曾丹勇,张永康,於自岚. 激光层裂法测量复合材料界面拉伸强度研究进展[J]. 材料科学与工程,2001,19(1):148-152.  
Zeng Dan-yong,Zhang Yong-kang,Yu Zi-lan. Progress in research of measurement of composites interface tension strength by the laser spallation technique[J]. Materials Science and Engineering, 2001,19(1):148-152.
- [ 4 ] Rosa Gaelle, Oltra Roland. Evaluation of the coating-substrate adhesion by laser-ultrasonics: modeling and experiments[J]. Journal of Applied Physics,2002,91(10):6744-6753.
- [ 5 ] Lon R L, Evans C R G. Laser technique for evaluation spall resistance of brittle coating[J]. J Am Ceram Soc, 1986,69(2):139-142.
- [ 6 ] Kirchoff G, Gobel T H, Bahr H A, et al. Damage analysis for thermally cycled (Ti,Al)N coatings-estimation of strength and interface fracture toughness[J]. Surface and Coatings Technology, 2004, 179: 39-46.
- [ 7 ] 徐滨士,朱绍华. 表面工程的理论与技术[M]. 北京:国防工业出版社,1999:194-196.
- [ 8 ] Evans A G, Hutchinson J W. The thermomechanical integrity of thin film and multilayer[J]. Acta Metallurgical Et Materialia,1995,43(7):2507-2530.
- [ 9 ] Marshall D B, Evans A G. Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation I: mechanics of interface delamination [J]. J Appl Phys, 1984,56(10):2635-2638.
- [ 10 ] Gan Zheng-hao, Mhaisalkar S G, Chen Zhong, et al. Study of interfacial adhesion energy of multilayered UL-SI thin film structures using four-point bending test[J]. Surface and Coatings Technology, 2005,198:85-89.
- [ 11 ] Jensen Henrik Myhre, Sheinman Izhak. Straight-sided buckling-driven delamination of thin films at high stress levels[J]. International Journal of Fracture, 2001,110:371-385.
- [ 12 ] Moona M W, Jensen H M, Hutchinson J W, et al. The characterization of telephone cord buckling of compressed thin films on substrates[J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2002, 50: 2355-2377.
- [ 13 ] Zhao Feng-zhou, Wang Bing, Cui Xue-feng, et al. Buckle delamination of textured  $\text{TiO}_2$  thin films on mica [J]. Thin Solid Films, 2005, 489: 221-228.
- [ 14 ] Holzwarth Uwe, Stamm Hermann. Mechanical and thermomechanical properties of commercially pure chromium and chromium alloys[J]. Journal of Nuclear Materials, 2002, 300: 161-177.