

侧面压入法评价涂层界面结合性能的影响因素

张凯亮^{1,2}, 陈光南¹, 张坤¹, 吴臣武¹, 罗耕星¹, 王秀凤³

(1. 中国科学院力学研究所, 北京 100190; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100190;
3. 北京航空航天大学机械工程及自动化学院, 北京 100191)

摘要: 采用数值模拟与实验测量相结合的方法,以钢基镀铬层为对象,研究了侧面压入法评价涂层界面结合性能的影响因素,包括压头形状、压入点距离和涂层厚度等。结果表明:侧面压入导致涂层扇形脱落,脱落尺寸随压入点距离增大而增大,与有限元计算结果符合较好。经综合分析,推荐实验规范为:压头为90°圆锥,压入点距离为涂层厚度的2~3倍。

关键词: 压入; 计算机模拟; 涂层; 结合性能

中图分类号: TG178 **文献标志码:** A **文章编号:** 1009-6264(2012)03-0156-05

Factors influencing cross-sectional indentation to evaluate coating adhesion

ZHANG Kai-liang^{1,2}, CHEN Guang-nan¹, ZHANG Kun¹, WU Chen-wu¹, LUO Geng-xing¹, WANG Xiu-feng³

(1. Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;
2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;

3. School of Mechanical Engineering and Automation, Beihang University, Beijing 100191, China)

Abstract: Factors influencing cross-sectional indentation to evaluate coating adhesion were investigated by numerical simulation and experiments. For the model of chromium-plated steel substrate, indenter geometry, indentation location and coating thickness were considered. The results show that the coating detaches from the substrate with the shape of fan, its size increases with increasing the indentation distance and agrees well with computation. Generally, the tip angle of a conical indenter and the ratio of indentation distance to coating thickness are recommended to be 90° and 2 to 3, respectively.

Key words: indentation; computer simulation; coating; adhesion

评价涂层界面结合性能的方法多达上百种,如胶粘拉伸法、剪切法、弯曲法、划痕法等^[1],但对强结合涂层往往无效。最近张坤等^[2-3]尝试将 Sánchez^[4]提出的侧面压入方法应用于典型强结合涂层体系——钢基体电镀铬涂层,获得了界面完整分离,使该方法应用于强结合涂层性能的评价成为可能。侧面压入法基本原理是压头作用于横截面基体边沿,通过基体材料的塑性流动在界面上产生基体与涂层材料的变形失配而获得界面开裂^[2-7]。

由于侧面压入法的高度局部加载特征,使得测试过程的模型化相对复杂。首先,由于在边缘加载,使得模型具有非对称性;加载过程中基体材料的大塑性变形以及脆性涂层自身开裂引入了多重非线性过程。其次,实验影响因素多,如压头形状、压入点距离等。

此前为数不多的研究报导中,除张国祥等^[3]从能量释放率的角度讨论了关于压入点距离的影响外,几乎所有研究都着眼于建立近似的理论模型^[4-6],尚未见影响因素的综合分析。针对这一问题,本文通过实验与数值模拟相结合,研究压头形状、压入点距离和涂层厚度等多因素的影响,以推动该方法的标准化。

1 侧面压入过程的数值模拟

1.1 材料选取及条件确定

采用中碳低合金钢基(30CrNi2MoVA)镀铬涂层^[8]、90°圆锥压头、0.04 mm/min加载速度。基体杨氏模量取为210 GPa,泊松比取为0.286,考虑到基体材料的塑性流动和强化,其屈服极限为784 MPa,强化指数为0.172。由于铬涂层在压入过程中呈现脆性断裂特征,因此采用了线弹性行为假设,弹性模量取290 GPa,泊松比取0.3,断裂强度取275 MPa^[9]。

利用几何和载荷的对称性,可建立基体和涂层的1/2模型,压头采用分析刚体建模,有限元模型如图1

收稿日期: 2011-03-18; 修订日期: 2011-09-18

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(50531060)

作者简介: 张凯亮(1984—),男,从事表面/界面改性研究。

通讯作者: 张坤,电话:010-82544270,E-mail:kzhang@imech.ac.cn。

所示,其中对称面施加对称约束,施加压头垂直方向位移载荷,并约束压头其余方向的位移,压头和试样受压面以接触单元模拟接触过程。

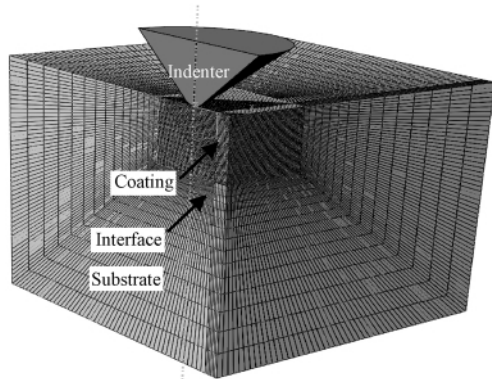


图 1 侧面压入法的有限元模型

Fig.1 Finite element model of cross-sectional indentation

1.2 数值模拟典型结果

图 2 给出了侧面压入时界面上典型的应力分布。可以看出,界面上的正(法向)应力与竖直剪(切向)应力主要集中在近似于扇形面积内(图 2 未显示界面上的水平剪应力 σ_{13} ,有同样的规律)。原始计算数据还表明,图 2(a) 所示呈环状分布的界面正应力 σ_{33} 最大值,即界面最大应力为拉应力,这便对界面破坏提供了条件。

从图 3 的结果中还可以发现,界面上剪应力 (σ_{13} 、 σ_{23}) 在侧面压入过程中很快上升,但当达到一定程度后就不再变化,但正应力始终保持增大的趋势。可以认为,如果界面发生破坏,则主要是拉应力作用的结果。因此,本文后续的分析也主要考虑界面上的正应力。

2 实验验证及分析讨论

2.1 界面破坏特征

采用 20 mm × 5 mm × 5 mm 试样,用砂纸磨光压入面(20 mm × 5 mm),用专用夹具保证其与镀铬面(20 mm × 5 mm)垂直。采用深圳高品检测设备有限公司的 GP-TS2000HM 涂层材料试验机进行实验,实验过程中肉眼观察涂层剥落情况,卸载后用扫描电镜观察和测量涂层脱落断口及尺寸,根据需要可中途卸载,用光学显微镜观察和测量压入面上涂层断裂。

涂层脱落后的界面破坏特征如图 4 所示。从图 2(a) 中可以看出,侧面压入法在界面产生了扇形拉应力集中区域,且在应力集中区域边缘处拉应力最大,因此界面破坏更易发生在该区域内部,这一判断

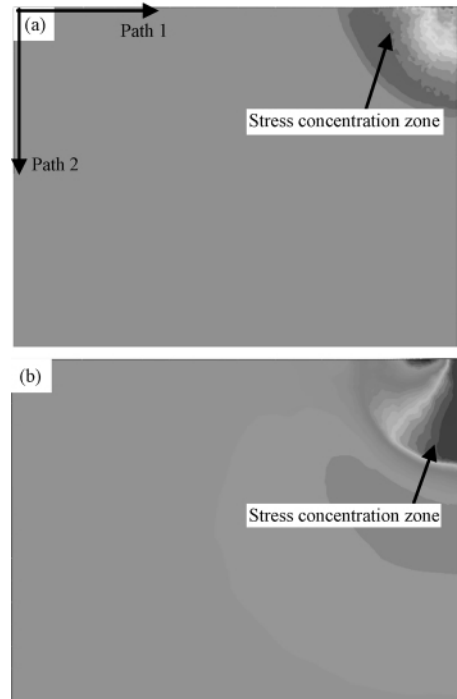


图 2 侧面压入时涂层基体界面处应力场 (a) 正应力 σ_{33} ; (b) 竖直剪应力 σ_{23}

Fig.2 Interfacial stress fields induced by indentation (a) normal stress of σ_{33} ; (b) vertical shear stress of σ_{23}

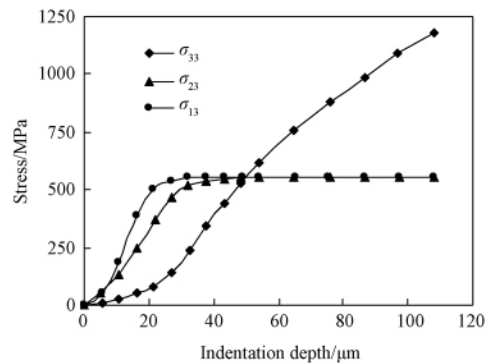


图 3 侧面压入过程中界面应力随压入深度的变化 Fig.3 Dependence of interfacial stress on indentation depth

与图 4 所示界面剥离特征相吻合。

作为进一步佐证,可于计算模型上取两条路径的应力投影。路径位置如图 2(a),应力投影曲线如图 5(a) 和 5(b)。图 4 中的 372 μm 和 588 μm 尺寸分别为界面上水平和竖直路径上最大拉应力出现的位置,对比图 5 发现,在水平路径上最大拉应力出现在大约距压入中心 0.3 ~ 0.4 mm 处,竖直路径上最大拉应力出现在大约距压入中心 0.5 mm,剥落区域竖直方向上的尺寸略大于水平方向上的尺寸,模拟结果和试

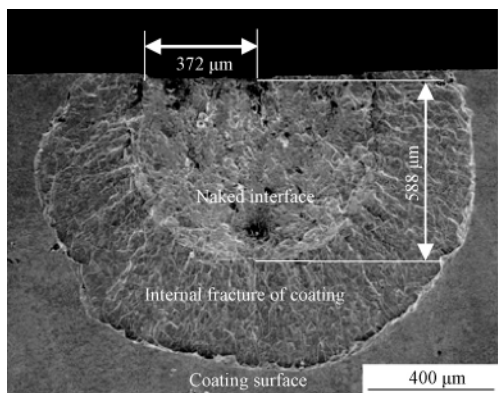


图 4 侧面压入法形成界面破坏的扫描电镜照片

Fig.4 SEM image of interfacial spallation induced by indentation

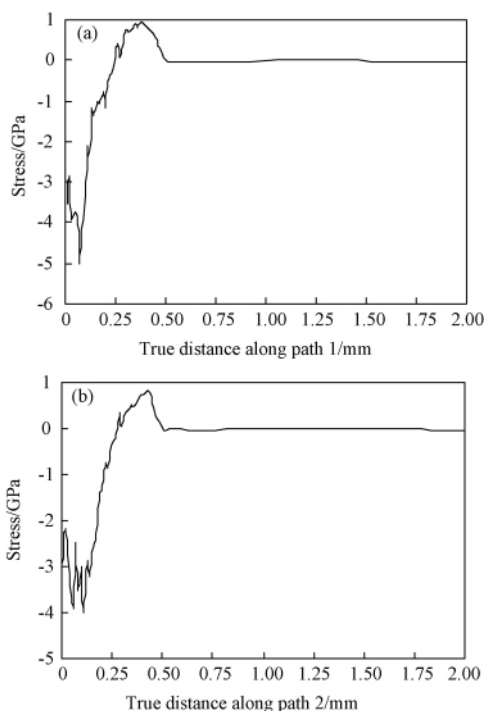


图 5 界面应力在所选两个路径上的变化规律

(a) 路径 1; (b) 路径 2

Fig.5 Variation of interfacial stress along two paths

(a) path 1; (b) path 2

验结果相吻合。

2.2 铬层斜裂纹间距

假设涂层内第一主应力峰值达到断裂强度 275 MPa 时涂层材料发生断裂,那么峰值点的距离即两条斜裂纹间距(图 6a),可与实验数据做进一步的比较。

通过对计算和实验结果的统计与测量,获得了斜裂纹间距随压入距离的变化规律,如图 6(b)所示。从实验与计算结果显示的规律中可以看出,斜裂纹间距随着压入距离的增大而增大,实验值较计算值略

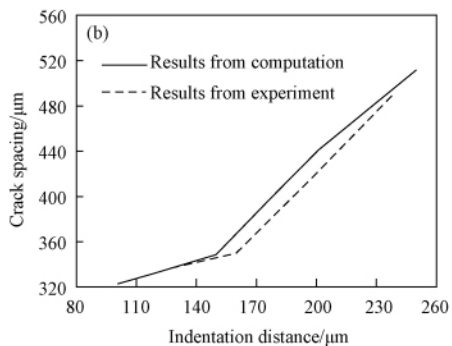
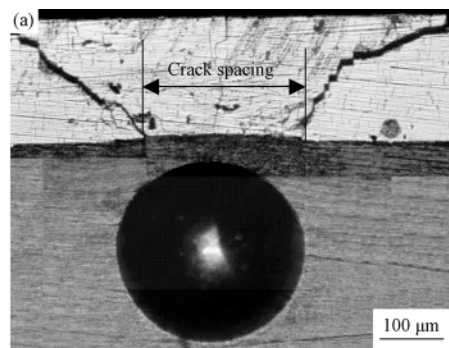


图 6 铬涂层裂纹的光学显微图像

(a) 及其间距随压入点距离的变化规律(b)

Fig.6 OM image of coating cracking

(a) and effect of indentation distance on crack spacing (b)

小,但是差别不大于 10%。这种差异产生的主要原因是,计算模型将涂层视为连续体而没有考虑实际的电镀铬涂层中大量分布的微裂纹^[10]。尽管如此,计算与实验结果的吻合程度,再次表明本计算采用的连续体模型有足够的可靠性。

2.3 影响因素分析及讨论

2.3.1 压头形状的影响

本文选用圆锥压头开展分析,以确定压头角度对结果的影响(图 7)。很明显,压入位置固定,当压头角度减小时,在界面产生的剪应力基本保持恒定不变,但是界面拉应力明显增加。

这个现象的主要原因可能在于:在侧面压入时,压头对于基体的作用分为“下压”和“外推”两种,其中“下压”作用趋向于破坏基体材料边沿结构,而“外推”效应才真正实现了基体向外流动,从而产生较大的界面拉应力,获得界面裂纹。当压头角度较大时,“下压”作用强于“外推”作用,角度较小时,压头可获得较大的压入深度,则“外推”作用强于“下压”作用。因此,当压头角度过大时难以制造界面开裂。但是,由于对强结合涂层需要较大的压入深度,因此当角度过小时,压头本身刚度下降,容易导致压头损坏。综

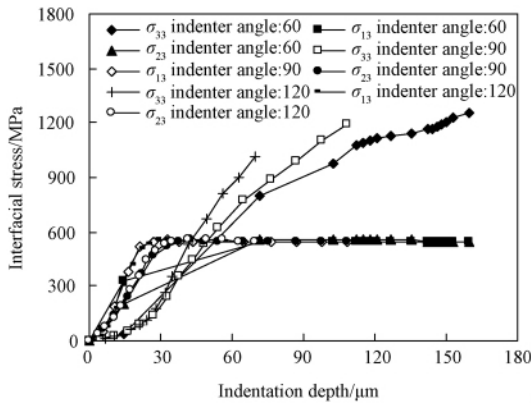


图 7 侧面压入时压头角度对界面应力的影响
Fig. 7 Dependence of interfacial stress on indentation depth at different indenter angles

合以上原因,再考虑压头制备问题,试验中宜采用 90°圆锥压头。

2.3.2 压入点位置的影响

如上所述,当压头距离界面很近时,“下压”作用极易导致基体边沿崩溃,而且也会使结果产生较大的波动^[3]。但当距界面较远时,基体边沿的变形也随之变小,对涂层作用减弱,使得界面开裂困难。因此选择一个适当的压入距离显得至关重要。不同压入距离下界面应力的变化趋势如图 8 所示。

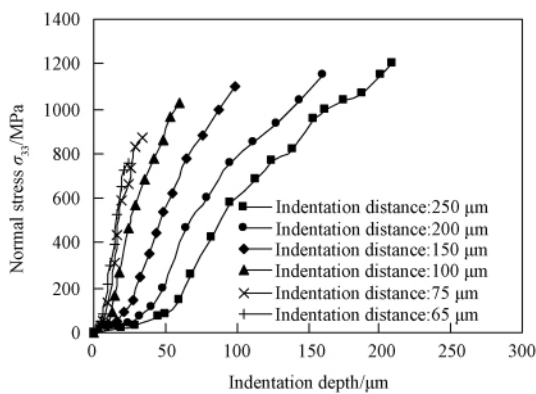


图 8 界面正应力随着压入距离的变化
Fig. 8 Dependence of interfacial normal stress on indentation depth for different indentation position

图 8 的结果显示,随着压入距离逐渐增大(压入点位置是以横截面上压痕中心到界面距离来表示),压入也获得了更大的压入深度,因此在界面上产生的拉应力也呈现出上升的趋势。文献^[3]指出,压入距离要尽量大于涂层厚度,因为距离界面太近会使能量释放率急剧增大。而本算例中涂层厚度统一取为 100 μm,从图 8 中可以发现,当压入距离

小于 100 μm 时,界面应力急剧上升。这样剧烈的变化会给后续的实验观察和数据采集带来诸多不便,这也从另一侧面说明压入距离应大于涂层厚度。但是压入距离增大到一定程度时,界面应力对于压入的响应也会相应变得缓慢,而且大的压入距离也意味着较大的压入深度,同时压头也承受了巨大的非对称载荷,容易损坏。

2.3.3 涂层厚度的影响

在实际使用中,涂层越厚越容易剥落,厚度达到某一临界值时涂层会自动剥落。这是因为随着涂层厚度增加,残余应力增大;另外,随着涂层厚度的增加,涂层与基体界面的弹性应变能也增加。这将导致界面裂纹扩展的能量释放率相应增加,从而使涂层的表观结合强度随着涂层厚度的增加而下降。但在本文计算模型暂未考虑残余应力的影响,仅仅考虑涂层厚度的几何效应对界面应力的影响。

在给定的压入距离下,界面应力随着涂层厚度的变化趋势如图 9 所示。同样,可以发现界面剪应力基体保持不变,只有界面拉应力发生了显著变化。从以上的分析可以说明,在侧面压入的载荷条件下,界面剪应力存在着极值,约为 550 MPa。

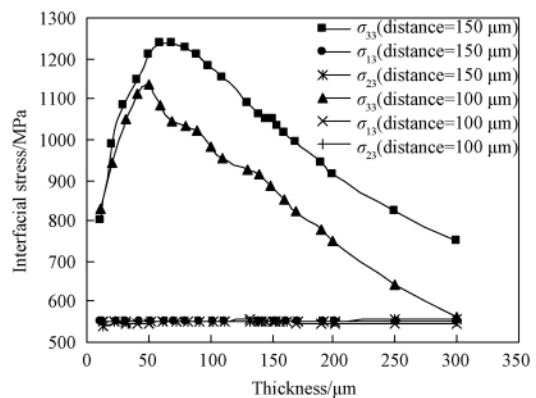


图 9 界面应力随着涂层厚度的变化
Fig. 9 Relationship between interfacial stress and coating thickness

从图 9 中还可以看出,当压入距离固定时,界面拉应力随着涂层厚度变化存在着某一极值,即拉应力达到最大,说明此时对界面开裂的作用最为显著。从图 9 中的结果统计可知,当压入距离和涂层厚度之比为 2.5 时,能获得最大的界面拉应力;当压入距离在 2~3 倍涂层厚度范围内变化时,界面拉应力不低于峰值的 95%。因此,从实验操作的角度来看,压入距离可在此范围内调整。

3 结论

1) 对于钢基镀铬层样品,侧面压入导致涂层扇形脱落,脱落尺寸随压入点距离增大而增大,与有限元计算结果符合较好;

2) 压头形状、涂层厚度、压入点距离都是重要的影响因素,推荐规范为 90° 圆锥压头,压入点距离与涂层厚度之比为 $2\sim 3$ 。

参 考 文 献

- [1] 蔡 珣,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[J]. 金属热处理学报,1997,18(2):30-35.
CAI Xun, GU Jian-feng, ZHOU Ping-nan, et al. The interfacial bonding strength of TiN films prepared by IBED [J]. Transaction of Metal Heat Treatment, 1997, 18(2): 30-35.
- [2] Zhang K, Peng Q, Chen G N. A special method to evaluate the strong adhesion between brittle coating and ductile substrate [J]. Key Engineering Materials 2007, 353-358: 1749-1752.
- [3] 张国祥, 张 坤, 陈光南, 等. 评价强界面涂层界面结合能力的横截面压入法[J]. 表面技术, 2006, 35(6): 1-4.
ZHANG Guo-xiang, ZHANG Kun, CHEN Guang-nan, et al. Cross-sectional indentation method to evaluate strong interface adhesion strength [J]. Surface Technology, 2006, 35(6): 1-4.
- [4] Sánchez J M, El-Mansy S, Sun B, et al. Cross-sectional nanoindentation: A new technique for thin film interfacial adhesion characterization [J]. Acta Materialia, 1999, 47(17): 4405-4413.
- [5] Elizalde M R, Sánchez J M, Martínez-Esnaola J M, et al. Interfacial fracture induced by cross-sectional nanoindentation in metal-ceramic thin film structures [J]. Acta Materialia, 2003, 51(14): 4295-4305.
- [6] 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 [J]. Composites Science and Technology, 2005, 65(9): 1382-1390.
- [7] Zhang H, Chen Q, Li D Y. Development of a novel lateral force-sensing microindentation technique for determination of interfacial bond strength [J]. Acta Materialia, 2004, 52(7): 2037-2046.
- [8] 张祖贤. 兵器黑色金属材料手册[M]. 北京: 兵器工业出版社, 1989.
- [9] 杨班权, 陈光南, 张 坤, 等. 涂层/基体材料界面结合强度测量方法的现状与展望[J]. 力学进展, 2007, 37(1): 67-79.
YANG Ban-quan, CHEN Guang-nan, ZHANG Kun, et al. A review on measurement methods for interfacial bonding strength between coating and substrate [J]. Advances in Mechanics, 2007, 37(1): 67-79.
- [10] 李国英. 表面工程手册[M]. 北京: 机械工业出版社, 1997.