

硬质镀层机械性能的评价方法

林香祝 陈仁悟 薛玉娥

(陕西机械学院, 西安)

【摘要】本文描述了测定硬质镀层与基体间的结合力, 镀层的硬度、断裂强度、耐磨性以及镀层刀具切削寿命的试验方法和原理。测定镀层与基体间的结合力的方法有四点弯曲法、扭转法、划痕法和压痕法。作者用这些方法测定了硬质镀层(TiN和TiC)与钢基体的结合力。同时还介绍了硬质镀层刀具的切削寿命试验结果。

The Techniques for Evaluating Mechanical Properties of Hard Coatings

Lin Xiangzhu Chen Renwu Xue Yue

(Mechanical Engineering Institute of Shanxi, Xian)

【Abstract】The methods of measuring adhesion strength between coating and substrate, hardness, fracture toughness and wear resistance of coatings and cutting life of the coated tools are illustrated in this paper. The adhesion strength between hard coatings(TiN and TiC)and steel substrate are evaluated by means of 4 points bending, torsion, scratch and indentation methods. In addition, the testing results of cutting life of the coated tools are also introduced.

一、前言

近年来, 气相沉积技术的应用范围日益扩大。它可用各类材料(包括金属、合金和化合物等)沉积成膜, 并广泛应用于从日常生活用品到宇航、核能等新技术领域。因此在不断改进和开发镀层的沉积技术的同时, 需

要研究和建立测试和评价镀层特性的方法。

镀层的质量取决于其成分、微观结构、机械性能以及与基体的匹配等因素。利用现代分析技术可以测出成分和确定微观结构, 而对于硬质镀层的机械性能测试技术还很不完善。对整体材料机械性能的常规测试方法, 难以直接应用于薄($\leq 10\mu\text{m}$)而硬的镀层性能的测试。因此, 人们正在研究镀层机

械性能的测试技术, 并对镀层性能进行评价。

本文根据作者的实验来论述硬质镀层机械性能的各种评价方法, 包括镀层与基体的结合力、显微硬度、断裂强度、耐磨性和镀膜刀具的切削寿命对比试验等方法。

二、实验方法和讨论

1. 显微硬度

硬度是材料抵抗由于压头压入而引起的表面层塑性变形的能力, 也是材料化学性质、物理性质和组织特性的综合表现。镀层的硬度还反映了材料表面耐磨层的机械与工艺特性。

检测镀层硬度时, 压头不应穿透薄膜而使基体金属变形, 因而要采用显微硬度的测试方法。

影响显微硬度值的因素很多:

(1) 显微硬度值随测试压力的降低而上升^[1]。这是由于压痕四周有隆起的边缘。在测试压力很小时, 隆起甚微; 而当测试压力较大时, 压痕周围的材料向上挤出, 隆起成卷边。在测量时不易分清压痕对角线而把卷边也包含进去, 因而所得的硬度值就会较低, 所以应该选用合适的负荷。

(2) 对于很薄的镀层, 其显微硬度值受基体硬度的重要影响。只有当测试负荷很小时, 测得的才是表面镀层的硬度; 测试负荷较大时, 基体也会发生变形, 这将影响测定值的准确性。因此, 对于一个给定的压头负荷, 应当给出一个允许的镀层最小厚度。为了得到表征镀层特性的显微硬度, 镀层的最小厚度应等于或大于压痕对角线长度, 或压痕深度原则上应小于镀层厚度的3/4。这样可根据镀层厚度来选择合适的压头负荷, 以保证测到一个能表征镀层特性的硬度值。

(3) 镀层表面粗糙度也影响其测量值。因此, 在测硬度前, 最好将表面经过研磨

或抛光处理, 使粗糙不平度为压痕对角线长度的千分之五左右。

作者对由离子镀法在高速钢基体上沉积的TiN镀层进行了硬度测定, 压头负荷为1 N, 结果见表1和图1。可以看出, 在相同负荷下, 显微硬度值随镀层厚度的增加而增大, 而对同一厚度的镀层, 用不同的压头负荷测得之值随负荷的增大而减低。

表1 不同厚度的TiN镀层之显微硬度值(负荷为1 N)

镀层厚度(μm)	2	2.3	2.6	3.3
显微硬度HV	1631.4	1730.9	1917.6	2021.9

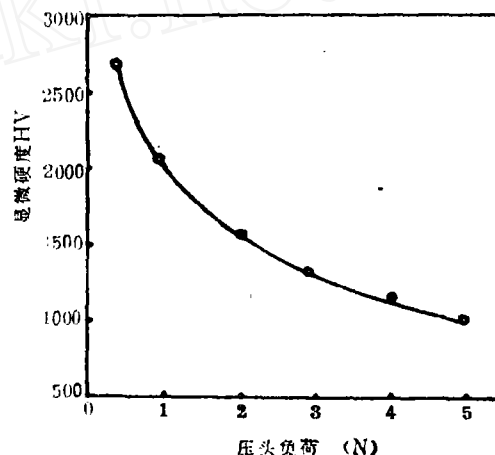


图1 压头负荷与显微硬度值的关系
基体: 高速钢; TiN镀层厚度: $3.3\mu\text{m}$

2. 镀层与基体间的结合力

镀层的耐磨性明显地取决于其与基体间的结合力。估算镀层结合力的方法已有很多, 这里根据作者的工作, 介绍和评述以下几种:

(1) 四点弯曲试验法

C.F.Burgess首先提出将薄板样品弯成锐角以观察镀层的剥落情况来判断其与基体的结合力。以后发展为三点弯曲法, 但此法存在着载荷集中等缺点, 因而作者提出了四点弯曲法。这种方法可使用纯弯曲梁的线

弹性理论来定量测定镀层的结合力。试验装置的示意图如图2所示。试样尺寸为 $10 \times 10 \times 80$ mm的长条矩形,其上、下两面为镀层。四点载荷方式使试样中部产生一定的弯曲变形,由声发射测试仪监测试验过程中由于试样变形而使镀层裂纹的信号,将出现第一个突然性声发射信号时所施加的载荷定为临界载荷,即此时镀层开始裂纹。通过已建立起

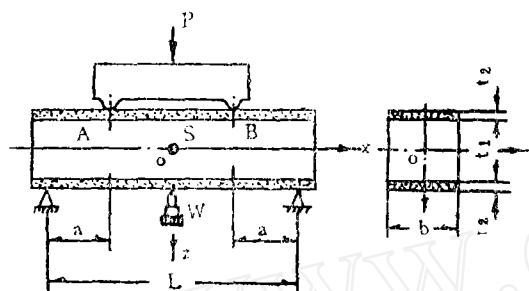


图2 四点弯曲试验法测结合力的装置示意图〔2〕
S: 声发射探头; W: 位移传感器

来的公式可计算其结合力〔2〕:

$$\sigma_n = \frac{1}{2} \sigma \pm \left[\left(\frac{\sigma}{2} \right)^2 + \tau^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

式中, σ_n 为表征结合力的值; σ 为作用于界面间的正应力, $\sigma = \sigma_2 - \sigma_1 \pm \sigma_r$; σ_2 和 σ_1 分别为镀层和基体在X方向的正应力; σ_r 为镀层中的残余应力; τ 为镀层所受的剪切应力,也可看作是界面处的剪切应力,其算式为:

$$\tau = -\frac{Q}{2I_z} \left[\left(\frac{t_1}{2} + t_2 \right)^2 - \left(\frac{t_1}{2} \right)^2 \right] \quad (2)$$

式(2)中的Q为由弯矩作用在镀层试样上的最大剪切应力, $Q = \frac{P}{2}$, (P为所施加的载荷); I_z 为镀层试样对Z轴的惯性矩; t_2 和 t_1 分别为镀层与基体的厚度。

对钢基体上沉积的TiC(CVD法)和TiN(PVD法)镀层试样结合力的测定值列于表2,试验过程中载荷与声发射特征曲线示于图3,裂纹形貌如图4所示。

表2 四点弯曲试验测得的结合力值

编号	沉积法	基体材料	镀层		载荷P (N)	弯矩M (N·mm)	σ_2 (Pa, $\times 10^7$)	σ_1 (Pa, $\times 10^7$)	结合力 σ_n (Pa, $\times 10^7$)
			材料	厚度(μ m)					
1	CVD	Cr12	TiC	5.0	11500	86250	90.37	57.56	32.81
2	CVD	Ti03	TiC	7.5	9500	71250	66.53	42.51	24.32
3	CVD	Ti0钢	TiC	10	10300	77250	73.64	46.75	26.89
4	PVD	Ti0钢	TiN	2.8	7000	52500	39.86	31.95	7.91
5	PVD	高速钢	TiN	3.3	8800	64680	101.80	81.41	20.39
6	PVD	高速钢	TiN	2.6	4350	31970	51.45	41.43	10.07
7	PVD	高速钢	TiN	2.0	4300	35280	54.43	43.84	10.59
8	PVD	高速钢	TiN	2.3	11600	85260	123.40	99.41	23.99

注:表中计算结合力时未计入残余应力的影响,仅以 $(\sigma_2 - \sigma_1)$ 来表征结合力 σ_n 。

(2) 扭转试验法

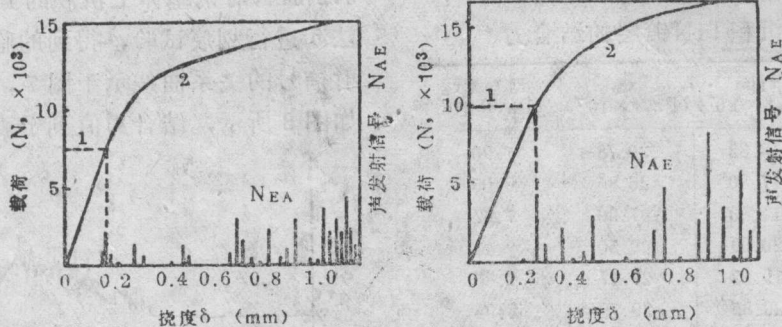
采用扭转试验法也可以定量地计算结合力。试验装置示意图如图5所示。试样为 $\phi 10$ 的圆轴,其外表面沉积TiN镀层(PVD法),厚度为 $1 \sim 2 \mu$ m。把已制备好的试样安装在50型材料扭转试验机上,与声发射和应变电测技术相配合进行试验。由下列公式可计算出结合力〔8〕:

$$\tau_n = \tau_2 - \tau_{1p} \quad (3)$$

$$\tau_2 = \frac{G_2 I_2 M}{G_1 I_1 + G_2 I_2} \quad (4)$$

$$\tau_{1p} = \tau_r = \tau_{1max} \quad (5)$$

式中, τ_n 为表征镀层与基体间的结合力, τ_2 、 G_2 、 I_2 分别为镀层的剪切应力、剪切模量和极惯性矩, τ_{1p} 、 G_1 、 I_1 分别为基体的剪切应力、剪切模量和极惯性矩, τ_r 为开始屈



(a) PVD TiN

(b) CVD TiC

图3 四点弯曲试验中载荷、挠度与声发射特征曲线

1—临界负荷, 2—P-δ曲线



(a) CVD TiC截面

(b) CVD TiC表面

(c) PVD TiN四点弯曲试样表面

图4 用四点弯曲法得到的裂纹形貌

服时的剪切应力, M 为扭矩。

不锈钢基体上TiN镀层(PVD法)试样的扭转试验的扭矩-转角-声发射的关系曲线示于图6, 结合力值列于表3。

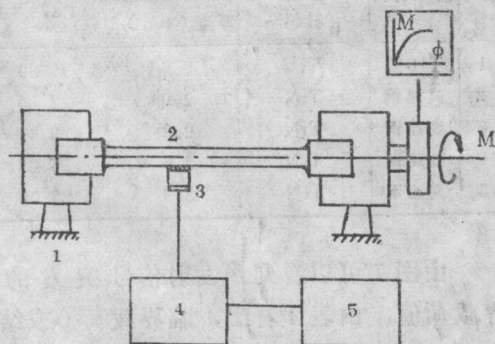


图5 扭转试验法测结合力的装置示意图

1—试验机; 2—试样; 3—探头;

4—声发射探测仪; 5—记录仪

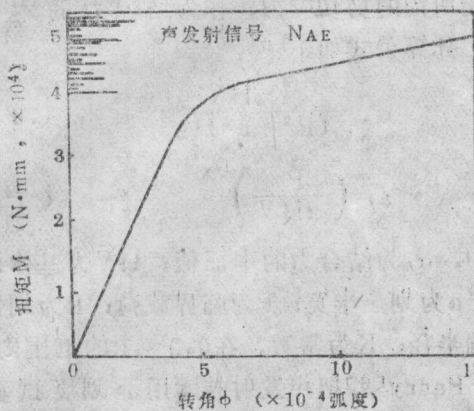


图6 扭转试验中, 1Cr18Ni9Ti的
 M - ϕ - N_{AE} 关系图

在用四点弯曲法或扭转试验法试验后, 对试样作了金相观察和扫描电镜分析, 作者观察到裂纹一般是首先在界面处产生,

表3 由扭转法测得的在钢基体上沉积TiN镀层的结合力

编号	扭矩M (N·mm)	τ_{1p} (Pa, $\times 10^7$)	τ_2 (Pa, $\times 10^7$)	结合力 τ_a (Pa, $\times 10^7$)
1	47000	18.82	30.78	11.96
2	41000	17.80	26.85	9.05
3	42000	19.83	27.50	7.67
4	42000	20.09	28.50	8.41
5	41500	19.32	27.17	7.85
6	45500	20.85	29.79	8.94
7	39000	18.82	25.58	6.76
8	40000	18.82	26.19	7.37

随后向镀层一侧扩展,最后导致镀层破坏[4]。

(3) 划痕试验法

划痕法是在加有一定载荷的刚性划针(如金刚石或蓝宝石)下移动镀层试样,以使镀层刚从基体上移去所需载荷(临界载荷)的大小来表征镀层与基体间的结合力。

此法首先由Heavens于1950年提出,並用以测定在玻璃上真空蒸镀铬膜的结合力。1960年, Benjamin和Weaver对此法作了理论分析,由临界载荷、划痕宽度、针头尖端半径和基体硬度等因素,计算出移去镀层所需的剪切应力,作为结合力的本征值。计算公式如下[5]:

$$\sigma_A = \frac{K_A HV}{(R^2 - a^2)^{1/2}} \quad (6)$$

$$a = \left(\frac{P}{\pi HV} \right)^{1/2} \quad (7)$$

式中, σ_A 为结合力的本征值; HV为基体硬度, a为划痕半宽; P为临界载荷; R为划针尖端半径; K为常数,在0.2~1的范围内。

Perry[6]把声发射技术用于划痕试验以确定镀层开始剥离时的临界载荷,並用它来计算结合力,同时用显微分析手段,观察划痕沟槽的形貌,探讨其破坏机理,使这一方法得到了发展。

作者将维氏硬度计进行改装,采用圆锥形金刚石作划针,锥角为120°,针尖半径为

0.2mm,对钢基体上沉积的TiN镀层(PVD法)进行划痕试验,得到的临界载荷与声发射信号的关系曲线示于图7,划痕沟槽形貌如图8所示,结合力值列于表4。

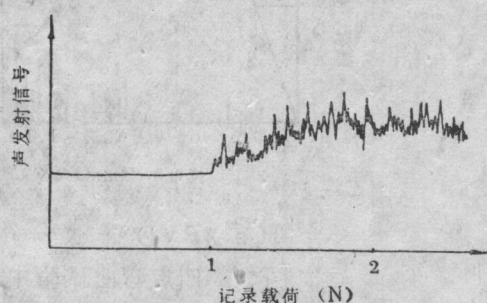


图7 记录载荷与声发射信号的关系

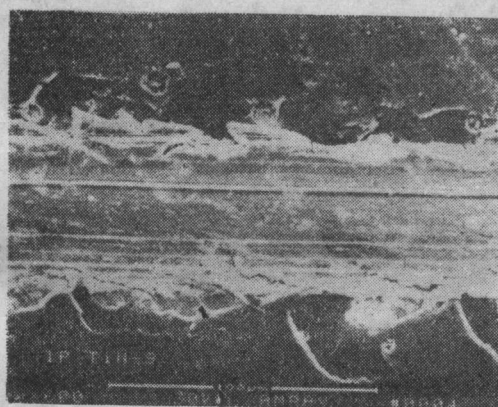


图8 用划痕法得到的PVD TiN划痕沟槽形貌

表4 用划痕法测得的镀层之结合力值

编号	基体材料	镀层		结合力 σ_A (Pa, $\times 10^7$)
		材料	厚度(μm)	
1	Ti10钢	TiC	2.8	19.29
2	高速钢	TiN	2.0	22.04
3	高速钢	TiN	2.3	23.41
4	高速钢	TiN	2.6	25.03
5	高速钢	TiN	3.3	28.56

由图7可以看到声发射信号突发的临界载荷值。由表4看出,临界载荷(或结合力)随镀层厚度的增加而增加。根据表中2~5号试样的结果,得出的镀层厚度与结合力的关系曲线(见图9)说明了这一点。另外,

Valli等^[7]曾经指出,镀层表面上的剪切应力与加在划针上的负荷成正比,与镀层和划针之间的摩擦系数成正比;刻划速度和针尖半径对临界载荷的测定也有影响。

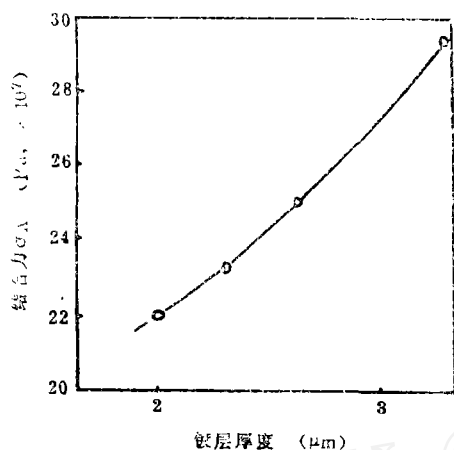


图9 镀层厚度与结合力的关系

划痕试验法虽然是评定镀层结合力的有效方法,但在划痕试验中由于金刚石划针在刻划过程中会引起沟槽产生严重变形,因此开始剥落点的位置难以确定。同时,由Benjamin和Weaver建立的临界载荷与镀层的结合力之间的关系式(6)计算出的结合力,与有些实际情况不一致,正有待进一步研究。

(4) 压痕试验

镀层与基体的结合力也可由不同载荷作用下,对镀层试样进行压痕试验来评价。在低载荷下,镀层随基体一起变形。然而如果载荷足够高时,开始出现侧向裂纹,并沿基体的界面传播,而且裂纹长度随压头载荷的增加而增大。可以用在镀层表面上观测到侧向裂纹时的最小载荷(临界载荷)来表征镀层的结合力。

压痕试验可用球形或棱锥形压头,在不同载荷下进行,并用光学显微镜观察与载荷相应的侧向裂纹长度,由下式来确定临界载荷:

$$P_{cr} = \frac{P_1 + P_{-1}}{2} \quad (8)$$

式中, P_1 是最初观察到镀层裂纹的最小载荷, P_{-1} 为未观察到裂纹的最大载荷。

Mehrotra^[8]对由CVD法在硬质合金上沉积不同厚度的TiC镀层试样进行压痕试验,结果如图10所示。可以看出,临界载荷值(P_{cr})随镀层厚度的增加而减低。

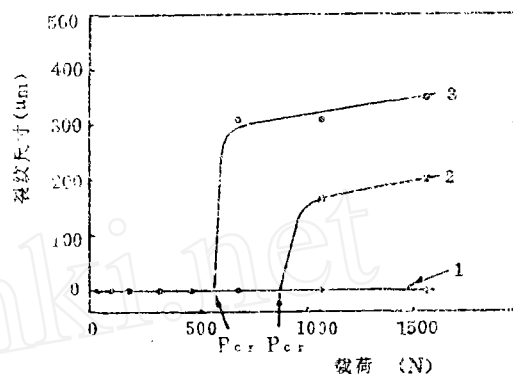


图10 压痕试验中压头载荷与裂纹尺寸的关系^[8]

镀层厚度: 1—6 μm, 2—12 μm, 3—18 μm

另外,也可用不同载荷下压痕的形状和裂纹形式作分类定级,用以定性地评价镀层的结合状态。

3. 断裂强度

材料的断裂强度是用来表示其抵抗断裂的能力,常用断裂韧性来表征。断裂韧性是表示材料内部一个裂纹能够自发扩展时的应力状态,断裂韧性 K_{Ic} 与所受的名义应力 σ 和断裂长度 a 之间有以下关系:

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{Y a} \quad (9)$$

式中, Y 为与试样几何形状有关的系数。

由于测定断裂韧性的试验相当困难,人们用简单的方法来估计材料的韧性,同时将测定整体材料的韧性试验法应用到对镀层的测定上。即在测维氏硬度时,随着负荷的增加,可以观察到压痕四周有裂纹出现。将开裂时的临界功 Sa 作为韧性的尺度,它可由下式求得^[1]:

$$Sa = 6.49 F a (F a / H V)^{1/2} \quad (10)$$

式中, Fa 为产生一定裂纹长度 a 的负荷。

图11表示裂纹长度 a 与负荷 Fa 之间的关系。此法可以考查各种沉积工艺对镀层材料断裂韧性的影响。

Mehrotra 等用同样方法在与球摩擦的磨痕上用测定维氏显微硬度压痕拐角处辐射的径向裂纹长度来估算镀层的断裂韧性 K_{Ic} [8], 此时 Palmqvist 断裂强度 K_w 由下式计算:

$$K_w = \frac{P}{L} \quad (11)$$

式中, P 为作用在磨痕上的压头负荷, L 为压头四个角裂纹长度的总和, 而

$$K_{Ic} = 0.129 \left(\frac{11a^{1/2}}{\phi} \right) \left(\frac{E\phi}{H} \right)^{0.4} \left(\frac{L}{a} \right)^{-3/2} \quad (12)$$

式中, H 为平均硬度, a 为压痕对角线的一半, ϕ 为常数, E 为弹性模量。

图12表示10 μ m厚的CVD Ti(C、N)镀层断面的显微硬度与断裂强度 K_w 的关系, 表明硬度越高, 断裂强度越低。

4. 磨损试验

气相沉积技术主要用于提高工具(或构件)的表面抗蚀耐磨能力。因此, 需在模拟工件的操作条件下对镀层材料进行摩擦磨损试验。

相对运动的物体在相互接触表面上发生

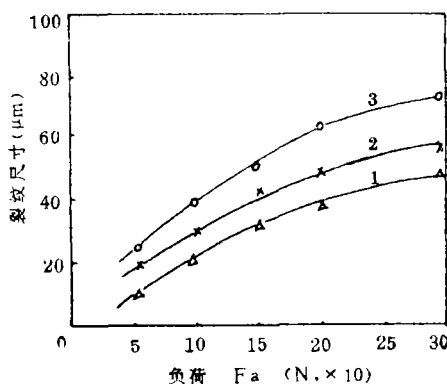


图11 负荷与裂纹尺寸的关系

镀层厚度: 1—2.0 μ m, 2—2.6 μ m, 3—3.3 μ m

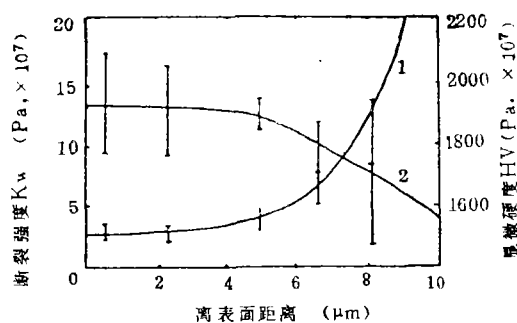


图12 显微硬度与断裂强度的关系

1—显微硬度; 2—断裂强度
(测量时所用负为0.5N)

摩擦和磨损, 用体积磨损量来表征材料的磨损情况, 用其倒数表示材料的耐磨性。

采用销盘式磨损试验装置进行试验。用直径为 ϕ 8 mm的高速钢棒作销, 其两端为半球形, 光洁度高于V₇, 并在其表面沉积TiN镀层, 盘选用铸铁、碳钢或在其表面沉积了TiN镀层的试样, 相对摩擦速度为50~300m/min, 负荷在1~5N, 时间为15~30min, 试验后对试样销进行称重, 求得磨损量以评定其耐磨性, 并借助光学仪器和电镜技术研究其磨损机理。

5. 切削寿命对比试验

切削试验是检验镀层工具质量的最终依据, 具有很大的实用性。

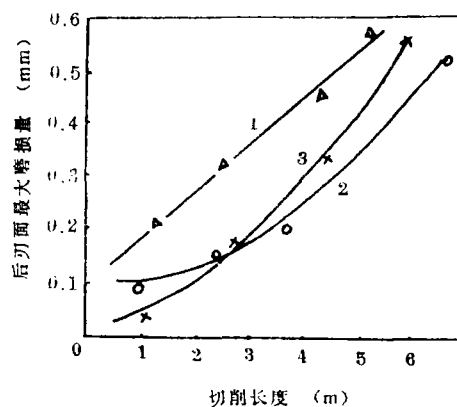


图13 切削长度与后刃面磨损量的关系

1—未镀膜; 2—沉积TiN, 30min;
3—沉积TiN, 60min

(下转第143页)

成试验和离合器摩擦片零件试验模拟性差的缺点, 作者对离合器试验方法提出如下设想:

1. 采用驱动式离合器摩擦片零件试验方法, 如图5所示。

2. 受试离合器摩擦片及其对偶的材料厚度、直径要与实际的相同, 或按文献[1]提

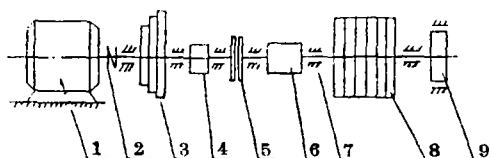


图5 驱动式离合器摩擦片试验机

1—调速电机; 2—联轴器; 3—可变惯量储能飞轮;
4—测温集流环及测速盘; 5—受试离合器片及对偶;
6—转速、转矩传感器; 7—轴承; 8—可变惯量;
9—施加常值阻力矩的制动器

出的模拟准则来确定。

3. 采用模拟驾驶员操纵离合器的液压或气压系统, 以调节离合器的接合速度与分离速度。

4. 改善控温, 可考虑使用吹冷热风的方法。

5. 储能飞轮惯量设计成可调式的, 以模拟各种车型发动机的外特性。

6. 若将图5中的9换成受测制动器或将5换成离合器总成, 则可分别进行制动器试验和离合器总成试验, 实现一机多能。

参 考 文 献

- [1]冯士成等, 固体润滑, 6(1986), 1: 7.
- [2]阎士栋, 汽车技术, 1986, 10: 31.
- [3]白元章等, 摩擦磨损, 1985, 2: 21.
- [4]Tsang, P.H.S., Jacko, M.G. and Rhee, S.K., Wear, 103(1985), 3: 425.

(上接第150页)

高速钢TiN镀层齿轮滚刀在Y3108H型滚齿机上的切削寿命对比试验, 采用以下切削条件: 切削速度为35m/min, 进给量为0.63mm/r, 切削深度为6.75mm, 逆铣。试验结果如图13所示。以滚刀后刀面最大磨损量V为0.2mm时(需要重新刃磨)为刀具使用寿命。由图13可见, TiN镀层滚刀的使用寿命比普通滚刀的高两倍以上。

结 束 语

根据本工作的实验结果认为:

1. 镀层结合力的四种测试方法中, 以压痕法最为简单, 但它只能作定性评价; 划痕法可作为测定镀层结合力的半定量方法, 但在理论上尚需做一些工作; 四点弯曲法和扭转法, 均可以作为测定硬质镀层结合力的定量测定方法。

2. 硬度和断裂强度试验, 是衡量镀层材料性质的重要测试方法, 应加强基础研究工

作。

3. 磨损试验, 对要求耐磨性能的镀层来说是非常必要的。特别是磨损试验对探讨镀层磨损机理, 优化沉积工艺都很有用, 应加强这方面的研究工作。切削寿命对比试验可作为产品鉴定数据, 但费用高、时间长, 不宜多用。

参 考 文 献

- [1]哈比希, K.H.著, 严立译, 材料的磨损与硬度, 机械工业出版社, 1987.
- [2]林香祝, 陈仁悟, 何良干, 陕西机械学院学报, 1985, 4: 26.
- [3]林香祝, 陈仁悟, 何良干, 陕西机械学院学报, 1985, 2: 16.
- [4]林香祝, 陈仁悟, 何良干, 陕西机械学院学报, 1986, 4: 8.
- [5]Benjamin, P., and Weaver, C., Proc.R. Soc.Ser.A 254, (1960), 163.
- [6]Perry, A.J., Thin Solid Films, 107 (1983), 167.
- [7]Valli, J. and Mäkelä, U., J.Vac.Sci. Technol.A, 3(1985), 6: 2411.
- [8]Mehrotra, P.K. and Quinto, D.T., J.Vac. Sci. Technol.A, 3(1985), 6: 2401.