

研究论文 (276~285)

利用冲蚀法评价硬质膜与底材 结合强度的试验研究*

李诗卓 柴黎明

(中国科学院金属研究所, 沈阳)

摘要: 作者利用入射速度为40m/s的80*和100*白刚玉砂冲击超硬质膜,测定入射粒子量与膜剥离之间的定量关系,确定造成底材开始显露所需的粒子用量(孕育剂量)和冲蚀坑中心部位的膜全部剥离时的最低粒子用量(临界剂量),并以两者之差作为判据,收到了与划痕法通过临界载荷评价膜-底材结合强度的同样效果。试验结果证明,孕育剂量与膜厚呈正变关系,因而通过它可以先求出膜厚,再求出剥离单位厚度膜层所消耗的粒子量(线冲蚀系数),并用其作为膜-底材结合强度的判据,可以扣除膜厚的影响。作者认为,冲蚀法的主要优点是设备简单、操作方便、取样面积大、代表性好,能为各类薄膜工艺提供可信的判据。

关键词: 冲蚀法, 孕育剂量, 临界剂量, 膜的冲蚀系数, 划痕法, 临界载荷, 硬质膜, 结合强度

Study on Evaluating the Bind Strength between Hard Film and Substrate by Erosion Method

Li Shizhuo Chai Liming

(Institute of Metal Research, Academia Sinica, Shenyang)

Abstract: The critical load determined by scratch test with acoustic emission monitoring is widely used as the criterion of coating adhesion. Because it depends on several parameters related to testing conditions (scratching speed, loading rate) and to coating-substrate system (coating thickness, substrate hardness), the validity has been doubted in recent years. A new approach for evaluating adhesion of hard tribological coatings by erosion has been developed. The effects of particle size, hard-

1989-04-03收到初稿, 1989-11-10收到修改稿。

*本工作系国家基金委支持的膜/基复合体系力学行为及评价方法研究的一部分,项目合同号为B587010。

ness and velocities of abrasives (SiO_2 , SiC , Al_2O_3) on erosion rate of hard coatings (Ti-N, Ti-B-N, Ti-C-N) —substrates (low carbon steel, low alloy steel, high speed steel) systems had been investigated. That the crushed Al_2O_3 stream in 80# mesh with velocity of 40m/s shot from a nozzle in diameter of 2mm to impact vertically the target is proposed as a standard operating condition. The exposure rate of substrate vs abrasive dosage during erosion test was determined by SEM-EDX and optical microscope quantitatively. The linear relationship between exposure rate of substrate and abrasive dose has been observed from beginning to end of removal of coatings. The incubation dose related to coating thickness is expressed by abrasive weight to start the exposure of substrate and the critical dose is defined by the lowest amount which cause the removal of coating from substrate fully. The results show that:

1. The critical dose in erosion test is just the same to critical load in scratching method, both of them could be used as the measure of coating adhesion, in same specimens of coating/substrate system (Ti-B-N/HSS) the higher critical load in scratching, the higher critical dose in erosion;

2. The incubation dose depends on the coating thickness and strength within the convenient range of 2—6 μm , it shows a linear relationship between incubation dose and coating thickness for a certain coating/substrate systems;

3. Erosion rate of film can be defined by following expression as a presentative of coating adhesion:

$$\text{Erosion rate of film} = \frac{\text{critical dose} - \text{incubation dose}}{\text{coating thickness}}$$

where the thickness could be derived from incubation dose;

4. Erosion rate of film is independent on coating thickness and is also sensitive to the technical parameters in ion-plating of hard tribological coatings such as Ti-C-N, the linear spall rate could be suggested as the criterion in evaluating coating adhesion.

Key words: erosion method, incubation dose, critical dose, erosion factor of film, scratching method, critical load, hard film, binding strength

1. 前言

目前, 评价各类硬质膜与底材结合强度

的常用方法是划痕法, 即用形状固定的划针 (一般是顶锥为 120° 、尖头半径为 $200\mu\text{m}$ 的洛氏硬度压头) 在断续或连续加载下以一定的速度划过膜面以使膜层剥离, 定义此时施

加于划针上的法向载荷为临界载荷,并以它作为膜与底材结合强度的判据。国外已有定型的声发射监听连续加载划痕仪出售。遗憾的是划痕时膜-底材复合体系的受力和破坏情况十分复杂,声发射信号不仅源于膜-底材界面的破坏,而且还有可能来自膜或底材本身的龟裂^[1]。临界载荷除了与膜-底材结合强度有关外,还受加载速率、划针形状、划痕速度,以及膜与底材的硬度差和膜厚的影响。虽然有些因素可以通过试验条件的规范化进行控制,但是涉及膜-底材复合体系的内在因素却只有从划痕法原理上探讨并寻找克服的办法,否则划痕法的应用范围将受到限制^[2]。

测定膜-底材结合强度的最大困难是如何提供一个既能使膜从底材上剥离,又能够进行准确测定的力。当通过膜层向界面施加应力时,不仅破坏不全发生在界面上,而且也很难直接测定出界面所受的力。因此,必须寻求膜层结合强度的其它测试方法。二十世纪七十年代中期,Levy等曾对镍表面氧化膜的冲蚀过程进行了研究,发现膜从底材上剥离时的冲蚀率变化比较大,因而有可能利用膜与底材的冲蚀率之差异,从冲蚀能耗上探索膜-底材结合强度的评价方法。近十年来,已经有关于各类表面膜的耐冲蚀性能^[3,4]和以冲蚀法评价膜-底材结合强度的研究报道^[5]。由于膜层太薄,不可能利用传统的失重法测定膜-底材复合体系的冲蚀率,故只能以在严格控制入射粒子的大小和速度时进行冲蚀造成膜完全剥离所用粒子之剂量作为膜-底材结合强度的判据,但对膜厚等因素的影响却未予考虑。

本文报道利用冲蚀法评价硬质膜与底材复合体系的承载能力和结合强度的试验研究结果。在分析膜-底材复合体系之冲蚀过程的基础上,提出了一种扣除膜厚影响以评价结合强度的判据。我们认为,冲蚀法的设备简单、操作方便,而且测试面积较大,故其取样代表性可能比划痕法的好。

2. 试样与试验

2.1 试样的制备

试样是采用空心阴极离子镀工艺制备的。其底材有高速工具钢、渗氮低合金钢(38CrMoAl)和低碳钢3种,用作镀层的是Ti-N、Ti-C-N及Ti-B-N。所有的底材在经研磨和抛光之后均于丙酮液中超声清洗,使待镀表面光亮、平整和洁净,接近于金相试样面。

离子镀膜前对试片作氩离子轰击清洗,在蒸发钛时通入N₂或N₂+CH₄以沉积Ti-N或Ti-C-N。制备Ti-B-N膜时使用的原料是钛硼合金,加热蒸发后通入氮气进行反应沉积。通过控制沉积时间可以获得不同厚度的膜。利用显微硬度计在低载(0.25 N)下测定膜的硬度,制成断面金相试样在显微镜下测定膜的厚度。3种底材的硬度分别为:高速钢H_v=91×10⁸Pa、渗氮钢H_v=71×10⁸Pa、低碳钢H_v=16×10⁸Pa。膜的厚度及硬度见表1。

表1 离子镀膜层的厚度及硬度

样品号	膜-底材	膜厚度 (μm)	膜硬度 H _v (Pa, ×10 ⁸)
LCS 1	(Ti-N)-低碳钢	9.0	250.1
LCS 2	(Ti-N)-低碳钢	10.0	250.7
LCS 3	(Ti-N)-低碳钢	5.0	190.0
LCS 4	(Ti-N)-低碳钢	3.5	90.0
GL 1	(Ti-B-N)-渗氮钢	1.5	210.1
GL 2	(Ti-B-N)-渗氮钢	2.5	229.5
GL 3	(Ti-B-N)-渗氮钢	3.5	269.8
HSS 1	(Ti-B-N)-高速钢	4.8	262.8
HSS 2	(Ti-B-N)-高速钢	4.8	239.4
HSS 3	(Ti-B-N)-高速钢	5.0	205.0
HSS 4	(Ti-B-N)-高速钢	3.5	165.0
HSS 5	(Ti-B-N)-高速钢	4.0	195.0
HSS 6	(Ti-B-N)-高速钢	2.0	119.7
HSS 7	(Ti-B-N)-高速钢	2.2	132.7
HSS11	(Ti-C-N)-高速钢	~5	289.7
HSS12	(Ti-C-N)-高速钢	~5	275.0
HSS13	(Ti-C-N)-高速钢	~5	228.9
HSS14	(Ti-C-N)-高速钢	~5	193.0

2.2 冲蚀试验

冲蚀试验装置如图1所示,包括喷枪、

试样支架、气源和流量测定及控制系统等,还配备有双转盘式测速装置。喷枪为吸入

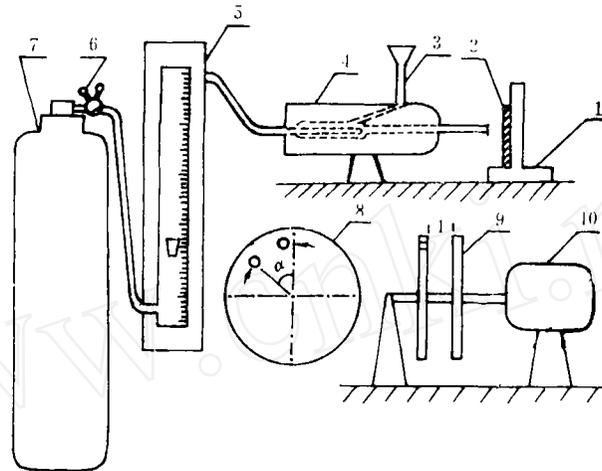


图1 冲蚀试验装置示意图

1—试样架; 2—试样; 3—漏斗; 4—喷枪; 5—流量计;
6—减压阀; 7—N₂气瓶; 8—测速盘; 9—双盘系统; 10—电机

式,其喷咀的加速段之内径为1.5mm,长70mm,并以氧化铝陶瓷管或硬质玻璃管加配黄铜喷射套构成。双转盘式测速装置由一台3000r/min的同步电机驱动,按照粒子通过第一个盘的小缝冲击到第二个盘时的位移量,利用下式计算其平均飞行速度V:

$$V = \frac{2\pi ln}{\alpha}$$

式中,1为双盘间距,n为同步电机的转数, α 为粒子在第二个盘上的冲击痕与第一个盘之小缝对应位置的偏离角。

喷咀与试样相距10mm。将定量的粒子经漏斗送入喷枪,令其随N₂气流以90°攻角冲蚀试样表面,随后分别用SEM-EDX和光学显微镜观测冲蚀斑痕以确定膜层剥离(即底材暴露)的面积。这样就可以根据粒子用量和膜层剥离面积之间的变化寻求评价膜-底材复合体系之承载能力和结合强度的判据。

试验结果表明,入射粒子的冲击速度、攻角及其平均尺寸对膜层剥离的影响很大。

经过比较系统的选择,确定用80*及100*白刚玉砂作为冲蚀粒子,并使其在40~45m/s的速度下每次以1~2g的剂量和90°的攻角冲击超硬质膜,测定膜层剥离面积随剂量的变化。

3. 试验结果

3.1 膜-底材复合体系的冲蚀曲线

用50g100*白刚玉砂在44m/s的速度下连续冲击高速钢表面的Ti-B-N沉积膜。图2是冲蚀坑的轮廓曲线。凹坑直径约2.8mm,有较整齐的边缘,选定2mm²凹坑的中心部位作为评定膜层剥离面积的区域。

图3是光学显微镜和SEM-EDX对HSS1及HSS6(HSS为高速钢)冲蚀过程观测结果的比较。光学显微镜是在放大50倍下分视场观测,SEM-EDX是在Ti及Fe的特征K α 面的扫描统计结果,可见两者的数据基本一致,但EDX的结果略比光学显微镜的低。这可能是由于SEM-EDX对冲蚀坑中

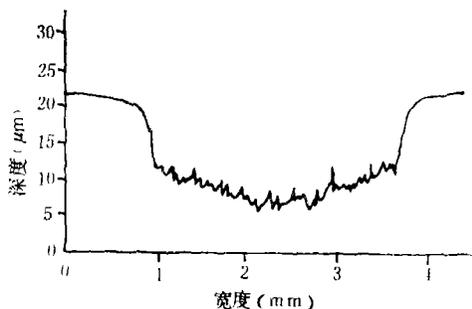


图2 冲蚀坑的轮廓曲线

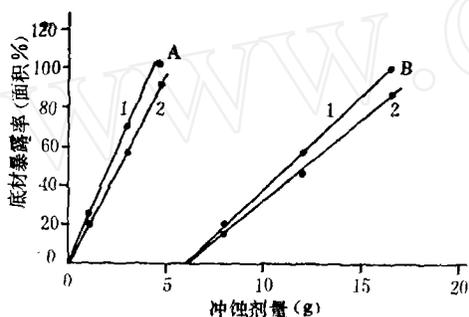


图3 光学显微镜与SEM-EDX观测结果比较

A: 膜厚 $2.2\mu\text{m}$; B: 膜厚 $4.8\mu\text{m}$
 粒子为 $100\mu\text{m}$ 白刚玉砂; 入射速度为 44m/s ;
 喷嘴直径为 1.5mm ; 喷射距离为 10mm
 1—SEM-EDX; 2—光学显微镜

残留Ti层的检测灵敏度较高的缘故。尽管如此, 由于光学显微镜的价格便宜, 而且又能保证足够的准确度, 所以本工作是用光学显微镜进行的, 以便使冲蚀法得到更普遍的推广应用。

对3种底材沉积的三类超硬质膜进行了大量的冲蚀试验, 所测得的结果可以分成两类。图4是在不同沉积条件($\text{N}_2:\text{CH}_4$)下于高速钢上沉积的Ti-C-N膜的冲蚀曲线。一类是当膜层致密且与底材结合牢固时, 使其从底材上开始剥离所需要的粒子用量(定义为孕育剂量 E_i)和从底材上完全剥离所需要的粒子用量(定义为临界剂量 E_c)都比较大。冲蚀曲线在膜层开始剥离和接近全部剥离时的斜率都比较小(见图4的曲线2)。另一类是膜-底材结合不佳的靶样,

一旦受到高速粒子的冲蚀, 便很快发生剥离, 冲蚀剂量与膜层剥离率呈线性关系, 而且斜率很大, 因而孕育剂量和临界剂量都比较低。

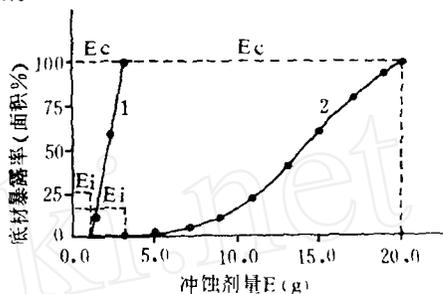


图4 两类典型的冲蚀曲线

膜厚约为 $4.5\mu\text{m}$; 冲蚀粒子为 $100\mu\text{m}$
 白刚玉砂; 入射速度为 44m/s
 1—(Ti-C-N)-HSS13;
 2—(Ti-C-N)-HSS11

3.2 冲蚀参数的选择

为使冲蚀法能有效地反映出膜-底材复合体系的承载能力和结合强度, 对试验用冲蚀粒子的入射速度及其粒度和成分都作过选择。图5示出了冲蚀临界剂量随粒子入射速度变化的关系曲线。图6示出了3种粒度的白刚玉砂分别以 40m/s 、 44m/s 和 47m/s 的入射速度冲蚀膜层时临界剂量的变化。

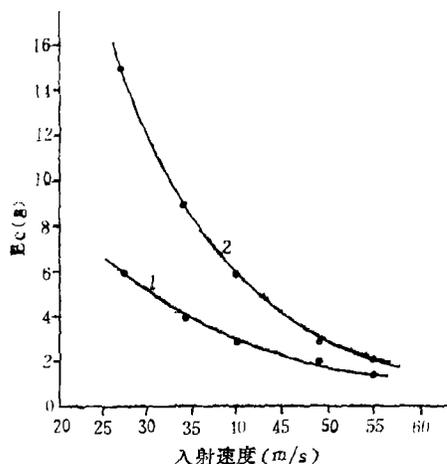


图5 粒子入射速度对冲蚀临界剂量 E_c 的影响

冲蚀粒子为 $80\mu\text{m}$ 白刚玉砂
 1—(Ti-B-N)-HSS7, 膜厚 $2.2\mu\text{m}$;
 2—(Ti-B-N)-HSS4, 膜厚 $4.8\mu\text{m}$

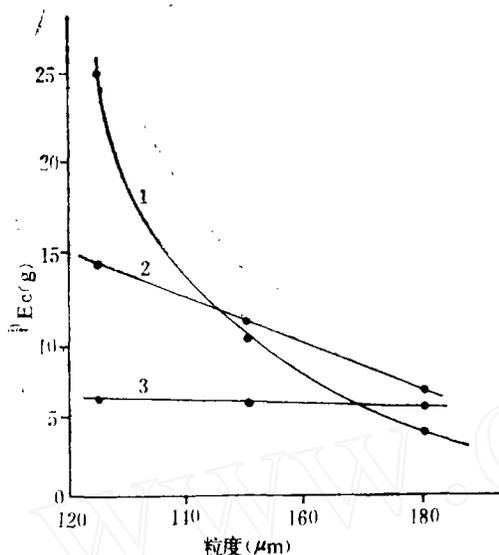


图6 粒度对冲蚀临界剂量 E_c 的影响

白刚玉砂: 80 μ , 40m/s; 100 μ , 44m/s;
120 μ , 47m/s
1—(Ti-N)-低碳钢, 膜厚10 μ m;
2—(Ti-B-N)-GL3, 膜厚3.5 μ m;
3—(Ti-B-N)-HSS7, 膜厚2.2 μ m

此外, 还分别用 3 种不同硬度的粒子 (石英砂、白刚玉砂及绿色金刚砂) 进行了冲蚀试验。其结果是高速粒子、尖角的高硬度粒子及粗大粒子都能以低的临界剂量造成膜的剥离。过快的破坏速度和太低的临界剂量不仅难以准确地观测, 而且入射速度和粒度稍有变动都会给试验带来更大的误差。相反, 若采用过低的入射速度和软质粒子 (如玻璃砂), 则试验时间很长且用量太大, 这也不利于评价工作。对于厚度在 1~10 μ m 之间的硬质膜, 当以 80 μ 及 100 μ 白刚玉砂和约 40 m/s 的入射速度进行冲蚀时, 其临界剂量的变化范围是 3~30 g。在这种情况下, 对承载能力及结合强度的评价数据都比较稳定, 且能保证足够的计量准确性。

3.3 临界剂量、孕育剂量与承载能力和结合强度的关系

如图 4 所示, 典型冲蚀曲线的孕育剂量 E_i 、临界剂量 E_c 及其直线段的斜率都是值得注意的。从损伤积累的概念出发, 对于膜-

底材结合强度较高的样品, 若使用小量的入射粒子就不足以造成膜的剥离, 一般都要通过多次冲击。在能量交换过程中, 只有靶材的内能增加到足以使局部区域的膜-底材之界面破坏时, 才能得到孕育剂量。实际上, 膜与底材之间具有一定的结合强度, 因而除结合很差的膜发生一击即溃的破坏之外, 孕育剂量是膜层致密程度的反映也与膜的厚度有关。图 7 是高速钢和渗氮钢表面 Ti-B-N 沉积膜的冲蚀孕育剂量与膜厚的关系曲线。这就有可能利用孕育剂量求出膜厚, 并在评价膜-底材结合强度时对膜厚的影响加以校正。

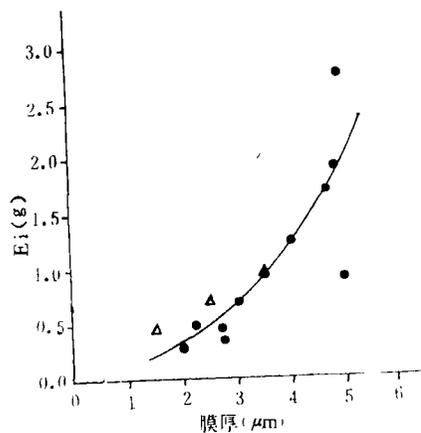


图7 孕育剂量与膜厚的关系曲线

●—(Ti-B-N)-HSS, 冲蚀粒子为 80 μ 白刚玉砂, 入射速度为 40m/s;
△—(Ti-B-N)-渗氮钢, 冲蚀粒子为 80 μ 白刚玉砂, 入射速度为 40m/s

当膜层剥离至底材显露以后, 入射粒子的能量主要消耗在膜-底材结合界面的破坏上。此时的冲蚀坑变深, 膜从底材表面剥离的速度逐渐变快, 一旦达到临界剂量时, 冲蚀坑底部的残膜便全都脱离了底材, 所以有可能利用临界剂量作为界面结合强度的判据。图 8 (a) 和 (b) 分别是声发射监听连续加载划痕法测得之临界载荷及同一试样上冲蚀临界剂量随膜厚的变化趋势。为了考察膜厚对冲蚀临界剂量的影响, 我们又分别利用临界剂量减去孕育剂量的差值及膜的线

冲蚀系数与膜厚作图,得到图 8 (c)和 (d)所示的两条线。试验结果表明,冲蚀临界剂量与划痕临界载荷的性质相似,因而也可以用来表征膜的承载能力及其与底材的结合强度。

4. 讨 论

4.1 关于膜厚的影响

图 9 示出了冲蚀临界剂量、剂量差及其倒数随划痕临界载荷的变化趋势。在大多数试验中,冲蚀曲线之直线段的斜率均与冲蚀临界剂量和孕育剂量之差值的倒数相近,因而用其作为膜与底材结合强度的判据要比只用 E_c 更有代表性,而且剂量差的倒数 $\frac{1}{\Delta E_{c-i}}$ (式中, $\Delta E_{c-i} = E_c - E_i$) 与临界剂量 (E_c) 随划痕临界载荷 (L_c) 的变化趋势互不相

同,但还不能因此而确信其表征结合强度的有效性。

剂量差 ΔE_{c-i} 与膜-底材界面结合强度有直接关系,因为入射粒子的能量主要消耗在结合界面附近的膜层破坏上。如果用剂量差除以膜厚,便可得到单位厚度膜层剥离所需要的入射粒子量,这就是本文所称膜的线冲蚀系数 (E_f):

$$E_f = \frac{E_c - E_i}{T} = \frac{\Delta E_{c-i}}{T}$$

式中, T 为膜厚。 E_f 可以用来表征膜-底材的结合强度,或用入射粒子的总能量代替 ΔE_{c-i} ,便可求出单位厚度膜层剥离所消耗的能量。由图 8 (d) 所示 E_f 与膜厚的关系可以看出,不仅数据相当分散,而且也没有表明两者之间存在着直接关系,也许只有膜厚达到足以影响结合强度时才能在 E_f 上得到反映。

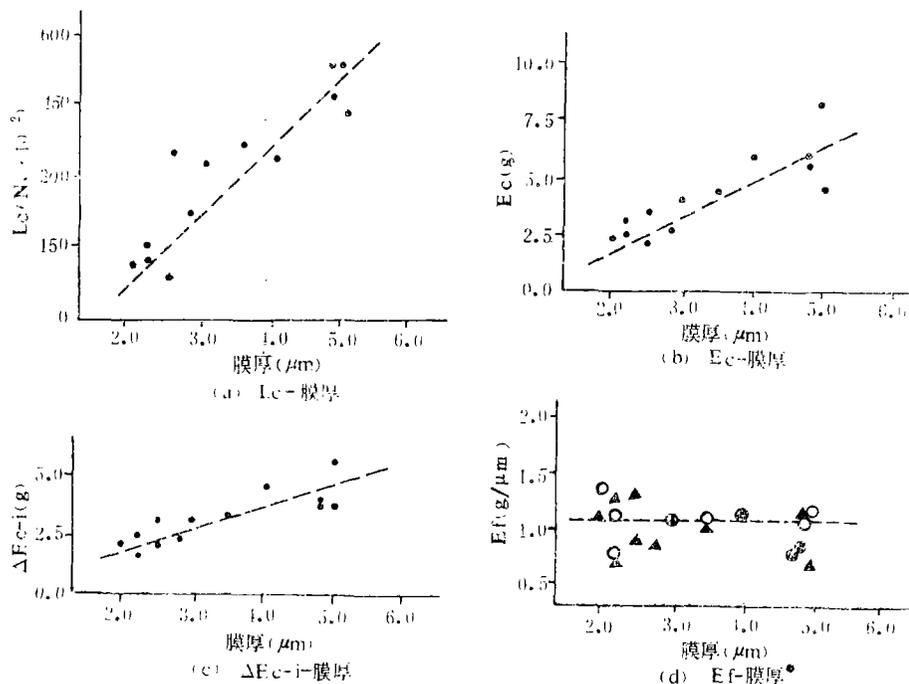


图 8 剂量差、划痕临界载荷、临界剂量和膜的线冲蚀系数随膜厚的变化趋势

冲蚀粒子为 80# 白刚玉砂; 入射速度为 40m/s; (Ti-B-N)-HSS

* E_f -膜厚关系线上的 \circ 计算时之膜厚度取自与孕育剂量对应的值,

▲ 计算时之膜厚度取自显微镜测量值。

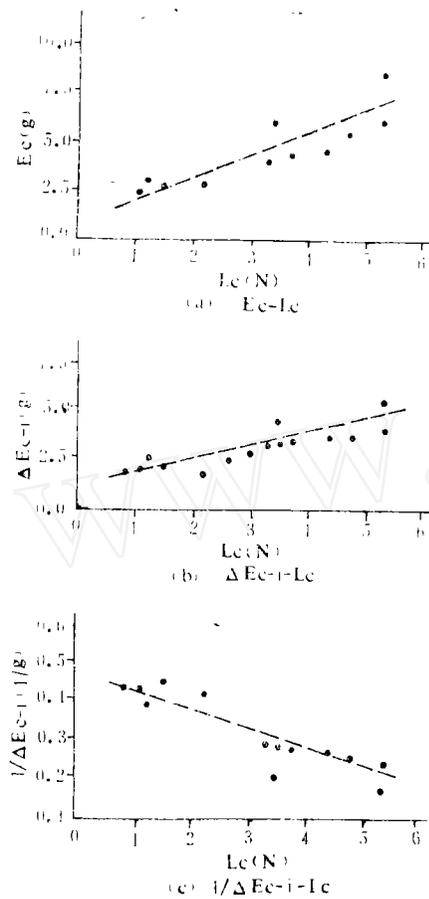


图9 临界剂量、剂量差及其倒数随划痕临界载荷的变化趋势
 冲蚀粒子为80•白刚玉砂；入射速度为40m/s；(Ti-B-N)-HSS

曾对低碳钢底材沉积3~10 μ m厚的TiN膜进行过冲蚀试验。由图10(a)和(b)可见,如所预料的那样, E_c 和 ΔE_{c-i} 都随膜厚的增加而变大,只不过后者的增加更为缓慢而已。图10(c)所示为膜的线冲蚀系数随其厚度的变化。膜厚是从试样金相剖面上测得的,也曾试探利用孕育剂量求出膜厚再计算膜的线冲蚀系数,两种方法得到的数据相当接近,并且均随膜厚的增加而降低。我们认为,这种现象可能是由于膜层过厚使其内应力增大而损害了膜-底材界面结合强度的结果。但因尚缺乏理论根据和大量的实验旁证,所以膜的线冲蚀系数与膜-底材结合强度之间的内在联系还有待于进行更深入的

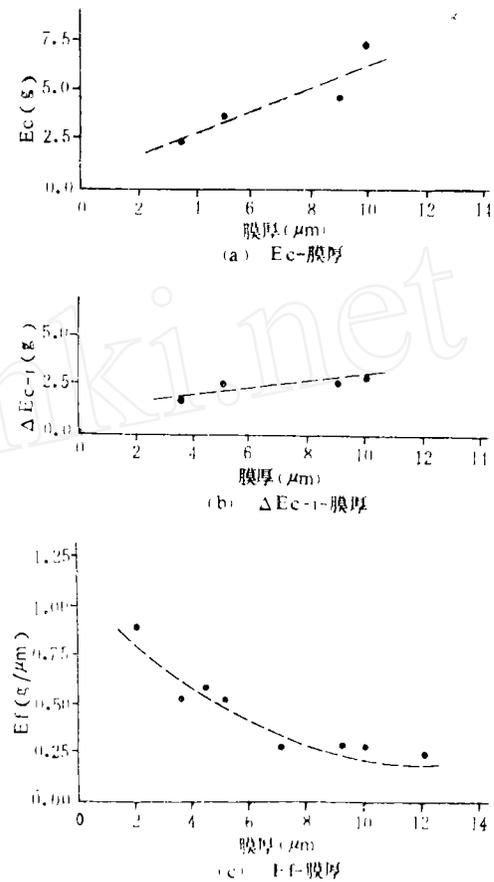


图10 膜的线冲蚀系数、临界剂量和剂量差随膜厚的变化趋势
 冲蚀粒子为80•白刚玉砂；入射速度为40m/s；(Ti-N)-LCS

研究。

尽管在改变 N_2 与 CH_4 体积百分比的条件下离子镀Ti-C-N超硬质膜可以制取相同厚度的膜层,但由于工艺条件上的差异,所得样品的结合强度相差较大。图11示出了划痕临界载荷、冲蚀剂量差和膜的线冲蚀系数随沉积气氛的变化曲线,可见三者的变化趋势基本一致,只是在划痕临界载荷曲线上出现了一个较大的反常值。显微镜观察的结果证明,这是划痕时膜层本身龟裂引起的,但因底材尚未暴露,故在冲蚀法中仍然将其列入孕育剂量之内。这正好反映出划痕法与冲蚀法在评价膜-底材结合强度上的根本区别,前者是以声发射信号为判据,而后者则是以

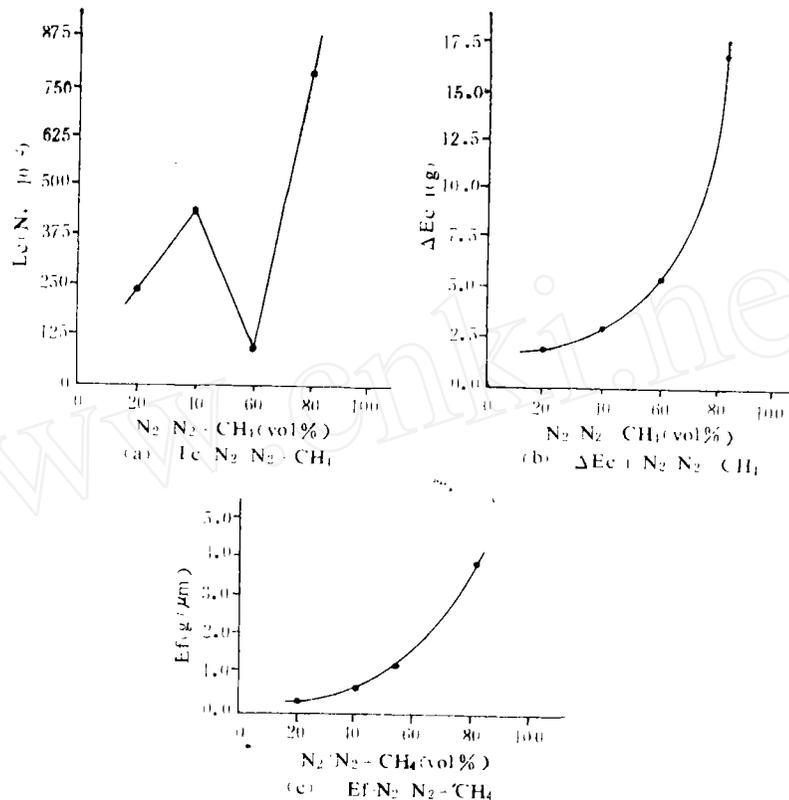


图11 划痕临界载荷、冲蚀剂量差和膜的
线冲蚀系数随沉积气氛的变化曲线

冲蚀粒子为80•白刚玉砂；入射速度为40m/s；(Ti-C-N)-HSS

底材从开始显露到完全暴露为标准。从膜层剥离的角度来看，冲蚀法更适用于判断膜与底材的结合强度。

4.2 对膜冲蚀剥离模型的初探

可将单个尖粒子冲击脆性膜与塑性底材复合体系的表面视为脆性材料的冲蚀。但由于膜层较薄（微米量级），塑性底材会起到阻止或抑制裂纹扩展的作用。如果膜的硬度高，而且底材的塑性又比较好，那么在其受到粒子冲蚀时，便能通过膜使底材发生塑性变形，因而应力容易在界面产生突变，侧向裂纹就很可能沿界面扩展。当裂纹穿过膜再扩展到表面时，就出现屑片状剥离。图12所示为裂纹形成、扩展与膜层剥离的模型：

(a) 加载时，尖粒子在膜内产生非弹性变

形区；(b) 当这种变形超过一定限度时，便诱发出小裂纹（中心裂纹）；(c) 裂纹随着冲击压力的增加而扩展；(d) 卸载时，中心裂纹闭合；(e) 中心裂纹沿界面扩展；

(f) 侧向裂纹继续扩展并穿过试样表面而使膜发生屑片状剥离。如果膜具有平行于表面的层状结构，侧向裂纹亦可能在膜内传播。图13是高速钢底材上Ti-B-N沉积膜受冲蚀后的SEM照片，可以清晰地看到冲蚀坑的底面平坦，且有白刚玉砂粒子嵌入，表明底材的塑性比膜的好和裂纹沿着膜-底材界面扩展的事实；冲蚀坑边缘呈现明显的脆断口和层状结构，证明膜内确有裂纹扩展。事实上，膜的冲蚀剥离过程十分复杂，我们在图12中提出的示意模型只是初步研究的结

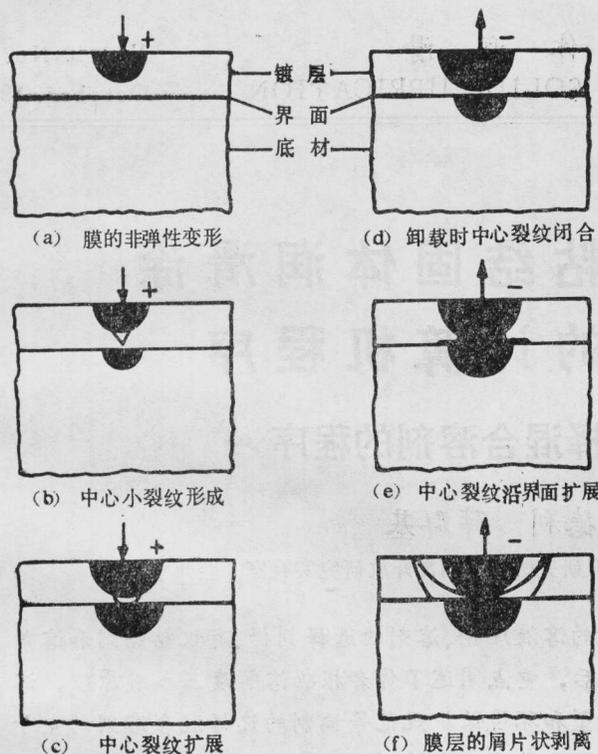


图12 单粒子压入时裂纹形成、扩展与膜的剥离模型

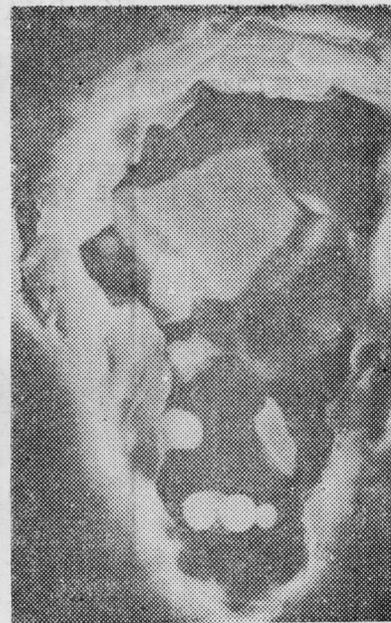


图13 HSS上Ti-B-N沉积膜冲蚀坑的SEM照片($\times 5000$)
冲蚀粒子为80#白刚玉砂;
入射速度为40m/s

果, 而更深入系统的认识还有待今后的进一步探讨。

5. 结论

本文提出的冲蚀法是通过入射速度为40 m/s的80#和100#白刚玉砂冲击膜层, 使之从底材上剥离以评价其承载能力和结合强度的一种新的测试方法。试验结果证明, 这种方法的主要特点有:

a. 测定冲蚀斑痕内底材开始显露及完全暴露时入射粒子的孕育剂量 (E_i) 和临界剂量 (E_c), 再从两者之差 (ΔE_{c-i}) 或其倒数 ($1/\Delta E_{c-i}$) 作为膜-底材结合强度的判据, 可以收到与划痕法测定临界载荷相似的效果。

b. 孕育剂量与膜厚呈正变关系, 因而可以由 E_i 估算出膜厚并求出膜的线冲蚀系数 (单位厚度膜层剥离所耗的粒子量),

再用其作为膜-底材结合强度的判据, 可以扣除膜厚给测试数据带来的影响。

c. 冲蚀法的取样面积大, 具有更好的代表性, 又因所需设备和测试仪器简便易得, 故可广泛用于薄膜工艺参数的优选。

参考文献

- [1] 李诗卓, 王敏, 张鸿天, 无机材料学报, 9(1988) 59.
- [2] Steimann, P. A., Tardy, Y., Hintermann, H. E., *Thin Solid Films*, 154 (1987) 333.
- [3] Levy, A. V., Wang, B., *Wear of Materials*, 1987, p. 477.
- [4] Zambelli, G., Levy, A. V., *Wear*, 68 (1981) 305.
- [5] Jonsson, B., Akre, L., *Thin Solid Films*, 137 (1986) 65.