

# 激光熔覆陶瓷层结合强度测量 与裂纹形成分析\*

马咸尧 陶曾毅 王爱华 傅江民 刘纪文

(武汉华中理工大学机二系, 430074)

邓世钧 程旭东

(武汉材料保护研究所)

**提要** 利用声发射方法,测定了金属材料表面喷涂陶瓷层及经激光熔覆陶瓷层与基体的结合强度,并对陶瓷层产生声发射特性进行了探讨,最后分析了激光熔覆陶瓷层形成裂纹的过程。

**关键词** 激光熔覆,陶瓷,结合强度,声发射,四点弯曲

## Measurement of cohesive strength and analysis of forming cracks for laser remelting of plasma spraying ceramic coatings

*Ma Xianyao, Tao Zengyi, Wang Aihua*

(Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074)

*Deng ShiJun, Chen Xuedong*

(Institute of Material Production, Wuhan)

**Abstract** We have measured plasma spraying ceramic coating and laser remelting of plasma spraying ceramic coating to metal surface cohesive strength with acoustic emission technique. The acoustic emission property for laser remelting of plasma spraying ceramic coating have been discussed, and the process to produce cracks for laser remelting of plasma spraying ceramic coating were also studied.

**Key words** laser remelting, ceramics, cohesive strength, acoustic emission, four point bending technique

金属材料表面激光熔覆陶瓷层是用于改善材料表面性能的有效方法之一,金属表面与陶瓷层之间结合力大小是决定该方法能否广泛使用的关键,人们从不同角度,采用种种方法对各

收稿日期:1991年3月18日;收到修改稿日期:1991年6月7日。

\* 国家自然科学基金资助项目。

种涂层与基体之间的结合强度进行了测定和评述,然而,这些方法却只停留在定性的基础上。利用声发射技术测定陶瓷层结合力,可给出数量的概念,为定量测量结合力打下了基础。我们比较了激光处理后与处理前的陶瓷层结构及陶瓷层裂纹形成过程。

## 1 实验方法

### 1.1 试样制备

试样为  $A_3$  钢基体,尺寸为  $10 \times 10 \times 130 \text{ mm}^3$ 。用等离子喷涂陶瓷于试样的一个表面,然后进行激光熔覆,采用 2 kW  $\text{CO}_2$  激光器,由于陶瓷对激光的吸收率很高,并且在处理过程中,Al 产生放热反应,实用最佳功率只需 300~400W。光斑直径为 3 mm,扫描速度为 4~13 mm/s,氩气保护,制备的试样分两类,试样各层组成及厚度列于表 1。

Table 1 Constituents and thickness of sample

Type	Matrix	Bottom layer	Middle layer	Surface layer
A	$A_3$ steel	Ni/Al	Ni/ $\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$ -13% $\text{TiO}_2$
B	$A_3$ steel	Ni/Al	50% Ni/Al+50% ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -13% $\text{TiO}_2$ )	$\text{Al}_2\text{O}_3$ -13% $\text{TiO}_2$
Thickness	10 mm	0.1 mm	0.04 mm	0.08 mm

### 1.2 实验过程

利用四点弯曲法,加载在 WJ-10 型万能材料试验机上进行。使用 4610 SA 型单通道仪测量声发射信号,以出现第一个突发性声发射事件计数作为陶瓷材料破坏的根据,记录相对应的载荷  $P_{max}$  根据公式可求出结合力;试验中,试样表面力求光滑,消去机械应力,声发射探头与试样之间用凡士林耦合,加载时速度要慢,裂纹观察系在 JSM-35C 扫描电镜和 OLYMPUS S071 型体视显微镜下进行。

## 2 结合力计算公式

裂纹的形成和扩展是一种主要的声发射源,并与材料的塑性变形有关,一旦裂纹形成,材料局部地区的应力集中便会松弛,产生声发射<sup>[1,2]</sup>。当出现第一个突发性声发射(AE)信号时,裂纹形成,实验可知,激光熔覆的陶瓷层呈枝晶结构,强度较高,陶瓷层内不易形成裂纹,裂纹多出现在陶瓷层与基体之间。因此,我们将陶瓷层与基体之间的交互作用力定义为陶瓷层与基体的结合力。根据脆性断裂的位错塞积理论,在滑移带的一端,位错向前运动碰到了障碍(晶界、杂质及质点),形成堵塞,导致应力集中,大量位错在滑移面上受阻将形成裂纹,此时所需的切应力<sup>[3]</sup>为

$$\sigma_s = \sqrt{(3\pi\gamma G)/[8(1-\nu)l]},$$

式中,  $G$  为切变模量,  $\nu$  为泊松比,  $\gamma$  为表面能,  $l$  为裂纹长度。

四点弯曲实验可以保证涂层受纯剪切应力作用和试样中间剪切应力最大,在公式推导<sup>[4]</sup>中可按纯弯梁的线弹性理论处理。

由图 1 可见,试样由陶瓷层和基体组成,假设两层之间结合牢固,互不滑移,在  $x, y$  方向有相同的应变  $\varepsilon_x, \varepsilon_y$ ; 因陶瓷层很薄,有  $\sigma_x = \sigma_y = 0, \tau_{xz} = \tau_{yz} = \tau_{zx} = \tau_{zy} = 0$ , 则在  $x$  方向所受的正应力为

对陶瓷层： $\sigma_2 = E_2 \varepsilon_z = KE_2 Z = (ME_2 Z) / D_0$  (1)

对基体： $\sigma_1 = E_1 \varepsilon_z = KE_1 Z = (ME_1 Z) / D_0$  (2)

式中  $E_1, E_2$  分别为陶瓷层、基层的弹性模量； $\varepsilon_x, \varepsilon_y$  为  $x, y$  方向的应变； $M$  为弯曲力矩； $K$  为弯曲曲率； $Z$  为  $Z$  方向上离中性轴的距离； $D_0 = (t/12) \{E_1 t_1^3 + [(t_1 + t_2)^3 - t_1^3] E_2\}$  为陶瓷层的整体弯曲刚度。

在载荷  $P$  作用下，界面上所受的剪切应力  $\tau_2$  和正应力  $\sigma$  分别为

$$\tau_2 = (PE_2/16D_0)[(t_1 + t_2)^2 - (t_1 - t_2)^2] \quad (3)$$

$$\sigma = \sigma_2 - \sigma_1 \pm \sigma_r \quad (4)$$

$\sigma_r$  为激光处理后产生的残余应力<sup>[5]</sup>，一般为压应力，取正号，在界面上其主应力亦为结合力：

$$\sigma_s = (\sigma/2) \pm \sqrt{(\sigma/2)^2 + \tau_2^2} \quad (5)$$

$\sigma_r$  可利用  $x$  射线应力仪测定，也可认为  $\sigma_r$  主要是因为热膨胀系数差异而引起的，按照热膨胀效应大小进行估算，在涂层界面处产生的残余应力<sup>[6]</sup>为

$$\sigma_r = \Delta T \cdot \Delta \alpha [E/(1 - \nu)] \quad (6)$$

式中  $\Delta T$  为无应力名义温度与室温之差； $\Delta \alpha$  为陶瓷层与基体热膨胀系数之差； $E, \nu$  为陶瓷层的弹性模量及泊松比。一般陶瓷层无应力温度为  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ <sup>[7]</sup>。 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}13\% \text{ TiO}_2$  (带有过渡层) 的  $\alpha = 15.62 \times 10^{-6} / \text{ }^\circ\text{C}$ <sup>[8]</sup>。 $\text{A}_3$  钢的  $\alpha = 16.57 \times 10^{-6} / \text{ }^\circ\text{C}$ ，由此可计算出陶瓷涂层中  $\sigma_r = 116.42 \text{ MPa}$ 。

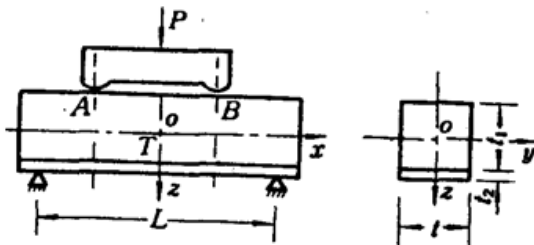


Fig. 1 Four point bending test setup  $T$  - AE transducer;  $P$  -load

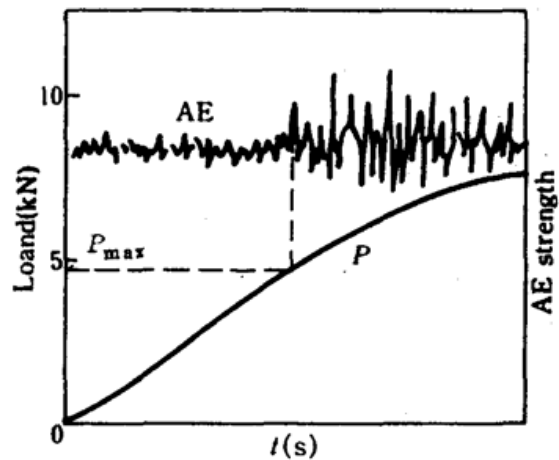


Fig. 2 Characteristics curve of acoustic emission AE-AE curve;  $P$  -load curve

### 3 结果讨论

计算结合力时，几种材料的有关已知数据列于表 2。

Table 2 Data of some materials

Data Materials	Parameter	$E_1 \times 10^4 \text{ Mpa}$	$G_1 \times 10^4 \text{ Mpa}$	$\nu$
$\text{A}_3$ steel		19.60	7.64	0.28
$\text{Al}_2\text{O}_3$		25.48	10.29	0.22

图 2 为激光重熔陶瓷层四点弯曲声发射特征曲线,从开始加载就有一些间断的 AE 峰出现,这可能是各种噪声(如试样与夹具的磨擦、陶瓷层内残余应力的释放及弹性变形等)所引起的,只有当载荷达到 4~5 kN 时,突发性 AE 信号出现,意味着涂层中裂纹失稳扩展,此时聚集的应变能大量释放,造成突发性 AE 信号,认定此时为陶瓷涂层破裂的“开裂点”。所对应的载荷为涂层失效的极限载荷 ( $P_{max}$ )。用 AE 技术所测的陶瓷层的  $P_{max}$  及计算的结合力  $\sigma_n$  值列于表 3。

Table 3 Cohesive strength calculated at maximum load

Type	Sample number	$P_{max}$ (N)	$M$ (N-mm)	$\tau_2$ ( $\times 10^{-2}$ MPa)	$\sigma_2$ (MPa)	$\sigma_1$ (MPa)	$\sigma_n$ (MPa)	$\bar{\sigma}_n$ (MPa)
Group A	A-1	4860.80	66836.00	106.43	485.39	373.38	228.54	226.51
	A-2	4772.60	65623.25	104.57	476.57	366.62	226.38	
	A-3	4694.20	64545.25	102.80	468.73	360.54	224.62	
Group B	B-4	4116.00	56595.00	90.16	411.01	316.15	211.29	209.26
	B-5	4047.40	55651.75	88.59	404.15	310.86	209.72	
	B-6	3920.00	53900.00	85.85	391.41	301.06	206.78	

一般喷涂陶瓷层的结合强度仅有 29.40~49.00 MPa<sup>[9]</sup>,经激光处理后的陶瓷层的结合强度可达 226.51 MPa,经 X 射线能谱仪测量陶瓷层与过渡层之间界面附近 Ni 元素含量分布,发现靠近界面至陶瓷层内较深处 Ni 元素含量形成逐渐下降的梯度曲线。由此说明,陶瓷层与过渡层之间界面附近各元素存在明显的互扩散现象。而未经过激光处理的试样则不存在以上现象。因此,可以认为,虽然激光束通过涂层表面作用时间较短,冷却速度较快,但是,可能由于陶瓷与过渡层对激光吸收本领很大,同时又加上 Al 在此过程中产生放热反应,导致界面能较高,促使元素之间发生短程扩散,形成较薄的化合物亚稳相区,确保了界面形成冶金结合。由此可见,激光重熔改善了陶瓷层组织的形态,消除了喷涂层中应力集中,重熔也同时改善了过渡层应变能力,保证了过渡层与陶瓷层之间有比较好的应变协调,改善了应力集中现象。

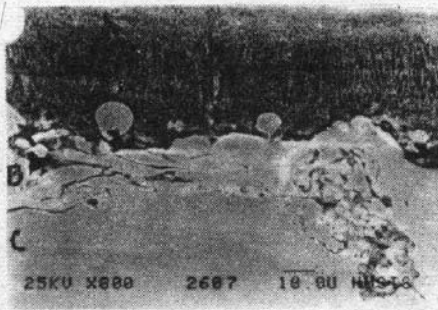


Fig. 3 SEM photograph

A -ceramic coating;  
B -middle layer; C -matrix

由表 3 可见, A 组试样的结合强度高于 B 组,这说明过渡层对涂层的结合强度有一定影响。A 组试样过渡层同时含有底层和陶瓷层的成分,减小了基体与陶瓷层之间的成分梯度过大现象,有助于层间的冶金结合, A 组试样过渡层经过激光重熔后,有更好的应变协调能力,因此 A 组试样的陶瓷层有较高的结合强度。

图 3 为试样受力弯曲后其剖面的扫描电镜形貌像,由图可见,裂纹在陶瓷层与过渡层间形成,并沿界面扩展,在陶瓷层中也出现了与柱状晶平行的裂纹,但未发现垂直于柱状晶的裂纹,在未经弯曲的试样剖面形貌像中未发现上述裂纹。由此说明,激光重熔的确改善了热喷涂陶瓷与基体的结合性能,但是激光重熔却导致了陶瓷层明显的各向异性,在基体一侧,局部位置也有裂纹形成。对照图 2 可看出,“开裂

点”以前的 AE 信号可能是裂纹的形成及亚临界扩展所引起的。只有弯曲进行到一定程度,界面上有较大的应力集中,当应力超过涂层结合强度,界面裂纹失稳扩展,出现突发性 AE 信号密集区,在此,将突发性声发射信号到来的前沿定为陶瓷材料的“开裂点”是比较适当的,它能缓解按常规声发射测定材料开裂点的方法所确定的开裂点比工程上所确定的开裂点的强度低很多的矛盾。因此,该方法将更接近于工程实际的要求。

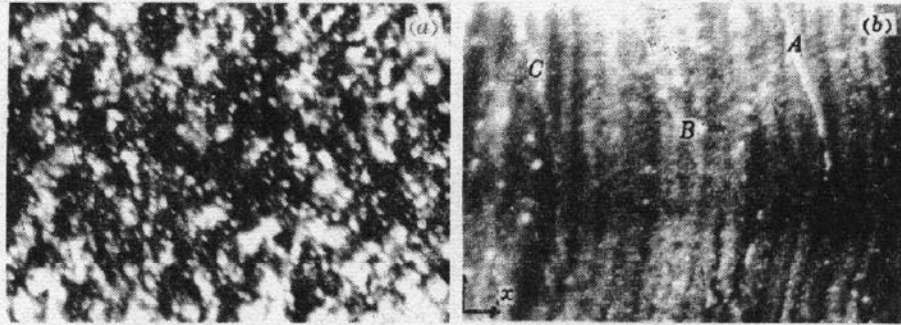


Fig. 4 (a) Constitution of plasma spraying ceramic coatings  
(b) Macro-cracks for laser remelting of plasma spraying ceramic coatings A-B-C -macro-cracks

等离子喷涂时,熔融粒子在基体上碰撞,喷涂态陶瓷呈疏松的片状结构(图 4(a))。结合强度很低。经激光处理后,呈枝晶状组织(图 3),结构致密。由于涂层与基体界面处存在杂质和缺陷,易于出现应力集中,导致裂纹萌生区,萌生后的裂纹一般沿界面扩展,形成长条裂纹。另外,涂层本身也存在杂质和缺陷,裂纹首先在此薄弱地方扩展至涂层内<sup>[10]</sup>,形成“二次裂纹”,当裂纹发展到涂层表面时,形成宏观裂纹。如图 4(b)所示,它们垂直于试样经向轴( $x$ 轴),并且彼此平行,因此喷涂层在外力作用下极易剥落。

### 参 考 文 献

- 1 袁振明,全国第四届声发射技术讨论会论文集,1989,青岛,1~4
- 2 徐约黄 *et al.*, 武汉大学学报(自然科学版), 1, 23~28(1982)
- 3 袁振明 *et al.*, 声发射技术及其应用, 机械工业出版社, 1985, 1~91
- 4 林香祝 *et al.*, 陕西机械学院学报, 4, 26~33(1985)
- 5 R. Sirakumar *et al.*, *Surface Engineering*, 2(4), 127(1988)
- 6 J. K. Tien *et al.*, Proc. Symp. at the 1974 Metallurgical Society of the AIME Fall Meet, 201
- 7 S. R. Levine *et al.*, High Temperature Corrosion, 1983, ed. R. A. Rapp, 621~627
- 8 S. Rangasamy *et al.*, *Thin Solid Films*, 73, 43~52(1980)
- 9 方世京 主编,热喷涂(焊)技术(下册),湖南钢铁研究所,1981, 52~53
- 10 H. Cohk *et al.*, *Surface and Coatings Technology*, 32, 339~348(1987)