

文章编号: 0258-7025(2009)Supplement 1-0151-05

基于激光热应力的软质涂层结合强度表征与测试

孔德军¹ 罗开玉² 张雷洪³ 宋广山⁴

(¹江苏工业学院低维材料微纳器件与系统研究中心, 江苏 常州 213016; ²江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013)
³上海工程技术大学机械工程学院, 上海 201620; ⁴江苏省镇江市出入境检验检疫局, 江苏 镇江 212013)

摘要 利用激光热应力效应建立了一种检测软质涂层结合强度的装置,分析了激光热应力作用下残余应力表征涂层界面结合强度的原理与方法,可对软质涂层进行检测。结果表明,激光热应力作用下涂层残余应力发生变化,可用节点残余应力作为界面结合状况的检测信号来表征界面结合强度;激光热应力检测软质涂层界面结合强度方法可替代传统拉伸法,实现实时在线检测涂层界面结合强度。

关键词 激光技术; 激光热应力; 结合强度; 涂层; 残余应力

中图分类号 TG174.44; TN249 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL200936s1.0151

Characterization and Measurement of Bonding Strength of Soft Coating Based on Laser Thermal Stress

Kong Dejun¹ Luo Kaiyu² Zhang Leihong³ Song Guangshan⁴

¹Research Center of Low-Dimension Material, Micro/Nano Device and System, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou, Jiangsu 213016, China
²School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China
³College of Mechanical Engineering, Shanghai University of engineering Science, Shanghai 201620, China
⁴Zhenjiang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China

Abstract A device measuring bonding strength of soft coating based on laser thermal effect was established, and the mechanism and method for characterizing interfacial bonding strength of coating by residual stress under laser action were analyzed, which is suited for measuring bonding strength of soft coating. The experimental results show that residual stresses of the coating are changed under laser thermal stress, and residual stress in the node can be used to measure the interfacial bonding strength of the coating. Tradition pulling method can be replaced by the method of coating interfacial bonding strength with laser thermal stress, and the real time measurement of coating bonding strength was realized in the real-time way.

Key words laser technique; laser thermal stress; bonding strength; coating; residual stress

1 引言

涂层技术是提高材料表面性能的重要手段之一,可使零件和构件表面耐磨、耐腐蚀、耐热、耐疲劳、耐辐射、产生光、热、电、磁等特殊性能^[1]。残余应力是涂层制备过程中存在的普遍现象,是影响涂层与基体结合强度的主要因素之一。残余应力的存在可能使涂层产生裂纹,因此控制涂层残余应力是一个重要的研究课题^[2]。由于涂层和基体的热膨胀系数不同,在冷却或交变温度的作用下,两者的变形量不同,这样会在涂层结合界面产生很大应力,如果

涂层较厚,沿其厚度方向的温度梯度较大,还会在涂层内形成较大的残余内应力^[3]。当残余应力超过了涂层的强度极限时,涂层就会发生屈服甚至脱落失效,影响其使用寿命。目前已经提出的检测涂层界面结合性能的方法主要有激光层裂法、划痕法、压痕法、界面压入法等^[4],但这些方法测量数据可重复性差,至今尚未发现一种普遍公认的涂层界面结合强度检测技术。本文提出基于激光热应力效应的涂层界面结合强度检测方法,即界面残余应力检测的激光热应力技术,实现涂层界面结合强度的精确测量。

基金项目: 江苏省高校自然科学基金基础研究项目(08KJB430002)、江苏省高校青蓝工程科技自主创新团队项目(2008-04)、江苏出入境检验检疫局项目(2008KJ10)和江苏工业学院科研基金(IMF07020042)资助课题。

作者简介: 孔德军(1966—), 博士, 主要从事激光加工与 XRD 检测技术方面的研究。E-mail: kong-dejun@163.com

利用激光热应力效应对涂层表面进行辐射扫描,通过 X 射线衍射 $\sin^2\psi$ 法测定涂层残余应力,测试涂层失效时残余应力的变化规律,并对残余应力产生的机理进行初步讨论,提出了软质涂层结合强度的表征方法。

2 实验方法

将激光直接入射到涂层表面,对涂层表面进行准静态加热,在涂层-基体系统中形成温度场和应力场。由于涂层-基体材料热膨胀系数的不同,在涂层界面中形成热应力,当热应力达到一定值时,涂层材料产生脱粘,进一步发生界面裂纹扩展、脱粘层失稳,裂纹萌生与扩展,直至脱粘层剥落失效。如图 1 (a)~(e)所示^[5]。当激光辐射涂层表面时,热应力透过涂层界面到达基体表面,涂层产生断裂。当断裂现象发生在涂层-基体界面结合处时,断裂强度即为涂层-基体结合强度,用涂层界面破坏时检测到的残余应力的变化值来表征涂层-基体界面结合强度。

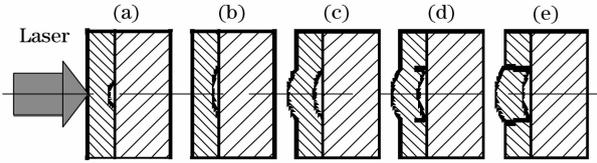


图 1 涂层失效过程示意图。(a) 脱粘; (b) 裂纹扩展; (c) 弹性失稳翘曲; (d) 贯穿裂纹萌生与扩展; (e) 断裂剥落
Fig. 1 Sketch of coating failure process. (a) Pulling off;

(b) crack expansion; (c) crack unsteady;
(d) crack production and expansion; (e) rupture

实验装置如图 2 所示,利用激光对涂层表面进行扫描处理,并通过调节激光输出功率、光斑直径和扫描速度控制输入到涂层的能量。激光束经抛物面反射聚焦镜聚焦后形成均匀光束,具有多模式光斑。

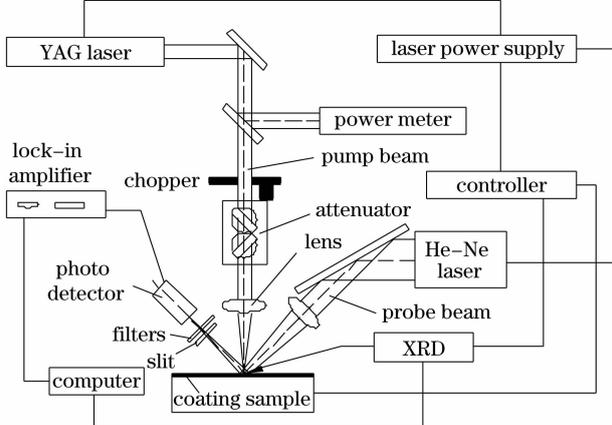


图 2 检测系统装置

Fig. 2 Device of detecting system

通过调整聚焦镜与工件间距离来调整光斑直径。激光波长为 $1.06 \mu\text{m}$, 自动监控功率不稳定性为 $\pm 1\%$, 进行直线激光扫描处理。在热应力的作用下,涂层缺陷处产生应力集中,引发裂纹,然后裂纹在外加热应力的继续作用下扩展,当裂纹彼此之间相互连通时,涂层产生断裂。X 射线应力分析仪检测涂层应力参数,并将该参数输入信号分析处理系统,判断涂层-基体系统界面破坏的临界点。

3 分析与讨论

3.1 激光热应力

当激光强度为 $I = I_0 \exp\left(-\frac{r^2}{d^2}\right)$ 的高斯光束时,

其在空间上轴对称分布。由于温度梯度的存在,在试样的轴向和径向产生热传导。设表面吸收系数为 k_0 , 初始温度为室温 20°C 。探求时间 t 的涂层温度 $\tau(r, z, t)$ 。其数学模型^[2, 6]为

$$\begin{cases} \frac{\partial \tau}{\partial r} = x^2 \Delta \tau, & x^2 = \frac{k}{c\rho}, \\ \frac{\partial \tau}{\partial z} \Big|_{z=0} = -\frac{k_0}{k} I_0 \exp\left(-\frac{r^2}{d^2}\right), \\ \frac{\partial \tau}{\partial z} \Big|_{z=l} = 20, & \frac{\partial \tau}{\partial r} \Big|_{r=a} = 0, \tau \Big|_{r=0} = 0, \end{cases} \quad (1)$$

式中 $\Delta = \nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$; a 为试样半径; l 为涂层厚度; k_0 为表面吸收系数; c 为比热; k 为导热系数; ρ 为圆柱体密度。

由此产生的热应力^[2, 6, 7]为

$$\sigma_r = \frac{\alpha E_n I_0}{\rho c \rho} \times \left\{ \sum_{m=0}^{\infty} \sum_{n=0}^{\infty} \omega_m(b) R_n(z) s_{nm}(t) \times \left[J_1\left(\frac{um^r}{b}\right) \frac{b}{um^r} - J_0\left(\frac{u^r}{b}\right) \right] \right\}, \quad (2)$$

其中

$$\begin{cases} \omega_m(b) = \frac{2}{b^2 J_0(\omega_m)} \frac{a^2}{2} \left[1 - \exp\left(-\frac{b^2}{a^2}\right) \right], & m=0 \\ \left(\frac{b}{\mu_m}\right)^2 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^i \frac{(-2)^j \left(-\frac{b^2}{\mu_m^2 a^2}\right)^i \mu_m^{2i+1-j} J_{j+1}(\mu_m)}{(i-j)!}, & m \neq 0 \end{cases} \quad (3)$$

$$R_n(z) = \frac{(-\beta z)^n}{n!}, \quad (4)$$

$$S_{nm}(t) = \frac{1 - \exp\{-Dt [(\mu_m/b)^2 + (n\pi/h)^2]\}}{Dt [(\mu_m/b)^2 + (n\pi/h)^2]}, \quad (5)$$

式中 b 为试样半径; ρ 为材料密度; β 为吸收系数; c_p 为定压比热; $D = \lambda_t / \rho c_p$; μ_m 为第一类一阶 Bessel 函数的根, $m = 0, 1, 2, 3, \dots$

涂层界面结合强度的激光热效应检测方法综合了传统划痕试验法和激光检测技术,以激光非接触作用于涂层表面,用 X 射线衍射技术测得界面结合强度,这与涂层-基体系统静态准静态工作环境基本一致。在激光作用过程中,通过持续增加激光能量或减速进给运动使激光能量逐步加载。这样使每个激光作用时刻的涂层-基体系统状况相同,可较全面地反映不同激光能量作用下的表面涂层破坏状况。X 射线衍射法是测定涂层残余应力最可靠的方法之一,其基本原理是多晶材料存在残余应力时,应力作用使晶面间距发生变化,相应的衍射峰也将产生位移。从弹性力学与 X 衍射理论可以推出残余应力^[8]为

$$\sigma_f = \left[\frac{-E}{2(1+\gamma)} \right] \left(\frac{1}{\tan\theta_0} \right) \left(\frac{\pi}{180} \right) \left[\frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\varphi)} \right] - K \left[\frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\varphi)} \right], \quad (6)$$

式中 E 为弹性模量; γ 为泊松比; θ_0 为材料无应力状态时特定晶面衍射角; θ 为与入射线成 ψ 角的晶面衍射角; K 为 $\sin^2\psi$ 法中 X 射线应力常数; ψ 为试样表面法线与衍射晶面法线夹角。

3.2 界面失效与表征

激光对涂层表面准静态加热时,由于热传导的作用,其结果表现为在涂层-基体系统中形成温度场和应力场,涂层材料受热膨胀的同时,又受到其周围涂层和基体材料的限制,因此,在涂层-基体中形成压应力。由于涂层-基体材料热膨胀系数和温度场的不同导致涂层界面应变场差异,引起涂层界面材料产生位错、滑移等晶格缺陷,使得其结合界面成为涂层-基体系统最薄弱环节。当涂层-基体结合界面应力达到一定值时,将首先在界面产生裂纹萌生,如图 3 所示。

在激光作用产生的压应力作用下,结合界面裂纹进一步扩展,涂层产生脱粘现象。随着激光持续作用,涂层进一步脱粘,其尺寸逐渐扩大。激光作用下的涂层温度场在其厚度方向表现为梯度分布,即涂层表面温度最高,受热应力的影响最大,其变形量也是最大;涂层界面脱粘层处温度较低,受热应力的影响较小,其变形量也小,这样脱粘层会失稳。当满足临界条件时,脱粘层发生弹性失稳翘曲,在其结合界面产生应力集中,裂纹迅速扩展。当脱粘层扩展

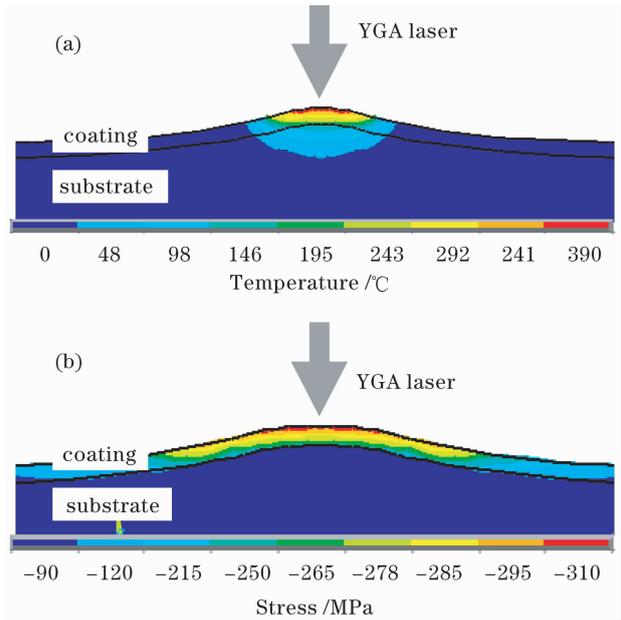


图 3 激光作用下涂层温度场(a)和应力场(b)变化规律
Fig. 3 Change laws of coating temperature field (a) and residual stress field (b) under laser action

到萌生贯穿裂纹时,贯穿裂纹进一步扩展,最后脱粘层剥落,导致涂层破坏。

3.3 残余应力

涂层残余应力测量原理:应力的存在引起晶格畸变,使得晶格常数发生变化,根据 Bragg 衍射公式

$$2d \sin \theta = \lambda, \quad (7)$$

确定涂层的晶面间距,则涂层应力^[8]为

$$\sigma = \frac{E}{2\mu} \epsilon = \frac{E}{2\mu} \frac{d_0 - d}{d}, \quad (8)$$

式中 E 为涂层材料杨氏模量; μ 为涂层泊松比; ϵ 为涂层应变; d_0 为标准晶面间距; d 为所测试晶面间距。

涂层界面残余应力由两部分组成:1)由于基体与涂层热膨胀系数差异,使涂层从高温冷却到室温时产生热应力;2)非热影响产生的本征应力(或内应力)。由于涂层残余应力存在,加速了涂层内热耦合作用,使其成为涂层破坏的敏感因素。涂层中残余应力是涂层生长过程和存放环境条件共同作用的结果,其性质和大小与基体和涂层材料、沉积技术、沉积条件以及后处理工艺等密切相关。由于涂层与基体热膨胀系数存在差别而使涂层部产生残余应力^[9]

$$\sigma_{th} = \frac{E_c}{1 - \mu_c} (\alpha_c - \alpha_s) (T_c - T_0), \quad (9)$$

式中 E_c, μ_c 分别为涂层杨氏模量和泊松比; α_c, α_s 分别为涂层和基体热膨胀系数; T_c, T_0 分别为涂层制备时温度和测量时温度。

本征应力最大值^[10]为

$$\sigma_{in} = CE_c\alpha_c(T_{cm} - T_s), \quad (10)$$

式中 E_c, α_c, T_{cm} 和 T_s 分别为涂层弹性模量、热膨胀系数和熔点温度与基体温度; C 为常数。

涂层残余应力为涂层热应力与基体热应力叠加, 即

$$\sigma = \sigma_{th} + \sigma_{in}. \quad (11)$$

涂层和基体热膨胀系数的差值导致涂层内部热应力很大, 从而使涂层与基体结合强度大大降低。当热应力超过涂层结合强度时, 涂层脱落。这表明合理选择涂层的组成, 是控制涂层内部热应力大小的关键所在。

3.4 结合强度

在激光热应力作用下, 涂层-基体系统经历脱粘、脱粘层弹性失稳、界面裂纹扩展、贯穿裂纹扩展和脱粘层断裂与剥落等过程, 其激光作用的节点残余应力发生相应的变化。在脱粘层失稳时, 中心节点残

余应力发生突变, 以此时残余应力作为涂层界面结合强度检测信号, 以残余应力值发生突变的点作为界面破坏临界点, 采用此刻所对应残余应力的变化量表征涂层界面结合强度, 即

$$\sigma = \sigma_P - \sigma_U, \quad (12)$$

式中 σ_P, σ_U 分别为原始状态涂层与激光作用下涂层失稳时所测试的残余应力。

实验用图 2 所示装置对真空镀铝涂层进行测试, 在激光功率为 800 kW 时, X 射线衍射测试技术参数为: 管电压 22 kV, 管电流 6 mA, 铬靶 K_α 特征辐射, 准直管直径 2 mm, 阶梯扫描步进角 0.1° , 时间常数 1 s, 扫描起始角及终止角分别为 168° 和 156° , 侧倾角 Ψ 分别取 $0^\circ, 15^\circ, 30^\circ$ 和 45° 。选用镀铝涂层晶面 (222) 为衍射面, 测试的残余应力结果如图 4 所示, $\sigma_P = -274.5$ MPa, $\sigma_U = -300.6$ MPa, 代入式 (12), 得镀铝涂层结合强度 $\sigma = 26.1$ MPa。

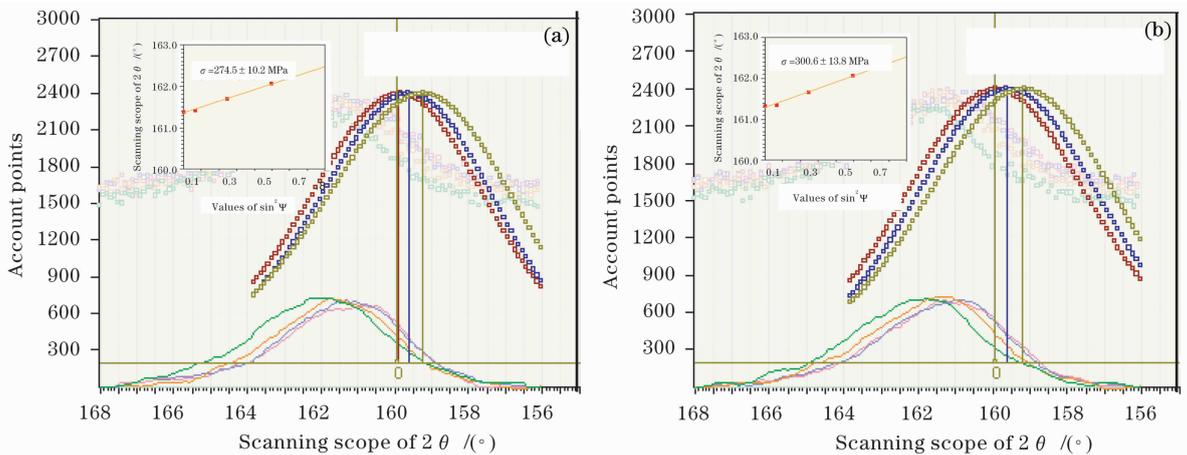


图 4 残余应力测试结果

Fig. 4 The measured results of coating residual stress. (a) Residual stress of center node in primitive state; (b) residual stress of center node as pulling off under laser function

4 结 论

1) 激光热应力作用下软质涂层发生脱粘、界面裂纹扩展、脱粘层失稳、贯穿裂纹萌生与扩展、脱粘层断裂与剥落等阶段。

2) 激光热效应力作用下涂层-基体失效各阶段节点其残余应力发生突变, 用突变节点残余应力作为界面结合状况的检测信号表征界面结合强度。

3) 热应力对涂层-基体结合强度有明显的影响, 当热应力超过涂层结合强度时, 涂层发生脱落失效。

参 考 文 献

1 Yang Banquan, Chen Guangnan, 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

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

2 Yin Sumin, Cheng Chang, Feng Aixin *et al.*. Testing method of the laser scratching based on image acquisition system [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(6): 947~951

殷苏民, 程 昌, 冯爱新 等. 界面结合强度的激光划痕综合检测装置的设计[J]. *中国激光*, 2008, **35**(6): 947~951

3 Cui Xuejun, Cheng Ping, Zhang Haitao *et al.*. Finite element simulation of a test model for interface bonding strength between coating and substrate [J]. *Journal of Jilin University (Engineering and Technology Edition)*, 2007, **37**(2): 357~361

崔学军, 程 平, 张海涛 等. 涂层与基体界面结合强度测定模型的有限元模拟[J]. *吉林大学学报(工学版)*, 2007, **37**(2): 357~361

4 Hou Zhende, Tang Lingxia, Fu Donghui *et al.*. Measurement of bond strength of coating using stress wave [J]. *Acta Armamentarii*, 2006, **27**(2): 306-309

- 侯振德, 汤灵霞, 富东慧等. 利用应力波测量涂层的结合强度 [J]. 兵工学报, 2006, **27**(2): 306~309
- 5 Pang Yingchun, Tao Jie, Zhang Shu *et al.*. Interfacial bonding strength of epoxy coating on pure titanium substrate [J]. *Ordnance Material Science and Engineering*, 2007, **30**(1): 59~62
- 庞迎春, 陶杰, 张舒等. 纯钛基材上环氧基涂层界面结合强度的研究[J]. 兵器材料科学与工程, 2007, **30**(1): 59~62
- 6 Luo Qiang, Ren Qingli. Analysis of the temperature rise and the thermal stress which produced by Gauss laser radiated on an end of the cylinder [J]. *Structure & Environment Engineering*, 2001, **28**(3): 14~21
- 罗强, 任庆利. 高斯激光束照射圆柱体-端面上引起温升和热应力的分析[J]. 强度与环境, 2001, **28**(3): 14~21
- 7 Zhang Jianquan, Luo Qiang, Liu Feng *et al.*. The distribution of the thermal stress in the cylinder produced by the laser radiation [J]. *Chinese Journal of Applied Mechanics*, 1999, **16**(4): 123~129
- 张建泉, 罗强, 刘锋等. 激光照射圆柱体产生热应力的分布 [J]. 应用力学学报, 1999, **16**(4): 123~129
- 8 Du Shaojun, Lu Qisheng, Shu Bohong. Calculation of laser-induced temperature increment and thermal stress of Al-film reflector [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2001, **30**(2): 128~131
- 杜少军, 陆启生, 舒柏宏. 激光辐照下铝膜反射镜温升和热应力的计算[J]. 红外与激光工程, 2001, **30**(2): 128~131
- 9 Kong Dejun, Zhang Yongkang, Chen Zhigang *et al.*. Experimental study of residual stress of galvanized passive film based on XRD [J]. *Acta Physica Sinica*, 2007, **56**(7): 4056~4061
- 孔德军, 张永康, 陈志刚等. 基于XRD的镀锌钝化膜残余应力试验研究[J]. 物理学报, 2007, **56**(7): 4056~4061
- 10 Ma Wei, Pan Wenxia, Zhang Wenhong *et al.*. A review of researches on the residual stress in thermal spray coatings [J]. *Advances in Mechanics*, 2002, **32**(1): 41~56
- 马维, 潘文霞, 张文宏等. 热喷涂涂层中残余应力分析和检测研究进展[J]. 力学进展, 2002, **32**(1): 41~56