

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 8554—1997

气相沉积薄膜与基体附着力的 划痕试验法

1997-04-15 发布

1998-01-01 实施

中华人民共和国机械工业部 发 布

前 言

本标准是关于气相沉积 TiN_x 等硬质薄膜取样和试验的系列标准之一。

本标准首次制订。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：中国科学院兰州化学物理研究所、大连理工大学。

本标准主要起草人：于德洋、翁立军、王 茹、汪晓萍、华敏奇。

本标准于 1997 年 4 月 15 日首次发布。

气相沉积薄膜与基体附着力的
划痕试验法

JB/T 8554—1997

1 范围

本标准规定了测定气相沉积 TiN_x 等硬质薄膜-基体界面耐金刚石压头划剥性能的试验方法。

本标准适用于气相沉积的硬质薄膜,也适用于气相沉积的润滑薄膜。

对任何特定的应用,所规定的试验方法可用补充资料加以完善。这些资料应来自相应的国际标准、先进工业国家标准或国家标准、行业标准及其他相应文件,必要时,也可由测试和送样双方协商提出相应文件。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6463—86	金属和其他覆盖层 厚度测量方法评述
GB/T 2848—92	洛氏硬度计 技术条件
GB/T 4342—92	金属显微维氏硬度试验方法
JB/T 7505—94	离子镀技术术语
JB/T 7707—95	离子镀硬质薄膜厚度试验方法 球磨法

3 方法概述

根据压头上自动连续增加的垂直载荷,测定完全划透薄膜并使之从其基体上连续剥离所需要的最小载荷,即薄膜-基体界面附着失效的临界载荷 L_c 。

4 仪器

测定 L_c 的自动划痕试验机的结构原理如图 1 所示。该仪器由下列主要部件组成:A—压头连续加载电机;B—声发射探头,探测划痕产生的声发射强度并输入微机;C—洛氏硬度计标准压头;D—试样台;E—位移电机,用以匀速沿水平方向拖动试样台;F—切向摩擦力传感器,连续检测压头与薄膜之间的摩擦力并输入微机;G—试样台高度升降螺杆;H—加载压力传感器;I—光学显微镜($\geq 40\times$);J—信号放大器;K—变换控制器;L—微型计算机,用以实施测试自控和自动处理数据,并动态显示及存贮数据与图形;M—试样;N—CRT 显示器;O—绘图打印机,输出试验结果;P—压头加载机构;Q—主支架。

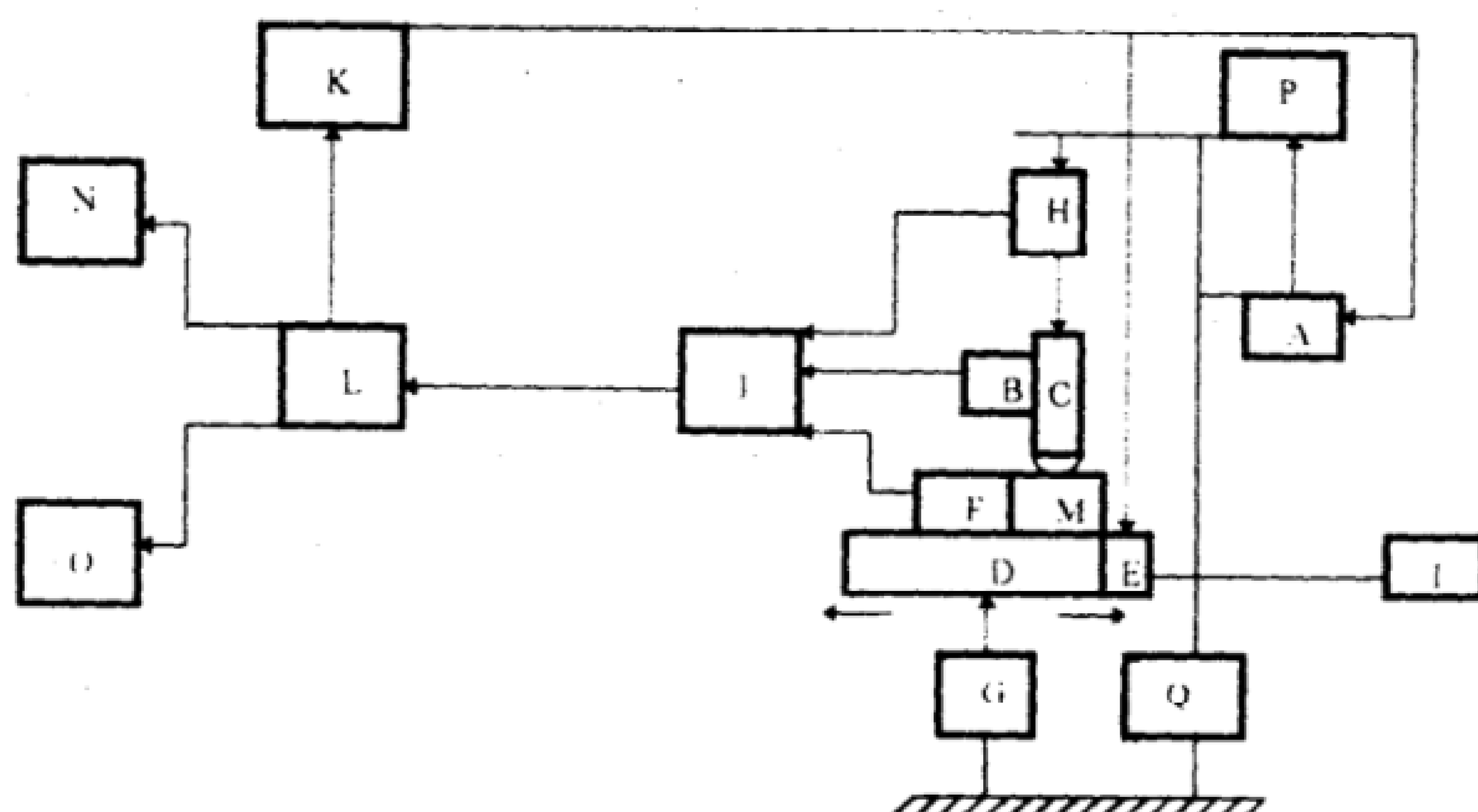


图 1 自动划痕试验机结构原理图

5 试样

5.1 基体

a) 形状及尺寸

长方体：长 40~50 mm，宽 30~45 mm，高 6~20 mm；或圆柱体 $\phi(40\sim45)\text{mm} \times (6\sim20)\text{mm}$ 。

b) 硬度

按 GB/T 2848 规定的方法和技术条件，测定基体的洛氏硬度(HRC)。

c) 工作表面的平均粗糙度 $R_a \leq 0.32\ \mu\text{m}$ 。

d) 材料及其状态由送样方填写明确。

5.2 薄膜

a) 厚度

薄膜的厚度按 JB/T 7707 或 GB 6463 规定的方法之一测定，并应 $\geq 0.1\ \mu\text{m}$ 。

b) 显微硬度(HV)

薄膜的显微硬度按 GB/T 4342 规定的方法测定。

c) 薄膜表面平均粗糙度 $R_a \leq 0.32\ \mu\text{m}$ 。

d) 薄膜沉积方法由送样方填写明确。

6 试验程序

6.1 通则

6.1.1 环境条件

试样在温度 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $(50 \pm 10)\%\text{RH}$ 的条件下至少放置 8 h，然后按规定步骤测试。

试验机和微机系统在试验期间严禁受到振动和冲击。

6.1.2 金刚石压头

按 GB/T 2848 规定的条件选择金刚石压头(顶角 120° ，顶端半径 R 在 $200\ \mu\text{m} \pm 5\ \mu\text{m}$ 范围内)，在不少于 40 倍的显微镜下检测压头，确认其顶端是光滑洁净的球面，方可使用。

6.1.3 将金刚石压头固定在夹头中，使其轴线垂直于薄膜表面。

6.1.4 试验条件

- a) 划痕速度: (10 ± 1) mm/min;
- b) 加载速率: 对硬质薄膜为 $(20 \sim 40)$ N/min;
对非硬质薄膜为 $(5 \sim 10)$ N/min;
- c) 加载精度: 0.03 N。

6.2 机械化仪器测试步骤

按下列操作步骤分别对三个平行试样各做至少五次重复试验。

- 6.2.1 将试样固定于试样台上,使膜面朝上并使其长边平行于划痕方向。
- 6.2.2 用丙酮棉球分别擦净薄膜和压头表面,烘干。
- 6.2.3 从微机主选单中选定“自动测试”模式,即选定能同时测定划痕的声发射强度和摩擦力模式;选择输入加载速率和划痕速度等测试条件,待命进行划痕试验。
- 6.2.4 微调试样台水平位置,使切向压力传感器到位(即校“0”);调整试样台高度,使试样表面触及压头。
- 6.2.5 调整加载螺杆位置,使其横梁前端触及加载压力传感器的支点,载荷显示为 0,加载和位移的恒速电机均处于待命状态。
- 6.2.6 按下 Enter 键,主机开始自动测试;位移电机拖动试样,同时压头自动连续加载,并由加载压力传感器测试,摩擦力由切向摩擦力压力传感器测试,并输入微机;从而使每一条划痕在微机屏幕上显示出声发射信号强度 K 随垂直载荷 L 变化的 K - L 曲线和摩擦力 F 随 L 变化的 F - L 曲线,如图 2 所示。当信号较弱时,可通过键盘对两种信号分别选择适当的增益以显示其细节;由自动搜索子程序找到薄膜内聚失效的临界载荷 L_{CF}^* 、 L_{CK}^* 和界面失效的临界载荷 L_{CK} 、 L_{CF} ,并将测试结果及图形作为文件存贮,供计算机显示及打印输出。

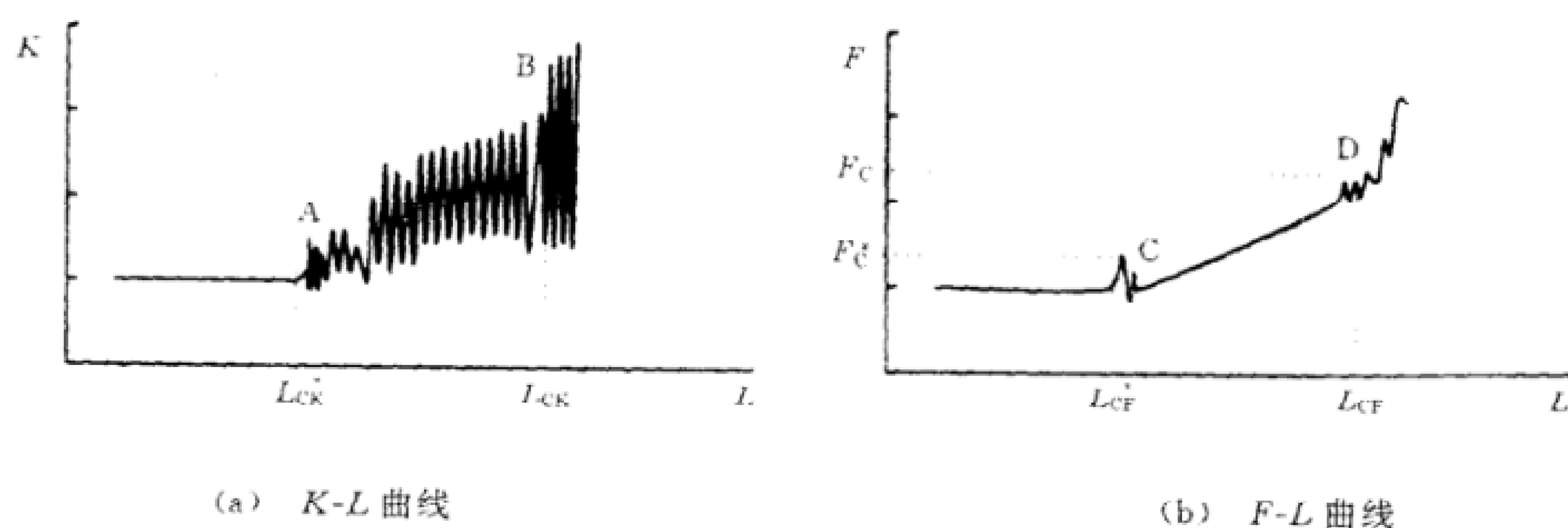


图 2 划痕试验结果示意图

- 6.2.7 测定划痕宽度 d ,给出 d 突然增大时的值 d_c ;
- 6.2.8 显微观察每条划痕,特别是拐点 B 和 D 处的形貌,并拍摄典型形貌照片,供综合分析确定 L_c 试验结果时参考。

7 试验数据处理

按照 6.2,对每批产品的三个平行试样的每一条划痕,分别综合分析 K - L 曲线、 F - L 曲线、 d_c 及典型划痕形貌照片,以确定单次划痕试验的 L_{CKi} 和 L_{CFi} 值;由所有 L_{Ci} 分别给出 L_{CK} 和 L_{CF} (如图 2 所示) 的算术平均值 \bar{L}_c 及其标准偏差 S :

$$\bar{L}_c = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n L_{Ci}$$

$$S = \left[\sum_{i=1}^n (L_{ci} - \bar{L}_c)^2 / (n - 1) \right]^{\frac{1}{2}}$$

式中： n ——独立单次测量次数， $n \geq 15$ 。

8 试验报告内容

- a) 注明本标准及其他有关文件；
 - b) 测试设备的型号及通过计量认证的级别；
 - c) 给出最终结果及其标准偏差。
-

中 华 人 民 共 和 国
机 械 行 业 标 准
气相沉积薄膜与基体附着力
的划痕试验法
JB/T 8554—1997

*

机械工业部机械标准化研究所出版发行
机械工业部机械标准化研究所印刷
(北京首体南路2号 邮编 100044)

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10,000
1997 年 7 月第一版 1997 年 7 月第一次印刷
印数 00,001—500 工本费 5.00 元

编号 97—137