

# JB

## 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

### 1 范围

本标准规定了测定气相沉积 TiN<sub>x</sub> 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。

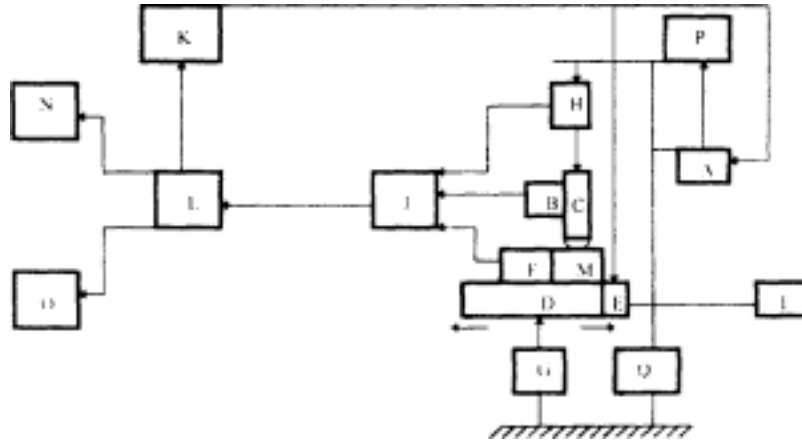


图 1 自动划痕试验机结构原理图

## 5 试样

### 5.1 基体

#### a) 形状及尺寸

长方体：长 40~50mm，宽 30~45mm，高 6~20mm；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 8h，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  $120^\circ$ ，顶端半径  $R$  在  $200 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$  范围内)，在不小于 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。

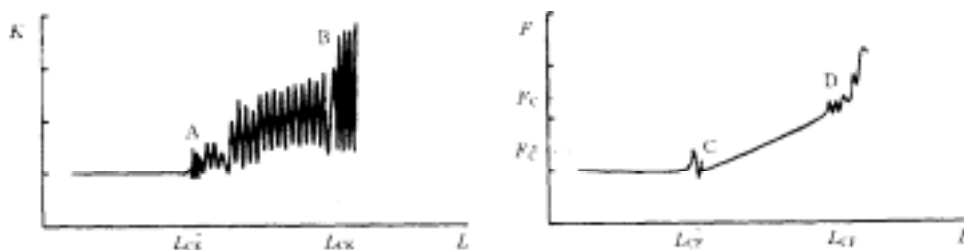
#### 6.1.4 试验条件

- a) 划痕速度：(10±1)mm/min;
- b) 加载速率：对硬质薄膜为(20~40)N/min;  
对非硬质薄膜为(5~10)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。



(a)  $K-L$  曲线 (b)  $F-L$  曲线

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  $L_{CK}$  和  $L_{CF}$  值；由所有  $L_{C_i}$  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  $S$ ：

$$\bar{L}_C = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n L_{C_i}$$

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

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

\*

机械科学研究院出版发行  
机械科学研究院印刷  
(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 1—500 定价 500 元  
编号 97—137

机械工业标准服务网：<http://www.JB.ac.cn>