

CVD 金刚石膜断裂性能测试装置的研究*

张恒大¹⁾ 蒋政 刘敬明 宋建华 唐伟忠 吕反修

(北京科技大学材料学院 北京 100083)

摘要 文章介绍了一种利用恒载荷速率加载测试金刚石膜断裂性能的试验方法,并建立了国内第一台金刚石膜断裂性能测试的专用装置.该装置利用弹性压头代替传统的刚性压头,可以成功地解决断裂试验的缓慢加载问题.试验装置的最大载荷为 500N,可以在 5—500N 之间获得准确的载荷,误差不大于 1%.最小加载速率为 0.5N/s,最大加载速率为 25N/s.该装置采用计算机控制,可以直接输出试验结果.该装置采用恒载荷速率(0.5N/s 至 2N/s)的加载方式测得的断裂性能比用恒位移速率(0.5mm/min 和 0.05mm/min)加载方式测得的断裂性能更低,更适合高脆性、小尺寸金刚石膜试样断裂性能的测试.

关键词 CVD 金刚石膜,断裂性能,恒载荷速率,测试装置

TESTING RIG FOR FRACTURE PROPERTIES OF CVD DIAMOND FILMS

ZHANG Heng-Da JIANG Zheng LIU Jing-Ming SONG Jian-Hua TANG Wei-Zhong LU Fan-Xiu

(School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract New Experimental methods for measuring the fracture properties of CVD diamond films are discussed. A special computerized testing rig has been invented which can operate at constant loading rate. The computer controlled device substitutes an elastic pressure-sensitive loading fixture for a rigid structure and successfully solves the difficulty of loading slowly. The lowest applicable loading rate is 0.5N/s, the highest is 25N/s. The maximum load is 500N and error is lower than 1%. Our testing device can measure fracture properties lower than those tested by a loading method with a constant displacement rate. The device is suitable for CVD diamond films, which are highly brittle and of small dimension (length × width 10mm × 2mm, thickness 0.25—1mm).

Key words CVD diamond films, fracture properties, constant loading rate, testing rig

三点弯曲测试^[1-4]金刚石膜的断裂性能是一种相对简单的试验方法,适合进行金刚石膜的工业产品力学性能检测.但由于金刚石膜试样尺寸小、弹性模量大,目前所有的脆性材料三点弯曲断裂性能测试标准并不适合金刚石膜,特别是相关的材料试验机,无论从加载速度、载荷精度方面,都存在很大局限性,这些因素造成国内对于金刚石膜断裂性能的研究几乎是一片空白,甚至还没有一种合适的测试手段,缺乏一定的试验设备,更不能完整地向用户提供产品的断裂性能(断裂强度和断裂韧性)数据,从而严重地制约了金刚石膜的产业化进程.当前金刚石膜的发展十分迅速,如何快速、方便、准确地测试断裂性能,成为各生产单位的迫切需要.

本文将根据我国目前材料试验机的发展现状,

结合金刚石膜的特点,建立起国内第一台适合金刚石膜三点弯曲断裂性能的专用测试装置,为我国金刚石膜产业化单位提供合适的性能测试手段,并为我国金刚石膜断裂性能检测的行业标准的建立作出开创性的工作.

1 金刚石膜力学性能试验装置

1.1 实验装置建立的原理

金刚石膜断裂性能测试中,最重要的是载荷速

* 国家“八六三”高技术计划资助项目

2000-12-14 收到初稿,2001-04-24 修回

1) E-mail:hdzhang@263.net

率的控制.我们研制的金刚石膜力学性能专用测试装置改变了传统的恒位移速率加载法,采用弹性压力头实现以载荷速率控制加载,如图1所示.

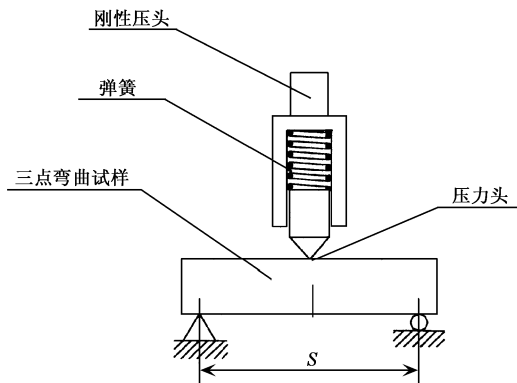


图1 弹性压力头加载

图1中, S 是试样的跨距.当载荷作用于试样时,由于弹簧的作用,压头位移得到一个缓冲,弹性压力头的载荷加载方式的位移速率 v 与载荷速度 dP/dt 具有以下关系式^[5]:

$$v = (dP/dt)/K, \quad (1)$$

式中 K 是弹簧的刚度.也就是说,通过控制弹簧的刚度,就可以方便地降低加载速度.以 0.25 mm 厚的金刚石膜试样为例,要实现加载速度 (dP/dt) 0.5 N/s ,选择弹簧刚度 $K=10\text{ N/mm}$,则试验机位移部分的移动速度 v 在 3.0 mm/min 即可,显然这样的位移速度是非常容易实现的.

1.2 CVD金刚石膜的力学性能的测试装置

按照弹性压头原理建立的测试装置见图2.图3是力学性能测试系统的框图.

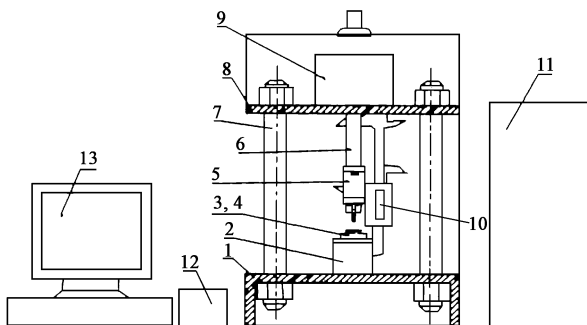


图2 金刚石膜力学性能测试装置示意图

1. 底座;2. 力传感器;3. 试样支架;4. 三点弯试样;5. 弹性压力头;6. 升降杆;7. 立柱;8. 横梁;9. 伺服电机;10. 位移传感器;
11. 电器控制箱;12. 位移传感器数据转接器;13. PC机

在测试装置中,加载速度 dP/dt 、弹簧刚度 K

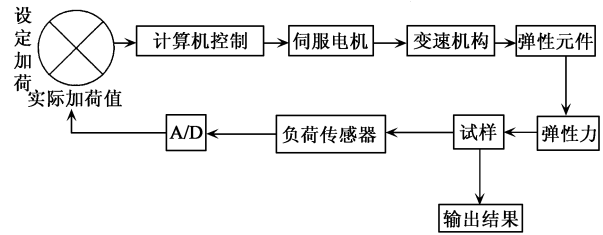


图3 金刚石膜力学性能测试系统框图

及伺服电机转速 n 间有如下关系^[5]:

$$n = 3187(dP/dt)K. \quad (2)$$

最小加载速度为 0.5 N/s ,最高加载速度可达 25 N/s .载荷速率波动不大于 1% ,试验结果表明,利用弹性压力头实现恒载荷速率加载,可以较精确地实现低速率加载,很适合金刚石膜这种高脆性材料的断裂性能测试.

本装置最大载荷 500 N ,分为 100 N , 250 N , 500 N 三档.试验采用微机控制,可以实现断裂性能测试的力学数据自动采集、显示、计算、绘图、打印试验结果等功能.经浙江省技术监督检测研究院的检测表明,试验装置在 $5\text{--}500\text{ N}$ 间,测试相对误差小于 1% .

另外,该设备还设计了用于制备金刚石膜三点弯曲断裂韧性所需的尖锐预裂纹的摄像系统,该系统可以实时观察尖锐预裂纹的扩展情况,以控制预裂纹的长度.

2 利用不同加载方式对试验装置的评价

为了评价我们所研究的测试装置,我们利用其他脆性材料如玻璃进行对比评价试验,试验所用玻璃来自中国建筑材料科学研究院玻璃研究所.试样长宽高尺寸为 $10\text{ mm} \times 2\text{ mm} \times 1\text{ mm}$,每组数据是 10 个试样的平均值.试验用位移速率加载同本文中提出的方法进行对比,其中恒位移速率加载采用国家标准,加载速率包括 0.5 mm/min 和 0.05 mm/min 两种.

按照不同加载方式的试验结果如表1和表2所示.试验结果表明,按照目前陶瓷材料恒位移速率加载的国家标准,小尺寸的玻璃和金刚石膜试样恒位移速率加载测试的结果均比恒载荷速率加载的测试方法高,其中玻璃的断裂强度高 40% 以上,而金刚石膜试样的高 13% 左右,且相应的方差也大得多;就金刚石膜试样的断裂韧性而言,恒位移速率加载的测试结果也比恒载荷速率的测试结果高约 12% 以上.

表1 不同加载方式的断裂强度比较

载荷(位移) 速率		玻璃的 断裂强度/ MPa	金刚石膜的 断裂强度/ MPa
		$1 \times 2 \times 10(\text{mm}^3)$ 试样	$0.56 \times 2 \times 10(\text{mm}^3)$ 试样
恒位移 速率	0.5 mm/ min	278 ± 56	852 ± 105
	0.05 mm/ min	228 ± 43	789 ± 79
恒载荷 速率	0.5 N/s	151 ± 20	748 ± 42
	1 N/s	147 ± 27	724 ± 47
	2 N/s	148 ± 28	752 ± 59
	3 N/s	159 ± 33	782 ± 70

表2 不同加载方式的金刚石膜断裂韧性比较

载荷(位移) 速率		恒载荷速率				
		恒位移速率	0.5 N/s	1 N/s	2 N/s	3 N/s
断裂韧性 / $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	390 μm	8.2	7.3	7.1	7.6	7.8
	560 μm	6.8	6.1	6.2	6.3	6.7
	870 μm	7.9	7.1	6.9	7.4	7.6

上述试验结果与两种加载方式的加载过程有关.对于恒位移速率加载,在加载初期,尽管压头位移速率显示为 0.5 mm/ min,但其实际的速率远小于此值;而在后期,又可能远高于此值,这些因素直接影响着测试精度;另一方面,0.5 mm/ min 的加载速率对于如此小尺寸的金刚石膜或玻璃而言,实际上相当于一个非常明显的冲击载荷了,特别是对于较薄试样,可能在不到 10s 的时间就断裂.本试验装置的恒载荷速率加载却不存在这样的问题,因为采用下置式力传感器,试验装置各机构本身存在的各种间隙将不会影响载荷的精度,从而测试的结果更准确.

因此,本文的试验结果初步表明,采用弹性压头的恒载荷速率加载方式比较适合金刚石膜断裂性能的测试.

3 结论

合适的试验装置是研究金刚石膜断裂性能的必要前提.我们提出了利用恒载荷速率加载测试金刚石膜断裂性能的试验方法,并建立了国内第一台金刚石膜断裂性能测试的专用装置.其主要特点如下:

(1) 利用弹性压头代替传统的刚性压头,可以成功地解决断裂试验的缓慢加载问题.金刚石膜断裂性能测试装置最大载荷 500N,可以在 5—500N 之间获得准确的载荷,误差不大于 1%.最小加载速率 0.5 N/s,最大加载速率 25 N/s.

(2) 金刚石膜断裂性能测试装置采用计算机控制,可以直接输出试验结果.

(3) 金刚石膜断裂性能测试装置的恒载荷速率(0.5 N/s 至 2 N/s)的加载方式较恒位移速率(0.5 mm/ min 和 0.05 mm/ min)加载方式测得的断裂性能更合金刚石膜这类高脆性.小尺寸(试样长宽 10 mm × 2 mm,厚度 0.25 mm—1 mm 左右)的试样断裂性能的测试.

参 考 文 献

- [1] Hointis M. Mechanical Properties of Diamond Films. In: Doory M et al ed. San Francisco, USA, 1995. 290
- [2] Harris D C. SPIE tutorial text, 1992, 2: 214
- [3] Sussman R S, Brandon J R et al. Industirl Diamond Review, 1998, 58: 69
- [4] Savage J A, Wort C J H, Pickles C S J et al. SPIE, 1997, 3060: 144
- [5] 蔡增伸, 蒋政等. 浙江工业大学学报, 2000, 3: 57 [Cai Z S Jiang Z et al. Journal of Zhejiang Polytechnic University, 2000, 3: 57 (in Chinese)]

一句话新闻

英国 Keele 大学的 S. Davies 博士设计了一种能用重水来测量人体内含水量的装置,这种装置在测试时具有快速与无痛的特点.只要给病人喝少量的重水,二小时后就能从病人的呼吸中,根据重水含量的比例测定出人体内含水量的过多或缺乏.人体含水量的多少是确定一些疾病的重要参考,同时它也是作肾透析手术的关键指标.

(云中客摘自 Physiol Meas., 2001, 22: 651)