

X-Ray繞射法運用於曲面鍍膜 殘留應力分析技術

金屬工業研究發展中心／劉宗榮、蔡修安、陳碩卿、黃家宏



摘要

因應國內加工刀具業高值化發展，刀具主要面臨使用壽命長短的問題，壽命攸關成本高低與加工精準度。硬質刀具在加工鋁、銅合金、陶瓷、高強度材料與高速加工環境下，因為加工常伴隨著高溫、摩擦等環境，刀具鍍膜容易脫落。於此激烈環境下鍍膜品質關係著加工精度，因此鍍膜品質決定著加工成敗性。造成鍍膜脫落原因除外在加工環境外，鍍膜本身殘留應力即是造成脫落的主因。因此鍍膜殘留應力檢測需求逐漸被重視，但平面鍍膜殘留應力檢測技術，因為運算模型差異導致平面檢測技術無法運用於曲面，造成有殘留應力數值卻無法明確量化等問題。因此，本實驗欲藉由X-ray繞射殘留應力量測法結合曲面殘留應力運算公式，建立一套適用於曲面鍍膜的非破壞殘留應力檢測與驗證方法，解決曲面應力量測無法準確量化等問題。

關鍵字：X-ray繞射、殘留應力量測、曲面鍍膜

一、前言

國內加工刀具業逐漸往高值化發展，刀具鍍膜也以低殘留應力為目標。因此鍍膜殘留應力檢測需求逐漸被重視，其中平面鍍膜殘留應力檢測技術已趨於成熟，但曲面鍍膜殘留應力

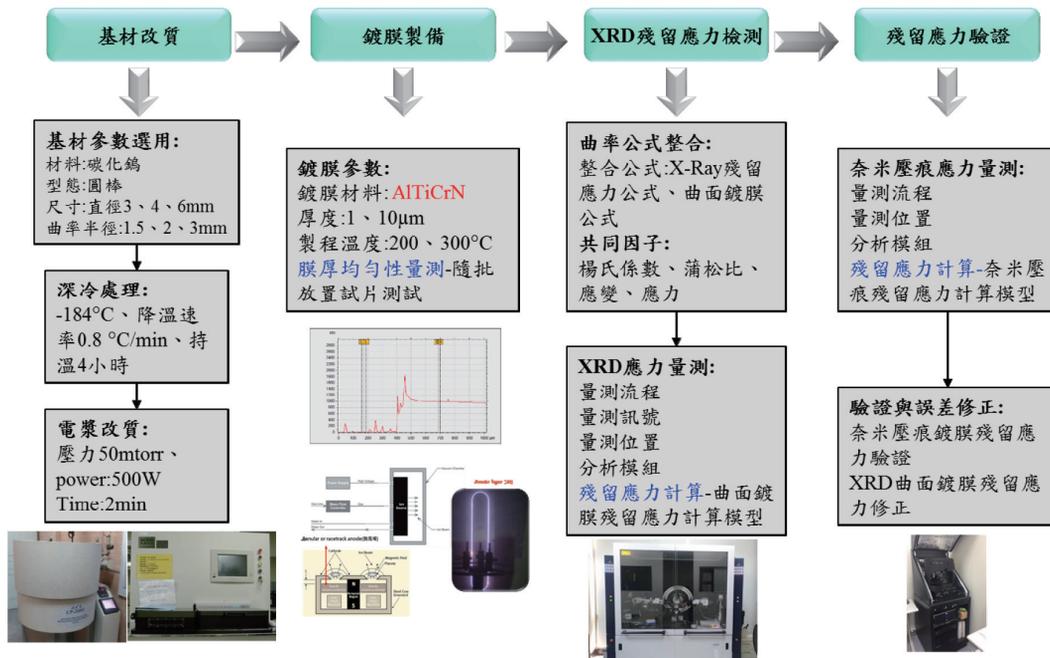
卻無持續性發展，因為運算模型差異導致平面檢測技術無法運用於曲面，造成有殘留應力數值卻無法明確量化等問題，而且國內外殘留應力檢測技術也尚未針對此問題進行相關研究。因此，將藉由X-ray繞射殘留應力量測法結合曲面鍍膜殘留應力計算模型，並建立一套適用於曲面鍍膜的非破壞殘留應力檢測與驗證方法，解決曲面應力量測無法準確量化等問題。

二、產業需求與問題

現況刀具主要面臨使用壽命長短的問題，壽命攸關成本高低與加工精準度。硬質刀具在加工鋁、銅合金、陶瓷、高強度材料與高速加工環境下，因為加工常伴隨著高溫、摩擦等環境，刀具鍍膜容易脫落。於此激烈環境下鍍膜品質關係著加工精度，因此鍍膜品質決定著加工成敗性。造成鍍膜脫落原因除外在加工環境外，鍍膜本身殘留應力即是造成脫落的主因，過大殘留應力於加工初期容易造成鍍膜崩解，導致加工品損壞甚至報廢，刀具問題如圖1所示。

隨著加工產業、鍍膜技術、模具產業快速發展且朝高值化、高精度與功能性方向發展，因此於鍍膜壽命分析逐漸受到重視。殘留應力即為壽命分析重要指標之一，但因載具為多曲面幾何形狀，受形狀影響容易造成量測誤差與數值失真等問題。殘留應力檢測可分為接觸式

四、實驗架構與設計



▲ 圖3 實驗架構圖

本實驗架構如圖3所示，計畫實施流程分為殘留應力量測技術建立與曲面鍍膜殘留應力量證，以下將針對技術建立與驗證進行流程與細部說明。

1. 殘留應力量測技術建立：此項流程涵蓋鍍膜製程與殘留應力量測，相關細部流程包含基材深冷處理、表面改質、硬質鍍膜表面處理、曲面鍍膜殘留應力量測、曲面鍍膜殘留應力量測分析模型建立。其中表面改質由成大微奈米中心協助，深冷處理與硬質鍍膜表面處理由處理組協助，曲面鍍膜殘留應力量測分析模型由檢測組自行開發。
2. 曲面鍍膜殘留應力量證：本計畫之驗證法為奈米壓痕法，選用原因為曲率鍍膜於奈米壓痕的奈米維度之下，毫米等級的曲面將被視為平面。

基材材料為碳化鎢簡單圓棒(曲率半徑1.5、2、3mm)，先以簡單曲面為後續之曲面鍍膜殘留應力量測模型提供理想化的曲率半徑。並將基材進行深冷處理以消除基材內部應力，深冷參數為-184°C、降溫速率0.8°C/min、持溫4小時、爐冷回溫。最後於鍍膜前執行表面電漿改質增加附著力減少內應力影響，改質參數為氬氣氣氛、壓力50mtorr、氣體流量100sccm、power:500W、持續2分鐘。以複合式物理氣相沉積法製備AlTiCrN鍍膜，鍍膜前試片進行前處理清洗與烘乾去除表面汙漬與水分。後續使用離子源進行轟擊，進行深度清潔與表面活化機制，最後進行AlTiCrN鍍膜成長。控制參數為氬氣氣氛下，壓力 5×10^{-4} torr、鍍膜厚度1μm、10μm、加熱溫度為200°C、300°C。固定製程方法與參數，改變溫度與膜



厚，將殘留應力源範圍縮小至熱應力影響，以便後續探討溫度、膜厚與殘留應力之影響。

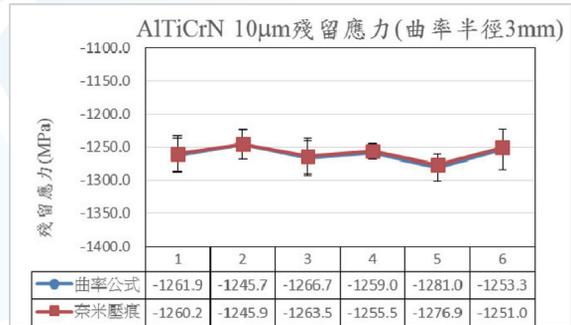
曲面殘留應力檢測技術採用金屬中心Bruker D8 X光繞射儀為量測設備，原先該設備之殘留應力分析模型為平面運算，為了整合曲面鍍膜殘留應力計算模型，可從原始數據中擷取應變值，應變值為晶格材料中受應力影響導致晶格變形而換算出的數值。因此本檢測技術主要由XRD量測材料應變值，並結合曲面鍍膜殘留應力計算模型，以計算殘留應力值。曲面鍍膜殘留應力計算模型使用的原型架構同為XRD檢測，本模型為殘留應力量測的一種變形法。本模型中主要參數包含應變、膜厚、基材厚度、鍍膜楊式係數、基材楊氏係數、曲率等材料特性。此模型使用架構為含有鍍膜之曲面殘留應力計算式，因此暫不適用於無鍍膜之曲面材料，因此開發出無鍍膜之曲面殘留應力計算模型為後續發展方向之一。

驗證法採用奈米壓痕法，分析設備為成大微奈米中心的G2000，該設備使用的探針為Berkovich，且需與XRD為同類型模擬運算架構，因此於多方比較下選用奈米壓痕殘留應力計算法中的Xu model。Xu model探討的參數為彈性恢復深度(he)與最大穿透深度(hmax)的比值對應到降伏強度與殘留應力的比值，並經由一系列運算而得到殘留應力值。其中包含鍍膜楊氏係數、降伏強度、擬合常數等。

五、研究成果

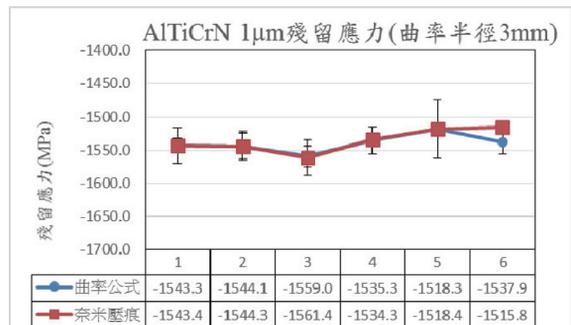
本研究結果以曲率半徑3mm顯示檢測結果，如圖4所示曲率半徑3mm鍍膜厚度10 μ m的殘留應力值由曲面鍍膜殘留應力計算模型所得的殘留應力值為-1245 ~ -1281MPa之間；

由奈米壓痕驗證所得殘留應力值為-1245 ~ -1277MPa之間，曲面鍍膜殘留應力計算模型與奈米壓痕驗證法整體差異性不大。



▲ 圖4 曲率半徑3mm、厚度10 μ m殘留應力數據圖

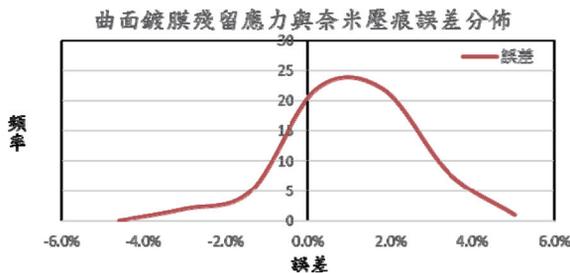
圖5曲率半徑3mm鍍膜厚度1 μ m的殘留應力由曲面鍍膜殘留應力計算模型所得的殘留應力值為-1518 ~ -1559MPa之間；由奈米壓痕驗證所得殘留應力值為-1518 ~ -1562MPa之間，此兩種計算方式所得殘留應力值皆差異不大。由相同曲率不同膜厚之關係也可得知AlTiCrN膜厚越厚者有較小的殘留壓應力，膜厚越小者則反之。



▲ 圖5 曲率半徑3mm、厚度1 μ m殘留應力數據圖

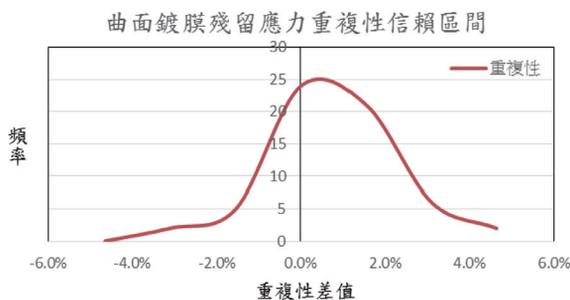
圖6為曲率半徑3mm曲面鍍膜殘留應力計算模型與奈米壓痕驗證法之誤差分佈圖，因以將殘留應力轉換為兩方法間的誤差，因此不同膜厚可一起比較探討於曲率半徑3mm中兩方法

的差異性，由圖可知兩方法於95%兩個標準差可信賴區間下，差異值為-3.0%~+3.4%之間。



▲ 圖6 曲率半徑3mm殘留應力量驗證誤差圖

圖7為殘留應力量計算模型本身數據的誤差分佈圖，分析於曲率半徑3mm中本方法本身的重複性分佈。同樣採用誤差值表示，故不同厚度之殘留應力量可相互比較，由圖可知兩方法於95%兩個標準差可信賴區間下，差異值為-3.0%~+3.0%之間。



▲ 圖7 曲率半徑3mm殘留應力量重複性誤差圖

六、結語

因應國內加工刀具業逐漸往高值化發展需求，進行刀具鍍膜殘留應力量檢測開發。開發之殘留應力量測技術將由傳統平面檢測提升至非破壞曲面量測，且量測尺寸 $\leq 30 \times 100$ mm、量測曲率半徑 ≥ 1.5 mm，曲面殘留應力量測誤差度 $< \pm 4\%$ 。後續可將目前發展之技術導入攜帶式殘留應力量檢測設備，建立適用於大型曲面

工件之殘留應力量檢測分析技術之外，同步發展刀具殘留應力量分佈分析、殘留應力量與製程參數分析。並且將技術衍生至殘留應力量測與消除技術開發，如：殘留應力量測現場化、殘留應力量安定化、消除技術、其他檢驗法交互驗證。未來亦可應用於生醫及航太產品，預估可發展產品鍍膜壽命、品質、製程改善等技術。

☒ 參考文獻

- [1] Z. H. Xu and X. Li, "Estimation of Residual Stresses from Elastic Recovery of Nanoindentation", *Philosoph. Mag.* 86, 2835 (2006).
- [2] Swank, William David, Gavalya, Rick Allen, Wright, Julie Knibloe, & Wright, Richard Neil., "Residual Stress Determination from a Laser-Based Curvature Measurement." United States.
- [3] T. Oguri, K. Murata and Y. Sato, "X-ray Residual Stress Analysis of Cylindrically Curved Surface-Estimation of Circumferential Distributions of Residual Stresses", *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, pp.459-468, Vol 38, Issue 5, 2003.
- [4] C.H. HSUEH and A.G. EVANS, "Residual Stresses in Metal/E ceramic Bonded Strips", *J. Am. Ceram. SOC.*, Vol. 68, pp. 241-248, 1985.
- [5] Li-Na Zhua, Bin-Shi Xub, Hai-Dou Wangab & Cheng-Biao Wangc, "Measurement of Residual Stresses Using Nanoindentation Method", *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, pp. 1 - 13, 2014.
- [6] E. Frutos, M. Multignerb, J.L. Gonz lez-Carrascob, "Novel Approaches to Determine Residual Stresses by Ultramicroindentation Techniques: Application to Sand Blasted Austenitic Stainless Steel", *Acta Materialia*, Vol. 58, pp. 4191-4198, 2010.