

基于超声声压反射系数相位谱法的热障涂层非均匀性表征

赵扬¹, 林莉¹, 顾晓春¹, 李喜孟¹, 雷明凯²

(1. 大连理工大学 无损检测研究所, 大连 116024;

2. 大连理工大学 材料科学与工程学院 表面工程研究室, 大连 116024)

摘要:利用声压反射系数相位谱法对厚度为 $(50 \pm 5) \mu\text{m}$, 等离子体喷涂方法制备的 Cr_2O_3 陶瓷涂层的非均匀性进行了超声表征。对试样不同位置进行了声压反射系数幅度谱和相位谱测试分析, 发现由相位谱测得的不同位置的声速值存在差异并且相位谱极值间的变化规律相反。结合扫描电镜(SEM)分析, 认为这种差异是由涂层中孔隙与裂纹密集程度不同所引起的。借助数值计算, 分析了涂层密度对相位谱的影响, 进而解释了同一涂层试样相位谱极值间变化规律相反的原因。试验和数值计算结果表明, 声压反射系数相位谱对涂层内部组织结构的变化更为敏感, 可以用来表征涂层的非均匀性。

关键词:超声表征; 相位谱; Cr_2O_3 涂层; 密度; 非均匀性

中图分类号: TG115.28

文献标志码: A

文章编号: 1000-6656(2010)07-0485-05

Ultrasonic Characterization for the Inhomogeneity of Thermal Barrier Coating Based on the Sound Pressure Reflection Coefficient Phase Spectroscopy

ZHAO Yang¹, LIN Li¹, GU Xiao-Chun¹, LI Xi-Meng¹, LEI Ming-Kai²

(1. NDT & E Laboratory, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China; 2. Surface Engineering Laboratory, School of Materials Science & Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: Phase spectroscopy of sound pressure reflection coefficient (SPRC) was used to nondestructively characterize the inhomogeneity of plasma sprayed Cr_2O_3 coatings with the thickness of $(50 \pm 5) \mu\text{m}$. Analyses of amplitude spectroscopy and phase spectroscopy were carried out on the different locations of the coating. Then the velocities measured by amplitude and phase spectroscopy at the locations were obtained. It was found that the velocities measured by phase spectroscopy were different and the change laws between the extremum of phase spectroscopy were distinct. According to the observation of scanning electron microscope (SEM), the differences were attributed to microstructure differences caused by the difference of microstructure caused by the various distributions of porosity, and microcracks. The influence of density on phase spectroscopy was discussed for explaining the differences of the shape of spectroscopy between the variant positions on the same sample, based on the method numerical calculation. Moreover, the results of experiment and numerical calculation showed that ultrasonic phase spectroscopy itself was a good indicator to reveal differences between density and microstructures of coating prepared by the method of plasma spray.

Keywords: Ultrasonic characterization; Phase spectroscopy; Cr_2O_3 coating; Density; Inhomogeneity

收稿日期: 2009-06-22

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50401021)

作者简介: 赵扬(1982-), 男, 博士研究生, 主要从事材料超声检测与评价研究。

热障涂层具有抗磨损、耐腐蚀以及低的热传导性能等优点, 广泛用于飞机发动机、高效燃气轮机涡轮叶片等热端部件。无论是等离子体喷涂法(PS)还是电子束物理气相沉积法(EB-PVD)制备的热障

涂层,其内部均随机分布着一定数量的孔隙和微裂纹,造成涂层不同位置的孔隙率和致密度存在较大的差异^[1]。涂层中这种微观结构呈现的非均匀性与涂层的力学性能(弹性模量、粘结强度)和热物理性能(热导率、绝热性)密切相关^[2]。因此,研究对涂层非均匀性进行超声表征的工作原理与检测技术,进而用于非均匀性涂层质量无损检测与评价具有重要意义。

目前,超声波检测技术在涂层无损检测和表征中备受关注。超声显微镜技术^[3]和激光超声表面波技术激发的高频信号(100 MHz 以上),可以直接测量涂层厚度和弹性模量^[4, 5],且测量精度较高,但因设备昂贵及测试系统较为复杂而多限于实验室研究。超声脉冲回波反射技术通用性好,测试系统操作简单、成本较低,结合超声频谱分析技术,可以在相对较低的频率范围来对涂层的厚度^[6]、弹性模量^[7]、密度^[8]和结合质量^[9]等进行表征,这为其应用于热障涂层的在役质量检测 and 寿命监测成为可能。

笔者所在课题组围绕热障涂层特性超声表征及评价开展了研究工作并取得了有意义的结果^[12-13]。笔者在此前工作的基础上,利用声压反射系数幅度谱和相位谱,对等离子体喷涂的 Cr₂O₃ 涂层的不同区域进行了分析。对比发现,涂层不同位置间的相位谱形状差异较大。为了分析这种差异的原因,讨论了涂层密度对相位谱形状的影响,并将分析结果与 SEM 观察结果进行了比较,结果表明声压反射系数相位谱对涂层微观结构的变化比较敏感,可以利用其进行涂层非均匀性的表征。

1 原理

热障涂层厚度较薄,使得超声波脉冲宽度大于超声波在涂层中往返一次的传播时间,涂层上下表面的回波发生混叠,并且涂层与基体的声阻抗差异较小,因此为了提高混叠信号中界面信号的声能和确保信号的稳定性,采用超声窄脉冲回波水浸聚焦方式进行试验研究,同时结合热障涂层结构特点,可以将涂层中的声波传播过程进行简化(图 1)。

超声波垂直入射至涂层表面,假设频率为 f 的窄脉冲超声波入射声压 $P_{\lambda} = 1$,那么水/涂层界面处的反射波声压及涂层/基体界面处的各次反射波声压依次为: $P_1 = P_{\lambda} \cdot R_{12} = R_{12}$, $P_2 = R_{23} T_{12} T_{21} \exp(2ik_{2z}d)$, $P_3 = R_{23}^2 T_{12} R_{21} T_{21} \exp(4ik_{2z}d)$, ..., $P_N = R_{23}^n T_{12} R_{21}^{n-1} T_{21} \exp(nik_{2z}d)$ 。其中 R_{12} 和 R_{23} 分别

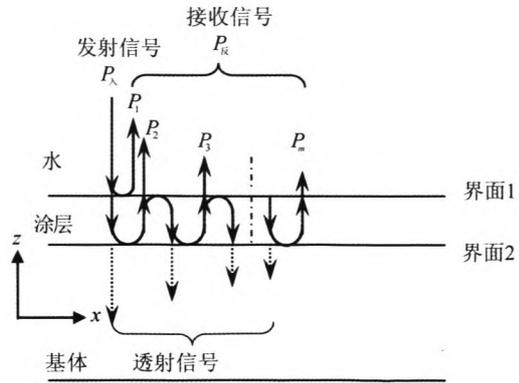


图 1 超声波在多界面结构中的传播的示意图

为界面 1,2 的声压反射系数; T_{12} 和 T_{21} 为界面 1 处的声压透射系数; $\exp(2ik_{2z}d)$ 表示波在层中往返一次后相位的变化; d 为涂层厚度。那么涂层的声压反射系数 R 为:

$$R = \frac{P_{\bar{R}}}{P_{\lambda}} = R_{12} + T_{12}R_{23}T_{21} \exp(2ik_{2z}d) + T_{12}R_{23}T_{21} \exp(2ik_{2z}d) + T_{12}R_{23}^2R_{21}T_{21} \exp(4ik_{2z}d) + \dots + T_{12}R_{23}^nT_{21} \exp(2ik_{2z}d) \cdot [R_{23}R_{21} \exp(2ik_{2z}d)]^{n-1} = R_{12} + T_{12}R_{23}T_{21} \exp(2ik_{2z}d) \cdot \sum_{n=0}^{\infty} [R_{23}R_{21} \exp(2ik_{2z}d)]^n = R_{Re} + iR_{Im} \quad (1)$$

其中, k_{2z} 为超声波在涂层中沿 z 轴方向的波数。当涂层中存在衰减时, $k_{2z} = 2\pi f/c + i\alpha$, α 为涂层的衰减系数, c 为涂层中超声波纵波声速。由于 R 本身为一复数,难以直接分析,因此可以求解出 n 趋近无穷时, R 的幅度与相位的表达式,设:

$$\psi = \exp(-2\alpha d)$$

$$|R(f)| = \sqrt{R_{Re}^2 + R_{Im}^2} = \left[\frac{(R_{12} + R_{23}\psi)^2 - 4R_{12}R_{23}\psi \sin^2 \frac{2\pi fd}{c}}{(1 + R_{12}R_{23}\psi)^2 - 4R_{12}R_{23}\psi \sin^2 \frac{2\pi fd}{c}} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

$$\phi(f) = \arctan \frac{R_{Im}}{R_{Re}} = \arctan \cdot \frac{R_{23}\psi(1 - R_{12}^2) \sin \frac{4\pi fd}{c}}{R_{12} + R_{23}\psi(1 + R_{12}^2) \cos \frac{4\pi fd}{c} + R_{12}R_{23}^2\psi^2} \quad (3)$$

由于式(2)和(3)是随频率 f 变化的,故亦称其为声压反射系数幅度谱和相位谱的表达式。进一步对两

式分析可知,当 $\sin^2(2\pi fd/c)=1$ 时, $|R(f)|$ 取极小值,而 $\phi(f)$ 为零,此时对应的频率满足:

$$f_N = \frac{Nc}{4d} (N = 1, 3, 5, \dots) \quad (4)$$

式中 f_N 称为谐振频率。在窄脉冲信号中频率为 f_N 的信号将发生干涉,导致幅度谱上 f_N 处为极小值,而相位谱上 f_N 处为零,利用谱线的上述特点并结合式(4)就可测量涂层的声速。此外,相位谱在 f_N 附近的一个对称频率范围 Δf_N 内会出现相位从极大值到极小值(或者从极小值到极大值)的急剧变化。

2 试验

2.1 试验样品

采用尺寸为 $10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的耐热钢 1Cr18Ni9Ti 作为基体材料。基体表面经研磨和喷丸处理后,直接采用等离子喷涂设备(MeTco-Plasma 9MB, USA)在基体上喷涂颗粒尺寸为 $20 \sim 40\text{ }\mu\text{m}$ 的 Cr_2O_3 涂层,厚度为 $(50 \pm 5)\text{ }\mu\text{m}$ 。

2.2 试验系统

借助超声脉冲回波水浸聚焦检测系统进行试验测试^[12]。利用晶片直径为 6.4 mm 、频率为 25 MHz 、有效频率范围为 $5 \sim 35\text{ MHz}$ 的窄脉冲超声水浸聚焦换能器发射和接收超声波。通过 TEX4032 型示波器完成波形的观察和数据采集(试验时在不同区域上采集 20 个点)。信号的分析 and 数据处理由 origin 7.0 和 Matlab 7.1 软件完成。此外,采用精度为 0.01 mm 的三维步进装置调节换能器在 X-Y-Z 方向的位移,以便精确控制声波在水延迟线中的传播时间以及声束与被测位置之间的相对关系,从而保证了测试结果的可重复性。

3 结果及讨论

3.1 超声试验结果

利用超声检测系统,对涂层试样的不同区域进行了测试分析。图 2 中给出了涂层两个不同区域典型的超声回波时域信号(标记为 I 和 II),对比发现,信号间的幅度和形状差异较小。

图 3(a)和(b)分别给出了图 2 中信号经过处理后得到的声压反射系数幅度谱和相位谱。观察发现,试样不同位置处得到的声压反射系数幅度谱形状基本相同,而相位谱之间则差异较大。

根据图 3(a)和(b)中的 f_1, f_3 值,由式(4)可以计算涂层声速值。表 1 给出了利用声压反射系数幅度谱和相位谱得到的涂层 I, II 两个区域处声速值。

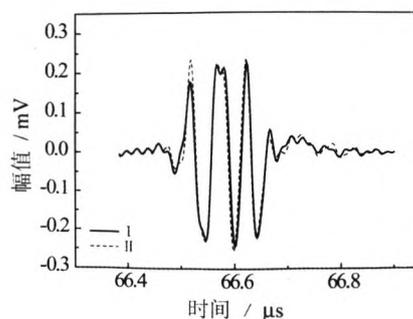
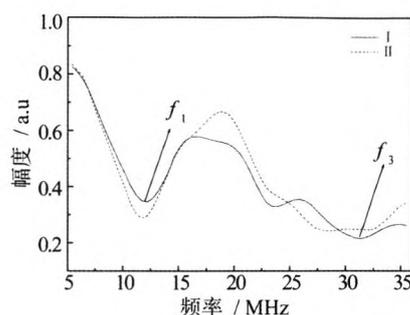
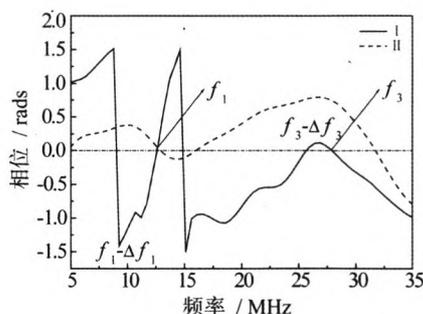


图 2 Cr_2O_3 涂层区域 I 和 II 所对应的时域信号



(a) 幅度谱



(b) 相位谱

图 3 涂层区域 I 和 II 所对应的声压反射系数

由表 1 可以看出:反射系数幅度谱测得的 I, II 两个区域的声速相等,而相位谱测得的 II 区的声速值略大于 I 区的声速值。

表 1 声压反射系数幅度谱和相位谱计算
涂层声速结果的对比

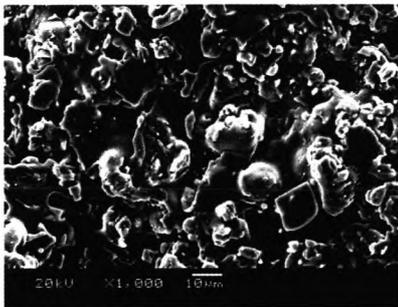
谱	f_1/MHz		$c_2/(\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$	
	I	II	I	II
幅度	11.72 ± 0.244	11.72 ± 0.244	2344 ± 48.8	2344 ± 48.8
相位	12.43 ± 0.244	12.64 ± 0.244	2486 ± 48.8	2528 ± 48.8

此外,对比图 3(b)中两条谱线,还可以观察到对应同一涂层,相位谱形状发生了明显的变化:在 f_1 附近,谱线 I 是由相位极大值经 f_1 处向极小值变化;而谱线 II 的相位则从极小值经 f_1 处向相位极

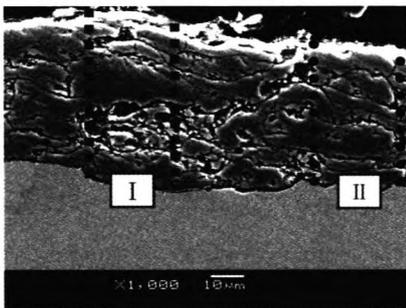
大值急剧变化。

3.2 SEM 观察结果

为了分析两个区域相位谱形状以及由相位谱测得声速的差异,借助 JSM-5600LV 型扫描电子显微镜(SEM-EDS)对涂层试样的表面及横截面形貌进行了观察和分析。从 SEM 结果中可以看到:涂层表面形貌为无数不规则扁平颗粒相互交错、呈波浪式堆叠[图 4(a)];横截面形貌呈现带有明显孔隙的片层状结构,且近表面层有分离的颗粒碎屑。同时还可以观察到,不同区域处涂层结构存在较大的不均匀性,如图 4(b)中涂层区域 I 和 II 在孔隙的大小和裂纹的密集程度上存在很大差异,会引起涂层密度变化。



(a) 表面形貌



(b) 截面形貌

图 4 等离子体喷涂 Cr₂O₃ 涂层的 SEM 照片

文献[13]中曾指出涂层中存在的孔隙以及微裂纹使得涂层具有较低的弹性模量,使得涂层中声速低于相同材质的块体材料,与本试验的研究结果相类似,同时这也说明了相位谱对涂层的不均性变化比较敏感。

3.3 数值计算分析

根据 SEM 观察结果,认为两个区域的相位谱差异是由于涂层密度不同所致。为了验证这一猜测,根据式(3),利用 Matlab 软件对涂层密度值与相位谱之间的关系进行了数值分析。考虑到涂层的实

际情况,密度选定从 1.8~5.2 g·cm⁻³(块体 Cr₂O₃ 的密度)变化。其它参数为:水声速取 1 480 m/s,水密度取 1.0 g·cm⁻³,钢声速取 5 900 m/s,钢密度取 7.8 g·cm⁻³,涂层的厚度 $d=50 \mu\text{m}$ 。

数值计算结果发现,密度值的变化不会影响谐振频率 f_N 值大小,而仅影响到相位谱形状及其变化趋势(图 5)。密度在 1.8~3.2 g·cm⁻³ 范围内时,在 f_1 附近,相位都是由负向极值经 f_1 急剧变化至正向极值,且不同密度下 $f_1 - \Delta f_1$ 对应的相位极小值变化很小;当密度 > 3.2 g·cm⁻³ 时, f_1 附近的相位极值由之前负向极值经 f_1 急剧变化至正向极值的情况改变为由正向极值经 f_1 急剧变化至负向极值,并且 $f_1 - \Delta f_1$ 对应的相位极大值随密度增大而单调递减,当密度 > 2.4 g·cm⁻³ 时, f_3 附近的相位极值间存在相同的变化情况。

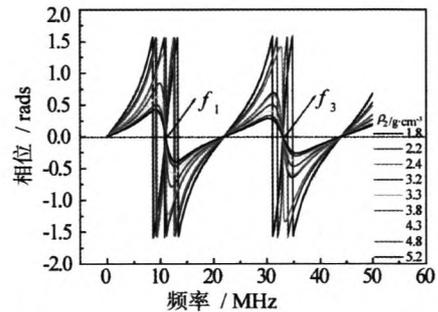


图 5 Cr₂O₃ 涂层密度与频率及声压反射系数相位的关系

借助 Matlab 软件绘制出的相位极值与涂层密度的关系曲线(图 6)更进一步说明了上述关系,同时说明试验中得到的相位谱谱线 I 对应于超声波穿过涂层孔隙较多、微裂纹密度较大的区域($2.3 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3} < \rho < 3.2 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$);谱线 II 对应于涂层较为致密的区域($\rho > 3.2 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)。相比时域信号和幅度谱而言,相位谱可以更好地定量表征存在较大不均匀性的薄层材料。此外,需要指出的是,对于不同材料的涂层,为了在有效频带范围内观测其谐

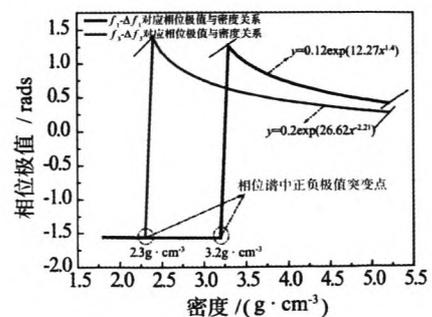


图 6 $f_N - \Delta f_N$ 对应的相位极值与密度关系

振频率及谱线,在实际测量时需根据涂层的厚度和声速值来合适地选择探头的主频率及频带范围。

4 结论

对采用等离子体喷涂方法制备的 Cr_2O_3 陶瓷涂层进行了超声声压反射系数幅度谱和相位谱分析,并测量出涂层不同区域的声速。结果表明,声压反射系数相位谱对涂层密度和微观结构的变化十分敏感,数值计算结果与试验结果符合得较好,该技术用于涂层内部非均匀性的超声表征是可行的。

参考文献:

- [1] 杨晓光,耿瑞,熊昌炳. 航空发动机热端部件隔热陶瓷涂层应用研究[J]. 航空动力学报,1997,12(2):183-188.
- [2] 曹学强. 热障涂层材料[M]. 北京:科学出版社,2007.
- [3] 姜宇,张华堂,李路明. 陶瓷涂层的无损检测[J]. 材料保护,2005(4):65-67.
- [4] Hess P. Laser diagnostics of mechanical and elastic properties of silicon and carbon films[J]. Appl Surf Sci,1996,106(2):429-437.
- [5] Zhang F F, Krishnaswamy S, Fei D. Ultrasonic characterization of mechanical properties of Cr-and W-doped diamond-like carbon hard coatings[J]. Thin Solid Films,2006,503(1-2):250-258.
- [6] Kinra VK, Zhu C. Ultrasonic nondestructive evaluation of thin coatings[J]. J Acoust Soc Am,1993,93(5):2454-2467.
- [7] Dixon S, Lanyon B, Rowlands G. Coating thickness and elastic modulus measurement using ultrasonic bulk wave resonance[J]. Appl Phys Lett,2006,88(14):1-3
- [8] Laverentyev A I, Rokhlin S I. An ultrasonic method for determination of elastic moduli, density, attenuation and thickness of a polymer coating on a stiff plate [J]. Ultrasonics,2001,39(3):211-221.
- [9] Hiroshi K, Shoji A. Ultrasonic evaluation of the bonding strength of dissimilar metal bonds[J]. NDT&E International,1996,29(6):355-361.
- [10] Zhao Y, Lin L, Li X M. The application of ultrasonic phase spectrum of the reflection coefficient on non-destructive characterizing the plasma sprayed coatings irradiated by HIPIB[J]. Key Eng Mater,2008(373/374):386-391.
- [11] Lin L, Zhao Y, Chen J. Ultrasonic characterization of EB-PVD thermal barrier coatings irradiated by HIPIB[J]. Key Eng Mater,2008(373/374):358-362.
- [12] Lin L, Li X M, Xu Z H. Thickness measurement approach for plasma sprayed coatings using ultrasonic testing technique[J]. Trans Nonferrous Met Soc China,2004,14(2):88-91.
- [13] Lescribaa D, Vincent A. Ultrasonic characterization of plasma-sprayed coatings[J]. Surf Coat Technol,1996,81(3):297-306.



书 讯

张俊哲编著的《无损检测技术及其应用》(第二版),经修订后由40万字增加到58万字,2009年10月底由北京科学出版社出版发行。该书全面系统地介绍了无损检测技术及其应用,阐述了各种无损检测方法的原理、特点、适用范围和发展趋势,并列举了应用实例。内容包括渗透、磁粉、录磁和漏磁、磁记忆、电位、涡流、X射线、 γ 射线、高能射线、X射线成像检测与工业CT、中子照相、声阻、超声、非线性超声和相控阵超声、超声衍射时差法、声发射检测、激光全息摄影等无损检测技术,以及X射线残余应力测试、氦质谱真空检漏、液晶检测、红外热成像、微波检测、光纤与内窥镜、穆斯鲍尔谱、正电子湮灭、巴

克豪森噪声、外激电子发射、光声显微镜、核磁共振等新技术,还介绍了在役结构完整性评价的基本理论和特种设备、石油天然气管道、铁道系统、航空系统、土木工程与钢结构、核电站等的在役检查。

该书可供高等院校无损检测专业师生和无损检测领域及相关学科的工程技术人员阅读、参考。有需要者可与北京科学出版社北京学士书店有限责任公司魏绍云联系。地址:北京东皇城根北街16号,邮编:100717,电话:010-64018853,手机:13520206144,开户行:建行北京东四支行,账户名称:北京学士书店有限责任公司,账号:11001007400053002065。