

材料杨氏模量的纳米压入识别*

马德军 刘建敏

(装甲兵工程学院机械工程系, 北京 100072)

Chung Wo Ong

(香港理工大学应用物理系及材料研究中心, 香港)

何家文

(西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049)

摘要 通过对非理想 Berkovich 压头压入弹塑性固体的加、卸载曲线所进行的近似解析分析和数值分析表明, 在材料杨氏模量与压入参数间存在新的近似函数关系, 该关系把名义硬度和综合杨氏模量的比值与卸载功和压入总功的比值联系起来. 其中名义硬度 H_n 被定义为最大压入载荷 P_m 除以压头对应于最大压入深度 h_m 时的横截面积 $A(h_m)$, 即 $H_n = P_m/A(h_m)$. 结果材料杨氏模量的识别可以通过仅仅测定压头的最大压入载荷、最大压入深度以及压入功来实现, 而不必利用初始卸载斜率和投影接触面积. 因此将该方法称为“纯能量方法”. 经 5 种材料杨氏模量的纳米压入识别实验证明, “纯能量方法”较现有方法具有较高的识别精度.

关键词 杨氏模量 纳米压入 名义硬度 压入功

随着表面材料科学研究的不断深入以及以 MEMS 为代表的小尺度材料研究的兴起, 相应材料的力学性能测试因传统方法不再适用而变得困难起来. 于是在上世纪 80 年代末、90 年代初人们开发研制了被誉为“材料显微力学性能探针”的纳米压入仪. 根据纳米压入仪测得的载荷-位移关系曲线, 不仅材料表层硬度可以确定, 而且材料的诸多基本力学性能参数也可能被识别^[1-5]. 其中, 杨氏模量的识别因其基础性质而备受人们的关注, 成为研究的热点问题.

与标准单轴拉伸测量不同, 由于涉及复杂的非线性, 杨氏模量的压入识别只

2003-12-11 收稿, 2004-03-24 收修改稿

* 香港特别行政区 RGC(批准号: B-Q281)和香港理工大学智能材料中心(批准号: 1.A.310)资助项目

SCIENCE IN CHINA Ser. E Engineering & Materials Science

能是间接的和近似的. 因此, 识别精度很大程度上取决于人们所建立的杨氏模量与压入参数间的近似函数关系. 作为早期研究成果, Oliver 与 Pharr 提出了如下著名的函数关系^[4,5]:

$$E_r = \frac{\sqrt{\delta}}{2b} \frac{S_u}{\sqrt{A}}, \quad (1)$$

式中, S_u 为初始卸载斜率; E_r 为综合杨氏模量, 其与被压材料杨氏模量 E 、Poisson 比 ν 以及压头相应参量 (E_i, n_i) 间的关系为: $1/E_r = (1 - \nu^2)/E + (1 - \nu_i^2)/E_i$; b 为与压头形状有关的常数, 对于 Berkovich 压头, $b = 1.034$, 对于球压头, $b = 1$; A 为压头与被压材料间的投影接触面积. 按照 Oliver 与 Pharr 提供的方法, A 可以由卸载曲线确定. 然而为避免由此引入误差, 近年来一些学者^[6-10]纷纷开始探索新的函数关系, 其中 Cheng 等人^[6,7]的工作最具代表性. 通过对理想圆锥压头压入问题进行数值模拟, Cheng 和 Cheng 发现在材料硬度和综合杨氏模量的比值与卸载功和压入总功的比值间存在近似一一对应关系, 即

$$\frac{H}{E_r} = f\left(\frac{W_e}{W}\right), \quad (2)$$

式中, H 是材料硬度, 被定义为最大压入载荷 P_m 除以投影接触面积 A , 即 $H = P_m/A$; W_e 和 W 分别为卸载功和压入总功, 正如图 1 所示, 它们在数值上分别等于卸载曲线和加载曲线与横坐标所围面积. 通过联合关系(1)与关系(2), 同时消去 A , E_r 可以被表示为

$$E_r = \frac{\delta}{4b^2} f\left(\frac{W_e}{W}\right) \frac{S_u^2}{P_m}. \quad (3)$$

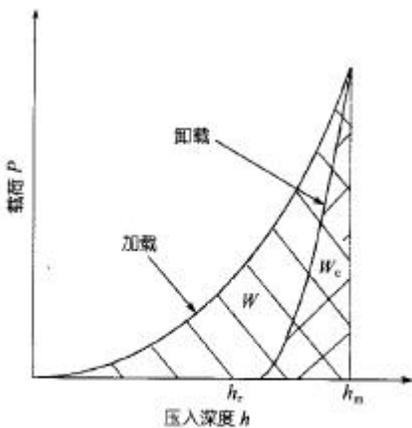


图 1 纳米压入加、卸载曲线与有关参数示意图

很明显, 当上述关系被用于确定材料的杨氏模量时, 不再需要投影接触面积 A . 正是由于这一特点, 使得上述关系不同于 Oliver 与 Pharr 的关系. 为区分起见, 关系(1)被称为“斜率关系”, 关系(3)被称为“斜率-能量关系”, 而相应的确定材料杨氏模量的方法被分别称为“斜率方法”和“斜率-能量方法”. 尽管“斜率关系”与“斜率-能量关系”形式不同, 但由于它们都共同依赖于测试精度不高的初始卸载斜率 S_u , 结果精度问题依然是“斜率方法”和“斜率-能量方法”的基本问题.

我们将针对非理想 Berkovich 压头情况(含理想 Berkovich 压头情况)展开研究. 通过对锥压入问题所进行的近似解析分析和数值分析表明, 在杨氏模量与压入参数间存在新的近似函数关系, 该关系把名义硬度和综合杨氏模量的比值与卸载功和压入总功的比值联系起来. 其中名义硬度 H_n 被定义为最大压入载荷 P_m 除以压头对应于最大压入深度 h_m 时的横截面积 $A(h_m)$, 即 $H_n = P_m/A(h_m)$. 结果材料杨氏模量的识别可以通过仅仅测定压头的最大压入载荷、最大压入深度以及压入功来实现, 而不必利用初始卸载斜率和投影接触面积. 由于上述特点, 我们称本文建立的方法为“纯能量方法”.

1 压入分析

1.1 非理想 Berkovich 压头的简化模型

在纳米压入实验中, Berkovich 压头获得广泛应用. 与传统 Vickers 压头相比, Berkovich 压头的优点在于可以避免压头尖端出现横刃, 但由于加工、磨损等因素导致 Berkovich 压头尖端钝化依然不可避免. 研究表明, 就纳米压入加、卸载曲线而言, 尖端钝化的 Berkovich 压头可以用尖端为球帽的圆锥压头来近似^[11]. 因此, 考虑简单, 本文只就材料在尖端为球帽钝化的圆锥压头作用下的压入响应展开分析. 图 2 表示了与该压头有关的几何参数, 其中, q 为圆锥压头的锥半角, 取值为 70.3° , 以确保在较大压入深度情况下, 圆锥压头与 Berkovich 压头具有相同的面积-深度关系; R 为球帽半径, 其具体数值可以按在浅压入深度情况下, 两压头具有相同面积-深度关系来确定; Δh 为球帽顶端与理想圆锥压头顶端的距离; h_0 为球帽顶端到球帽与圆锥体相切圆环所在平面的距离. 上述参数间存在如下关系: $h_0 = \Delta h \sin q$, $\Delta h = (1/\sin q - 1)R$. 显然, 对于确定的 q , 只需用一个参数 Δh 或 R 即可表示非理想圆锥压头的几何. 在本文的研究中, 我们采用前者, 并且定义 Δh 为非理想圆锥压头亦即非理想 Berkovich 压头的绝对钝化量, 定义 $\Delta h/h_m$ 为压头的相对钝化量.

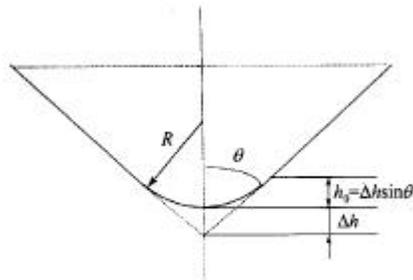


图 2 尖端为球帽钝化的圆锥压头示意图

1.2 近似解析分析

材料杨氏模量与压入响应间的关系可以通过近似解析方法来确定. 考虑到压头几何, 分以下 3 种情况予以讨论.

1.2.1 0 Dh/h_m 0.2

在这种情况下, 压头的相对钝化量较小, 按照 Cheng 等人^[12]的分析, 钝压头压入材料 h 深时的载荷可以用理想压头压入材料 $h + \Delta h$ 深时的载荷来近似, 此时, 载荷与压入深度间的关系为

$$P = C(h + \Delta h)^2, \quad (4)$$

式中, P 为压入载荷; C 是常数, 其值仅与被压材料的弹塑性和压头材料的弹性特性有关. 结果压头在压入加载阶段的压入总功可以被确定为

$$W = \int_0^{h_m} P dh = P_m h_m \frac{1}{3} \frac{[(1 + \Delta h/h_m)^3 - (\Delta h/h_m)^3]}{(1 + \Delta h/h_m)^2}. \quad (5)$$

令

$$f_{\Delta l}(\Delta h/h_m) = \frac{1}{3} \frac{[(1 + \Delta h/h_m)^3 - (\Delta h/h_m)^3]}{(1 + \Delta h/h_m)^2}, \quad (6)$$

则压入总功可以被另写为

$$W = P_m h_m f_{\Delta l}(\Delta h/h_m). \quad (7)$$

为了进一步研究卸载过程, 我们提出一个近似分析模型. 该模型假设非理想锥压头(含理想锥压头)压入弹塑性固体时压头与被压材料间的接触应力在任意轴对称平面内近似为椭圆分布. 结果由于具有相同的应力分布, 锥压头压入弹塑性固体的卸载行为近似等效于某一假想球压头压入弹性固体的卸载行为. 图 3 给出了两种压头在卸载初始时刻的等效关系. 应用 Hertz 关于弹性接触问题的研究结果^[13], 卸载载荷 P_u 可根据下式确定:

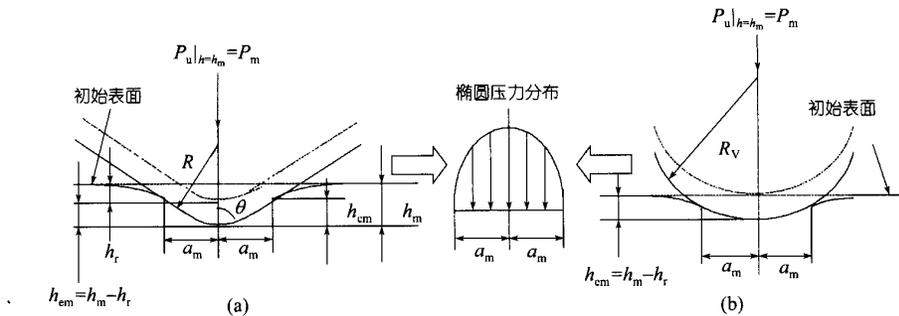


图 3 非理想圆锥压头(含理想圆锥压头)压入弹塑性固体的卸载行为与假想球压头压入弹性固体的卸载行为等效的示意图

(a) 弹塑性材料, (b) 弹性材料

$$P_u = \frac{4}{3} E_r R_V^{0.5} (h - h_r)^{1.5}, \quad (8)$$

式中, h_r 为锥压头的残余压痕深度; $h - h_r$ 为锥压头到其完全卸载位置的垂直距离, 且数值上等于假想球压头压入弹性固体的深度; R_V 为假想球压头的半径, 它与接触半径 a 的关系为

$$R_V = \frac{4E_r}{3P_u} a^3. \quad (9)$$

通过积分(8)式, 卸载功 W_e 可以被确定为

$$W_e = \int_{h_r}^{h_m} P_u dh = \frac{1}{2.5} P_m (h_m - h_r). \quad (10)$$

令

$$h_{em} = h_m - h_r, \quad (11)$$

则(10)式可以被另写为

$$W_e = \frac{1}{2.5} P_m h_{em}. \quad (12)$$

用(7)式除(12)式得

$$\frac{h_{em}}{h_m} = 2.5 f_{\Delta 1} (\Delta h / h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right). \quad (13)$$

将(9)和(11)式代入(8)式中, 最大压入载荷 P_m , 亦即卸载初始时刻的卸载载荷 $P_u|_{h=h_m}$ 可以被确定为

$$P_m = P_u|_{h=h_m} = \frac{4}{3} E_r a_m h_{em}, \quad (14)$$

式中, a_m 为最大接触半径, 它与最大接触深度 h_{cm} 的关系为

$$a_m = (h_{cm} + \Delta h) \tan \varphi. \quad (15)$$

为确定最大接触深度 h_{cm} , Oliver 等人^[4]与 Loubet 等人^[14]分别建议

$$h_{cm} = h_m - 0.75 \frac{P_m}{S_u} \quad (16)$$

和

$$h_{cm} = 1.2 \left(h_m - \frac{P_m}{S_u} \right). \quad (17)$$

通过在最大压入深度对(8)式求导数, S_u 可以被确定, 则上述两式可以被另写为

$$h_{cm} = h_m - 0.5h_{em} \quad (18)$$

和

$$h_{cm} = 1.2h_m - 0.8h_{em}. \quad (19)$$

在本文的分析中我们使用如下关系:

$$h_{cm} = 1.1h_m - 0.6h_{em}. \quad (20)$$

通过联合(14), (15)和(20)式, 并且考虑名义硬度的定义得

$$\begin{aligned} H_n &= \frac{P_m}{A(h_m)} = \frac{(4/3)E_r a_m h_{em}}{24.5(\Delta h + h_m)^2} \\ &= \frac{(4/3)E_r [1.1 - 0.6(h_{em}/h_m) + (\Delta h/h_m)] \tan \mathbf{q} (h_{em}/h_m)}{24.5(1 + \Delta h/h_m)^2}. \end{aligned} \quad (21)$$

进一步将(13)式代入(21)式中, 最终获得在条件 $0 < \Delta h/h_m < 0.2$ 情况下材料杨氏模量与压入参数间的近似函数关系为

$$\frac{H_n}{E_r} = \frac{f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m) \tan \mathbf{q} [1.1 - 1.5f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m)(W_e/W) + (\Delta h/h_m)](W_e/W)}{7.35(1 + \Delta h/h_m)^2}. \quad (22)$$

1.2.2 Dh/h_m $1/\sin \mathbf{q}$

在这种情况下, 压头尖端的球帽几何对压入响应起主导作用. 根据 Johnson^[15]的分析知, 材料在承受球压入时存在两种临界状态: 第1种为纯弹性状态, 第2种为完全塑性状态. 对于第1种状态, 即纯弹性压入状态, Hertz^[13]给出了压入载荷与压入深度间的关系为

$$P = \frac{4}{3} E_r R^{0.5} h^{1.5}. \quad (23)$$

对于完全塑性压入状态, Alcalá 等人证明载荷 P 与 $h^{(1+0.5n)}$ 成正比^[16]:

$$P \propto h^{(1+0.5n)}, \quad (24)$$

式中, n 为应变硬化指数, 对于绝大多数金属和合金其值在 0 至 0.5 范围之间. 通过考察上述两种临界状态并考虑到两种临界状态间的中间情况, 压入深度 h 的幂指数应在 1.0~1.5 范围内. 本文采用其中间值 1.25, 结果球压入加载曲线可以被近似表示为

$$P = Kh^{1.25}, \quad (25)$$

式中, K 为仅与被压材料的弹塑性和压头材料的弹性特性有关的常数. 通过积分(25)式, 压入总功 W 被确定为

$$W = \int_0^{h_m} P dh = \frac{1}{2.25} P_m h_m. \quad (26)$$

至于卸载过程, 我们采用与情况(1)类似的分析模型. 结果通过(12)式与(26)式相除, 比值 h_{em}/h_m 可以确定为

$$\frac{h_{em}}{h_m} = \left(\frac{2.5}{2.25} \right) \left(\frac{W_e}{W} \right). \quad (27)$$

考虑到压头与被压材料的实际接触位置既可能位于球体上也可能位于锥体上, 所以, 接触半径 a_m 的确定依赖于比值 h_{cm}/h_0 , 即

$$a_m = \begin{cases} (h_{cm} + \Delta h) \tan \mathbf{q}, & h_{cm}/h_0 \geq 1, \\ \sqrt{2Rh_{cm} - h_{cm}^2}, & h_{cm}/h_0 < 1. \end{cases} \quad (28)$$

根据(20)式及关系 $h_0 = \Delta h \sin \mathbf{q}$ 得

$$\frac{h_{cm}}{h_0} = \frac{1.1 - 0.6(h_{em}/h_m)}{(\Delta h/h_m) \sin \mathbf{q}}. \quad (29)$$

进一步将(27)式代入上式又得

$$\frac{h_{cm}}{h_0} = \frac{1.1 - (2/3)(W_e/W)}{(\Delta h/h_m) \sin \mathbf{q}}. \quad (30)$$

令 $h_{cm}/h_0 = 1$ 及 $(W_e/W)_1$ 代表与之相应的 W_e/W 值, 那么有

$$\begin{aligned} (W_e/W)_1 &= (W_e/W)|_{h_{cm}/h_0=1} \\ &= 1.5[1.1 - (\Delta h/h_m) \sin \mathbf{q}]. \end{aligned} \quad (31)$$

因此(28)式可以另写为

$$a_m = \begin{cases} (h_{cm} + \Delta h) \tan \mathbf{q}, & W_e/W \leq (W_e/W)_1, \\ \sqrt{2Rh_{cm} - h_{cm}^2}, & W_e/W > (W_e/W)_1. \end{cases} \quad (32)$$

联合(14), (20)和(32)式, 并且考虑名义硬度的定义及 $R = [\sin \mathbf{q} / (1 - \sin \mathbf{q})] \Delta h$, 可以得

$$\begin{aligned} H_n &= \frac{P_m}{A(h_m)} = \frac{(4/3)E_r a_m h_{em}}{\delta(2Rh_m - h_m^2)} \\ &= \begin{cases} \frac{(4/3)E_r \left[1.1 - 0.6 \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right) + \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \right] \tan \mathbf{q} \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right)}{\delta \left[\frac{\sin \mathbf{q}}{1 - \sin \mathbf{q}} \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \right]}, & W_e/W \leq (W_e/W)_1, \\ \frac{(4/3)E_r \sqrt{2 \frac{\sin \mathbf{q}}{1 - \sin \mathbf{q}} \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \left[1.1 - 0.6 \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right) \right] - \left[1.1 - 0.6 \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right) \right]^2} \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right)}{\delta \left[\frac{\sin \mathbf{q}}{1 - \sin \mathbf{q}} \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \right]}, & W_e/W > (W_e/W)_1. \end{cases} \quad (33) \end{aligned}$$

最后将(27)式代入(33)式中, 获得在条件 $\Delta h/h_m \leq 1/\sin \mathbf{q}$ 情况下材料杨氏模量与压入参数间的近似函数关系为

$$\frac{H_n}{E_r} = \begin{cases} \frac{\left[1.1 - (2/3) \left(\frac{W_e}{W} \right) + \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \right] \tan \alpha \left(\frac{W_e}{W} \right)}{0.675 \delta \left[\frac{\sin \alpha \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right)}{1 - \sin \alpha} \right]^\pm}, & W_e / W \leq (W_e / W)_1, \\ \frac{\left(\frac{W_e}{W} \right) \sqrt{2 \frac{\sin \alpha \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right)}{1 - \sin \alpha} \left[1.1 - (2/3) \left(\frac{W_e}{W} \right) \right] - \left[1.1 - (2/3) \left(\frac{W_e}{W} \right) \right]^2}}{0.675 \delta \left[\frac{\sin \alpha \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right)}{1 - \sin \alpha} \right]^\pm}, & W_e / W > (W_e / W)_1. \end{cases} \quad (34)$$

1.2.3 0.2 < Dh/h_m < 1/sinα

在这种情况下, 我们将在条件(1)与(2)下分别导出的压入总功的线性组合作为目前条件下的压入总功, 结果有

$$\begin{aligned} W &= \left(\frac{1/\sin \alpha - \Delta h/h_m}{1/\sin \alpha - 0.2} \right) P_m h_m f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m) + \left[1 - \left(\frac{1/\sin \alpha - \Delta h/h_m}{1/\sin \alpha - 0.2} \right) \right] \frac{1}{2.25} P_m h_m \\ &= P_m h_m \left[\left(\frac{1/\sin \alpha - \Delta h/h_m}{1/\sin \alpha - 0.2} \right) f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m) + \frac{1}{2.25} \left(\frac{\Delta h/h_m - 0.2}{1/\sin \alpha - 0.2} \right) \right]. \end{aligned} \quad (35)$$

令

$$f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) = \left(\frac{1/\sin \alpha - \Delta h/h_m}{1/\sin \alpha - 0.2} \right) f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m) + \frac{1}{2.25} \left(\frac{\Delta h/h_m - 0.2}{1/\sin \alpha - 0.2} \right), \quad (36)$$

那么(35)式可以另写为

$$W = P_m h_m f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m). \quad (37)$$

至于卸载过程, 我们采用与情况(2)类似的分析模型. 结果容易确定下列关系:

$$\frac{h_{em}}{h_m} = 2.5 f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right), \quad (38)$$

$$(W_e / W)_2 = (W_e / W) \Big|_{h_{em}/h_0=1} = \frac{1.1 - (\Delta h/h_m) \sin \alpha}{1.5 f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m)} \quad (39)$$

和

$$\begin{aligned}
 H_n &= \frac{P_m}{A(h_m)} = \frac{(4/3)E_r a_m h_{em}}{24.5(\Delta h + h_m)^2} \\
 &= \left\{ \begin{aligned} &\frac{(4/3)E_r \left[1.1 - 0.6 \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right) + \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \right] \tan \mathbf{q} \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right)}{24.5 \left(1 + \frac{\Delta h}{h_m} \right)^2}, \\ &W_e / W \leq (W_e / W)_2, \end{aligned} \right. \quad (40) \\
 &= \left\{ \begin{aligned} &\frac{(4/3)E_r \sqrt{2 \frac{\sin \mathbf{q}}{1 - \sin \mathbf{q}} \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \left[1.1 - 0.6 \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right) \right] - \left[1.1 - 0.6 \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right) \right]^2} \left(\frac{h_{em}}{h_m} \right)}{24.5 \left(1 + \frac{\Delta h}{h_m} \right)^2}, \\ &W_e / W > (W_e / W)_2. \end{aligned} \right.
 \end{aligned}$$

进一步将(38)式代入(40)式中, 最终获得在条件 $0.2 < \Delta h/h_m < 1/\sin \mathbf{q}$ 情况下材料杨氏模量与压入参数间的近似函数关系为

$$\begin{aligned}
 \frac{H_n}{E_r} &= \left\{ \begin{aligned} &\frac{\left[1.1 - 1.5 f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right) + \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \right] \tan \mathbf{q} f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right)}{7.35 \left(1 + \frac{\Delta h}{h_m} \right)^2}, \\ &W_e / W \leq (W_e / W)_2, \end{aligned} \right. \quad (41) \\
 &= \left\{ \begin{aligned} &f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right) \times \\ &\frac{\sqrt{2 \frac{\sin \mathbf{q}}{1 - \sin \mathbf{q}} \left(\frac{\Delta h}{h_m} \right) \left[1.1 - 1.5 f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right) \right] - \left[1.1 - 1.5 f_{\Delta 2}(\Delta h/h_m) \left(\frac{W_e}{W} \right) \right]^2}}{7.35 \left(1 + \frac{\Delta h}{h_m} \right)^2}, \\ &W_e / W > (W_e / W)_2. \end{aligned} \right.
 \end{aligned}$$

由(22), (34)和(41)式可以看出, 对于确定的 $\Delta h/h_m$, H_n/E_r 仅与 W_e/W 有关.

1.3 数值分析

为数值分析材料在球帽钝化圆锥压头作用下的压入响应, 我们假设被压材料为均匀、各向同性、率无关固体, 且遵循 Von Mises 屈服准则和纯各向同性强化准则, 同时假设被压材料的单轴应力-应变关系由线弹性与 Hollomon 幂硬化函数组成, 即

$$\mathbf{s} = \begin{cases} E\mathbf{e}, & \mathbf{e} \leq \mathbf{e}_y, \\ \mathbf{s}_y(\mathbf{e}/\mathbf{e}_y)^n, & \mathbf{e} > \mathbf{e}_y, \end{cases} \quad (42)$$

式中, \mathbf{s} 和 \mathbf{e} 为真应力和真应变, \mathbf{s}_y 和 $\mathbf{e}_y = \mathbf{s}_y/E$ 为屈服应力和屈服应变, n 为应变硬化指数. 结果, 当假设压头为弹性体、压头与被压材料间无摩擦时, 任何压入响应均可以表示为被压材料的弹、塑性特性($E, \mathbf{n}, \mathbf{s}_y, n$)、压头材料的弹性特性(E_i, \mathbf{n}_i)以及压入深度(h 或 h_m)的函数. 本文将名义硬度 H_n 和比功 W_c/W 当成压入响应, 那么它们可以分别表示为如下函数:

$$H_n = f_H(E, \mathbf{n}, \mathbf{s}_y, n, E_i, \mathbf{n}_i, \Delta h, h_m), \quad (43)$$

$$W_c/W = f_W(E, \mathbf{n}, \mathbf{s}_y, n, E_i, \mathbf{n}_i, \Delta h, h_m). \quad (44)$$

参照 Dao 等人的方法^[10], 将压头和被压材料的综合弹性效应用一个参量即综合杨氏模量 E_r 表示, 则上述两式可以被简化为

$$H_n = f_H(\mathbf{s}_y, n, E_r, \Delta h, h_m), \quad (45)$$

$$W_c/W = f_W(\mathbf{s}_y, n, E_r, \Delta h, h_m). \quad (46)$$

应用量纲定理, (45)和(46)式可以被改写为如下无量纲函数形式:

$$H_n/E_r = F_H(\mathbf{s}_y/E_r, n, \Delta h/h_m), \quad (47)$$

$$W_c/W = F_W(\mathbf{s}_y/E_r, n, \Delta h/h_m). \quad (48)$$

很明显, 为了研究 H_n/E_r 与 W_c/W 间的关系, 需要首先获得(47)和(48)式的显式解. 为此, 我们应用具有大变形分析能力的商用有限元软件 ABAQUS^[17]来模拟计算锥压入响应. 考虑到在(47)和(48)式中, \mathbf{s}_y/E_r 是作为单独一个变量存在的, 因此为了改变它, 可以保持 E_r 不变亦即所有弹性特性 E_i, \mathbf{n}_i, E 和 \mathbf{n} 不变而仅改变 \mathbf{s}_y , 特别是在计算中可以将压头视为刚性体进而消除压头参数 E_i 和 \mathbf{n}_i . 类似的处理方法也适于改变 $\Delta h/h_m$. 据此, 计算中涉及的有关参数可以被分别设定为: $E = 70$ GPa, $\mathbf{n} = 0.3$, $h_m = 1$ μm , $\mathbf{s}_y = 35 \sim 10500$ MPa, $n = 0 \sim 0.45$ 和 $\Delta h = 0 \sim 12.4336$ μm . 此外, 为便于研究, 选择 $\Delta h/h_m$ 的 7 个不同比值, 并针对每个比值考察 H_n/E_r 与 W_c/W 间的关系. 这 7 个不同比值为 0, 0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 3.0 和 12.4336, 它们可以被统一表示为 $(\Delta h/h_m)_j$ ($j = 1, 2, \dots, 7$). 根据计算结果, 当 $(\Delta h/h_m)_3 = 0.5$ 时, 图 4 和 5 分别给出了参量 H_n/E_r 和参量 W_c/W 在 n 不同取值情况下随参量 \mathbf{s}_y/E_r 的变化关系. 若将所有相同 \mathbf{s}_y/E_r 和 n 所对应的 H_n/E_r 和 W_c/W 画在同一坐标图中, 则结果如图 6 中第 3 种情况($\Delta h/h_m = 0.5$)所示. 显然, 所有数据点几乎位于同一条曲线上, 从而表明在参量 H_n/E_r 和参量 W_c/W 间存在近似一一对应关系. 进一步考察 $\Delta h/h_m$ 的其他取值情况, 结果可以看到相同的现象. 图 6(a), 6(b)与 6(d)~6(g)分别给出了相应结果. 若用多项式来拟合参量 H_n/E_r 与参量 W_c/W 间的近似函数关系, 则对应 7 个不同比值 $(\Delta h/h_m)_j$ ($j = 1, 2, \dots, 7$), 存在 7 个函数关系, 它们可以被统一表示为

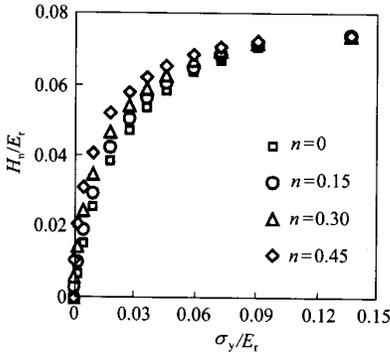


图 4 当 $(\Delta h/h_m)_3 = 0.5$ 时, H_n/E_r 与 σ_y/E_r 和 n 的依赖关系

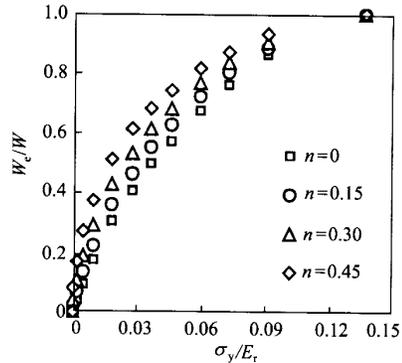


图 5 当 $(\Delta h/h_m)_3 = 0.5$ 时, W_c/W 与 σ_y/E_r 和 n 的依赖关系

$$(H_n/E_r)_j = Y_j(W_c/W) = \sum_{i=1,2,\dots,6} a_{ij}(W_c/W)^i \quad (j=1,2,\dots,7), \quad (49)$$

式中, Y_j 为第 j ($j = 1, 2, \dots, 7$) 个相应于比值 $(\Delta h/h_m)_j$ 的函数关系, a_{ij} ($i = 1, 2, \dots, 6, j = 1, 2, \dots, 7$) 为多项式系数, 其值见表 1. 根据以上分析可以推断, 对于任一比值 $\Delta h/h_m$, 只要属于范围 $0 \sim 12.4336$ 内, 相应参量 H_n/E_r 均可表示为相应参量 W_c/W 的函数, 即

$$H_n/E_r = Y(W_c/W), \quad (50)$$

表 1 系数 a_{ij} ($i = 1, 2, \dots, 6, j = 1, 2, \dots, 7$) 的取值

| j | $(\Delta h/h_m)_j$ | a_{1j} | a_{2j} | a_{3j} | a_{4j} | a_{5j} | a_{6j} |
|-----|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1 | 0 | 0.18408 | -0.24835 | 0.50721 | -0.86118 | 0.75187 | -0.25388 |
| 2 | 0.2 | 0.17918 | -0.29111 | 0.76403 | -1.44113 | 1.34464 | -0.47996 |
| 3 | 0.5 | 0.16352 | -0.26383 | 0.65713 | -1.13560 | 0.96922 | -0.31700 |
| 4 | 1.0 | 0.12903 | -0.21498 | 0.54428 | -0.91821 | 0.76181 | -0.24346 |
| 5 | 1.5 | 0.10377 | -0.16829 | 0.39042 | -0.60740 | 0.47293 | -0.14430 |
| 6 | 3.0 | 0.07009 | -0.10262 | 0.22412 | -0.34838 | 0.27553 | -0.08609 |
| 7 | 12.4336 | 0.03560 | -0.06993 | 0.19772 | -0.34292 | 0.28861 | -0.09316 |

并且函数 $Y(W_c/W)$ 的值可以根据 7 个函数值 $Y_j(W_c/W)$ ($j = 1, 2, \dots, 7$) 用插值方法确定.

为了比较, 图 6(a)~6(g) 还显示了根据近似解析关系式(22), (34)和(41)计算所得参量 H_n/E_r 与参量 W_c/W 间的函数关系. 两种结果接近说明, 本文分别根据近似解析方法和数值方法所揭示的参量 H_n/E_r 与参量 W_c/W 间的近似函数关系可以被相互解释和验证.

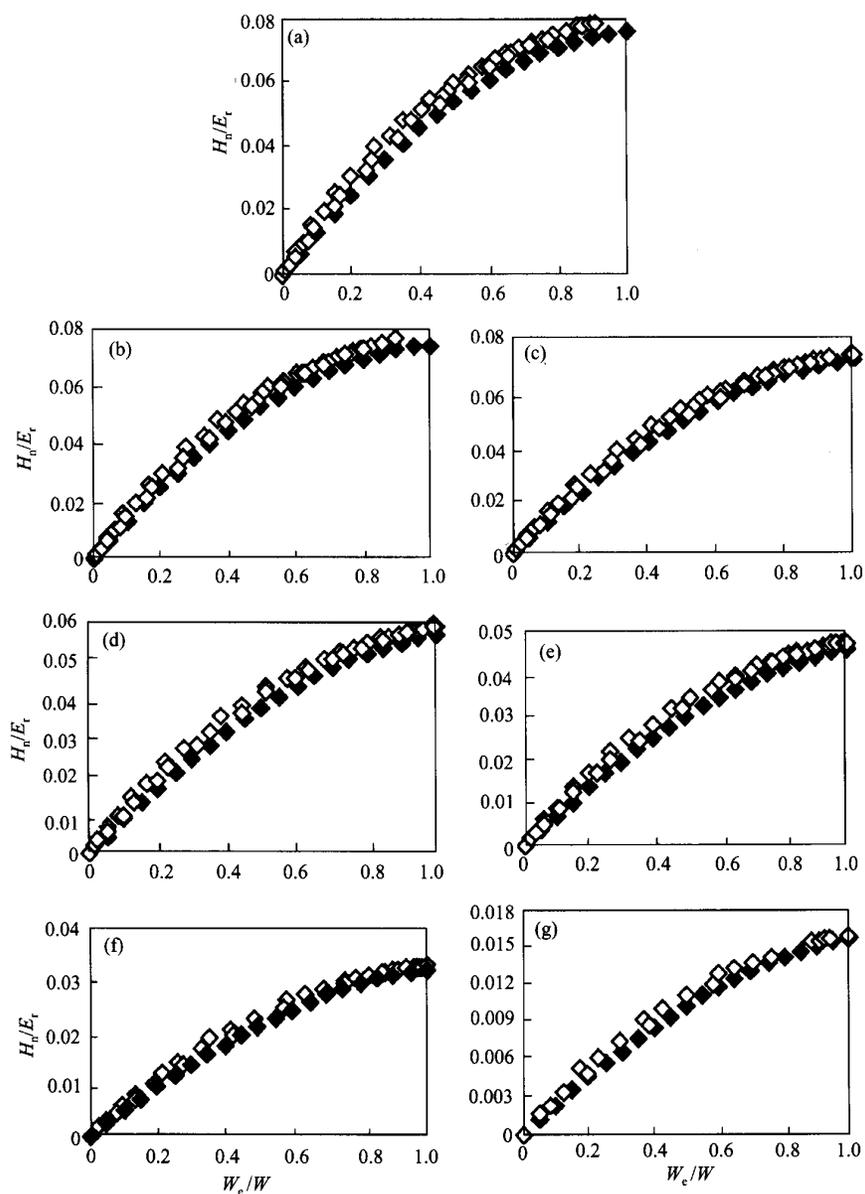


图 6 H_n/E_r 与 W_c/W 间的近似一一对应关系

(a) $(\Delta h/h_m)_1 = 0$, (b) $(\Delta h/h_m)_2 = 0.2$, (c) $(\Delta h/h_m)_3 = 0.5$, (d) $(\Delta h/h_m)_4 = 1.0$, (e) $(\Delta h/h_m)_5 = 1.5$, (f) $(\Delta h/h_m)_6 = 3.0$,
 (g) $(\Delta h/h_m)_7 = 12.4336$. \blacklozenge 示近似解析分析结果, \diamond 示数值分析结果

2 杨氏模量的识别方法

根据上节所揭示的参量 H_n/E_r 与参量 W_e/W 间的函数关系, 可以给出材料杨氏模量的压入识别方法, 即“纯能量方法”, 其步骤如下:

() 按照 Oliver 与 Pharr^[4]提供的方法标定纳米压入仪所使用的 Berkovich 压头的面积-深度关系, 即面积函数 $A(h)$, 然后按 1.1 节提供的方法确定 R , 进而确定

$$\Delta h = (1/\sin q - 1)R.$$

() 利用标定的 Berkovich 压头和纳米压入仪实际测定所研究材料的纳米压入加、卸载曲线.

() 通过积分加、卸载曲线分别计算压入总功 W 和卸载功 W_e .

() 根据最大压入载荷 P_m 、最大压入深度 h_m 以及压头对应于最大压入深度 h_m 时的横截面积 $A(h_m)$ 计算名义硬度 H_n :

$$H_n = P_m/A(h_m).$$

() 根据表 1 提供的系数 a_{ij} ($i = 1, 2, \dots, 6, j = 1, 2, \dots, 7$) 分别计算对应于 7 个比值 $(\Delta h/h_m)_j$ ($j = 1, 2, \dots, 7$) 的 7 个函数值

$$Y_j(W_e/W) = \sum_{i=1,2,\dots,6} a_{ij}(W_e/W)^i \quad (j = 1, 2, \dots, 7),$$

然后用插值方法确定对应于比值 $\Delta h/h_m$ 的函数值 $Y(W_e/W)$.

() 根据关系式(50)确定综合杨氏模量 E_r :

$$E_r = H_n/Y(W_e/W).$$

() 根据金刚石压头材料的杨氏模量 $E_i = 1141$ GPa、Poisson 比 $n_i = 0.07$ 及被压材料的 Poisson 比 n , 最终由综合杨氏模量的定义确定被测测试材料的杨氏模量 E :

$$E = (1-n^2)/[1/E_r - (1-n_i^2)/E_i].$$

3 识别方法的实验验证

为检验本文所提杨氏模量识别方法的有效性, 分别对 S45C 中碳钢、6061 铝合金、钨单晶、铝单晶和非晶 SiO_2 5 种材料进行纳米压入实验. 试样表面采用颗粒直径为 0.1 μm 的 Al_2O_3 研磨膏抛光. 实验在商用纳米压入仪 Nano Indenter[®] IIs (Nano Instruments, Inc)上完成. 所用压头为金刚石 Berkovich 压头. 通过采用 Oliver 与 Pharr 提供的压头面积函数标定程序和标定所得面积-深度关系, 该 Berkovich 压头可以等效为尖端具有球半径为 $R = 650$ nm、半角为 $q = 70.3^\circ$ 的圆锥压头, 进而可以确定 Berkovich 压头的绝对钝化量 $\Delta h = 40.4$ nm. 为说明其合理性, 将面积-深度关系转化成圆半径-深度关系, 结果如图 7 所示. 显然, 实际压

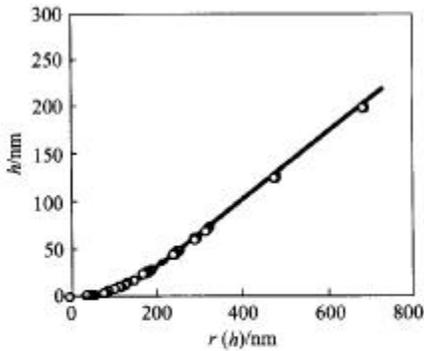


图 7 球帽半径 $R = 650 \text{ nm}$ 、锥半角 $\theta = 70.3^\circ$ 的非理想圆锥压头的圆半径-深度关系(—)与实际 Berkovich 压头相应关系(\circ)的比较

的材料杨氏模量识别程序, 并且考虑 5 种材料的 Poisson 比分别为: $\nu = 0.3$ 相应于 S45C 中碳钢, $\nu = 0.33$ 相应于 6061 铝合金, $\nu = 0.28$ 相应于钨单晶, $\nu = 0.347$ 相应于铝单晶, $\nu = 0.17$ 相应于非晶 SiO_2 . 结果 5 种材料的杨氏模量可以容易地确定. 为了与标准值进行比较, 对 S45C 中碳钢和 6061 铝合金做了标准单轴拉伸实验, 并测得其杨氏模量分别为 200.1 和 70.5 GPa. 至于钨单晶、铝单晶和非晶 SiO_2 , 采用文献[4]提供的数值, 即 409.8, 70.4 和 72 GPa 分别作为其标准值. 进一步计算杨氏模量的压入识别结果与其标准值之比, 并依此检验杨氏模量的压入识别精度, 结果如图 9(a)~9(e)中的“纯能量方法”所示. 同样显示在图 9(a)~9(e)中的还有基于“斜率方法”以及“斜率-能量方法”的结果, 两种方法所使用的常数 b 分别为 1.034 和 1.096^[10]. 这里需要指出的是, 以前发展的“斜率-能量方法”均针对理想锥压头, 因此不能直接用于钝化压头情况, 但基于其精神容易将它推广至钝化锥压头情况. 本文通过数值计算, 确定了在 7 个不同压头钝化条件 $(\Delta h/h_m)_j$ ($j = 1, 2, \dots, 7$) 下, H/E_r 与 W_e/W 间的 7 个近似函数关系, 即

$$(H/E_r)_j = f_j(W_e/W) = \sum_{i=1,2,\dots,6} b_{ij}(W_e/W)^i \quad (j = 1, 2, \dots, 7), \quad (51)$$

表 2 系数 b_{ij} ($i = 1, 2, \dots, 6, j = 1, 2, \dots, 7$) 的取值

| j | $(\Delta h/h_m)_j$ | b_{1j} | b_{2j} | b_{3j} | b_{4j} | b_{5j} | b_{6j} |
|-----|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1 | 0 | 0.14736 | 0.15960 | -0.23052 | 0.12656 | 0.18514 | -0.19733 |
| 2 | 0.2 | 0.11624 | 0.43645 | -1.75391 | 3.57297 | -3.37199 | 1.18249 |
| 3 | 0.5 | 0.11886 | 0.28747 | -1.02269 | 1.92793 | -1.69970 | 0.55020 |
| 4 | 1.0 | 0.10564 | 0.05871 | -0.13130 | 0.09605 | 0.06585 | -0.08460 |
| 5 | 1.5 | 0.09346 | -0.07342 | 0.47969 | -1.13309 | 1.16492 | -0.44249 |
| 6 | 3.0 | 0.05628 | 0.07060 | -0.25815 | 0.45620 | -0.37043 | 0.10768 |
| 7 | 12.4336 | 0.02867 | 0.00698 | 0.01887 | -0.10942 | 0.15827 | -0.07416 |

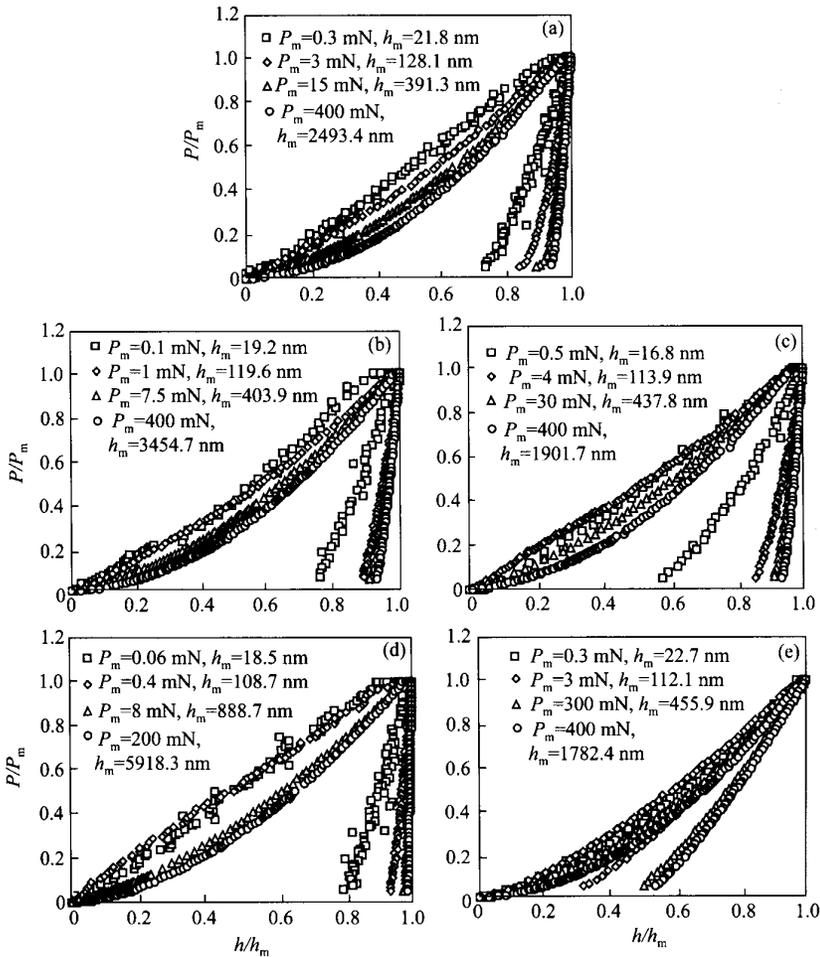


图 8 材料的典型纳米压入加、卸载曲线

(a) S45C 中碳钢, (b) 6061 铝合金, (c) 钨单晶, (d) 铝单晶, (e) 非晶 SiO₂

式中, $f_j (j = 1, 2, \dots, 7)$ 为第 $j (j = 1, 2, \dots, 7)$ 个相应于比值 $(\Delta h/h_m)_j$ 的函数关系, $b_{ij} (i = 1, 2, \dots, 6, j = 1, 2, \dots, 7)$ 为多项式系数, 其值见表 2. 据此可以用“斜率-能量方法”确定任一比值 $\Delta h/h_m$ 下的材料杨氏模量. 从图 9(a)~9(e) 中的结果可以看出, 应用本文所提材料杨氏模量的压入识别方法——“纯能量方法”对 5 种材料的杨氏模量均能做出好的识别. 相反, 当应用“斜率方法”和“斜率-能量方法”时存在较大的偏差, 其原因可能与初始卸载斜率 S_u 的确定精度有关.

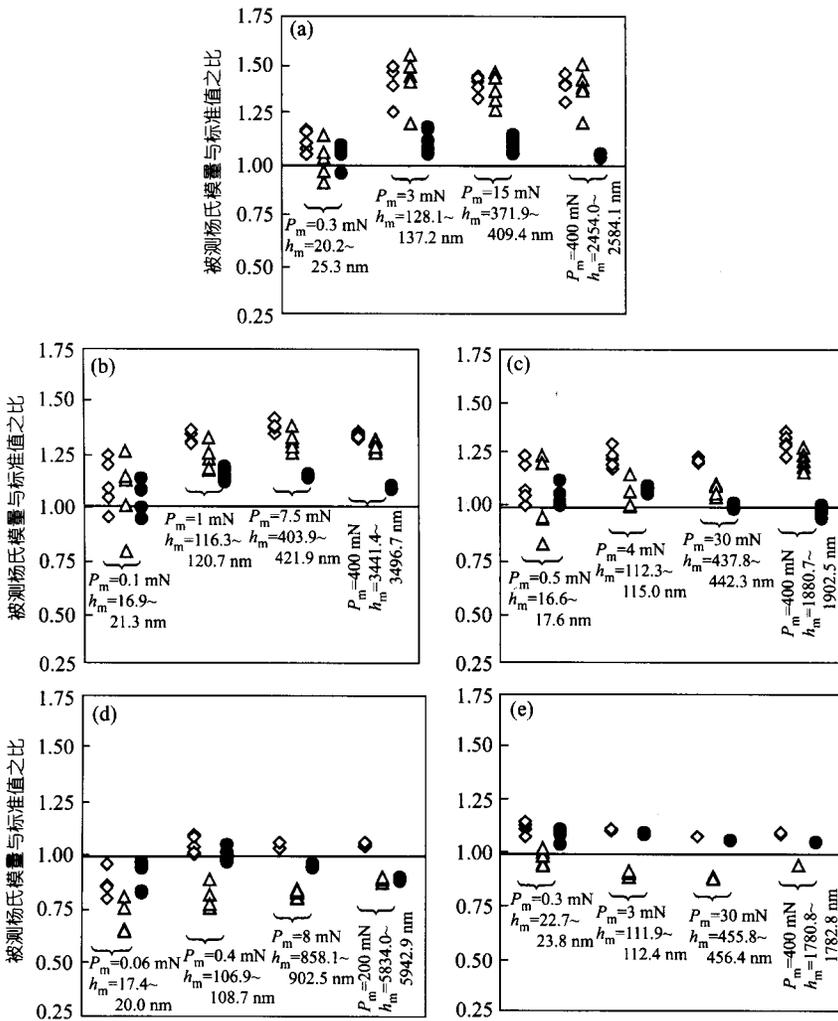


图 9 材料杨氏模量压入识别方法的比较

(a) S45C 中碳钢, (b) 6061 铝合金, (c) 钨单晶, (d) 铝单晶, (e) 非晶 SiO₂. ◆ 示斜率方法, △ 示斜率-能量方法, ● 示纯能量方法

4 结论

针对非理想 Berkovich 压头, 本文提出了材料杨氏模量纳米压入识别的新方法——“纯能量方法”。该方法仅仅需要测定压头的最大压入载荷、最大压入深度以及压入功, 而不必确定初始卸载斜率和投影接触面积。通过对 5 种材料杨氏模量的纳米压入识别实验表明, “纯能量方法”较现有方法具有较高的识别精度。

参 考 文 献

- 1 Pethica J B, Hutchings R, Oliver W C. Hardness measurement at penetration depth as small as 20 nm. *Phil Mag A*, 1983, 48(4): 593~606
- 2 Loubet J L, Georges J M, Marchesini O, et al. Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO). *J Tribology*, 1984, 106(1): 43~48
- 3 Newey D, Wilkens M A, Pollock H M. An ultra-low-load penetration hardness tester. *J Phys E: Sci Instrum*, 1982, 15(1): 119~122
- 4 Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res*, 1992, 7(6): 1564~1583
- 5 Pharr G M, Oliver W C, Brotzen F R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *J Mater Res*, 1992, 7(3): 613~617
- 6 Cheng Y T, Li Z, Cheng C M. in *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology II*. Baker S P, Cook R F, Corcoran S G, et al, eds. MRS Proc 649, Warrendale, 2001. Q1.1
- 7 Cheng Y T, Cheng C M. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Appl Phys Lett*, 1998, 73(5): 614~616
- 8 Giannakopoulos A E, Suresh S. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scripta Mater*, 1999, 40(10): 1191~1198
- 9 Venkatesh T A, Van Vliet K J, Giannakopoulos A E, et al. Determination of elasto-plastic properties by instrumented sharp indentation: guidelines for property extraction. *Scripta Mater*, 2000, 42(9): 833~839
- 10 Dao M, Chollacoop N, Van Vliet K J, et al. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Mater*, 2001, 49(19): 3899~3918
- 11 Pelletier H, Krier J, Cornet A, et al. Limits of using bilinear stress-strain curve for finite element modeling of nanoindentation response on bulk materials. *Thin Solid Films*, 2000, 379(1): 147~155
- 12 Cheng Y T, Cheng C M. Further analysis of indentation loading curves: effect of tip rounding on mechanical property measurements. *J Mater Res*, 1998, 13(4): 1059~1064
- 13 Johnson K L. *Contact Mechanics*. Cambridge: Cambridge University Press, 1985. 85~93
- 14 Loubet J L, Bauer M, Tonck A, et al. *Mechanical Properties and Deformation Behaviour of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 1993. 429~447
- 15 Johnson K L. *Contact Mechanics*. Cambridge: Cambridge University Press, 1985. 171~179
- 16 Alcalá J, Giannakopoulos A E, Suresh S. Continuous measurements of load-penetration curves with spherical microindenters and the estimation of mechanical properties. *J Mater Res*, 1998, 13(5): 1390~1400
- 17 Hibbitt, Karlsson, Sorensen Inc. *ABAQUS Theory Manual Version 6.2*. Pawtucket, 2000