

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2015.05.02

纳米压入测试中面积函数测量方法综述

任冬梅, 万宇, 段小艳

(中航工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

摘 要: 在纳米压入法材料力学性能测试中, 面积函数的准确测量对保证测量结果的准确性非常重要。本文对纳米压入测试中常用的面积函数确定方法进行了分类介绍, 并对各种方法的特点进行了分析, 指出了为提高纳米硬度和弹性模量等力学性能参数的测量准确性对面积函数进行校准的必要性。

关键词: 纳米压入; 面积函数; 测量

中图分类号: TB93

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2015)05-0010-05

Measurement Methods of Area Function for Nanoindentation Test

REN Dongmei, WAN Yu, DUAN Xiaoyan

(Changcheng Institute of Metrology & Measurement, Beijing 100095, China)

Abstract: Accurate measurement of the area function is very important in measuring mechanical properties of materials by nanoindentation method. The commonly used methods for determining the area function in nanoindentation test are introduced. The characteristics of the various methods are analyzed. It is pointed out that the calibration of area function is necessary for improving the measurement accuracy of hardness and elastic modulus.

Key words: nanoindentation; area function; measurement

0 引言

纳米压入技术是当前进行微纳尺度材料机械力学性能测试的常用技术之一, 其主要原理是通过测量作用在压针上的载荷和压入样品表面的深度来获得材料的硬度和弹性模量等力学性能参数^[1-2]。与传统的硬度测量技术相比, 在操作方便性和不易损伤被测材料等方面具有显著优势, 特别适合于对薄膜等微小尺度材料进行测量。基于纳米压入技术的测试仪器近年发展很快, 美国 Hysitron 和瑞士 CSM 等公司制造的各种纳米压入仪器在微纳尺度材料力学分析方面得到了广泛的应用。在纳米压入测试中, 由于压入深度比较小, 因加工误差和磨损等引起的压头针尖几何形状偏差对压头与材料间的接触面的投影面积影响比较显著^[3-4], 因此, 为了保证纳米压入测试结果的准确性, 测量时必须考虑针尖几何形状对接触投影面积的影响。如何精确确定纳米压入测试的面积函数引起研究者的广泛

关注^[5-12], 本文将对纳米压入测试中常用的面积函数确定方法进行分类介绍和简单分析。

1 纳米压入测试和面积函数

纳米压入测试的基本原理是: 用一个已知形状的压头压入材料的表面, 同时利用高精度传感器连续记录作用在压头上的载荷 P 和压入材料表面的深度 h , 通过分析压入载荷-深度曲线, 给出硬度和模量等一系列材料力学性能^[1]。图 1 所示为纳米压入测试的载荷-深度曲线示意图, 压入试验包括加载、停留和卸载三个过程, 通过分析卸载曲线, 可以得到材料的压入硬度 H 和折合模量 (reduced modulus) E_r , 其计算公式为

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (1)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A}} \quad (2)$$

式中: $P_{\max}$ 是最大载荷; A 是压头与材料的接触投影面积; $S = (dP/dh)_{h=h_{\max}}$ 是最大压入深度 $h_{\max}$ 处的卸载刚度; β 是一个与压头几何形状相关的常数。由以上二式可见, 为了获得精确的材料硬度和模量值, 除准确获

收稿日期: 2015-06-11; 修回日期: 2015-07-23

基金项目: 国家科技支撑计划(2011BAK151307)

作者简介: 任冬梅(1964-), 女, 研究员, 博士, 主要从事纳米计量技术研究工作。

得压入载荷与深度关系外,还必须准确测量压头与材料间的接触投影面积。

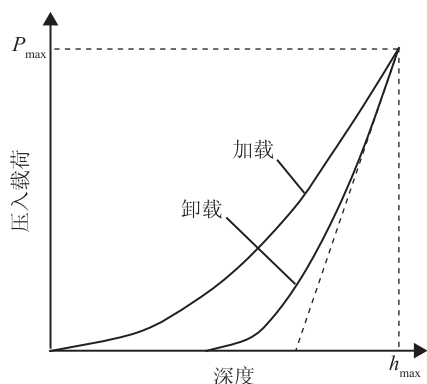


图1 纳米压入载荷-深度曲线

面积函数是描述压头与材料间的接触投影面积 A 与接触深度 h_c 之间的一种函数,它给出的是压头上垂直于压头中心线的截面积(投影面积)与压头顶点至相应截面距离之间的函数关系^[13],通常表示为 $A = f(h_c)$ 。

在纳米压入试验中,通常使用尖锐型的压头,如三棱锥型的玻氏(Berkovich)压头,其面积函数理论上可以用一个与其具有相同面积和深度关系的圆锥压头来模拟。圆锥压头的面积函数可表示为 $A = ch_c^2$ (c 为由其半锥角决定的常数),但在实际应用中,由于加工工艺的限制和使用过程中的磨损,三棱锥金刚石压头的尖端往往会偏离设计形状,存在一定的曲率半径。因此,为了保证纳米压入测试结果的准确性,测量时不能只按理想情况计算投影接触面积,特别是在较小的压入深度时,必须考虑针尖几何形状对面积函数的影响。

2 面积函数的确定方法

目前最常用的面积函数确定方法为基于压入试验数据和迭代方法的面积函数计算方法^[5,14]和基于三维形貌测量技术的直接测量方法^[6-7],这两种方法在国际标准 ISO 14577^[15-16]和国家标准 GB/T 22458-2008^[17]中被推荐为面积函数校准方法。此外还有一些其它方法,如基于压头几何形状的面积函数确定方法^[8-9]和基于接触原子方法的面积函数确定方法^[10]等。

2.1 基于压入试验数据和迭代方法的面积函数计算方法

1992年,Oliver和Pharr^[5]在研究采用仪器化压入技术测量材料硬度和弹性模量的方法时,提出了一种根据压入试验数据,通过迭代过程来确定压头面积函

数的方法,此方法在微尺度力学性能测试中得到了广泛采用。

在该方法中,研究者将压入试验中测得的位移视为压入仪器加载框架产生的位移与压头在被测试样中的位移之和,则测得的总柔度 C 可以表示为

$$C = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r \sqrt{A}} \quad (3)$$

式中: C_f 为仪器的柔度;第二项为试样的柔度。假设材料的弹性模量与压痕深度无关,由式(3)可以看出, C 与 $A^{-1/2}$ 呈线性关系,直线的截距即为仪器的柔度。

研究者首先在硬度较低的铝材料上做一系列不同深度的压痕,并以理想的玻氏压头面积函数 $A = 24.5h_c^2$ 为接触面积的最初估计值,利用其中两个最大深度压痕的 C 与 $A^{-1/2}$ 的关系,得到 C_f 和 E_r 的初始估计值。然后根据式(3)计算出其它不同深度压痕的接触面积,并按式(4)对 A 与 h_c 的关系进行拟合,得到面积函数的估计值。

$$A = 24.5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (4)$$

式中: $C_1, C_2, \dots, C_8$ 为常数。等式右边第一项代表理想的玻氏压头,其它几项代表所用压头对玻氏压头形状的偏离。最后,利用这个新的面积函数,重复上述过程,直到满足收敛条件。为了将面积函数扩展到较小的压入深度,研究者按上述过程分别在石英、钨等其它五种不同材料上做了压痕试验,利用由铝材料确定的仪器柔度,对在这几种不同材料上所获得的接触面积与深度数据进行拟合得到了面积函数曲线,并验证了模量为常数的假设。

基于上述研究,Oliver和Pharr^[5]提出了一种利用铝和熔融石英作为标准材料来确定压头面积函数的方法。这两种标准材料都具有弹性各向同性,其模量已知,且与压痕深度无关。

首先,在高纯铝试样上以12种不同的最大载荷和加载速率做压入试验,在每种条件下进行10次压入试验,根据所得数据,通过上述迭代过程确定压入仪器的柔度。由于铝试样和金刚石压头的杨氏模量和泊松比为已知,这里的迭代过程更简单一些。

其次,选用硬度较高的熔融石英材料进行压入试验以确定小压入深度情况下的面积函数。与在铝试样上的试验过程一样,以不同的最大载荷和加载速率在熔融石英样板上做一系列压痕,然后结合熔融石英的弹性常数根据式(3)确定接触面积,接触深度由式(5)来确定。

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (5)$$

式中: ε 是与压头几何形状相关的常数。对圆锥压头, $\varepsilon=0.72$; 对玻氏、维氏和球形压头, $\varepsilon=0.75$ 。

最后, 将利用铝和熔融石英两种材料获得的接触面积和接触深度数据按式(4)进行拟合, 建立面积函数, 大压入深度的面积函数主要由铝的数据确定, 而小压入深度的面积函数主要由熔融石英的数据确定。

类似的面积函数确定方法在国际标准 ISO 14577 中被推荐为面积函数的间接测量方法^[16], 其在仪器化纳米压入测试中得到广泛的应用。

2.2 基于三维形貌测量技术的面积函数测量方法

基于三维形貌测量技术的面积函数测量方法是利用光学和扫描探针类仪器等直接对残余压痕或压头进行测量来确定压头与材料的接触面积。传统的面积函数确定方法是在材料上做一系列不同深度的压痕, 这种压痕主要为塑性变形, 然后用直接成像法测量压痕的尺寸。利用由压入试验所获得的载荷-位移数据, 通过对成像面积与接触深度的关系进行拟合, 得出面积函数。对于较大的压痕, 光学成像方法可以满足测量要求, 但对微纳尺度的压痕, 则需采用扫描电子显微镜(SEM)、透射电子显微镜(TEM)和原子力显微镜(AFM)等设备, 以获得足够的测量分辨率和准确度。除直接测量残余压痕外, 一种替代方法是用原子力显微镜等直接对压头进行测量, 根据扫描点的数据计算接触面积。

Barone 等人^[6]研究了用原子力显微术直接测量玻氏压头面积函数的方法。他们用一台 MFP3D 仪器对玻氏压头的三维形貌进行了 AFM 测量, 在测量过程中, 首先通过大范围(60 μm)、低分辨率(128 像素/行)和低频率(0.1 Hz)的扫描来寻找压头针尖的顶点, 然后围绕针尖逐步缩小扫描范围、提高扫描分辨率, 最终得到了扫描尺寸为 5 μm 、分辨率不低于 512 像素/行的针尖图像。为了获得压头的最佳成像效果, 研究者分别对恒作用力(CI)操作方式下的轻敲(TM)和接触(CM)测量模式、以及恒高度(CH)操作方式下的接触(CM)测量模式等不同测量方法进行了试验。在恒作用力的两种测量模式下, 扫描速度越低, 所获得的图像越接近于针尖的真实形状, 但是这样测量时间会很长, 温度漂移会影响测量结果。在恒高度的接触测量模式下, 由于没有反馈, 可以进行比较快速的测量。图 2 所示为 Barone 等人在 CM CH 测量模式下获得的扫描范围为 10 μm 的压头针尖 AFM 图像, 用 SPIPTM 数据处理

软件对图像数据进行消倾斜和去卷积处理, 最后测量出压头的角度和不同高度处垂直于压头轴线的截面的面积, 得到了直到 1000 nm 压入深度的面积函数, 在 25 nm 压入深度内每隔 1 nm 给出一个面积值。

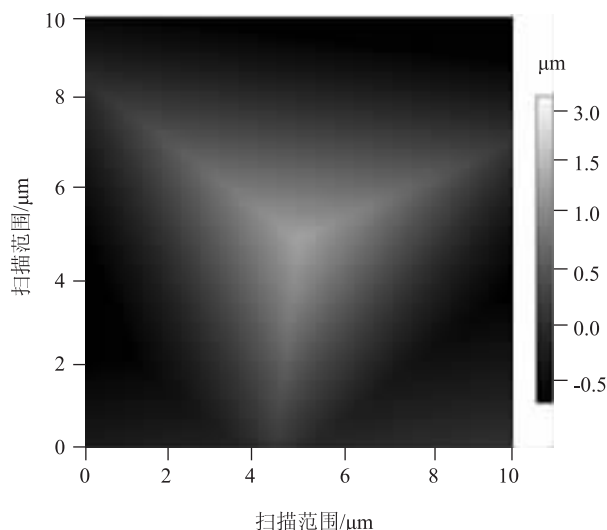


图 2 CM CH 测量模式下 10 μm 扫描范围的压头针尖 AFM 图像^[6]

关于利用三维形貌测量技术来确定面积函数的方法还有一些报导, Herrmann 等人^[7,18]利用扫描力显微镜(SFM)对玻氏压头进行了测量, 他们利用不同压入深度下的接触面积和深度值计算回归曲线, 得出了一个面积函数计算公式

$$\sqrt{A} = ah_c + b \quad (6)$$

式中: a 和 b 为回归系数。周亮和姚英学^[19-20]用原子力显微镜测出压痕的三维形貌, 结合 Matlab 软件, 直接计算出压痕的残余面积。

在国际标准 ISO 14577 中, 也推荐了利用可计量溯源的原子力显微镜进行高分辨力三维形貌测量的面积函数测量方法^[16]。

2.3 基于压头几何形状的面积函数测量方法

基于压头几何形状的面积函数测量方法直接根据压头针尖的几何关系来确定面积函数。Thurn 和 Cook^[8]将压头针尖的轮廓视为一个小压入深度的球形针尖和一个大压入深度的锥形针尖的调和平均值, 即

$$\frac{1}{h_c} = \frac{1}{z_1} + \frac{1}{z_2} = \frac{1}{a \cot \alpha} + \frac{2R}{a^2} \quad (7)$$

式中: z_1 , z_2 分别为一个圆锥形压针和一个球形压针与材料的接触深度; a 为压头与材料的最大接触半径; R 为球形针尖的球半径。于是, 将一个顶角为 2α 的锥形针尖的接触深度表示为

$$h_c \approx a \cot \alpha - 2R \cot^2 \alpha \quad (8)$$

压头的面积函数可以表示为

$$A = \frac{\pi h_c^2}{\cot^2 \alpha} + 4R\pi h_c + 4R^2\pi \cot^2 \alpha \quad (9)$$

式(9)中第一项与锥角有关, 后两项反映由针尖圆角引入的变化。为了使 $h_c > 0$, 需满足条件 $a/(2R) > \cot \alpha$ 。

刘东旭和张泰华^[9]也提出了一种基于压头几何形状来建立面积函数的方法, 他们将压头看成一个小压入深度的球形和一个大压入深度的压头几何形状的组合, 如图3所示, 则压头与材料的接触半径可以表示为

$$a = a_1 + a_2 = R \cos \alpha + \tan \alpha [h_c - R(1 - \sin \alpha)] \quad (10)$$

于是, 可以得出压头的面积函数

$$A = \frac{\pi h_c^2}{\cot^2 \alpha} + \frac{2\pi R B h_c}{\cot \alpha} + \pi R^2 B^2 \quad (11)$$

式中: $B = (1 - \sin \alpha)/\cos \alpha$ 。与式(9)一样, 式(11)的第一项也是描述一个理想的锥形压头, 后两项描述针尖圆角的影响, 第三项可防止当接触深度趋于0时, 投影接触面积变为0。为使 $a_2 > 0$, 需满足 $h_c > R(1 - \sin \alpha)$ 。在压痕深度极浅时, 针尖主要为球形, 如果已知针尖半径 R , 式(11)能够比较精确地确定面积函数。

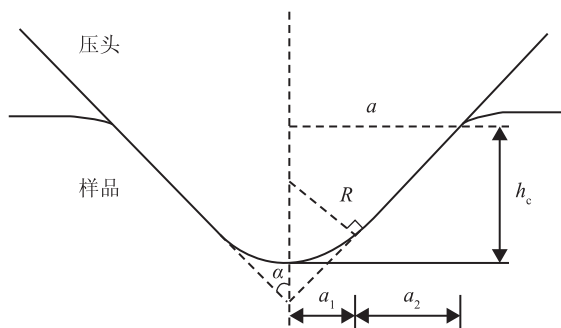


图3 压头几何形状示意图^[8]

2.4 其它面积函数测量方法

除上述三种常用的测量方法外, 近年也有一些关于用其它方法确定面积函数的报道。陈尚达和柯孚久^[10]运用分子动力学模拟研究了单晶铜的纳米压痕, 提出了用接触原子方法计算压头与材料接触面积的方法。在压入过程中, 压头与试样之间会形成一个有相互作用力的界面层, 接触原子就是指那些受到样品排斥作用的压头原子, 通过记录每一时刻接触原子的坐标, 可以得到该时刻的投影接触面积。面积函数可以表示为

$$A = \pi (r + r_0)^2 \quad (12)$$

式中: r 是接触原子在水平面投影所形成的圆的半径; r_0 是压头原子作用范围的半径。其研究发现用该方法计算接触面积得到的硬度值低于用 Oliver 和 Pharr 方法^[5]得到的硬度值, 且在同一压痕深度下材料纳米硬度的

测量值随着压头半径的增大而变大。与传统的测量方法相比, 此方法的特点是不仅适合于“沉陷”情况, 也适合于“挤出”情况。Sun 等人^[21]用有限元方法模拟了用具有不同针尖曲率半径的圆锥形压头在各向同性材料上的压入过程, 提出了一种根据载荷曲线来确定仪器柔度和针尖半径的方法。

3 各种面积函数测量方法的特点分析

以上对几种确定面积函数的方法进行了介绍, 归纳分析其特点, 可以看到, 不同的测量方法各有其优势和局限性。

1) 基于压入试验数据和迭代方法的面积函数计算方法广泛用于压入材料的折合模量和硬度测量, 它只需在标准材料上进行压入试验并对所得数据进行分析即可得到面积函数, 无需借助其它复杂测量设备, 但它需要精确确定纳米压入仪器的柔度, 另外该方法所给出的面积函数包含较多没有明确物理意义的参数;

2) 基于三维形貌测量技术的直接测量方法从原理上讲比较直观可靠, 利用经过校准的原子力显微镜, 还可实现对压头面积函数的可溯源测量, 但这种测量方法需要在良好实验室环境下, 利用原子力显微镜等复杂的微尺度成像设备来实现, 一般测量时间较长, 测量过程中温度变化会影响测量结果的准确性, 对设备和人员的高要求使得该方法不易于广泛使用;

3) 基于压头几何形状的面积函数确定方法, 所给出的面积函数在接触面积和压针曲率半径之间建立了直接的联系, 其中的参数具有明确的物理含义, 在小压痕深度时可以很好地描述压头针尖的影响, 但是该方法需要对压头针尖曲率半径进行精确测量, 也需要复杂的测量设备和有经验的操作人员, 而且随着针尖磨损其半径不断发生变化, 准确测量半径 R 值并不容易;

4) 接触原子方法运用分子动力学来模拟纳米压入过程中压头与材料的相互作用, 从物理本质上分析接触面积的计算问题, 所得面积函数的物理意义明确, 与压痕深度和材料变形机制无关, 这种方法有助于深入了解微纳米尺度材料力学性能。

4 结束语

本文对纳米压入法材料力学性能测试中面积函数的确定方法进行了分类介绍, 并对各类方法的特点进行了简单分析。随着压入深度和载荷测量准确度的不断提高, 面积函数不准确已成为纳米压入法材料力学性能测试中一个主要的不确定度来源, 为了提高压入

硬度和弹性模量等力学性能参数的测量准确性, 无论采用哪种面积函数确定方法, 都必须考虑针尖几何形状的检测问题。研究一种方便准确的面积函数校准方法是进一步提高纳米力学性能参数测量准确性的关键。

参 考 文 献

- [1] 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 2005.
- [2] 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[J]. 力学进展, 2002, 32(3): 349-364.
- [3] 郭振丹, 王秀芳, 杨晓萍, 等. 压头面积函数对纳米压入测试结果的影响[J]. 理化检验-物理分册, 2008, 44(8): 111-114.
- [4] Chen W, Li M, Zhang T, et al. Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation[J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, 445-446: 323-327.
- [5] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. J Mater Res, 1992, 7(6): 1564-1583.
- [6] Barone A C, Salerno M, Patra N. Calibration issues for nanoindentation experiments: Direct atomic force microscopy measurements and indirect methods[J]. Microscopy Research and Technique, 2010, 73: 996-1004.
- [7] Herrmann K, Jennett N M, Wegener W, et al. Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation[J]. Thin Solid Films, 2000, 377-378: 394-400.
- [8] Thurn J and Cook R F. Simplified area function for sharp indenter tips in depth-sensing indentation[J]. J Mater Res, 2002, 17(5): 1143-1146.
- [9] Liu Dongxu, Zhang Taihua. A new area function for sharp Indenter tips in nanoindentation[J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2004, 17(3): 159-164.
- [10] 陈尚达, 柯孚久. 纳米硬度测量中接触面积及压头曲率半径效应的分子动力学模拟[J]. 中国科学(G 辑), 2003, 33

(5): 400-410.

- [11] McElhaney K W, Vlassak J J, Nix W D. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments[J]. J Mater Res, 1998, 13(5): 1300-1306.
- [12] 陈伟民, 李敏, 徐晓, 等. 纳米压痕仪接触投影面积标定方法的研究[J]. 力学学报, 2005, 37(5): 645-652.
- [13] 国家质量监督检验检疫总局, 国家标准化管理委员会. GB/T 31228-2014 仪器化纳米压入试验 术语[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
- [14] Oliver W C, Pharr G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology[J]. J Mater Res, 2004, 19(1): 3-20.
- [15] ISO/TC 164. ISO 14577-1: 2002 Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1: Test method[S]. 2002.
- [16] ISO/TC 164. ISO 14577-2: 2002 Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 2: Verification and calibration of testing machines[S]. 2002.
- [17] 国家质量监督检验检疫总局, 国家标准化管理委员会. GB/T 22458-2008 仪器化纳米压入试验方法通则[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [18] Herrmann K, Hasche K, Pohlenz F, et al. Characterisation of the geometry of indenters used for the micro-and nanoindentation method[J]. Measurement, 2001, 29: 201-207.
- [19] 周亮, 姚英学. 直接面积法测量纳米硬度技术的研究[J]. 中国机械工程, 2005, 16(22): 2052-2055.
- [20] 周亮, 姚英学. 两种微纳米硬度测试方法的比较[J]. 测试技术学报, 2006, 20(1): 6-10.
- [21] Sun Y, Zheng S, Bell T, et al. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves[J]. Philosophical Magazine Letters, 1999, 79(9): 649-658.

(上接第 9 页)

- [4] 中国经济网. 英美德三国先进制造业战略比较及启示[EB/OL]. [2015-04-28]. http://intl.ce.cn/specials/zxgjzh/201406/17/t20140617_2989199.shtml.
- [5] 国务院. 中国制造 2025[EB/OL]. [2015-04-20]. http://www.agri.cn/V20/SC/jjps/201505/t20150520_4605792.htm.
- [6] 全国人民代表大会. 中华人民共和国计量法[EB/OL]. [2015-04-20]. http://gtog.ningbo.gov.cn/art/2015/5/25/art_12942_1184144.html.
- [7] 中国政府网. 中共中央国务院关于分类推进事业单位改革的指导意见[EB/OL]. [2015-04-28]. http://www.gov.cn/gongbao/content/2012/content_2121699.htm.

www.gov.cn/gongbao/content/2012/content_2121699.htm.

- [8] 国务院办公厅. 关于加快发展高技术服务业的指导意见[EB/OL]. [2015-04-28]. http://www.gov.cn/zwggk/2011-12/16/content_2021875.htm.
- [9] 张守杰. 计量产业化云平台模式探索[J]. 计测技术, 2015, 35(S0): 260-263.
- [10] 互联网. 德国看第四次工业革命[EB/OL]. [2015-05-10]. http://www.eefocus.com/article/13-10/422921381587453.html?sort=1111_1119_1451_0.