

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2016.01.02

压头钝化对纳米硬度测量的影响分析

万宇, 任冬梅, 朱振宇, 段小艳

(中航工业北京长城计量测试技术研究所 计量与校准技术重点实验室, 北京 100095)

摘要: 压头面积函数是影响纳米硬度测量的一个主要因素。本文对由于压头端部钝化对纳米硬度测量的影响进行了分析, 并通过实验进行了验证。结果表明, 面积函数校准对提高纳米硬度等材料力学性能参数的测量准确性十分必要。

关键词: 纳米压入; 面积函数; 压头钝化; 测量

中图分类号: TB92; TB302

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2016)01-0005-04

Influence Analysis of Indenter Tip Rounding on Measurement of Nanohardness

WAN Yu, REN Dongmei, ZHU Zhenyu, DUAN Xiaoyan

(Science and Technology on Metrology and Calibration Laboratory, Changcheng Institute of Metrology & Measurement, Beijing 100095, China)

Abstract: Area function is a main factor that affects the measurement of hardness by nanoindentation. The influence of tip rounding on measurement of nanohardness is analyzed and verified by experiments. It is shown that the calibration of area function of an indenter is very important for improving the measurement accuracy of nanohardness and other mechanical properties of materials by nanoindentation method.

Key words: nanoindentation; area function; tip rounding; measurement

0 引言

纳米压入技术是一种通过测量在压头压入材料过程中作用在压头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的方法, 由于其具有极高的载荷和位移分辨力, 在微纳尺度材料机械力学性能测试中有着广泛的应用^[1-3]。然而, 由于纳米压入测试的压入深度一般比较小, 压头尖端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^[4-5], 从而导致纳米硬度等力学参数的测量误差。许多研究者就如何精确确定纳米压入测试的面积函数展开了研究^[6-11]。

1 纳米硬度测量中的面积函数

纳米硬度是指压入深度不大于 0.2 μm 的静态压入硬度测量值, 它使用纳米压入仪来进行测量。测量过程中, 将已知形状的压头压入材料的表面, 连续记录

压入载荷和压入深度, 通过分析载荷与深度曲线(如图 1 所示), 按式(1)和式(2)得到材料的压入硬度 H 和折合模量 E_r ^[1-2]。

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

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

式中: $P_{\max}$ 是最大载荷; A 是压头与材料的接触投影面积; β 是与压头形状有关的常数; S 是接触刚度。

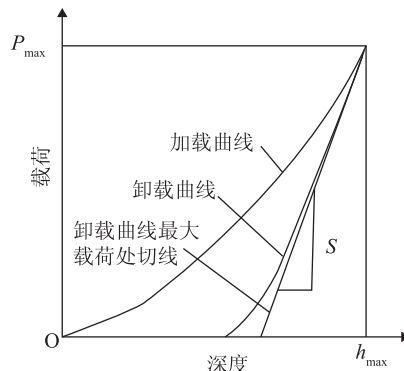


图 1 载荷与深度曲线示意图

收稿日期: 2015-12-30

基金项目: 国家科技支撑计划资助项目(2011BAK15B07)

作者简介: 万宇(1978-), 女, 高级工程师, 硕士, 从事纳米计量技术研究工作。

样品材料的弹性模量可从公式(3)获得,有

$$E = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (3)$$

式中: E , ν 分别为样品材料的弹性模量和泊松比; E_i , ν_i 分别为压头材料的弹性模量和泊松比。

压头与材料的接触投影面积由面积函数确定。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 之间关系的函数,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^[12],可以表示为 $A = f(h_c)$,其中接触深度 h_c 由式(4)确定。

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (4)$$

式中: ε 是与压头形状有关的常数。以纳米硬度测量中最常用的玻氏(Berkovich)压头为例,其为三棱锥形,理想的玻氏压头的面积函数可以表示为

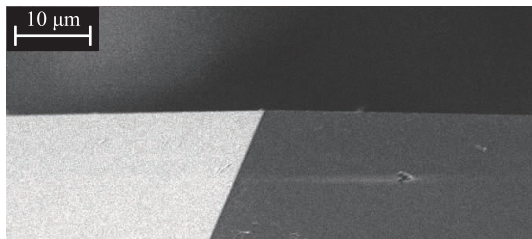
$$A = 24.56h_c^2 \quad (5)$$

2 压头钝化及其对面积函数的影响

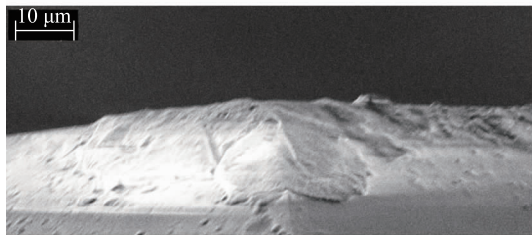
压头钝化是指压头的尖端偏离理想形状,形成微小曲面的现象。造成压头尖端钝化的原因主要有两个方面,一方面是加工水平的限制,另一方面则是使用过程中的磨损。例如,由于加工水平的限制,玻氏压头针尖的形状并非理想的三棱锥,而是在尖端存在一定的曲率半径,而且,在使用过程中,随着磨损增加,压头尖端的曲率半径会逐渐增大。

图2所示为玻氏压头的扫描电镜图像,图2(a)和(b)分别为新的和使用过的玻氏压头,由图2(b)可以看出压头针尖并非理想三棱锥形,在尖端存在微小曲面。图3为一个新的圆锥形压头,可以看出其尖部近似为球冠。这些图片说明在压头的尖端存在钝化现象,用这样的压头进行纳米压入测试时,如果仍按照理想情况计算压头与材料的投影接触面积,必将导致测量结果的偏差,压入深度越小,对测量结果的影响越大。

图4所示为一个圆锥形压头尖端钝化情况的示意图,钝化的压头尖端可以近似为具有一定曲率半径的球面。图4中实线表示尖端钝化的压头,虚线表示理



(a) 未使用过的压头



(b) 使用过的压头

图2 玻氏压头尖端的扫描电镜图像

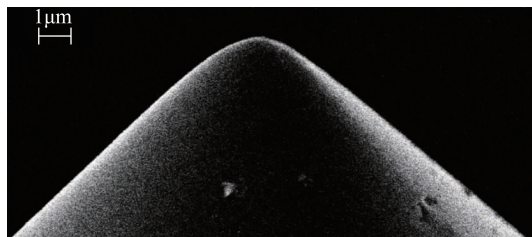


图3 圆锥压头尖端的扫描电镜图像

想的压头,可以看出,对于同样的压头与样品接触深度 h_c ,尖端钝化的压头的接触投影面积 $A_2 = \pi r_2^2$ 要大于理想压头的接触投影面积 $A_1 = \pi r_1^2$,钝化越严重,接触投影面积偏离理想情况的程度越大。

玻氏压头可以等效为具有一定锥角的圆锥形压头,其尖端钝化对面积函数的影响情况与圆锥压头类似。为了保证纳米压入测试结果的准确性,必须对面积函数进行校准^[13-14]。

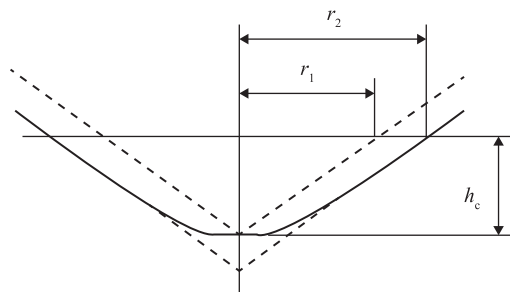


图4 圆锥形压头尖端几何形状示意图

3 压头面积函数的校准

常用的面积函数校准方法主要有 Oliver 和 Pharr 提出的通过标准样品测试校准面积函数的方法 (O-P 方法)^[6] 和用原子力显微镜测量压头建立面积函数的方法 (AFM 方法)^[7]。

Oliver 和 Pharr 提出的方法基于样品的弹性模量已知且不依赖压入深度的假设。选择的标准样品是熔融石英, 其弹性模量为 72 GPa, 通过公式 (3) 反推得到压入折合模量为 69.6 GPa。由公式 (2) 可推导出压头与样品的接触投影面积为

$$A = \frac{\pi}{4} \left[\frac{S}{E_r \beta} \right]^2 \quad (6)$$

式 (6) 中, 压入折合模量 E_r 可根据已知标准样品的弹性模量计算得到, 接触刚度 S 通过采用幂函数关系拟合卸载阶段的载荷 - 深度数据, 并对所得曲线在 $h_{\max}$ 处求导获得。

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = Bb (h_{\max} - h_f)^{b-1} \quad (7)$$

式中: B , b 和 h_f 为最小二乘法拟合得到的参数。这样, 在熔融石英样品上进行一系列不同最大加载力作用的压入测试, 根据式 (4) 和式 (6) 分别求得 h_c 和 A , 通过最小二乘法拟合, 得到以下面积函数。

$$A(h_c) = \sum_{i=0}^8 C_i h_c^{\frac{1}{2i-1}} \quad (8)$$

式中: C_i 为拟合系数。

原子力显微镜直接测量方法, 就是利用原子力显微镜对玻氏压头端部进行扫描, 利用所得数据建立针尖高度和其横截面积的函数关系。图 5 所示为一个玻氏压头的原子力显微镜扫描图像, 扫描范围为 $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$, 分辨力为 512×512 。在扫描高度范围内, 取数条等高线并计算相应高度的等高线围成的面积, 建立压头横截面积与针尖高度的函数关系。

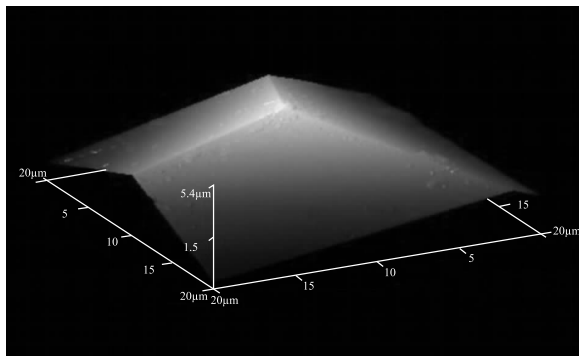
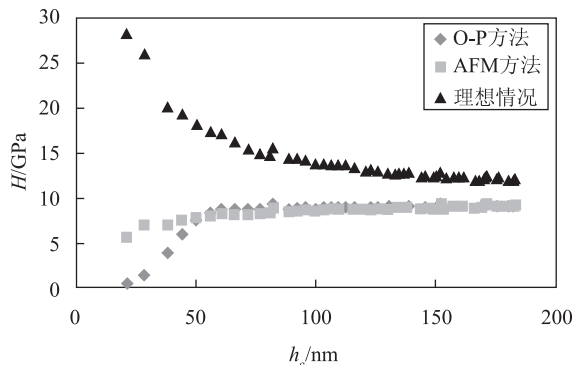


图5 玻氏压头端部的原子力显微镜图像

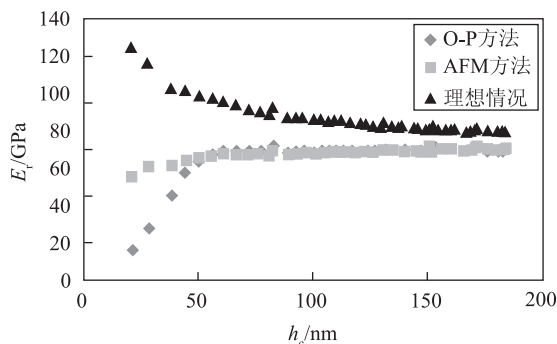
4 纳米压入实验及结果分析

为了研究压头钝化程度对纳米硬度测量结果的影响, 使用 Hysitron 公司制造的 TI 900 纳米力学测试系统, 分别采用尖端半径分别为 700 nm 和 100 nm 的玻氏压头在熔融石英样板上进行了纳米压入实验。

在试验中, 选择的载荷范围为 0.1 ~ 10 mN, 进行一组压入测量, 得到不同压入深度时的压入硬度和折合模量。图 6 所示是用尖端半径为 700 nm 的玻氏压头所得的测量结果, 图 6(a) 中上面的曲线为采用理想压头面积函数的压入硬度 - 深度曲线, 中间的曲线是利用原子力显微镜测得的面积函数的压入硬度 - 深度曲线, 下面的曲线为采用 Oliver 和 Pharr 的方法获得的面积函数的压入硬度 - 深度曲线。图 6(b) 中上、中、下三条曲线分别为采用三种面积函数所得到的折合模量 - 深度曲线。由图 6 可以看出, 对于尖端钝化的压头, 如果仍然按照理想情况处理测量数据, 压入硬度和折合模量的测量结果会偏大, 在小压入深度时尤为明显。由图 6 还可以看出, 在压入深度小于 50 nm 时, 用原子力显微镜测量面积函数所得的压入硬度和折合模量比用 Oliver 和 Pharr 方法所得数据更接近于较大压入深度处的测量值。



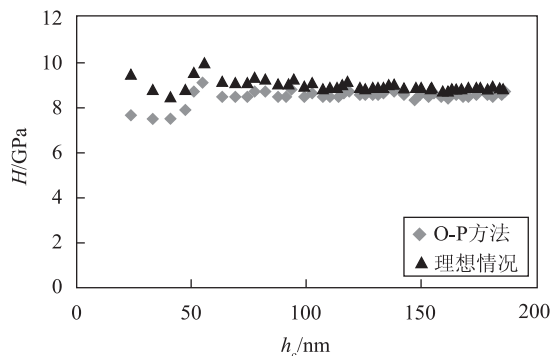
(a) 压入硬度 - 深度



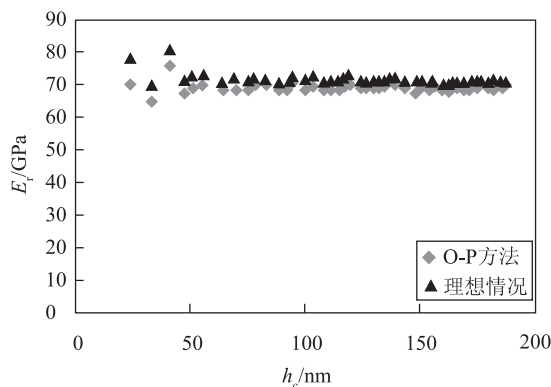
(b) 折合模量 - 深度

图6 用 700 nm 半径压头测得的不同压入深度的压入硬度和折合模量

图7所示为用尖端半径为100 nm的玻氏压头进行压入试验在不同压入深度时所测得的压入硬度和折合模量数据,比较图6和图7,可以看出,两个压头尖端的钝化程度虽然不同,但经过面积函数校准后,所得的压入硬度和折合模量测量结果是一致的。同时还可以看出,尖端钝化越严重,如果不校准面积函数,测量结果偏差越大,在小压入深度影响尤为严重。



(a) 压入硬度-深度



(b) 折合模量-深度

图7 用100 nm半径压头测得的不同压入深度的压入硬度和折合模量

5 结束语

本文对压头钝化对纳米硬度测量的影响进行了分析,可以看出同种形状的压头,由于其顶端尖锐程度的不同,面积函数差别较大,由于压头在使用过程中磨损所导致的形状变化对纳米硬度测量结果会产生显著影响。因此,为了提高纳米硬度等材料力学性能测量的准确度,必须定期对压头面积函数进行校准,特别是在小压痕深度情况下的测量,必须格外注意压头尖端几何形状的影响。

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] Anthony C. Fischer-Cripps. Nanoindentation [M]. New York: Springer, 2011.

[4] 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.

[5] 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.

[6] 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.

[7] 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.

[8] 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.

[9] Thurn J, Cook R F. Simplified area function for sharp indenter tips in depth-sensing indentation[J]. J Mater Res, 2002, 17(5): 1143-1146.

[10] Liu Dong-xu, Zhang Tai-hua. A new area function for sharp Indenter tips in nanoindentation[J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2004, 17(3): 159-164.

[11] 任冬梅, 万字, 段小艳. 纳米压入测试中面积函数测量方法综述[J]. 计测技术, 2015, 35(5): 10-14.

[12] 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: 中国质检出版社, 2014.

[13] 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]. Geneva Switzerland: ISO, 2002.

[14] 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.

订阅本刊可通过邮局或直接与编辑部联系。邮发代号: 80-441。全年定价60元。

本刊优先刊登受各类基金资助产出的论文, 欢迎赐稿!

欢迎发布技术和产品信息!