

宏观深度测量压入仪器的研制¹⁾

刘东旭²⁾ 张泰华³⁾ 郇 勇

(中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京 100080)

摘要 基于深度测量压入方法, 以材料试验机 Instron 5848 Microtester 作为加载平台, 外接高分辨力位移传感器, 设计专用夹具, 开发出该材料试验机的宏观压入功能. 研究发现: 对于机架柔度, 无需再进行修正; 对于压针接触面积, 可用相关的方法计算. 采用 Oliver-Pharr 方法处理测试数据, 可获得材料的硬度和弹性模量. 为了验证试验的可靠性, 选用 5 种典型金属材料, 将宏观压入测试结果与 MTS Nano Indenter[®] XP 测试结果进行对比, 二者基本一致, 其分散性均在 10% 以内. 显示了开发传统材料试验机宏观压入测试功能的可行性.

关键词 硬度, 弹性模量, 宏观深度测量压入法, 机架柔度, 金属材料

中图分类号: O348.3, TG115.5 **文献标识码:** A **文章编号:** 0459-1879(2007)03-0350-06

引 言

经过 20 多年的发展, 特别在纳米尺度范围, 深度测量压入试验已经成为薄膜 / 涂层和块体材料力学性能测试的重要方法. 传统的硬度试验, 主要依靠测量残余压痕的尺度来计算压痕面积, 只能给出硬度值. 而压入深度测量试验, 借助高分辨力的传感器, 连续记录压针在加卸载过程中的载荷 - 深度数据, 通过接触力学模型计算出压针的接触面积和接触刚度, 从而获得硬度和弹性模量.

分析压入数据普遍采用 Oliver-Pharr 方法^[1,2]. 该方法基于 Sneddon 弹性接触解^[3], 并利用参考试样校准压针的面积函数和压入仪器的机架柔度. 硬度和弹性模量通过下面的 (1)~(3) 式确定

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

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

式中, $P_{\max}$ 为最大载荷, A_c 为最大载荷时压针与试样接触区的投影面积, β 为与压针形状有关的常数 (Berkovich 压针的 $\beta = 1.034$), S 为接触刚度, E_r

为复合响应模量

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

式中, E , E_i 和 ν , ν_i 分别为试样和压针的弹性模量和泊松比.

2002 年颁布的国际标准 ISO 14577, 定义 3 种尺度范围^[4]: 纳观范围 (nano range), $h \leq 0.2\mu\text{m}$; 微观范围 (micro range), $F < 2\text{N}$, $h > 0.2\mu\text{m}$; 宏观范围 (macro range), $2\text{N} \leq F \leq 30\text{N}$. 目前, 深度测量压入仪器的研究主要集中在纳观和微观范围, 研究人员正努力将其应用到宏观范围. 从试验的角度看, 纳观 - 微观范围与宏观范围的区别在于主要影响因素不同. 对于前者, 压针缺陷和机架柔度是两个主要的影响因素^[1,4~7]; 但随着压入尺度的增大, 压针缺陷的影响减弱, 机架柔度的影响增强^[8].

本文首先研究利用 Instron 5848 Microtester 进行宏观压入试验的影响因素——机架柔度和接触零点 (压针与试样的初始接触点), 并采取了一系列措施修正其影响. 采用 Vickers 压针, 对 5 种典型金属材料进行压入试验, 给出了材料的硬度和弹性模量. 整个数据处理过程由 Matlab[®] 编制的程序完成. 为了验证结果的可靠性, 将文中试验结果与 MTS Nano

2006-02-14 收到第 1 稿, 2006-12-12 收到修改稿.

1) 国家自然科学基金资助项目 (10572142, 10432050, 10602058).

2) 当前地址: 中国航天科工六院四十一所, 呼和浩特 010010

3) E-mail: zhangth@lnm.imech.ac.cn

Indenter®XP 的试验结果进行对比, 结果发现二者趋于一致。

1 仪器研制

研制的压入测试系统由 3 部分组成: Instron 5848 Microtester 材料试验机, 位移传感器和专用夹具。材料试验机作为加载系统, 配有量程 5 N, 50 N, 2 kN 的 3 个载荷传感器。测量范围在满量程的 1/250 到满量程时, 精度为读数的 $\pm 0.4\%$; 在满量程的 1/500 到 1/250 时, 精度为读数的 0.5%。为了减小机架柔度的影响, 在靠近压针的附近外接高分辨力的位移传感器, 进行压入深度的测量。采用 DWS 电容式位移传感器: 量程为 $\pm 30 \mu\text{m}$, 分辨力为 20 nm。载荷和位移的精度和分辨力满足 ISO 14577 的要求。将位移信号引入试验机的数据采集模块, 解决测量同步问题。

为了减小机架柔度和安装间隙, 设计了专用夹具, 包括上夹具和下夹具。上夹具固定在压针附近, 充当位移传感器测量时的活动极板。下夹具固定在材料试验机机架的底座上, 用于夹持位移传感器和固定试样。

研制开发的压入仪见图 1。试验分 4 个步骤: 压针接近和压入试样, 速度不超过 $2 \mu\text{m/s}$ ^[4]; 保载, 时间为 30 s; 卸载, 时间为 30~80 s^[4,9]。压入深度范围在 $10^0 \sim 10^1 \mu\text{m}$ 。每个压入深度至少重复 5 次试验。试验环境温度控制在 0.2°C/h , 试验设备的温漂可以忽略。

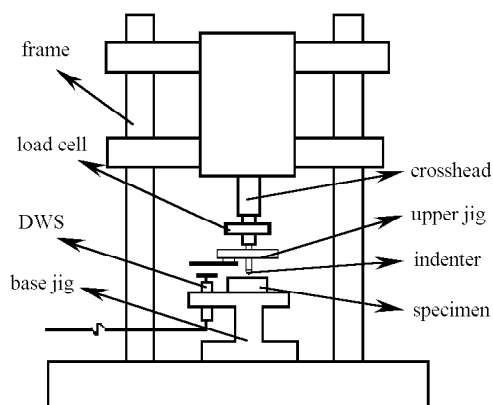


图 1 压入仪示意图

Fig.1 Schematic of instrumentation

2 影响因素

2.1 试样的粗糙度

选用 5 种金属材料: 铝、镁基非晶、铜、铁、不锈钢。这些材料所涵盖的硬度值和模量值的范围较宽。为了避免铜和铁试样中晶界的影响, 对其进行退火处理。退火后, 铜的晶粒尺寸大于 1 mm, 铁的晶粒尺寸在 0.2 mm 左右。试验前, 所有试样均进行机械抛光。利用 MTS Nano Indenter®XP, 对抛光后的试样表面进行了表面粗糙度测试, 结果显示粗糙度均在 $0.2 \mu\text{m}$ 以内。根据 ISO 14577^[4], 压入深度和表面粗糙度的关系为 $h \geq 20R_a$ (压入深度 h , 试样表面粗糙度 R_a), 因此压入深度应该控制在 $4 \mu\text{m}$ 以上。

2.2 压针的面积函数

ISO 14577 规定: 当压入深度 $h > 6 \mu\text{m}$ 时, 按理想压针的面积函数 $A_c = 24.5h_c^2$ 计算; 当 $h < 6 \mu\text{m}$ 时, 需要考虑压针缺陷的影响。文中采用刘东旭和张泰华提出的面积函数^[10] 计算接触面积。该方法将压针尖端等效处理成球和锥的相切连接, 如图 2 所示。面积函数为

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

式中, h_c 为接触深度, α 为压针的等效圆锥半角, R 为压针尖端的等效半径; B 为

$$B = \frac{1 - \sin \alpha}{\cos \alpha} \quad (5)$$

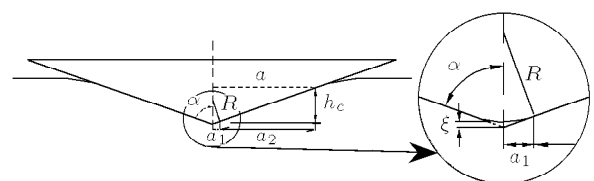
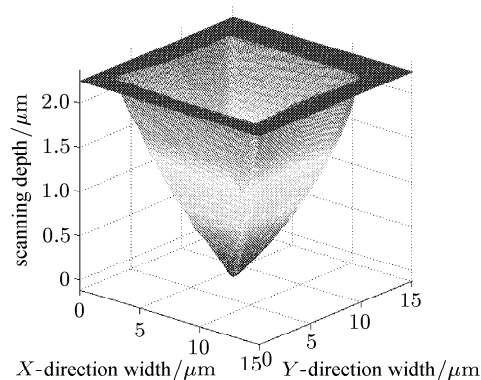


图 2 压针尖端假定的几何模型

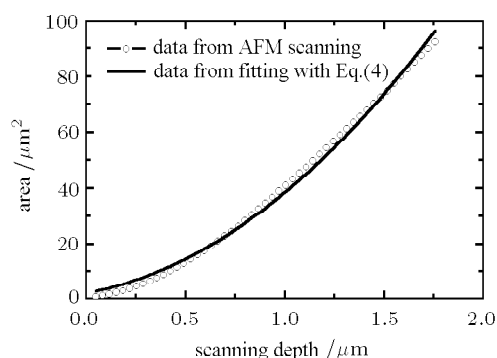
Fig.2 Presumed indenter geometry

由式 (4) 可知, 要计算接触面积, 需知道压针的 α 和 R 。利用 DME DualScope DS 45-40 原子力显微镜 (AFM), 对所使用的 Vickers 压针尖端进行扫描成像, 见图 3(a)。在扫描高度范围内取 100 条均匀间距等高线, 用式 (4) 拟合等高线围成的面积。结果见图 3(b), 得压针的等效半锥角 $\alpha = 70.33^\circ$ 和 $R = 4.44 \mu\text{m}$ 。 α 值接近理想压针的值 70.30° 。



(a) 压针尖端的 AFM 扫描图

(a) Indenter-tip shape from AFM scanning



(b) AFM 扫描面积和式 (4) 的拟合数据

(b) AFM scanning area and fitting area with Eq.(4)

图 3

Fig.3

2.3 机架柔度的修正

虽然 Instron 5848 Microtester 的位移测量系统的分辨力和精度较高,但是测出的位移中包括了机架变形和夹具间隙,这部分被称之为多余位移,见图 4 中虚线所示数据.由于间隙等的存在,多余变

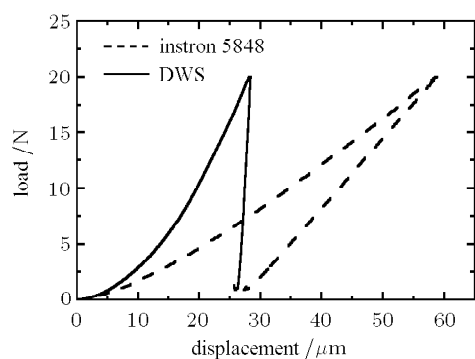


图 4 铝试样的压入曲线

Fig.4 Experimental curves of the aluminum specimen

形随载荷的变化是非线性的,导致难于精确校准机架柔度.为了尽量避免多余位移的影响,设计了专用夹具,采用独立位移传感器 DWS 进行测量.经改进后的位移测试数据如图 4 中实线所示,可以看出机架柔度明显降低.由于 DWS 与试样固定在一起,上极板固定在压针附近,因此 DWS 测出的位移几乎就是压入深度,只包括微量压针的变形.

采用 Oliver-Pharr 机架柔度的校准方法和铝试样确定这部分柔度的影响程度.用机架柔度测量值 C_f 与 $A_c^{-1/2}$ 的迭代来确定机架柔度, C_f 与 $A_c^{-1/2}$ 收敛结果见图 5.用直线拟合图 5 的数据,直线的纵轴截距即为机架柔度,经计算 $C_f = -7.529 \times 10^{-4} \mu\text{m}/\text{N}$.机架柔度小于零是没有物理意义的,说明当前测试系统的精度已无法反映压针的变形,机架柔度对位移数据的影响可以忽略.因此,采用改进后的压入仪进行宏观压入试验时,不需再对载荷-位移曲线进行机架柔度修正.

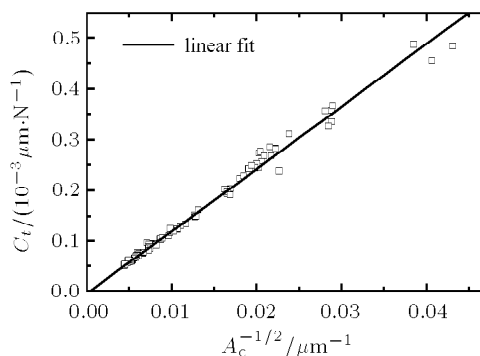


图 5 Oliver-Pharr 方法校准机架柔度的收敛及其拟合曲线

Fig.5 Frame compliance correction following Oliver-Pharr method

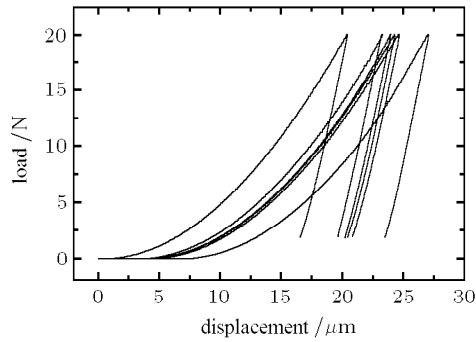
2.4 接触零点的确定

外接位移传感器测量的为压针行程,必须确定接触零点后才能计算出压入深度.采用二阶多项式拟合外推的办法确定零点^[4,11].拟合数据应选在零点附近到最大压入深度的 10% 之间^[4].图 6 给出了拟合确定接触零点的示例.

3 试验结果

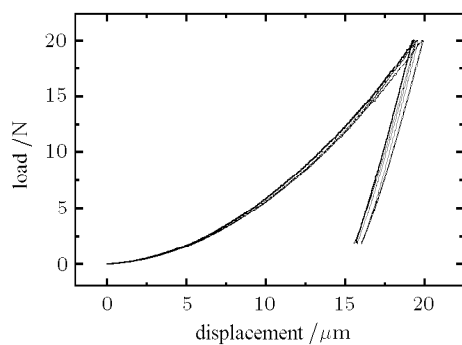
采用 Oliver-Pharr 方法分析载荷-深度数据.首先,拟合卸载曲线靠上部的 50% 的数据

$$P = B(h - h_f)^m \quad (6)$$



(a) 原始数据

(a) Original data



(b) 零点修正后的数据

(b) Data after zero correction

图 6 多项式拟合确定接触零点示例

Fig.6 The example of determining contact zero with polynomial fitting

式中, P 为载荷; B , h_f 和 m 为拟合参数. 其次, 对式 (6) 在最大压入位移处取微分, 计算出接触刚度 S

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

然后, 根据接触刚度计算接触深度

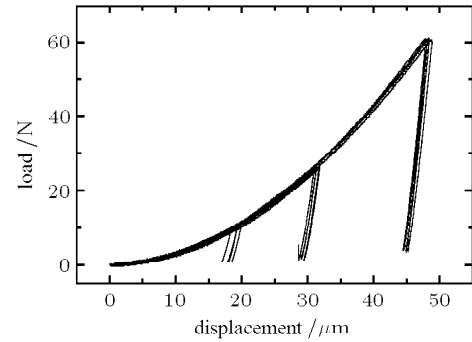
$$h_c = h_{\max} - 0.75 \frac{P_{\max}}{S} \quad (8)$$

最后, 将接触深度带入相应的面积函数得到接触面积. 根据式 (1) 计算硬度, 根据式 (2) 和式 (3) 计算弹性模量.

为了验证改进后压入仪的再现性和重复性, 将每种试样的结果分别与 MTS Nano Indenter® XP 的测试结果进行对比. 用 MTS Nano Indenter® XP 对 5 种金属试样测试时, 均加载到它的上限值 0.5N.

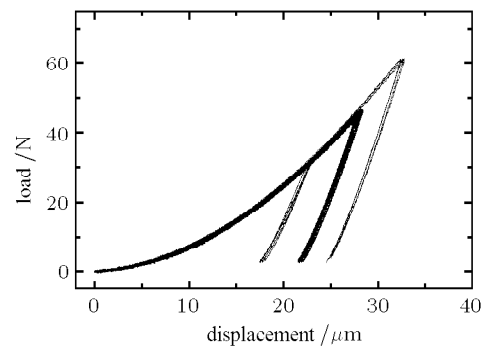
5 种金属材料的压入曲线, 见图 7. 除了不锈钢, 都显示出了较好的重复性. 弹性模量和硬度的计算结果分别见图 8(a) 和图 8(b), 横坐标为压入深

度. MTS Nano Indenter® XP 相应测试结果也在图 8 中给出. 可以看出, 对于所有试样的弹性模量, 两个测试系统的测试结果基本一致; 对于硬度值, 除了铝和不锈钢, 两个系统的测试结果也基本一致.



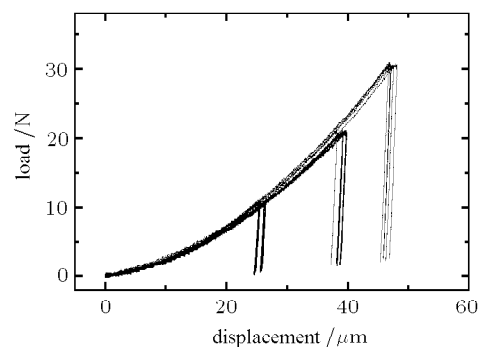
(a) 铝

(a) Aluminum



(b) 镁基非晶

(b) Mg-based BMG

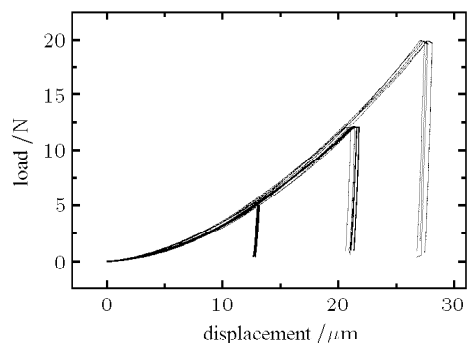


(c) 铜

(c) Copper

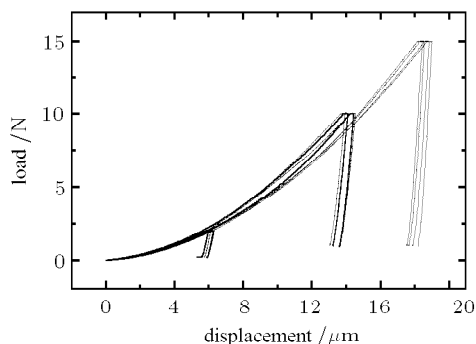
图 7 压入试验曲线

Fig.7 Testing curves



(d) 铁

(d) Iron



(e) 不锈钢

(e) Stainless steel

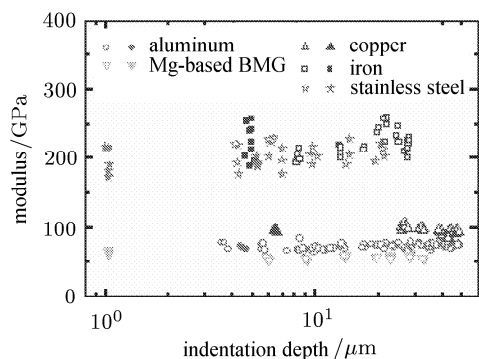
图 7 压入试验曲线 (续)

Fig.7 Testing curves (continued)

根据 ISO 14577, 压入测试结果的分散性通过系数 V 表示, 定义为

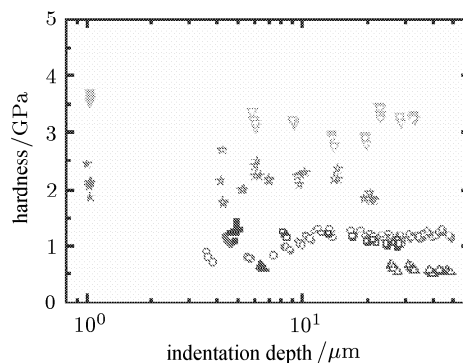
$$V = \frac{s(q)}{\bar{q}} \times 100 \quad (9)$$

式中, $\bar{q}$ 为测试值 q 的算术平均值, $s(q)$ 为 q 的标准偏差。经计算, 所有试样的硬度和弹性模量的分散系数均小于 10%。



(a) 弹性模量

(a) Elastic modulus



(b) 硬度

(b) Hardness

图 8 测试结果 (实心图例数据为 Nano Indenter® XP 结果)

Fig.8 Results (solid legend denoting Nano Indenter® XP results)

4 结 论

通过外接独立的位移传感器和设计专用夹具, 形成了以 Instron 5848 Microtester 作为加载平台的宏观压入仪。载荷 - 位移数据不需再进行机架柔度修正, 实现了直接测量压入深度的目的。选用 5 种典型金属材料进行了宏观压入试验, 测试结果的分散性均在 10% 以内。

压入试验是一种接近无损测试的方法。本工作显示, 基于传统材料试验机, 结合深度测量压入原理, 可以开发其压入功能, 为不易进行单轴拉伸 / 压缩试样, 提供研究其力学行为的有效工具。

参 考 文 献

- 1 Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res*, 1992, 7: 1564~1583
- 2 Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res*, 2004, 19: 3~20
- 3 Sneddon IN. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile Int. *J Engng Sci*, 1965, 3: 47~57
- 4 ISO 14577: Metallic Materials-Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters. 2002
- 5 McElhane KW, Vlassak JJ, Nix WD. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *J Mater Res*, 1998, 13: 1300~1306

- 6 Herrmann K, Jennett NM, Wegener W, et al. Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation. *Thin Solid Films*, 2000, 377-378: 394~400
- 7 Thurn J, Morris DJ, Cook RF. Depth-sensing indentation at macroscopic dimensions. *J Mater Res*, 2002, 17: 2679~2690
- 8 Fisher-Cripps AC. Nanoindentation. New York: Springer-Verlag, 2002
- 9 Antunes JM, Cavalerio A, Menezes LF, et al. Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 149: 27~35
- 10 Liu Dongxu, Zhang Taihua. A new area function for sharp indenter tips in nanoindentation. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2004, 17(3): 159~164
- 11 Cheng YT, Cheng CM. Effects of tip rounding on mechanical property measurements. *J Mater Res*, 1998, 13: 1059~1064

DEVELOPMENT OF MACRO-DEPTH-SENSING-INDENTATION INSTRUMENTATION¹⁾

Liu Dongxu²⁾ Zhang Taihua³⁾ Huan Yong

(State Key Laboratory for Nonlinear Mechanics (LNM), Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences,
Beijing 100080, China)

Abstract Using the Instron 5848 Microtester equipped with an additional displacement sensor and specially designed jigs as the main loading setup, DSI(depth-sensing indentation) tests were performed on typical metallic materials at a macro range. From the indentation data, the hardness and modulus of the materials were directly extrapolated without a frame compliance calibration, with an analysis procedure proposed by Oliver and Pharr. In this analysis, the contact area was calculated for indentation depths $\geq 6\mu\text{m}$ from the area function of an ideal indenter tip and for depths $< 6\mu\text{m}$ from the area function suggested by Liu and Zhang. A comparison between our results and those from the MTS Nano Indenter[®] XP shows that the repeatability is ideal, and the scatter of both hardness and modulus values is within 10%. So, it is feasible to develop the DSI capacity for traditional material testing machines.

Key words hardness, elastic modulus, macroscopic depth-sensing indentation test, frame compliance, metallic materials

Received 14 February 2006, revised 12 December 2006.

1) The project supported by the National Natural Science Foundation of China (10572142, 10432050, 10602058).

2) The 41st Institute of the Sixth Academy, China Aerospace Science & Industry Corp, Huhhot 010010, China

3) E-mail: zhangth@lnm.imech.ac.cn