



材料力学性能仪器化

压入测试原理

Principles of Measuring Mechanical Properties
of Materials by Instrumented Indentation

马德军 著



国防工业出版社
National Defense Industry Press

材料力学性能仪器化 压入测试原理

**Principles of Measuring Mechanical Properties
of Materials by Instrumented Indentation**

国防工业出版社

· 北京 ·

内 容 简 介

本书系统阐述了材料杨氏模量的仪器化纳米—微米压入测试原理、硬度“尺寸效应”的准晶粒机制及准宏观硬度的仪器化纳—微米压入测试原理、传统维氏硬度与仪器化压入硬度的关系及维氏硬度的仪器化纳—微米压入测试原理、单轴强度均值与仪器化压入硬度的关系及单轴强度均值的仪器化纳—微米压入测试原理,最后介绍了材料仪器化压入载荷—位移曲线的时间无关校正原理。

本书可供材料、力学、物理、机械、电子、生物等领域的研究人员、工程技术人员以及大专院校相关专业的师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

材料力学性能仪器化压入测试原理/马德军著. —北京:国防工业出版社,2010.2
ISBN 978-7-118-06736-1

I. ①材... II. ①马... III. ①材料力学性质—力学性能试验 IV. ①TB302.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 020590 号

※

国防工业出版社 出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路 23 号 邮政编码 100048)

天利华印刷装订有限公司印刷

新华书店经售

*

开本 710×960 1/16 印张 12.5 字数 256 千字

2010 年 2 月第 1 版第 1 次印刷 印数 1—3000 册 定价 45.00 元

(本书如有印装错误,我社负责调换)

国防书店:(010)68428422

发行邮购:(010)68414474

发行传真:(010)68411535

发行业务:(010)68472764

前 言

随着表面改性材料、薄膜材料、MEMS(微电子微机械系统)材料、复合材料、纳米材料等领域的快速发展,表面、界面及微尺度材料的工作可靠性由于面临苛刻工作条件的挑战,越来越引起人们的重视,成为国内外研究的热点。然而受尺寸限制,传统的材料力学性能测试技术及手段已经无法满足上述材料的力学性能测试需要,致使材料微区力学性能的测试成为亟待解决的关键问题。

仪器化压入技术是在传统布氏硬度和维氏硬度试验基础上发展起来的一种微区和非破坏性的新的材料力学性能测试技术,它通过高精度的同步测试和记录特定几何形状的压头压入及撤离试样过程的载荷与位移关系,提供比传统硬度试验丰富得多的能反映被测试材料力学性能的宝贵信息,该技术因此享有“材料力学性能探针”的美誉。1992 年美国商用仪器化纳米压入仪的发明人 W. C. Oliver 与 Rice 大学 G. M. Pharr 教授共同提出了著名的基于仪器化压入测试技术确定材料杨氏模量的经典方法,即 Oliver-Pharr 方法,这标志着

人们利用商用仪器化压入技术确定材料力学性能的开始。尽管该方法目前已经在各类商用仪器化压入仪中获得广泛使用,但该方法的理论基础是小变形弹性理论,即不考虑被测试材料在压头压入加载时的塑性行为和几何大变形,这与真实材料的压入行为明显不符。正是由于忽略了材料物理和几何非线性,使得该方法在应用于低硬化水平的被测材料时,可以导致被测材料的杨氏模量严重偏离其真值。因此精度不高是目前各类商用仪器化压入仪存在的突出问题。除了杨氏模量,商用仪器化压入仪还广泛应用于材料硬度的测量。目前广泛使用的仪器化压入硬度系 Oliver & Pharr 定义和提出的,因此被称为 Oliver-Pharr 硬度或仪器化压入硬度。利用仪器化压入仪进行材料硬度测量时不可避免地会遇到如下问题:首先,在几十纳米至几个微米压入深度测量范围里,仪器化压入测试存在硬度与深度相关的所谓硬度“尺寸效应”,因此“尺寸效应”的机制问题以及如何根据纳—微米压入测量结果来预测材料的宏观或准宏观硬度成为仪器化压入测试中极富意义和充满挑战性的课题;其次,由于与广泛使用的传统维氏硬度的测量方式不同,仪器化压入硬度存在与传统维氏硬度相沟通的通用化问题;最后是硬度物理本质的表征问题,即仪器化压入硬度与材料单轴强度的关系问题。上述问题连同仪器化压入载荷—位移曲线的时间无关校正问题构成了当前仪器化压入测试领域里的重要且基础性的关键问题,解决这些问题对于促进仪器化压入技



术的发展无疑具有重要的理论和工程应用价值。

本书分六章阐述上述问题,所涉及的测试原理及方法均为作者近年来的最新研究成果。希望本书的出版能为人们了解材料力学性能仪器化压入测试原理提供帮助。

本书得到国家自然科学基金项目(10672185)的资助,在此向国家自然科学基金委表示衷心的感谢!

由于作者学识水平有限,书中不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

马德军

2010年1月26日于北京

目 录

第一章 杨氏模量仪器化微米压入测试原理	1
1.1 理想锥压入问题的量纲及有限元分析	4
1.2 名义硬度与杨氏模量和压入比功的 关系	9
1.3 Oliver-Pharr 硬度与杨氏模量和压入比功 的关系	13
1.4 β 硬度与杨氏模量和压入比功的关系	17
1.5 杨氏模量仪器化微米压入测试方法	21
1.5.1 基于名义硬度和压入比功的杨氏模量 测试方法	21
1.5.2 基于 Oliver-Pharr 硬度和压入比功的 杨氏模量测试方法	22
1.5.3 基于 β 硬度和压入比功的杨氏模量 测试方法	23
1.6 杨氏模量仪器化微米压入测试方法的精度 分析	24
1.7 杨氏模量仪器化微米压入测试方法的实验	

验证	29
参考文献	39
第二章 杨氏模量仪器化纳米压入测试原理	41
2.1 Berkovich 压头的钝化表征	44
2.2 名义硬度与杨氏模量、压入比功以及压头 钝化量的关系	47
2.3 杨氏模量仪器化纳米压入测试方法	62
2.4 杨氏模量仪器化纳米压入测试方法的精度 分析	64
2.5 杨氏模量仪器化纳米压入测试方法的实验 验证	66
参考文献	74
第三章 准宏观硬度仪器化纳—微米压入测试 原理	75
3.1 表征应力、表征应变与仪器化压入硬度及 杨氏模量的关系	78
3.2 塑性区半径与压入深度、仪器化压入硬度、 杨氏模量及硬化指数的关系	82
3.3 仪器化纳—微米压入硬度尺寸效应的 准晶粒机制	85
3.4 基于准晶粒机制的准宏观硬度仪器化纳— 微米压入测试方法	90
3.5 准宏观硬度仪器化纳—微米压入测试方法 的实验验证	92
参考文献	122

第四章 维氏硬度仪器化纳一微米压入测试

原理	123
4.1 维氏硬度仪器化微米压入测试原理	126
4.1.1 维氏硬度与仪器化压入硬度的 关系	126
4.1.2 维氏硬度仪器化微米压入测试 方法	134
4.1.3 维氏硬度仪器化微米压入测试方法的 实验验证	135
4.2 维氏硬度仪器化纳一微米压入测试 原理	137
4.2.1 维氏硬度仪器化纳一微米压入测试 方法	138
4.2.2 维氏硬度仪器化纳一微米压入测试 方法的实验验证	139
参考文献	140

第五章 单轴强度均值仪器化纳一微米压入测试

原理	141
5.1 单轴强度均值仪器化微米压入测试 原理	143
5.1.1 单轴强度均值与材料基本力学性能 参数的关系	143
5.1.2 单轴强度均值与仪器化压入硬度、	

比功及杨氏模量的关系	147
5.1.3 单轴强度均值仪器化微米压入测试	
方法	156
5.1.4 单轴强度均值仪器化微米压入测试	
方法的精度分析	158
5.1.5 单轴强度均值仪器化微米压入测试	
方法的实验验证	160
5.2 单轴强度均值仪器化纳—微米压入测试	
原理	163
5.2.1 单轴强度均值仪器化纳—微米压入	
测试方法	163
5.2.2 单轴强度均值仪器化纳—微米压入	
测试方法的实验验证	167
5.3 单轴强度均值与材料疲劳强度极限的	
关系	172
参考文献	177

第六章 仪器化压入载荷—位移曲线的时间无关

校正原理	180
6.1 材料仪器化压入恒载蠕变应变的基本	
规律	181
6.2 材料仪器化压入蠕变应变的尺寸效应 ...	184
6.3 材料仪器化压入载荷—位移曲线的时间	
无关校正方法	185
6.4 时间无关校正方法应用示例	186
参考文献	190

第一章

杨氏模量仪器化微米 压入测试原理

- 1.1 理想锥压入问题的量纲及有限元分析
- 1.2 名义硬度与杨氏模量和压入比功的关系
- 1.3 Oliver-Pharr 硬度与杨氏模量和压入比功的关系
- 1.4 β 硬度与杨氏模量和压入比功的关系
- 1.5 杨氏模量仪器化微米压入测试方法
- 1.6 杨氏模量仪器化微米压入测试方法的精度分析
- 1.7 杨氏模量仪器化微米压入测试方法的实验验证

目前在各类商用仪器化压入仪中广泛使用由 W. C. Oliver 和 G. M. Pharr 提出的确定材料杨氏模量的方法,即 Oliver-Pharr 方法^[1-3]。该方法基于如下关系来确定杨氏模量:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S_u}{\sqrt{A(h_{O\&P})}} \quad (1.1)$$

$$h_{O\&P} = h_m - 0.75 p_m / S_u \quad (1.2)$$

$$E = (1 - \nu^2) / [1/E_r - (1 - \nu_i^2)/E_i] \quad (1.3)$$

式中 $S_u = dp/dh|_{h=h_m}$ ——卸载曲线的初始卸载斜率;

$h_{O\&P}$ ——W. C. Oliver 和 G. M. Pharr 定义的压头与被压材料在最大压入载荷 p_m 或最大压入深度 h_m 时的接触深度,因此被称为 Oliver-Pharr 接触深度; $A(h_{O\&P})$ 为对应 Oliver-Pharr 接触深度 $h_{O\&P}$ 的压头横截面积(对应任意深度 h 的压头横截面积 $A(h)$ 被称为压头的面积函数);

β ——常数,对于 Berkovich 压头, $\beta=1.034$;

E_r ——压头与被压材料的折合杨氏模量,其与被压材料杨氏模量 E 、泊松比 ν 以及压头相应参量(E_i, ν_i)的关系为 $1/E_r = (1 - \nu^2)/E + (1 - \nu_i^2)/E_i$ 。

Oliver-Pharr 方法的缺陷在于其理论基础为小变形弹性理论,即不考虑被测试材料在压头压入加载时的塑性行为和几何大变形,这与真实材料的压入行为明显不符。正是由于忽略了材料物理和几何非线性,使得该方法在应用于低应变硬化水平的被测材料时,可以导致 Oliver-Pharr 接触深度严重偏离压头与被压材料的真实接触深度,进而导致被测材料的杨氏模量严重偏离其真值。因此精度不高是目前各类商用仪器化压入仪存在的突出问题。而解决该问题必须还原材料在压入过程中的真实力学行为。

本章针对仪器化微米压入实验,阐述材料杨氏模量新的测试原理与方法。所谓仪器化微米压入实验是指利用仪器化压入仪和金刚石 Berkovich 压头对材料表面实施压入深度大于 $1\mu\text{m}$ 或数微米的压入实验。就杨氏模量的测试而言,是指压入深度大于 $1\mu\text{m}$ 的压入实验。对于此种实验,可以忽略金刚石压头的尖端钝化对材料仪器化压入硬度和压入加、卸载功的影响,因此在对材料压入问题进行建模分析时可以将金刚石锥形压头处理为理想尖端锥形几何。在此前提下,本章从理想锥压入问题的量纲分析以及弹性金刚石压头压入弹塑性材料的大变形有限元分析入手,开展了材料压入响应与材料杨氏模量的关系研究,揭示了三种仪器化压入硬度,即,名义硬度、Oliver-Pharr硬度以及 β 硬度与仪器化压入加、卸载功和材料杨氏模量的近似函数关系,并据此提出了三种仪器化微米压入测试材料杨氏模量的新方法,最后对所提方法进行了精度估计和多种材料的实验验证。

1.1 理想锥压入问题的量纲及有限元分析

在仪器化压入实验中,三棱锥 Berkovich 压头获得广泛应用。与传统四棱锥 Vickers 压头相比,三棱锥 Berkovich 压头的优点在于可以避免压头尖端出现横刃,从而避免在浅压入时失去几何自相似的特性。研究表明,就仪器化压入加、卸载曲线而言,Berkovich 压头可以用具有相同面积函数的锥半角为 70.3° 的圆锥压头来近似,亦即对于同一被压材料,采用 Berkovich 压头和采用锥半角为 70.3° 的圆锥压头可以获得相同的仪器化压入加、卸载曲线^[4,5]。因此,考虑建模简单,本章只就材料在锥半角为 70.3° 的圆锥压头作用下的压入响应展开分析。

图 1.1 为典型的仪器化压入载荷—位移曲线,根据该曲线可以定义各种仪器化压入硬度,其中,名义硬度 H_n 被定义为最大压入载荷 p_m 与对应最大压入深度 h_m 的压头横截面积 $A(h_m)$ 之比,即, $H_n \equiv p_m / A(h_m)$; Oliver-Pharr 硬度被定义为最大压入载荷 p_m 与对应 Oliver-Pharr 接触深度 $h_{O\&P}$ 的压头横截面积 $A(h_{O\&P})$ 之比,即, $H_{O\&P} \equiv p_m / A(h_{O\&P})$; β 硬度被定义为 $H_\beta \equiv \sqrt{\pi} S_u / [2 \sqrt{A(h_{O\&P})}]$, 由式(1.1)知, $H_\beta / E_r \equiv \sqrt{\pi} S_u / [2 \sqrt{A(h_{O\&P})}] / E_r = \beta$, 因此 $H_\beta \equiv \sqrt{\pi} S_u / [2 \sqrt{A(h_{O\&P})}]$ 被称为 β 硬度。为分析方便,用“ H_x ”代表上述三种仪器化压入硬度的任意一种,即下标“X”可以代表“n”、“O&P”和“ β ”。此外,根据仪器化压入载荷—位移曲线可以定义压入加载功 W_t 和卸载功 W_e 分别为压头在加载过程和卸载过程中所做的功,其值分别等于加载曲线和卸载曲线与载荷—位移曲线横坐标所围面积,如图 1.1 所示。

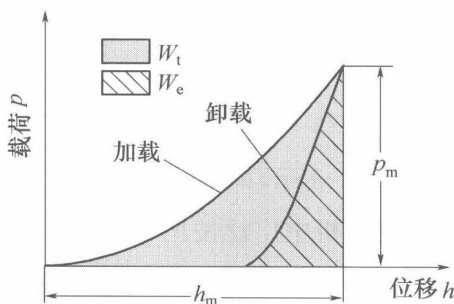


图 1.1 仪器化压入加、卸载曲线及
加、卸载功示意图

由于仪器化压入问题涉及复杂的材料、几何和接触边界条件非线性,因此人们至今无法获得准确的解析解,对此本书采用有限元数值方法来分析被压材料参数与压入响应间的关系。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

$$\sigma = \begin{cases} E\varepsilon, & \varepsilon \leq \varepsilon_y \\ \sigma_y (\varepsilon/\varepsilon_y)^n, & \varepsilon > \varepsilon_y \end{cases} \quad (1.4)$$

式中 σ 和 ε ——真应力和真应变;

σ_y 和 $\varepsilon_y = \sigma_y/E$ ——屈服应力和屈服应变;

n ——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测材料的屈服强度 σ_y 、硬化指数 n 、杨氏模量 E 、泊松比 ν 、金刚石压头的杨氏模量 E_i 、泊松比 ν_i 以及最大压入深度 h_m 的函数。本章将仪器化压入硬度 H_x 和压入比功 W_e/W_t 当成压入响应,则它们可以分别表示为如下函数:

$$H_x = f_{x1}(\sigma_y, n, E/(1-\nu^2), E_i/(1-\nu_i^2), h_m) \quad (1.5)$$

$$W_e/W_t = f_{w1}(\sigma_y, n, E/(1-\nu^2), E_i/(1-\nu_i^2), h_m) \quad (1.6)$$

6 式中 $E/(1-\nu^2)$ 和 $E_i/(1-\nu_i^2)$ 分别是被测试材料和压头材料的平面应变杨氏模量^[6];比值 $[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$ 被定义为平面应变杨氏模量之比,用符号“ η ”表示,即, $\eta = [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$ 。考虑到在弹性接触问题分析中广泛使用压头及被压材料的折合杨氏模量 E_r ^[6],并且 $E_r = 1/[(1-\nu^2)/E + (1-\nu_i^2)/E_i]$,因此, $E_i/(1-\nu_i^2)$ 可以表示为 $E_i/(1-\nu_i^2) = 1/[(1/E_r) - (1-\nu^2)/E]$,同时式(1.5)、式(1.6)可以被改写为

$$H_x = f_{x2}(\sigma_y, n, E/(1-\nu^2), E_r, h_m) \quad (1.7)$$

$$W_e/W_t = f_{w2}(\sigma_y, n, E/(1-\nu^2), E_r, h_m) \quad (1.8)$$

应用量纲II定理,上式被简化为

$$H_x/E_r = f_{x3}(\sigma_y/E_r, n, [E/(1-\nu^2)]/E_r) \quad (1.9)$$

$$W_e/W_t = f_{w3}(\sigma_y/E_r, n, [E/(1-\nu^2)]/E_r) \quad (1.10)$$

由于

$$[E/(1-\nu^2)]/E_r = [E/(1-\nu^2)][(1-\nu^2)/E + (1-\nu_i^2)/E_i] = 1 + [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)], \text{式(1.9)、式(1.10)可以被进一步改写为}$$

$$H_x/E_r = f_{x4}(\sigma_y/E_r, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.11)$$

$$W_e/W_t = f_{w4}(\sigma_y/E_r, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.12)$$

根据式(1.12), σ_y/E_r 可以被表示为

$$\sigma_y/E_r = f_{w4}^{-1}(W_e/W_t, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.13)$$

将式(1.13)代入式(1.11), 最终可以确定 H_x/E_r 为 W_e/W_t 、 n 和 $[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$ 的函数, 即

$$H_x/E_r = f_{xr}(W_e/W_t, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.14)$$

式(1.14)代表三种仪器化压入硬度的无量纲函数关系, 即

$$H_n/E_r = f_{nr}(W_e/W_t, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.15)$$

$$H_{O\&P}/E_r = f_{O\&P}(W_e/W_t, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.16)$$

$$H_\beta/E_r = f_{\beta r}(W_e/W_t, n, [E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]) \quad (1.17)$$

为获得式(1.15)至式(1.17)的显式解, 本书应用商用有限元软件 ABAQUS^[7]对圆锥压头(圆锥半角为 70.3°)压入弹塑性材料的载