

平头压痕 测试技术及其应用

岳珠峰 赵彬 许宝星 温世峰 闫五柱 著



科学出版社
www.sciencep.com

平头压痕 测试技术及其应用

岳珠峰 赵 彬 许宝星 温世峰 闫五柱 著

科学出版社
北京

内 容 简 介

本书共分为8章。第1章介绍了压痕测试技术的发展、应用范围和优势；第2章介绍了平头压痕的测量仪器的开发和基本原理；第3~5章分别介绍了平头压痕测试技术测量材料的弹性模量、蠕变以及疲劳的测试原理；第6~8章分别介绍了平头压痕技术在涂层材料、晶体材料等领域中的典型应用。

本书可供高等院校力学、材料、机械、生物、物理和化学等相关专业的研究生、高年级本科生和教师使用，也可供相关工程技术领域的研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

平头压痕测试技术及其应用/岳珠峰等著. —北京：科学出版社, 2010

ISBN 978-7-03-026484-8

I. 平… II. 岳… III. ①工程材料—蠕变试验—研究 ②工程材料—疲劳试验—研究 IV. TB302.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010) 第 014465 号

责任编辑：刘凤娟 / 责任校对：陈玉凤

责任印制：钱玉芬 / 封面设计：王 浩

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码：100717

<http://www.sciencep.com>

骏立印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2010 年 1 月第 一 版 开本：B5(720×1000)

2010 年 1 月第一次印刷 印张：11 1/2

印数：1—2 000 字数：225 000

定 价：46.00 元

(如有印装质量问题，我社负责调换（环伟）)

前　　言

压痕测试是近年来工程技术界关注的前沿技术,作为一种局部的、非破坏的试验方法,压痕技术在材料力学性能特别是薄膜材料力学性能的测定中已经得到了广泛的应用。为了适用于目前材料科学的迅速发展,压痕法的应用领域也有了较快发展,它不仅能够应用于金属、陶瓷、高聚物的测试,还能应用于表面工程系统、粉末、复合材料、微系统器件等材料的力学性能评价。另外,压痕技术由于具有压入尺寸小、位置空间分辨率高、对试样大小和形状无特殊要求、不破坏试样等优点,近年来已经成为生物及相关材料微结构力学性能检测的有力工具,被广泛应用于植物细胞壁、骨骼、牙齿和头发等的微结构以及昆虫的翅膀等组织的力学性能的研究。目前,大量有关测试原理和应用的文章出现在各类专业期刊中。为了适应目前国内压痕力学行为测试技术的需要,作者在国家自然科学基金项目的资助下,开展了平头压痕测试技术、平头压痕测试仪器、平头压痕测试原理以及典型应用等方面的研究,并将研究成果汇成本书。

本书共分为 8 章。第 1 章介绍了压痕测试技术的发展及其应用范围和优势;第 2 章介绍了平头压痕的测量仪器的开发和基本原理;第 3~5 章分别介绍了平头压痕测试技术测量材料的弹性模量、蠕变以及疲劳的测试原理;第 6~8 章分别介绍了平头压痕技术在涂层材料、晶体材料等领域中的典型应用。

由于压痕测试技术涉及学科较多,发展速度快,本书在取材和论述方面若存在不妥之处,敬请广大读者批评指正。

本工作得到国家自然科学基金项目(10472094)的资助,在此表示感谢。并对为本书的编写、出版提供支持和方便的所有同志表示衷心的感谢。

作　者

2009 年 11 月 20 日

目 录

第 1 章 绪论	1
参考文献	4
第 2 章 平头压痕测试仪器开发	6
2.1 平头压痕蠕变测试仪器开发	6
2.1.1 试验测试原理及夹具设计	6
2.1.2 试验机的适用性讨论	6
2.2 平头压痕疲劳测试系统开发	8
2.2.1 试验系统开发	8
2.2.2 试验材料加工	8
2.2.3 加载系统	8
2.3 影响压痕测试的因素	9
2.3.1 压头缺陷	9
2.3.2 表面粗糙度	14
2.3.3 残余应力	23
参考文献	27
第 3 章 平压头下材料弹塑性压痕响应	29
3.1 平头压痕法测量单相材料的约化杨氏模量	29
3.1.1 纯弹性压痕	29
3.1.2 弹塑性压痕	29
3.2 压痕法确定薄膜约化杨氏模量	31
3.2.1 薄膜/基体系统在平压头下的应力分析	31
3.2.2 软薄膜/硬基体下基体对压痕规律的影响	36
3.2.3 压痕法测量薄膜约化杨氏模量	41
3.2.4 影响薄膜约化杨氏模量测量值的因素	45
参考文献	48
第 4 章 平头压痕蠕变理论及应用	49
4.1 单相材料系统	50
4.1.1 压痕蠕变试验和单轴拉伸蠕变试验的等效研究	50

4.1.2 平头压痕试验结合有限元方法确定材料的蠕变参数	54
4.2 两相材料系统	57
4.2.1 颗粒 (P)/基体 (M) 系统	57
4.2.2 薄膜 (TF)/基体 (S) 系统	63
4.3 压痕法确定纤维复合材料界面影响区的蠕变特性	76
4.3.1 模型与假设	77
4.3.2 计算结果与分析	78
4.3.3 反演法确定界面影响区的特性	80
参考文献	82
第 5 章 平头压痕疲劳测试技术	85
5.1 平头压痕疲劳测试原理	86
5.1.1 弹性半无限大体压痕疲劳问题	86
5.1.2 黏弹性半无限大体压痕疲劳问题	88
5.2 等幅疲劳载荷下的平头压痕疲劳	90
5.2.1 引言	90
5.2.2 压痕疲劳试验结果	92
5.3 疲劳过载作用下的平头压痕疲劳	96
5.3.1 压痕疲劳过载试验	96
5.3.2 压痕试验结果	97
5.3.3 微观结构演化	101
5.3.4 压痕功分析和讨论	104
5.4 疲劳欠载作用下的压痕疲劳	105
5.4.1 压痕疲劳欠载试验	105
5.4.2 试验结果分析	106
5.4.3 微观结构演化	109
5.4.4 讨论	111
5.5 压痕疲劳的有限元模拟	113
5.5.1 本构模型	113
5.5.2 有限元模拟	113
5.5.3 有限元结果分析	114
参考文献	119
第 6 章 镍基单晶合金平头压痕试验研究	123
6.1 平头压痕法确定镍基单晶合金蠕变参数	123

6.1.1 应力应变关系	123
6.1.2 蠕变本构方程	124
6.1.3 晶体取向的影响	125
6.1.4 压痕蠕变应力的影响	126
6.1.5 压头下方蠕变应力特征	126
6.1.6 晶体蠕变参数的影响	128
6.1.7 确定晶体蠕变参数 a 和 n	129
6.2 镍基单晶合金压痕蠕变形貌研究	133
6.2.1 压痕周围 Mises 应力特征	134
6.2.2 压痕周围表面形貌特征	135
6.2.3 表面应力特征	139
6.2.4 晶体取向的影响	143
6.2.5 时间与载荷的影响	144
参考文献	146
第 7 章 平头压痕技术在热障涂层材料性能测试方面的应用	148
7.1 平头压痕技术测试热障涂层弹性参数	149
7.1.1 模型	149
7.1.2 数值结果分析	150
7.1.3 平头压痕试验确定 TBC 涂层中 E_1 和 E_2 的方法	152
7.2 平头压痕技术测试热障涂层蠕变参数	153
7.2.1 理论基础	153
7.2.2 模型描述	154
7.2.3 有限元计算结果	154
7.2.4 压痕蠕变实验确定粘结层蠕变参数的方法	156
参考文献	158
第 8 章 平头压痕方法确定材料损伤及蠕变剩余寿命研究	160
8.1 平头压痕在剩余寿命预测方面的应用 —— 有限元计算	160
8.1.1 有限元模型	160
8.1.2 有限元结果	161
8.2 平头压痕在剩余寿命预测方面的应用 —— 试验验证	164
8.2.1 平头压痕弹塑性试验确定硬铝合金 2A12 的蠕变剩余寿命研究	164
8.2.2 平头压痕蠕变试验确定硬铝合金 2A12 蠕变剩余寿命研究	167

参考文献	170
索引词	171
符号列表	173

第1章 絮 论

材料力学性能测试中通常使用标准试样(如圆棒试样),这些试验的试样有一定的数量和尺寸要求,但在一些情况下这些要求是无法满足的;另外当标准试样与所研究材料之间的微结构有所不同时,由传统的标准试验方法所得出的结果并不能如实地反映所研究材料的性能,也较难直接用于力学模型的建立和机理的研究。相比之下,局部方法作为常规方法的补充在一些情况下有较大的吸引力^[1]。

局部方法中的重要一种是压痕法。压痕法是由硬度测试方法发展而来,薄膜材料系统的应用和发展极大地推动压痕法的发展^[2-4]。随着对材料和结构研究的细微纳观化,压痕法可以又分为宏观压痕法、显微压痕法以及纳观压痕法。在不同的尺度领域,研究的重点和需要考虑的因素都有所不同^[5]。本书不涉及纳观领域,而以宏观层次为主,涉及细微观层次。

目前压痕法已用于力学量测量和机理研究的各个方面,大致可以分为以下几类^[6-14]:其一,通过压痕法来测量受压材料的力学量、屈服应力、塑性特性、蠕变、疲劳、黏弹特性、高聚物的存储模量和损失模量以及断裂性能等;其二,通过压痕法来研究力学机理,如蠕变机理和破坏机理等;其三,对在役结构及局部材料进行压痕试验直接得到局部材料力学特性;其四,对压痕法本身的研究,建立局部压痕法和常规方法的联系,进而通过压痕方法获取材料的特性;其五,通过压痕法来提高材料的抗疲劳、断裂的性能。迄今对压痕的研究,可用图 1.1 概括表示。

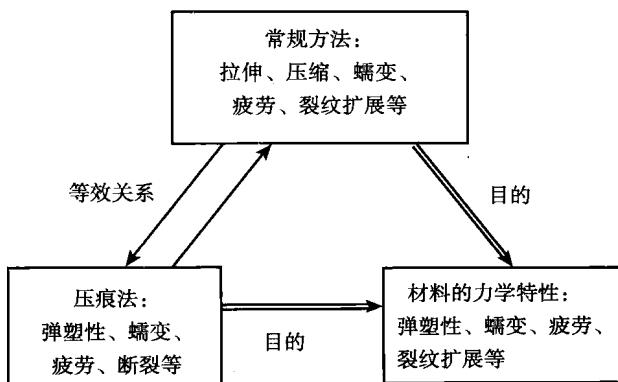


图 1.1 压痕法的目的及其和常规方法的关系

压痕法的应用领域也有了较快发展,它不仅能够应用于金属、陶瓷、高聚物的

测量,还能应用于表面工程系统、粉末、复合材料、微系统器件等材料的力学性能评价。另外,由于压痕技术具有压入尺寸小、位置空间分辨率高、对试样大小和形状无特殊要求、不破坏试样等优点,近年来已经成为生物及相关材料微结构力学性能检测的有力工具,广泛应用于植物细胞壁、骨骼、牙齿和头发等的微结构以及昆虫的翅膀等组织的力学性能研究^[15-18]。

压头的形状最初有 Berkovick(三棱锥) 和 Vicker 压头(四棱锥形), 目前又发展了 Cube Corener 压头(立方角压头)、圆锥压头、球形压头、圆柱压头、环形压头和楔形压头等。不同形状压头的应用范围也有所不同,如 Berkovick 压头主要用于硬度和模量等的测试,立方角压头主要用于断裂韧度的研究,球形压头适合测量软材料和模拟服役条件下的接触损伤,平压头因其压头前方应力场较为稳定而适用于蠕变现象研究。本书研究的重点是针对不同的材料和材料/结构系统,试图直接建立压痕法和常规法之间的关系,即由压痕法来确定不同材料和材料/结构系统的受压材料的力学性能,并将其应用于单相材料、受限单相材料、颗粒增强材料、薄膜材料/结构系统、纤维界面蠕变特性等几个方面。最近,又将压痕法推广到材料的蠕变损伤规律的研究。

与常规标准实验方法相比,压痕实验技术的优越性体现在以下几个方面^[19-22]:

- ① 所需实验材料的体积小,使得环境条件更易于控制,从而更加接近实际在役材料的工作环境,提高实验精度,另外还能够在很大程度上降低实验费用。
- ② 对试件的形状要求不严格,能够测定一些特殊材料的性能,如生物材料,也有助于降低试件加工成本,缩短加工时间。
- ③ 实验可以在一个试件上完成,有助于降低由于加工而带来的时间与试件之间的差异,减小实验数据的分散性,提高实验精度。
- ④ 试件的材料可以从在役材料中直接得到,有助于减小试件与实际在役材料之间的差异。
- ⑤ 所需实验时间较短,有助于缩短实验周期,提高实验效率。
- ⑥ 压痕深度与材料硬度之间存在指数关系,可以代替传统的硬度实验。
- ⑦ 可以用于材料局部特性的测定,如裂纹尖端处应力场的测定等。
- ⑧ 实验装置体积相对较小,有望实现材料的在役检测。

压痕是一个复杂的弹塑性过程,当接触载荷足够小时,压入附近局部区域为弹性变形,随着载荷的增加,最大切应力处达到屈服极限,塑性变形区在周围的弹性材料内扩展,为弹塑性转变阶段。当载荷进一步增加时,塑性区达到材料表面,压入变形进入完全塑性阶段。目前,对于压痕过程的力学分析和模型的建立,主要集中于弹性阶段,采用接触力学的方法。而弹塑性阶段的分析,由于其复杂性,缺乏相应的解析解。对于压痕蠕变、压痕疲劳而言,由于需要考虑的因素更多,对其进行力学分析存在着更大的困难,在理论上还无法获得其力学模型。因此,目前对压痕方法的研究大体从两个方面着手:压痕实验和有限元计算。

一般而言,压痕实验可以从两个方面反映受压材料的力学特性^[22]。其一为实

验过程中连续记录的压痕响应曲线, 如图 1.2 所示。通过载荷-压痕位移曲线可以确定材料的弹性模量、硬度、硬化指数以及屈服强度等; 通过时间与压痕深度关系曲线可以确定材料的蠕变性能; 通过循环次数和压痕深度关系曲线可以确定材料的疲劳性能。其二为压头下方材料在受压变形过程中的演化特征及卸载后残留的压痕形貌特征。通过对卸载后的压痕残余形貌的研究, 可以定性研究材料的塑性特性、位错形态演化以及确定压痕变形机理等。如压头压入材料以后, 在压痕周围会出现“堆积”或“沉陷”现象, 根据这些现象可以大致区分材料塑性特性。对于较低应变硬化的合金, 由于塑性不可压缩, 压头下方的材料向趋向压头周围方向流动, 从而产生堆积现象; 而对于应变硬化较高的合金材料而言, 塑性变形区主要沿着径向朝远离压头的外围传播, 进而使得卸载以后的压痕面积低于初始的材料接触面积, 呈现“沉积”现象。

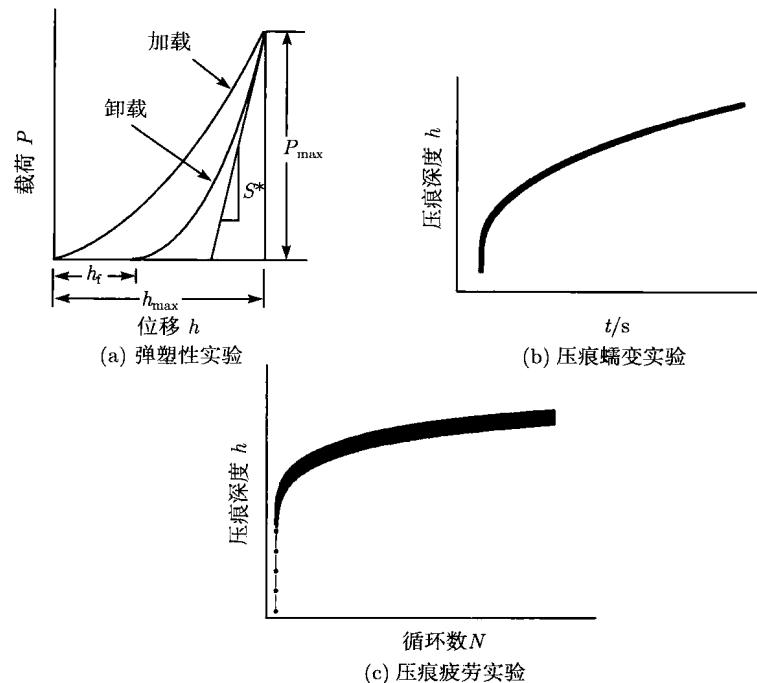


图 1.2 实验获得的压痕响应曲线^[22]

本书是作者及其所在课题组研究工作的总结, 以平头压痕研究为主。第 1 章介绍了压痕测试技术的发展极其应用范围和优势; 第 2 章介绍了平头压痕的测试仪器, 包括平头压痕蠕变测试系统开发、平头压痕疲劳测试系统开发以及影响压痕测试的因素。第 3 章介绍了平头压痕技术测量材料弹性模量的原理与方法, 包括测量单相材料和薄膜的弹性模量。第 4 章介绍了压痕蠕变理论及其在单相材料系统、

两相材料系统及纤维复合材料界面影响区的应用。第5章介绍了平头压痕疲劳测试技术，包括平头压痕疲劳测试原理、试验、微观结构机理、本构方程和有限元模拟。第6章介绍了平头压痕蠕变技术在镍基单晶合金上的应用，包括平头压痕法确定镍基单晶合金晶体蠕变参数和平头压痕蠕变表面形貌研究。第7章介绍了平头压痕技术在热障涂层材料性能测试方面的应用，包括测试热障涂层的弹性属性、蠕变参数。第8章介绍了平头压痕试验确定材料蠕变剩余寿命的方法，包括由平头压痕确定蠕变损伤参数的有限元计算及其在确定铝合金2A12蠕变剩余寿命的应用。

参 考 文 献

- [1] James C M Li. Impression creep and other localized tests. *Mat Sci Eng*, 2002, A322: 23-42.
- [2] 李河清, 蔡珣, 马峰, 陈秋龙. 压痕法测定薄膜(涂层)的界面结合强度. *机械工程材料*, 2002, 26 (3): 11-13.
- [3] 朱有利, 徐滨士, 高世宇. 软硬交替多层膜应力应变响应的分析. *机械工程学报*, 2000, 36 (5): 50-53.
- [4] Kim J J, Jeong J H, Lee K R, et al. A new indentation cracking method for evaluating interfacial adhesion energy of hard films. *Thin Solid Films*, 2003, 441: 172-179.
- [5] Li M, Zhang T H, Gan C H, et al. Hardness testing on surface layer of material and results analyzing contrastively. *Chinese J of Aeronautics*, 2002, 15 (2): 82-89.
- [6] 魏悦广. 薄膜非线性撕裂三种弯曲模型的解答及讨论. *力学学报*, 2003, 35: 509-512.
- [7] 陈吉, 汪伟, 卢柯. 纳米压痕法测量Cu的室温蠕变速率敏感指数. *金属学报*, 2001, 37: 1179-1183.
- [8] 李敏, 梁乃刚, 张秦华, 等. 纳米压痕过程的三维有限元数值试验研究. *力学学报*, 2003, 35: 257-264.
- [9] 宋世学, 艾兴, 赵军, 等. 显微镜的放大倍数对陶瓷材料断裂韧性测量的影响. *材料科学与工程*, 2002, 20: 251-253.
- [10] Smith G S. Multiscale simulations of indentation. Harvard University (博士论文), 2000.
- [11] Zhang W. Finite element analysis of induced damage due to indentation and scratching on brittle materials. Michigan Technological University (博士论文), 2001.
- [12] Chudoba T, Richter F. Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results. *Surface and Coatings Technology*, 2001, 148: 191-198.
- [13] Lu J, Suresh S, Ravichandran G. Dynamic indentation for determining the strain rate sensitivity of metals. *J of Mech Phys Solid*, 2003, 51: 1923-1938.
- [14] Carpinteri A, Chiaia B, Invernizzi S. Numerical analysis of indentation fracture in

- quasi-brittle materials. Eng Fract Mech, 2004, 71: 567-577.
- [15] Zhang J, Niebur G L, Ovaert T C. Mechanical property determination of bone through nano and micro-indentation testing and finite element simulation. Journal of Biomechanics. 2008, 41(2): 267-275.
- [16] Lu X L, Miller C, Chen F H, et al. The generalized triphasic correspondence principle for simultaneous determination of the mechanical properties and proteoglycan content of articular cartilage by indentation. Journal of Biomechanics, 2007, 40(11): 2434-2441.
- [17] Olberding J E, Francis J K Suh. A dual optimization method for the material parameter identification of a biphasic poroviscoelastic hydrogel: Potential application to hypercompliant soft tissues. Journal of Biomechanics, 2006, 39 (13): 2468-2475.
- [18] Jurvelin J, Kiviranta I, Saamanen A M, et al. Indentation stiffness of young canine knee articular cartilage: Influence of strenuous joint loading. Journal of Biomechanics, 1990, 23(12): 1239-1246.
- [19] Sastry D H. Impression creep technique-An overview. Materials Science and Engineering: A, 2005, 409(1-2): 67-75.
- [20] Vanlandingham M R. Review of instrumented indentation. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 2003, 108(4): 249-265.
- [21] Lawn B, Wilshaw R. Indentation fracture: principles and applications. Journal of Materials Science, 1975, 10 (6): 1049-1081.
- [22] 许宝星. 铜多晶平头压痕疲劳研究. 西安: 西北工业大学硕士论文, 2006.

第2章 平头压痕测试仪器开发

2.1 平头压痕蠕变测试仪器开发

2.1.1 试验测试原理及夹具设计

该仪器结合拉伸蠕变试验机 CSS-2905 进行, 即加载和测试系统由现有试验机来实现. 其具体的改造方法如下.

1) 改造原理

由于 CSS-2905 试验仪器是拉伸蠕变试验机, 不能进行压缩蠕变试验. 为了实现压缩功能, 必须通过反向器将拉伸载荷转变为压缩载荷以实现压痕功能.

2) 试验夹具设计

根据现有的试验机状况, 设计加工了高温夹具, 材料选择为高温合金钢. 位移测试系统和温度控制系统保持不变. 改造后的有关仪器见图 2.1 和图 2.2.

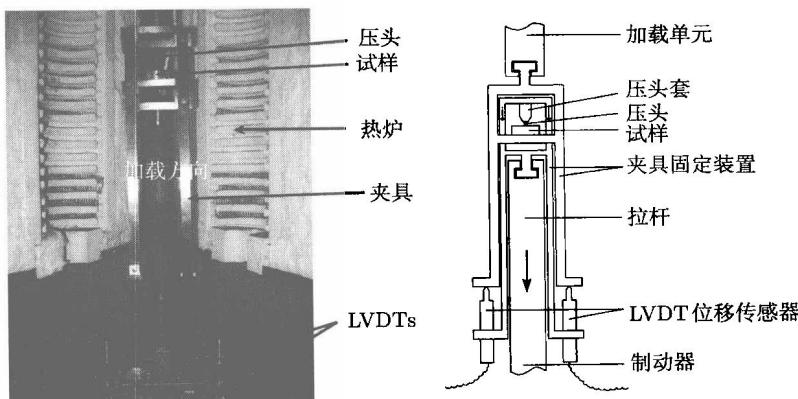


图 2.1 试验装置图

2.1.2 试验机的适用性讨论

为了验证试验仪器的适用性, 利用改造后的试验机进行了平头压痕蠕变实验, 试样材料选择为合金铝 2A12, 压头材料为高速钢钻头嵌于一套管中紧密配合, 压头直径为 1.5mm, 试验温度为 200°C, 所得结果如图 2.3 和图 2.4 所示. 同时也进行了合金铝 2A12 的拉伸蠕变试验, 并对比了压痕蠕变与拉伸蠕变试验结果. 拉伸蠕变试验结果在第 4 章中有详细描述. 这里就不再详述.

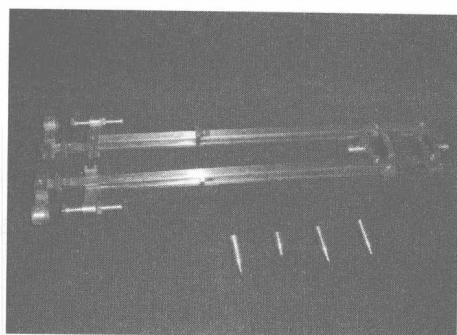


图 2.2 试验夹具和压头

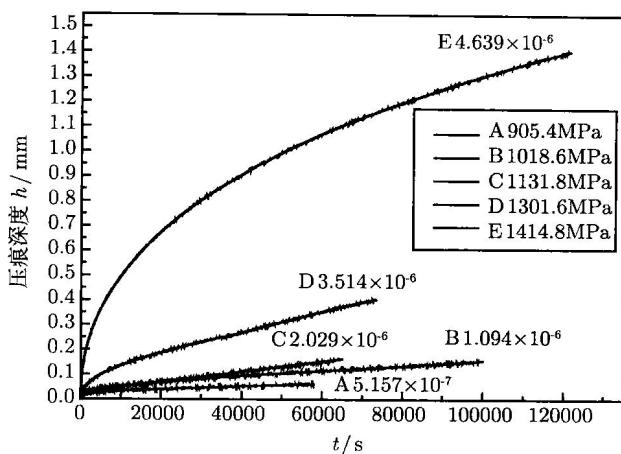
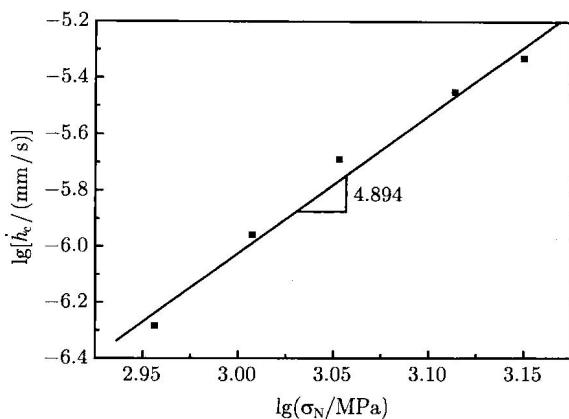


图 2.3 相同压头、不同载荷下的典型压痕蠕变曲线

图 2.4 压痕深度率 \dot{h}_c 与压痕应力 σ_N 对数曲线

2.2 平头压痕疲劳测试系统开发

2.2.1 试验系统开发

平头压痕疲劳试验是在试验机 INSTRON8871 上完成的, 试验装置如图 2.5 所示。具体思路为: 加载系统采用 INSTRON8871 自带的加载系统。试验机上夹头夹持平压头, 下夹头夹持平板作为试样台。在试验过程中, 为防止试样滑动将试样胶粘在平板上。压入深度通过使用位移计测量压头之间的位移得到。位移计为 INSTRON8871 自带, 精度为 0.1%, 其精度可以满足宏观压痕测试要求。试验过程中的载荷位移数据通过 INSTRON8871 自带的计算系统可以实现自动记录。试验记录设置为每 10 周记录一次数据。

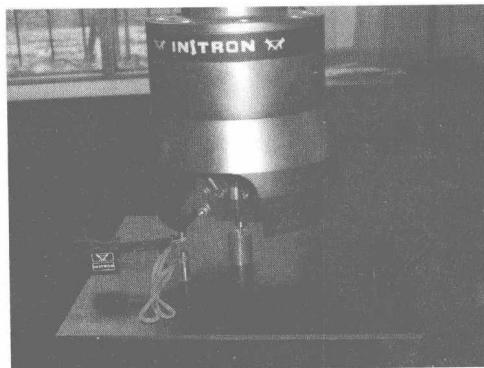


图 2.5 压痕疲劳试验系统

2.2.2 试验材料加工

试验材料为多晶铜, 其化学成分为: 0.0262% Zn, 0.0145% P, 0.003% Pb, 0.1266% Fe, 其余为 Cu, 微观结构组织如图 2.6。单轴拉伸试验得到它的弹性模量和屈服强度分别为 115.9GPa 和 51.6MPa。试样形状为柱状, 直径为 10mm, 高度为 10mm, 上下表面采用砂纸抛光以消除表面粗糙度的影响。压头材料为高温合金钢, 直径为 0.993 mm, 试验过程中变形相对于压入深度的影响可以忽略不计。

2.2.3 加载系统

本章所用的疲劳加载谱为正弦波谱, 如图 2.7。为保持压头与试样之间的接触, 试验过程中最小载荷为 20N。加载频率 f 为 1~20Hz。试验温度为室温。

P_{\max} 和 P_{\min} 分别为载荷最大和最小值, ΔP 为载荷幅值, $\Delta P = P_{\max} - P_{\min}$ 。对平头压痕疲劳测试系统的适用性分析, 在第 5 章中有详细描述。

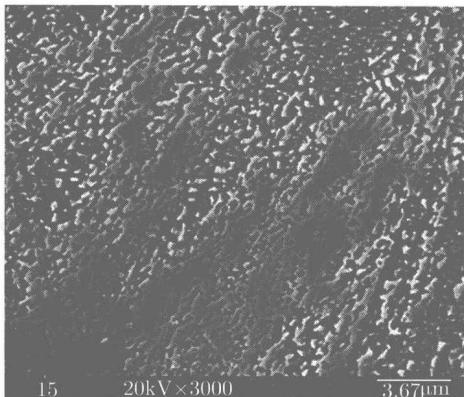


图 2.6 多晶铜微观结构组织

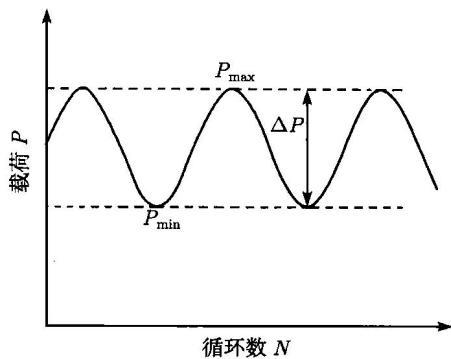


图 2.7 压痕疲劳试验的加载波谱

2.3 影响压痕测试的因素

2.3.1 压头缺陷

为研究不同形状和尺寸的压头对蠕变响应的影响, 利用圆柱形平压头对典型(TBC)材料系统进行蠕变研究. 主要运用有限元模拟的形式, 针对不同压头缺陷对材料蠕变参数的获得进行相应研究.

1. 计算模型

TBC 压痕系统如图 2.8 所示. TBC 系统通常由三部分组成: 基底(substrate)常由超合金材料构成; 粘结层(B C)厚度为 0.125 mm; 陶瓷层(热障涂层, TBC)厚度为 0.25 mm. 其力学性能如表 2.1 所示^[1,2]. 整个系统的计算采用轴对称模型, 利用

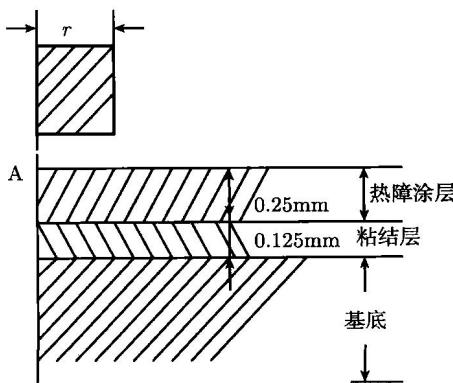


图 2.8 TBC 压痕系统简图