

压头形状和表面梯度层对纳米硬度测量的影响*

张群 杨荣 肖攀 白以龙

(中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室 100190)

摘要 压入深度在 100nm 以下时, 硬度规律出现尺寸效应, 但很多实验结果^{[3][7-8]}与现有的尺寸效应理论模型^[6]不一致。在极浅压深下, 材料表层性质和压头几何形状对压入的影响必须考虑。本文通过采用弹塑性梯度表层性质模型, 同时考虑压头实际形状的情况, 采用有限元, 分析了材料表面效应和压头几何效应耦合作用对纳米压入的影响。分别模拟圆锥压头和球锥压头压入不同弹塑性梯度材料的情况, 得到了各种情况下的纳米硬度变化规律。发现圆锥压入具有相似性, 不同弹塑性性质下纳米硬度结果随压深呈现出单调的尺寸效应变化趋势; 而尖端曲率的引入会使硬度尺寸效应规律发生改变, 硬度会出现峰值, 随压深变化先增大后减小; 同时, 表面梯度层变化程度和压头曲率半径大小会对峰值大小及位置产生影响; 而所有的模拟结果都显示梯度表层存在一定影响深度范围, 当压深大于 5 倍梯度层厚度时, 梯度层对纳米硬度的影响可以忽略。这些结论从连续介质力学等效描述角度对纳米硬度实验规律做出了可能的预测分析。

关键词: 纳米压入 纳米硬度 表面梯度层 压头几何形状 尺寸效应

一、引言

微纳米压入中, 出现与宏观压入不一致的尺寸效应现象^[1-5]: 硬度随着压入深度的增大而减小。研究者对硬度的尺寸效应开展了大量的研究, Nix 和 Gao^[6]应用应变梯理论, 通过在压头下引入几何必须位错, 这个模型成功模拟和解释了微米和亚微米的压入、扭转和弯曲问题, 但是最近的一些微米压入的实验结果^{[3][7-8]}显示其与 Nix 和 Gao 的模型符合得不好, 另外 Swadener^[3]等人的结果显示 Gao 的模型无法预测 100nm 以下的实验结果。而一些科学工作者基于连续介质理论, 提出了诸如 Mayer 方程^[9]、Hays-Kendall 模型^[10]、弹塑性变形模型^[11]、比例式样阻力模型^[12]等, 部分成功的预测了 100nm 以上压深的硬度结果。但是, 对于压深在 100nm 以下的压入硬度, 现有的尺寸效应模型都无法给出可靠的预测。本文运用连续介质模型和有限元分析的方法, 考虑块体材料表面效应和压头几何效应的影响, 对纳米硬度的尺寸效应变化规律进行了分析研究。

二、计算模型

对于压深小于 100nm 的压入过程, 我们认为压头几何形状和样品本征的表层弹塑性性质随着表层深度变化必须考虑。实验观测和分子模拟表明^{[13][16]}, 由于存在表面效应, 纳米材料的弹性模量等力学性质具有明显尺寸效应。特别地, 原子层间距和弹性模量等会随表面层深度呈现规律性分布^[13]。基于此, 我们将材料表层弹塑性性质的变化采用以下模型来描述:

*国家自然科学基金(Nos. 11202212, 11372316, 11172305, 11172024, 11232013, and 11372022)资助

*固体力学

$$f = f_0 \cdot (1 + k \cdot \tanh \frac{z}{z_0}) \quad (1)$$

其中 f_0 为材料表面的本征参量（本文中分别为杨氏模量和屈服强度）； k 为变化指数，反映了双曲正切形式材料性质的增强或衰减强度。 $k > 0$ 表示衰减型材料，即表面层性质随深度减弱； $k < 0$ 表示增强型材料，即表面层性质随距内部距离加强。 z_0 是特征深度，因为当 $x > 3$ ， $\tanh x \rightarrow 1$ ，那么 $3z_0$ 则代表材料相应性质的表层变化深度。该模型不仅能描述普通晶体材料表层性质的变化，也可描述具有特定宏观梯度性质的材料，这时 $3z_0$ 则代表宏观梯度层深度。

压头几何形状是影响纳米硬度测试可靠性的一个主要因素。对于常用的 Berkovich 金刚石压头，理想情况下可以等效成圆锥压头，但由于加工水平限制和压入磨损影响，压头顶部不是理想尖端，而是存在一定的曲率。因此，需要将压头端部近似为具有等效球半径的球头，实际压头则近似为球锥。本文通过考虑压头几何形状和由式 (1) 描述的材料表层梯度性质，采用有限元模拟，分析了两者耦合作用对纳米压入硬度的影响。具体地，我们考虑了压头为圆锥和球锥时，分别针对全弹性梯度材料

$$E = E_0 \cdot (1 + k \cdot \tanh \frac{z}{z_0}) \quad (2)$$

和均匀弹性理想塑性梯度

$$Y = Y_0 \cdot (1 + k \cdot \tanh \frac{z}{z_0}) \quad (3)$$

材料进行了压入模拟，得到了材料系数 k 取 -0.8、-0.5、-0.2、-0.1、0、0.1、0.25、0.5、1、4 共 10 组指数下的模拟结果。便于对比，以上结果用 $k=0$ 的结果进行归一化。

三、 结果和讨论

圆锥压头压入全弹性梯度和均匀弹性理想塑性梯度材料的硬度结果随压深具有相似的变化规律（如图 1 所示）。梯度表层的材料硬度随压深呈现出单调变化的尺寸效应，并最终趋于体内的定值，其单调变化的具体趋势随 k 值正负情况而定。Sneddon^[14]的理想圆锥弹性压入的硬度解为

$$H = \frac{1}{2} E_r \tan \alpha \quad (4)$$

式中， α 为圆锥的半锥角；Tabor^[15]圆锥理想塑性压入的硬度与屈服强度成比例的固定值

$$H = C \sigma_y \quad (5)$$

，因此由于梯度层的引入，圆锥压入梯度材料的硬度趋势很容易解释。从图中还可以看出，硬度的变化深度约为表面层深度 3 倍。

图 2 显示了球锥压头压入全弹性梯度材料时，硬度随指数 k 呈现出的不同趋势。当 $k < 0$ ，即衰减材料，硬度随深度先增大后减小，并出现一个峰值。而当 $k \geq 0$ 时，硬度呈现单调递增的变化趋势。图 3 还给出了球锥压头不同曲率下的硬度变化趋势。当曲率半径 $R = 57.1z_0$ 时，硬度曲线几乎无峰值，而当曲率半径减小到 $R = 14.3z_0$ 后，硬度峰值位置前移，并且相应的峰值大小更加突出。结合 Sneddon^[14]球头弹性解

$$H = \frac{4}{3} E_r h^{1/2} / R^{1/2} \quad (6)$$

，和式 (4) 的圆锥弹性压入弹性解，可以对以上结果进行定性解释：球冠压入阶段硬度随

曲率半径增大而减小，最终进入锥段趋于弹性解，而由于梯度表层的存在，衰减型材料会在从球到锥的过渡阶段由于模量的改变而出现峰值。所有情况下硬度变化层的深度大致相同，约为表面层深度的4倍。

图4显示了球锥压头压入均匀弹性理想塑性梯度材料的硬度随 k 的变化情况。在不同 k 值下，硬度都呈现先增大后减小的变化规律。但峰值的尖锐程度和峰值的位置随 k 值不同发生变化。同样结合Sneddon球头弹性解和Tabor的圆锥弹塑性压入解，可以对以上现象进行解释。而最终所有变化指数下硬度变化层的深度都约为表面层深度的5倍。

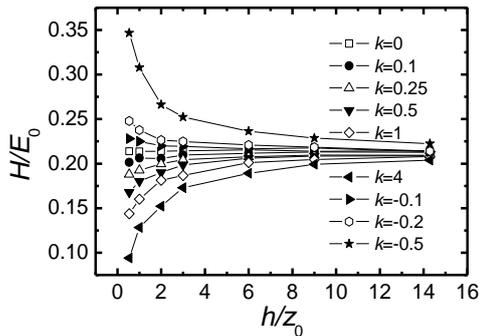


图1 圆锥压头压入全弹性梯度表层材料的硬度随压深的变化

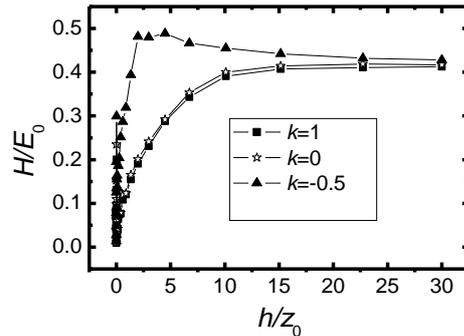


图2 球锥压头压入全弹性梯度表层材料的硬度随压深的变化

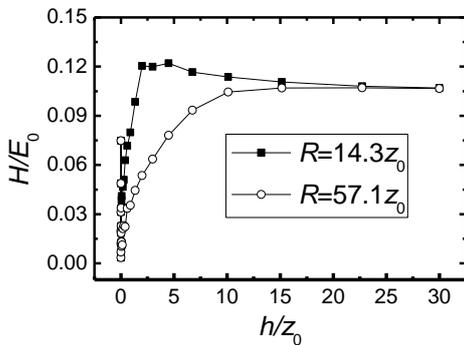


图3 球锥压头压入全弹性梯度表层材料的硬度随压深变化

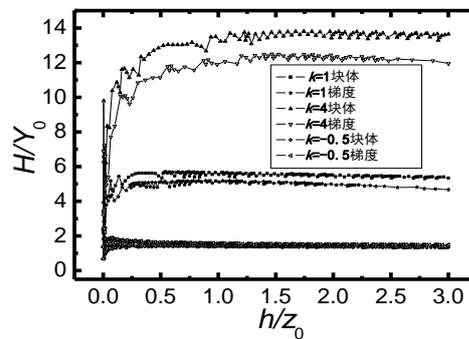


图4 球锥压头压入弹性理想塑性梯度表层材料硬度随压深变化

综上，纳米压入硬度随压头几何形状和材料表层性质的不同呈现不同的变化规律。圆锥压头作用下，梯度表层表现出单调的硬度尺寸效应；而压头尖端曲率半径的引入，会使硬度尺寸效应规律的变化趋势发生变化，全弹性梯度材料和均匀弹性理想塑性梯度表层材料的硬度都出现带有峰值的尺寸效应；并且峰值的位置和大小会随曲率半径和 k 值发生变化；同时，与均匀压入对比，所有的梯度表层对压入的影响都存在一定的影响深度，当压深大于5倍的特征深度后，硬度的结果都趋于均匀压入的结果。这些模拟的结果和结论，为我们的浅压深纳米压入硬度尺寸效应提供了可能的连续介质力学描述，并给出了梯度表层硬度尺寸效应的影响规律和影响深度范围。

参 考 文 献

- 1 Liu Y, Ngan A H W. Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation. *Scripta mater*, 2001, 44, 237-241
- 2 Nix W S. Mechanical properties of thin films. *Materials Transactions*, 1989, A20, 2217-2245
- 3 Swadener J G, George E P, Pharr G M. The correction of the indentation size effect measured with indenters of various shapes. *Journal of the Mechanics and Physics of solids*, 2002, 50, 681-694
- 4 McElhaney K W, Vlassak J J, Nix W D. Determination of indentation tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 1998, 13, 1300-1306.
- 5 Ma Q, Clarke D R. Size dependent hardness of silver single crystal. *J Mater Res*, 1995, 10, 853-863
- 6 Nix W D, Gao H J. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *J Mech. Phys. Solids*, 1998, 46(3), 411-425
- 7 Poole W J, Ashby M F, Fleck N A. Micro-hardness tests on annealed and work-hardened copper polycrystals. *Scripta Mater*, 1996, 34, 559-564
- 8 Lim Y Y, Chaudhri M M. The effect of the indenter load on the nanohardness of ductile metals: an experimental study in polycrystalline work-hardened and annealed oxygen-free copper. *Philos. Mag A*, 1999, 79, 2879-3000.
- 9 Gong J H, Wu J J, Guan Z D. Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for Ceramics. *Materials*, 1999, 38, 197-201.
- 10 Hays C, Kendall E G, An analysis of Knoop microhardness. *Metall* 1973, 6, 275-282
- 11 Bull S J, Page T F, Yoffe E H. An explanation of the indentation size effect in ceramics. *Philos Mag Lett*, 1989, 59, 281-288
- 12 Li H, Bradt R C, The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassite rite single crystals. *Journal of Materials Science*, 1993, 28,917-926
- 13 Tang Y Z, Zheng Z J, Xia M F, Bai Y L. A unified guide to two opposite size effects in nano elastic materials. *Chinese Physics Letters*, 2009, 26(12), 126201
- 14 Sneddon I N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Bousinesq problem for a Punch of arbitrary Profile. *Int. J. Eng. Sci.*, 1965, 3, 47~56
- 15 Tabor D. *Hardness of Metal*. Oxford: University Press, 1951
- 16 Chen C Q, Shi Y, Zhang Y S, Zhu J, Yan Y J. Size dependence of Young's Modulus in ZnO Nanowires. *Phys. Rev. Let.*, 2006, 96(7), 075505.