

文章编号: 1001-4888(2020)02-218-07

基于应变率阶跃测试的晶体铜 压入应变率敏感性研究^{*}

杨煜, 肖革胜, 邢学刚, 树学峰

(太原理工大学 机械与运载工程学院 应用力学研究所, 山西太原 030024)

摘要: 纳米压入测试可以原位获取材料的诸多力学性能, 包括弹性模量, 硬度, 屈服应力, 应变率敏感指数等。本文利用应变率阶跃测试技术对多晶铜试样的应变率敏感性进行测试分析, 硬度—位移曲线表明压头下方所存在的变形梯度对各阶跃应变率下的硬度值存在明显影响; 采用基于晶体细观机制的塑性应变梯度理论对压入变形梯度效应予以修正, 比较了修正与未修正数据所得的应变率敏感指数, 在有效剔除压入变形梯度影响的基础上, 应变率阶跃测试可实现单次压入下材料应变率敏感性的测试表征。

关键词: 纳米压入; 晶体铜; 应变率阶跃测试; 应变梯度效应; 应变率敏感指数

中图分类号: O34 **文献标识码:** A **DOI:** 10.7520/1001-4888-18-172

0 引言

纳米压痕仪器化测试方法近几十年得到了迅猛的发展, 通过纳米压痕测试可以得到材料的诸多力学性能(如: 弹性模量、硬度、屈服应力、应变率敏感指数等)。Oliver 和 Pharr^[1-3]提出的压入测试接触理论及压入数据处理方法在记录压入载荷与深度的同时, 可得到被测材料的接触刚度、弹性模量及硬度等力学参数; Cheng^[4-6]等人通过量纲分析和数值模拟厘清了压头载荷、位移和试样弹性模量、屈服应力、硬化指数、硬度及应变率等力学参量之间的关系, 并且指出硬度与压入深度无关。然而纳米压痕测试中压入深度较浅时所得的硬度值比较大, 即存在着压入尺度效应, Nix 和 Gao^[7]通过分析压入过程中压头下方所存在的应变梯度, 提出了基于晶体细观机制的塑性应变梯度理论, 并给出了压入硬度与压深之间的关系式。

许多金属材料都具有较为明显的蠕变性能, 仪器化纳米压痕法可用于分析金属的应变率敏感性。Mayo 和 Nix^[8]提出用实时压深速率/压深($\dot{h}/h$)来表征压入过程中的应变率; 贾春楠^[9]等人研究了无铅焊料合金的压入应变率敏感性, 结果表明应变率对弹性模量测量结果影响不大, 而随着压入应变率的增加, 焊料的硬度值不断增大, 表现出微尺度下的应变率强化特性, 同时保载时的蠕变位移随加载应变率的增加而增大, 蠕变应变率先急剧下降后逐渐趋于稳定。Alkorta^[10]等人首次提出一种应变率阶跃测试技术来测试材料的应变率敏感性, 并与传统的应变率敏感性测试技术进行了比较, 指出阶跃测试技术可以消除热漂移和尺寸效应对测试结果的影响; Maier^[11]等人采用应变率阶跃技术测试了纳米晶粒 Ni 和超细晶粒 Al 的局部应变率敏感性, 并通过有限元计算分析了压头角度和压入凸起(Pile-up)对硬度和应变率敏感性的影响; Long^[12]等人也采用应变率阶跃技术分析了 AgNP 试样和传统的 Sn-3.0Ag-

^{*} 收稿日期: 2018-07-25; 修回日期: 2018-09-22

基金项目: 国家自然科学基金(11772217, 11802198)资助, 山西省青年科技研究基金(201601D202004)资助

通讯作者: 树学峰(1964—), 男, 博士, 教授, 博士生导师。研究方向为弹塑性力学。Email: shuxuefeng@tyut.edu.cn

0.5Cu 焊料的应变率敏感性,结果表明弹性模量对应变率不敏感,而应变率对硬度有较大影响,加载阶段较大深度时硬度变化较小导致应变率敏感性减小,保载阶段蠕变位移对应变率不敏感。

压入过程中压头下方存在变形梯度,在压入深度较浅时,应变梯度对硬度的影响较大,而压入较深时,虽然硬度逐渐趋于稳定,但压头下方的应变梯度依然存在,客观上压入硬度值仍然没达到恒定值。应变率阶跃测试技术是通过单次压入过程中不断改变压入应变率对材料进行率敏感性测试的测试方法,可有效消除压入测试点位置不同及热漂移对测试结果的影响,但压入应变梯度的影响依然存在;本文采用应变率阶跃测试技术对晶体铜的应变率敏感性进行测试,分析了压入尺度效应的影响,得到了不同压入应变率下剔除压入梯度影响的硬度值及相应的应变率敏感指数。

1 实验材料与测试方法

本文实验测试采用合肥科晶所提供的多晶铜试样(尺寸:10mm×10mm×1mm),其表面经电解抛光且粗糙度较低(<10nm),而纳米压痕实验要求压入深度至少是粗糙度的20倍,测试面倾斜小于1°,本文实验测试压入深度在2400nm左右,因此表面光滑度和平行度均满足实验要求。

目前,微纳米压入测试系统中的连续刚度测量技术(CSM)已广泛应用于各种功能材料压入接触刚度及弹性模量与硬度值的压入连续测量^[1-3],该技术通过在准静态压入过程中的压头上叠加特定幅值的激振力(频率为45Hz,振幅为5nm),通过式(1)可以得到接触刚度 S 的连续测量值:

$$S = 1 / \left[\frac{1}{(F_0/z_0)\cos\varphi - (K_s - m\omega^2)} - \frac{1}{K_f} \right] \quad (1)$$

式中, K_f 为机架刚度; φ 为位移滞后载荷的相位角; F_0 为激励载荷幅值; z_0 为位移幅值; K_s 为压头支撑弹簧的刚度; m 为支撑压头的压杆质量; $\omega=2\pi f$ 为压头激振的圆频率。

基于 Oliver 和 Pharr^[1] 的方法,在测得接触刚度 S 的基础上可得到修正后的压入接触深度 h_c :

$$h_c = h - \epsilon \frac{P}{S} \quad (2)$$

式中, h 为实时压入深度; S 为试样接触刚度; h_c 为修正后的接触深度; ϵ 为与压头形状有关的常数,玻氏压头 $\epsilon=0.75$,压头的实际投影接触面积为:

$$A_c = \sum_{n=0}^8 C_n h_c^{\frac{1}{n+1}} \quad (3)$$

式中, C_n 为经熔融硅标准试样校准后的接触面积函数,折合模量 E_r 为:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (4)$$

式中, β 为压头形状相关常数,玻氏压头 $\beta=1.034$;进一步将折合模量代入式(5)即可得到被测试样的弹性模量 E :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (5)$$

式中, E_i 、 ν_i 、 E 和 ν 分别为压头和被测试样的弹性模量与泊松比,对于金刚石压头, $E_i=1141\text{GPa}$, $\nu_i=0.07$ 。通常试样的硬度定义为压入载荷与接触面积的比值:

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (6)$$

式(6)硬度定义可理解为压头压入试样过程中的平均接触压力。

由于压头压入试样过程中,压头周围被测材料的应变较为复杂,不存在一种单一的应变率,目前压入测试中考虑应变率时多采用 Mayo 和 Nix^[8] 所提出的压入应变率定义法,即应变率定义为压入位移变化率与对应压痕位移的比值:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{dh}{dt} \frac{1}{h} \quad (7)$$

材料在室温下一般遵循幂律型蠕变关系^[5],即

$$\sigma = b\dot{\epsilon}^m \quad (8)$$

式中, σ 为应力; $\dot{\epsilon}$ 为应变率; b 和 m 为材料常数。压痕硬度与材料的流动应力之间存在的线性关系如下^[13]:

$$H = cY \quad (9)$$

式中, H 为压痕硬度; c 为约束因子; Y 为材料的屈服应力。对于幂律型蠕变材料, 基于公式(7)~(9)可知, 压痕硬度与有效压入应变率之间存在如下的幂律关系^[10]:

$$H = B \cdot (\dot{h}/h)^m \quad (10)$$

式中, m 为应变率敏感指数(与公式(8)中的 m 意义相同, 均表示材料的应变率敏感指数); $\dot{h}/h$ 为有效压入应变率; B 为常数。故应变率敏感指数可通过式(11)得到:

$$m = \frac{d \ln H}{d \ln(\dot{h}/h)} \quad (11)$$

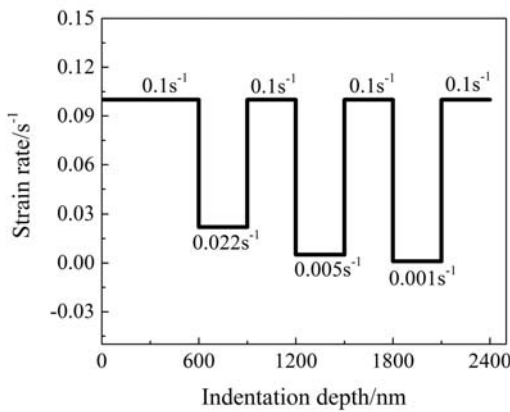


图 1 应变率阶跃测试中的应变率一位移曲线

Fig. 1 Strain rate-indentation depth curve during strain rate step test

压入测试过程中, 通过控制实时压入载荷速率/载荷($\dot{P}/P$)恒定即可获得恒定的压入应变率($\dot{h}/h$)^[14], 且 $\dot{h}/h = 0.5 \dot{P}/P$, 则式(11)可转化为:

$$m = \frac{d \ln H}{d \ln(\dot{P}/P)} \quad (12)$$

本文采用 G200 型微纳米压入测试系统并结合连续刚度测量法对晶体铜进行应变率阶跃测试(控制 $\dot{P}/P$), 其中最大压入应变率设置为 0.1 s^{-1} , 最小应变率为 0.001 s^{-1} , 整个压入过程经过六次应变率阶跃, 共有四种应变率, 基准应变率为 0.1 s^{-1} , 阶跃应变率依次为 0.022 s^{-1} 、 0.005 s^{-1} 和 0.001 s^{-1} 。每个应变率持续压入 300nm(初始阶段以基准应变率压入 600nm), 从基准应变率阶跃到较小应变率压入 300nm 后再回复到基准应变率,

整个压入过程应变率变化如图 1 所示。为排除偶然因素对多晶铜试样测试数据的影响, 对多晶铜试样进行了八组压入测试。

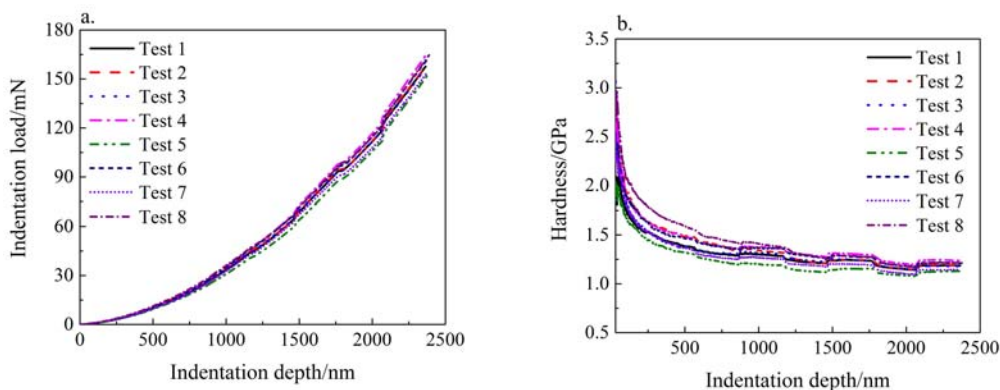


图 2 八组测试的压入载荷一位移和硬度一位移曲线

Fig. 2 Indentation load-depth and hardness-depth curves of 8 tests

2 结果与讨论

八组压入测试的载荷一位移曲线、硬度一位移曲线分别如图 2 所示, 从图中可以看出八组实验的重复性较好; 为方便处理数据, 选择其中代表性的一组数据进行后续分析, 其载荷一位移曲线、硬度一位移曲线如图 3 所示。在图 2 和图 3 的载荷一位移曲线中可以观察到由基准应变率向较低应变率阶跃时曲

线出现向上扭结的现象(如图 3a 中内插图虚线所示),而由较低应变率向基准应变率阶跃时则出现向下扭结的现象(如图 3a 中内插图实线所示),但无论是哪种阶跃压入载荷一位移曲线都是连续变化的,并未出现间断或突变,这与 Alkorta^[10]等的研究结果一致。

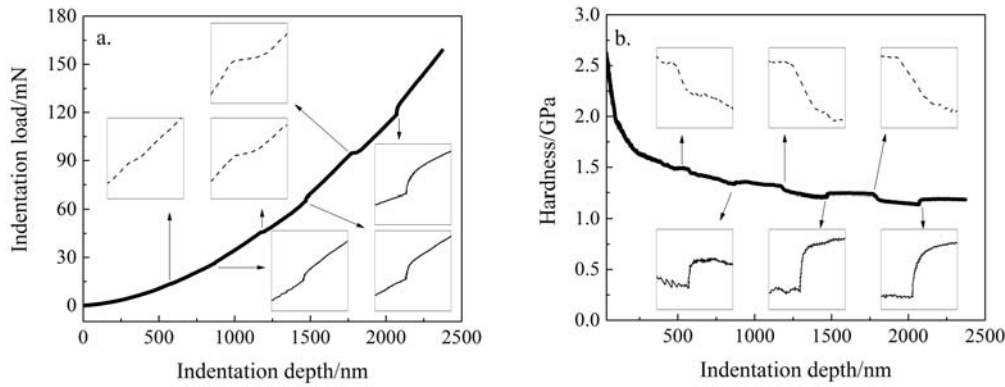


图3 典型的应变率阶跃测试压入载荷一位移与硬度一位移曲线

Fig. 3 Representative indentation load-depth and hardness depth curves of during strain rate step test

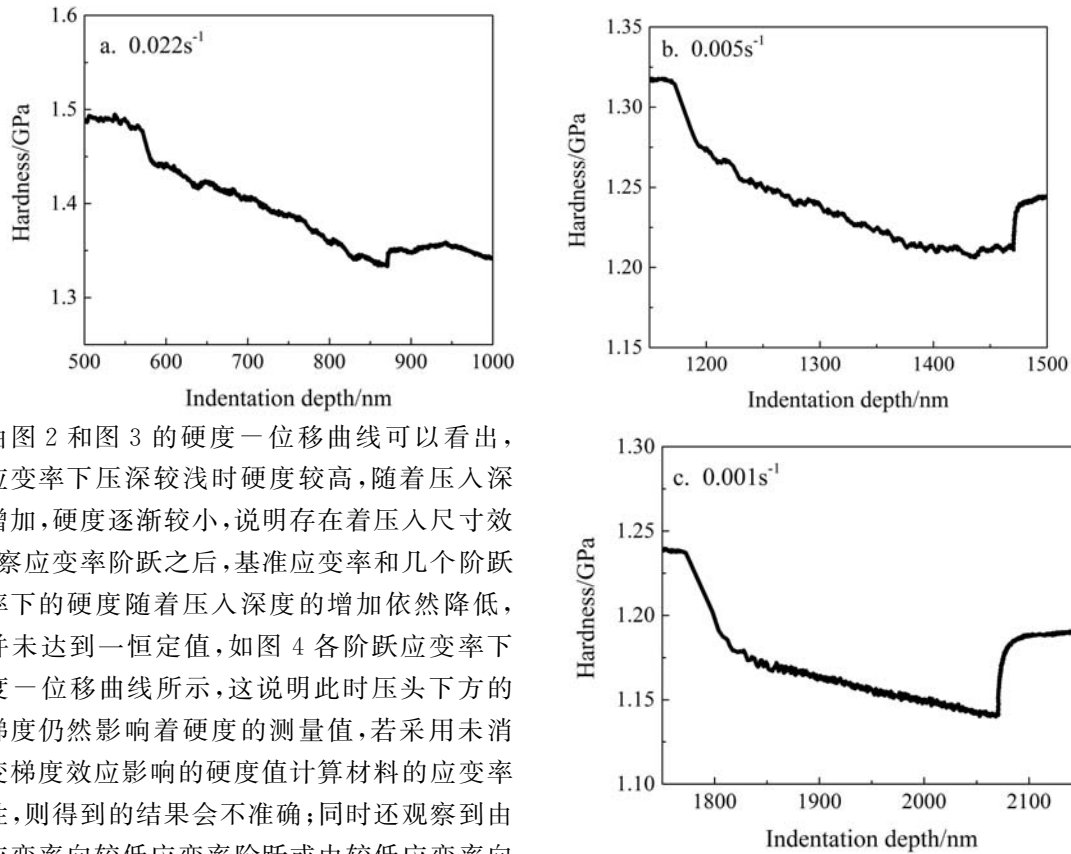


图4 各阶跃应变率下的硬度一位移曲线:

a. 阶跃应变率为 0.022s^{-1} ; b. 阶跃应变

率为 0.005s^{-1} ; c. 阶跃应变率为 0.001s^{-1}

Fig. 4 Hardness-indentation depth curves

at each step strain rate; a. Step strain rate is

0.022s^{-1} ; b. Step strain rate is 0.005s^{-1} ;

c. Step strain rate is 0.001s^{-1}

由图 2 和图 3 的硬度一位移曲线可以看出,基准应变率下压深较浅时硬度较高,随着压入深度的增加,硬度逐渐减小,说明存在着压入尺寸效应;观察应变率阶跃之后,基准应变率和几个阶跃应变率下的硬度随着压入深度的增加依然降低,硬度并未达到一恒定值,如图 4 各阶跃应变率下的硬度一位移曲线所示,这说明此时压头下方的应变梯度仍然影响着硬度的测量值,若采用未消除应变梯度效应影响的硬度值计算材料的应变率敏感性,则得到的结果会不准确;同时还观察到由基准应变率向较低应变率阶跃或由较低应变率向基本应变率阶跃时硬度变化也是连续的,其中由基准应变率向较低应变率变化时硬度过渡的比较缓慢(如图 3b 中内插图虚线所示),表现出一种近似线性的过渡,过渡深度大约有 $50\sim 100\text{nm}$,而由较低应变率向基准应变率过渡时硬度变化较为迅速(如图 3b 中内插图实线所示),垂直上升到一个新的高硬度值,并且硬度变化发生在设定的应变

率阶跃深度前大约 50nm 的时候;另外每次重新达到基准应变率时所对应的硬度值都比上次基准应变率下的硬度值低,这也说明压头下方的变形梯度对硬度测量值存在明显的影响,因此准确测量应变率敏感性须对硬度测量值进行修正。

压头压入过程中存在着应变梯度效应,即压头压入较浅时硬度随压入深度迅速减小,压入较大时硬度随压入深度缓慢减小,渐渐趋于一个稳定值,而理论分析的结果则表明硬度与压入深度无关,为一恒定值^[6]。针对这种实验结果与理论之间的差异,Nix-Gao^[7]根据材料变形的位错理论分析了产生这种差异的原因,并且提出了硬度与压入深度之间的关系式:

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (13)$$

式中, h 为压入深度; H 为压深 h 下的硬度; H_0 为极限压深下的硬度值,即不受压入梯度效应影响的硬度值; h^* 为特征深度(与压头形状、剪切模量和 H_0 有关),进一步式(13)可变形为:

$$H^2 = H_0^2 + \frac{H_0^2 h^*}{h} \quad (14)$$

由公式(11)和(12)可知,应变率敏感性指数是不同对数应变率与其对应的对数硬度之间的关系。从图 3 硬度—位移曲线中选取不同应变率下的硬度—位移数据进行应变梯度效应的剔除修正,选取数据时应注意选择该应变率下过渡到稳定状态后的数据,由于不稳定数据会影响对应应变率下硬度应变梯度效应的修正,因此应该忽略应变率阶跃测试中硬度向更高或更低过渡时的不稳定数据。应变率阶跃过渡时的不稳定数据主要集中在所设定阶跃应变率深度范围的前后 50nm 处。

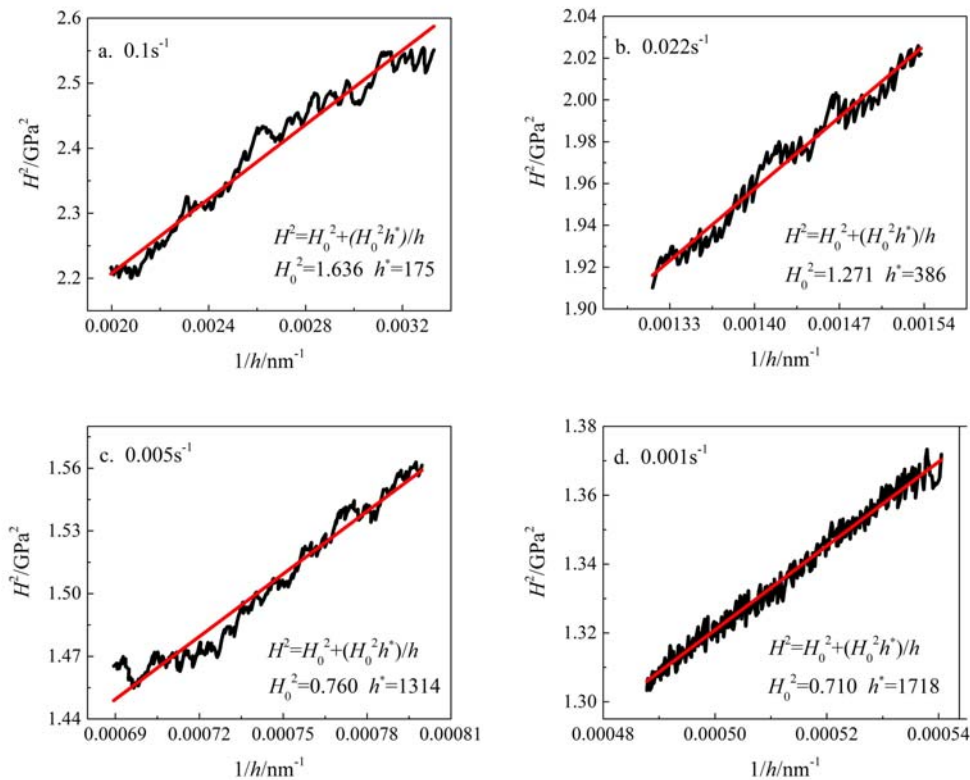


图 5 各阶跃应变率下的硬度值修正:a. 基准应变率 0.1s^{-1} ;

b. 阶跃应变率 0.022s^{-1} ; c. 阶跃应变率 0.005s^{-1} ; d. 阶跃应变率 0.001s^{-1}

Fig. 5 Correction of hardness at each step strain rate: a. Reference strain rate is 0.1s^{-1} ;

b. Step strain rate is 0.022s^{-1} ; c. Step strain rate is 0.005s^{-1} ; d. Step strain rate is 0.001s^{-1}

根据所选取的不同应变率下的硬度—位移数据,绘制不同阶跃应变率下硬度的平方 H^2 与位移倒数 $1/h$ 之间的关系图(如图 5 所示),并基于式(14)对相应关系图进行线性拟合,即可得到不同应变率下修正后的硬度值 H_0 和特征深度 h^* ,结果列于表 1 中,同时纳米压痕仪器所得的不同应变率下的平均

硬度值 $\bar{H}$ 也列于表 1 中。

表 1 不同阶跃应变率下压入梯度效应修正前后的相关参数

Tab. 1 Relevant parameters before and after gradient effect correction at each step strain rate

	未修正	修正后	
	H	H_0/GPa	h^*/mm
0.1s^{-1}	1.336	1.279	175
0.022s^{-1}	1.263	1.128	386
0.005s^{-1}	1.162	0.872	1314
0.001s^{-1}	1.114	0.843	1718
应变率敏感指数 m	0.041	0.098	

修正前后对数硬度与对数应变率的关系如图 6 所示,从图中可以发现修正后的应变率敏感指数相比于修正前较大,其中未修正数据得到的应变率敏感指数 $m_u=0.041$,而修正后数据所得到的应变率敏感指数 $m_c=0.098$,修正后的硬度值去除了压入梯度效应的影响,表现出较强的应变率敏感性;同时 $\frac{m_c - m_u}{m_c} = 139\%$,修正后的应变率敏感指数较未修正的应变率敏感指数提高了 139%。综上分析再次表明,对于应变率阶跃测试,压头下方的应变梯度对实验结果的影响不可忽略,必须对实验数据进行修正以剔除应变梯度效应的影响。

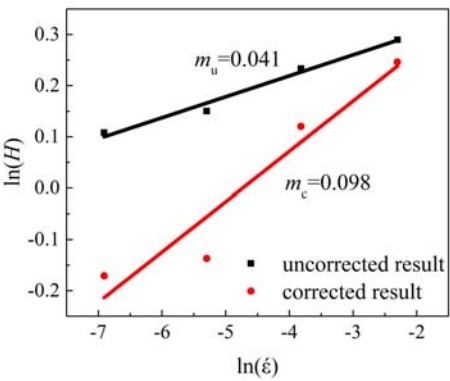


图 6 对数硬度—对数应变率曲线

Fig. 6 Logarithmic hardness-logarithmic strain rate curves

3 结论

(1) 利用 G200 纳米压痕仪对多晶铜试样进行了应变率阶跃测试,基准应变率为 0.1s^{-1} ,最小应变率为 0.001s^{-1} ,整个实验进行了四种应变率的阶跃。初始时刻基准应变率下的硬度随压入深度迅速降低,此后各阶跃应变率下硬度随压入深度近似线性降低,后续阶跃到基准应变率时硬度也明显较上次基准应变率下的低,表明压头下所存在的变形梯度对硬度测量值存在明显影响。

(2) 考虑压头压入过程中的应变梯度效应,对实验数据进行修正,比较了修正后与未修正数据所得铜试样的应变率敏感指数,结果表明修正与未修正的应变率敏感指数明显不同,说明应变率阶跃测试虽可消除压入测试点位置不同及热漂移对测试结果的影响,但应变梯度的影响依然存在,为得到更加准确的实验结果,须对压入尺度效应予以修正。

参考文献:

[1] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. Journal of Materials Research, 1992, 7(3):1564—1583.

[2] Pharr G M, Oliver W C, Brotzen F R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation[J]. Journal of Materials Research, 1992, 7(3):613—617.

[3] Oliver W C, Pharr G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advance in understanding and refinement to methodology[J]. Journal of Material Research, 2004, 19(1):3—20.

[4] Cheng Y T, Cheng C M. Analysis of indentation loading curves obtained using conical indenters[J]. Philosophical Magazine Letters, 1998, 77(1):39—47.

[5] Cheng Y T, Cheng C M. Scaling relationship in indentation of power-law creep solids using self-similar indenters

- [J]. Philosophical Magazine Letters, 2001, 8(1):9—16.
- [6] Cheng Y T, Cheng C M. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements[J]. Materials Science and Engineering, 2004, R44: 91—149.
- [7] Nix W D, Gao H J. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity[J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1998, 46(3):411—425.
- [8] Mayo M J, Nix W D. A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38wt%Pb[J]. Acta Metall, 1988, 36(8):2183—2192.
- [9] 贾春楠, 肖革胜, 袁国政 等. 纳米压入法研究无铅焊料应变率敏感性[J]. 功能材料, 2015, 1(46):01046—01050 (JIA Chunnan, XIAO Gesheng, YUAN Guozheng, et al. Nanoindentation characterization of strain rate sensitivity of lead-free solders[J]. Journal of Functional Materials, 2015, 1(46):01046—01050 (in Chinese))
- [10] Alkorta J, Martinez-Esnaola J M, Sevillano J G. Critical examination of strain-rate sensitivity measurement by nanoindentation methods: application to severely deformed niobium[J]. Acta Materialia, 2008, 56:884—893.
- [11] Maier V, Durst K, Mueller J, et al. Nanoindentation strain-rate jump tests for determining the local strain-rate sensitivity in nanocrystalline Ni and ultrafine-grained Al[J]. Journal of Materials Research, 2011, 26(11):1421—1430.
- [12] Long X, Tang W B, Feng Y H, et al. Strain rate sensitivity of sintered silver nanoparticles using rate-jump Indentation[J]. International Journal of Mechanical Sciences, 2018, 140:60—67.
- [13] Fischer-Cripps A C. Nanoindentation[M]. New York: Springer-Verlag, 2002.
- [14] Lucas B N, Oliver W C. Indentation power-law creep of high-purity indium[J]. Metallurgical and Materials Transaction A, 1999, 30:601—610.

Research on the strain rate sensitivity of crystal copper indentation based on strain-rate-step tests

YANG Yu, XIAO Ge-sheng, XING Xue-gang, SHU Xue-feng

(Institute of Applied Mechanics, College of Mechanical and Vehicle Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: Some mechanical properties of materials, such as elastic modulus, hardness, yield strength, and strain rate sensitivity, can be in-situ obtained by nano-indentation tests. In this work, indentation strain-rate-step tests are carried out to examine the strain rate sensitivity of polycrystalline copper samples. Hardness-indentation depth curves show that the deformation gradient underneath indenter has significant influence on the hardness values at each step of strain rate. The plastic strain gradient theory based on crystal mesoscopic mechanism is adopted to modify the indentation deformation gradient effect. The strain rate sensitivity index obtained from the modified and unmodified experimental data are compared. It is shown that strain-rate-step tests can be used to characterize the strain rate sensitivity of materials under a single indentation test on the basis of effectively removing the influence of indentation deformation gradient.

Keywords: nanoindentation; crystal copper; strain-rate-step test; strain gradient effect; strain rate sensitivity index