

纳米压痕测试装置机架柔度直接标定法的改进

黄虎, 赵宏伟, 万顺光, 耿春阳, 米杰

(吉林大学机械科学与工程学院, 130025, 长春)

摘要: 为获取纳米压痕测试装置的机架柔度, 分析了 Doerner-Nix、Oliver-Pharr、Sun Yong、Van Vliet 等几种机架柔度标定方法, 并在 Van Vliet 方法的基础上, 提出了一种直接标定纳米压痕测试装置机架柔度的改进方法. 该方法在已有测试装置基础上只需用平头圆棒替换原有压头即可实现对测试装置机架柔度的标定, 标定过程接近装置实际工作状态, 保证了标定结果的可用性. 利用此改进方法标定得到了自主研制的纳米压痕测试装置的机架柔度值为 $0.007\ 94\ \text{mm/N}$, 标定结果与通过 Sun Yong 方法得到的结果基本一致, 说明了改进方法的可信性. 提出的改进方法可方便、快速地对纳米压痕测试装置机架柔度进行标定, 也可以扩展用于标定其他精密仪器装备的机架柔度.

关键词: 机架柔度; 标定方法; 纳米压痕

中图分类号: TH87 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-987X(2012)08-0122-06

Direct Calibration Improvement for Frame Compliance of Nanoindentation Instrument

HUANG Hu, ZHAO Hongwei, WAN Shunguang, GENG Chunyang, MI Jie

(College of Mechanical Science & Engineering, Jilin University, Changchun 130025, China)

Abstract: To obtain frame compliance of nanoindentation instruments, several calibration methods, such as Doerner-Nix method, Oliver-Pharr method, Sun Yong method and Van Vliet method are reviewed and analyzed. Following Van Vliet method, an improved one to directly calibrate frame compliance of nanoindentation instrument is proposed. Taking a round rod with flat end instead of the indenter, it can be realized to calibrate frame compliance near the working condition of nanoindentation instruments. The improved method enables to calibrate frame compliance of a self-made nanoindentation instrument as $0.007\ 94\ \text{mm/N}$, which coincides with that obtained by Sun Yong method. It can also be extended to calibrate compliance frame of other precise instruments and devices.

Keywords: frame compliance; calibration method; nanoindentation

纳米压痕测试技术是近些年发展起来的一项具有微纳米级精度的力学测试新技术. 由于具有操作方便、样品制备简单、测试分辨率高、测试内容丰富等众多优点, 纳米压痕测试技术逐步发展成为微纳米力学测试的主流技术, 在材料科学、生物医学、半导体技术、钢铁冶金、表面工程、纳米技术、微机电系

统等领域发挥着越来越重要的作用^[1-5], 它可以对各类固态材料或器件的力学性能做出评价, 从而对其设计和使用时提供指导.

纳米压痕测试技术是指利用具有特定尖端形式的压头对试件表面进行压入和压出, 在这个过程中, 通过高分辨率载荷力传感器和位移传感器分别实现

对压入载荷和深度信号的同步拾取,从而获得载荷-深度($P-h$)曲线,根据 Oliver-Pharr 方法^[6]分析 $P-h$ 曲线可以得到材料的硬度、弹性模量等力学参数. 从测试原理可以看出,纳米压痕测试的准确性主要依赖于对压入载荷和压入深度的精确测量. 一般来说,借助高分辨率的载荷力传感器测得的压入载荷值是准确的,而对于压入深度的精确测量却非常困难. 影响压入深度值的因素主要包括压入载荷反作用力引起的机架变形、仪器装置的热漂移(主要是传感器的热漂移)、初始接触点确定时引起的零点偏差等^[7]. 在这些因素中机架变形引起的位移误差往往占据主导地位,所以精确标定测试装置机架在载荷作用下的变形显得尤为重要. 定义机架在单位载荷作用下的变形为测试装置的机架柔度. 研究机架柔度的标定方法对于从 $P-h$ 曲线中精确获取材料力学参数具有十分重要的意义,它是纳米压痕测试仪器装备开发的核心技术之一.

目前,纳米压痕测试仪器的生产厂家主要集中在美国、英国、瑞士、澳大利亚、日本等国^[8-10],我国在纳米压痕测试仪器装备方面的研究起步较晚,目前尚未出现成形的商业化产品. 由于机架柔度对纳米压痕测试的准确性具有重要影响,在过去近 10 年的时间内,研究人员针对装置机架柔度的标定开展了大量的研究,提出了一些有代表性的标定方法,主要包括 Doerner-Nix 方法^[11]、Oliver-Pharr 方法^[6]、Sun Yong 方法^[12]、Van Vliet 方法^[13]等. 本文首先分析了这几种标定方法,在 Van Vliet 方法的基础上,提出一种直接标定纳米压痕测试装置机架柔度的改进方法,并通过试验和对比分析验证了改进方法的可行性.

1 纳米压痕测试技术的数据分析基础

1992 年,Oliver 和 Pharr 在 Doerner 和 Nix^[11]工作的基础上完善了纳米压痕测试的数据分析方法^[6],这种方法也是目前商业化纳米压痕仪采用的主流的分析方法,通过分析压痕测试过程中得到的 $P-h$ 曲线来获取材料的力学性能参数. 图 1 是一个典型的 $P-h$ 曲线,主要包括加载和卸载两部分,其中 $P_{\max}$ 和 $h_{\max}$ 分别为最大压入载荷和对应的最大压入深度, S 为接触刚度. 根据 Oliver-Pharr 分析方法以及后续发展的相关修正算法^[14],存在以下关系

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \tag{1}$$

$$A = f(h_c) \tag{2}$$

$$h_c = h_{\max} - \lambda \frac{P_{\max}}{S} \tag{3}$$

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{P=P_{\max}} \tag{4}$$

$$S = \frac{2\beta E_r}{\pi^{1/2}} A^{1/2} \tag{5}$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \tag{6}$$

式中: H 为材料的硬度; A 为接触面积; h_c 为接触深度; E_r 为折合模量; E_r 、 ν_s 分别为被测材料的弹性模量和泊松比; E_i 、 ν_i 分别为压头的弹性模量和泊松比; λ 、 β 为与压头形状有关的修正系数. 对于理想玻氏压头,接触面积 $A = 24.56h_c$, $\lambda = 0.75$, $\beta = 1.034$. 通过式(1)~式(6),可以计算得到材料的硬度和弹性模量. 由式(1)和式(2)可以看出,材料的硬度与接触深度的二次方成反比,接触深度 h_c 的些许误差将会对硬度的计算产生重要影响. 机架变形会使测得的 $P-h$ 曲线沿着深度轴(即横轴)方向产生移动(图 1 虚线所示),最终影响到接触深度 h_c ,所以必须对机架柔度进行标定,以修正机架柔度对测试结果的影响. 若机架柔度为 C_f ,压头压入被测试件的实际深度 h_a 与测量得到的压入深度 h_m 之间的关系为

$$h_a = h_m - C_f P \tag{7}$$

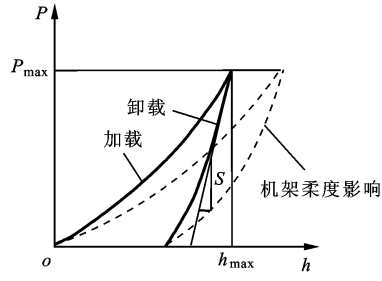


图 1 典型的载荷-深度($P-h$)曲线

2 机架柔度标定的主要方法

现有的机架柔度的标定方法可以分成两类:间接标定方法,如 Doerner-Nix 方法、Oliver-Pharr 方法和 Sun Yong 方法等;直接标定方法,如 Van Vliet 方法. 间接标定方法是较早提出的方法,主要是借助测试得到的 $P-h$ 曲线进行一定的推导,实现对机架柔度的标定. 直接标定方法则是通过试验的手段直接测定机架柔度值.

2.1 间接标定方法

2.1.1 Doerner-Nix 方法 Doerner 和 Nix 最早提出了一种标定机架柔度的方法. 他们把机架、压头与被测试件的接触处理成两个弹簧的串联,则整个系

统的柔度 C_t 可表示为

$$C_t = C_s + C_f \quad (8)$$

式中: C_s 为压头与被测试件接触的柔度; C_f 为机架柔度. 压头与被测试件接触的柔度 C_s 为接触刚度 S 的倒数, 即有

$$C_s = \frac{1}{S} = \frac{\pi^{1/2}}{2E_r A^{1/2}} \quad (9)$$

对于玻氏压头, 结合式(2)、式(8)和式(9), 可得

$$C_t = \frac{\pi^{1/2}}{2E_r} A^{-1/2} + C_f \quad (10)$$

$$C_t = \frac{0.179}{E_r} \frac{1}{h_c} + C_f \quad (11)$$

根据式(11), 以 C_t 和 h_c^{-1} 为变量画直线, 则截距为机架柔度 C_f , 斜率与 E_r 相关.

Doerner-Nix 方法较为简单, 但是为了获得较为准确的机架柔度, 往往需要在同一个样品上进行大量的大压深压痕试验, 以获得较多的数据点. 这种方法是通过推断得到的, 需要满足一定的前提假设(如理想的压头形状), 由于未考虑机架柔度的影响, 在标定算法中使用的接触深度 h_c 往往会高于实际的接触深度, 所以这种方法准确性较差.

2.1.2 Oliver-Pharr 方法 Oliver 和 Pharr 在 Doerner-Nix 方法的基础上, 提出了使用一种迭代算法来实现对机架柔度的标定. 与 Doerner-Nix 方法类似, Oliver-Pharr 方法同样需要一系列的大压深压痕试验数据. 首先选取两组大压深压痕试验数据, 根据理想玻氏压头面积函数表达式(2)计算得到接触面积; 然后根据式(10)绘制直线得到初步的预估计值 E_r 和 C_f .

将式(10)改写为

$$A = \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_r^2} \frac{1}{C_t - C_f} \quad (12)$$

根据式(12), 利用得到的 E_r 和 C_f 对测得的多组压痕试验数据进行计算, 得到一组数据点 (A, h_c) . 通过拟合方式得到接触面积 A 与接触深度 h_c 之间关系的表达式

$$A = 24.56 h_c^2 + \sum_{i=1}^8 C_n h_c^{\frac{1}{2^{i-1}}} \quad (13)$$

式中: C_n 为常数. 式(13)右边第一项描述的是理想玻氏压头的接触面积函数, 其余项为压头尖端钝化、几何角度偏差等引起的修正项. 从式(10)可以看出, 接触面积影响 E_r 和 C_f 值的确定, 所以可以使用新的接触面积表达式(13)来代替理想玻氏压头面积函数表达式(2), 重复以上过程, 迭代多次直至 C_f 值收敛.

Oliver-Pharr 方法也采用了非直接测量值 h_c , 这种方法对在压痕过程中发生凹陷变形的材料具有较高的精度, 但是对于发生凸起变形的情况, h_c 的计算会有较大的误差, 这种误差会扩展到利用接触深度 h_c 计算得到的参数, 如机架柔性和材料硬度等. 由于需要多次压痕试验并且需要迭代计算, 这种方法较为麻烦, 但是该方法较 Doerner-Nix 方法准确性更高, 而且可以同时实现对接触面积和机架柔度的标定, 是目前较为常用的一种方法.

2.1.3 Sun Yong 方法 Doerner-Nix 方法和 Oliver-Pharr 方法利用的都是 $P-h$ 曲线的卸载部分, 与这两种方法不同, Sun Yong 提出了一种利用加载曲线计算机架柔度的方法. Sun Yong 得到结论是: $P-h$ 曲线的加载部分可以用二次多项式进行拟合, 得到的系数与机架柔度 C_f 和压头尖端半径 r 有关. 具有一定尖端半径的压头压入弹塑性材料时, 若压入深度大于 $2r$, 则加载曲线可以由下式近似描述

$$P = K(h_c + \xi)^2 \quad (14)$$

式中: K 为常数; ξ 为修正深度. 改写式(14), 有

$$P^{1/2} = K^{1/2} h_c + K^{1/2} \xi \quad (15)$$

对于压痕过程的任意时刻, 测量得到的压入深度 h 与接触深度 h_c 、压入载荷 P 、机架柔度 C_f 存在以下关系

$$h = h_c + C_f P \quad (16)$$

结合式(15)和式(16), 可得

$$h = C_f P + K^{-1/2} P^{1/2} - \xi \quad (17)$$

显然, 测量得到的 h 与 $P^{1/2}$ 成二次多项式关系. 通过拟合压痕曲线的加载部分可以很方便地得到 C_f 和 ξ , 同时可以得到接触面积的修正表达式

$$A = 24.56(h_c + \xi)^2 \quad (18)$$

Sun Yong 方法在标定过程中避免了非直接测量值 h_c 的使用, 利用较少的数据点就可以达到较高的标定精度, 而且这种方法操作简单, 可以同时标定机架柔度和接触面积.

2.2 直接标定方法(Van Vliet 方法)

2.1 节分析的 3 种标定方法均属于间接标定方法, 都是基于一定的前提假设推导得到的, 实际应用中难免会带来一定的误差, 特别是压痕过程中伴随的材料凹陷和凸起变形都会降低上述 3 种标定方法的准确性. 因此, 有必要研究机架柔性的直接标定方法. Van Vliet 于 2004 年提出了一种直接标定机架柔度的方法, 图 2 是其原理图. Van Vliet 的主要思想是利用一个直径为毫米级的平头圆棒代替实际的压头, 并将圆棒一端通过黏胶与被测试件表面实现

牢固的连接,利用测试装置的加卸载功能和载荷位移检测功能,实现类似压痕测试过程.与压痕测试不同的是,由于平头圆棒直径较大,并通过黏胶与被测试件粘连,可以认为圆棒没有压入试件内部,即测试过程中载荷力作用下产生的输出位移全部为机架产生的变形.因此,通过分析测得的加载力-机架变形数据就可以很容易得到测试装置的机架柔度. Van Vliet 方法可以直接测量得到装置的机架柔度,而不用假设理想压头形状,但是其在操作过程中也存在一定的问题.首先, Van Vliet 更换了测试装置原有的压头安装座,这样会使得测量得到的机架柔度不是原有测试装置的机架柔度,存在一定的偏差.其次,粘结层将平头圆棒和被测试件连接在一起,一方面连接层的存在改变了装置原有的机架柔度,另一方面粘结层的出现改变了测试装置的状态,使得测试装置的自由度发生了改变,这与实际压痕测试过程不相符.

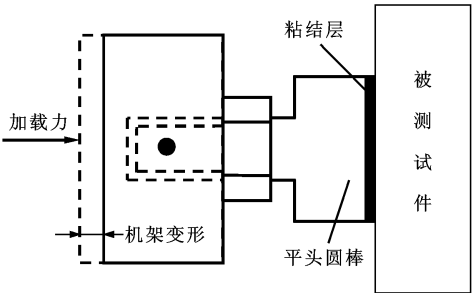


图 2 Van Vliet 方法原理图

3 改进的机架柔度直接标定方法

针对 Van Vliet 方法存在的问题,本文提出了一种机架柔度直接标定的改进方法.图 3 是改进的机架柔度直接标定方法的原理图,其中 s 为在加载系统作用下平头圆棒的输出位移, ϵ 为加载力作用下的机架变形,加载测试状态中 $s=\epsilon$.图 4 是借助本文的改进方法,对自主研制的纳米压痕测试装置的机架柔度进行标定时的结构图.

首先,用特征尺寸毫米级的平头圆棒代替原有的压头安装在压头安装座内.为消除初始接触及圆棒和试件表面质量对标定结果的影响,标定前先使平头圆棒与试件表面有一定的初始接触载荷,一般约为 100 mN.然后,将载荷力传感器和位移传感器示数清零,利用测试装置的加载系统进行类似压痕测试的加卸载过程,在这个过程中,利用测试系统的数据采集功能将载荷力传感器和位移传感器数据采

集并保存.通过分析图 3 可以得到,在加载过程中由于平头圆棒未压入试件内部,所以平头圆棒的输出位移等于机架变形.这样通过处理采集得到的压入载荷力和位移数据就可以方便地得到机架柔度.与 Van Vliet 方法不同的是,本文在测试过程中尽量使测试装置保持与实际压痕试验相似的状态,不使用粘结层而使平头圆棒直接作用在被测试件表面,平头圆棒直接安装在测试装置原有的压头安装座上进行测试.

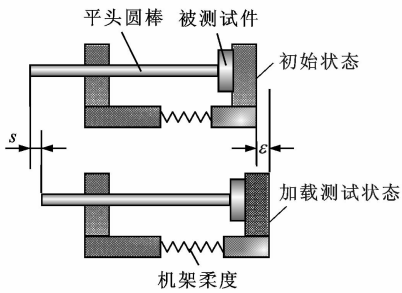


图 3 改进的机架柔度直接标定方法原理图

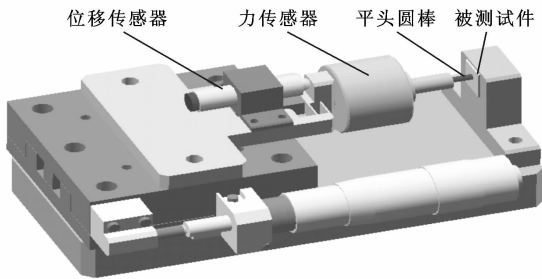


图 4 采用本文方法实现对机架柔度标定的结构示意图

4 标定试验

4.1 利用 Sun Yong 方法确定机架柔度

Sun Yong 方法是确定机架柔度较为简单的方法,本文首先采用 Sun Yong 方法对自主研制的纳米压痕测试装置的机架柔度进行标定,并将其作为改进方法的对比值.借助自主研制的纳米压痕测试装置,利用玻氏压头对氧化锡锡 (Indium-Tin Oxide, ITO) 透明导电玻璃进行压痕测试,得到的原始数据绘制的 $P-h$ 曲线如图 5 所示,最大压入载荷为 680 mN,对应的深度值为 $7.354\text{ }\mu\text{m}$.根据 Sun Yong 方法的原理,对测试数据的加载段进行处理,通过二次多项式拟合得到了压入深度 h 与载荷的平方根之间的关系式,如图 6 所示.从相关系数 R^2 值可以看出,得到的拟合关系式较为可靠.由 Sun Yong 方法可知,自主研制的纳米压痕测试装置的机架柔度为 $0.007\text{ }7\text{ mm/N}$.

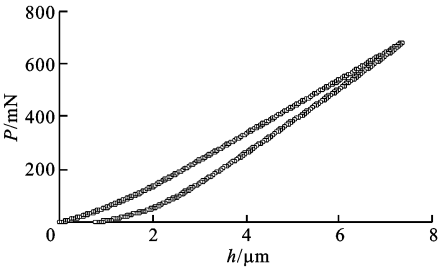


图5 用测得的原始数据绘制的 P - h 曲线

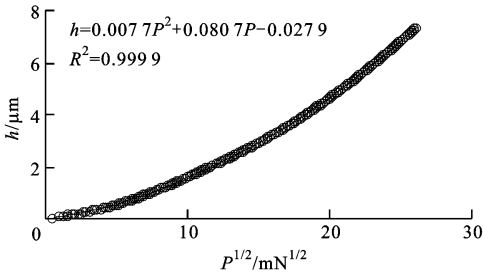


图6 压入深度 h 与载荷的平方根 $P^{1/2}$ 的关系曲线

4.2 利用改进的方法标定机架柔度

根据本文提出的机架柔度直接标定的改进方法,参照图4,利用直径为2 mm的平头圆棒对自主研制的纳米压痕测试装置进行标定试验.圆棒与被测试件的初始接触载荷约为100 mN.为减少测试误差,采用多次测量求平均值方式进行试验,累计进行8次,分别绘制机架变形 ϵ 与载荷力 P 的关系曲线,如图7所示.通过最小二乘法对试验数据进行拟合,得到 ϵ 与载荷力 P 的线性表达式,其斜率值即为机架柔度.从拟合结果可以看出,各个线性相关系数均十分接近于1,说明拟合结果的可靠性.8次试验的拟合直线的斜率分别为0.007 98、0.007 97、0.007 96、0.007 95、0.007 87、0.007 95、0.007 92、0.007 93,平均值为0.007 94,即测量得到的测试装置的机架柔度为0.007 94 mm/N.

4.3 试验结果讨论

根据图7,得到机架柔度为0.007 94 mm/N,此值与通过Sun Yong方法得到的机架柔度值0.007 7 mm/N非常接近,说明了改进方法的可行性.根据式(7),利用测量得到的机架柔度,可以得到图5所示最大压入深度的校正值为1.955 μm .用校正值与实测值的比值来评价测试装置的刚性程度,二者比值接近于1说明测试装置的刚性较大,二者比值较小说明测试装置的刚性较差.本文标定的测试装置的校正值与实际值的比值为0.265 8,说明测试装置的刚性较差,在今后设计中可以提高设计

刚度.

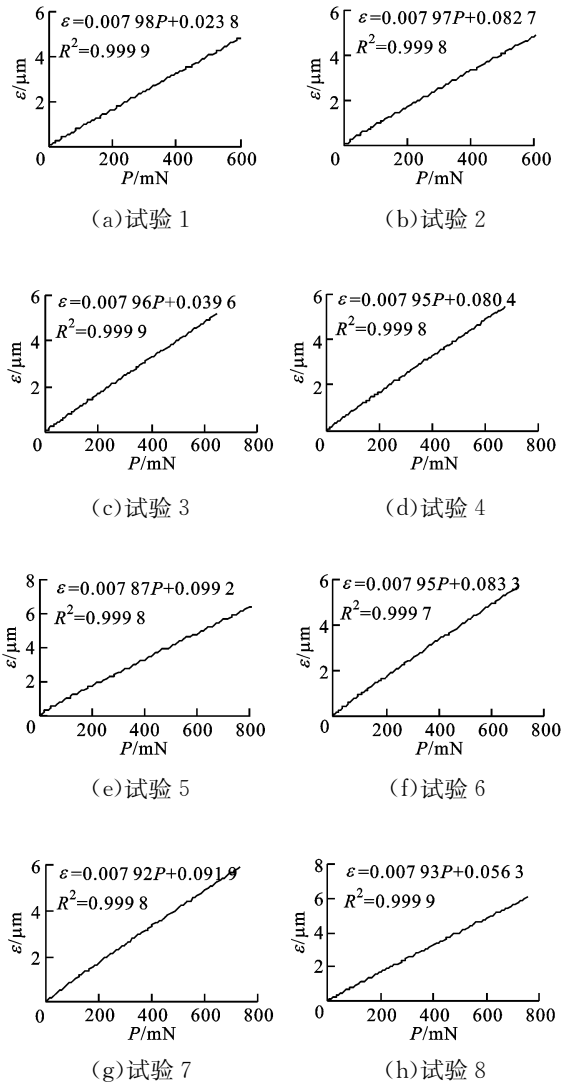


图7 机架变形与载荷力关系曲线

5 结 论

本文分析了纳米压痕测试装置机架柔度标定的几种方法,在Van Vliet方法的基础上,提出了一种改进的机架柔度直接标定方法.改进的标定方法在已有测试装置基础上,只需用平头圆棒替换原有压头即可实现对测试装置机架柔度的标定,标定过程接近装置实际工作状态,这样保证了标定结果的可用性.利用改进的标定方法,标定得到了自主研制的纳米压痕测试装置机架柔度为0.007 94 mm/N,通过Sun Yong方法得到的测试装置机架柔度值为0.007 7 mm/N,表明改进方法的可信性.本文为纳米压痕测试装置机架柔度的确定提供了一种可用的改进方法,且操作简单,可以快速确定测试装置的机架柔度.

参考文献:

- [1] YANG F Q, GENG K B, LIAW P K, et al. Deformation in a $Zr_{57}Ti_5Cu_{20}Ni_8Al_{10}$ bulk metallic glass during nanoindentation [J]. *Acta Mater*, 2007, 55(1): 321-327.
- [2] SCHUH C A, MASON J K, LUND A C. Quantitative insight into dislocation nucleation from high-temperature nanoindentation experiments [J]. *Nat Mater*, 2005, 4(8): 617-621.
- [3] HUJA S S, HAY J L, RUMME A M, et al. Quasi-static and harmonic indentation of osteonal bone [J]. *J Dent Biomech*, 2010, 2010: 736830.1-736830.7.
- [4] BRUET B J F, SONG J H, BOYCE M C, et al. Materials design principles of ancient fish armour [J]. *Nat Mater*, 2008, 7(9): 748-756.
- [5] BHUSHAN B. Nanotribology and nanomechanics of MEMS/NEMS and BioMEMS/BioNEMS materials and devices [J]. *Microelectron Eng*, 2007, 84(3): 387-412.
- [6] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements [J]. *J Mater Res*, 1992, 7(6): 1564-1583.
- [7] FISCHER-CRIPPS A C. Nanoindentation [M]. New York: Springer-Verlag, 2004:61-67.
- [8] Hysitron Corporation. The world leader in developing nanomechanical test instruments [EB/OL]. [2012-02-22]. <http://www.hysitron.com/>.
- [9] Micro Materials Ltd. NanoTest vantage [EB/OL]. [2012-02-22]. <http://www.micromatereals.co.uk/the-nanotest/nanotest-vantage/>.
- [10] NELSON J, OYEN M. MTS NanoIndenter XP [EB/OL]. [2012-02-22]. <http://www.charfac.umn.edu/InstDesc/nanoindenterdesc.html>.
- [11] DOERNER M F, NIX W D. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments [J]. *J Mater Res*, 1986, 1(4): 601-609.
- [12] NUROT P, SUN Y. Improved method to determine the hardness and elastic moduli using nano-indentation [J]. *KMITL Sci J*, 2005, 5(2): 483-492.
- [13] VAN VLIET K J, PRCHLIK L, SMITH J F. Direct measurement of indentation frame compliance [J]. *J Mater Res*, 2004, 19(1): 325-331.
- [14] OLIVER W C, PHARR G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology [J]. *J Mater Res*, 2004, 19(1): 3-20.

(编辑 杜秀杰)