

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2021.02.10

确定纳米压入面积函数的改进方法

李强, 任冬梅, 万宇

(航空工业北京长城计量测试技术研究所 计量与校准技术重点实验室, 北京 100095)

摘要: 针对薄膜等微小结构材料力学性能测试面积函数测量问题, 提出了一种改善微小压入深度下压头面积函数准确性的方法。该方法将压头与被测样品之间的投影接触面积与压头针尖曲率半径和角度相关联, 解决常用的面积函数确定方法在 50 nm 以下浅压痕测量中不可靠的问题。经实验验证, 该面积函数确定方法可以提高微小接触深度下压入硬度和折合模量的测量准确度。

关键词: 面积函数; 纳米压入; 压头形状; 压入硬度; 测量

中图分类号: TB9

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2021)02-0087-04

Improved Method for Determining Area Function of Nanoindentation

LI Qiang, REN Dongmei, WAN Yu

(National Key Laboratory of Science and Technology on Metrology & Calibration,
Changcheng Institute of Metrology & Measurement, Beijing 100095, China)

Abstract: Aiming at the problem of area function measurement in the mechanical property test of thin-film and other micro-sized materials, a method to improve the accuracy of the indenter area function at small indentation depth is proposed. This method correlates the projected contact area between the indenter and the sample with the tip radius and angle of the indenter, which can improve the reliability of the commonly used area function determination method in the measurement of shallow indentation below 50 nm. The experimental results show that the measurement accuracy of indentation hardness and reduced modulus at a small contact depth can be improved by using this area function determination method.

Key words: area function; nanoindentation; indenter shape; indentation hardness; measurement

0 引言

纳米压入技术在微纳尺度材料力学性能测试中应用广泛, 由于它具有压痕深度浅、对被测表面损伤小等特点, 特别适用于微小结构材料的力学性能测试^[1-2]。但也正是因为压入深度小, 压头尖端形状误差对测量结果的影响非常显著。如何提高微小压入深度下面积函数的准确度以改善材料力学性能测量的可靠性, 引起了国内外研究人员的广泛关注^[3-9]。纳米压入测试中常用的面积函数确定方法主要有三种: 基于标准样品测量数据和迭代过程的方法^[4]、基于三维形貌测量技术的测量方法^[5-6]和基于压头几何形状测量的方法^[7], 其中前两种方法在相关标准中, 被建议用于面积函数校准^[10-11]。这些面积函数确定方法各有优势^[12], 但在确定微小压入深度下面积函数方面却存在局限。第一种方法虽然利用纳米压痕仪和标准样品就能得到以多项式表示的面积函数, 但在微小接触深度下其准确度会受到限制。后两种方法则需要用相应

的测量设备来完成压头尖端形状测量, 而且压头针尖形状也会随着磨损而发生变化, 限制了方法的适用性。

本文提出了一种确定微小深度纳米压入面积函数的方法, 将传统的面积函数测量方法和压头几何形状相结合, 有助于改善微小深度压入测量结果的准确度。

1 微小压入深度下面积函数的确定方法

在纳米压入测试过程中, 压入仪器将形状已知的压头压入被测样品表面, 同时测量施加在压头上的载荷和压入深度, 通过分析测量数据, 即可得到材料的压入硬度和折合模量等力学性能参数^[1]。压头与样品的投影接触面积是测量中的关键参数之一, 而面积函数就是表示压头与样品的投影接触面积与接触深度之间的关系。

本文提出的面积函数确定方法综合了引言中第一种和第三种面积函数测量方法的优势, 适合于微小接触深度下的纳米压入测试。该方法通过以下四个步骤来实现: 首先, 根据压头的几何形状特征, 建立一个

包含压头几何参数和压头与样品接触深度的面积函数模型，压头几何参数包括压头尖端的曲率半径和压头的角度等；采用第一种面积函数测量方法，利用纳米压痕仪测量标准样品，得到以多项式表示的面积函数；利用最小二乘法，将面积函数模型拟合到面积函数多项式曲线，得到压头针尖的曲率半径和角度等参数；对微小压入深度部分，用基于压头几何形状的面积函数代替以多项式表示的面积函数。

2 面积函数模型的建立

纳米压入试验中使用的压头具有尖锐的端部结构，常见的压头形状有三棱锥形、立方角形和圆锥形等。在基于压头几何形状的面积函数模型中，将压头尖端的形状假设为一个与压头相切的球冠。

圆锥压头的面积函数模型比较简单，球冠与圆锥切点处的压入深度可以表示为

$$h_T = (1 - \sin\theta)R \quad (1)$$

式中： R 为压头针尖曲率半径； θ 为半锥角。

当压头与样品的接触深度 $h_c \leq h_T$ 和 $h_c > h_T$ 时，投影接触面积可分别由式(2)和式(3)来计算。

$$A = \pi(2Rh_c - h_c^2) \quad (2)$$

$$A = \pi\left(h_c \tan\theta + \frac{1 - \sin\theta}{\cos\theta}R\right)^2 \quad (3)$$

对于正三棱锥压头，面积函数模型相对复杂一些。假设球冠与三棱锥的一条棱边的切点为 T ，与对侧锥面的交点为 J ，如图 1 所示。

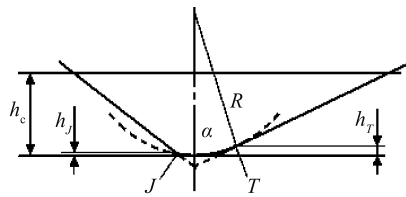


图 1 玻氏压头针尖几何形状示意图

T 点和 J 点处的压入深度分别为

$$h_T = (1 - \sin\alpha)R \quad (4)$$

$$h_J = \frac{(2\sqrt{3} - 3)\sin^2\alpha - \sin\alpha + 4 - 2\sqrt{3}}{4 - 3\sin^2\alpha}R \quad (5)$$

式中： R 为压头针尖曲率半径； α 为棱边与中心线的夹角。

当接触深度 $h_c \leq h_J$ 时，压头与样品的投影接触面积与式(2)相同。当接触深度 $h_J < h_c \leq h_T$ 时，得到投影接触面积

$$A = \left[\pi - 3\arccos\left(\frac{b}{a}\right) \right] a^2 + 3b \sqrt{a^2 - b^2} \quad (6)$$

$$\text{式中: } a = \sqrt{R^2 - (R - h_c)^2}; b = \frac{h_c \sin\alpha + (1 - \sin\alpha)R}{2\cos\alpha}.$$

当压入深度 $h_c > h_T$ 时，投影接触面积为

$$A = \frac{3\sqrt{3}}{4}(\tan\alpha)^2 \left(h_c + \frac{1 - \sin\alpha}{\sin\alpha}R \right)^2 \quad (7)$$

式(2)、式(6)和式(7)分别给出了不同接触深度下三棱锥压头的面积函数。

上述给出了圆锥压头和正三棱锥压头的面积函数模型，其它形状压头的面积函数模型也可用类似的方法建立。这种面积函数的特点是其中各参数的物理意义明确，与压头针尖曲率半径和特征角度直接相联系。

3 压头几何参数的确定

在本文提出的面积函数确定方法中，通过将面积函数模型拟合到采用标准样品测量方法得到的面积函数多项式，得到压头几何参数。这种方法无需借助复杂的形貌测量设备，简单易行。下面以纳米压入测试中最常用的玻氏压头为例，介绍压头面积函数的确定方法。

3.1 面积函数曲线拟合方法

在一台仪器柔度已知的纳米压痕仪上，首先利用玻氏压头对具有已知折合模量的熔融石英样品进行一系列压入试验，在样品表面形成了具有不同接触深度的压痕阵列，试验采用的峰值载荷范围为 100 μN ~ 10 mN，压头与样品的接触深度大约在 20 ~ 180 nm 范围。如图 1 玻氏压头针尖几何形状示意图。

利用仪器推荐的面积函数校准方法对测量数据进行处理，得到如图 2 中曲线 1 所示的面积函数。

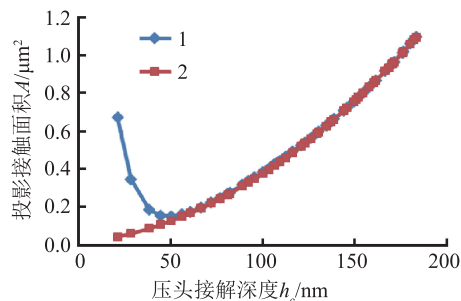


图 2 两种面积函数的对比

为了确定压头的针尖曲率半径和角度，将式(7)所示的基于压头几何形状的面积函数通过最小二乘法拟合到图 2 中曲线 1 所示的面积函数。考虑到在微小接触深度下面积函数曲线的趋势与其它部分偏离较大，

在拟合过程中仅使用接触深度大于 50 nm 的数据。通过拟合得到压头针尖的曲率半径 R 为 780 nm，压头棱边与中心线的夹角 α 为 77.60° 。将此结果代入式(2)、式(6)和式(7)，完成基于压头几何形状的面积函数的建立，新的面积函数如图 2 中曲线 2 所示。比较两个面积函数曲线可以看出，在 50 nm 以上的较大接触深度范围内，两个面积函数的一致性较好，而在 50 nm 以下的微小接触深度范围内，新建立的基于压头几何形状的面积函数给出的投影接触面积明显小于原有面积函数给出的结果。

用基于压头几何形状的面积函数替换微小压痕深度下的以多项式表示的面积函数，就得到一个在微小接触深度下以压头几何参数表示，在较大接触深度下仍以多项式表示的组合面积函数。

3.2 与直接测量方法的比较

为了验证 3.1 中所述压头几何参数确定方法的有效性，采用原子力显微镜对该压头的三维形貌进行了扫描测量，以 $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ 的扫描范围和 512×512 的分辨率获取了压头三维形貌图像，如图 3 所示。

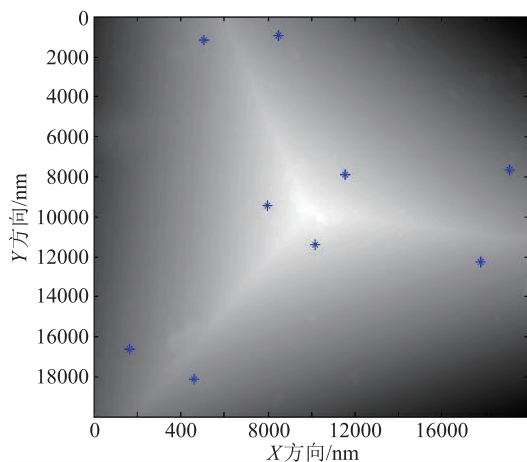


图 3 玻氏压头尖端的原子力显微镜图像

在对原子力显微镜图像完成消除倾斜和旋转等基本处理后，即可进行压头的角度和针尖曲率半径的计算。为了确定压头的角度，在玻氏压头的原子力显微镜扫描图像上，在三个锥面分别取三个点，对每个锥面上三个点所围成的三角形内全部采样点采用最小二乘法做平面拟合，得到如图 4 所示的三个拟合面，取三个面间夹角的平均值作为正三棱锥的面间夹角，然后通过换算得到正三棱锥棱边与中心线的夹角。为了确定压头针尖的曲率半径，以压头三个锥面的交点为中心，取 11×11 个采样点，采用最小二乘法进行球面

拟合，如图 5 所示，所得球面的半径即为针尖的曲率半径。

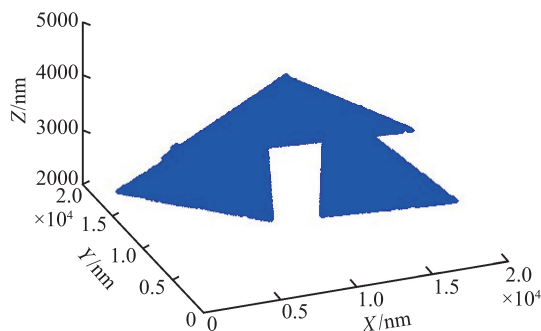


图 4 玻氏压头三棱锥拟合面

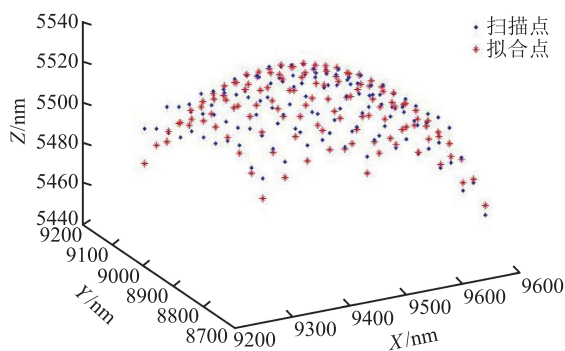


图 5 压头针尖球面拟合

对玻氏压头尖端的原子力显微镜测量数据进行处理，得到压头侧面棱边与中心线的夹角为 77.72° ，针尖曲率半径约为 700 nm。可以看出，实际测量结果与 3.1 中用数据拟合方法得到的结果基本相符。

4 实验与结果

为了考察上述面积函数确定方法的实用性，利用上述玻氏压头对一块熔融石英样品进行了纳米压入试验，压入硬度和折合模量的测量结果分别如图 6 和图 7 所示。

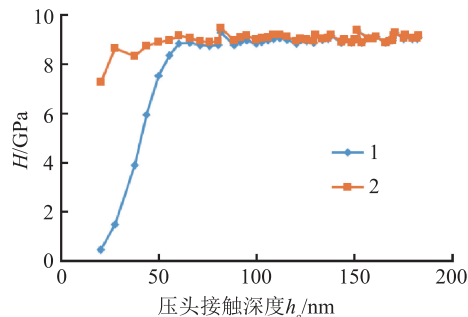


图 6 压痕硬度的测定结果

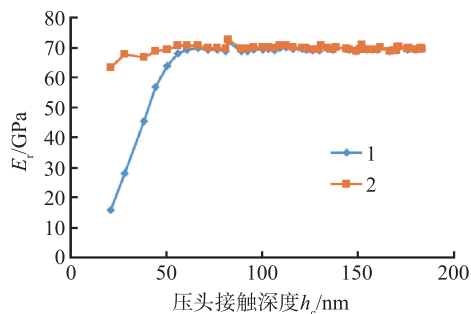


图7 折合模量的测量结果

图6和图7中的曲线1为用基于标准样品测量和迭代过程所得面积函数给出的测量结果。可以看出,当压头与样品的接触深度大于50 nm时,压入硬度和折合模量的测量值是稳定的,压入硬度的平均值为9.23 GPa,折合模量的平均值为70.48 GPa;然而,当接触深度小于50 nm时,压入硬度和折合模量的测量值与较大接触深度下的测量值有明显不同。对于微小接触深度,用这种面积函数得到的压入硬度和折合模量的测量结果是不可靠的。

针对上述问题,在接触深度小于50 nm的区间,用面积函数计算公式(7)代替原有面积函数,重新计算压入硬度和折合模量,测量结果分别如图6和图7中的曲线2所示。由图6和图7可以看出,用新的面积函数获得的压入硬度和折合模量更加接近于较大接触深度下的稳定值。实验结果表明,用改进的面积函数确定方法可以提高在微小接触深度下压入硬度和折合模量的测量准确性。

5 结论

本文介绍了一种确定压头面积函数的改进方法,通过将压头尖端形状假设为与压头相切的球冠,建立面积函数模型,然后利用面积函数曲线拟合方法,确定压头针尖的曲率半径和角度,最后得到包含压头针尖曲率半径和角度的面积函数。与目前常用的面积函数测量方法相比,在保持基于标准样品测量方法优势的基础上,结合压头针尖曲率半径和角度信息,能够改善微小接触深度下面积函数的测量准确性,同时也避免了基于压头几何形状测量方法对复杂测量设备的需求。初步实验结果证明,采用这种面积函数确定方法可以达到改善微小接触深度下材料压入硬度和折合模量的测量准确性的目的,对微小结构材料力学性能测量有参考价值。未来将通过更多实验进一步考察该面积函数确定方法的可靠性,促进其在薄膜等材料纳米压入法力学性能测试中的应用。

参考文献

- [1] 张泰华. 微/纳米力学测试技术[M]. 北京: 科学出版社, 2013.
- [2] 莫明珍, 曹标, 李俊杰. 纳米压痕法测试微纳米涂层的力学性能[J]. 理化检验-物理分册, 2018, 54(07): 483-486, 491.
- [3] 侯晓东. 仪器化压入测量的计量研究概况[J]. 计量科学与技术, 2021(01): 20-24, 49.
- [4] 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.
- [5] Barone A C, Salerno M, Patra N, et al. Calibration issues for nanoindentation experiments; Direct atomic force microscopy measurements and indirect methods[J]. Microscopy Research and Technique, 2010, 73(10): 996-1004.
- [6] 王新伟, 陶兴付, 李旭, 等. 极浅压入下纳米压痕仪针尖面积函数校准方法的研究[J]. 计量学报, 2017, 38(5): 593-597.
- [7] Liu D, Zhang T. A new area function for sharp Indenter tips in nanoindentation[J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2004, 17(3): 159-164.
- [8] 陈尚达, 柯孚久. 纳米硬度测量中接触面积及压头曲率半径效应的分子动力学模拟[J]. 中国科学(G辑), 2003, 33(5): 400-410.
- [9] 周亮, 姚英学. 直接面积法测量纳米硬度技术的研究[J]. 中国机械工程, 2005, 16(22): 2052-2055.
- [10] ISO 14577-2; Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters-Part 2: Verification and calibration of testing machines. 2015.
- [11] 国家质量监督检验检疫总局, 国家标准化管理委员会. GB/T 22458-2008 仪器化纳米压入试验方法通则[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [12] 任冬梅, 万宇, 段小艳. 纳米压入测试中面积函数测量方法综述[J]. 计测技术, 2015, 35(5): 10-14.

收稿日期: 2021-04-06

基金项目: 国家“十四五”技术基础科研项目(JSJL2019205C001)

作者简介

李强(1976-), 男, 高级工程师, 主要从事纳米测量技术研究, 在微纳米级表面形貌参数测量与校准、微纳尺度材料力学特征参数测量与校准等领域具有丰富经验。先后主持各类科研项目5项, 作为主要参与者完成技术基础、重大仪器专项等项目10余项, 参与起草



计量规范4项。