

微压痕尺度效应的理论和实验^{*}

魏悦广 王学峥 武晓雷 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, 北京 100080)

摘要 对压入深度为亚微米量级的微压痕实验来说, 硬度与压入深度的关系将表现出强烈的尺度效应, 然而, 由传统的弹塑性理论无法预测. 采用塑性应变梯度理论对微压痕实验中的尺度效应进行预测; 同时对单晶铜和单晶铝进行微压痕实验研究. 通过将理论预测结果应用于实验, 获得塑性应变梯度理论中的微尺度参量值. 该值对于常规金属材料(如铜、铝、银等)来说, 取值范围为 $0.8 \sim 1.5 \mu\text{m}$. 另外, 对微压痕边界附近所出现的挤出现象(pile-up)和沉陷现象(sink-in)进行了预测和详细分析.

关键词 微压痕实验 尺度效应 塑性应变梯度理论 微尺度

压痕实验是一种非常重要且十分有效的实验手段, 常被用来测定材料发生塑性变形行为的宏观性能参数. 通过压痕实验测量硬度和压入深度的加卸载关系, 获得材料的屈服应力、幂硬化指数以及 Young 模量等等. 近年来, 随着实验技术的发展和实验测量精度的提高, 人们可以在微米和亚微米层次进行精细的压痕实验研究(即微压痕实验)以获得重要的材料性能指标. 在微压痕实验中, 展现出一种新的、有别于传统宏观压痕实验结果的普遍现象——尺度效应^[1~8], 对金属材料, 所测的材料硬度值随着压头尺寸的减小(或压入深度的减小)可达到传统硬度值的 2 倍甚至 3 倍之多. 然而, 材料在微米和亚微米层次所表现出的这种尺度效应现象由传统弹塑性理论无法刻画. 另一方面, 从量纲分析^[9]的角度可知, 压痕硬度值将只依赖于材料的宏观参量, 是尺度无关的.

为了预测材料在微米和亚微米层次的尺度效应现象, 近年来提出和发展了塑性应变梯度理论^[10~12], 即在传统弹塑性理论的框架下考虑应变梯度的影响. 在本构关系中, 应变和应变梯度诸项之间通过若干长度参量(下文称为微尺度参量)匹配, 可由这些长度参量刻画尺度效应.

在采用塑性应变梯度理论研究压痕问题中, 文献[4]采用偶应力理论及不可压缩假设分析了当微尺度参量小于压痕接触面径向半径时的情况; 文献[3]采用 Fleck 和 Hutchinson^[10]的塑性应变梯度一般理论分析了不可压缩情况下当微尺度小于压痕接触面径向半径时的情况, 并将分析结果应用于关于 W 材料的压痕实验结果^[8], 获得该材料的微尺度参量在 $0.25 \sim 0.52 \mu\text{m}$ 之间.

2000-04-04 收稿, 2000-07-20 收修改稿

^{*}国家自然科学基金(批准号: 19891180; 19925211)和中国科学院基础研究基金资助项目

另外,文献[1]从位错模型出发研究了微压痕的尺度效应,通过采用 Taylor 关系、Mises 塑性流动法则以及硬度为 3 倍流动应力的传统关系获得了硬度与压入深度之间的平方根倒数关系。

通过比较常规金属材料(Cu, Ag, Al)的微压痕实验结果^[2,7]与高模量金属 W 的微压痕实验结果^[8]可知,前者的尺度效应敏感区比后者小一个量级,所对应的微压痕接触面径向半径的尺寸也将小一个量级。所以在研究常规金属材料的尺度效应时,有必要讨论微尺度参量大于甚至几倍于压痕接触面径向半径的情况。本文将采用 Fleck 和 Hutchinson^[10]的塑性应变梯度模型并对可压缩弹塑性一般情况进行分析;另外,本文也对单晶铜和单晶铝进行微压痕实验研究,实验时硬度和压入深度之关系的获得也有别于以往的实验方法(通过一个压入点获得硬度与压入深度的关系),即选取众多的压入点,而每一点只对应一个压入深度,这样虽然给出了一带状的硬度与压入深度之关系,但却避免了单一压入点情况之结果对该点缺陷的依赖性。通过将理论预测结果与带状数据点的比较,可以客观地给出塑性应变梯度理论中微尺度参量的取值范围。

1 塑性应变梯度形变理论

关于可压缩塑性应变梯度形变理论的一般形式,到目前为止,还没有文献给出,然而,有了高阶应变空间投影张量的定义及运算法则后^[13],沿用传统塑性理论的构造框架则不难导出。下面作一简要介绍。

1.1 本构关系

应变和应变梯度的定义:

$$e_{ij} = \frac{1}{2} (u_{i,j} + u_{j,i}) = e_{ij}^e + p_{ij}^p, \quad e_{ijk} = u_{k,ij} = e_{ijk}^e + p_{ijk}^p. \quad (1)$$

本构关系的相关表达式:

$$W^e = E \left[\frac{1}{2(1+\nu)(1-2\nu)} e_{kk}^2 + \frac{1}{2(1+\nu)} e_{ij}^e e_{ij}^e + \sum_{I=1}^4 L_I^2 e_{ijk}^{(I)} e_{ijk}^{(I)} \right],$$

$$e_{ij} = \partial W^e / \partial e_{ij}^e, \quad e_{ijk} = \partial W^e / \partial e_{ijk}^e,$$

$$= \sqrt{\frac{2}{3}} \left[e_{ij}^e e_{ij}^e + \sum_{I=1}^3 L_I^2 e_{ijk}^{(I)} e_{ijk}^{(I)} \right],$$

$$= \sqrt{3} J_2 = \sqrt{\frac{3}{2}} \left[e_{ij}^e e_{ij}^e + \sum_{I=1}^3 L_I^2 e_{ijk}^{(I)} e_{ijk}^{(I)} \right], \quad (2)$$

$$e_{ijk}^{(I)} = T_{ijklmn}^{(I)} e_{lmn}, \quad e_{ijk}^{(I)} = T_{ijklmn}^{(I)} e_{lmn},$$

$$p_{ij}^p = \frac{3}{2h^p} \frac{\partial J_2}{\partial e_{ij}^e} = \frac{3}{2h^p} e_{ij}^e,$$

$$p_{ijk}^p = \frac{3}{2h^p} \frac{\partial J_2}{\partial e_{ijk}^e} = \frac{1}{h^p} \sum_{I=1}^3 L_I^2 T_{ijklmn}^{(I)} e_{lmn},$$

$$h^p = \sqrt{\frac{3}{2} E} / \left(\frac{1}{1+\nu} + \frac{1}{1-2\nu} \right),$$

其中 σ 和 ϵ 分别为等效应力和等效应变; L_I^e 和 L_I^p ($I=1, \dots, 4$) 分别为弹性和塑性情况的应变梯度微尺度参量,根据文献[10]的讨论,一般情况下可考虑微尺度参量之间有如下关系:

$$L_1 = L, \quad L_2 = \frac{1}{2}L, \quad L_3 = \sqrt{\frac{5}{24}}L. \tag{3}$$

另外可取 $L_4 = L/2$. 对于弹性应变梯度参量也可考虑有类似关系,只需将 L 换为 L^e . 以前的研究显示,解答对于 $0 < L^e/L < 1$ 的取值不敏感^[13],故在本文的分析中取该比值为 0.5. 在(2)式中, h^p 为等效塑性模量,考虑幂硬化材料:

$$h^p = \sigma_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^{1/N}, \quad \sigma > \sigma_0, \tag{4}$$

则有

$$h^p = E \left[\left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^{1/N-1} - 1 \right]^{-1}. \tag{5}$$

在(2)式中 $T_{ijklmn}^{(I)} (I=1, \dots, 4)$ 为应变梯度投影张量,其表达式详见文献[13]. 根据(1)和(2)式并应用投影张量的正交性,可获得应变梯度形变理论的一般表达式为

$$\begin{aligned} \sigma_{ij} &= \frac{E}{1 + \frac{3}{2} E/h^p} \epsilon_{ij} + \frac{1}{3} \left(\frac{E}{1 - 2} - \frac{E}{1 + \frac{3}{2} E/h^p} \right) \epsilon_{kk} \delta_{ij}, \\ \tau_{ijk} &= 2E \left\{ \sum_{I=1}^3 \frac{L_I^2}{L_I^2/L_I^2 + 2E/h^p} T_{ijklmn}^{(I)} + L_4^2 T_{ijklmn}^{(4)} \right\} \epsilon_{lmn}. \end{aligned} \tag{6}$$

1.2 平衡变分关系

平衡方程往往可由位移变分关系有效的刻画,从而便于有限元数值方法的采用. 对于塑性应变梯度理论,对应的位移变分关系为

$$\int_V (\sigma_{ij} \delta \epsilon_{ij} + \tau_{ijk} \delta \epsilon_{ijk}) dV = \int_V f_k u_k dV + \int_S t_k u_k dS + \int_S r_k (D u_k) dS, \tag{7}$$

由此可定义面力(在 S 面)

$$t_k = n_i \left(\sigma_{ik} - \frac{\partial \tau_{ijk}}{\partial x_j} \right) + n_i n_j \tau_{ijk} (D_p n_p) - D_j (n_i \tau_{ijk}) \tag{8}$$

和面力矩 $r_k = n_i n_j \tau_{ijk}$, 其中微分算子定义为

$$D_j = \partial / \partial x_j - n_j n_k \partial / \partial x_k, \quad D = n_k \partial / \partial x_k, \tag{9}$$

其中 n_i 为积分(7)式中 S 面的方向余弦.

2 压痕实验基本问题的力学描述

考虑圆锥形压头的情况,对于棱锥压头按照横截面面积相等可近似等效为圆锥压头处理. 本文采用不同于以往给定远处为位移约束条件的处理方法,而用集中力作用下远处的弹性应力解代替,这样处理不但更加接近实际情况,而且使问题的描述和分析大为简化.

在远处的弹性应力分布^[14](参考图 1):

$$r = \frac{P}{2} \left\{ \frac{1-2\nu}{1+\sin\theta} - 3\cos^2\theta \sin\theta \right\}, \quad z = -\frac{3P}{2} \frac{\sin^3\theta}{r^2},$$

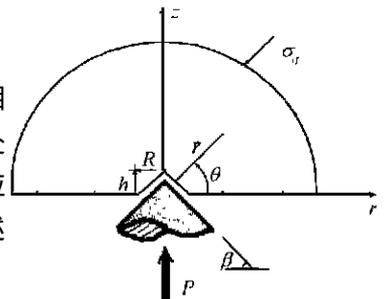


图 1 压痕实验的基本问题简化

$$u_z = -\frac{3P}{2r^2} \cos^2 \theta \sin^2 \theta, \quad = \frac{(1-2\nu)P}{2r^2} \left\{ \sin^2 \theta - \frac{1}{1+\sin \theta} \right\}, \quad (10)$$

其中 $r^2 = r^2 + z^2$, 如图 1 所示.

在材料表面, 小变形情况下的压痕问题位移及面力边界条件为

$$\begin{aligned} u_z &= -r \tan \theta, & R_r &= 0, & R_z &= 0, & 0 &< r < R = h/\tan \theta, \\ R_r &= R_z = 0, & R &= r, \end{aligned} \quad (11)$$

其中 R 为压头接触区边界的径向半径, 通过计算确定.

为方便分析, 定义一长度参量

$$R_0 = \sqrt{P/(3-y)}, \quad (12)$$

式中 R_0 的物理意义为低硬化金属材料在扁平锥形压头作用下的接触区径向半径 (不考虑应变梯度影响). 材料硬度的定义及其与压头几何参数的关系为

$$H = \frac{P}{R^2} = 3-y \left(\frac{R_0}{R} \right)^2 = 3-y \left(\frac{R_0 \tan \theta}{h} \right)^2. \quad (13)$$

在以上所有关系式中, 可由 R_0 和 y 将所有长度参变量和应力分量归一化. 这样, 一般情况下硬度可表达为下列独立无量纲参量的函数形式:

$$\frac{H}{y} = f \left(\frac{E}{y}, N, \frac{L}{R_0} \right), \quad (14)$$

而压入半径和压入深度可由 (13) 式通过硬度值获得. (14) 式的解答形式将通过采用塑性应变梯度理论对压痕基本问题进行数值求解得到.

3 塑性应变梯度形变理论的有限元求解方法

对于考虑应变梯度效应的本构关系, 一般来说传统的有限元方法将失效, 需要采用将位移导数作为节点变量的特殊有限元方法^[13,15,16], 但对于以伸缩变形为主导的塑性应变梯度问题, 采用 9 节点的位移等参元可得到有效的结果^[13,16]. 压痕问题明显是以伸缩变形为主导, 因此, 本文将采用 9 节点的位移等参元进行分析, 同时采用 2×2 的 Gauss 点积分.

对于压痕这一空间轴对称问题, 考虑远场为弹性应力解, 可取压头的顶端为竖向位移的参考点 (0 点), 这样, 材料在远场应力作用下将向压头表面移动. 在顶端附近, 材料将首先与锥面接触. 接触区边界的径向半径为 R , 接触区位移约束条件见 (11) 式.

采用塑性形变理论进行求解, 求解步骤简述如下: 首先计算出弹性问题的解并以此解为初始解, 迭代求出高硬化指数情况的收敛解; 然后以高硬化指数情况的解为初始解, 依次迭代求出低硬化材料情况的收敛解. 例如, 求解 $N=0.1$ 情况的解答步骤为: 求出弹性解并将它作为首次初解, 迭代计算出 $N=0.3$ 的收敛解并以此解为初解迭代求出 $N=0.2$ 的收敛解, 再依此为基础迭代求出 $N=0.1$ 的解答.

如果以无限远处为竖向位移的参考点 (对应压痕变形的实际情况), 则竖向位移场将可由下式换算得到:

$$v(r, z) = u_z(r, z) - u_z, \quad (15)$$

其中 u_z 为无限远处的竖向位移。

本文采用的有限元网格形式如图 2 所示, 计算时采用的 9 节点单元数目为 1 280 个。

4 数值结果及分析

在以下的具体分析中, 主要结合常规金属材料的弱硬化特征, 取材料参数 $(E/\sigma_y, \lambda, N) = (300, 0.3, 0.1)$, 并考虑常用的扁平压头情况。首先对微压痕实验中的挤出现象和沉陷现象进行分析, 然后对硬度值随材料参数的变化关系 (见 (14) 式) 进行预测。通常的扁平棱锥形压头可通过有效面积等效为圆锥形压头进行处理, 等效角度 λ 约为 20 多度, 因此以下对 $\lambda = 30^\circ$ 的圆锥形压头情况进行详细分析。

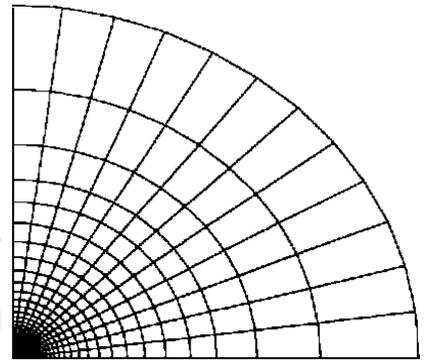


图 2 空间轴对称问题的有限元网格

图 3(a) 和 (b) 分别给出了接触面附近的径向位移和竖向位移分布。对比两种位移的变化情况可知, 在接触面内, 竖向位移远大于径向位移; 由图 3(b) 可知, 随着压头的压入, 材料在接触面外接近接触面外边界附近将被挤出 (pile-up 现象), 随着微尺度参量的增加, 这种挤出现象将逐渐减弱并过渡为沉陷现象 (sink-in 现象)。

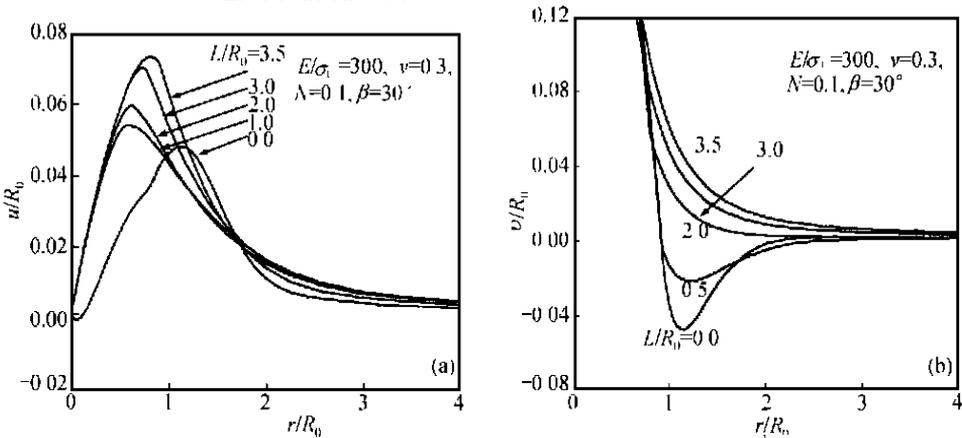


图 3 不同微尺度值的材料表面位移分布
(a) 径向位移分布; (b) 竖向位移分布

图 4 中给出了竖向位移随材料屈服应变 (γ/E) 的变化情况。由图 4 可知, 低屈服应变 (弹性变形范围较小) 的材料容易出现挤出现象, 随着屈服应变的增大, 压痕表面由发生挤出现象逐步过渡为沉陷现象。不考虑应变梯度效应时挤出与下沉的临界屈服应变值约为 $1/70$, 此值与文献 [9] 对理想塑性材料所得到的结果相近。

图 5 为硬度随压入深度以及材料的幂硬化指数之间的变化情况 (通过 (13) 式可将 R_0/L 换算为 h/L)。由图可知, 对于低硬化材料 (常规韧性金属材料), 随着压入深度与微尺度参数的比值减小到 $0.1 \sim 0.3$ 的范围时, 材料的尺度效应急剧增大; 而当该比值大于 0.6 时, 尺度效应则不太敏感。对于高硬化材料 (如 $N = 0.2$ 或 0.3), 尺度效应的敏感区相对较大。图中也给出了文献 [1]

从位错模型出发所获得的常规金属材料之硬度随压入深度的变化曲线. 由图 5 还可以看出, 随着压入深度的不断增大, 即当比值 h/L 大于 1 时, 硬度值将趋于 3 倍的屈服应力值, 该值为不考虑应变梯度效应时弱硬化材料在扁平压头作用下的硬度值^[17].

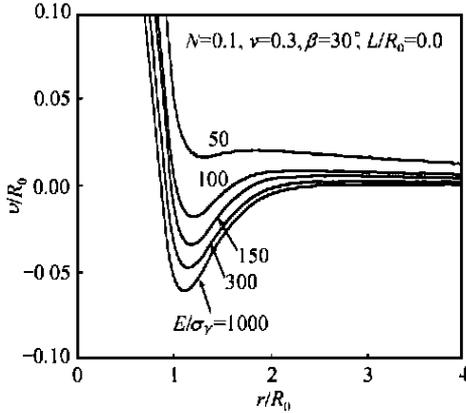


图 4 不同屈服应变材料的表面竖向位移分布

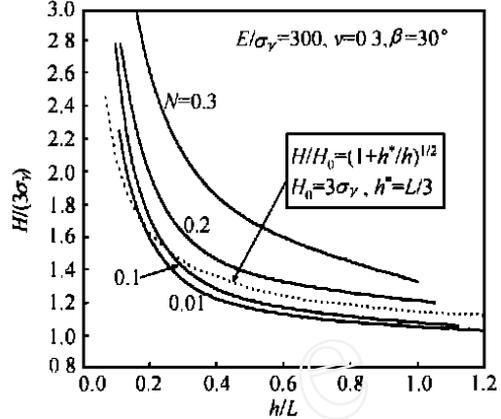


图 5 不同幂硬化材料的硬度随压入深度的变化曲线

图中虚线对应弱硬化材料的位错模型解^[1]

5 单晶铜和铝的压痕实验研究及微尺度参数预测

我们对单晶铜和单晶铝(均沿(110)面)进行了压痕实验研究. 实验是在清华大学磨擦学国家重点实验室和中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室共同完成的. 关于实验方案的构思: 以往的压痕实验结果(硬度曲线)是对材料表面某一点连续加压而得到的, 硬度与压入深度近似为一连续光滑曲线, 其缺点为该结果将对材料表面加载点的特征(缺陷或增强晶粒)较敏感. 所以本项研究采用随机选取加载点和压入不同深度的方式进行实验, 即一个加载点只对应一个硬度值和一个压入深度值. 如此将得到材料硬度与压入深度之间的带状数值域, 进而确定微尺度的变化范围.

图 6 为单晶铜试样的 3 种不同深度的压痕及其材料的表面形貌的扫描电子显微镜照片. 由该图可清楚看出压痕周围材料的挤出(pile-up)现象, 即压痕周界附近的亮区为材料被挤出的区域. 图 6(b)的挤出现象比较明显.



图 6 单晶铜的 3 种压痕及材料表面形貌的扫描电子显微镜照片

(a) $h = 0.66 \mu\text{m}$, (b) $h = 0.41 \mu\text{m}$, (c) $h = 0.22 \mu\text{m}$

图 7 中给出了单晶铜的硬度与压入深度的实验结果,同时也给出了对应图 5 的预测结果 ($N = 0.1$)。由图 7 可看出,微尺度值在 $0.5 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 范围,几乎包括了所有实验数据,预测结果较好地刻画了材料的尺度效应。

图 8 为单晶铝硬度与深度关系的实验结果及塑性应变梯度理论的模拟结果。可见,微尺度值在 $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 范围几乎囊括所有的实验数据。

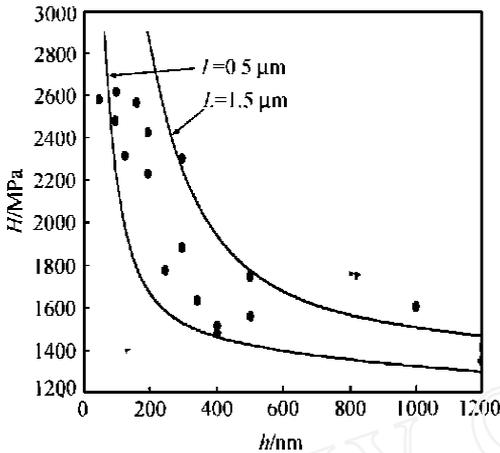


图 7 沿(110)面单晶铜硬度-深度关系
实心点示实验结果,实线示理论预测结果

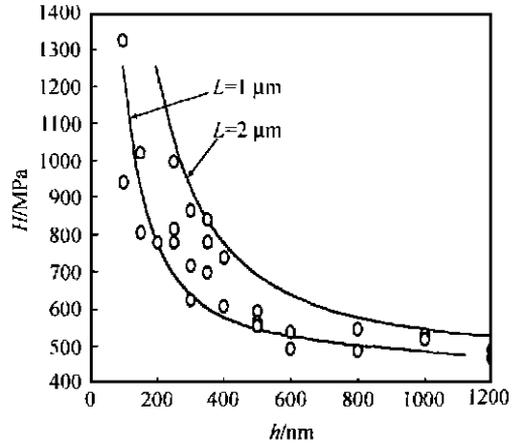


图 8 沿(110)面单晶铝硬度-深度关系
空心点示实验结果,实线示理论预测结果

为了进一步检验由塑性应变梯度理论预测压痕实验尺度效应的有效性,图 9 和 10 中分别给出了由该理论对 McElhanev 等人^[2]的单晶铜以及 Ma 和 Clarke^[7]的单晶银的实验结果的预测。从图中给出的结果同样可见,由塑性应变梯度理论可以有效地预测出材料在微压痕实验中所表现出的尺度效应。

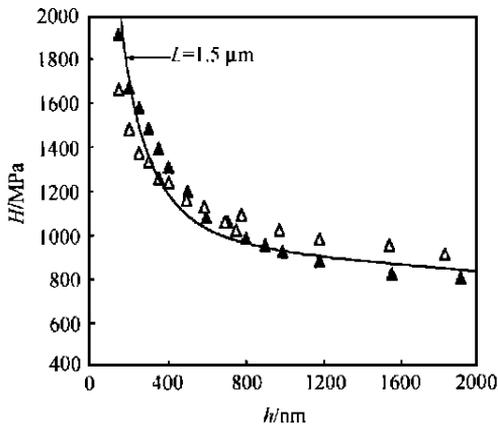


图 9 单晶铜(沿(111)面)及多晶铜(冷加工)硬度-深度关系
空心和实心三角示实验结果^[2],实线示本文的理论预测结果

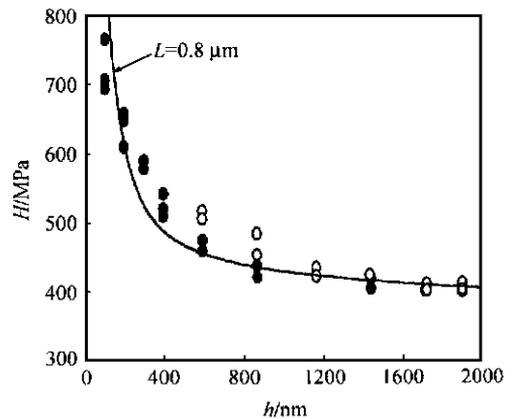


图 10 单晶银(分别沿(110)面和(100)面)硬度-深度关系
空心点和实心点示实验结果,实线示本文的理论预测结果

6 结论

本文采用塑性应变梯度理论对微压痕实验进行了详细的有限元数值模拟和预测,同时针对单晶铜和单晶铝材料进行了微压痕实验研究. 通过理论研究和实验研究,得出如下主要结论:

() 对于常规金属材料,由传统弹塑性理论预测出在压痕边界附近将发生强烈的挤出现象;而考虑应变梯度效应时挤出现象则较弱、或者不发生挤出而转为沉陷现象的发生;另外,挤出和沉陷现象还密切地依赖于材料的屈服应变值. 屈服应变较低的材料易发生挤出现象,而屈服应变较高的材料容易发生沉陷现象.

() 对于常规金属材料的压痕实验,尺度效应的敏感区为压入深度小于微尺度值,特别是当压入深度与微尺度值之比小于 $1/3$ 时,尺度效应十分敏感;当压入深度大于微尺度值时,尺度效应不太敏感,传统弹塑性理论可近似适用.

() 对于常规金属材料,塑性应变梯度理论中微尺度参量的取值范围大约在 $0.8 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 范围内.

参 考 文 献

- 1 Nix W D, Gao H. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids*, 1998, 46(3): 411 ~ 425
- 2 McElhane K W, Vlassak J J, Nix W D. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *J Mater Res*, 1998, 13(5): 1 300 ~ 1 306
- 3 Begley M, Hutchinson J W. The mechanics of size-dependent indentation. *J Mech Phys Solids*, 1998, 46: 1 029
- 4 Shu J Y, Fleck N A. The prediction of a size effect in micro-indentation. *Int J Solids Structures*, 1998, 35(13): 1 363 ~ 1 383
- 5 Poole W J, Ashby M F, Fleck N A. Micro-hardness tests on annealed and work-hardened copper polycrystals. *Scripta Metall Mater*, 1996, 34: 559 ~ 564
- 6 Atkinson M. Further analysis of the size effective in indentation hardness tests of some metals. *J Mater Res*, 1995, 10: 2 908 ~ 2 915
- 7 Ma Q, Clarke D R. Size dependent hardness of silver single crystals. *J Mater Res*, 1995, 10: 853 ~ 863
- 8 Stelmashenko N A, Walls M G, Brown L M, et al. Microindentation on W and Mo oriented single crystals: an STM study. *Acta Metall Mater*, 1993, 41: 2 855 ~ 2 865
- 9 Cheng Y T, Cheng C M. Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids. *Int J Solids Structures*, 1999, 36: 1 231 ~ 1 243
- 10 Fleck N A, Hutchinson J W. Strain gradient plasticity. In: Hutchinson J W, Wu T Y, eds. *Advances in Applied Mechanics*, 1997, 33: 295 ~ 361
- 11 Gao H, Huang Y, Nix W D, et al. Mechanism-based strain gradient plasticity — Theory. *J Mech Phys Solids*, 1999, 47: 1 239 ~ 1 263
- 12 Aifantis E C. On the microstructural origin of certain inelastic models. *Trans ASME J Eng Mater Tech*, 1984, 106: 326 ~ 330
- 13 Wei Y, Hutchinson J W. Steady-state crack growth and work of fracture for solids characterized by strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids*, 1997, 45(8): 1 253 ~ 1 273
- 14 Timoshenko S P, Goodier J N. *Theory of Elasticity*. 3rd ed. New York: McGraw-Hill, Inc., 1970. 401
- 15 Xia Z C, Hutchinson J W. Crack tip fields in strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids*, 1996, 44: 1 621 ~ 1 648
- 16 Chen J Y, Wei Y, Huang Y, et al. The crack tip fields in strain gradient plasticity: the asymptotic and numerical analyses. *Eng Fract Mech*, 1999, 64: 625 ~ 648
- 17 Shaw M C. In mechanical behavior of materials. In: McClintock F A, Argon A S, eds. *Reading: Addison-Wesley*, 1966. 443