

实验技术与方法

纳米压痕试验标准块均匀性的检验

王春亮¹, 王 滨¹, 沙 菲¹, 杨 力², 鄢国强², 马冲先², 巴发海²

(1. 上海科汇高新技术创业服务中心, 上海 200237; 2. 上海材料研究所, 上海 200437)

摘 要: 应用显微维氏硬度计和纳米压痕仪, 对高硬度钢样品 (GCr15) 和高纯度熔融石英分别进行了试验, 得到该钢样品的弹性模量值和硬度值分别为 238.140 GPa 和 9.468 GPa, 高纯度熔融石英样品的弹性模量值和硬度值分别为 71.386 GPa 和 9.502 GPa。按照标准块均匀性的统计检验方法对试验得到的数据进行了统计分析, 发现高纯度熔融石英样品的均匀性比高硬度钢样品的均匀性高。

关键词: 纳米压痕; 标准块; 均匀性

中图分类号: TB302

文献标识码: A

文章编号: 1001-4012(2006)12-0613-04

UNIFORMITY TESTING OF NANOINDENTATION TEST ON THE STANDARD BLOCK

WANG Chun-liang¹, WANG Bin¹, SHA Fei¹, YANG Li², YAN Guo-qiang², MA Chong-xian², BA Fa-hai²

(1. Shanghai Kehui High-tech Innovation Service Centre, Shanghai 200237, China;

2. Shanghai Research Institute of Materials, Shanghai 200437, China)

Abstract: Properties of high hardness steel (GCr15) and high purity fused silica were tested by micro-Vickers sclerometer and nanoindentation instrument. The result shown that modulus and hardness of the high hardness steel are respectively 238.140 GPa and 9.468 GPa. At the same time, modulus and hardness of the fused silicon are respectively 71.386 GPa and 9.502 GPa. Also the uniformity of these two types of sample was revealed. The uniformity of the high purity fused silica is better than that of the high hardness steel.

Key words: Nanoindentation; Standard block; Uniformity

纳米压痕试验 (nanoindentation) 是在传统的布氏和维氏硬度试验基础上发展起来的新的力学性能试验方法。它采用高分辨率仪器, 连续控制和记录样品上压头施加和卸除时的试验力和位移数据, 通过对这些数据进行分析可得出硬度和杨氏模量等材料的力学性能^[1,2]。为了保证纳米压痕试验结果的准确一致, 采用标准物质校验试验设备及监控试验过程是一种十分有效的办法, 因此, 有必要研制适合于纳米压痕试验用的标准物质, 笔者对两种标准块候选材料的均匀性进行了研究。

1 材料选择

按照 ISO 14577 - 3:2001《金属材料 仪器化压痕试验法测定金属材料的硬度和材料参数 第 3 部分: 标准块的校准》中的规定, 纳米压痕试验用的标准块应具备以下性能: 表面光滑, 各向同性, 材质均匀, 性能稳定。为此, 选择了高纯度的熔融石英和细晶低合金钢 (GCr15) 等作为标准硬度块的候选材料^[3], 它们的化学成分 (质量分数) 分别见表 1 和表 2。

为了获得微观上尽可能均匀一致的组织, 对 GCr15 钢进行了热处理, 其显微组织为隐晶马氏体 + 细针状马氏体 + 极少量残余奥氏体 + 弥散分布的颗粒状二次碳化物, 见图 1。

收稿日期: 2006-10-11

基金项目: 上海市科委纳米专项 (0452nm089)

作者简介: 王春亮 (1978 -), 男, 硕士研究生。

表 1 熔融石英样品的化学成分(ICP)

Tab. 1 Chemical composition of fused silica

$\times 10^{-4} \%$

材料	Al	Fe	Ca	Mg	Ti	Ni	Mn	Cu	Li	Na	K	Co	OH
熔融石英	5.30	0.01	14.70	0.58	0.2	0.01	0.01	0.01	0.01	0.30	0.50	0.03	1180

表 2 GCr15 钢的化学成分

Tab. 2 Chemical composition of GCr15 steel %

项目	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu
测定值	0.99	0.25	0.34	0.020	0.028	0.05	1.47	0.15

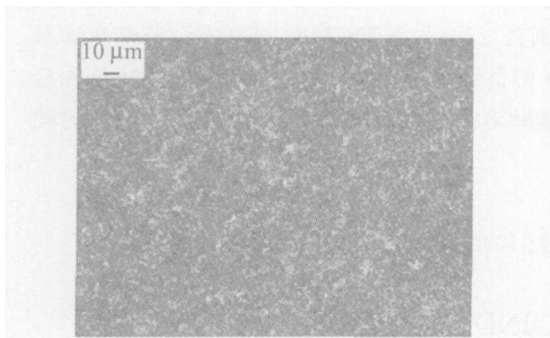


图 1 GCr15 钢的显微组织
Fig. 1 Microstructure of GCr15 steel

2 标准块均匀性的检验

材质均匀是对标准块的基本要求,对磨抛后的熔融石英和 GCr15 钢进行了均匀性检验。

2.1 均匀性的初检

由于 GCr15 钢在微观上并非为单一组织,在 FM-700 显微硬度计上选择 1.96N 试验力对 GCr15 钢进行了均匀性初检,随机分散测量 18 个点的显微硬度值(HV0.2)分别为 698,702,692,701,691,704,716,699,714,709,695,708,693,701,693,699,705 和 695;硬度平均值为 701;标准偏差为 7.398;变异系数为 1.06%。

2.2 表面均匀性检验

均匀性试验时选取熔融石英和 GCr15 钢各 5 个样品,每个样品上测量 30 个点,点与点的间距为 70 μ m。使用设备为美国 MTS 公司生产的 Nanoindenter XP,试验时压入深度为 2 000nm。采用变异系数和 F 检验两种方法评价两种材料表面均匀性。两种材料弹性模量和压痕硬度的试验和计算结果见表 3。另外,根据表 3 中的数据计算了 SiO₂ 和 GCr15 钢弹性模量的组内方差和 $S_{内}^2$ 值分别为 22.056和 4 138.963,总平均值 \bar{x} 分别为 71.38 和 238.139,平均值方差和 $S_{平}^2$ 值分别为 0.071 和

221.188,组间方差 $S_{间}^2$ 值分别为 0.284 和 884.751;组内方差和自由度均为 145,组间方差和自由度均为 4, F 值分别为 0.467 和 7.749, $F_{(0.05,4,145)}$ 的值为 2.37。 SiO_2 和 GCr15 钢压痕硬度的组内方差和 $S_{内}^2$ 值分别为 0.650 和 2.716,总平均值 \bar{x} 分别为 9.503 和 9.468,平均值方差和 $S_{平}^2$ 值分别为 0.002 和 0.038,组间方差 $S_{间}^2$ 值分别为 0.009 和 0.152,组内方差和自由度均为 145,组间方差和自由度均为 4, $F = (S_{间}^2/4) / (S_{内}^2/145)$ 的值分别为 0.475 和 2.034, $F_{(0.05,4,145)}$ 的值为 2.37。

2.3 深度均匀性检验

由于纳米压痕试验是连续控制和记录样品上压头施加和卸除时的试验力和位移数据,因此其标准块的材料性质应不依赖于压入深度,分别在 SiO₂ 和 GCr15 钢样品上测量 5 个不同深度的压痕模量和压痕硬度,结果见表 4。

由于 MTS 公司的 Nanoindenter XP 中的连续刚度测量法(Continuous Stiffness Measurements, CSM)组件在连续加载过程中能获得硬度和弹性模量作为压痕深度的连续函数,采用该方法测得的压痕模量和压痕硬度见图 2 至图 5,图中的 y 为弹性模量与深度位移之间的函数拟合曲线。

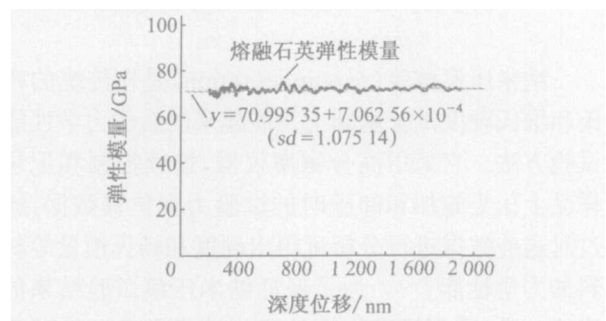


图 2 熔融石英弹性模量-深度位移关系

Fig. 2 The relation between modulus and displacement of SiO₂

3 结果分析

(1) 根据表 3 中的数据得到了 $S_{间}^2$ 和 $S_{内}^2$,而 $S_{间}^2/4$ 代表的是检测方法引入的固有随机误差和样品不均匀性引入的随机性系统误差之和的平均

表3 SiO₂ 和 GCr15 钢的弹性模量及其压痕硬度

Tab. 3 Modulus and Hardness of SiO₂ and GCr15 steel

GPa

测试点	SiO ₂ 和 GCr15 钢的弹性模性										SiO ₂ 和 GCr15 钢的压痕硬度									
	SiO ₂					GCr15 钢					SiO ₂					GCr15 钢				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
1	71.03	71.36	71.01	71.22	71.01	236.89	219.52	244.53	231.05	235.17	9.45	9.50	9.46	9.48	9.32	9.63	9.66	9.61	9.77	9.43
2	70.59	72.01	71.36	72.47	70.98	235.05	240.65	245.92	229.98	231.60	9.55	9.39	9.57	9.61	9.58	9.62	9.59	9.53	9.56	9.60
3	70.93	71.17	70.58	71.74	71.59	227.86	246.65	250.71	227.89	234.47	9.50	9.49	9.48	9.49	9.52	9.41	9.48	9.21	9.36	9.40
4	71.09	71.59	72.18	72.01	71.89	234.26	248.78	245.58	234.29	237.34	9.48	9.55	9.50	9.53	9.44	9.52	9.87	9.35	9.64	9.09
5	71.88	71.58	72.14	71.50	71.49	228.23	245.13	255.44	224.84	240.05	9.59	9.50	9.49	9.40	9.48	9.47	9.46	9.42	9.71	9.42
6	71.49	71.34	71.24	71.48	70.36	243.12	247.00	249.25	224.65	238.47	9.49	9.43	9.45	9.65	9.53	9.65	9.60	9.13	9.56	9.35
7	72.46	71.73	71.09	71.20	70.77	232.63	247.33	248.33	226.06	233.78	9.79	9.46	9.48	9.55	9.34	9.23	9.64	9.19	9.40	9.28
8	71.39	71.95	71.87	70.86	70.06	230.43	248.39	247.97	229.58	235.47	9.41	9.46	9.52	9.52	9.32	9.20	9.51	9.39	9.58	9.51
9	70.98	71.50	72.01	71.34	71.48	231.92	240.13	247.59	234.18	229.08	9.61	9.43	9.54	9.48	9.47	9.43	9.57	9.30	9.58	9.38
10	70.70	70.89	71.82	71.46	71.21	236.48	242.64	249.71	227.24	235.93	9.56	9.49	9.52	9.55	9.48	9.48	9.51	9.43	9.52	9.45
11	72.03	71.18	71.39	71.10	71.23	231.04	246.31	249.01	233.63	228.67	9.58	9.63	9.47	9.50	9.51	9.51	9.67	9.42	9.65	9.40
12	70.99	71.64	71.45	71.31	71.18	225.26	254.56	256.52	228.84	234.19	9.63	9.59	9.53	9.48	9.37	9.36	9.52	9.68	9.34	9.42
13	70.95	71.44	71.35	71.55	71.39	232.51	249.46	249.63	234.55	234.05	9.51	9.43	9.52	9.60	9.52	9.38	9.69	9.48	9.55	9.37
14	71.63	71.06	71.87	71.83	71.68	236.08	247.32	247.50	234.02	233.55	9.47	9.43	9.46	9.53	9.55	9.63	9.56	9.05	9.55	9.50
15	71.40	71.47	71.72	70.92	71.23	236.85	246.35	254.11	231.14	242.34	9.58	9.63	9.52	9.57	9.50	9.50	9.62	9.49	9.38	9.41
16	71.24	70.94	71.73	71.65	71.10	239.84	247.64	248.49	233.94	236.91	9.58	9.58	9.56	9.47	9.50	9.58	9.50	9.40	9.61	9.59
17	71.59	71.29	71.50	71.51	71.42	225.32	248.83	246.26	233.57	235.88	9.47	9.54	9.39	9.48	9.38	9.31	9.60	9.31	9.45	9.51
18	71.74	71.65	71.06	71.57	71.71	230.93	243.55	250.81	233.58	239.70	9.46	9.40	9.53	9.52	9.38	9.33	9.80	9.36	9.41	9.30
19	71.60	71.96	71.83	71.47	71.38	232.11	249.79	251.89	229.62	236.97	9.60	9.54	9.49	9.42	9.43	9.54	9.62	9.35	9.34	9.36
20	71.19	71.57	70.93	70.92	70.89	236.01	238.97	249.62	235.15	243.13	9.49	9.47	9.56	9.51	9.51	9.39	9.30	9.25	9.36	9.34
21	71.00	71.68	71.59	71.67	71.42	230.72	247.44	250.79	232.74	237.84	9.51	9.42	9.47	9.48	9.53	9.34	9.50	9.36	9.62	9.49
22	71.05	71.54	71.08	71.46	71.28	230.28	248.73	254.31	236.78	238.70	9.56	9.49	9.49	9.53	9.48	9.38	9.65	9.40	9.38	9.49
23	71.02	71.16	72.34	71.08	71.22	229.73	242.37	247.32	227.78	241.05	9.53	9.48	9.51	9.48	9.51	9.60	9.48	9.36	9.49	9.55
24	70.97	70.89	72.11	71.72	71.07	234.85	239.48	247.70	232.53	237.50	9.57	9.58	9.55	9.49	9.62	9.35	9.95	9.40	9.42	9.09
25	70.97	71.19	71.39	71.04	71.82	226.66	246.46	246.54	232.55	232.02	9.53	9.51	9.49	9.38	9.36	9.38	9.68	9.46	9.49	9.33
26	70.25	71.68	72.02	71.83	71.52	235.68	222.89	251.45	229.27	233.89	9.60	9.48	9.54	9.60	9.49	9.56	9.83	9.22	9.41	9.61
27	71.41	71.70	71.64	71.41	71.18	230.87	227.31	245.19	230.16	236.57	9.51	9.54	9.59	9.51	9.51	9.52	9.32	9.29	9.38	9.48
28	71.40	71.74	71.69	70.96	71.12	235.02	223.93	247.43	226.01	235.13	9.45	9.51	9.54	9.44	9.46	9.71	9.74	9.32	9.60	9.53
29	71.68	71.42	71.25	71.53	71.33	230.25	226.15	249.77	225.52	238.60	9.54	9.50	9.70	9.49	9.54	9.45	9.88	9.23	9.09	9.46
30	71.33	71.18	71.43	70.96	71.09	237.85	224.20	248.46	233.68	237.57	9.45	9.44	9.46	9.40	9.50	9.28	9.71	9.20	9.54	9.52
平均值 \bar{x}	71.26	71.45	71.56	71.42	71.24	232.82	241.60	249.26	230.83	236.19	9.53	9.50	9.51	9.50	9.47	9.46	9.62	9.35	9.49	9.42
标准偏差 s	0.4507	0.3085	0.4233	0.3655	0.3866	4.2085	9.6211	2.9852	3.4321	3.4286	0.0739	0.0648	0.0550	0.0624	0.0764	0.1306	0.1529	0.1354	0.1390	0.1248
变异系数 (%)	0.63	0.43	0.59	0.51	0.54	1.81	3.98	1.20	1.49	1.45	0.78	0.68	0.58	0.66	0.81	1.38	1.59	1.45	1.46	1.32
方差 s^2	5.89	2.76	5.20	3.87	4.33	513.63	2684.39	258.44	341.60	340.91	0.16	0.12	0.09	0.11	0.17	0.49	0.68	0.53	0.56	0.45

表4 SiO₂ 和 GCr15 的压痕硬度及弹性模量

Tab. 4 Hardness and modulus of

压入深度	SiO ₂ and GCr15 steel				GPa
	SiO ₂		GCr15 钢		
	/nm	弹性模量	压痕硬度	弹性模量	
505	71.31	9.35	256.79	9.31	
723	70.60	9.21	242.28	9.37	
1 030	70.50	9.12	245.58	9.00	
1 465	71.61	9.14	244.28	9.12	
2 070	71.80	9.19	246.41	9.02	
平均值 \bar{x}	71.16	9.20	247.07	9.16	
标准偏差 s	0.589	0.091	5.654	0.168	
变异系数 (%)	0.828	0.989	2.288	1.831	

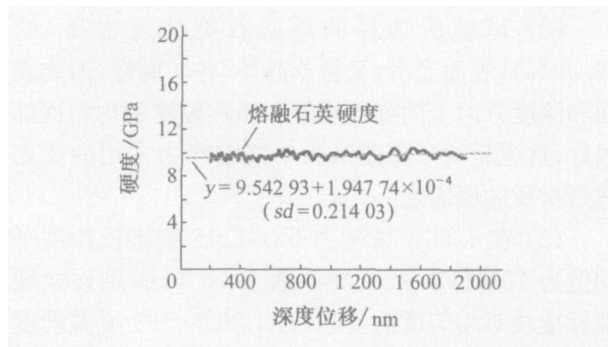


图3 熔融石英硬度-深度位移关系

Fig. 3 The relation between hardness and displacement of SiO₂

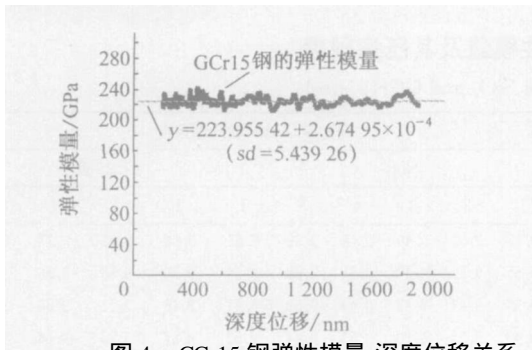


图4 GCr15 钢弹性模量-深度位移关系

Fig. 4 The relation between modulus and displacement of GCr15 steel

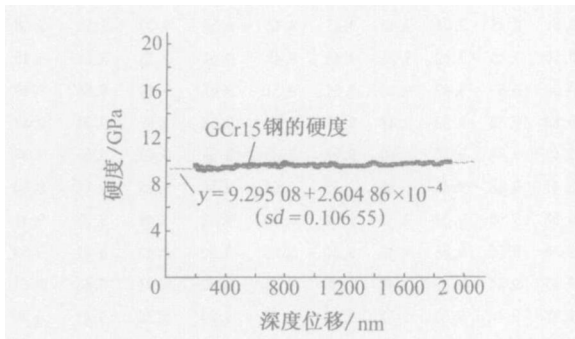


图5 GCr15 钢硬度-深度位移关系

Fig. 5 The relation between hardness and displacement of GCr15 steel

值; $S_{\text{内}}^2/145$ 代表的是检测方法引入的固有随机误差的平均值,由于不可能直接得到样品不均匀性引入的随机性系统误差,只能用 $F = (S_{\text{内}}^2/4)/(S_{\text{内}}^2/145)$ 来评价样品不均匀引入的随机性系统误差与检测方法固有的随机误差的相关性,当 $F < F_{(0.05, 4)}$ 时,说明当样品非均匀性影响的显著性为 5% 时,样品的非均匀性对检测结果的影响不显著,也就是说,在 95% 的置信区间内,样品检测值无明显差异,均匀性良好。

(2) 试验所选择的熔融石英纯度很高(约 99.99%),表面光滑,又是非晶体,各向同性,因此表面和深度方向上的弹性模量和压痕硬度的均匀性都很好,这也是纳米压痕试验中把它作为常用的优先选用材质的原因之一。

(3) 在 1.96N 试验力下, GCr15 钢维氏硬度平均值为 701HV0.2, 变异系数 1.06%, 满足显微硬度标准块对均匀度的要求(JJG 2025-89 显微硬度计量器具检定系统规定 700~800HV0.2 显微硬度标准块均匀度应 3.0%)。采用压痕硬度试验方法评价其硬度均匀性时,其表面和深度方向上的压痕

硬度均匀性比熔融石英差,但无论采用 F 检验方法,还是采用 ISO 14577-3:2001“金属材料 仪器化压痕试验法测定金属材料的硬度和材料参数第 3 部分:标准块的校准”中规定的变异系数方法,其都符合作为标准块的要求^[4]。

由于钢都是单相或多相的合金,采用减少夹杂物含量和细化组织的方法是保证其微观上均匀的重要措施,分析 GCr15 钢样,其含有硫化物类(级别 A1.0,即宽度 2~4 μm ,长度 127~261 μm)和球状氧化物类(级别 D0.5,即直径 3~8 μm)夹杂物,显微组织中马氏体针评为 1 级(尺寸 3 μm),由于显微维氏硬度试验通常采用的试验力为 0.245~9.807N,测得的维氏压痕对角线有效长度 >10 μm (一般使用 20 μm 以上),试样中的极细的马氏体组织、均匀弥散分布的二次碳化物和较少的夹杂物含量能满足该样品作为显微维氏硬度标准块的要求,但是在纳米压痕试验中,由于采用的试验力分辨率只有几到几十 nN(XP 组件)^[5],相对应的压痕长度在 0.1~10 μm ,因此,这些微米级别的夹杂物和相,将影响其测量值,从试验数据上看,弹性模量受到的影响比压痕硬度大。

4 结论

试验材料中高纯度熔融石英表面弹性模量和压痕硬度均匀性良好,并且其弹性模量和硬度不依赖于压入深度,是纳米压痕试验用标准硬度块的优选材料。

细晶 GCr15 钢在纳米压痕试验中作为硬度块的可选材料,要想提高该材料弹性模量的均匀性,还得在细化材料组织、提高材料纯度以及降低表面粗糙度 R_a 上努力。

参考文献:

- [1] 齐永岳,赵美蓉,林玉池. 纳米测量系统的研究现状与展望[J]. 仪器仪表学报, 2003, 24(4 增刊): 91-94.
- [2] 张泰华,杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[用]. 力学进展, 2002, 32(3): 349-364.
- [3] 安继儒主编. 中外常用金属材料手册[M]. 西安:陕西科学技术出版社, 1998. 1182.
- [4] ISO 14577-3:2002, Metallic Material- Instrumented indentation test for hardness and materials parameters- Part3: Calibration of reference blocks[S].
- [5] 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应[用]. 北京:机械工业出版社, 2004. 59.