

用纳米压痕仪测量 $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ 非晶合金的硬度和弹性模量

黎业生¹, 李洪¹, 马永红², 谢骏¹, 王家佳¹

(1. 江西理工大学, 江西 赣州 341000)

(2. 辽宁工学院, 辽宁 锦州 121001)

摘要: 用 Berkovich 和 Cube-Corner 压头分别测量了 $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ 非晶合金的硬度(H)和弹性模量(E)。结果发现, 该合金的 H 和 E 与压头形状及测量所用载荷无关, $H=(6.5\pm 0.2)$ GPa, $E=(114.4\pm 2.1)$ GPa; 相对于 Berkovich 压头, 用 Cube-Corner 压头得到的压痕周围观察到较多的剪切带。该合金没有硬度的尺寸效应, 变形也没有明显的加工硬化。用有限元(FE)计算得到该合金的屈服强度(σ)约为 1.8 GPa, 与压缩试验结果相符。

关键词: 纳米压痕仪; 硬度; 弹性模量; 非晶合金; 有限元

中图分类号: TG 146.1⁺.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)01-0147-04

非晶合金是重要的功能和结构材料。虽然该类型材料的强度大, 但许多非晶合金的韧性较差^[1~3]。材料的屈服强度不能通过拉伸的办法测量得到, 往往借助材料的硬度进行估算。材料的硬度约为屈服强度的 3 倍^[3], 即束缚因子 $C=H/\sigma=3$ 。过去的研究表明非晶合金的硬度与测量载荷无关^[4]。最近, Yang 等发现 Zr 基非晶的硬度随载荷的减小而显著增加(硬度的尺寸效应), 认为合金中的过剩自由体积是产生该现象的原因^[5]。硬度的尺寸效应(Indentation-Size Effect, 简称 ISE)经常在金属晶体材料的硬度试验中被观察到, 原因是在压痕周围存在由几何位错造成的应变梯度, 该现象被大量的试验和理论研究所证明^[6,7]。因此, 对于非晶合金是否存在 ISE 尚需要进一步研究。纳米压痕技术是测量材料硬度的重要手段^[8]。该技术通过测量压头压入材料过程中的载荷-位移($P-h$)曲线来计算材料的性能; 非晶合金某一微区的硬度、弹性模量等相关形变的宏观信息, 还可以通过非晶合金在纳米压痕形变过程中形成的剪切带的位置、尺寸、形状等微观形变特征来显示^[9]。硬度和弹性模量一般用 Berkovich 压头测试, 由 O&P 法计算得到^[8,10]。其公式为:

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (1)$$

式中, P 为载荷, A_c 为接触面积。

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

式中: E_r 为约化弹性模量, 接触刚度, S 为卸载曲线的斜率。

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_s^2}{E_s} \quad (3)$$

式中: E_i 、 ν_i 、 E_s 、 ν_s 分别为金刚石压头及材料的弹性模量和泊松比。

试验精度与所测试材料的形变行为关系密切。当压痕周围出现明显的凹陷或凸起(sink-in or pile-up)时, 由于用 O&P 法计算的接触面积并非压头和材料表面的真实接触面积, 所以会引入较大误差^[8]。为保证测试结果的精确, 需要配合压痕形貌的观测。

本研究采用 Berkovich 和 Cube-Corner 压头测量了铜基非晶的硬度和弹性模量。用有限元(FE)计算了 Berkovich 压头下的应力场, 并得到了该合金的屈服强度。

1 实验方法和 FE 计算

1.1 实验方法

$\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ 非晶合金用铜模浇铸的方法制备。样品表面经机械抛光处理, 表面粗糙度为 3.4 nm。

纳米压痕试验用 Naointenter XP 完成, 采用 Berkovich(等效半锥角 $\phi=70.3^\circ$)和 Cube-Corner($\phi=42.3^\circ$)压头分别进行测试。压头的面积函数通过测试

收稿日期: 2008-01-18

基金项目: 江西省自然科学基金(2007GZC0712)资助

作者简介: 黎业生, 男, 1966 年生, 硕士, 教授, 江西理工大学材料与化学工程学院, 江西 赣州 341000, 电话: 0797-8313334

标样(Fused silica)获得。计算过程中, $E_i=1140$ GPa, $\nu_i=0.07$, $\nu_s=0.3$ 。用 Cube-Corner 压头进行测试时^[10], 其公式为:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta\gamma} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (4)$$

式中, $\beta=1.06$ 和 γ 分别是与压头形状有关的系数。

$$\gamma = 1 + \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)\text{tg}\phi} \quad (5)$$

对于 Berkovich 压头, $\gamma \approx 1$; Cube-Corner 压头, $\gamma=1.13$ 。压痕的形貌用 SEM 进行观察。

1.2 FE 计算

压入试验的模拟计算用 ABAQS 完成。刚性的 Berkovich 压头用 $\phi=70.3^\circ$ 的圆锥代替。压头尖端的钝化半径 $R=160$ nm。由于轴对称, 二维样品尺寸设计为 $30 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$ 。样品采用 4 节点线性单元划分, 靠近接触区域的单元被细化, 最小尺寸为 50 nm。由于非晶材料的屈服强度对正压力敏感^[2,3], 选 Drucker 屈服准则做为材料的本构关系。为了对比, 同样采用 Mises 准则进行了计算(当摩擦角取零时, Drucker 准则即为 Mises 准则)。假设合金为理想塑性材料, 输入的主要参数: $\sigma=1.6, 1.8, 2$ GPa, $E=114$ GPa, 摩擦角和膨胀角均为 10° , 应力比为 1, 压头与样品间的摩擦系数 $f=0\sim 0.3$ 。

2 结果与讨论

2.1 硬度和弹性模量

图 1 为压痕的 SEM 照片。可以看出, 用 Berkovich 压头得到的压痕周围观察到较少剪切带, 而经 Cube-Corner 压头压入的压痕周围剪切带较多, 且呈明显的塑性流动特征。在 2 种压痕周围均有凸起, 但 Cube-Corner 压头造成的凸起略明显。在相同的载荷, Cube-Corner 压头压入材料的深度约为 Berkovich 压头压入深度的 3 倍。因此, 由该压头排出材料的体积较 Berkovich 压头大, 在压痕周围形成的凸起明显。由 SEM 形貌得到的 Berkovich 和 Cube-Corner 两压头与材料表面的真实接触面积分别较由 O&P 法得到的接触面积分别增加约 7%和 11%。用校对后的真实接触面积, 应用公式(1)~(5)计算得到铜基非晶的硬度和弹性模量如图 2 所示。可见, 该非晶材料的硬度和弹性模量与测量所用的载荷(或压入深度)无关。由 2 种压头得到的硬度和弹性模量一致, 分别为 (6.5 ± 0.2) GPa、 (114.4 ± 2.1) GPa。

本研究未发现 $\text{Cu}_{53}\text{Zr}_{40}\text{Ti}_7$ 合金有硬度的尺寸效应, 与过去的试验结果吻合。由于 2 种压头测试的硬度分别代表不同名义应变(Berkovich 为 3.3%,

Cube-Corner 为 12.6%)下的平均应力^[11,12], 说明该材料的变形没有明显的加工硬化。对于非晶材料, 其塑性变形局域, 通过形成剪切带完成。由于 Cube-Corner 压头产生相对较大的塑性应变, 所以其压痕周围形成了较多剪切带。过去研究结果表明, 压头形状对单晶体弹性模量的测量有影响, 这是由于在压头的回撤过程中, 来自多个方向的弹性恢复均对测试的弹性模量有贡献。而压头形状对非晶材料弹性模量的测量没有影响是因为非晶材料的弹性是各向同的。

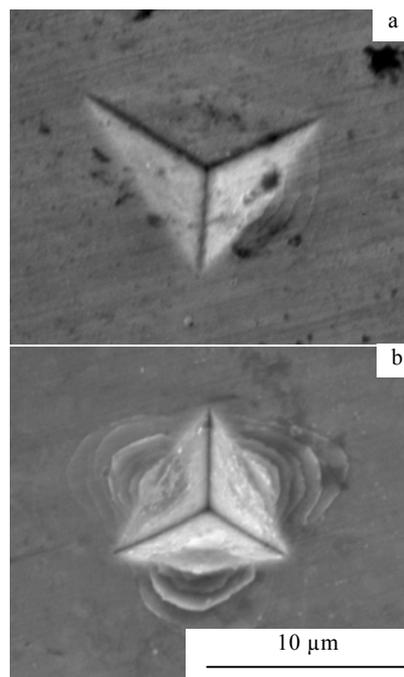


图 1 压痕的 SEM 形貌

Fig.1 SEM images of indents made with (a) Berkovich indenter at 400 mN and (b) cube-corner indenter at 300 mN

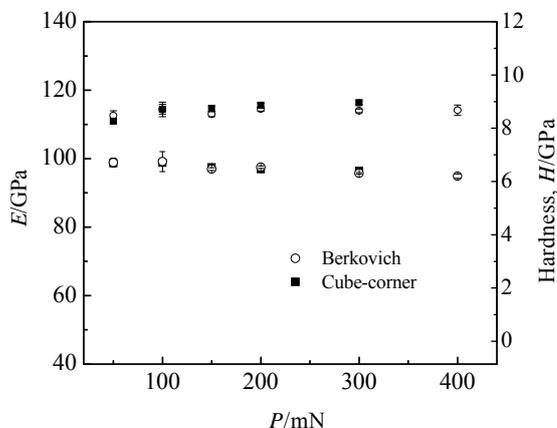


图 2 不同载荷下铜基非晶合金的硬度和弹性模量

Fig.2 Hardness and elastic modulus of $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ alloy at different loads

2.2 屈服强度

FE 模拟结果显示, 对于 Berkovich 压头磨擦系数的变化不影响计算结果。图 3 给出试验测量和 FE 计算得到的 $P-h$ 曲线。当 $\sigma=1.8$ GPa, 用 Drucker 模型计算的加载曲线与试验结果吻合。变化 σ 值, 计算的加载曲线则偏离测试结果。压入同样深度($\sigma=1.8$ GPa), 使用 Mises 模型较使用 Drucker 模型所需的载荷小 3%, 用 Drucker 模型计算得到的应力相对较大(图 4)。

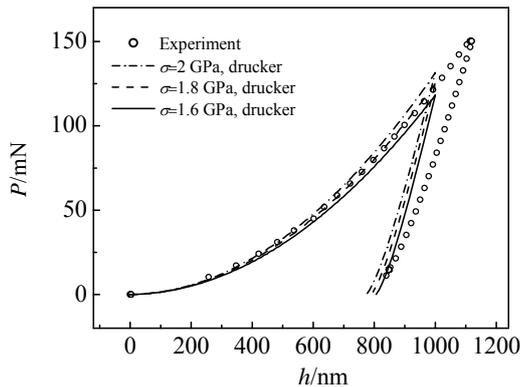


图 3 试验测量和 FE 计算得到的 $P-h$ 曲线

Fig.3 The measured and FE calculated $P-h$ curves

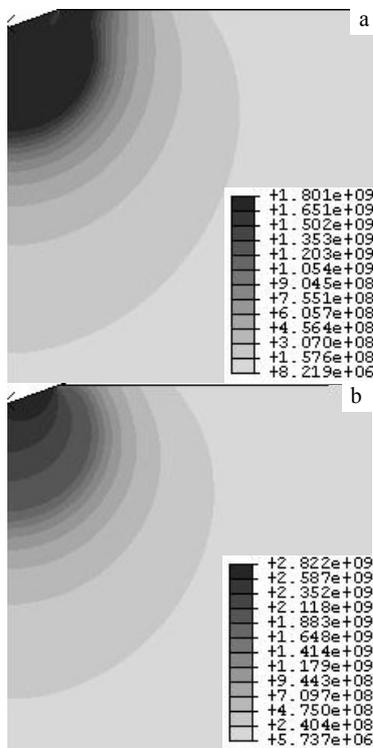


图 4 采用 Mises 和 Drucker 模型计算得到的应力轮廓图

Fig.4 The stress contours from FE calculations with (a) Mises and (b) Drucker yield criterion

计算结果表明, 该材料的 σ 接近 1.8 GPa, 与压缩试验测得 $\sigma=1.9$ GPa 相吻合。Dao 等^[12]发现加载曲线的常数 $k (P = kh^2)$ 与材料性能有关, 可用来计算 σ 。利用 Berkovich 和 Cube-Corner 压头测定铜基非晶的 k 分别为 (120 ± 4) GPa, (17.8 ± 0.8) GPa。利用文献中的公式 A1、A4^[12], 得到的 σ 分别为 2.4、2.6 GPa, 较 FE 计算结果约大 40%。该差异是文献中的计算采用 Mises 模型的结果。利用实验及计算结果 $H=6.5$ GPa 和 $\sigma=1.8$ GPa, $\text{Cu}_{53}\text{Zr}_{40}\text{Ti}_7$ 合金的 $C=3.6$, 与文献[3]吻合。

3 结论

压头形状对 $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ 非晶合金的微观变形有影响, 对比 Berkovich 压头, 经 Cube-Corner 压头压入的压痕周围剪切带较多; 但压头形状不影响 H 和 E 的测量结果。该合金没有硬度的尺寸效应, 材料的变形没有明显的加工硬化。有限元(FE)计算得到该合金的屈服强度(σ)约为 1.8 GPa, 与宏观试验结果吻合。

参考文献 References

- [1] Spaepen F. *Acta Metall*[J], 1977, 25(4): 407
- [2] Wright W J, Saha R, Nix W D. *Mater Trans JIM*[J], 2001, 42(4): 642
- [3] Schuh C A, Nieh T G. *J Mater Res*[J], 2004, 19(1): 46
- [4] Jana S, Ramamurty U, Chattopadhyay K. *Mater Sci Eng A*[J], 2004, (375~377): 1191
- [5] Yang F Q, Geng K B, Liaw P K. *Acta Mater*[J], 2007, 55: 321
- [6] Durst K, Backes B, Göken M. Edited by Baker S P, Cook R F, Corcoran Sg *et al. Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology*[M]. Warrendale: Mat. Res. Soc. Symp. Proc, 2005: R11.4.1
- [7] Nix WD, Gao H. *J Mech Phys Solids*[J], 1998, 46(3): 411
- [8] Oliver W C, Pharr G M. *J Mater Res*[J], 1992, 7(6): 1564
- [9] Yang Fei(杨 飞), Deng Yufu(邓玉福), Yang Jianlin(杨建林) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(4): 579
- [10] Hay J C, Pharr G M. Edited by Moody N R, Gerberich W W, Burnham N *et al. Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology*[M]. Warrendale: Mat. Res. Soc. Symp. Proc, 1998: 39
- [11] Bucaille J L, Stauss S, Felder E *et al. Acta Mater*[J], 2003, 51(6): 1663
- [12] Dao M, Chollacoop N, Van Vliet K J *et al. Acta Mater*[J], 2001, 49(19): 3899

Measurements of Hardness and Elastic Modulus by Nanoindenter for $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ Amorphous Alloy

Li Yesheng¹, Li Hong¹, Ma Yonghong², Xie Jun¹, Wang Jiajia¹

(1. Jiangxi University of Science and Technology, Ganzhou 341000, China)

(2. Liaoning Institute of Technology, Jinzhou 121001, China)

Abstract: Nanoindentation tests have been performed for $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{43}\text{Ti}_7$ bulk metallic glass with a Berkovich indenter and a cube-corner indenter, respectively. It is found that the measured hardness (H) of (6.5 ± 0.2) GPa and the elastic modulus (E) of (114.4 ± 2.1) GPa are independent of the indenter tip shape and the applied indentation loads used in the tests. Many shear bands were observed around the impressions by the cube-corner indenter if compared to with the Berkovich indenter for the alloy without the indentation-size effect (ISE) and strain hardening during the indentation tests. The yield strength (σ) of the alloy is about 1.8 GPa by finite element (FE) calculation, good agreement with the experimental results.

Key words: nanoindenter; hardness; elastic modulus; amorphous alloy; finite element

Biography: Li Yesheng, Master, Professor, School of Materials and Chemical Engineering, Jiangxi University of Science and Technology, Ganzhou 341000, P. R. China, Tel: 0086-797-8313334, E-mail: nfyliyesheng@tom.com