

# 纳米压痕中针尖效应的分析

张天林, 陈宇航, 黄文浩, 王翔

(中国科学技术大学精密机械与精密仪器系, 安徽合肥 230027)

**摘要:**采用有限元方法模拟了纳米压痕中不同曲率半径针尖的压头压入不同材料的加、卸载过程, 并对计算结果与实验进行了对比以验证模拟的可靠性. 理论分析给出了一个硬度关于压头曲率半径和压入深度的半经验公式. 结果显示, 相同材料的硬度计算值随着压头针尖曲率半径的增大而增大; 另外对于同一针尖曲率半径而言, 材料硬度值随着压痕深度的减小而增大, 并且随着曲率半径的增大, 尺寸效应越明显. 理论分析与有限元计算结果吻合得较好. 分析表明, 由于尖端曲率半径的增大而导致过低估计压头与材料的接触面积是产生针尖尺寸效应的主要原因. 进一步分析显示, 理论推导中对于尖端曲率半径较大( $R > 60$  nm)的压头, 在压入深度较浅时( $h \leq 60$  nm)将其等效为理想压头相对粗糙, 其硬度计算结果存在一定的高估.

**关键词:**有限元模拟; 纳米压痕; 尺寸效应; 针尖效应

**中图分类号:** TH87      **文献标识码:** A

## Analysis of tip effects in nanoindentation

ZHANG Tian-lin, CHEN Yu-hang, HUANG Wen-hao, WANG Xiang

(Department of Precision Machinery and Precision Instrumentation, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China)

**Abstract:** Finite element method (FEM) was used to explore the nanoindentation process of several materials under Berkovich indenter. The simulated nanoindentation results with different tip radii were compared with experiments. A semi-empirical relation which depicts hardness with tip radius and indentation depth was derived by theoretical analysis. Results show that the measured hardness with blunt indenter increases with the tip radius and decreases with the depth of indentation. As the tip radius increases, the variation on indentation size effect becomes much more prominent. The results by theoretical analysis and FEM simulation are in good agreement. The analyzed results indicate that the tip effect in nanoindentation is caused mainly by the underestimation of the contact area as the tip radius increases. Further results show that it is inaccurate to treat the nonideal tips as the ideal tips in theoretical analysis when the tip radius is large ( $R > 60$  nm) and the indentation depth is shallow ( $h \leq 60$  nm) simultaneously, and that the hardness values tend to be overestimated.

**Key words:** finite element simulation; nanoindentation; size effect; tip effect

## 0 引言

近几十年来,纳米压痕技术作为一种简洁而高效的评价材料力学性能的手段在微纳机电系统及表面科学等领域中得到迅猛发展并成为研究热点. 纳米压痕技术最早由 Oliver 等<sup>[1]</sup>提出,并经过一系列的发展,目前该技术已进入仪器商品化阶段并被相关领域中各研究机构广泛采用. 通过测量加、卸载过程的载荷-位移曲线可以得到材料的弹性模量、硬度等一系列力学性能参数,这为探索微纳器件及材料表面完整的力学特性提供了可能.

从力学角度来看,压痕过程是一个包含了几何大变形、材料非线性和接触状态的复杂过程,特别是位于压头下方不同位置的材料经历了不同的过程、处于不同的应力状态,往往是材料的弹性与塑性性能耦合在一起. 所有这些非线性的状态使得利用解析的方式解决压痕问题异常困难,而数值模拟在类似问题中凸现优势,通过数值模拟的方法不仅可以完全再现压痕过程,而且可以补充和完善真实仪器难以或不能实现的研究.

近年来,利用数值计算特别是有限元方法来研究纳米压痕过程发展迅速. 这方面的相关文献主要分为两大类. 一类是基于有限元理论开发的专用软件如 NIKE2D、FEAP、HANI 等<sup>[2~4]</sup>,另一类是采用商业有限元软件如 ABAQUS 和 ANSYS 等<sup>[5~12]</sup>对纳米压痕问题进行研究. 例如 Bouzakis 等<sup>[7]</sup>用有限元模拟的方法研究了材料的本构关系,并进一步评估了试件表面粗糙度和针尖几何形状对得到的本构关系的影响. Yu 等<sup>[9]</sup>采用非线性回归方法结合有限元分析获得压头针尖的曲率半径大小,并在此基础上进一步得到硅基底上金膜的屈服强度. 李敏、张泰华等<sup>[8,12]</sup>针对实际使用的压头并不具备旋转对称性以及实际使用的材料很难具有均匀性等特点,采用三维有限元模型模拟分析了纳米压痕过程中针尖曲率半径对硬度测量结果的影响.

本文通过理论分析和有限元模拟相结合的方法进一步分析讨论了压痕过程中针尖曲率半径的变化对材料硬度测量结果的影响.

## 1 有限元模型

纳米压痕仪器通常采用 Berkovich 三棱锥压头,在非理想情况下,压头针尖为顶端带有一定曲率半径的球冠形状. 锥形压头压入材料的过程是一个

典型的轴对称问题,采用 ANSYS 通用有限元分析软件模拟. 考虑到计算的等效性与效率<sup>[6]</sup>,整个过程只在二维状态下模拟. 有限元模型如图 1 所示,由于对称性只对整体模型的右半部分进行了模拟分析, $Y$  为对称轴,且当圆锥的半锥角  $\theta$  为  $70.3^\circ$  时,圆锥的截面积与实际情况最接近,模型中采用 4 节点面单元 PLANE182. 边界条件为:对称中心轴上所有节点只能沿  $Y$  方向发生位移即  $U_X=0$ ,被压试件底面所有节点只能沿  $X$  方向发生位移即  $U_Y=0$ .

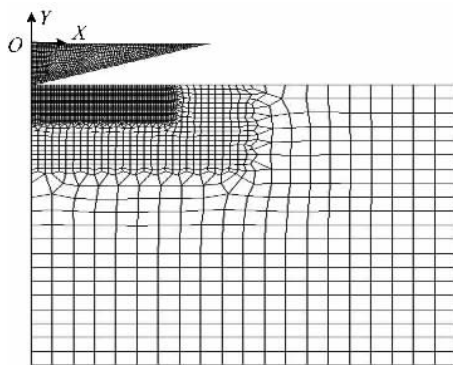


图 1 有限元网格划分图

Fig. 1 The sketch of FEM mesh

纳米压痕仪中通常采用金刚石压头,其弹性模量为  $1\ 140\ \text{GPa}$ ,泊松比为  $0.07$ . 被测材料假设为 Von Mises 屈服且各向同性强化弹塑性材料,材料特性以应力-应变关系输入. 计算中用双线性强化描述,其材料特性参数如图 2 所示. 图中  $E$  为弹性模量, $Y$  为屈服应力, $H$  为切向硬化模量. 表 1 中给出了本文模拟计算所采用的几种不同材料的参数值,表中  $\nu$  为泊松比,其余参数与图 2 对应. 计算中没有考虑压头与试件表面接触的摩擦影响以及试件外侧边界的约束问题,这是由于二者对计算结果的影响并不明显<sup>[8]</sup>.

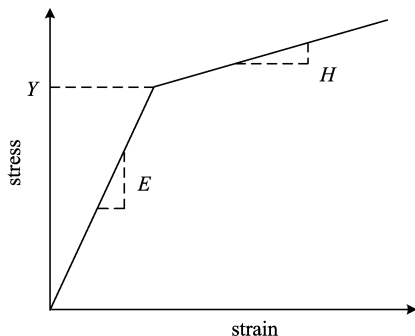


图 2 材料参数说明图

Fig. 2 The sketch of material parameters

表1 有限元模拟材料的力学性能

Tab. 1 Mechanical properties of materials used in the finite element simulation

material	$E/\text{GPa}$	$\nu$	$Y/\text{GPa}$	$H/\text{GPa}$
Al	75	0.25	0.5	1.55
$\text{Al}_2\text{O}_3$	120	0.25	2	4.77
Si	170	0.24	4	8.48

计算过程为非线性静力加、卸载过程,考虑几何大变形. 载荷方式为力加载方式.

## 2 计算结果及讨论

### 2.1 计算结果的验证

为了验证模拟计算的可靠性,本文对三种模拟采用的材料均进行了纳米压痕对比实验,结果如图3所示. 从图中可以看出,计算与实验吻合得较为理想.

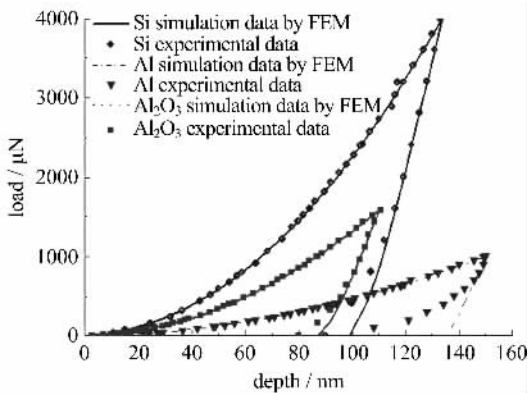


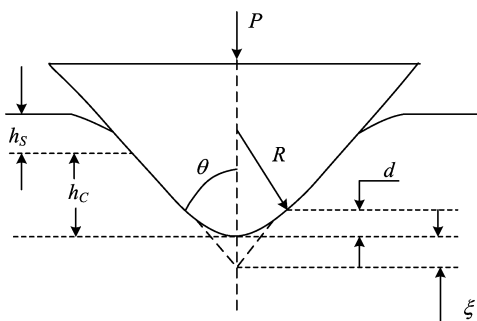
图3 压痕实验和模拟的结果比较

Fig. 3 Comparisons between calculation and test results

### 2.2 压头顶端曲率半径对测量结果的影响

#### 2.2.1 理论分析

图4为顶端曲率半径 $R \neq 0$ 的压头压入试件材料的示意图,尽管实验和模拟均采用的是正三棱锥 Berkovich 压头,但使用圆锥压头的剖面示意图显得

图4 尖端曲率半径为 $R$ 的压头示意图Fig. 4 The sketch of indenter with  $R \neq 0$ 

简便、清晰且不影响对问题的描述.

如图4所示,压痕深度由两部分组成

$$h = h_s + h_c \quad (1)$$

纳米压痕硬度定义为

$$H = \frac{P}{A_C} \quad (2)$$

其中,投影面积

$$A_C = \frac{2}{\pi} (\pi - 2) (h_c + \xi)^2 \quad (3)$$

式中, $\xi = \frac{1 - \sin \theta}{\sin \theta} \cdot R$ , 令  $C_1 = \frac{2}{\pi} (\pi - 2)$ ,  $C_2 = \frac{1 - \sin \theta}{\sin \theta}$ . 这里  $C_1, C_2, R$  均为与压头形状有关的参数.

由式(2),(3)可以得到

$$h_c + \xi = \sqrt{\frac{P}{HC_1}}$$

即

$$h_c = \sqrt{\frac{P}{HC_1}} - \xi \quad (4)$$

由 Oliver, Pharr<sup>[1]</sup>的结论可知

$$h_s = \epsilon \frac{P}{S} \quad (5)$$

其中, $\epsilon$ 也是与压头形状有关的常数;卸载刚度 $S$ 由郑哲敏<sup>[13]</sup>在 Sneddon 的基础上推广到弹塑性场得到

$$S = 2 \sqrt{\frac{A_C}{\pi}} E_r \quad (6)$$

把式(6)代入式(5)可以得到

$$h_s = \frac{\epsilon P \sqrt{\pi}}{2E_r \sqrt{A_C}} = \frac{\epsilon \sqrt{\pi H}}{2E_r} \sqrt{P} \quad (7)$$

将式(4),(7)代入式(1)可得

$$h = h_s + h_c = \frac{\epsilon \sqrt{\pi H}}{2E_r} \sqrt{P} + \frac{1}{\sqrt{HC_1}} \sqrt{P} - \xi \quad (8)$$

即

$$P = \left[ \frac{\epsilon \sqrt{\pi H}}{2E_r} + \frac{1}{\sqrt{HC_1}} \right]^{-2} (h + \xi)^2 = E_r \left[ \epsilon \sqrt{\frac{\pi}{4}} \sqrt{\frac{H}{E_r}} + \frac{1}{\sqrt{C_1}} \sqrt{\frac{E_r}{H}} \right]^{-2} (h + \xi)^2$$

定性地来说,如果压痕投影面积仅与压痕深度有关,即  $A_C \propto h^2$ , 则硬度测量值  $H_m$  为

$$H_m = \left( 1 + \frac{\xi}{h} \right)^2 f(E_r, H, \epsilon) = \left( 1 + C_2 \frac{R}{h} \right)^2 \cdot f(E_r, H, \epsilon) \quad (9)$$

当  $R=0$  时,令  $H_0=f(E_r, H, \epsilon)$ ,又有

$$\eta = \frac{H_m - H_0}{H_0} = \frac{2C_2R}{h} + \frac{C_2^2R^2}{h^2} \quad (10)$$

如果材料的弹性模量  $E_r$ 、硬度  $H$  与压头几何形状参数  $\epsilon$  均为常数,则理想压头(即  $R=0$ )得到的材料的硬度测量值  $H_0$  为常数;而从式(9)可以看出,在非理想状态下(即  $R>0$ )的压头得到的材料硬度测量值随压痕深度  $h$  的减小而升高,且在同一压痕深度下硬度测量值随压头曲率半径  $R$  的增大而增大。

以目前商用的标准 Berkovich 压头为例,其压头标称顶端曲率半径约为 50 nm,取  $R=50$  nm,根据式(10)定义无量纲参数  $\eta$  表示非理想状态下与理想状态下压头测量值的相对偏差,则可以得到  $\eta$  随压痕深度的变化,如图 5 所示。

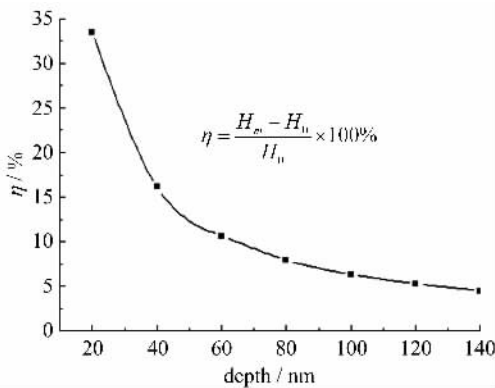


图 5  $\eta$  随压痕深度的变化曲线( $R=50$  nm)

Fig. 5 Factor  $\eta$  as a function of indentation depth

### 2.2.2 有限元分析

利用顶端曲率半径  $R=0, 20, 40, 60, 80, 100$  nm 6 个有限元模型分别对铝、氧化铝和硅材料进行压痕过程模拟分析,其结果所显示的规律一致,为描述简洁这里只给出硅材料的载荷-位移曲线(图 6)与

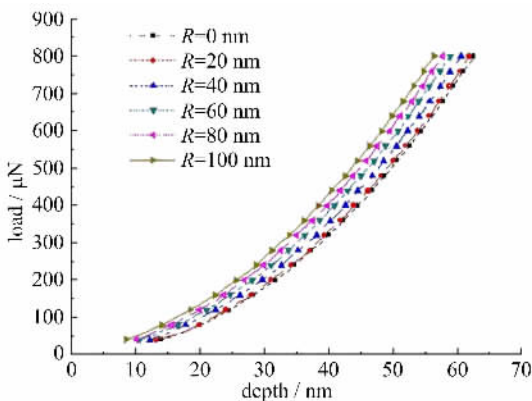


图 6 硅的载荷-位移曲线

Fig. 6 The load-depth curve of silicon

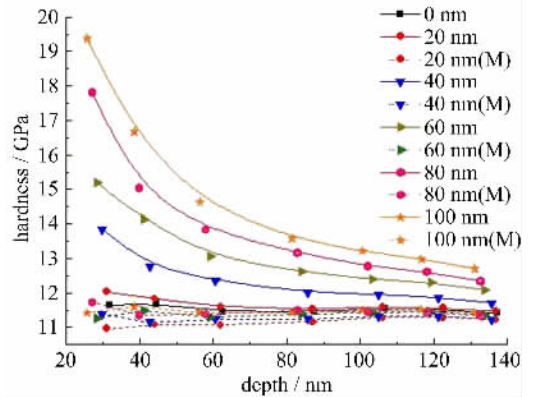


图 7 硅的硬度-位移曲线

Fig. 7 The hardness-depth curve of silicon

硬度-位移曲线(图 7)。

从图 6 中可以看出,同一载荷下通过不同曲率半径的模型计算得到的压痕深度有着明显的不同,随着曲率半径的减小压痕深度逐步增加;为了得到相同的压痕深度,对于曲率半径越大的压头所需要的载荷也逐步增大。因此,材料硬度的测量值也逐步偏大(图 7),同时对于理想压头( $R=0$ )而言,通过计算得到的硬度值在一定的计算误差范围内并不随压痕深度的变化而变化,这个结果与文献[8, 14]结论一致。但对于非理想压头( $R \neq 0$ )而言,硬度的计算值明显高于理想压头模型计算得到的结果,同时随着压痕深度的减小这种差别越来越大,而且这种尺寸效应随着曲率半径的增大而越发明显,这与理论分析结果一致(图 8)。为了考虑曲率半径  $R$  的影响,图 7 中还给出了在考虑  $R$  变化的情况下对接触面积进行修正(即  $A_c = C_1(h_c + \xi)^2$ )后的硬度计算结果,为图中虚线对应的数据点。经修正后硬度的计算值与理想压头得到的计算结果非常接近,这表明对

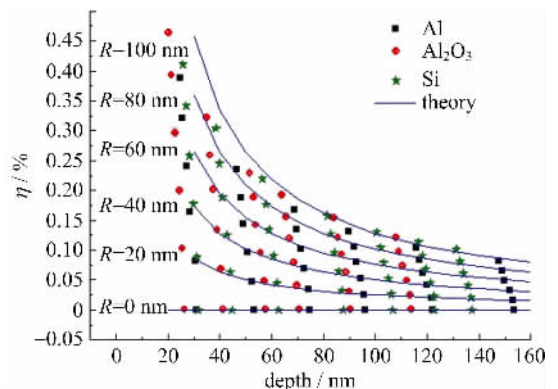


图 8 不同压头半径下  $\eta$  随压痕深度的变化

Fig. 8  $\eta$  changed with the indentation depth with different tip radius

于非理想压头而言,由于曲率半径的存在导致对接触面积的低估是引起硬度测量结果偏高的主要原因.虽然现在的纳米压痕仪器都具备一定的压头形状标定功能,但对于较小的压入深度这种误差还是较大的<sup>[15]</sup>,因此对于小压入深度下测量结果偏高的现象应该有足够的认识和理解.

图 8 中给出了不同曲率半径的压头与理想压头测量值的相对偏差随压痕深度的变化.图中离散的点为有限元计算结果,曲线为理论分析结果.从图中不仅可以明显看出前述针尖曲率半径变化带来测量结果变化的尺寸效应,而且还可以看到对于曲率半径较小的压头( $R < 60 \text{ nm}$ )模拟计算与理论分析的结果完全吻合,而对于较大半径的压头( $R > 60 \text{ nm}$ )在压入深度较小( $h < 60 \text{ nm}$ )时理论分析的结果略高于模拟计算的结果,而只有在压入深度较大( $h > 60 \text{ nm}$ )时二者吻合得较好.分析这种较大曲率半径

压头在较浅的压入深度下两种计算结果产生的差异,不难发现,前面理论推导基于这样的一个等效假设,即非理想状态下带有一定曲率半径( $R > 0$ )的压头可等效为理想压头( $R = 0$ ).实际上,这种等效假设在压入深度较小时并不精确,因为两种压头在压入深度较小时被压材料的应变场分布存在着一定的差异,从材料学的角度来看,微观结构的差异必然导致宏观力学性能的变化.并且,随着压头尖端曲率半径的增大这种应变分布的差异会越来越明显;但对于同一压头,随着压入深度的增加,这种差异会逐渐减小.

图 9 给出了两种针尖( $R = 0, 100 \text{ nm}$ )在相同载荷( $200 \mu\text{N}$ )作用下硅材料应变场分布.从图中可以看出,两种应变分布在靠近压头附近都存在应变集中现象,但有着明显的差异,理想压头( $R = 0$ )的应变集中程度比非理想压头( $R = 100 \text{ nm}$ )要高.

图 10 给出了不同曲率半径针尖作用下在不同

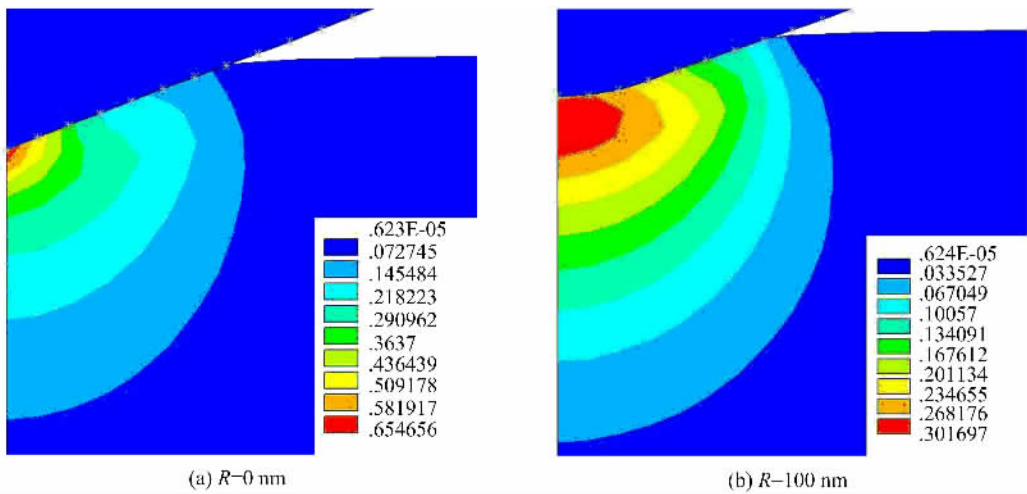


图 9 硅膜上两种针尖在  $200 \mu\text{N}$  作用下的应变场分布

Fig. 9 Deformation strain distribution under two different tips with the same load  $200 \mu\text{N}$  in silicon film

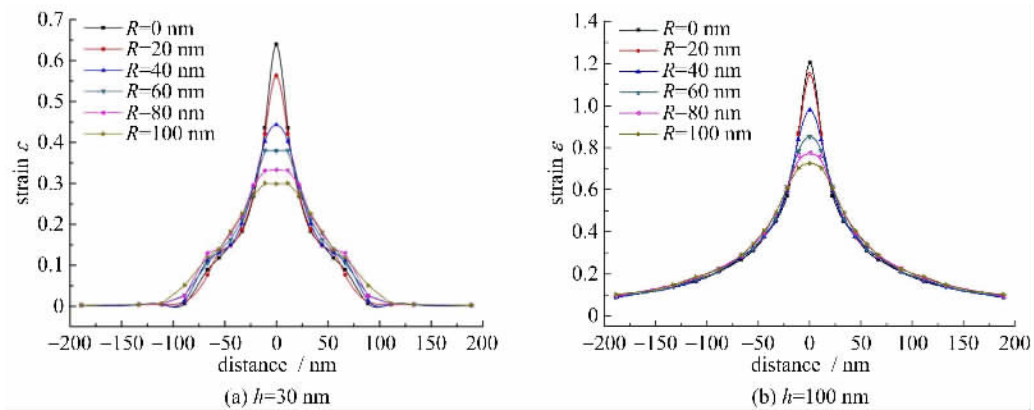


图 10 不同曲率半径针尖作用下硅膜接触表面沿径向的应变分布

Fig. 10 Deformation strain distribution along contact radius under different tips in silicon film surface

压入深度处被测材料沿接触表面的应变场分布,图 10(a)为 30 nm 处的应变分布,图 10(b)为 100 nm 处的应变分布. 对比图 10(a)和(b)可以发现,对于曲率半径较大的压头( $R \geq 60$  nm),在较浅的压入深度下,应变分布在峰值处有一明显台阶,这表明压头下方材料内出现最大应变均匀分布区域,如图 10(a)所示,而这一台阶现象对于曲率半径较小的压头或曲率半径较大的压头在压入深度较深时并不出现. 这种微观变形的不同体现在宏观硬度值上必然存在着差异,这与图 8 给出的结果一致. 这表明,理论推导中对于曲率半径较大的非理想状态压头,在压入深度较浅时将其等效为理想压头这一处理方式相对比较粗糙,其硬度计算结果还存在一定的高估.

### 3 结论

利用有限元数值模拟的方法再现了纳米压痕过程,分析了针尖曲率半径的变化对纳米压入测量硬度结果的影响,同时理论分析给出了一个硬度关于压头曲率半径和压入深度的半经验公式. 分析表明,引起这种非理想状态压头( $R > 0$ )的针尖效应的主要因素是由于曲率半径的存在导致对压痕接触面积的低估. 另外,理论推导中对于曲率半径较大的非理想状态压头,在压入深度较浅时将其等效为理想压头( $R = 0$ )处理得较为粗糙,其硬度计算结果存在一定的高估.

#### 参考文献(References)

- [1] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. *J Mater Res*, 1992, 7(6):1 564-1 583.
- [2] Laursen T A, Simo J C. A study of the mechanics of microindentation using finite elements[J]. *J Mater Res*, 1992, 7(3):618-626.
- [3] Bolshakov A, Oliver W C, Pharr G M. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II: Finite element simulations[J]. *J Mater Res*, 1996, 11(3):760-768.
- [4] Bouzakis K D, Michailidis N. Indenter surface area and hardness determination by means of a FEM-supported simulation of nanoindentation[J]. *Thin solid films*, 2006, 494:155-160.
- [5] Lu C J, Bogy D B. The effect of tip radius on nano-indentation hardness tests[J]. *Int J Solids Structures*, 1995, 32(12):1 759-1 770.
- [6] Lichinchi M, Lenardi C, Haupt J, et al. Simulation of Berkovich nanoindentation experiments on thin films using finite element method[J]. *Thin Solid Films*, 1998, 312:240-248.
- [7] Bouzakis K D, Michailidis N, Hadjiyiannis S, et al. The effect of specimen roughness and indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress-strain laws by nanoindentation [J]. *Materials Characterization*, 2003, 49:149-156.
- [8] Li Min, Liang Nai-gang, Zhang Tai-hua. 3D finite element simulation of the nanoindentation process[J]. *Acta mechanica sinica*, 2003, 35(3):257-264. 李敏,梁乃刚,张泰华. 纳米压痕过程的三维有限元数值实验研究[J]. *力学学报*, 2003, 35(3):257-264.
- [9] Yu N, Polycarpou A A, Conry T F. Tip-radius effect in finite element modeling of sub-50nm shallow nanoindentation[J]. *Thin solid films*, 2004, 450: 295-303.
- [10] Qu S, Huang Y, Nix W D, et al. Indenter tip radius effect on the Nix-Gao relation in micro- and nanoindentation hardness experiments [J]. *J Mater Res*, 2004, 19(11):3 423-3 434.
- [11] Jeong S M, Lee H L. Finite element analysis of the tip deformation effect on nanoindentation hardness [J]. *Thin Solid Films*, 2005, 492:173-179.
- [12] Chen W M, Li M, Zhang T H, et al. Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007, 445-446:323-327.
- [13] Cheng C M, Cheng Y T. On the initial unloading slope in indentation of elastic-plastic solids by an indenter with an axisymmetric smooth profile[J]. *Appl Phys Lett*, 1997, 71(18):2 623-2 625.
- [14] Bhattachary A K, Nix W D. Finite element simulation of indentation experiments [J]. *Int J of Solids and Structure*, 1988, 24(9):881-891.
- [15] Herrmann K, Hasche K, Pohlenz F, et al. Characterization of the geometry of indenters used for the micro- and nanoindentation method [J]. *Measurement*, 2001, 29:201-207.