

## 黏弹性材料纳米压痕测试及接触形貌的影响

洪磊<sup>1</sup>, 苏亚辉<sup>1</sup>, 田洁<sup>2</sup>, 黄文浩<sup>3</sup>

(1. 安徽大学电气工程与自动化学院, 安徽合肥 230039;

2. 中国科学技术大学工程与材料科学实验中心, 安徽合肥 230026;

3. 中国科学技术大学精密机械与精密仪器系, 安徽合肥 230026)

**摘要:**利用纳米硬度计测量聚氯乙烯(PVC)的力学性能,用有限元软件仿真了实测过程,比对实验和仿真数据,得出有限元法研究黏弹性材料纳米压痕实验的可行性结论.据此针对不同尖端曲率半径的圆锥形压头,模拟纳米压痕测量过程,结果显示:在黏弹性材料纳米压痕实验中硬度测量值随压入深度的增加而减小,随尖端曲率半径的增加而增大.最后引入压头表征尺寸概念,针对表征尺寸与表面粗糙度参数在同一数量级以及表征尺寸远小于表面粗糙度参数这两种情况分别进行仿真,结果表明:接触零点在峰顶或谷底时的硬度测量值会相应地偏小或偏大,并且硬度测量值的偏差随纹波间距和轮廓最大高度的增加而增大.

**关键词:**黏弹性;纳米压痕;有限元;尖端曲率半径;粗糙度

**中图分类号:**TH87 **文献标识码:**A **doi:**10.3969/j.issn.0253-2778.2011.05.009

### Nano-indentation test of visco-elastic materials and the influence of contact geometry on indentation

HONG Lei<sup>1</sup>, SU Yahui<sup>1</sup>, TIAN Jie<sup>2</sup>, HUANG Wenhao<sup>3</sup>

(1. College of Electrical Engineering and Automation, AHU, Hefei 230039, China;

2. Materials Science and Engineering Testing Center, USTC, Hefei 230026, China;

3. Precision Machinery and Precision Instrument Department, USTC, Hefei 230026, China)

**Abstract:** Instrumented nano-indentation was performed on polyvinyl chloride (PVC) material and finite element method (FEM) calculation was used to simulate the nano-indentation experiment. The data of the FEM calculation and nano-indentation experiment were compared. It was concluded that the method of using FEM to simulate experiments of nano-indentation into visco-elastic materials is feasible. Four 2D axisymmetric FEM modules of conical-indenters with different tip radii were built to interact with PVC. The simulation results show that the measured hardness increases with the tip radius and decreases with the depth of indentation in nano-indentation of visco-elastic materials. Indenter dimension index was employed to help establish two FEM modules classified by the difference between the indenter dimension index and surface roughness. The simulation results indicate that the measured hardness is under or over the proper value when the point of surface contact is at its maximum or minimum and that the deviation of

收稿日期:2011-01-05;修回日期:2011-05-03

基金项目:国家自然科学基金(50275140,50335050),安徽大学人才队伍建设经费资助.

作者简介:洪磊,男,1988年生,硕士生.研究方向:微机电系统. E-mail: hongmaolei@yahoo.cn

通讯作者:苏亚辉,副教授. E-mail: suyahui2008@yeah.net

hardness increases with that of roughness as well as the distance between the ripples.

**Key words:** visco-elasticity; nano-indentation; finite element method; tip radius; roughness

## 0 引言

纳米压痕技术是一种先进的材料表面力学性能测试技术,广泛应用于材料微小区域力学性能检测<sup>[1]</sup>.利用数值模拟方法研究纳米压痕实验中的影响因素已经成为一个研究热点,特别是在涉及针尖缺陷和表面粗糙度等的研究中,突显出数值模拟方法的优势<sup>[2-5]</sup>.

目前,研究主要集中在弹性材料上,对于具有时间相关性的黏弹性材料的研究并不多.线弹性材料在进行压痕实验时,杨氏模量、体积模量和泊松比等参数是常数,不受压痕实验进程的影响;而黏弹性材料的力学参数受到时间、温度和应力等外界因素的影响明显,特别是在卸载的初始阶段,所以对纳米压痕技术测量黏弹性材料力学性能的研究显得非常必要.2000年,Cheng等<sup>[6]</sup>基于O&P方法推导出在圆柱形压头作用下线性黏弹性形变的数值解析方法;2005年, VanLandingham等<sup>[7]</sup>利用纳米硬度准静态测量法研究了两种聚合物(methyl methacrylate和PDMS)的蠕变柔量和应力松弛模量;2003~2007年,Huang和Lu等<sup>[8-9]</sup>提出了基于Berkovich压头和球形压头模型测量黏弹性聚合物蠕变柔量的方法,并利用有限元软件ABAQUS研究了杨氏模量、泊松比等在黏弹性材料进行纳米压痕测试时的影响.2009年,Lin等<sup>[10]</sup>结合纳米压痕技术和有限元法研究了在生物领域具有广泛应用前景的聚二甲基硅氧烷(PDMS)的力学特性.

上述这些研究主要集中在测量方法的改进、参数和时间相关性的研究以及典型黏弹性材料的力学测量上,对于不依赖时间的表面接触形貌等影响因素的研究尚未涉及,本文就压头表面形貌及试样表面粗糙度对实验结果的影响进行了较为深入的研究.

本文内容主要包括:在聚合物PVC材料表面进行了纳米压痕实验;利用有限元软件ANSYS模拟压痕实验过程,验证了有限元仿真研究黏弹性材料压痕实验方法的可行性;在此基础上利用有限元技术分析了压头尖端曲率半径 $R$ 对实验的影响;最后引入压头表征尺寸概念,据此对粗糙度分类,将粗糙

度的影响归纳为纹波间距 $D$ 和轮廓最大高度 $R_y$ 两个因素,进而系统研究了粗糙度对纳米压痕硬度测量的影响,为黏弹性材料的纳米压痕实验提供一定的指导.

## 1 纳米压痕实验及其仿真

### 1.1 纳米压痕实验

实验仪器选用美国Hysitron公司生产的TriboIndenter,最大载荷为30 mN,载荷分辨率1 nN,最大压入深度20  $\mu\text{m}$ ,位移分辨率0.04 nm;选择尖端曲率 $R=50$  nm、半顶角为 $70.3^\circ$ 的conical压头<sup>[11]</sup>;采用力加载方式,按照线性加载(5 s)—卸载(5 s)方式进行,最大载荷为500  $\mu\text{N}$ ,并预置4个不同压痕,其余采用默认设置;实验样品为具有黏弹性的聚合物PVC材料,在实验前用酒精溶剂擦洗样品表面去除污渍;选择表面较光滑区域进行实验.

图1是实验得到的4组加卸载—位移曲线,四条曲线几乎重合.在加载阶段,深度随载荷线性增加,当载荷达到最大值500  $\mu\text{N}$ 时压头并未达到最大深度,出现聚合物的负斜率现象;在卸载的初始阶段,尽管载荷是在减少的,但由于聚合物的蠕变、应力松弛等特性影响,压头却依然向试样内部压入;当载荷进一步减小,并且减小的程度超过了蠕变、应力松弛所带来的影响时,压入深度会随着载荷的减小逐渐减小,最终压头拔出样品.卸载载荷—位移曲线顶端的负斜率并不影响实验结果,TriboIndenter系

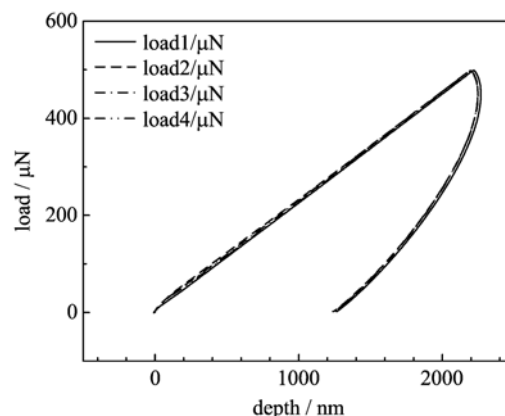


图1 载荷—位移曲线

Fig. 1 Load—depth curves

统会自动将其舍弃并得到顶端正斜率,即接触刚度  $S$ ,从而计算弹性模量和硬度值。

4 组实验测得 PVC 材料的相关数据如表 1 所示,最大压入深度均超过  $2 \mu\text{m}$ ,试样厚度约为  $2\ 000 \mu\text{m}$ ,压入深度符合“1/10 准则”,可以排除样品表面粗糙度、尺寸效应以及基底效应等的影响,实验数据完全有效.其中弹性模量和宏观情况下测得的弹性模量 ( $80 \pm 5$ ) MPa 已经非常吻合,最大误差仅为 8.07%。

表 1 4 组纳米压痕实验数据

Tab. 1 Parameters of the nanoindentation experiments

file	$P_{\max}/\mu\text{N}$	$A/\text{nm}^2$	$h_{\max}/\text{nm}$	$E_r/\text{MPa}$	$H/\text{MPa}$
1	498.560	85 271 837.61	2 268.53	77.33	5.847
2	498.561	83 322 123.51	2 247.18	78.136	5.984
3	498.569	83 457 531.34	2 246.26	78.577	5.974
4	498.600	83 709 600.79	2 249.16	78.508	5.956

## 1.2 有限元仿真

仿真采用有限元软件 ANSYS10.0,压头尖端曲率半径  $R=50 \text{ nm}$ ,半顶角为  $70.3^\circ$ ,选用 2D 的 4 节点 PLANE44 号单元和 2D 的 8 节点 VISCO88 号单元分别作为金刚石压头和黏弹性材料,设置为轴对称.压头弹性模量为  $1\ 140 \text{ GPa}$ ,泊松比为 0.07,试样泊松比取 0.38,体积模量  $K$  初始值取  $0.78 \text{ GPa}$ ,最终值取  $0.025 \text{ GPa}$ ,剪切模量  $G$  初始值取  $0.65 \text{ GPa}$ ,最终值取  $0.045 \text{ GPa}$ <sup>[12]</sup>.整个压痕实验过程属于轴对称,考虑到计算效率,选择 2D 轴对称模型进行数值模拟<sup>[13]</sup>.在网络划分时,为了兼顾计算速度和精确度,对压头和试样接触区域的网格进行细化,对离接触区域较远的网络可以适当划粗.接触单元选择 PLANE169 和 PLANE172 号单元,图 2 给出了接触部分有限元模型示意图。

图 2 中,在  $Y$  向对称轴的所有节点上施加位移边界条件  $U_x=0$ ,在试样底端施加位移边界条件  $U_y=0$ ;加载方式选择强制位移加载,将压头压入试样  $2.2 \mu\text{m}$  的深度,并拔出样品.运算过程选择非线性静力加载,考虑几何大形变结果,最大载荷步为 10 000,最少为 100,可自动调节载荷子步,进行运算。

## 1.3 结果分析

图 3 是数值模拟的位移矢量和示意图,从图中可以看出,黏弹性材料进行压痕实验后并不会出现类似于弹塑性材料的堆起现象 (pile-up),相反,

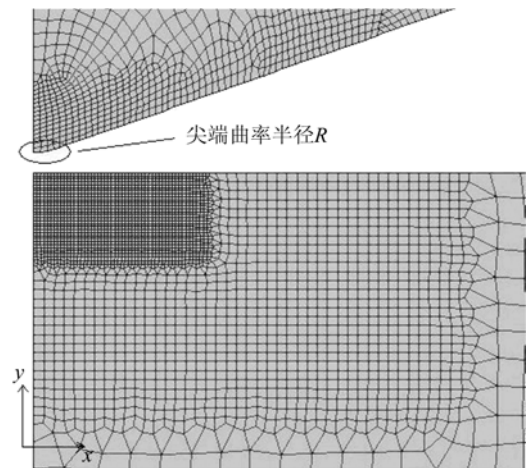


图 2 有限元模型示意图

Fig. 2 Sketch map of the FEM module

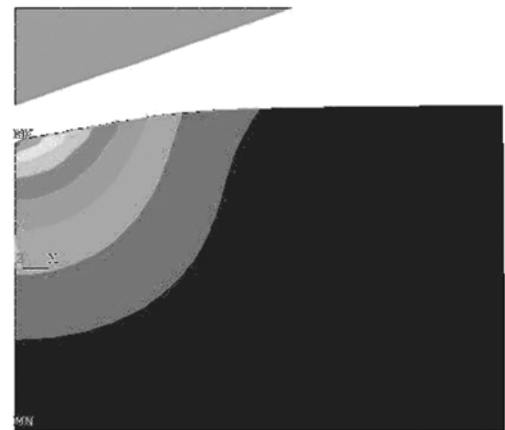


图 3 位移矢量和示意图

Fig. 3 Sketch map of displacement vector sum

由于蠕变、应力松弛等黏弹特性的影响,在压入区域周围出现了沉降现象 (sink-in);形变发生的区域近似圆,越靠近压头顶端部分形变量越大;压头拔出试件后,试件由于塑性变形产生不可恢复的形变。

由仿真得到的数据绘制加卸载—位移曲线如图 4 所示,与实验曲线相比存在着以下异同:①在加载阶段,当载荷线性增加到最大值  $500 \mu\text{N}$  时,位移并未达到最大值,而后随着载荷的减少,由于蠕变、应力松弛的影响,压头继续深入样品内部,出现了聚合物的负斜率现象,这和实验结果是一致的;②从数据来看,仿真最大载荷  $P_{\max 1}=500.011\ 6 \mu\text{N}$ ,实验为  $P_{\max 2}=498.912\ 7 \mu\text{N}$ , $\Delta P=1.098\ 9 \mu\text{N}$ ,误差  $\eta=2.202\ 6\%$ ,仿真最大压入深度  $h_{\max 1}=2\ 204.240\ 0 \text{ nm}$ ,实验值为  $h_{\max 2}=2\ 268.134\ 2 \text{ nm}$ ,得到  $\Delta h=$

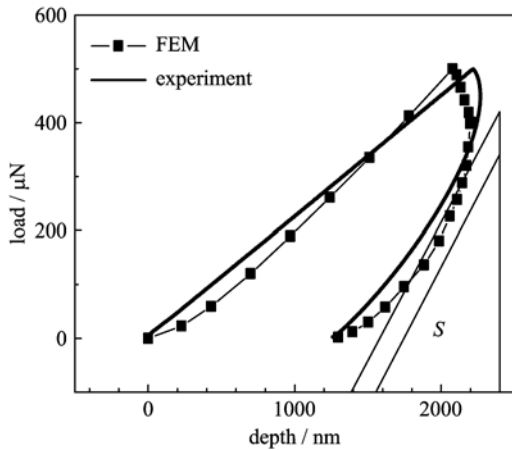


图 4 压痕实验和仿真的载荷一位移曲线  
Fig. 4 Load-depth curves of the nanoindentation experiment and FEM simulation

67.894 2 nm, 误差  $\eta = 3.081 6\%$ , 误差值均小于 5%, 数值模拟过程较好重现了实验过程; ③图 4 中, 在一定误差范围内, 加卸载一位移曲线重合得较好, 在实验中系统会自动舍弃曲线的负斜率部分并得到正的斜率 S, 可以看出实验曲线和仿真曲线得到的 S 几乎一致, 使得数值模拟结果与实验结果很好地吻合。

实验测得 PVC 材料的 4 组硬度值分别为 5.847 MPa, 5.984 MPa, 5.974 MPa 和 5.956 MPa, 4 组数据没有较大的偏差, 可认为都是有效值, 那么硬度的平均值为  $H_{EXP} = 5.940 25$  MPa. 仿真的最大压入深度为 2 204.24 nm, 计算得到硬度值为  $H_{FEM} = 6.058$  MPa, 误差  $\eta = 1.982\%$ , 硬度值非常接近实验值。

实验证明: 利用有限元软件研究纳米压痕法测量黏弹性材料的力学特性是可行的。

## 2 针尖效应的分析

在纳米压痕测量中, 工艺条件的限制和实验的磨损使得压头顶端具有一定的曲率半径, 如图 5 所示. 在压入深度较大时, 尖端曲率半径对测量结果影响不大, 但在压入深度较小时, 甚至接触部分仅为顶端的球冠状时, 影响较大. 此时压痕面积的标定方式已经不能用圆锥形压痕面积很好地表示, 使得硬度测量结果往往偏大<sup>[11]</sup>.

有限元数值模拟采用 2D 轴对称模型, 单元类型分别选择 SOLID44 号和具有黏弹性的 VISCO88 号单元, 试样表面视为光滑、平坦的面, 压头选用

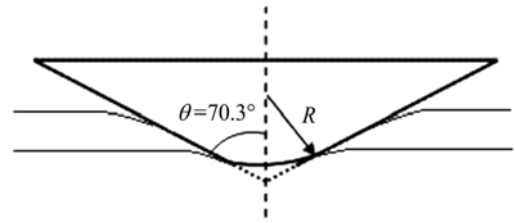


图 5 圆锥形压头剖面图

Fig. 5 Sectional map of the Conical indenter

Conical 压头, 半顶角为  $70.3^\circ$ , 设定相应实验参数并仿真。

图 6 中 4 条曲线分别是当 R 为 0, 60, 240 和 960 nm 时数值计算得到的硬度归一化曲线 ( $\eta = H/H_0$ ), 4 条  $\eta$  曲线均随着深度 (depth) 的增加而减小. 在几十至几百纳米的深度时,  $\eta$  随深度的增加急剧减小, 此时曲线离散性很强; 当深度达到微米时,  $\eta$  随深度变化的速率明显减缓, 曲线重合度由低逐渐变高, 4 条曲线均逼近  $\eta = 1$ .

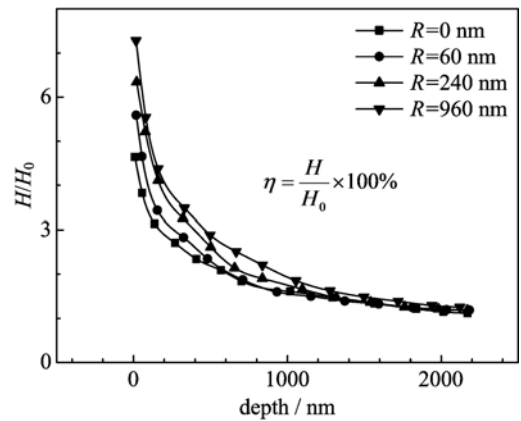


图 6 不同 R 得到的硬度归一化曲线

Fig. 6  $\eta$ -Depth curves of different R values

根据对  $\eta$ -depth 曲线的分析, 可知: ①压入深度在几十纳米时, 针尖效应明显, 使得硬度实验值 H 达到了固有值  $H_0$  的数倍, 而随着压入深度的增大, 压头尖端曲率半径的影响逐渐减弱, H 逼近于  $H_0$ ; ②对于同一压入深度, R 越大, 对应的  $\eta$  也越大, 即硬度值随着 R 的增大而增大, 但随着深度进一步增加, 硬度值趋于一致。

从以上分析可以看出: 当压入深度较小时, 压头尖端曲率半径 R 对硬度测量结果有较大的影响, 且会随着 R 的增大变得更显著; 当压入深度较大时, 压头尖端曲率半径 R 对硬度测量结果影响很微弱, 可以忽略。

### 3 表面粗糙度的影响

纳米硬度计的压头与试样表面的接触面积一般只有平方微米甚至平方纳米等级,所以试样表面形貌的平坦与否会直接影响到测量的结果<sup>[2]</sup>. 在摩擦理论里,用纹波间距  $D$  和轮廓最大高度  $R_y$  来表征材料表面质量<sup>[14]</sup>,在纳米压痕理论里,用压头底端半径常数  $\mu$  来表征压头的尺寸. 如图 7 所示: ①当  $\mu \ll D, R_y$  时,可将试样表面抽象为具有  $\theta$  角的斜坡模型(图 7(a)); ②当  $\mu \approx D, R_y$  时,试样表面为具有一定粗糙度的面(图 7(b)); ③当  $\mu \gg D, R_y$  时,试样表面近似为平坦的光滑面,影响可忽略(图 7(c)).

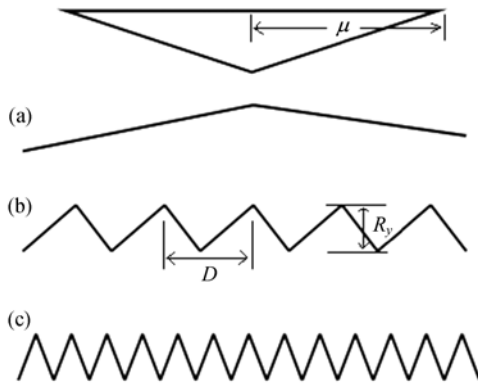


图 7 表面不同接触形貌示意图

Fig. 7 Sketch map of different surface contact morphologies

针对图 7(a), (b) 两种粗糙度模型,用有限元仿真的方法得到压入深度与硬度的关系曲线,据此研究表面粗糙度、压入深度对纳米压痕硬度测量过程的影响.

#### 3.1 $\mu \approx D, R_y$ 时粗糙度的影响

在不同参数环境下进行有限元仿真,得到如图 8 所示的  $\eta$ -depth 曲线: ①当压头从表面凹陷的地方压入时,所测得的硬度值偏大,当压头从表面凸起的地方压入时,所测得的硬度值偏小; ②当接触零点在表面凹陷处时,表面轮廓最大值  $R_y=400$  nm 所测得的硬度值比  $R_y=200$  nm 所测得的硬度值大,而当接触零点在表面凸起处时,表面轮廓最大值  $R_y=200$  nm 所测得的硬度值比  $R_y=400$  nm 所测得的硬度值大; ③随着表面纹波间距  $D$  的不断增大,曲线之间离散程度增大,硬度值测量误差也增大.

由此可以看出,表面纹波间距  $D$ 、表面轮廓最大

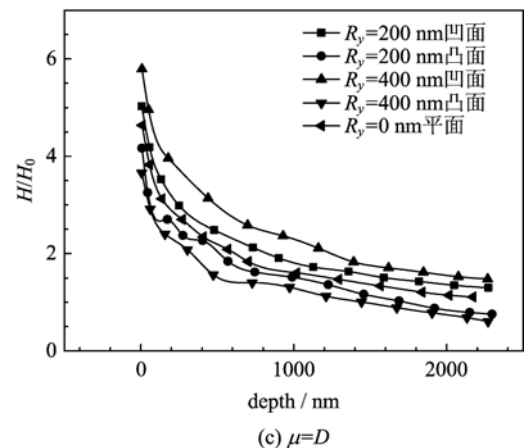
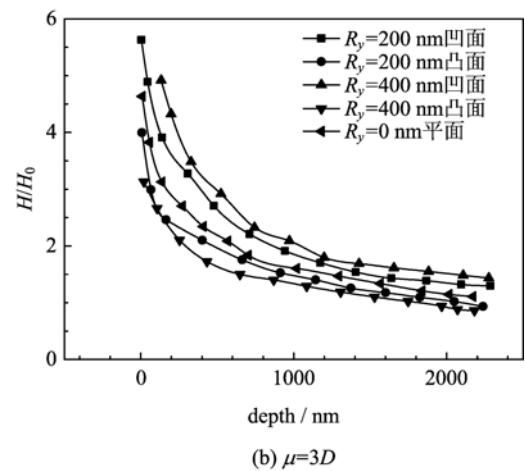
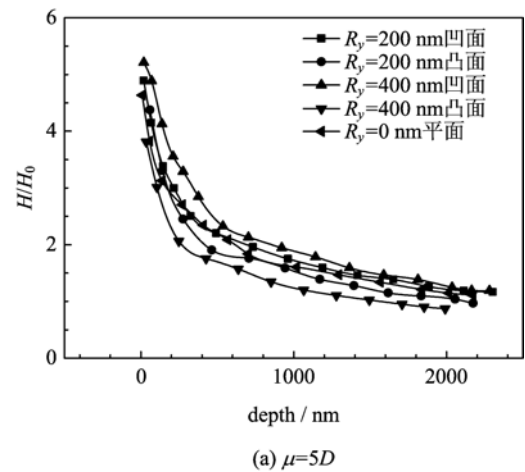


图 8 不同  $D$  得到的硬度归一化曲线

Fig. 8  $\eta$ -depth curves of different  $D$  values

高度  $R_y$  以及压头和试样的接触区域形貌对纳米压痕测量有着显著的影响.

#### 3.2 $\mu \ll D, R_y$ 时斜坡的影响

在压痕实验中,试样表面与水平面存在一定的角度差是在所难免的. 据此,问题可描述为压头与斜

坡之间的相互作用,从而建立了如图 9 所示的 2D 轴对称模型,并进行有限元仿真.

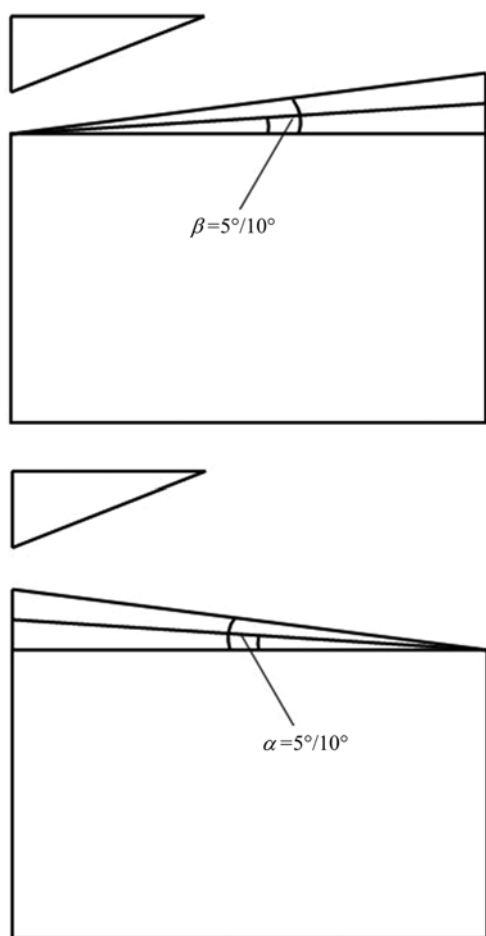


图 9 不同坡度的 2 维剖面图

Fig. 9 2D sectional maps of different gradient values

仿真得到的硬度归一化曲线如图 10 所示,5 条曲线都遵循  $\eta$ -depth 变化规律,但离散得很严重.当压头从谷底压入时,在同一深度下坡度  $\theta=10^\circ$  比  $\theta=5^\circ$  的  $\eta$  更大,  $\theta=10^\circ$  时  $\eta$  趋向于 2.81,  $\theta=5^\circ$  时  $\eta$  趋向于 1.73,即硬度  $H$  分别为实际硬度  $H_0$  的 2.81 倍和 1.73 倍;当压头从峰顶压入时,在同一压入深度下坡度  $\theta=10^\circ$  比  $\theta=5^\circ$  的  $\eta$  更小,  $\theta=5^\circ$  时  $\eta$  趋向于 0.73,而  $\theta=10^\circ$  时  $\eta$  趋向于 0.48,此时  $H$  分别为  $H_0$  的 73% 和 48%.由此硬度值误差随坡度  $\theta$  的增加而增大,根据坡度  $\theta=2R_y/D$ ,实验的误差和参数  $D$ ,  $R_y$  紧密相关.

### 3.3 结果分析

黏弹性材料的纳米压痕实验中,接触零点的确定对测量结果至关重要<sup>[11]</sup>,材料表面粗糙度也是一个重要的影响因素;硬度测量值的误差随着参数  $D$

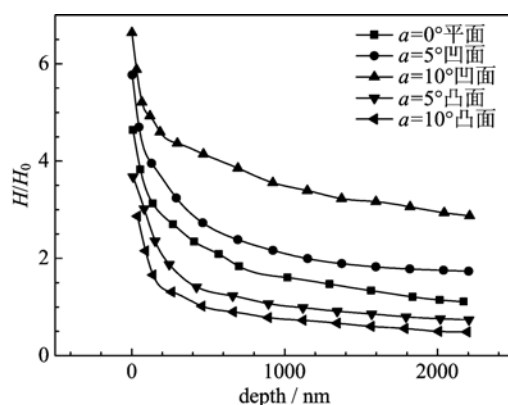


图 10 不同坡度得到的硬度归一化曲线

Fig. 10  $\eta$ -depth curves of different gradient values

和  $R_y$  的增加而增大;对于  $\mu \approx D, R_y$  时,通过提高压入深度可以有效地降低实验误差,而对于  $\mu \ll D, R_y$  时,提高压入深度不能够减小测量误差.所以,利用纳米硬度计扫描试样表面形貌并确定光滑、平坦的区域进行实验是非常必要的<sup>[15]</sup>.

## 4 结论

利用有限元技术研究黏弹性材料的纳米压痕实验可以弥补实验中因压头尖端曲率半径  $R$  难以量化以及材料表面  $R_y, D$  等参数难以确定的不足.结果表明针尖效应和试样表面粗糙度是影响实验结果的两个重要因素,表现为:

(I) 压入深度为几十纳米时,硬度值偏差随  $R$  的增加而增大,当压入深度达到微米、亚微米时,针尖曲率半径的影响基本可以忽略;

(II) 材料表面形貌对硬度测量的影响,硬度值偏差随  $D, R_y$  的增加而增大,对于  $\mu \approx D, R_y$  时,通过提高压入深度能降低测量误差,对于  $\mu \ll D, R_y$  时,提高压入深度不能够降低实验误差.

### 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] Zhang Taihua. Factors influencing nanoindentation test data [J]. Journal of experimental mechanics, 2004, 19(4):437-442.  
张泰华.影响纳米压入测试结果的因素[J].实验力学, 2004, 19 (4):437-442.
- [3] Walte C, Antretter T, Daniel R, et al. Finite element

- simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of thin films with spherical indenters [J]. *Surface & Coatings Technology*, 2007, 202: 1 103-1 107.
- [ 4 ] Kim J Y, Kang S K, Lee J J, et al. Influence of surface-roughness on indentation size effect[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55: 3 555-3 652.
- [ 5 ] Li M, Chen W M, Cheng Y T, et al. Influence of contact geometry on hardness behavior in nano-indentation[J]. *Vacuum*, 2009, 84 ( 2 ): 315-320.
- [ 6 ] Cheng L, Xia X, Yu W, et al. Flat-punch indentation of viscoelastic material [J]. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 2000, 38(1):10-22.
- [ 7 ] Vanlandingham M R, Chang N K, Dzalv P L, et al. Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation; I. Quasi-static testing[J]. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*. 2005, 43(14):1 794-1 811.
- [ 8 ] Lu H, Wang B, Ma J, et al. Measurement of creep compliance of solid polymers by nanoindentation[J]. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2003, 7: 189-207.
- [ 9 ] Huang G, Lu H. Measurements of two independent viscoelastic functions by nanoindentation [ J ]. *Experimental Mechanics*, 2007, 47(1):87-91.
- [10] Lin I K, Ou K S, Liao Y M, et al. Viscoelastic characterization and modeling of polymer transducers for biological applications [ J ]. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2009, 18(5):1 087-1 099.
- [11] Fischer-Cripps A C. *Nanoindentation*[M]. New York: Springer-Verlag, 2002.
- [12] Ehrenstein G W. *Polymeric Materials; Structure, Properties, Applications* [ M ]. Cincinnati: Hanser Gardner Publications, 2001:129-131.
- [13] Su Yahui, Guo Rui, Dong Lei, et al. Calculating the elastic modulus of single voxels by finite element analysis [ J ]. *Nanotechnology and Precision Engineering*, 2006, 04(2):107-110.  
苏亚辉,郭锐,董磊,等. 用有限元法计算飞秒激光双光子成型点弹性模量[J]. *纳米技术与精密工程*, 2006, 04(2):107-110.
- [14] Bhushan B. *Introduction to Tribology* [ M ]. New York: John Wiley & Sons Inc, 2002.
- [15] Su Yahui. *The research of femtosecond laser-induced polymerization micromechanics* [D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2007.  
苏亚辉. 飞秒激光微纳加工中细观力学研究 [D]. 合肥:中国科学技术大学, 2007.