文章编号：1004-0609(2010)12-2336-08

材料弹性模量的仪器化压入测试方法

马德军

(装甲兵工程学院 机械工程系，北京 100072)

摘 要：应用量纲定理和有限元方法对仪器化压入响应进行分析，同时引入联合弹性模量(E_c)来精确表示压头与被压材料的综合弹性效应。结果表明：名义硬度 H_n 和联合弹性模量 E_c 的比值与卸载功 W_e 和压入总功 W_t 的比值间存在近似的函数关系。基于上述关系，提出由名义硬度和压入比功确定材料弹性模量的新方法，同时分析该方法的理论误差，验证结果表明该方法较传统 Oliver-Pharr 方法具有更高的测试精度。

关键词：弹性模量；仪器化压入；硬度；压入功；有限元方法

中图分类号：TG113.25；O242.21 **文献标志码**：A

Method for determining elastic modulus by instrumented indentation test

MA De-jun

(Department of Mechanical Engineering, The Academy of Armored Forces Engineering, Beijing 100072, China)

Abstract: The instrumented indentation tests were analyzed by employing dimensional theorem and finite element method. A combined elastic modulus, E_c, was introduced to accurately reflect the combined elastic effect of an indenter and an indented material. Consequently, an approximate relationship between the ratio of nominal hardness to the combined elastic modulus and the ratio of unloading work to total work in indentation was revealed. Based on the relationship, a new method was then proposed for determining elastic modulus of materials, and its accuracy was analyzed. The effectiveness of the method was examined by several experimental examples.

Key words: elastic modulus; instrumented indentation; hardness; indentation work; finite element method

随着表面改性材料、薄膜材料、MEMS(微电子微机械系统)材料、复合材料和纳米材料等领域的快速发展，表面、界面及微尺度材料的工作可靠性由于面临苛刻工作条件的挑战，越来越引起人们的重视，成为国内外研究的热点。然而，受尺寸限制，传统的材料力学性能测试技术及手段已经无法满足上述材料的力学性能测试需要，使得材料微区力学性能的测试成为亟待解决的关键问题。

仪器化压入技术是在传统布氏硬度和维氏硬度试验基础上发展起来的一种微区和非破坏性的新材料力学性能测试技术，它可以高精度地同步测试和记录各种几何形状的压头压入试样及撤离试样时的载荷与位移数据，从而可以提供比传统硬度试验更多的反映被测试材料力学性能的有用信息，这为材料诸多基本力学性能参数的识别提供了重要的技术手段[1−16]。1992 年，美国商用仪器化纳米压入仪的发明人 OLIVER 与 Rice 大学教授 PHARR 共同提出著名的基于仪器化压入测试技术确定材料弹性模量的经典方法，即 Oliver-Pharr 方法[17−19]。尽管该方法目前已经在各类商用仪器化压入仪中获得广泛使用，但该方法应用于低硬化水平的被测材料时，可以导致被测材料的弹性模量严重偏离其真值。因此，精度不高是目前各类商用仪器化压入仪存在的突出问题。

针对上述问题，本文作者应用量纲定理和有限元

基金项目：国家自然科学基金资助项目(10672185)
收稿日期：2009-12-17；修订日期：2010-03-23
通信作者：马德军，教授，博士；电话：010-66719289；E-mail：dejunma@yahoo.com

方法对仪器化压入响应进行分析，进而提出基于名义硬度和压入比功确定材料弹性模量的新方法。

1　仪器化压入问题的量纲和有限元分析

在仪器化压入实验中，三棱锥 Berkovich 压头获得广泛应用。与传统四棱锥 Vickers 压头相比，三棱锥 Berkovich 压头的优点在于可以避免压头尖端出现横刃，从而避免在浅压入时失去几何自相似的特性。研究表明，就仪器化压入加、卸载曲线而言，Berkovich 压头可以用具有相同面积—深度关系的锥半角为 70.3°的圆锥压头来近似，亦即对于同一被压材料，采用 Berkovich 压头和采用锥半角为 70.3°的圆锥压头可以获得相同的仪器化压入加载、卸载曲线[20−21]。因此，考虑建模简单，本文作者只就材料在锥半角为 70.3°的圆锥压头作用下的压入响应展开分析。

图 1 所示为典型的仪器化压入载荷—位移曲线。根据该曲线可以定义名义硬度 H_n 为最大压入载荷 F_m 与对应最大压入深度 h_m 时的压头横截面积 $A(h_m)$之比，即，$H_n\equiv F_m/A(h_m)$，此外，定义压入加载功 W_t 和卸载功 W_e 分别为压头在加载过程和卸载过程中所做的功，其值分别等于加载曲线和卸载曲线与载荷—位移曲线横坐标所围面积，如图 1 所示。

由于仪器化压入问题涉及复杂的材料、几何和接触边界条件非线性，因此，人们至今无法获得准确的解析解，对此本文作者采用有限元数值方法来分析被压材料参数与压入响应间的关系。假设被压材料为均匀、各向同性、率无关固体，且遵循 Von Mises 屈服准则和纯各向同性强化准则；同时假设被压材料的单轴应力—应变关系由线弹性与 Hollomon 幂硬化函数组成，即

$$\sigma=\begin{cases}E\varepsilon, & \varepsilon\leqslant\varepsilon_y\\ \sigma_y(\varepsilon/\varepsilon_y)^n, & \varepsilon>\varepsilon_y\end{cases}\tag{1}$$

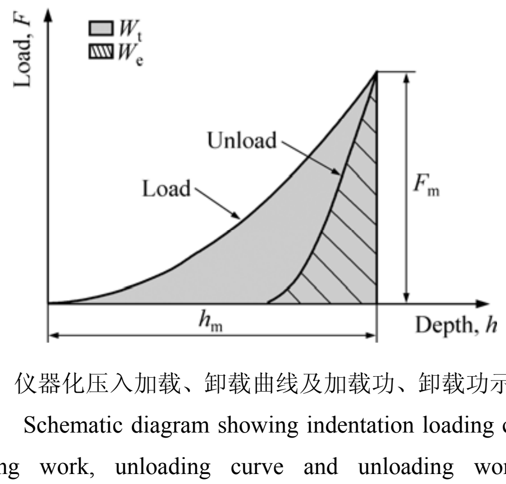

图 1　仪器化压入加载、卸载曲线及加载功、卸载功示意图

Fig.1　Schematic diagram showing indentation loading curve, loading work, unloading curve and unloading work in instrumented test

式中：σ 和 ε 为真应力和真应变；σ_y 和 $\varepsilon_y=\sigma_y/E$ 为屈服应力和屈服应变；n 为应变硬化指数。因此，当假设压头为弹性体、压头与被压材料间无摩擦时，任何压入响应均可以表示为被测材料的屈服强度 σ_y、硬化指数 n、弹性模量 E、泊松比 ν、金刚石压头的弹性模量 E_i、泊松比 ν_i 以及最大压入深度 h_m 的函数。在此，将名义硬度 H_n 和压入比功 W_e/W_t 当成压入响应，那么它们可以分别表示为如下函数：

$$H_n=f_{H1}(\sigma_y,\ n,E/(1-\nu^2),E_i/(1-\nu_i^2),h_m)\tag{2}$$

$$W_e/W_t=f_{W1}(\sigma_y,\ n,E/(1-\nu^2),E_i/(1-\nu_i^2),h_m)\tag{3}$$

式中：$E/(1-\nu^2)$和 $E_i/(1-\nu_i^2)$分别是被测试材料和压头材料的平面应变弹性模量[22]，比值$[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$被定义为平面应变弹性模量之比，用 η 表示，即，$\eta=[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$。考虑到在弹性接触问题分析中广泛使用压头及被压材料的折合弹性模量 E_r[22]，且 $E_r=1/[(1-\nu^2)/E+(1-\nu_i^2)/E_i]$，因此，$E_i/(1-\nu_i^2)$ 可以表示为 $E_i/(1-\nu_i^2)=1/[(1/E_r)-(1-\nu^2)/E]$，同时式(2)和(3)可以分别改写为

$$H_n=f_{H2}(\sigma_y,\ n,E/(1-\nu^2),E_r,h_m)\tag{4}$$

$$W_e/W_t=f_{W2}(\sigma_y,\ n,E/(1-\nu^2),E_r,h_m)\tag{5}$$

应用量纲$\prod$定理，式(4)和(5)可简化为

$$H_n/E_r=f_{H3}(\sigma_y/E_r,\ n,[E/(1-\nu^2)]/E_r)\tag{6}$$

$$W_e/W_t=f_{W3}(\sigma_y/E_r,\ n,[E/(1-\nu^2)]/E_r)\tag{7}$$

由于$[E/(1-\nu^2)]/E_r=[E/(1-\nu^2)][(1-\nu^2)/E+(1-\nu_i^2)/E_i]=1+[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$，式(6)和(7)可以被进一步表示为

$$H_n/E_r=f_{H4}(\sigma_y/E_r,\ n,[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)])\tag{8}$$

$$W_e/W_t=f_{W4}(\sigma_y/E_r,\ n,[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)])\tag{9}$$

根据式(9)，σ_y/E_r 可以表示为

$$\sigma_y/E_r=f_{W4}^{-1}(W_e/W_t,\ n,[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)])\tag{10}$$

将式(10)代入式(8)，最终可以确定 H_n/E_r 为 W_e/W_t、n 和$[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$的函数，即

$$H_n/E_r=f_{HW}(W_e/W_t,\ n,[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)])\tag{11}$$

为获得式(11)的显式解，应用商用有限元软件 ABAQUS[23]对圆锥压头(圆锥半角为 70.3°)压入弹塑性材料的载荷—位移响应进行了有限元数值模拟，图 2 所示为有限元划分的压头与被压材料总体网格和靠近压头尖端的局部网格。其中，对压头与被压材料分别划分了 2 500 和 8 100 个轴对称四边形单元，上述网格的划分可以保证在压头达到最大压入深度时压头的横截面半径小于被压材料的径向和高度总体尺寸的 1/40，同时接触单元数目不低于 30 个。为检验所划分网格的收敛性，在加密网格数一倍情况下，将有限元计算所得最大压入载荷和比功与原网格结果进行比较，发现其变化不超过 0.5%，表明该方法划分的有限元网格具有收敛性。在有限元模拟中，屈服强度的取值范围为 0.5~160 000 MPa，硬化指数的取值为 0、0.15、0.30 和 0.45，平面应变弹性模量之比 $\eta=[E/(1-\nu^2)]/[E_i/(1-\nu_i^2)]$的取值为 $\eta_1=[70/(1-0.30^2)]/\infty=0$、$\eta_2=[70/(1-0.30^2)]/[1\ 141/(1-0.07^2)]=0.067\ 1$、$\eta_3=[200/(1-0.30^2)]/[1\ 141/(1-0.07^2)]=0.191\ 7$ 和 $\eta_4=[400/(1-0.30^2)]/[1\ 141/(1-0.07^2)]=0.383\ 4$。图 3 所示为对应不同的 η 和 n 时的 H_n/E_r 与 W_e/W_t 关系。从图 3 中可以看出，对于确定的平面应变弹性模量之比 η，所有数据点均分布在以 n=0 和 n=0.45 为上、下边界的狭窄带里，因此，为方便应用可以忽略硬化指数 n 对 H_n/E_r

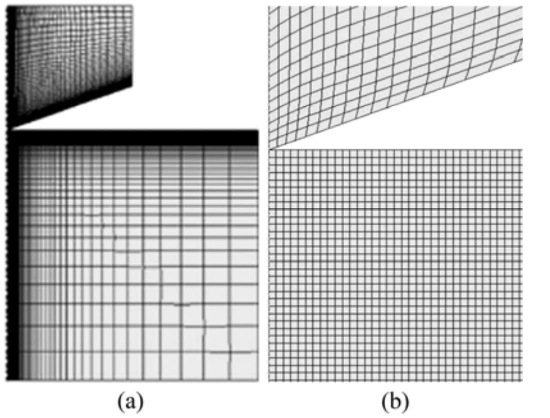

图 2 压头与被压材料有限元(a)总体网格(b)靠近压头尖端的局部网格

Fig.2 Finite element mesh design for conical indenter and indented solid: (a) Overall mesh; (b) Mesh near contact region

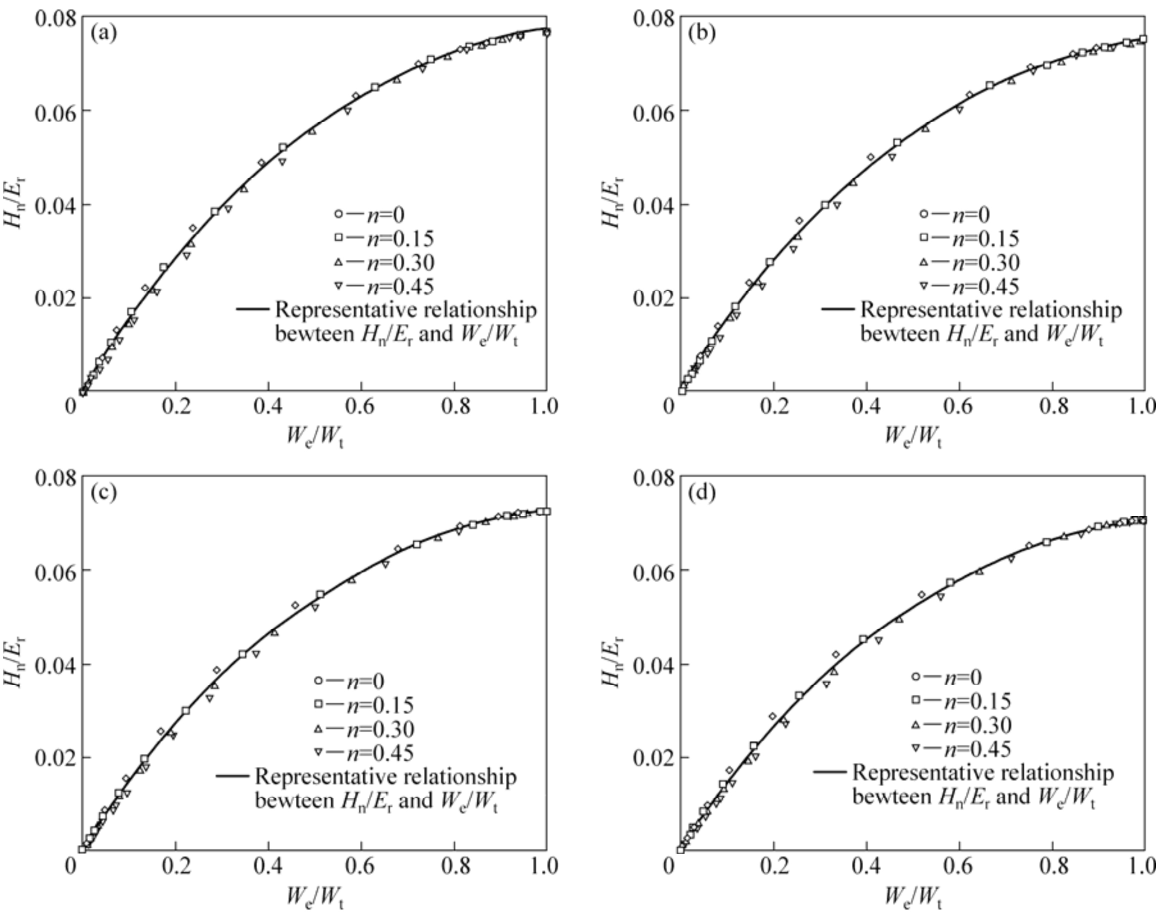

图 3 对应 η 和 n 不同取值下的 H_n/E_r—W_e/W_t 关系

Fig.3 Plots of H_n/E_r versus W_e/W_t with different values of n for four cases specified by η=0 (a), η=0.067 1 (b), η=0.191 7 (c) and η=0.383 4 (d)

与 W_e/W_t 关系的影响，而将 H_n/E_r 与 W_e/W_t 关系近似表示为一一对应的函数关系，本文作者称该关系为代表性的 H_n/E_r—W_e/W_t 关系，通过采用 6 次多项式对数据点进行曲线拟合，可以方便地确定上述代表性关系，结果如图 3(a)~(d)所示。进一步将 4 个平面应变弹性模量之比 η：η_1、η_2、η_3 和 η_4 所对应的 4 个代表性的 H_n/E_r—W_e/W_t 关系放入图 4 中进行比较发现，不同的 η 对代表性的 H_n/E_r—W_e/W_t 关系尚存在影响，表明在弹性接触问题分析中广泛使用的压头及被压材料的折合弹性模量 E_r 并不能精确反映压头及被压材料的联合弹性效应，否则 η 对代表性的 H_n/E_r—W_e/W_t 关系将不构成影响。为了在名义硬度 H_n、压入比功 W_e/W_t 和压头及被压材料平面应变弹性模量 $E_i/(1-\nu_i^2)$ 和 $E/(1-\nu^2)$ 间建立起不受参数 η 影响的单一函数关系，本文作者定义压头及被压材料的联合弹性模量为 $E_c\equiv1/[(1-\nu^2)/E+1.32(1-\nu_i^2)/E_i]=E_r/[1+0.32\eta/(1+\eta)]$，同时用 $E_r=E_c[1+0.32\eta/(1+\eta)]$ 代替代表性 $H_n/E_r-W_e/W_t$ 函数关系中的 E_r，则容易确定对应于 4 个平面应变弹性模量之比(η)：η_1、η_2、η_3 和 η_4 的 4 个代表性的 $H_n/E_c-W_e/W_t$，结果如图 5 所示。显然上述 4 个代表性的 $H_n/E_c-W_e/W_t$ 关系趋于一致，这说明 η 的取值对 $H_n/E_c-W_e/W_t$ 函数关系的影响很小。因此，可以用一个单一的 6 次多项式来代表上述函数关系，即

$$H_n/E_c=f(W_e/W_t)=\sum_{m=1}^{6}a_m(W_e/W_t)^m \tag{12}$$

式中：a_1=0.170 204, a_2=−0.157 669, a_3=0.110 937, a_4=−0.048 401, a_5=−0.005 516 和 a_6=0.007 625。

式(12)的建立揭示了名义硬度 H_n、压入比功 W_e/W_t 和压头及被压材料联合弹性模量 E_c 间的函数关系，为仪器化微米压入测试材料弹性模量奠定了理论基础。

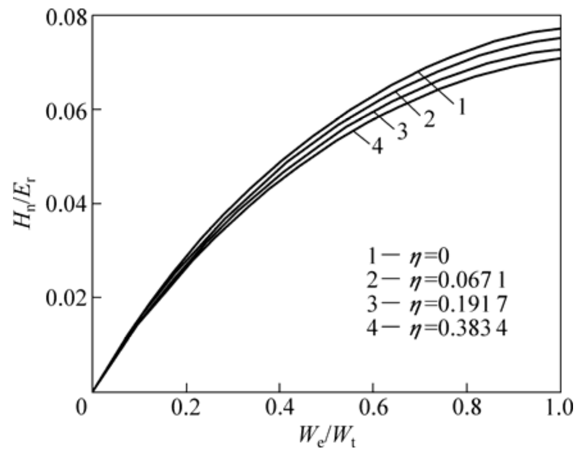

图 4 对应不同 η 取值下 H_n/E_c 与 W_e/W_t 关系

Fig.4 Relationships between H_n/E_c and W_e/W_t corresponding to different elastic modulus ratios

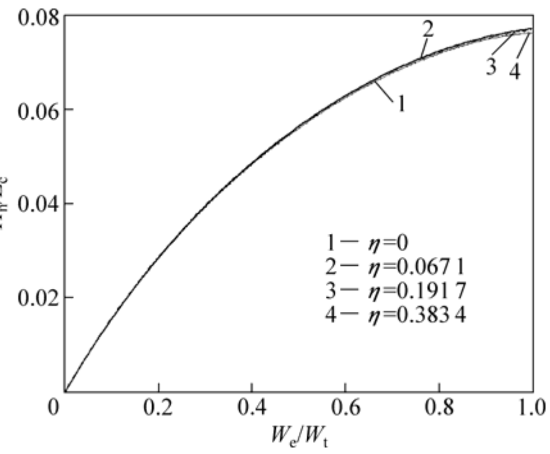

图 5 对应不同 η 取值下 H_n/E_r 和 W_e/W_t 关系

Fig.5 Relationship between H_n/E_c and W_e/W_t corresponding to different elastic modulus ratios

2 弹性模量的测试方法

基于式(12)，本文作者提出确定材料弹性模量的一般方法，该方法由以下步骤组成。

1) 利用仪器化压入仪和金刚石锥形压头(Berkovich 压头、Vickers 压头或圆锥半角为 70.3°的圆锥压头)对被测试材料表面实施最大压入深度 h_m 大于 1 μm($h_m\geqslant$1 μm)的垂直压入，获得被测试材料的载荷−位移曲线。

2) 根据被测试材料的载荷—位移曲线计算名义硬度 $H_n\equiv F_m/A(h_m)$。其中，当 $h_m\geqslant3$ μm 时，$A(h_m)=24.5\,h_m^2$，而当 1 μm$\leqslant h_m\leqslant$3 μm，$A(h_m)$应根据压头的面积函数来确定。

3) 通过分别积分加载曲线和卸载曲线计算压入加载功 W_t、卸载功 W_e，并在此基础上计算压入比功 W_e/W_t。

4) 计算压头及被压材料的联合弹性模量 $E_c=H_n/[\sum_{m=1}^{6}a_m(W_e/W_t)^m]$,并最终确定被测试材料的弹性模量 $E=(1-\nu^2)/[1/E_c-1.32(1-\nu_i^2)/E_i]$。其中，金刚石压头的弹性模量为 E_i=1141 GPa, 泊松比为 ν_i=0.07, 被测试材料的泊松比可根据材料手册确定，如果手册不能确定，建议对金属材料取 ν=0.3,对陶瓷材料取 ν=0.2。

3 弹性模量测试方法的精度

如果用 $(H_n/E_c|_{\eta=0}$, $W_e/W_t|_{\eta=0})$ 和 $(H_n/E_c|_{\eta=0.45}$,

$W_e/W_t|_{n=0.45}$)分别代表 n=0 和 n=0.45 情况下的所有 $H_n/E_c-W_e/W_t$ 数据点，那么在 W_e/W_t 已知前提下，由式(12)确定压头及被压材料联合弹性模量 E_c 的最大理论相对误差 δ_{c+}和 δ_{c-}可以分别表示为

$$\delta_{c+}=\frac{1/[\sum_{m=1}^{6}a_m(W_e/W_t)^m]-1/(H_n/E_c|_{n=0})}{1/(H_n/E_c|_{n=0})} \quad (13)$$

和

$$\delta_{c-}=\frac{1/[\sum_{m=1}^{6}a_m(W_e/W_t)^m]-1/(H_n/E_c|_{n=0.45})}{1/(H_n/E_c|_{n=0.45})} \quad (14)$$

图 6 所示为测试联合弹性模量 E_c 的最大理论相对误差 δ_{c+}和 δ_{c-}随 W_e/W_t 的变化。由图 6 可以看出，两者的绝对值几乎相等，且随 W_e/W_t 的增大最大理论相对误差 δ_{c+}和 δ_{c-}均减小。通过数据拟合可以用函数 $\delta_c=\delta_c(W_e/W_t)$来表示 δ_{c+}和 δ_{c-}随比功 W_e/W_t 的变化情况，即

$$\delta_c=\delta_{c+}=-\delta_{c-}=\sum_{j=0}^{3}b_j(W_e/W_t)^j \quad (15)$$

式中：b_0=0.132 534，b_1=−0.257 717，b_2=0.126 525，b_3=0.008 246。当 $W_e/W_t\to 0$ 时，最大理论相对误差 δ_{c+}和 δ_{c-}均达最大，分别为 13.25%和−13.25%，因此，从工程应用的角度讲上述精度基本可以满足测试要求。

根据 δ_c 可以进一步估计确定材料弹性模量的最大理论相对误差 δ_+和 δ_-分别为

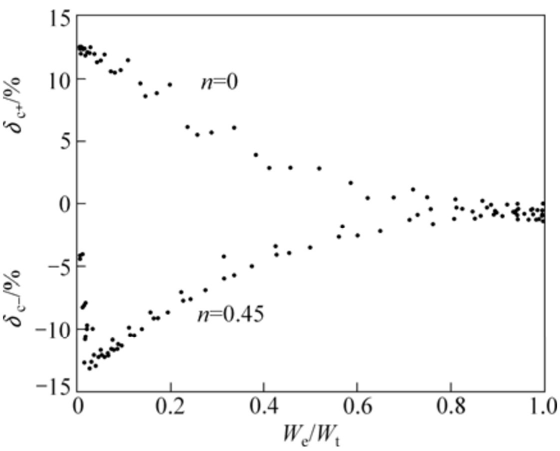

图 6 测试联合弹性模量 E_c 的最大理论相对误差 δ_{c+}和 δ_{c-}随 W_e/W_t 的变化

Fig.6 Change of maximum theoretically relative error δ_{c+} and δ_{c-} for determining combined elastic modulus E_c with W_e/W_t

$$\delta_+=\frac{(1-\nu^2)/\{1/E_c-1.32(1-\nu_i^2)/E_i\}}{1/[E_c/(1+\delta_c)]-1.32(1-\nu_i^2)/E_i}-\frac{(1-\nu^2)/\{1/[E_c/(1+\delta_c)]-1.32(1-\nu_i^2)/E_i\}/(1-\nu^2)}{1/[E_c/(1+\delta_c)]-1.32(1-\nu_i^2)/E_i}$$
$$=\frac{\delta_c}{1-1.32(1-\nu_i^2)E_c/E_i}$$
$$=\frac{\sum_{j=0}^{3}b_j(W_e/W_t)^j}{1-1/\{1+(E_i/E)(1-\nu^2)/[1.32(1-\nu_i^2)]\}} \quad (16)$$

和

$$\delta_-=\frac{(1-\nu^2)/\{1/E_c-1.32(1-\nu_i^2)/E_i\}}{(1-\nu^2)/\{1/[E_c/(1-\delta_c)]-1.32(1-\nu_i^2)/E_i\}}-\frac{(1-\nu^2)\{1/[E_c/(1-\delta_c)]-1.32(1-\nu_i^2)/E_i\}}{(1-\nu^2)/\{1/[E_c/(1-\delta_c)]-1.32(1-\nu_i^2)/E_i\}}$$
$$=-\frac{\delta_c}{1-1.32(1-\nu_i^2)E_c/E_i}=-\delta_+ \quad (17)$$

显然，弹性模量的测试误差 δ_+和 δ_-不仅与 W_e/W_t 有关，而且还与联合弹性模量 E_c 或被测试材料的弹性模量 E 有关(金刚石压头的弹性模量 E_i 和泊松比 ν_i 为定值)，分析式(16)和(17)可以发现，随 W_e/W_t 增大，最大理论相对误差 δ_+和 δ_-均减小；而随联合弹性模量 E_c 或被测试材料的弹性模量的增大，最大理论相对误差 δ_+和 δ_-均增大。

4 弹性模量测试方法的实验验证

首先利用 DAO 等[20]发表的仪器化微米压入实验数据来检验本文作者所提方法的有效性。测试材料为两种铝合金，即 6061−T6511 和 7075−T651。它们的弹性模量通过标准单轴拉伸试验被分别确定为 66.8 和 70.1 GPa。实验对每种材料固定最大压入载荷并且重复 6 次实施仪器化压入测试。根据实验所得载荷−位移曲线，同时应用所提材料弹性模量的确定方法和步骤,本文作者可以确定被测试材料的名义硬度 $H_n\equiv F_m/A(h_m)$、压入比功 W_e/W_t、压头及被压材料的联合弹性模量 $E_c=H_n/[\sum_{m=1}^{6}a_m(W_e/W_t)^m]$,并最终确定被测试材料的弹性模量 $E=(1-\nu^2)/[1/E_c-1.32(1-\nu_i^2)/E_i]$。其中，金刚石压头的弹性模量为 E_i=1 141 GPa, 泊松比为 ν_i=0.07；两种被测试材料的泊松比均为 0.33。将被测试材料弹性模量的测试结果与其已知值进行比较，可以确定其相对测试误差，表 1 和 2 所列为上述所提

表 1 铝合金 6061−T6511 的弹性模量仪器化压入测试结果

Table 1 Values of E and $E_{O\&P}$ for 6061−T6511 aluminum alloys determined from present method and Oliver & Pharr method

Test No.	h_m/μm	S_u/(N·mm^{-1})	H_n/GPa	W_e/W_t	E/GPa	$\frac{E-66.8}{66.8}$/%	$E_{O\&P}$/GPa	$\frac{E_{O\&P}-66.8}{66.8}$/%
1	10.46	4 768	1.118	0.098	71.3	6.7	79.3	18.8
2	10.31	4 800	1.151	0.095	75.9	13.6	81.2	21.6
3	10.50	4 794	1.110	0.096	72.2	8.1	79.5	19.0
4	10.48	4 671	1.114	0.111	62.8	−6.0	77.5	16.1
5	10.54	4 762	1.102	0.111	62.1	−7.1	78.6	17.7
6	10.43	4 491	1.127	0.109	64.7	−3.2	74.9	12.2
Average				0.103	68.2	2.0	78.5	17.5

Su is initial unloading slope.

表 2 铝合金 7075−T651 的弹性模量仪器化压入测试结果

Table 2 Values of E and $E_{O\&P}$ for 7075−T651 aluminum alloys determined from present method and Oliver & Pharr method

Test No.	h_m/μm	S_u/(N·mm^{-1})	H_n/GPa	W_e/W_t	E/GPa	$\frac{E-70.1}{70.1}$/%	$E_{O\&P}$/GPa	$\frac{E_{O\&P}-70.1}{70.1}$/%
1	8.45	3 665	1.714	0.167	67.8	−3.3	77.6	10.8
2	8.56	3 658	1.669	0.162	67.8	−3.3	76.3	8.9
3	8.42	3 654	1.727	0.168	67.9	−3.1	77.7	10.9
4	8.34	3 744	1.759	0.164	70.9	1.2	80.5	14.8
5	8.30	3 789	1.776	0.161	72.9	4.0	81.9	16.8
6	8.20	3 706	1.820	0.169	71.6	2.1	81.3	16.0
Average				0.165	69.8	−0.4	79.2	13.0

各参量的测试结果及弹性模量的测试误差。为便于比较，表中同时给出了由传统 Oliver−Pharr 方法确定的弹性模量结果，表中用 $E_{O\&P}$ 表示。从表 1 和 2 可以看出，对两种材料应用该方法获得的弹性模量测试结果均值与其已知值的相对误差分别为 2.0%和−0.4%，而由传统 Oliver−Pharr 方法确定的弹性模量的均值相对误差分别为 17.5%和 13.0%,测试结果表明该方法是可行和非常有效的。此外，利用式(16)和(17)以及 W_e/W_t 和被测材料弹性模量 E 的均值，可以估计应用该方法测试上述两种铝合金材料弹性模量的最大理论相对误差 $\pm\|\delta_+\|=\pm\|\delta_-\|$ 分别为±11.7%和±10.2%，显然实际测试结果的相对误差 2.0%和−0.4%均在上述最大误差范围内。

其次，选择铝单晶、滚动轴承钢 GCr15 和熔融硅 3 种材料进行仪器化微米压入实验，其中，铝单晶和熔融硅系美国 MTS 公司提供的标准试样，已知其弹性模量分别为 70.4 GPa 和 72 GPa，泊松比分别为 0.347 和 0.170；滚动轴承钢 GCr15 系标准硬度块，泊松比为 0.29，其弹性模量采用标准超声波方法测量，结果为 204 GPa。实验所用仪器为美国 MTS 公司生产的商用纳米压入仪(Nano Indenter® XP (MTS Systems Corp., Knoxville, TN)),仪器配备的压头为金刚石 Berkovich 压头，其面积函数为；$A(h)$=24.497 4h^2+424.149h+28 211.4$h^{1/2}$−69 751.1$h^{1/4}$−46 333.3$h^{1/8}$−7 055.7$h^{1/16}$+20 987.7$h^{1/32}$+37 312.2$h^{1/64}$+46 075.9$h^{1/128}$。对于每一种材料，在保证最大压入载荷相同的情况下实验重复进行 5 次，图 7~9 所示分别为上述 3 种材料的载荷—位

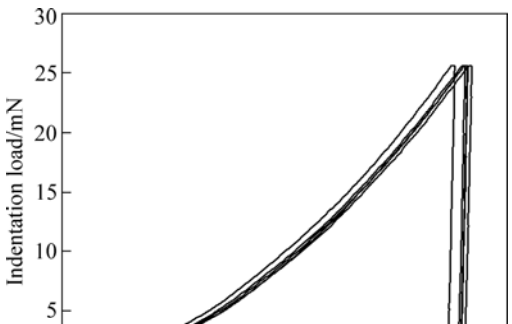

图 7 铝单晶 5 次实验所得的载荷—位移曲线(F_m=25.5 mN)

Fig.7 Load—displacement curves of five repetitive tests made on aluminum single crystal

移曲线。根据载荷—位移曲线，同时应用该方法，可以确定上述 3 种被测试材料的弹性模量，结果如表 3~5 所示。从表 2 可以看出，对 3 种材料应用本方法获得

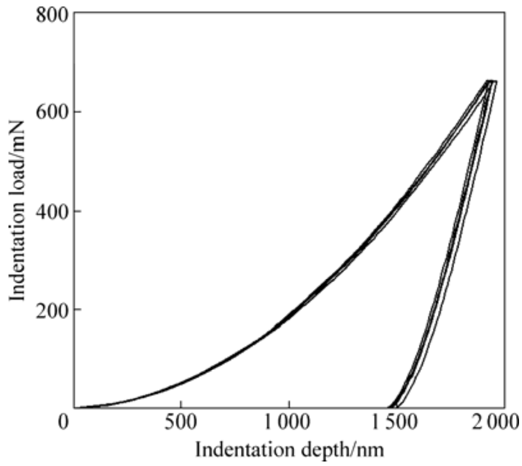

图 8 5 次实验所得滚动轴承钢 GCr15 的载荷—位移曲线(F_m=660 mN)

Fig.8 Load—displacement curves of five repetitive tests made on GCr15 bearing steel

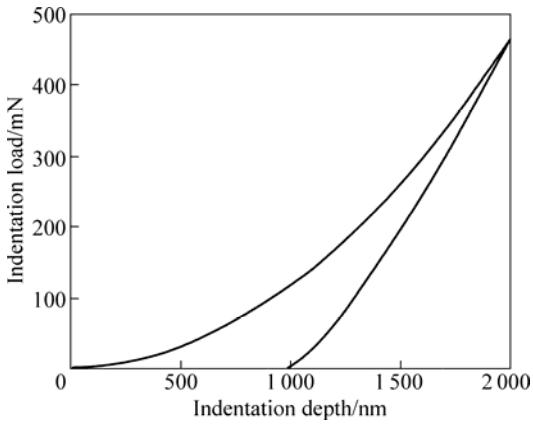

图 9 熔融硅 5 次实验所得的载荷—位移曲线(F_m=460 mN)

Fig.9 Load—displacement curves of five repetitive tests made on fused silica

表 3 仪器化压入法测试铝单晶的弹性模量结果

Table 3 Elastic modulus of aluminum single crystal by instrumented indentation test

Test No.	h_m/μm	H_n/GPa	W_e/W_t	E/GPa	$\frac{E-204}{E}$/%
1	2.001	0.256	0.026 2	55.4	−21.3
2	2.004	0.255	0.019 3	76.4	8.5
3	1.990	0.259	0.025 9	56.8	−19.3
4	2.023	0.250	0.025 0	65.4	−7.1
5	1.938	0.272	0.020 5	77.0	9.4
Average			0.022 8	66.2	−6.0

表 4 仪器化压入法测试弹性模量的滚动轴承钢 GCr15 结果

Table 4 Elastic modulus of GCr15 bearing steel by instrumented indentation test

Test No.	h_m/μm	H_n/GPa	W_e/W_t	E/GPa	$\frac{E-204}{E}$/%
1	1.924	7.156	0.288	218.2	7.0
2	1.942	7.026	0.288	213.1	4.4
3	1.939	7.048	0.282	218.8	7.3
4	1.962	6.880	0.283	211.6	3.7
5	1.936	7.063	0.288	214.8	5.3
Average			0.286	215.3	5.5

表 5 仪器化压入法测试弹性模量的熔融硅结果

Table 5 Elastic modulus of fused silica by instrumented indentation test

Test No.	h_m/μm	H_n/GPa	W_e/W_t	E/GPa	$\frac{E-72}{E}$/%
1	1.997	4.632	0.667	73.4	1.9
2	1.999	4.623	0.664	73.4	1.9
3	1.997	4.633	0.664	73.6	2.2
4	1.996	4.635	0.661	73.8	2.4
5	1.996	4.634	0.666	73.4	2.0
Average			0.664	73.5	2.1

的弹性模量测试结果均值与其已知值的相对误差均小于±6.0%，这也表明该方法是可行和非常有效的。此外，利用式(16)和(17)以及 W_e/W_t 和被测材料弹性模量 E 的均值可以估计应用本文作者所提方法测试上述 3 种材料弹性模量的最大理论相对误差 $\pm\|\delta_+\|=\pm\|\delta_-\|$ 分别为±13.8%、±8.8%和±2.1%，显然实际测试结果的相对误差−6.0%、5.5%和 2.1%，均在上述最大误差范围内。

5 结论

1) 应用量纲定理和有限元方法对锥半角为 70.3° 的金刚石圆锥压头压入弹塑性材料的压入响应进行了系统分析，通过引入联合弹性模量 E_c≡$1/[(1-\nu^2)/E+1.32(1-\nu_i^2)/E_i]$ 来代替在弹性接触问题分析中广泛使用的压头及被压材料的折合弹性模量 E_r≡$1/[(1-\nu^2)/E+(1-\nu_i^2)/E_i]$，揭示了在名义硬度 H_n 和联合弹性模量 E_c 的比值与卸载功 W_e 和压入总功 W_t 的比值间存在的近似函数关系，即 $H_n/E_c=f(W_e/W_t)=$

$\sum_{m=1}^{6} a_m (W_e / W_t)^m$ 。

2) 基于函数关系 $H_n/E_c=f(W_e/W_t)=\sum_{m=1}^{6} a_m (W_e / W_t)^m$，提出了由名义硬度 H_n 和压入 W_e/W_t 确定材料弹性模量的新方法，并且分析该方法的测试精度。

3) 通过对铝合金 6061−T6511 和 7075−T651、铝单晶、滚动轴承钢 GCr15 和熔融硅 5 种材料仪器化微米压入实验数据的分析表明，利用仪器化微米压入测试材料弹性模量的新方法是可行和非常有效的。

REFERENCES

[1] PETHICA J B, HUTCHINGS R, Oliver W C. Hardness measurement at penetration depth as small as 20 nm[J]. Phil Mag A, 1983, 48(4): 593−606.

[2] LOUBET J L, GEORGES J M, MARCHESINI O, MEILLE G. Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO)[J]. J Tribology, 1984, 106(1): 43−48.

[3] NEWEY D, WILKENS M A, POLLOCK H M. An ultra-low-load penetration hardness tester[J]. J Phys E: Sci Instrum, 1982, 15(1): 119−122.

[4] LAN H, VENKATESH T A. Determination of the elastic and plastic properties of materials through instrumented indentation with reduced sensitivity[J]. Acta Mater, 2007, 55(6): 2025−2041.

[5] WEI P J, LIN J F. Modified method for continuous stiffness measurement[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 599−606.

[6] HERBERT E G, OLIVER W C, LUMSDAINE A, PHARR G M. Measuring the constitutive behavior of viscoelastic solids in the time and frequency domain using flat punch nanoindentation[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 626−637.

[7] PHARR G M, STRADER J H, OLIVER W C. Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 653−666.

[8] HAY J. Measuring substrate-independent modulus of dielectric films by instrumented indentation[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 667−677.

[9] RANDALL N X, VANDAMME M, ULM F J. Nanoindentation analysis as a two-dimensional tool for mapping the mechanical properties of complex surfaces[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 679−690.

[10] FENG G, QU S, HUANG Y, NIX W D. A quantitative analysis for the stress field around an elastoplastic indentation/contact[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 704−718.

[11] LI Y P, ZHU X F, TAN J, WU B, WANG W, ZHANG G P. Comparative investigation of strength and plastic instability in Cu/Au and Cu/Cr multilayers by indentation[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 728−735.

[12] QIN J, HUANG Y, XIAO J, HWANG K C. The equivalence of axisymmetric indentation model for three-dimensional indentation hardness[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 776−783.

[13] LIU L, OGASAWARA N, CHIBA N, CHEN X. Can indentation technique measure unique elatoplastic properties?[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 784−800.

[14] WEI Z, ZHANG G, CHEN H, LUO J, LIU R, GUO S. A simple method for evaluating elastic modulus of thin films by nanoindentation[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 801−815.

[15] NOHAVA J, RANDALL N X, CONTE N. Novel ultra nanoindentation method with extremely low thermal drift: Principle and experimental results[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 873−882.

[16] PULECIO S A R, FARIAS M C M, SOUZA R M. Analysis of the tip roundness effects on the micro-and macroindentation response of elastic-plastic materials[J]. J Mater Res, 2009, 24(3): 1037−1044.

[17] 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): 1564−1583.

[18] OLIVER WC, PHARR GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology[J]. J Mater Res, 2004, 19(1): 3−20.

[19] PHARR G M, OLIVER W C, BROTZEN F R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation[J]. J Mater Res, 1992, 7(3): 613−617.

[20] DAO M, CHOLLACOOP N, VAN VLIET K J, VENKATESH T A, SURESH S. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation[J]. Acta Materialia, 2001, 49(19): 3899−3918.

[21] PELLETIER H, KRIER J, CORNET A, MILLE P. Limits of using bilinear stress-strain curve for finite element modeling of nanoindentation response on bulk materials[J]. Thin Solid Films, 2000, 379(1): 147−155.

[22] JOHNSON K L. Contact mechanics[M]. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1985: 85−105.

[23] ABAQUS: Version 6.2 (Hibbitt, Karlsson & Sorensen, Inc., Pawtucket, RI, 2001)

(编辑　龙怀中)