

金属丝弹性模量的测量方法研究

尤 力¹, 宋西平¹, 林 志¹, 张 蓓²

(1. 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083)

(2. 北京科技大学应用学院物理系, 北京 100083)

摘 要: 通过用纳米压入法和静态拉伸法对 β -Ti 丝、不锈钢丝以及 3 种 NiTi 丝进行弹性模量的测量。实验表明, 纳米压入法弹性模量比静态拉伸法弹性模量大, 并且材料的弹性模量越低, 二者相差越大, 其原因同试样的表面硬化层和尺寸效应有关。通过分析比较, 建立了金属丝弹性模量的纳米压入法和静态拉伸法所得值之间的相关关系。

关键词: 纳米压入; 金属丝; 弹性模量; 光杠杆

中图法分类号: TG 146.2⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2007)10-1776-04

1 前 言

弹性模量是机械设计和材料研究所要考虑的一个重要物理参数, 它标志着材料抵抗形变的能力, 是材料力学行为的主要指标之一。弹性模量的传统测量方法是静力学拉伸法, 近年来国际上又兴起一种纳米压入测试法, 它是一种测定材料细观力学行为的新方法。与静态拉伸测量简单明了的实验原理不同, 纳米压入法的实验原理很复杂, 涉及到复杂的非线性, 其测量精度很大程度上取决于人们所建立的弹性模量与压入参数间的近似函数关系^[1,2]。由于纳米压入测试对材料的尺寸要求不大, 工作方式简单, 而且对材料的损耗小, 纳米压入技术得到了广泛的应用, 纳米压入实验的结果也被研究人员广泛用于数值计算与理论推导。但是纳米压入弹性模量和静态拉伸弹性模量之间究竟有什么关系? 一些学者纷纷对此进行了探讨, 最早由 Oliver 与 Pharr 提出一种计算方法, 即在经典弹性接触力学的基础上, 根据试验所测得的载荷-位移曲线, 从卸载曲线的斜率求出弹性模量^[3]; 而 Cheng 等人通过对理想圆锥压头压入问题进行数值模拟后, 发现在材料硬度和综合杨氏模量的比值与卸载功和压入总功的比值间存在近似一一对应关系, 从而也提出了一种的函数关系计算材料的弹性模量^[4,5]; 马德军等人考虑到 Oliver 与 Pharr 提出弹性模量的计算公式中面积函数不容易建立准确, 提出了一种新的函数关系, 使材料弹性模量的测量可以通过仅仅测定压头的最大压入载荷、最大压入深度以及压入功来实现, 而不必利用初

始卸载斜率和投影接触面积。他们称这种方法为纯能量法^[6]。

为了研究纳米压入法和静态拉伸法这两种方法之间的异同以及探索二者间更精确的函数关系, 尤其是涉及到丝材时的函数关系, 本实验通过用纳米压入法和静态拉伸法分别测定 5 种金属丝的弹性模量值, 并且通过分析比较, 试图建立纳米压入法和静态拉伸法所得值之间的相互关系。

2 实验方法

通过用纳米压入法和静态拉伸法对 β -Ti 丝, 不锈钢丝以及 3 种由不同厂家提供的 NiTi 丝 (分别标以 1#, 2#, 3#) 进行弹性模量的测量。各金属丝的化学成分如表 1。

表 1 材料的化学成分

Table 1 Chemical composition of materials ($\omega/\%$)

Material	Chemical composition
1# NiTi	54.77%Ni+45.23%Ti
2# NiTi	54.27%Ni+45.73%Ti
3# NiTi	54.91%Ni+45.09%Ti
β -Ti	Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn
Stainless-steel	0Cr19Ni9

纳米压入法弹性模量通常是利用 Oliver 与 Pharr 提出的待测材料弹性模量的计算公式^[3]: $E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\beta\sqrt{A}}$,

$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$, 计算出材料的弹性模量 E , 其中

收稿日期: 2006-09-17

基金项目: 国家自然科学基金 (50571017) 和北京市自然科学基金 (2042015) 资助

作者简介: 尤 力, 男, 1982 年生, 硕士, 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083, E-mail: youli-0104321@163.com

E_t 为综合弹性模量, E 为被测试样弹性模量, E_i 为纳米压入仪压头的弹性模量, ν 和 ν_i 分别为被测试样和压头的泊松比。它是通过利用纳米压入仪来控制压头在材料中的压入和退出, 由仪器来测量接触面积(A), 以及载荷(P)和压入深度(h)的关系, 并由此得出初始卸载斜率(S)。在本实验中, 纳米压入仪选用美国 MTS 公司的 Nano Indenter XP 型微/纳米力学探针, 压头是 Berkovich 压头, 其 β 为 1.034。对金属丝进行了镶嵌和抛光处理。在制备好的试样上各随机选取 3 个点作为测量点, 材料的最大压痕深度设定为 500 nm, NiTi 丝的 ν 定为 0.33、 β -Ti 丝的 ν 定为 0.38、不锈钢丝的 ν 定为 0.27。

在纳米压入实验中, 用马德军提出的函数关系计算弹性模量, 则得到纯能量法弹性模量。该方法在相对钝化量 h/h_m 介于 $[0, 0.2]$ 之间时, 材料杨氏模量与压入参数之间有近似函数关系^[7]:

$$\frac{H_n}{E_t} = \frac{[1.1 - 1.5f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m)(W_e/W)](W_e/W)}{7.35(1 + \Delta h/h_m)^2 / f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m)\tan\theta} + \frac{(\Delta h/h_m)(W_e/W)}{7.35(1 + \Delta h/h_m)^2 / f_{\Delta 1}(\Delta h/h_m)\tan\theta}。$$

根据最大压入载荷(P_m)、最大压入深度(h_m)以及压头对应于最大压入深度时的横截面积(Ah_m)可计算出名义硬度 $H_n = P_m/Ah_m$; 通过积分纳米压入仪测定的加、卸载曲线可分别计算压入总功(W)和卸载功(W_e)。其他参数含义详见文献[7]。把它们代入上式就可求出综合弹性模量 E_t 。最后由综合杨氏模量的定义确定被测试

材料的弹性模量 $\frac{1}{E_t} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$ 。在纯能量法中,

标定的 Berkovich 压头的面积-深度关系为

$$A(h_c) = C_0 h_c^2 + \sum_{i=1}^8 C_i h_c^{1/2^{i-1}}, \quad \text{其中, } C_0 = 23.2514; C_1 = 6820.75; C_2 = -113066; C_3 = 249786; C_4 = 97455; C_5 = -477.103; C_6 = -60010.5; C_7 = -93081.6; C_8 = -110532。$$

静态拉伸法测量金属丝的弹性模量是在 Reger 电子万能材料试验机上进行的。该设备配备有高精度位移、力传感器。它通过计算机程序自动测量应力-应变曲线, 其弹性阶段的斜率即为弹性模量。同时为了比较静态拉伸结果, 又用光杠杆法测量了弹性模量。光杠杆法被认为是一种有效的测量金属细丝弹性模量的方法, 是利用光学放大原理测量不同加载时的微小长度变化, 从而得到应力-应变曲线, 就可计算出弹性模量。光杠杆法实验所选用的最大载荷为 70 N, 光学放大倍数为 50。

3 结果与分析

各方法实验结果如表 2~表 5 所示。通过数据分析, 各方法下每种材料的标准偏差值大部分比较小, 最大的值是 5.538, 说明所得结果离散度不大, 可以用于分析。从表中可以看出, 基于纳米压入仪的两类方法(纳米压入法和纯能量法)所得值比较接近, 基于静态拉伸原理的两类方法(Reger 静态拉伸法和光杠杆法)所得值也比较接近, 但是, 基于纳米压入仪的两类方法所得值和基于静态拉伸原理两类方法所得值之间有较大差别。

表 2 材料的弹性模量(纳米压入法)

Table 2 Elastic modulus of material (nanoindentation method)	Material	1#NiTi	2#NiTi	3#NiTi	β -Ti	Stainless-Steel
Elastic modulus /GPa		70.333	60.67	54.725	76.503	164.788
		62.465	61.65	48.88	78.851	160.238
		59.646	65.081		75.624	160.59
Average/GPa		64.148	62.467	51.803	77.528	161.477
Stdev		5.538	2.315	4.132	1.732	2.212

表 3 材料的弹性模量(纯能量法)

Table 3 Elastic modulus of material (pure energy method)	Material	1#NiTi	2#NiTi	3#NiTi	β -Ti	Stainless-Steel
Elastic modulus /GPa		57.577	49.837	47.258	76.596	145.644
		49.718	51.184	45.847	79.134	141.959
		48.782	50.926		74.829	143.421
Average/GPa		52.026	50.649	46.552	77.133	143.391
Stdev		4.83	0.714	0.997	1.853	1.617

表 4 材料的弹性模量(Reger 静态拉伸法)

Table 4 Elastic modulus of material (Reger static tension method)	Material	1#NiTi	2#NiTi	3#NiTi	β -Ti	Stainless-Steel
Elastic modulus /GPa		25.937	28.725	31.534	62.17	137.214
		25.415	28.43	31.403	51.592	147.667
		24.984			54.236	143.235
Average/GPa		25.445	28.577	31.468	55.999	141.614
Stdev		0.476	0.208	0.092	5.504	4.808

表 5 材料的弹性模量(光杠杆法)

Table 5 Elastic modulus of material (optical lever method)	Material	1#NiTi	2#NiTi	3#NiTi	β -Ti	Stainless-Steel
Elastic modulus /GPa		27.419	33.691	33.615	54.396	143.609
		27.678	35.213	34.289	51.831	134.829
		29.983	35.757	28.447	53.061	141.683
		29.226	27.554	27.165	52.271	134.829
				30.553		134.829
Average/GPa		29.008	33.283	30.814	52.889	137.956
Stdev		1.231	3.768	3.118	1.126	4.33

将不同方法下测量的各金属丝弹性模量绘制成比较图如图 1。每条线表示一种方法。每条线的连接点

是该种方法下材料弹性模量的均值。

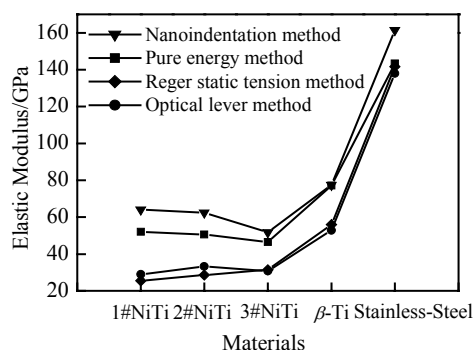


图 1 各种方法下的弹性模量

Fig.1 The elastic modulus by different methods

从图 1 中可以看出,静态拉伸实验的光杠杆法和 Reger 拉伸法的结果相差很小,说明二者有很好的一致性,可以认为静态拉伸法所测的结果应该是准确的。纳米压入法的结果明显比光杠杆法和 Reger 拉伸法的结果高,弹性模量越低相差越明显,尤其是 1#NiTi 丝和 2#NiTi 丝相差达 33 GPa 左右,其余几种材料都相差 20 GPa 左右。纯能量法结果在几种 NiTi 丝范围内比纳米压入法结果低,平均低 10 GPa 左右,但比光杠杆法和 Reger 拉伸法的结果平均高 20 GPa 左右。当材料为 β-Ti 丝时,纯能量法结果和纳米压入法结果基本上重合。而当材料为不锈钢丝时,纯能量法结果与光杠杆法和 Reger 拉伸法的结果基本上重合,比纳米压入法结果低 20 GPa 左右。

纳米压入变形是复杂应力状态,其测量原理是建立在接触力学的理论基础之上的,但是它又包含了部分经验的成分,加上样品材料在微纳米范围内的性能也容易受到各方面影响,所以在测量金属丝弹性模量时,测得的弹性模量和静态拉伸法的结果有较大的差异。其原因在于:第一,纳米压入法低估了真实接触面积,使纳米压入弹性模量升高;第二,被测材料因机械抛光产生的表面加工硬化层以及细丝的尺寸效应的影响导致了试样纳米压入弹性模量的升高。

虽然纯能量法在一定程度上排除了接触面积的影响,并使用了新的函数关系来计算弹性模量,使各金属丝的弹性模量均比纳米压入法低(β-Ti 丝例外),但其计算所用数据,比如面积深度关系、总功、卸载功、最大压深,最大载荷等均来源于纳米压入实验,仍不能排除被测材料因机械抛光产生的表面加工硬化层以及尺寸效应的影响,故其结果仍比静态拉伸法的结果高。对于不锈钢丝,纯能量法结果与静态拉伸法的结果基本重合,这应该是因为不锈钢丝的弹性模量和强

度高,所以其表面加工硬化层以及尺寸效应的影响较小的缘故。

为了建立丝材的基于纳米压入仪的弹性模量和基于静态拉伸原理的弹性模量之间的关系,分别以纳米压入法弹性模量均值和纯能量法弹性模量均值为纵坐标,以静态拉伸法弹性模量均值为横坐标,作出图 2 和图 3。通过对图 2 中数据点进行拟合,得到纳米压入法弹性模量(Y_1)和静态拉伸法弹性模量(X)的关系为: $Y_1=45.0993+0.4052X+0.00306X^2$,相关系数平方 $R^2=0.98523$ 。通过对图 3 中数据点进行拟合,得到纯能量法弹性模量(Y_2)和静态拉伸法弹性模量(X)的关系为: $Y_2=14.83158+1.25573X-0.0024X^2$,相关系数平方 $R^2=0.99242$ 。相比之下,纯能量法比纳米压入法的数据点更集中,精度更高。这两个关系式,为比较基于纳米压入仪的弹性模量和基于静态拉伸原理的弹性模量之间的关系提供了依据,使基于纳米压入仪的弹性模量和基于静态拉伸原理的弹性模量之间可以互相转化,从而为材料研究工作提供了方便。

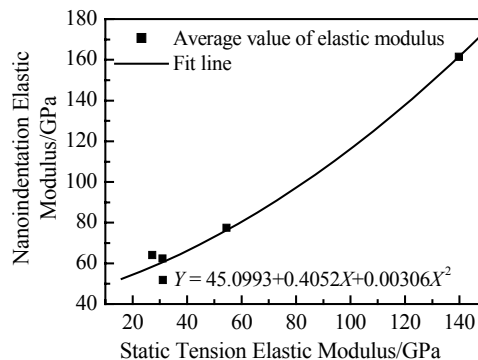


图 2 纳米压入法弹性模量与静态拉伸法弹性模量的关系

Fig.2 Relationship between the elastic modulus of nanoindentation method and the static tension method

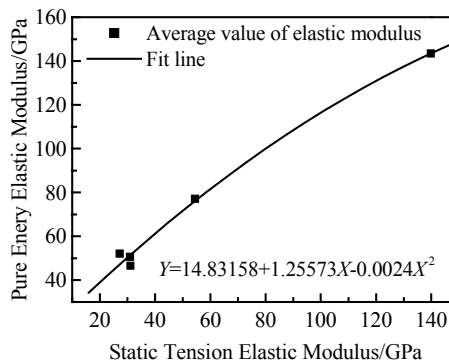


图 3 纯能量法弹性模量与静态拉伸法弹性模量的关系

Fig.3 Relationship between the elastic modulus of pure energy method and the static tension method

4 结 论

1) 纳米压入法弹性模量比静态拉伸法弹性模量大。纯能量法在一定程度上排除了接触面积的影响, 使各金属丝的弹性模量均比纳米压入法低, 但仍高于静态拉伸结果。

2) 对于弹性模量越低材料, 其基于纳米压入仪的弹性模量和基于静态拉伸原理的弹性模量之间的相差越大。对于弹性模量越高的材料, 其基于纳米压入仪的弹性模量和基于静态拉伸原理的弹性模量之间的相差越小。

3) 纳米压入法弹性模量 (Y_1) 和静态拉伸法弹性模量 (X) 具有关系 $Y_1=45.0993+0.4052X+0.00306X^2$; 纯能量法弹性模量 (Y_2) 和静态拉伸法弹性模量 (X) 具有关系 $Y_2=14.83158+1.25573X-0.0024X^2$ 。

参考文献 References

[1] Zhang Taihua(张泰华). *Micro/Nano-Mechanical Testing Tech-*

nology and Its Application(微/纳米力学测试技术及其应用)[M]. Beijing: Machinery Industry Press, 2004: 5

[2] Lin Zhi(林志), Wang Yanli(王艳丽), Lin Junpin(林均品) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2001, 21(4): 53

[3] Oliver W C, Pharr G M, Pharr G M. *Journal of Materials Research*[J], 1992, 7(6): 1564

[4] Cheng Y T, Li Z, Cheng C M. *MRS Proceedings*[C], Warrendale: MRS, 2001

[5] Cheng Y T, Cheng C M. *Applied Physics Letters*[J], 1998, 73(5): 614

[6] Ma Dejun(马德军), Liu Jianmin(刘建敏), Chung Wo Ong *et al. Science in China, Ser E*(中国科学, E 辑)[J], 2004, 34(5): 493

[7] Lin Shu(林抒), Gong Zhenxiong(龚镇雄). *General Physics Experiment*(普通物理实验)[M]. Beijing: People's Education Press, 1981: 48

Measurement Study for Elastic Modulus of Metal Wires

You Li¹, Song Xiping¹, Lin Zhi¹, Zhang Bei²

(1. State Key Laboratory for Advanced Metals and Material, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

(2. Department of Physics, School of Applied Science, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: The elastic modulus of β -Ti wire, stainless steel wire and three kinds of NiTi wires were measured by nanoindentation method and static tension method. The results showed that the elastic modulus by nanoindentation method were larger than that by the static tension method; the lower elastic modulus of materials, the greater difference between these two methods. The reason for that might be attributed to the surface hardened layer and size effect of specimens. Through data analysis, an approximate relationship between elastic modulus of nanoindentation method and elastic modulus of static tension method was set up.

Key words: nanoindentation; metal wire; elastic modulus; optical lever

Biography: You Li, Master, State Key Laboratory for Advanced Metals and Material, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, E-mail: youli-0104321@163.com