

对压痕硬度试验方法的分析研究

刘美华¹ 王 静² 王东爱¹

(1. 天津商学院工学院, 天津 300134; 2. 解放军军事交通运输学院基础部, 天津 300161)

摘要 比较系统地分析了传统的布氏、洛氏、维氏、玻氏等七种常用压痕硬度试验法之间及它们与纳米压痕硬度试验法之间的异同, 概括地分析了压痕硬度试验法研究的主要内容、现状及应用, 讨论了压痕硬度试验法的研究重点——纳米压痕硬度试验法。这种试验方法主要是通过对卸载曲线的研究计算被测材料弹性模量及其它相关参数, 它在薄膜材料及材料的微区域等方面的力学性能研究中表现出极大的优势。

关键词 压痕硬度试验 纳米压痕硬度 载荷-深度 力学性能

对于材料硬度, 国内外至今还没有一个包括所有试验方法在内的统一而明确的定义, 因为硬度值不仅与被测材料的性质有关, 也与测量方法及测量条件有关。如不同材料, 其硬度值可能不同, 也可能相同; 而相同材料在不同的条件(如试样温度不同, 或表面粗糙度不同等)下测量, 或采用不同的测量方法, 其硬度值可能不同。就被测材料而言, 硬度代表着一定形状和材质的压头在试验载荷的作用下所反映出的材料弹性、塑性、强度、韧性及耐磨性等一系列不同物理、力学性能的综合指标^[1]。由于硬度试验是力学性能测试中一种最经济、最迅速的方法, 并且硬度试验的结果能敏感的反映出材料在化学成分、组织结构和热处理工艺上的差异, 所以, 硬度试验成为材料力学性能测试中最常用的一种方法。

1 硬度的试验方法

为了比较各种固体材料的软硬, 自 1722 年 Reaumur 首次应用矿物对金属进行刻划的硬度试验以来^[2], 人们提出过几百种测试材料硬度的方法, 归纳起来有: 压痕试验法、动力冲击试验法、划痕法及间接试验法。

1.1 压痕试验法

这类试验法是通过一定形状的压头(球体、金刚石圆锥体或其它锥体等)将载荷施加在被测材料表面上, 使材料表面产生压痕(即发生塑性变形), 再根据总施加载荷与所产生压痕面积之间的关系, 或与深度之间的关系, 给出其硬度值。

根据施加载荷的大小, 压痕试验法又分为宏观硬度、显微硬度和纳米硬度三类。宏观硬度和显微硬度属于静力压痕试验, 纳米硬度属于压入压痕试验。

常用宏观硬度有布氏硬度、宏洛氏硬度、洛氏硬度等。对于载荷的下限确定, 不同国家有所不同, 如

日本、美国和前苏联等定为 10 N 以上, 欧共体国家和国际机构则定为 2 N 以上^[3]。常用显微硬度包括表面洛氏硬度、维氏硬度、努氏硬度、玻氏硬度等, 其载荷的范围一般是上限为 10 N 或 2 N, 下限为 10 mN 左右。纳米硬度, 有文献也称为玛氏硬度, 或称万能硬度、广义硬度, 其载荷一般在 700 mN 以下。

几种常用压痕硬度试验法的比较见表 1。

1.2 动力冲击硬度试验法

将一个具有标准质量与尺寸的物体从某一高度(具有一定的势能)下落到被测物体的表面, 并从其表面弹起, 根据回弹高度来确定被测物体的硬度值。常用方法有肖氏硬度(又称邵氏硬度)、锤击式布氏硬度试验等。

1.3 划痕法

也称莫氏硬度, 它是在具有小曲率半径的硬质压头上施加一定的法向力, 并使压头沿试样表面刻划, 以材料抵抗刻划的能力作为衡量硬度的依据。这种方法适用于测量块体材料或表面涂层材料抵抗划痕的能力、摩擦力、抗变形能力及薄膜对基体粘着能力。

1.4 间接测量法

这类硬度测量方法的基本原理是利用被测材料的硬度与某些物理量之间的对应关系, 通过测定某一物理量的大小, 间接判别材料的硬度值, 常用方法有超声波法、剩余磁感应法、磁导率法等。

2 压痕硬度试验的主要研究内容

压痕硬度试验法在实际中应用非常广泛, 既适用于金属材料的测定, 也适用于非金属材料, 既适用于块体材料, 也适用于薄膜、涂层材料。相对其它硬度试验方法, 人们在压痕硬度试验方面所做的研究

表 1 常用压痕硬度试验法的比较

试验法	压 头	硬度计算式	应 用	说 明
布氏	球状	$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	块状材料	硬度值为压痕凹印单位面积上所承受的平均压力, 为常数
宏洛氏	球状	$HMR = 1000 - \frac{\Delta h}{0.001}$	块状金属	
洛氏	球状、圆锥状	$HR = K - \frac{\Delta h}{0.002}$	块状硬材料	
表面洛氏	圆锥状	$HR = 100 - \frac{\Delta h}{0.001}$	薄试件	
维氏	正四棱锥状	$HV = 1854.4 \frac{F}{d^2}$	薄膜或薄试件	硬度值的确定同布氏
努氏	菱面锥体状	$HK = 14235 \frac{F}{L^2}$	薄而脆材料	硬度值的确定同布氏
玻氏	正三棱锥状	$HB = 10711 \frac{F}{L^2}$	薄膜或薄试件	硬度值的确定同布氏
玛氏	正四棱锥状	$HU = \frac{F}{26.43 h^2}$	超薄膜	硬度值为最大载荷与接触面积的比值, 是一个随压痕深度而变化的量
	正三棱锥状	$HB = \frac{F}{24.56 h^2}$		

工作更多一些, 内容主要集中在以下几个方面。

2.1 不同硬度试验方法之间的关系研究

不同硬度试验方法之间没有理论上的联系, 若能通过某种方法在它们之间建立一定的联系, 将对科学研究和生产检验工作有很实际的应用^[4]。正因如此, 国内外一些学者在这方面作了大量的研究工作, 也得到一些有意义的公式, 如国外研究者 Qv-arnstrom 提出的 HV 与 HRC 的互换公式为

2.4 表面及环境对硬度测量的影响

在大多数多晶材料自由表面和晶界上发生的固态过程动力学都受表面或晶界结构和性质的影响, 而大量的试验结果表明^[6], 当晶界上存在某些物质的正偏析时, 晶界区的显微硬度将比晶粒内部高出 10% ~50%, 影响范围可达距晶界几微米处, 并且发现这种晶界硬化程度和区域范围受溶质种类、温度、冷却速度、测试条件等影响很大。所以, 根据晶界或自由表面邻近区域与晶粒内部的显微硬度差异可以检测出晶界或自由表面上的局部缺陷密集度。

工作主要集中在金属材料, 对于塑料及其它材料的研究工作做的却很少。

$$HV = \frac{223 \times HRC + 14500}{100 - HRC} \tag{1}$$

$$HRC = \frac{100 \times HV - 14500}{HV + 233} \tag{2}$$

但由于硬度试验标准不同, 这些公式不具有普遍的指导意义。此外, 也有不少关于布氏硬度与洛氏硬度之间、维氏硬度与布氏硬度之间的关系式, 这里不再一一赘述。

2.2 宏观与微观硬度之间的关系

建立宏观与微观硬度之间的关系^[5], 通过材料的微观硬度值方便地计算出其宏观硬度值, 这样将大大提高材料宏观硬度测量精度。因为, 相对于宏观硬度测量, 显微硬度测量对试样的要求较高, 测量精度也相对较高。

2.3 硬度与其它力学性能之间的关系

有关这方面的内容一直是相关研究人员的主要工作之一, 因为硬度与材料的其它力学性能有着特殊的关系, 虽然没有很严格的对应关系, 但根据大量的试验数据可以建立材料硬度与某些性能指标的关系已是一个不争的事实。但是, 有关这方面的研究

P. A. Rebinder 于 1928 年首先用试验证实, 化学吸附的表面活性物质能影响某些矿物的显微硬度。此后, 人们便开始了这方面的研究工作, 研究表明, 给定的化学环境对材料显微硬度的影响在很大程度上取决于材料中原子间键的特性。金属键的晶体不易受环境的影响, 但共价键或离子键的晶体受环境影响显著。

2.5 载荷与压痕深度之间的关系

载荷与压痕深度之间的关系是目前研究的重点内容。对于传统的压痕硬度试验技术, 无论宏观硬度测量, 还是显微硬度测量, 都仅能得到材料的塑性性质。随着现代科技的发展, 人们在设计产品时不仅要了解材料的塑性性质, 更需要掌握材料的弹性性质, 尤其随着表面工程技术及微机电系统的发展, 传统的硬度测量已无法满足新材料研究的需要, 所

以,自 20 世纪 80 年代硬度试验又有新的发展,纳米硬度试验技术应运而生,此时的研究重点为研究载荷与压痕深度之间的关系,并通过这一研究进一步建立材料硬度试验的相关参数与其它力学性能指标之间的数学关系。

最先系统论述有关压痕深度测量中的载荷-位移关系及相关问题的是美国的 W. C. Oliver 和 G. M. Pharr 两位学者^[7,8]。

在纳米压痕硬度试验中,卸载曲线非常重要。对于大多数的弹塑性材料,使用球形压头,其卸载曲线为:

$$P = \frac{4}{3} RE_{eff}(h - h_f)^{\frac{3}{2}} \quad (3)$$

式中: P ——载荷;

R ——等效半径;

E_{eff} ——压头与被测材料的复合弹性模量;

h ——接触压痕深度;

h_f ——塑性压痕永久深度值。

并有如下关系式存在:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (4)$$

式中: R_1 、 R_2 ——分别为球压头半径、压痕半径。

E_{eff} 借助于式(3)可以计算得到。同时, E_{eff} 与被测材料、压头的弹性模量存在式(5)关系:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (5)$$

式中: E ——被测材料的弹性模量;

ν ——被测材料的泊松比;

E_i ——压头的弹性模量;

ν_i ——压头的泊松比。

这样,通过纳米压痕硬度试验法比较方便地得到被测材料的弹性模量。

3 压入硬度试验的应用

压痕硬度试验方法在材料性能研究中的应用越来越得到有关研究人员的关注,尤其是纳米压痕硬度试验,因其在表面工程等领域中的应用所显示出的极大便利而得到越来越广泛的重视。压入硬度试验应用主要在如下几个方面:

(1) 研究复合材料微区中力学性能的分布状况^[9]。复合材料的裂纹尖端附近、界面附近、晶界附近的超显微硬度分布是不同的,试验发现裂纹尖端附近的硬度分布趋势与缺口所受的应力状态相一致,超显微硬度测量的塑性区形状和尺寸与断裂力

学计算出的塑性区形状、尺寸能够很好地吻合。在对晶界、晶面硬度测量中也有类似现象存在。晶界的超显微硬度高于晶内的,与晶界附近力学强度的分布趋势相同。这说明超显微硬度能够较灵敏地测定复合材料微区的其它力学性能。

(2) 用于检测薄膜或材料微小区域的断裂韧性^[10]。材料的断裂韧性 K_{IC} 可由式(6)确定:

$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{C^2} \right) \quad (6)$$

式中: α ——与压头形状相关的经验系数;

H ——硬度;

C ——径向裂纹长度。

试验首先用 Berkovich 压头获得材料的硬度 H 和弹性模量 E ,再用 Cube-corner 压头在材料中产生径向裂纹,然后即可由(6)式计算出材料的断裂韧性。

(3) 用于材料蠕变性能的测试。蠕变试验是探求应力与失效时间之间的关系,即强度与时间的依赖关系。对于许多高分子材料,应力与时间可用式(7)表达^[11]:

$$t = t_0 e^{\frac{U_0 - r\sigma}{ST}} \quad (7)$$

式中: t ——时间;

t_0 ——常数,对许多高分子材料来说,近似为

$$1 \times 10^{-12} \text{ s};$$

U_0 ——断裂过程的活化能;

r ——依赖材料结构的系数;

σ ——应力;

S ——摩尔气体常数;

T ——绝对温度。

在纳米压入硬度试验中,硬度值计算公式为:

$$H = \frac{P}{A} \quad (8)$$

式中: A ——压痕接触面积。

硬度值是压痕平均接触压力,可等效于材料的应力 σ ,这样便建立起材料的硬度与失效时间之间的关系:

$$t = t_0 e^{\frac{U_0 - r\sigma}{ST}} \quad (9)$$

该式描述的蠕变可以进一步通过试验加以验证。

4 结语

由于纳米压痕深度一般控制在微米甚至纳米尺

度,所以成为电子薄膜、各类涂层、材料表面的力学性能检测的理想手段,并不断向微电子、集成微光机电系统、生物材料、医疗器材等领域延伸,已成为检测材料微小区域力学性能的有效手段。在未来的几年内将会有更大的发展。

参 考 文 献

1 虞伟良. 硬度测试技术的新动态与发展趋势.理化检验 - 物理分册,2003,39(8) : 401
2 韩德伟. 金属的硬度及其试验方法. 湖南: 湖南科学技术出版社,1983.
3 张泰华,杨业敏. 纳米硬度技术的发展和运用. 力学进展,2002,32(3) : 349
4 完卫国. 布氏洛氏维氏硬度值互换数学公式的探讨. 马钢科研,1991(1) : 76

5 王庆山. 显微维氏硬度换算至宏观维氏硬度的方法探讨. 理化检验 - 物理分册,2003,39(5) : 246
6 叶笃毅,王德俊,高峰,等. 利用压痕硬度研究疲劳中材料表面塑性行为. 东北大学学报(自然科学版),1996,17(2) : 50
7 Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J Mater Res,1992,7(6) : 1564
8 Oliver W C, Pharr G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. J Mater Res,2004,19(1) : 3
9 刘澄,张国定. 用超显微硬度方法研究复合材料微区力学性能. 机械工程学报,1999,23(2) : 20
10 李河清,蔡殉,陈秋龙. 纳米压入技术表征薄膜(涂层) 的力学性能. 材料热处理学报,2001,22(4) : 52
11 许凤和. 高分子材料力学试验. 北京: 科学出版社,1987.

ANALYSIS OF TEST METHODS FOR INDENTATION HARDNESS

Liu Meihua¹, Wang Jing², Wang Dongai¹

(1. School of Mechanical Engineering, Tianjin Commence University, Tianjin 300134, China; 2. Military Traffic Institute, Tianjin 300161, China)

ABSTRACT The features of nano-indentation hardness test were compared with those of traditional indentation hardness test such as Brinell, Rockwell, Vickers, Barcol and so on. The main contents, status quo and application of hardness experiments were discussed. As a focus of these methods, nano-indentation hardness method was discussed emphatically. The modulus of elasticity and other parameters were calculated in nano-indentation hardness measure, using load and displacement sensing indentation experiments. So nano-indentation hardness test had huge advantages in studying the mechanical properties of thin film and the mechanical properties of minute area of material.

KEYWORDS indentation hardness test, nano-indentation hardness, load-deepness, mechanical property

注塑成型与挤出技术混合工艺

注塑挤出混合技术(IMC) 适用于需要加入添加剂的大型部件生产,这在汽车领域方面尤其显著。IMC 最突出优点是降低生产成本。在 IMC 系统中,一般采用的往复螺杆注射装置由一台同向旋转式双螺杆挤出机和一套专用注射装置取代。双螺杆挤出机与注射装置之间有一储料缸,在注射和保压过程中注料,从而在连续挤出和间歇注射之间形成缓冲,经挤出机混合的熔体从储缸注入注射装置。储料缸和注射装置由控制阀独立运行,在注射过程中积蓄最大的压力。

(华)

伊士曼推出两种聚酯新品

近日,伊士曼化工公司又推出牌号为 Glass Polymer EB062 和 Embrace High Yield 的聚酯。

Glass Polymer EB062 专用于开发生产挤出吹塑厚壁制品,拥有水一样的透明性、耐化学性和优良的加工性,用这种新牌号加工的容器光透过率大于 90%,容器耐光照、不易破碎、韧性良好,而且可着色成多种颜色,主要用于包装化妆品和卫生护理用品。标签还可制成为不透明的亮白色,防止紫外光对容器内物品的辐照。

Embrace High Yield 是一种新的收缩标签用共聚聚酯产品,有许多独特的性能,由于其制备标签时形成微小空气穴,而具有微孔结构。由于这种结构,新材料制备的收缩标签密

度小于 1.0 g/cm³,因而十分容易从回收 PET 中分离出来,微孔结构还使薄膜触感柔软,像番茄酱、调味品之类产品包装成型(挤压) 时不变形。

(毅佳)

科莱恩推出特殊效果着色母料

瑞士科莱恩公司母料子公司推出几种新的着色母料,具有变色、遇热变色及具有软缎效果等特殊功能。其中一种产品是变色着色母料,制品着色后从不同角度看会有不同颜色。另一种新产品是热色母料,其特点是颜色会随温度变化而变化,受热或冷却时会变色,重新达到室温时又恢复为起始的颜色。还有一种柔软膨松树脂配混料与色母料的复配物能使制品具有光滑的外观,已实际用于聚丙烯盖子生产。这一产品还有软缎效果,加入后制品看起来有光泽。

(张帆)

住友化学将在珠海建聚丙烯装置

日本住友化学公司将在中国广东省珠海市建设一套聚丙烯(PP) 合成装置,计划于 2006 年中期完工,初始产能为 1 万 t/a。该公司计划第一阶段完工后,将装置产能扩大 1 倍,达 2 万 t/a。该装置将由计划于今年 5 月份成立的合资企业住友聚合化合物(珠海) 有限公司拥有。在该合资企业中,住友将持股 55%,而日本 Toyo Ink 制造公司将持股 45%。PP 树脂将由住友在新加坡的生产厂来提供,珠海装置生产的 PP 化合物将用于生产汽车保险杠及内部材料。

(中化)