

高温仪器化压入测试中热接触对位移测量漂移的影响¹⁾

陈克* 冯义辉* 彭光健† 张泰华†,2)

* (中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京 100190)

† (浙江工业大学机械工程学院, 杭州 310014)

摘要 基于对室温压头和热试样接触后传热过程的分析, 重点研究热接触引起的压头基托热膨胀对高温仪器化压入测试中位移测量漂移的影响. 首先, 通过热传导理论分析, 获得热接触后基托内温度场分布的解析解, 进而研究基托热膨胀引起的位移测量漂移量; 然后, 建立有限元分析模型, 数值模拟高温仪器化压入过程, 验证理论模型的准确性. 研究发现, 压头与热试样接触面间的热传导性质显著影响基托内的温度场分布; 对于不同材料的试样, 接触面间传热性能不同, 基托的热膨胀量差异可以达到几个数量级. 研究结果有助于优化高温压入测试程序, 提高测试的可靠性.

关键词 仪器化压入, 高温, 接触热传导, 热膨胀, 位移漂移

中图分类号: O348.3 文献标识码: A doi: 10.6052/0459-1879-14-297

引言

随着新材料的研制和发展, 仪器化压入测试在薄膜/涂层、非晶合金、生物材料、微机电系统等相关领域得到广泛应用, 逐渐成为微/纳米尺度材料力学参数识别的通用测试技术. 现有的测试技术是基于室温工况而建立的, 为了掌握材料在不同温度下的力学性能, 需要研究非室温下的压入测试技术. 仪器化压入测试的压入深度通常在几十纳米至几微米^[1], 测试条件的不稳定较易引起位移测量误差. 高温仪器化压入测试中, 室温压头与热试样的非等温接触导致压头和部分压杆热胀冷缩, 引起测量位移的热漂移, 降低测试的准确性. 因此, 必须研究高/低温仪器化压入测试中热接触对位移测量漂移的影响.

近年来, 由于仪器设备、材料种类和温度范围各异, 在高温仪器化压入测试研究领域主要出现以下 2 种不同的研究方向:

(1) 稳态热接触研究. Schuh 等^[2]和 Trenkle 等^[3]基于 Hysitron 公司的 Triboindenter[®] 纳米压入系统:

室温压头和热试样首先在 $1\ \mu\text{N}$ 或 $2\ \mu\text{N}$ 的设定载荷下接触 75 min, 压头和试样的温度场达到各自的稳态后, 开始进行压入测试. Schuh 等^[2]和 Trenkle 等^[3]从实验和理论两方面分析, 研究压头和试样稳态热接触后的传热引起设备构件的热胀冷缩对位移测量的影响, 理论分析时未考虑压头和热试样接触面间接触热阻对温度场的影响. Lee 等^[4]在 Schuh 等^[2]研究的基础上, 同样假设压头与试样接触面间接触热传导系数为无穷大, 进行有限元模拟分析. 其研究表明, 热漂移率受压头基托材料、试样种类和接触时间的影响, 可以达到几个数量级的差异; 对较软的金属试样应严格控制压入深度, 以减小热接触时间和面积.

(2) 等温接触研究. Everitt 等^[5]基于 Micro Materials 公司的 NanoTest[®] 纳米压入测试系统: 采用两个单独的加热装置, 分别加热压头和试样, 温度每升高 100 K, 整个系统需平衡 1 h, 以保证压头与试样接触面温度相同, 然后进行压入测试. Everitt 等^[5]从有限元模拟和实验两方面对比分析, 研究等温和非等

2014-09-26 收稿, 2014-12-25 录用, 2014-12-29 网络版发表.

1) 国家自然科学基金资助项目 (11025212, 11272318, 11302231 和 11402233).

2) 张泰华, 教授级高工, 主要研究方向: 微/纳米力学测试技术和性能表征. E-mail: zhangth@zjut.edu.cn

引用格式: 陈克, 冯义辉, 彭光健, 张泰华. 高温仪器化压入测试中热接触对位移测量漂移的影响. 力学学报, 2015, 47(2): 270-278

Chen Ke, Feng Yihui, Peng Guangjian, Zhang Taihua. Thermal contact-induced displacement drift in high-temperature nanoindentation. Chinese Journal of Theoretical and Applied Mechanics, 2015, 47(2): 270-278

温接触压入测试中位移漂移率的变化情况. 其研究表明, 压头和试样等温接触, 可以比较有效地减小位移漂移量; 非等温接触时, 对于热传导率较大的金属试样, 位移漂移量会超过设定阈值, 建议采用快速加载方式以避免出现较大的热漂移 [6-7]. 因此, 现有的研究很少研究高温下快速压入测试的情况, 考虑压头与试样接触面间导热性质的瞬态热传导情况也较少, 通常不考虑固体接触热阻对温度场的影响 [8-10].

目前, Agilent 公司推荐 Nano Indenter[®] G200 采取快速测试 (fast testing) 的方式: 加卸载过程各 1 s, 无预先热接触和热平衡过程, 最大压入载荷 300 mN, 加载速率为 300 mN/s. 压头与试样间存在接触热阻, 为非等温接触, 且接触面间传热为瞬态热传导. 因此, 本文将针对 Agilent 公司的 Nano Indenter[®] G200 的高温压入装置, 重点研究压头和热试样接触面间热传导性质对基托内温度场的影响机制, 分析压头基托热膨胀引起的位移测量漂移量, 探讨如何优化测试程序, 以便获得可靠的压入载荷-深度曲线.

1 热传导理论分析

分析对象为纳米压入仪的核心活动部件——压头. 其由两部分组成: 前部为金刚石压尖 (diamond tip), 用于压入试样; 后部为不锈钢基托 (stainless steel holder), 用于固定压头前部和连接仪器压杆 [1]. 其侧视图如图 1 所示.

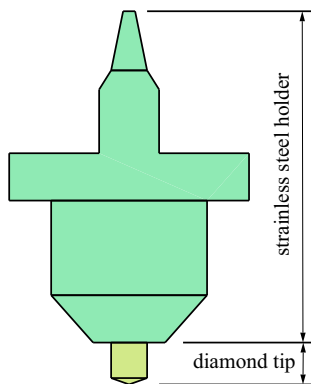


图 1 压头的侧视图

Fig. 1 Side elevation of the nanoindenter

为了便于分析, 简化压头模型 (参见图 2(a)): 基托部分根据等效体积法简化为圆柱体, 选择相同的高度计算出等效半径; 正三棱锥尖端简化为等效半锥角为 70.3° 的圆锥体. 简化后的热压入模型局部放

大示意参见图 2(b).

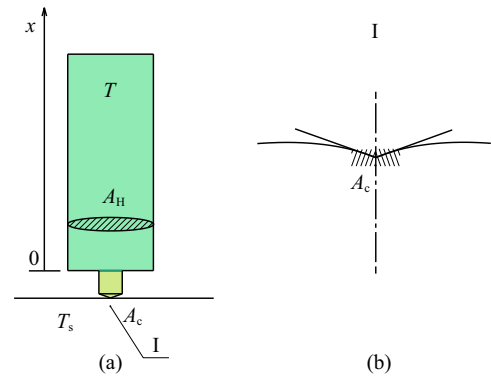


图 2 热压入的简化模型示意图

Fig. 2 Illustration of the simplified model of hot nanoindentation

1.1 基本假设

(1) 待测试样温度保持恒定. 压头压入试样前, 先通过热台 (hot stage) 将待测试样加热到特定温度, 试样温度均匀后开始测试. 试样尺寸相对于压头足够大, 可等效成半无限大体, 如图 2(a) 所示. 采用快速测试的方式, 即压头与试样从接触到分离仅经历数秒时间, 所以暂不考虑压头对试样表面局部温度的影响.

(2) 压头前部的金刚石瞬间达到热平衡. 在传热学中, 可以通过热传导特征时间表征不同的材料的导热性能. 热传导特征时间 [11] 表示为

$$t_{h.c.} \approx \frac{\rho c l^2}{\kappa} \quad (1)$$

式中, ρ 为密度, kg/m^3 ; c 为比热容, $\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$; κ 为热传导率, $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$; l 为特征长度, 表征压头的金刚石压尖和不锈钢基托两部分的竖向几何高度尺寸. 根据式 (1), 结合表 1 所列的参数进行估计, 金刚石和不锈钢的热传导特征时间分别约为 1×10^{-4} s 和 7 s, 两者热传导特征时间相差 5 个量级. 由此假定, 压头和热试样接触后, 压头前部的金刚石压尖瞬间达到热平衡 [12-13]. 金刚石压尖的几何特征仅导致热传导通道的横截面积大小, 由实际接触面积 A_c 过渡到基托横截面积 A_H , 如图 2 所示.

(3) 压头与试样之间的热接触属于非理想接触. 接触面的局部放大示意图参见图 3, 由于实际接触面的粗糙不平, 接触面间的热传递为两固体材料接触点的固体导热与空气间隙导热的复合 [14]. 而空气的导热系数远低于固体材料, 温度场的求解不容忽视

固体接触热阻的客观存在, 因此接触的两表面间具有温度差.

(4) 不锈钢基托和金刚石压尖在压入过程中只发生理想弹性变形, 且假定其不受温度的影响. 基于假设 (1) 中待测试样温度保持恒定, 本文中试样的属性参数直接采用所研究的测试温度 (473 K) 下的数值, 如表 1 所示.

基于以上假设, 高温仪器化压入测试中的热接触问题可以简化为, 考虑固体接触热阻的半无限大热试样与室温压头接触时的一维瞬态热传导问题. 由

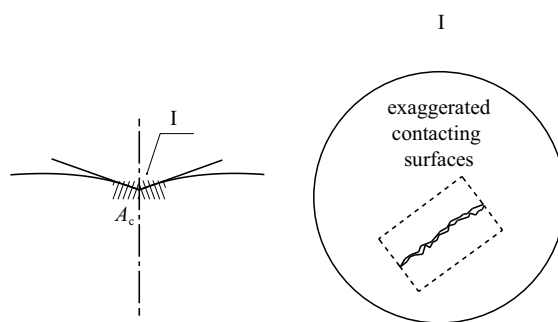


图 3 接触面的局部放大示意图

Fig. 3 Illustration of the local amplification of contacting surface

表 1 材料属性参数表

Table 1 Materials' properties used in this study

Properties	Stainless steel	Diamond	Fused silica (473 K)	Copper (473 K)
$\rho/(\text{kg}\cdot\text{m}^{-3})$	7900 ^[14]	3510 ^[16]	2203 ^[19]	8960 ^[18]
$c/(\text{J}\cdot(\text{kg}\cdot\text{K})^{-1})$	510 ^[14]	502 ^[16]	753.74 ^[17]	385 ^[18]
E/GPa	206 ^[1]	1050 ^[16]	75.02 ^[4]	103.94 ^[4]
Y/GPa	—	—	5.79 ^[4]	0.28 ^[4]
ν	0.3 ^[1]	0.07 ^[16]	0.17 ^[16]	0.33 ^[4]
$\kappa/(\text{W}\cdot(\text{m}\cdot\text{K})^{-1})$	14 ^[14]	2050 ^[16]	1.56 ^[4]	388.12 ^[4]
α	1.6×10^{-5} ^[14]	8×10^{-7} ^[16]	5.5×10^{-7} ^[4]	1.65×10^{-5} ^[4]
l/mm	5 ^[16]	0.4 ^[16]	—	—

于压头和热试样的初始温度不同, 两者接触后, 压头及其上部压杆温度会发生变化, 产生热胀冷缩, 引起位移测量漂移. 压头部分的温度场变化尤为关键, 而金刚石压尖瞬间达到热平衡, 分析最邻近的不锈钢基托内的温度场变化成为主要任务: 通过热传导理论分析, 研究热接触后基托内温度场的变化情况, 近似确定不同试样组合下基托热膨胀引起的位移漂移量, 以便确定相应的热压入测试条件, 优化高温压入测试程序, 提高测试的可靠性.

1.2 接触面间的热传导分析

压头与热试样之间为非理想热接触, 即受固体接触热阻的影响, 接触面间具有温度差. 为研究高温仪器化压入测试中热接触对位移测量漂移的影响, 必须首先分析接触面间的热传导性质及其对压头基托内温度场的影响机制. 固体接触热阻和接触热传导系数成倒数关系

$$R = \frac{1}{k} \quad (2)$$

式中, R 为固体接触热阻, k 为接触热传导系数. 相互接触的两固体表面之间一般通过直接接触点的

传热、间隙气体对流传热和辐射传热 3 种方式传热^[21-24], 所以接触热传导系数包含如下 3 部分

$$k = k_c + k_g + k_r \quad (3)$$

式中, k_c 为直接接触导热系数, k_g 为间隙气体对流传热系数, k_r 为两物体间的辐射传热系数. 3 种传热方式的贡献大小不等, 且随着接触情况的不同而变化. 其中, 直接接触导热系数 k_c ^[22] 可以表示为

$$k_c \approx \frac{p_0 \kappa_r}{E_r u_0} \quad (4)$$

式中, p_0 为两接触面间的挤压压强, κ_r 为折合热传导率, E_r 为折合弹性模量, $u_0 \approx R_{\text{RMS}}$ ^[22], R_{RMS} 为表面均方根粗糙度 (root-mean-square surface roughness). $1/\kappa_r = 1/\kappa_s + 1/\kappa_i$, $1/E_r = 1/E_s + 1/E_i$, κ 为热传导率, E 为弹性模量, 下角标 s 和 i 分别表示试样材料和压尖材料. 对于熔融石英和铜试样, k_c 的数量级分别为 $10^6 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ 和 $10^8 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$. 间隙气体对流传热系数^[22] 可表示为

$$k_g = \kappa_{\text{gas}} \langle (d + \lambda)^{-1} \rangle \quad (5)$$

式中, d 为接触面的间隙距离, Λ 为气体的平均自由程, $\langle \rangle$ 表示取总体平均值. 在大气压强和室温下 $\kappa_{\text{gas}} \approx 0.02 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, $\Lambda \approx 65 \text{ nm}$, d 取为 10 nm 量级, 所以 $k_g \approx 1 \times 10^5 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$. 辐射传热系数^[13]可表示为

$$k_r = \sigma \frac{T_s^4 - T_0^4}{T_s - T_0} \quad (6)$$

式中, $\sigma = 5.669 \times 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K}^4)$ ^[13] 为斯蒂芬-玻尔兹曼常数 (Stefan-Boltzmann constant), T_s 为待测试样所需加热到的温度, T_0 为室温压头的初始温度. 当 $T_s = 473 \text{ K}$, $T_0 = 293 \text{ K}$ 时, 估算得到 $k_r \approx 13 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$.

经上述分析, 3 种传热系数之间存在数量级上的差异, 表明压头与试样的直接接触传热占主导部分. 而且, 实际的压入测试是在密闭箱内进行的, 其内部空气流动接近静止, 空气对流传热影响较小, 可以忽略. 当温度低于 773 K 时, 辐射传热也可以忽略^[3]. 故有近似关系

$$k \approx k_c \approx \frac{p_0 k_r}{E_r u_0} \quad (7)$$

压尖材料为金刚石, 试样材料可选. 由式 (7) 可知, 压头与热试样间的接触热传导系数随被测试样及其接触情况的不同而改变. 被测试样的导热性能越好, 挤压压强越大, 表面粗糙度越低, 接触面间的传热性能就越好. 熔融石英 (fused silica) 和纯铜 (copper) 是热性能差异显著的两种材料, 熔融石英可视为热绝缘性材料, 而铜则为良导热性材料, 两者的接触热传导系数数量级分别为 $10^6 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ 和 $10^8 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$, 相差 2 个数量级. 接触面间热传导性质又影响压头基托内温度场的重新分布, 以及热膨胀引起的位移漂移, 详见 1.3 节.

1.3 热传导方程的建立及其求解

为了尽可能降低压头与试样间的温度差对位移测量的影响, Agilent 公司的 Nano Indenter[®] G200 纳米压入系统推荐高温压入采取快速测试的方式, 压入时间仅为数秒. 短时间内, 热试样与室温压头接触所传递的热量尚未均匀分布, 压头基托内温度场改变, 且随时间发生变化, 为瞬态热传导.

基于 1.1 节的简化模型和基本假设, 列出相应的导热微分方程, 并确定边界条件和时间条件, 进而导出压头基托内温度场分布的解析解.

常物性一维温度场的非稳态导热微分方程^[24]为

$$\frac{\partial^2 \vartheta(x, t)}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial \vartheta(x, t)}{\partial t}, \quad 0 < x < \infty, t > 0 \quad (8)$$

式中, $a = \kappa/\rho c$ 为基托的热扩散率, m^2/s ; 表征热传导过程中物体内温度场趋于一致的能力; x 为自压头基托下端沿轴线的距离, 如图 2(a) 所示; $\vartheta(x, t) = T(x, t) - T_0$ 为温度的变化量, $T(x, t)$ 为压头基托内温度场分布.

求解上述微分方程, 需要确定出定解条件. 本文研究问题中的定解条件包含两部分: 温度边界条件和时间初始条件, 表示如下

$$\left. \begin{aligned} \kappa A_H \frac{\partial \vartheta(x, t)}{\partial x} + k_c A_c (\vartheta(x, t) - \vartheta_0) &= 0, & x = 0, t > 0 \\ \vartheta(x, t) &= 0, & x \rightarrow \infty, t > 0 \\ \vartheta(x, t) &= 0, & x \geq 0, t = 0 \end{aligned} \right\} \quad (9)$$

式中, $\vartheta_0 = T_s - T_0$, 定解条件式 (9) 中第 1 式为非理想接触情况接触面上的边界条件, 把固体接触热阻的影响考虑在内, 即相接触的两表面间存在温度差. 得到压头基托内温度场分布的解析解为

$$T(x, t) = \vartheta_0 \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{\sqrt{4at}}\right) + T_0 - \vartheta_0 e^{Gx + G^2 at} \cdot \operatorname{erfc}\left(G\sqrt{at} + \frac{x}{\sqrt{4at}}\right) \quad (10)$$

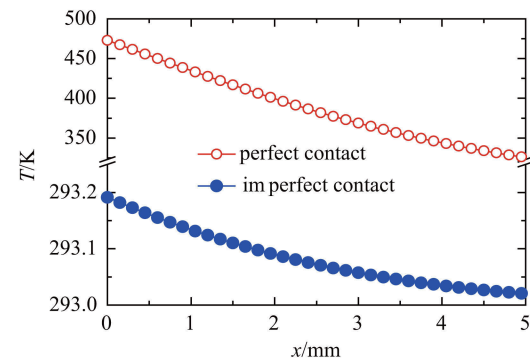
式中, 为了简化解析解的表达形式, 令 $G = k_c A_c / (\kappa A_H)$, 式 (10) 为简化后的表达式.

如果不考虑固体接触热阻的影响, 假设压头与热试样是理想热接触, 较容易推出基托内温度场分布的解析解^[25]

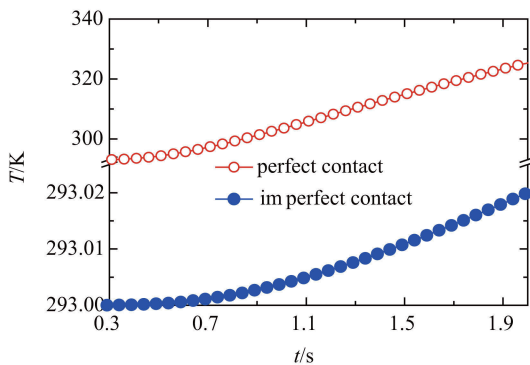
$$T(x, t) = \vartheta_0 \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{\sqrt{4at}}\right) + T_0 \quad (11)$$

对比式 (10) 和 (11) 可以发现, 非理想热接触的解析解表达式比理想热接触的解析解表达式多出一部分, 该部分表示接触面间热传导性质对压头基托内温度场的影响. 对于非理想热接触, 受接触热阻的影响, 接触的两表面上具有温度差, 即 $x = 0$ 时, 式 (10) 简化为 $T - T_s = -\vartheta_0 e^{G^2 at} \cdot \operatorname{erfc}(G\sqrt{at}) \leq 0$; 对于理想热接触, 接触面间传热系数为无穷大, 接触的两表面上不具有温度差, 即任意时刻, $x = 0$, 式 (11) 简化为 $T = T_s$.

分析理想和非理想热接触压头基托内的温度场分布情况. 设定分析条件: 被测试样熔融石英的温度为 473 K, 压头及其周围环境温度为 293 K, 采取快速加载的方式, 加卸载过程各 1 s. 对于同种压入试样的理想和非理想热接触情况, 压头基托内温度场的分布情况如图 4(a) 所示, 卸载结束, 即 $t = 2$ s 时, 基托内各点的温度变化量均达到 3 个数量级的差异. 对于同种压入试样两种不同热接触情况, 压头基托上端边界处温度随时间的变化情况如图 4(b) 所示, 任意时刻压头基托顶部温度的变化量均达到约 3 个数量级的差异. $t < 0.3$ s 时, 非理想热接触温升约为 10^{-5} 量级, 理想热接触温升约为 10^{-2} 量级, 温升量非常小, 为了能在同一图中表示两种热接触情况的温度改变量, 图中从 0.3 s 开始. 因此, 研究高温仪器化压入测试中热接触对位移测量漂移的影响时, 固体接触热阻对温度场的影响不容忽视, 接触面间的热传导性质显著影响压头基托内温度场的分布.



(a) 卸载结束时基托内的温度场分布
(a) Calculated distribution of temperature in the holder at the end of unload



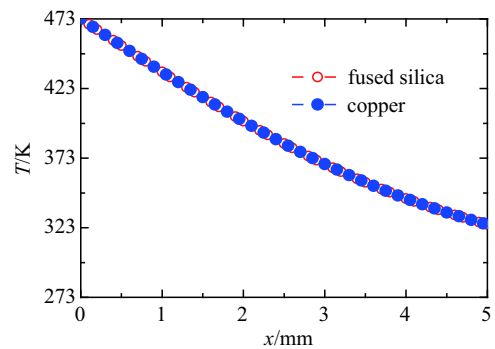
(b) 基托顶部温度随时间的变化
(b) Temperature of the holder-top as a function of time

图 4 理想和 非理想热接触

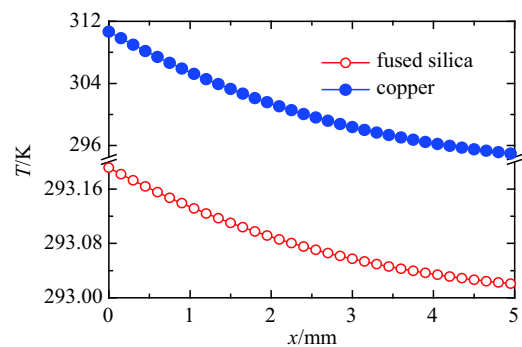
Fig. 4 Perfect and imperfect thermal contact

分析不同试样材料在理想和非理想热接触时压头基托内的温度场分布情况, 分析条件设定同上. 对于理想热接触, 由于式 (11) 中仅含基托材料的属性参量, 表明压头基托内温度场的变化不受待测试样材料性质的影响, 如图 5(a) 所示, 卸载结束, 即 $t = 2$ s 时, 熔融石英和铜试样对应的压头基托内温度场分布情况是重合的. 对于非理想热接触, 式 (7) 中同时含有基托材料和待测试样的属性参量, 表明压头基托内温度场的变化不仅与基托材料性质相关, 也与试样材料属性有关, 如图 5(b) 所示, 卸载结束, 即 $t = 2$ s 时, 熔融石英和铜试样分别对应的基托相同位置处温度的变化量达到 2 个数量级的差异. 因此, 研究高温仪器化压入测试中热接触对位移测量漂移的影响时, 不同的试样材料, 接触面间传热效果的不同会显著影响压头基托内温度场的分布.

分析热膨胀引起的位移漂移量. 设定分析条件: 被测试样温度为 473 K, 压头及其周围环境温度为



(a) 理想热接触
(a) Perfect thermal contact



(b) 非理想热接触
(b) Imperfect thermal contact

图 5 卸载结束时压头分别与熔融石英和铜热接触时基托内的温度场分布

Fig. 5 Temperature distribution along the of the holder at the end of unload respectively when indenting on fused silica and copper

293 K. 传感器位移测量差异量主要是压头基托长度的变化, 积分基托内温度场的变化量, 可得压头基托部分热膨胀引起的位移漂移量

$$U = \int_0^l \alpha_l \vartheta(x, t) dx = f(\alpha_l, \vartheta_0, a, G, x, t) \quad (12)$$

式中, α_l 为基托的 (线) 热膨胀系数. 对于非理想热接触, 式 (12) 中含有参量 G , G 与接触热传导系数 k 相关, 而不同试样与压头接触面间接触热传导系数不同, 表明测试条件相同时, 位移漂移量 U 会随试样而改变. 对于熔融石英和铜试样, 基托热膨胀引起的位移漂移量分别约为 6.67 nm 和 680 nm, 平均热漂移率分别约为 3.33 nm/s 和 340 nm/s, 达到 2 个数量级的差异. 因此, 高温仪器化压入测试中待测试样的材料种类对位移测量漂移有显著影响.

另外, 通过理论分析的解析结果可说明压头上部连接压杆的热膨胀效应可忽略不考虑. 如图 5(b) 所示, 对于标准试样熔融石英, 压头基托最上端边界处温升约为 0.02 K, 上部连接压杆的温升假定为均匀的 0.02 K, 特征长度设为 10 mm, 材料殷钢的热膨胀系数为 $\alpha = 1.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, 则压杆热膨胀量约为 0.24 nm 远远小于压头不锈钢基托热膨胀量 6.67 nm, 故假定可忽略压杆的热膨胀效应对位移测量漂移的影响.

对于标准试样熔融石英, Agilent 公司在 G200 的使用手册中指出, 采用快速测试的方法进行大量试验得到热漂移率在 5 nm/s 以内^[20], 本文研究中设定的测试条件参考使用手册中所给建议, 且研究结果与其一致. 对于导热性能较好的铜试样, 热漂移率较大, 会造成测量数据的严重偏差. Everitta 等^[4] 也指出对于导热性能较好的金属试样, 压入过程中会引起基托较大的热膨胀量, 超过可接受范围, 本文的研究结果与之一致.

2 热压入的有限元模拟

为验证上述理论分析的准确性, 本文借助商业有限元软件 ABAQUS 模拟高温仪器化压入测试过程. 热压入模型简化为一变形体压头 (包括金刚石压尖和不锈钢基托) 压入半无限大热试样, 试样大小设定为最大接触半径的 10 倍以上, 以便试样可近似为半无限大体, 忽略边界效应的影响. 为便于分析, 简化方法同第 1 节, 有限元分析模型的示意图如图 6 所

示, 具体尺寸参考 Micro Star Technologies^[16] 中提供的实际压头的尺寸简化等效得到.

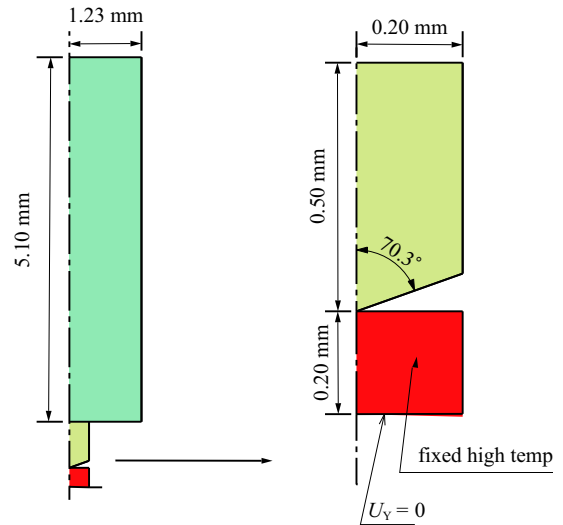
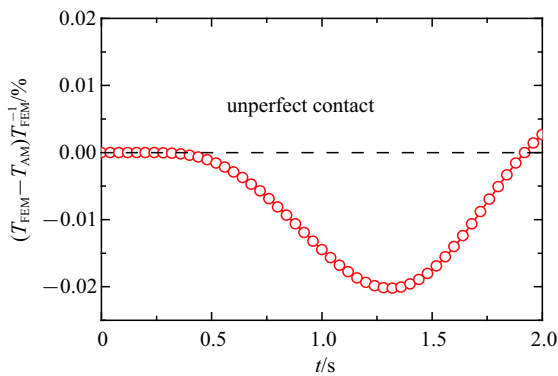


图 6 热压入有限元分析模型示意图

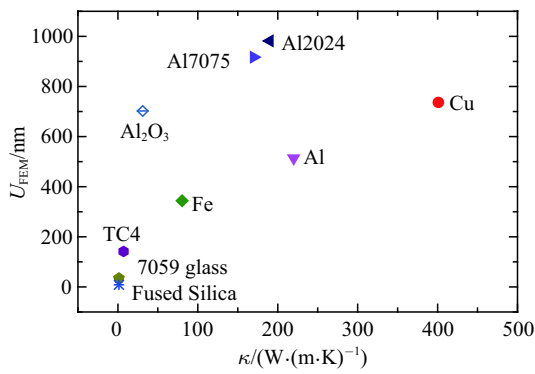
Fig. 6 Illustration of the finite element model of hot nanoindentation

本文有限元分析模型采用轴对称二维变形体模型, 压头由不锈钢基托和金刚石压尖构成. ABAQUS 模拟热压入过程, 应选用温度-位移耦合 (coupled temp-displacement) 分析模块, 模型中所有单元均采用 4 节点热耦合的轴对称四边形单元 (CAX4T)^[3]. 属性参量设置: 在材料属性 (property) 模块中分别设置基托材料不锈钢、压尖材料金刚石、试样材料 (铜和熔融石英) 的弹性模量、泊松比、密度、热传导率、比热容和热膨胀系数; 在接触 (interaction) 模块中设置接触面热传导系数 (thermal conductance), 理想热接触时为无穷大, 模拟中分别设置为 1×10^6 , 1×10^7 , 1×10^8 和无穷大进行分析. 设定数值模拟条件: 被测试样温度为 473 K, 压头及其周围环境温度为 293 K; 采取位移控制的方式, 压深为 1 000 nm, 加卸载过程各 1 s.

通过有限元模拟, 可以得到温度场的实时变化情况, 以及压头基托热膨胀引起的位移测量漂移量. 将得到的数值结果 (T_{FEM}) 与 1.3 节的解析结果 (T_{AM}) 对比分析, 以验证解析解的准确性. 数值模拟中压头与热试样的接触面积由零逐渐变化, 理论模型中热接触面积假设为常量, 因此解析结果比数值结果偏大. 如图 7(a) 所示, 对于熔融石英试样, 压头基托内温度场分布的数值解与解析解的相对误差在 $\pm 0.02\%$ 以



(a) 基托内温度分布的解析解 T_{AM} 和数值解 T_{FEM} 的比较
(a) Comparison of analytical solution T_{AM} and numerical solution T_{FEM}



(b) 卸载结束时热接触引起位移测量漂移量的数值结果 U_{FEM}
(b) Numerical solution U_{FEM} of thermal contact-induced drift at the end of unload

图 7

Fig. 7

内, 表明两者吻合较好. 因此, 有限元模拟验证了理论分析的正确性.

图 7(b) 为压头与不同材料的试样热接触后引起位移测量漂移量的数值结果, 有限元模拟所用到的试样材料属性参数直接采用常温下的数值, 如表 2 所示. 图中材料大致分为两类: $\kappa < 10 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, 主要为玻璃; $10 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K}) < \kappa < 500 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, 主要为纯金属及其合金. 可以看出, 位移测量漂移量随被测试样热传导率的增大而变大; 对于两类试样, 压头基托的热膨胀量最高可达到约两个数量级的差异. 合金的硬度一般比其组分中任一纯金属的硬度大, 热传导率和弹性模量一般与合金的组成元素相当^[27], 结合式(7), 易得合金试样与压头接触面间传热性能优于纯金属试样. 如图 7(b) 所示, 卸载结束, 即 $t = 2 \text{ s}$ 时, 合金试样引起的位移测量漂移量高于对应的纯金属试样, 表明不同试样接触面间的传热效果会显著影响位移测量漂移量. 因此, 有限元模拟的数值结果与理论分析的结论保持一致.

3 结 论

针对高温仪器化压入测试中压头与高温试样接触传热引起测量位移漂移的问题, 本文从研究室温压头与热试样接触面间的热传导性质出发, 探讨固

表 2 材料属性参数表

Table 2 Materials' properties used in FEM

Properties	7059 glass	Fe	Al	Al17075	Al12024	TC4	Al ₂ O ₃
$\rho(\text{kg}\cdot\text{m}^{-3})$	2760 ^[28]	7874	2705	2800	2770	4420	3930
$c(\text{J}\cdot(\text{kg}\cdot\text{K})^{-1})$	775	449	900	960	875	560	840
E/GPa	63	211	69	72	73	115	385
Y/MPa	2000	180.1	10	95 ^[29]	81	120.5	2900
ν	0.20	0.29	0.33	0.33	0.33	0.33	0.23
$\kappa/(\text{W}\cdot(\text{m}\cdot\text{K})^{-1})$	1.35	80.4	220	170	190	7.2	31
α	4.6×10^{-6} ^[28]	1.18×10^{-5}	2.36×10^{-5}	2.30×10^{-5}	2.30×10^{-5}	9.2×10^{-6}	7.9×10^{-7}

Note : Besides the marked references, the value of the parameters in table 2 were cited from Ref.[30].

体接触热阻对压头基托内温度场的影响. 采用理论分析和有限元模拟的技术途径, 并以数值模拟验证理论分析的准确性. 研究发现, 压头与热试样间的接触热阻对压头基托内温度场的重新分布有不可忽视的作用, 显著影响基托的热膨胀量, 导致压入深度的测量误差. 不同材料属性的被测试样与压头接触面间的接触热阻不同, 引起的位移测量漂移量可以达到几

个数量级的差异. 本文所研究的 1000 nm 压深的高温测试, 对于热传导率较差的熔融石英, 理论分析和数值模拟获得的位移测量热漂移率均在 5 nm/s 以内, 说明对于导热性差的被测试样, 在一定测试条件下可以保证位移测量数据的可靠性, 同时校核了 G200 使用手册中建议熔融石英经验性测试条件^[20]的可靠性. 对于热传导率良好的铜试样, 位移测量漂移量能

够达到数百纳米, 导致测量数据偏差较大. 因此, 对于导热性好的金属及合金试样, 压入测试时, 可采取缩短压入时间等措施, 尽可能减小热接触引起的位移测量漂移量. 本文的研究结果将有助于确定高温仪器化压入测试条件, 优化测试程序, 以便获得可靠的高温压入载荷-深度曲线及其材料力学性能.

参 考 文 献

- 1 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应用 —— 仪器化压入的测量、分析、应用及其标准化. 北京: 科学出版社, 2013 (Zhang Taihua. Micro/nano-mechanics Testing Technology and Its Application — Measurement, Analysis, Application and Standardization of Instrumented Indentation. Beijing: Science Press, 2013 (in Chinese))
- 2 Schuh CA, Packard CE, Lund AC. Nanoindentation and contact-mode imaging at high temperatures. *Journal of Materials Research*, 2006, 21(3):725-736
- 3 Trenkle JC, Packard CE, Schuh CA. Hot nanoindentation in inert environments. *Review of Scientific Instruments*, 2010, 81(7): 073901
- 4 Lee H, Chen Y, Claisse A, et al. Finite element simulation of hot nanoindentation in vacuum. *Experimental Mechanics*, 2013, 53(7):1201-1211
- 5 Everitt NM, Davies MI, Smith JF. High temperature nanoindentation — the importance of isothermal contact. *Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 2011, 91(7-9):1221-1244
- 6 Guillonneau G, Kermouche G, Bec S, et al. A simple method to minimize displacement measurement uncertainties using dynamic nanoindentation testing. *Tribology International*, 2014, 70:190-198
- 7 Korte S, Stearn RJ, Wheeler JM, et al. High temperature micro-compression and nanoindentation in vacuum. *Journal of Materials Research*, 2012, 27(01): 167-176
- 8 Wheeler JM, Michler J. Elevated temperature, nano-mechanical testing in situ in the scanning electron microscope. *Review of Scientific Instruments*, 2013, 84(4): 045103
- 9 Wheeler JM, Brodard P, Michler J. Elevated temperature, in situ indentation with calibrated contact temperatures. *Philosophical Magazine*, 2012, 92(25-27):3128-3141
- 10 Wheeler JM, Michler J. Invited Article: Indenter materials for high temperature nanoindentation. *Review of Scientific Instruments*, 2013, 84(10):101301
- 11 谈庆明. 量纲分析. 合肥: 中国科学技术大学出版社, 2005 (Tan Qingming. Dimensional Analysis. Hefei: University of Science and Technology of China Press, 2005 (in Chinese))
- 12 Cui JB, Amtmann K, Ristein J, et al. Noncontact temperature measurements of diamond by Raman scattering spectroscopy. *Journal of Applied Physics*, 1998, 83(12): 7929-7933
- 13 Beake BD, Smith JF. High-temperature nanoindentation testing of fused silica and other materials. *Philosophical Magazine A*, 2002, 82(10): 2179-2186
- 14 岳丹婷. 工程热力学和传热学. 大连: 大连海事大学出版社, 2009 (Yue Danting. Engineering Thermodynamics and Heat Transfer. Dalian: Dalian Maritime University Press, 2009 (in Chinese))
- 15 Chrobak D, Kim KH, Kurzydowski KJ, et al. Nanoindentation experiments with different loading rate distinguish the mechanism of incipient plasticity. *Applied Physics Letters*, 2013, 103(7): 072101
- 16 Micro Star Technologies. <http://www.microstartech.com>
- 17 Bhakhri V, Wang J, Ur-rehman N, et al. Instrumented nanoindentation investigation into the mechanical behavior of ceramics at moderately elevated temperatures. *Journal of Materials Research*, 2012, 27(1): 64-74
- 18 Carderelli F. Materials Handbook: A Concise Desktop Reference. New York: Springer, 2008
- 19 Korte S, Clegg WJ. Micropillar compression of ceramics at elevated temperatures. *Scripta Materialia*, 2009, 60(9): 807-810
- 20 Agilent Technologies. Localized high temperature stage user's guide .Part number G2A-13192-© Agilent Technologies, Inc. 201
- 21 Abuzeida OM, Alnuman N. Thermal contact conductance of elastically deforming nominally flat surfaces using fractal geometry. *Industrial Lubrication and Tribology*, 2013, 65(6): 390-398
- 22 Persson BNJ, Lorenz B, Volokitin AI. Heat transfer between elastic solids with randomly rough surfaces. *European Physical Journal E*, 2010, 31(1): 3-24
- 23 Bahrami M, Culham JR, Yananovich MM, et al. Review of thermal joint resistance models for nonconforming rough surfaces. *Applied Mechanics Reviews*, 2006, 59(1-6):1-12
- 24 Johnson KL. Contact Mechanics. Cambridge :Cambridge University Press, 1985
- 25 Crank J. The Mathematics of Diffusion. Clarendon: Oxford, 1979
- 26 David WH, Necati OM. Heat Conduction. John Wiley and Sons, 1979
- 27 Adelbert Phillo Mills. Materials of Construction: Their Manufacture and Properties. John Wiley and Sons, 1979
- 28 Vin Karola. <http://www.vinkarola.com/pdf>. © Vin Karola Instruments, 2003
- 29 <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6652,2014.08.08>
- 30 Material Properties Database. <http://www.makeitfrom.com,2014.08.08>

(责任编辑: 林建忠)

(责任编辑: 刘希国)

THERMAL CONTACT-INDUCED DISPLACEMENT DRIFT IN HIGH-TEMPERATURE NANOINDENTATION¹⁾

Chen Ke* Feng Yihui* Peng Guangjian[†] Zhang Taihua^{†,2)}

* (State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

[†] (College of Mechanical Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China)

Abstract Based on the analysis of heat transfer between indenter at room temperature and hot sample during their contact, this paper mainly studies the influence of thermal contact-induced expansion of the indenter holder on the displacement measurement in high-temperature instrumented nanoindentation. First of all, we derive an analytical solution of temperature distribution of the holder from the basic theory of heat conduction by appropriately simplifying the analysis model of hot nanoindentation, and use it to study the additional displacement caused by thermal expansion. Secondly, a finite element model (FEM) is established to investigate the thermal expansion-induced drift in hot nanoindentation to verify the analytical solution. It is found that the contact thermal properties between indenter and hot sample may significantly affect the distribution of temperature in holder. The thermal contact conductance between indenter and test sample varies from material to material, which can lead to the difference of several orders of magnitude of holder's thermal expansion. The research results may help to optimize the test program and improve the reliability of high-temperature instrumented nanoindentation.

Key words instrumented nanoindentation, high temperature, thermal contact conductance, thermal expansion, displacement drift

Received 26 September 2014, accepted 25 December 2014, available 29 December 2014.

1) The project was supported by the National Natural Science Foundation of China (11025212, 11272318, 11302231, 11402233).

2) Zhang Taihua, professor, research interests: micro/nano-mechanics testing technology and characterization. E-mail: zhangth@zjut.edu.cn