

# 纳米压痕法测量 Ti6Al4V 钛合金室温蠕变应力指数

孟龙晖, 杨吟飞, 何 宁

(南京航空航天大学, 江苏 南京 210016)

**摘 要:** 主要通过恒加载速率纳米压痕法的保载阶段测量了 Ti6Al4V 钛合金在室温下的蠕变应力指数  $n$ 。通过给金刚石 Berkovich 压头施加不同的加载速率使其达到不同的最大载荷, 观察加载速率和最大载荷对实验结果的影响。在最大载荷下, 给压头保载 5 min, 通过保载过程中材料的压痕应变率和硬度之间的关系得到了该材料在常温下的蠕变应力指数  $n$ 。结果表明, 在特定范围内加载速率和最大载荷的变化对实验结果的影响微乎其微, 可以忽略不计。最终测得 Ti6Al4V 钛合金在室温下蠕变应力指数的分布范围为 7.0513~7.216。

**关键词:** 纳米压痕; Ti6Al4V; 室温; 蠕变; 应力指数

**中图法分类号:** TG425.2

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2016)03-0617-06

蠕变 (creep), 也称潜变, 是在应力影响下固体材料发生缓慢永久性的移动或者变形的趋势, 其发生是低于材料屈服强度的应力长时间作用的结果。当材料长时间处于加热当中或者在熔点附近时, 蠕变会更加剧烈<sup>[1]</sup>。蠕变现象的研究与工业技术的发展密切相关, 特别是在某些精度以及安全性要求较高的场合, 材料的蠕变现象往往是必须要考虑的因素。

传统的蠕变研究方法采用单轴拉伸法观察材料的应变随时间的变化, 该方法的缺点很明显, 即在常温下由于材料的蠕变现象并不明显, 因此该方法在常温下较难确定材料的蠕变参数, 且该方法会消耗大量试件和时间, 自动化程度低, 因此该领域急需出现一种全新的测试方法。随着纳米压痕技术的进步, 纳米压痕法在蠕变以及硬度和弹性模量测试中的应用越来越广泛<sup>[2]</sup>。纳米压痕法是一种非破坏性的方法, 其将测试周期由传统拉伸法所需的数周甚至数月的时间缩短为仅仅数分钟至数小时, 其所需的测试试件制备简单, 测量精度较高, 特别对微小结构材料具有很强的适应性<sup>[3]</sup>。

钛及其合金由于其强度高、耐腐蚀、韧性好、无磁性, 熔点高, 热膨胀系数低、导热以及导电性能优越等一系列突出的优点, 在航空、航天、化工、电力领域有着较为广泛的应用<sup>[4]</sup>, 孟龙晖在钛合金的性能上也做了不少的相关研究<sup>[5-10]</sup>。在钛合金的蠕变性能研究方面, 目前国内主要有哈尔滨工业大学的汪军通过单轴拉伸法测得 TC4 和 TB2 2 种钛合金在高温下的

蠕变性能<sup>[11]</sup>, 中南大学的李学雄<sup>[12]</sup>, 戚延龄<sup>[13]</sup>和陈缙索<sup>[14]</sup>通过拉伸法研究了 TC6, TC11 以及 TC18 材料在高温下的蠕变性能, 国外有 Reis 通过拉伸法研究了激光氮化处理对 Ti6Al4V 材料高温蠕变性能的影响<sup>[15]</sup>, Barboza 同样通过拉伸法研究了在 500~600 °C 高温下 Ti6Al4V 钛合金的蠕变机理<sup>[16]</sup>。可见, 目前对于金属材料蠕变性质的研究大部分仍然采用传统的单轴拉伸法, 且主要集中于高温下的蠕变性质, 对于 Ti6Al4V 钛合金的室温蠕变性质的研究鲜有报道。本研究将运用纳米压痕法代替传统的单轴拉伸法对 Ti6Al4V 钛合金室温下的蠕变性能进行研究。

## 1 计算原理

实验过程所采用的压头为金刚石 Berkovich (三棱锥) 压头, 通过给压头施加载荷使得压头压入材料, 当达到最大载荷时保载一定的时间, 使压头底部附近区域的材料发生一定的蠕变变形, 表现为压头的压入深度随着时间的推移不断发生变化, 最终根据压痕位移随着时间的变化得到蠕变参数。

### 1.1 压痕等效应力

在纳米压痕实验过程中, 压痕附近区域材料所受的应力状况较为复杂, 在纳米压痕实验中材料内并没有一个单一的应力值, 通常在纳米压痕蠕变的相关计算中所取的是等效应力<sup>[17]</sup>, 其表达式为:

$$\sigma = P/A_p \quad (1)$$

收稿日期: 2015-03-16

基金项目: 国家自然科学基金 (51405226); 江苏省青年基金项目 (SBK2014043631)

作者简介: 孟龙晖, 男, 1985 年生, 博士生, 南京航空航天大学机电学院, 江苏 南京 210016, 电话: 025-84892502, E-mail: menglonghui@nuaa.edu.cn

其中,  $P$  表示施加于压头的力,  $A_p$  表示压头压入部分的投影面积。

由于 Berkovich 压头的几何相似性, 其投影面积  $A_p$  与压入深度  $h$  的关系可以表示为:

$$A_p = ch^2 \quad (2)$$

即上述压痕等效应力可进一步表达为:

$$\sigma = P/ch^2 \quad (3)$$

对于一个完美的 Berkovich 压头而言, 其系数  $c$  值为 24.56<sup>[18]</sup>。根据文献[16]所述是蠕变实验原理, 此等效应力可以用于计算材料的蠕变。另外文献[18]将上述压痕等效应力定义为材料的压痕硬度, 即:

$$H = P/A_p \quad (4)$$

其根据在温度和加工硬化能力恒定的条件下材料的压痕硬度和应变速率的关系对材料的蠕变性能进行求解。

### 1.2 压痕等效应变率

同样, 在压头附近区域, 材料并没有一个单一的应变率, 在蠕变的计算过程中同样需要引入一个等效应变率, 目前使用较为广泛的为由 M. J. Mayo 和 W. D. Nix<sup>[19]</sup>提出的压痕应变率, 其针对锥形压头的几何相似性, 将压痕应变率定义为压痕位移变化率与当前压入深度的比值, 即:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{dh}{dt} \frac{1}{h} \quad (5)$$

### 1.3 稳态蠕变阶段

对大部分金属材料而言, 通过单轴拉伸法可以观察到蠕变的 3 个阶段: 第 1 阶段较为短暂, 其蠕变应变率较高, 第 2 阶段持续时间较长, 其蠕变应变率较低且较为稳定, 第 3 阶段蠕变应变率快速上升, 直至材料发生破坏。而在纳米压痕蠕变实验过程中可以观察到如图 1 所示的压痕位移随时间的变化趋势。

在压痕初期, 压痕位移变化较快, 到后期, 压痕位移逐渐过渡到一个较稳定的状态, 这与传统的单轴

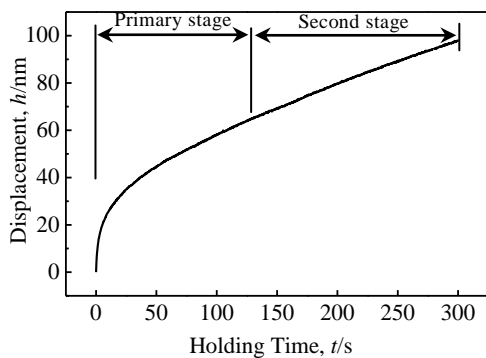


图 1 压痕蠕变实验中压痕位移随时间的变化趋势

Fig.1 Tendency of indentation displacement during the nanoindentation creep test

拉伸蠕变试验中出现的第 1 阶段的快速蠕变和第 2 阶段的稳定蠕变现象一致, 不过在纳米压痕蠕变实验中观察不到蠕变的第 3 阶段。

传统的拉伸试验中, 在材料的稳态蠕变阶段, 蠕变应变率可以表示为<sup>[20]</sup>:

$$\dot{\epsilon} = C\sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (6)$$

其中,  $C$  为与材料本身性质相关的一常数,  $n$  为材料的蠕变应力指数,  $R$  为气体常数,  $Q$  为材料的蠕变激活能。在温度一定的情况下, 其表达式可以进一步简化为:

$$\dot{\epsilon} = \lambda\sigma^n \quad (7)$$

其中,  $\lambda$  为一常数。对于纳米压痕所得到的常数  $C$ , 应力指数  $n$  以及蠕变激活能  $Q$  是否与传统的单轴拉伸法得到的这些参数值一致, 这是问题的关键。

国外学者在此问题上做了一定的研究。D. Fatay<sup>[21]</sup>验证了金属玻璃材料通过压痕实验和单轴压缩实验得到的蠕变激活能在数值上具有一致性。压痕实验过程材料的蠕变变化遵循公式(6)所表达的蠕变规律, 在圆锥形和三棱锥形压头的纳米压痕实验过程中, 材料所受到的应力以及应变具有一定的自相似性, 尽管在材料发生变形过程中不同点处的应力和应变都会发生一定的变化, 但是其比值会保持一致。基于这样的假设, P. M. Sargent 和 M. F. Ashby<sup>[22]</sup>最终得出结论: 对于不同尺寸的压痕, 材料所受到的特定的等效应力和等效应变率都遵循上述表达式。

同样, 对于 Ti6Al4V 钛合金其稳定蠕变阶段也可以用幂定律公式(6)来表达<sup>[11]</sup>。对于稳态阶段的蠕变而言, 其压痕蠕变应变率  $\dot{\epsilon}$  和硬度  $H$  在恒定温度下符合幂定律型的蠕变本构模型<sup>[23]</sup>:

$$\dot{\epsilon} = A_2(H)^n \quad (8)$$

其中,  $A_2$  为与材料相关的一比例常数。根据式(4)和(5)对材料硬度和压痕应变率的定义, 可以进一步得到:

$$\frac{\dot{h}}{h} = A_2\left(\frac{P}{ch^2}\right)^n \quad (9)$$

对式(9)两边同时取对数可以得到:

$$\ln \frac{\dot{h}}{h} = \ln A_2 + n \ln \frac{P}{ch^2} \quad (10)$$

对式(10)两边同时对  $\ln \frac{P}{ch^2}$  进行求导, 最终得到应力指数  $n$  的表达式为:

$$n = \frac{d \ln(\dot{h}/h)}{d \ln(P/ch^2)} \quad (11)$$

## 2 实 验

实验用 Ti6Al4V 材料由东莞市鸿钛金属材料有限公司提供，其化学成分如表 1 所示。

通过线切割得到尺寸为 15 mm×20 mm×5 mm 的 Ti6Al4V 测试样品，用粒度由粗到细的砂纸对其表面逐级进行抛光后用金刚石研磨膏对其进行研磨抛光，最终通过原子力显微镜测得其表面粗糙度为 3~5 nm，通过金相显微镜观察其金相组织如图 2 所示。可以看到，其组织细致、均匀，主要由条片  $\alpha$  相和相间  $\beta$  相组成，其属于典型的  $\alpha+\beta$  相钛合金。

实验采用美国 MTS 公司生产的 NANOG 200 型纳米压痕仪，所用压头为金刚石 Berkovich 型，设备的位移和载荷的分辨率分别为 0.01 nm，50 nN。压痕试验主要分为加载、保载、卸载 3 个过程。首先压头以 10 nm/s 的速度缓慢接近试样表面，当接触到试样表面时压痕仪将会给压头施加指定的载荷，加载速率直至达到指定的最大载荷并保载。为分析加载速率和最大载荷对实验结果的影响，本研究所采用的 3 种最大载荷分别为 98，196，294 mN，将 3 种最大载荷的加载时间设定为 30 和 90 s，当加载完毕后在最大载荷下保载 5 min，使得压痕蠕变达到一个稳定状态，接着以 10 mN/s 的速率进行卸载，当卸载到最大载荷的 10% 时保持 1 min 的时间以消除热漂移对实验结果的影响。为提高实验的准确度，每组测试条件均重复 3 次，取 3 组数据的平均值作为最终结果。为了避免压痕附近材料的内应力和硬化现象对新的压痕结果产生一定的影响，实验中所有相邻压痕之间的距离均超过 30  $\mu\text{m}$ 。卸载后材料表面的压痕如图 3 所示。

表 1 实验用 Ti6Al4V 材料的化学成分

Table 1 Chemical composition of Ti6Al4V material used in the experiment ( $\alpha/\%$ )

Ti	Al	V	Fe	C	O	N	H	Others
Bal.	5.9	4.1	0.05	0.03	0.08	0.02	<0.001	Each<0.10 Total<0.40

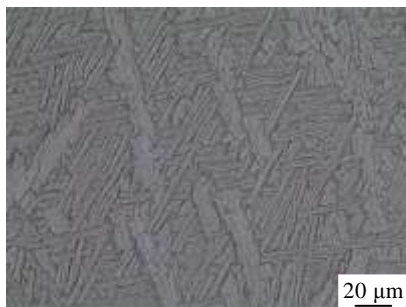


图 2 抛光后的 Ti6Al4V 材料表面的金相组织

Fig.2 Metallographic structure of the surface of the Ti6Al4V after polishing

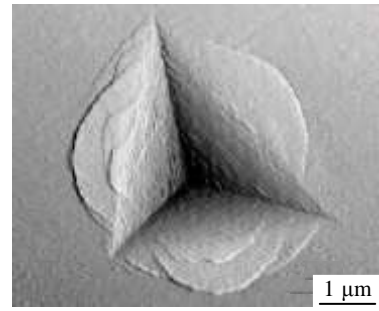


图 3 卸载后材料表面留下的压痕

Fig.3 Indentation in the material after unloading

可以看出，材料表面留下了很明显的不可恢复性的压痕，其形状与压头具有很强的相似性，压痕附近区域的材料有明显的受挤压的痕迹。造成此不可恢复性的压痕的原因有材料的塑性变形和蠕变变形，在保载阶段的初期，材料以第 1 阶段的快速蠕变变形为主，到了保载后期，以第 2 阶段的稳定蠕变变形为主。为了考察稳定蠕变状态下的蠕变应力指数，其保载曲线的后半部分为主要观察对象。

### 3 实验分析

不同加载方式下得到的压头压痕位移和载荷之间的关系曲线如图 4 所示。可以看出，在卸载后，材料表现出明显的永久性变形和一定的弹性恢复，其中在最大载荷的保载阶段，蠕变是材料最主要的变形机理。对于本研究所取的 3 种最大载荷，在不同加载速率下其压痕载荷和位移的关系曲线基本是重合的，说明当加载速率在 1.089~9.8 mN/s 之间，最大载荷在 98~294 mN 之间变化时其对压痕位移和载荷之间的关系并没有明显的影响，压痕位移只取决于最大载荷和保载时间。在不同加载速率得到的 3 种最大载荷下，压痕位

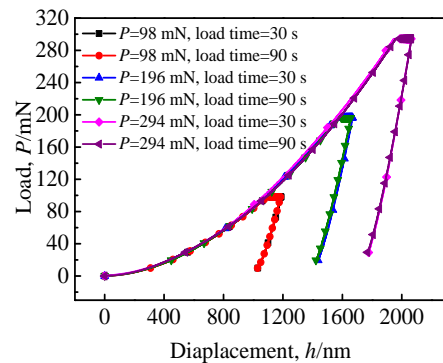


图 4 压痕载荷和位移的关系

Fig.4 Relationship between the load and the indentation displacement

移随时间的变化关系如图 5 所示。可以看出不同的加载速率加载到相同的最大载荷时压痕位移基本相同，其差别不超过总压痕位移的 2%。因此，可以断定在加载阶段材料的弹塑性变形是压痕位移变化的主要机理。

不同加载方式得到的曲线的保载阶段的压痕位移变化如图 6 所示。可以看出，相同的加载时间，最大载荷越大其在保载阶段的压痕位移越大，主要原因是载荷越大，其不仅会造成材料更大的弹塑性变形，同时会在保载阶段使材料发生更大的蠕变变形。相同的最大载荷，前期的加载时间越短，其在保载阶段的压痕位移也越大，这主要是由于加载时间越短，在保载初期压头附近区域的材料会聚集有更多的弹性能未得到及时释放，因此在保载阶段会使材料发生更大的弹塑性变形，同时在保载初期也会有更大的蠕变变形，最终出现更大的压痕位移。随着加载时间的延长，各种加载方式下的压痕蠕变变形会由快速不稳定蠕变阶段向缓慢稳态蠕变阶段转变，即蠕变的第 1 阶段向第

2 阶段的转变，表现为图 6 中各压痕位移曲线在保载后期都呈现稳定的状态。在稳态蠕变状态下，压痕位移的变化取决于材料本身的性质，因此后期对不同加载方式下得到的蠕变位移曲线进行处理后得到的材料蠕变应力指数差别微乎其微。

根据式 (4) 计算各种加载方式下的保载阶段材料的压痕硬度随时间的变化关系，如图 7 所示。可以看出，材料的压痕硬度基本随着最大载荷的增大而呈现递减的趋势。在保载初期，最大载荷相同而加载速率不同时得到的材料压痕硬度基本一致，这可以从图 4 中找到相应的答案，由于在加载阶段材料的弹塑性变形是压痕位移变化的主要机理，而弹塑性变形往往只与最大载荷相关，因此最终使得保载初期材料的硬度只与最大载荷相关。当加载速率较快时，在保载阶段材料的压痕硬度会有更大的变化率，这主要由于较快的加载速率在材料内部所聚集的弹性能在加载阶段未能得到即时释放，于是在保载阶段会以更快的速率进行释放，从而导致材料发生更快的蠕变变形，最终计算得到材料的压痕硬度有更大的变化率。

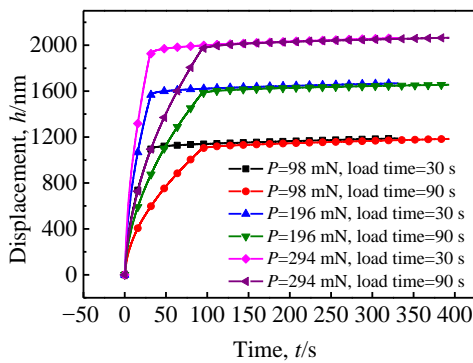


图 5 加载以及保载阶段的压痕位移随时间的变化关系  
Fig.5 Indentation displacement changing with time during the loading and holding period

#### 4 实验结果

这里要测量的是材料在稳态蠕变下的应力指数，因此为了提高测量的精度，在计算过程中应尽量取保载后期压痕变较为稳定状态下的曲线进行计算。

将实验得到的 6 条压痕位移-时间曲线按照公式(11)进行拟合，对应力指数进行求解。这里需要强调的一点是，在蠕变的后期，压痕位移变化率非常低，在求某一时刻压痕位移的变化率  $dh/dt$  时若取与该点相邻两点之间的高度差往往会引入较大误差，在此只能通过以该点为中心的一系列点连线的斜率的平均值进行求解。

通过对不同加载速率和最大载荷下的 6 条保载阶

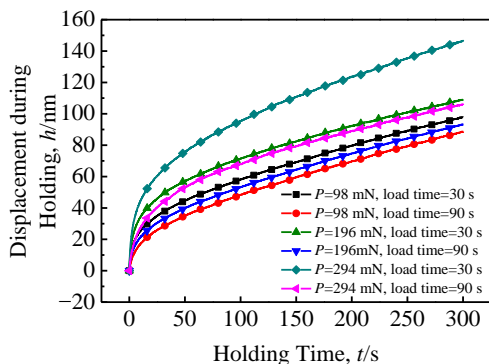


图 6 不同加载方式下保载阶段的压痕位移随时间的变化关系

Fig.6 Change of the indentation displacement under different ways of loading during the holding period

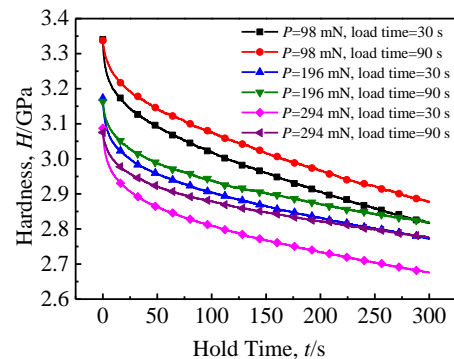


图 7 保载阶段各种加载方式得到的材料硬度随时间的变化关系

Fig.7 Hardness of the material under different ways of loading during the holding period

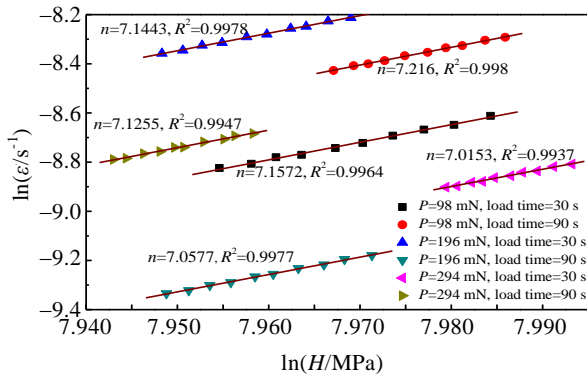


图8 不同载荷和加载时间下计算得到 Ti6Al4V 的室温蠕变参数

Fig.8 Creep stress exponents of Ti6Al4V at room temperature with different loads and loading time

段的压痕位移-时间曲线按照公式(11)进行计算和拟合。本研究使用的是三棱锥压头, 压入部分的投影面积采用公式(2)计算得到, 其  $c$  值取 24.56。最终得到了 6 条  $\ln \dot{\epsilon}-\ln H$  曲线, 其斜率即为 Ti6Al4V 钛合金在室温下的蠕变应力指数  $n$ 。最终结果如图 8 所示。

可以看出, 不同的加载速率和最大载荷并未对曲线的斜率产生明显的影响, 最终得到的  $\ln \dot{\epsilon}-\ln H$  曲线斜率即 Ti6Al4V 的蠕变应力指数基本一致, 根据本研究的计算结果, 其分布范围在 7.0513~7.216 之间, 从曲线的拟合度相关指数  $R^2$  来看, 其值都在 0.99 以上, 可以断定曲线拟合的精度是很高的, 从而说明得到的这一系列的点具有很强的线性相关性, 进一步从侧面说明了该实验是比较成功的, 其结果的可信度是很高的。

## 5 结论

1) 通过给压头施加不同的加载速率使其达到相同的最大载荷时得到的压痕位移-载荷曲线基本是重合的, 说明最终的压痕位移只取决于最大载荷, 其受加载速率的影响微乎其微。

2) 通过对压头施加不同的加载速率加载到不同的最大载荷, 最终结果发现不同的实验过程求得的应力指数  $n$  基本一致, 差别非常之小, 说明当加载速率和最大载荷在合适的范围内变化时其对实验结果并没有明显的影响。

3) 通过对压头保载 5 min 的时间, 使得压头附近区域的材料发生相应的蠕变变形, 表现为压头的压入深度随时间发生一定的变化, 通过保载后期压痕位移的变化率和材料硬度之间的关系, 最终得到了 Ti6Al4V 钛合金室温下的蠕变应力指数分布范围在 7.0513~7.216 之间。

## 参考文献 References

- [1] Choi In-Chul, Yoo Byung-Gil, Kim Yong-Jae *et al.* *Journal of Materials Research*[J], 2012, 27(1): 3
- [2] Li Yesheng(黎业生), Li Hong(李洪), Ma Yonghong(马永红), *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2009, 38(1): 147
- [3] Ke Rui(柯瑞), Zhang Yumin(张宇民), Chen Ziyu(陈子羿) *et al.* *Journal of Synthetic Crystals*(人工晶体学报)[J], 2014, 3: 1
- [4] Geng Hongbin(耿洪滨), He Shiyu(何世禹), Lei Tingquan(雷廷权). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1996, 32(1): 51
- [5] Meng Longhui(孟龙晖), He Ning(何宁), Yang Yinfei(杨吟飞) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2015, 44(10): 2381
- [6] Meng Longhui(孟龙晖), He Ning(何宁), Li Liang(李亮) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2014, 43(8): 1991
- [7] Meng Longhui, He Ning, Li Liang *et al.* *Advanced Materials Research*[J], 2014, 996: 615
- [8] Meng Longhui. *Materials Science Forum*[J], 2016, 836-837: 444
- [9] Meng Longhui, He Ning, Yang Yinfei *et al.* *Transactions of Nanjing University of Aeronautics and Astronautics*[J], 2014, 31(5): 508
- [10] Meng Longhui(孟龙晖), He Ning(何宁), Yang Yinfei(杨吟飞) *et al.* *Journal of Harbin Institute of Technology*(哈尔滨工业大学学报)[J], 2015, 47(5): 71
- [11] Wang Jun(汪军). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2008
- [12] Li Xuexiong(李学雄). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Changsha: Central South University, 2012
- [13] Qi Yanling(戚延龄). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Changsha: Central South University, 2012
- [14] Chen Tiyang(陈缙萦). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Changsha: Central South University, 2012
- [15] Reis A G D, Reis D A P, Neto C D M *et al.* *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2013, 2(1): 48
- [16] Barboza M J R, Moura Neto C, Silva C R M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 369(1): 201
- [17] Goodall R, Clyne T W. *Acta Materialia*[J], 2006, 54(20): 5489
- [18] Lucas B N, Oliver W C. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1999, 30(3): 601
- [19] Mayo M J, Nix W D. *Acta Metallurgica*[J], 1988, 36(8): 2183



- [20] Dean J, Bradbury A, Aldrich-Smith G *et al. Mechanics of Materials*[J], 2013, 65: 124
- [21] Fatay D, Gubicza J, Szommer P *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 387: 1001
- [22] Sargent P M, Ashby M F. *Materials Science and Technology*[J], 1992, 8(7): 594
- [23] Sun Yingdi(孙颖迪), Liang Zhuming(梁诸明), Li Ziquan(李子全) *et al. Materials for Mechanical Engineering(机械工程材料)*[J], 2011, 4: 025

## Nanoindentation Measurement of Creep Stress Exponent of Ti6Al4V Alloy at Room Temperature

Meng Longhui, Yang Yinfei, He Ning

(Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

**Abstract:** This paper presents a method for measuring the creep stress exponent of Ti6Al4V alloy at room temperature based on the dwelling period of constant loading rate nanoindentation. As to find out the effect of the loading rate and the maximum load on the experiment result, the diamond Berkovich indenter was loaded to different maximum loads with different loading rates, then the maximum load was held as a constant for 5 min, and the stress exponent of the material at room temperature was discovered based on the relationship between the indentation strain rate and the hardness during the holding period. Results show that the effects of the loading rate and the maximum load are too small to affect the result so that they can be ignored, and the creep stress exponent of Ti6Al4V at room temperature got from the experiment is between 7.0513~7.216.

**Key words:** nanoindentation; Ti6Al4V; room temperature; creep; stress exponent

---

Correspond author: Yang Yinfei, Ph. D., Lecturer, College of Mechanical and Electrical Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, P. R. China, Tel: 0086-25-84892502, E-mail: yfgoat@nuaa.edu.cn