DOI: 10.3901/JME.2021.15.246

脆性材料在韧性域内的往复纳米划痕 深度预测研究*

于 洲 余家欣 袁卫锋 赖建平 何洪途
(西南科技大学制造过程测试技术教育部重点实验室 绵阳 621010)

摘要: 提出了一种基于多道次划痕法的划痕深度的预测模型,在此模型中,基本假设在针尖与材料弹性接触后,在每道次划痕中的划痕深度增量与赫兹接触理论得到的最大剪应力深度成正相关。随后通过建立每道次划痕时针尖与样品接触半径的递推关系,获得每道次划痕深度增量的递推关系,并通过划痕深度增量的总和来建立多次划痕深度的预测模型。考虑到脆性材料在多次划痕过程中会出现力学性能的变化,因此在预测模型中引入了材料弹性模量的修正方程以提高预测模型的精确性。为了验证上述模型的可靠性,本研究在压痕弹性载荷作用下,以磷酸盐激光玻璃为样品,采用球形金刚石针尖进行了多次往复纳米划痕试验,并实现了对不同次数下的纳米划痕深度的预测。在通过对玻璃样品的弹性模量修正后,发现预测划痕深度和试验深度吻合度高。修正后的弹性模量根据划痕载荷的不同表现为随划痕次数不同的变化趋势,这与玻璃材料在不同载荷下剪切应力诱发的致密化与损伤软化相关。本研究所提出的计算模型理论基础可靠,同时考虑了材料自身力学性能的变化,因此有望推广到其他脆硬材料的纳米划痕变形演变预测中。

关键词: 纳米划痕; 预测模型; 赫兹接触理论; 模量修正; 脆性材料

中图分类号: TH117

Analytical Prediction of Reciprocating Nanoscratch Depth for Brittle Materials in the Ductile Regime

YU Zhou YU Jiaxin YUAN Weifeng LAI Jianping HE Hongtu
(Key Laboratory of Testing Technology for Manufacturing Process in Ministry of Education, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010)

Abstract: Based on the multi-trace scratch method, a model which predicts the wear depth of the scratch has been proposed in this study. It assumes that the increment of wear depth in each scratch is positively correlated with the maximum shear stress depth obtained by Hertz contact theory due to the elastic contact between the tip and materials. By establishing the recursive relation between the tip and the sample contact radius at each scratch, the recursive relation of each wear depth increment is obtained. The prediction model of multiple wear depth is established through adding the increment of the wear depth. Considering that the change of the mechanical properties of the brittle materials during the wear experiments, the modified equation of elastic modulus is introduced to improve the accuracy of the prediction model. To verify the reliability of the proposed model, various nanoscratches at the optical glass surfaces are achieved by rubbing against a spherical diamond tip under the condition of indentation-elastic-load. The experimental results show that the prediction model provides the better accurate prediction of the wear depth after modifying the elastic modulus of glass materials. The modified elastic modulus varies with the wear cycles based on the different applied load. Further analysis indicates that it is related to the densification and damage softening induced by shear stress. The theoretical basis of the proposed model is reliable which considering the change of the mechanical properties of the material. These results are expected

* 国家自然科学基金面上(51975492, 51575462)和四川省教育厅科研重点(18ZA0504)资助项目。20201026 收到初稿, 20210309 收到修改稿

to be extended to the prediction of nanoscratch deformation evolution of other brittle and hard materials.

Key words: nanoscratch; prediction model; Hertz contact theory; modified modulus; brittle materials

0 前言

纳米划痕是评估脆性材料表面机械性能的重要手段。例如, 可以通过纳米划痕研究材料的抗划特性^[1-2]、脆/塑性转变^[3-4]、裂纹萌生^[5-6]、脆断剥落^[6-8]等材料机械性能, 这也是脆性材料的划痕研究中所主要关心的问题。然而, 脆性材料在韧性域的划痕研究同样重要, 例如, 在脆性材料(如光学玻璃、半导体晶片等)的精密研磨和抛光中, 为了避免材料在加工中产生亚表面微裂纹, 磨粒与材料之间的相互作用力极小^[9-10], 材料的去除往往发生在韧性域。在纳米划痕研究中, 通过选择合适的针尖以及控制划痕载荷, 可实现脆性材料在韧性域的划痕变形和去除, 以此模拟材料在精密加工中单颗磨料与材料之间的相互作用关系及其作用结果^[11-12]。如果有一个纳米划痕变形深度随划痕次数变化的定量预测模型, 将在脆性材料的实际精密加工中对工艺优化起到明确的指导作用。

纳米划痕深度预测模型的初衷是希望通过少量的试验预测到大量未知的试验结果, 以实现纳米划痕深度的准确控制。近年来, 已有部分研究人员对纳米划痕的深度预测方法开展了研究。例如, GENG 等^[13]利用原子力显微镜(AFM)建立了多道次纳米划痕深度预测模型, 研究了试样的法向载荷与纳米划痕深度之间的关系, 并对铝合金表面单次和双次划痕的深度进行了拟合与预测。其中考虑了加工硬化的影响, 在双次划痕模型中引入了修正因子, 使得试验结果与预期值相差不到 10%。REN 等^[14]基于应变梯度弹塑性理论提出了一种划痕深度预测模型, 并在单晶铜和单晶铂样品上通过纳米划痕试验验证了该模型的有效性, 实现了对制造出的纳米划痕深度的控制。DONG 等^[15]基于原子力显微镜在单晶硅表面进行了纳米划痕试验, 用线性拟合和对数拟合方法建立了纳米划痕的加工深度与划痕载荷之间的关系, 并分析了划痕的尺寸与法向载荷的线性和对数相关性。WANG 等^[16]利用原子力显微镜在硅片上完成纳米划痕多道次加工, 从理论上分析了在法向力作用下, 纳米划痕深度与初始深度之间的关系, 并进行了相关试验模拟和验证。在以往的多道次纳米划痕研究工作中, 大部分研究没有考虑到各道次划痕后所引起的接触半径、接触方式以及材

料自身的弹性模量的变化也未在其预测模型中综合考虑。

为此, 本文用光学玻璃作为脆性材料样品, 采用纳米划痕仪在弹性接触载荷下, 通过往复划痕的方式, 研究了划痕深度与划痕次数的关系。研究中假设每道次纳米划痕深度的增量与最大剪应力点的深度成正相关, 同时综合考虑了玻璃在多次划痕中针尖与玻璃接触面积的不断变化, 以及弹性模量随划痕次数可能存在的变化。基于划痕过程中前后两次的样品接触区曲率半径的递推关系, 并将多道次纳米划痕总深度看作每道次划痕深度增量的总和, 提出了纳米划痕深度随划痕次数变化的预测模型。通过该预测模型获得的预测结果与试验结果的对比, 验证了该模型的可靠性, 并讨论了样品接触区域内的弹性模量在不同载荷下随划痕次数变化的原因。

1 理论推导

1.1 理论模型的基本假设

使曲率半径为 R_{tip} 的球形针尖与接触区域曲率半径为 R_{sample} 的样品进行弹性接触, 再采用直线往复的滑动方式在样品表面制造划痕, 划痕总次数为 n 。由于针尖和样品属于弹性接触, 基于赫兹接触理论, 在载荷 F 的作用下, 其接触半径 a 与最大接触应力 p_0 的表达式如式(1)和(2)所示^[17-19]

$$a = \frac{\pi p_0 r}{2E^*} = \left(\frac{3Fr}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (1)$$

$$p_0 = \frac{3F}{2\pi a^2} = \left(\frac{6FE^{*2}}{\pi^3 r^2} \right)^{1/3} \quad (2)$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_{\text{tip}}^2}{E_{\text{tip}}} + \frac{1 - \nu_{\text{sample}}^2}{E_{\text{sample}}} \quad (3)$$

$$\frac{1}{r} = \frac{1}{R_{\text{tip}}} + \frac{1}{R_{\text{sample}}} \quad (4)$$

式中, E^* 为复合弹性模量, 可以由式(3)得到, E_{tip} 和 E_{sample} 分别为针尖与样品的弹性模量, ν_{tip} 和 ν_{sample} 分别为针尖与样品的泊松比。 r 为复合曲率半径, 可通过式(4)得到。

在以上弹性接触状态下, 针尖在滑动过程中的假设如下: ① 往复划痕试验期间, 针尖不产生磨损

(金刚石针尖), 并且在垂直方向上保持对称; ② 由于极小的正应力, 针尖尖端和样品之间的接触始终为弹性接触, 产生的应变很小; ③ 基于弹性接触的划痕中忽略犁沟效应, 针尖与样品的静态接触和动态滑动接触的接触半径相等。由于本研究是在样品的弹性接触载荷范围内进行, 正压力对划痕深度的贡献很小, 划痕深度增加的贡献主要来自于剪切应力。因此, 本文的另一基本假设为: 同一位置处第 i 次划痕深度的增量 δ_i 与样品在正压力下产生的最大剪应力深度 h_τ 成正相关, 可表示为式(5), 其中 k 为比例系数。

$$\delta_i = k \cdot h_\tau \quad (5)$$

根据弹性接触下的应力分布方程, 接触区的径向应力 σ_r 、周向应力 σ_θ 和竖直方向应力 σ_z 满足公式(6)和(7)的函数关系, 而竖直方向 z 轴上的剪切应力方程如公式(8)^[17]

$$\frac{\sigma_r}{p_0} = \frac{\sigma_\theta}{p_0} = -\left(1 + \nu_{\text{sample}}\right) \cdot \left[1 - \left(\frac{z}{a}\right) \arctan\left(\frac{a}{z}\right)\right] + \frac{1}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} \quad (6)$$

$$\frac{\sigma_z}{p_0} = -\left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} \quad (7)$$

$$\tau = \frac{1}{2} |\sigma_z - \sigma_r| \quad (8)$$

将式(6)、(7)代入式(8)可得到剪切应力 τ 在 z 轴上的方程式

$$\tau\left(\frac{z}{a}\right) = \frac{p_0}{2} \left| \left(1 + \nu_{\text{sample}}\right) \cdot \left(1 - \frac{z}{a} \arctan \frac{a}{z}\right) - \frac{3}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} \right| \quad (9)$$

设 $z/a = m$, 则式(9)可以改写为

$$\tau(m) = \frac{p_0}{2} \left| \left(1 + \nu_{\text{sample}}\right) \cdot \left(1 - m \arctan \frac{1}{m}\right) - \frac{3}{2(1+m^2)} \right| \quad (10)$$

根据式(10), 剪切应力 τ 是一个关于 m 的函数, 在自变量 m 有定义的范围该函数有最大值。假设当 m 取 $m=m_0$ 时, τ 取得最大值, 由于 $m=z/a$, 因此 τ 取最大值时对应竖直方向 z 轴上的深度为 $m_0 a$, 则最大剪切应力的深度 h_τ 即为 $m_0 a$, 如式(11)所示

$$h_\tau = m_0 \cdot a \quad (11)$$

因此, 根据式(5)、(11), 第 i 道次划痕深度的增量 δ_i 为

$$\delta_i = m_0 k \cdot a_i \quad (12)$$

则经过 n 次划痕后, 划痕的总深度 D 可表示为

$$D = \sum_{i=1}^n \delta_i \quad (13)$$

1.2 划痕深度的递推计算方法

图 1a 示意地表达了第 $i-1$ 次划痕后, 样品表面的横断面轮廓曲线。当第 $i-1$ 次划痕时, 样品表面的横断面轮廓曲线如图中虚线所示, 针尖与样品的接触半径为 a_{i-1} 。由于没有与针尖发生接触的样品区域不会发生材料去除, 并且这些接触区以外的区域会在针尖划过后弹性回复, 因此认为第 $i-1$ 次划痕卸载后样品表面划痕的总宽度等于第 $i-1$ 次划痕时针尖与样品的接触区域的直径 $2a_{i-1}$ 。此时第 $i-1$ 次划痕后的划痕总残余深度为 $\sum \delta_{i-1}$ 。因此认为第 $i-1$ 次划痕后的样品表面截面轮廓是由 $(-a_{i-1}, 0)$ 、 $(0, -\sum \delta_{i-1})$ 和 $(a_{i-1}, 0)$ 三点决定的抛物线, 如图 1b 所示, 该抛物线的方程可由式(14)表示。

$$y = \frac{\sum \delta_{i-1}}{a_{i-1}^2} x^2 - \sum \delta_{i-1} \quad (14)$$

(a) 截面轮廓示意图

(b) 截面轮廓示意图

图 1 第 $i-1$ 次划痕试验卸载后样品表面划痕所在位置的截面轮廓示意图及其截面轮廓的替代抛物线

根据抛物线求解曲率半径公式, 当 $x \rightarrow 0$ 时, 该抛物线顶点的曲率半径 ρ_{i-1} 为

$$\rho_{i-1} = \frac{a_{i-1}^2}{2 \sum \delta_{i-1}} \quad (15)$$

该抛物线顶点的曲率半径可以近似地看作是整条划痕截面的曲率半径, 并将它作为第 i 次划痕之前样品表面的接触区曲率半径。由于样品表面的划痕残余轮廓是内凹的, 而弹性体的赫兹接触理论计算接触半径公式适用于凸体, 所以第 i 次划痕前样品表面接触区曲率半径 $R_{\text{sample}/i}$ 应该由抛物线顶点曲率半径取反求得, 如式(16)所示

$$R_{\text{sample}/i} = -\rho_{i-1} = -\frac{a_{i-1}^2}{2\sum\delta_{i-1}} \quad (16)$$

式(16)即为第 $i-1$ 次与第 i 次划痕后样品表面变形区域的曲率半径的递推关系式。计算中根据第 $i-1$ 次划痕的接触半径 a_{i-1} 及划痕深度 $\sum\delta_{i-1}$, 求出第 i 次划痕前样品表面轮廓的曲率半径 $R_{\text{sample}/i}$, 用赫兹接触理论公式(1)、(3)、(4)计算出接触半径 a_i 。再根据式(12), 由少量试验获得的划痕深度数据与 h_t 之比得出部分比例系数 k 的值, 通过 $k(n, F) = t \cdot nF/[F]$ 的函数形式拟合得到各载荷下任意划痕次数的 k 值, 其中 t 为拟合系数, 随划痕次数增大而减小, $[F]$ 为材料不被破坏的许用载荷。通过任意划痕次数的 k 值, 能得到任意次数划痕后的 δ_i 。将 a_i 和 δ_i 代入递推关系式(16), 得到 $R_{\text{sample}/i+1}$, 如此循环递推直至划痕次数 n 足够大为止。计算初期由于第一次划痕试验前样品表面完整无变形, 因此表面轮廓曲率半径可认为无穷大。基于以上思想, 将式(1)、(12)、(16)合并, 划痕深度增量 δ_i 与 δ_{i+1} 递推表达式可总结为式(17), 最后对所有道次划痕深度的增加量求和即可得到划痕的计算总深度。

$$\delta_i = m_0 k \left(\frac{3FR_{\text{tip}}}{4E^*} \left(\frac{a_{i-1}^2}{a_{i-1}^2 - 2R_{\text{tip}} \sum\delta_{i-1}} \right) \right)^{1/3} \quad (17)$$

2 试验方法和结果

2.1 试验材料与方法

本研究中所有的纳米划痕试验都是在一台纳米压/划痕仪(G200, Keysight, USA)上进行的, 所用的划痕针尖为金刚石圆锥球形针尖, 通过熔融石英标定, 其针尖尖端的曲率半径为 $6.44 \mu\text{m}$ 。试验所用的样品为经过抛光的 N31 型磷酸盐激光玻璃(上海光机所提供), 尺寸为 $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$, 其泊松比为 0.27。通过纳米压痕测试, 其弹性模量为 67.6 GPa , 纳米硬度为 5.7 GPa 。通过原子力显微镜扫描, 其表面粗糙度为 0.57 nm 。进行试验前, 该玻璃样品被放入纯酒精中超声清洗 5 min , 然后在去离子水中超声清洗 5 min 。清洗后, 将玻璃样品用橡胶洗耳球吹干备用。

在纳米划痕试验前, 先通过纳米压痕试验确定与样品弹性接触的法向载荷, 随后在以上弹性接触的法向载荷下通过针尖往复滑动的方式完成纳米划痕试验。划痕次数分别为 1、5、10、20、50 和 80 次(1 个往复循环被认为是 2 次划痕); 滑动速度为 $1 \mu\text{m/s}$, 划痕长度为 $50 \mu\text{m}$ 。每种工况下的划痕试验

重复 3 次, 以保证试验重复性。划痕深度的采集通过纳米划痕仪竖直方向位移传感器获得, 采集精度为 10^{-2} nm 。

2.2 纳米压痕试验结果

图 2 为球形金刚石针尖在磷酸盐激光玻璃表面在不同法向载荷下基于纳米压痕的载荷-深度曲线。如图所示, 在给定的载荷范围内($4.8 \sim 6.3 \text{ mN}$), 纳米压痕的加载和卸载曲线几乎完全重合, 说明在此法向载荷下, 针尖和玻璃样品属于完全弹性接触。由于本文的目的是研究在完全弹性接触载荷下的往复划痕深度预测, 因此在本文中给定的针尖和样品的条件下, 法向载荷 $4.8 \sim 6.3 \text{ mN}$ 为弹性接触载荷, 故选择 4.8 mN 、 5.3 mN 、 5.8 mN 和 6.3 mN 作为本研究的划痕试验的法向载荷。

图 2 不同法向载荷下球形金刚石针尖在玻璃表面的纳米压入载荷-深度曲线

2.3 纳米划痕试验结果

图 3 所示为第 2.2 节中选择的法向载荷下, 光学玻璃表面的纳米划痕深度随划痕次数的变化曲线。如图所示, 划痕深度 D 随着划痕次数 n 的增加而增大, 且荷载越大, 所对应的划痕深度越大。当

图 3 不同载荷下光学玻璃表面的划痕深度随划痕次数的变化曲线

n 较小时, D 随 n 的增加增长较快, 此时玻璃的材料去除率较大。但当 n 足够大时, D 的增长趋于平缓, 进入稳定磨损阶段, 此时玻璃的材料去除率明显降低。随着载荷的增加, 玻璃进入稳定磨损阶段需要的划痕次数越多。

3 光学玻璃划痕深度的预测

3.1 划痕深度的初步预测

基于第 1 小节所述理论, 对于本研究所涉及的磷酸盐激光玻璃, 首先需要明确其最大剪切应力深度 h_r 与其接触半径 a 的关系。基于式(10), 代入磷酸盐激光玻璃泊松比 $\nu_{\text{sample}} = 0.27$, 能获得剪切应力 τ 和 m 之间的函数关系图, 如图 4 所示。

图 4 光学玻璃在弹性接触下剪应力随 m 的取值变化曲线

从图 4 中可以看出, 当 $m = 0.44$, 即 $z/a=0.44$ 时, 也就是纵坐标为 $0.44a$ 时剪切应力最大, 即 $h_r = 0.44a$ 。因此第 i 次划痕增加的深度 δ_i 可以表示为

$$\delta_i = k \cdot (0.44a_i) \quad (18)$$

根据本文的递推计算方法, 以少量已知划痕深度数据为递推计算基础。即假设 $\delta_1 \sim \delta_{20}$ 已知, 取磷酸盐玻璃弹性模量为定值 67.6 GPa , a_1 可以由式(1)直接算得, k_1 则为 $\delta_1/0.44a_1$, 再由式(16)得到 $R_{\text{sample}/2}$, 同样由公式(1)算得 a_2 , k_2 则为 $\delta_2/0.44a_2$, 如此循环可得到部分 k 值。由已知部分 k 值通过 $k(n, F) = t \cdot nF/[F]$ 的函数形式拟合得到各载荷下任意划痕次数的 k 值, 如图 5a 所示。在试验中发现, 当划痕载荷高于 6.3 mN 时, 划痕深度相较于载荷为 6.3 mN 时有大幅增加, 此时材料很可能进入了另一种破坏形式, 因此在本研究选取 6.3 mN 为许用载荷 $[F]$ 。比例系数 k 随着划痕次数 n 的增加而减小, 并且 k 值的减小速度逐渐减慢并最终趋于平稳。从材料磨损的一般规律来看, 从初始跑合磨损阶段到后期的稳定

磨损阶段, 样品的材料去除率和变形率会经历显著降低直至平稳的过程, k 值的变化符合以上规律。

(a) 比例系数 k 值

(b) 计算深度与试验深度对比

图 5 各载荷下 k 值关于划痕次数 n 的变化曲线及划痕深度计算曲线和试验深度点的对比

得到 k 值后, 按照递推算法可以依次算出每次划痕的深度增量 δ_i , 对 δ_i 求和得到计算总深度 D , 各载荷下计算深度与试验深度对比如图 5b。可以看出, 计算深度随划痕次数变化曲线的趋势与试验数据基本一致, 说明本文所提出的预测方法能较好的实现在弹性接触载荷下的纳米划痕深度预测。但也可以看出, 虽然计算深度随划痕次数变化的趋势一致, 但是计算深度的具体数值和试验数据还存在较大误差, 且不同荷载下的计算深度随划痕次数的变化曲线几乎平行, 不符合载荷对划痕深度的影响规律。因此第 1 小节中提出的理论模型需要得到必要的修正。

3.2 基于弹性模量修正的划痕深度预测

第 1 小节中的预测模型认为样品的弹性模量 E_{sample} 为固定值, 然而随着划痕次数的不断增加, 材料在遭受交变剪切应力后, 由于可能存在的加工硬化和玻璃致密化等^[20]因素, 会造成材料表面局部区域的物理结构发生变化, 从而引起材料基本力学

性能的变化,例如弹性模量的变化^[21]。因此如果在预测模型中仅考虑 E_{sample} 为固定值,那么计算结果可能会存在如图 5b 所示的偏差,为此我们引入了对样品弹性模量的修正。出于对修正后的样品弹性模量 E'_{sample} 随划痕次数增加而变化的趋势以及划痕深度的增加趋势的考虑,提出对光学玻璃在多道次纳米划痕中其弹性模量的修正形式为

$$E'_{\text{sample}} = l(F/[F]) \cdot E_{\text{sample}} (1 - e^{-0.05n}) + E_{\text{sample}} \quad (19)$$

该函数形式保证了修正后的模量 E'_{sample} 随划痕次数 n 的增加会存在先变化较快到逐渐趋于稳定的过程。修正系数 l 与载荷大小有直接关系,反映了材料结构在多道次划痕下的硬化或松弛程度。当固定载荷时,计算中通过 E'_{sample} 代替 E_{sample} ,将计算深度与试验深度逼近,得到某一固定载荷下 l 的拟合值,逼近标准为计算深度值与试验深度偏差小于 5%。基于以上方法获得了本研究中 4 种载荷下的 l 值,如图 6a 所示, l 与 $F/[F]$ 基本满足线性关系,通过线性拟合得到其确定系数为 0.9。此后,根据式 (19),获得不同划痕次数下的修正后的弹性模量 E'_{sample} ,如图 6b 所示。

图 6 修正系数 l 与 $F/[F]$ 的关系及不同载荷下修正弹性模量随划痕次数的变化曲线

修正后的弹性模量 E'_{sample} 在不同载荷下随划痕

次数变化的增量不同。低载下(4.8 mN 和 5.3 mN),玻璃的修正弹性模量随着划痕次数 n 的增加而增加;然而高载下(5.8 mN 和 6.3 mN),修正弹性模量随着划痕次数 n 的增加而减小。玻璃在局部划痕区域弹性模量的变化趋势,实质反应了玻璃在划痕中的损伤与变形本质。由于玻璃的原子结构是一种无序的网络结构^[22-23],玻璃网络结构的致密化^[20]是玻璃材料在应力作用下的一种特有变形方式。在我们之前的研究中发现,摩擦剪切应力可诱发玻璃划痕区域的致密化^[24],并且致密化在往复划痕的初期对玻璃的变形量贡献较大^[25]。因此说明,摩擦剪切应力诱发的玻璃致密化更容易出现在较为缓和的工况下,例如低载荷下。这里有理由相信在低载下,摩擦剪切诱导的玻璃致密化是往复划痕下玻璃变形的的主要方式。由于玻璃致密化是一种材料加工硬化的表现,随着划痕次数的增加,与针尖接触的玻璃表面区域的结构变得更加致密,因此弹性模量随划痕次数的增加而变大。

除了玻璃致密化以外,摩擦诱导的材料去除(磨损)是往复划痕中的另一种变形方式。材料去除更容易发生在较为恶劣的工况下,例如高载荷。在划痕中与针尖接触的玻璃网络键在强烈的交变摩擦剪切应力下变弱,容易形成原子链脱落或微裂纹生成^[7],进而造成材料去除。而这些局部原子链脱落或微裂纹生成的区域成为玻璃表面的缺陷区域,从而使其机械性能减弱^[25-26]。在高载下,玻璃致密化对材料变形的贡献变弱,材料去除主导了划痕深度的变化,此时摩擦导致了玻璃材料表面局部区域的缺陷增多,因此弹性模量随划痕次数增加而减小。此外还发现,无论低载或高载,玻璃弹性模量的变化在低道次划痕时较为明显,但随着划痕次数的增加最终趋于平缓,其值逐渐趋近于一固定值。这也说明玻璃材料在经过多次划痕后其接触区域的物理结构的变化处于一个动态平衡的过程。

以上讨论分析了玻璃划痕区域的弹性模量随划痕次数演变规律的合理性。因此,基于图 6b 对弹性模量的修正结果,将其代入划痕深度计算并对划痕深度预测曲线进行修正,修正后的深度预测曲线与试验数据的对比如图 7 所示。可见弹性模量修正后,理论计算曲线和试验数据一致性高,对不同载荷下的多道次划痕深度的预测效果良好。

图 7 不同荷载下经弹性模量修正后的划痕深度计算曲线与试验深度的对比关系

3.3 考虑针尖与样品的接触形式的划痕深度预测

当针尖第 1 次划过玻璃表面时, 此时的玻璃表面完整无损伤, 针尖与玻璃表面的接触形式为“球-平面”接触。第 1 次划痕结束以后, 根据载荷的不同, 玻璃表面将存在不同程度的损伤或变形, 因此从第 2 次划痕开始, 针尖与玻璃表面之间的接触形

式不再完全是精确的“球-平面”接触, 也可能存在“球-凹圆柱面”接触的形式。因此, 在多道次划痕中, 可考虑“球-凹圆柱面”接触或者“球-平面”和“球-凹圆柱面”相复合的接触方式, 以此掌握接触区域的形状变化对划痕深度预测的影响。

不同的接触形式直接影响针尖和样品的接触半径, 基于赫兹接触理论^[19, 27]可以获得第 i 道次划痕时“球-平面”和“球-凹圆柱面”的接触半径, 再将不同的接触半径代入式(18), 可以得到不同接触形式下的深度计算公式, 如表 1 所示。表 1 所列分别为单独考虑两种不同接触形式的计算公式, 在此基础上还可以考虑由以上两种接触方式相复合的接触情况。设单独考虑“球-平面”接触时得到的计算深度为 D_1 , 单独考虑“球-凹圆柱面”接触时得到的计算深度为 D_2 。复合形式可参考式(20), 其中 D 为复合形式下划痕的最终计算深度, α 为两种接触模式的相关系数。

$$D = \alpha D_1 + (1 - \alpha) D_2 \quad (20)$$

表 1 两种接触形式下的划痕深度预测公式

接触形式	球-面接触	球-凹圆柱面
接触半径	$a_i = \left(\frac{3F r_i}{4E^*} \right)^{1/3}$	$a_i = \left[r_i \cdot \left(\frac{9F^2}{16E^{*2} R_{tip}} \sqrt{\frac{R_{tip} + R_{sample/i}}{R_{sample/i}}} \right)^{1/3} \right]^{1/2}$
单次划痕深度增量	$\delta_i = k \cdot (0.44 a_i)$	
计算总深度	$D_1 = 0.44 \left(\frac{3F}{4} \right)^{1/3} \cdot \sum_{i=1}^n \left(\frac{k^3 r_i}{E^*} \right)^{1/3}$	$D_2 = 0.44 \left(\frac{F^2}{16 R_{tip}} \right)^{1/6} \cdot \sum_{i=1}^n k r_i^{0.5} \left(\frac{R_{tip} + R_{sample/i}}{R_{sample/i}} \right)^{1/12}$

在整个划痕过程中, 针尖与玻璃的“球-平面”接触形式主要集中在第 1 次划痕时, 所以采用第 1 次划痕的深度与多次划痕后深度趋于稳定的值之比作为 α 的取值依据。基于本研究的光学玻璃样品, 第 1 次划痕的深度大约占深度趋于稳定值的 20%, 因此这里取 $\alpha = 0.2$ 。

基于表 1 和公式(20), 图 8 所示为“球-凹圆柱面”接触和两种形式复合接触的计算深度曲线与划痕试验深度对比。将此图与图 7 的“球-平面”接触情况下的计算结果进行对比, 发现采用三种接触方式所获得的计算预测深度之间并无太大的差别, 其主要原因在于本研究所用的载荷极小, 属于弹性接触载荷, 引起的材料变形量小, 因此接触区域形状的变化对划痕深度的预测影响也较小。虽然单独考虑“球-平面”接触和“球-凹圆柱面”接触, 以及考虑上述两种形式的复合接触, 在本研究中对计算深度的影响不大, 但

通过两种接触相结合的形式为其他材料的划痕深度预测提供了一种加权方法。在实际加工中, 通过考虑磨料与工件的接触形式来确定 α 值, 能使得计算深度更接近实际深度, 并取得更准确的预测结果。

图8 弹性模量修正后各载荷下不同接触形式的计算深度和试验深度的对应关系

本研究在考虑了针尖作用于样品的一维状态力以及样品材料的局部力学性能变化时,通过一整套对理论深度的计算,得到了良好的划痕深度预测结果。本文没有考虑到样品材料在正压力下的应力集中对理论深度计算的影响,另外样品材料的力学性能、针尖尺寸和环境温湿度等因素对比例系数 k 值均可能有影响。这些因素对划痕深度演变的影响机制比较复杂,有待进一步研究。

4 结论

(1) 基于每道次划痕深度的增量与赫兹接触理论得到的最大剪应力深度成正相关的基本假设,通过建立每道次划痕时针尖与样品接触半径的递推关系,获得每道次划痕深度增量的递推关系,并通过划痕深度增量的总和来建立多次划痕深度的预测模型。考虑到脆性材料在多次划痕过程中会出现力学性能的变化,因此在预测模型中引入了材料弹性模量的修正方程以提高预测模型的精确性。

(2) 研究中以磷酸盐激光玻璃为样品,在不同弹性接触载荷下完成不同道次的纳米划痕试验,基于以上预测模型,实现了对不同次数下的纳米划痕深度的预测,在通过对玻璃样品的弹性模量修正后,预测划痕深度和试验深度吻合度高。修正后的弹性模量根据划痕载荷的不同表现为随划痕次数的增加呈现不同的变化趋势,这与玻璃材料在不同载荷下剪切应力诱发的致密化与损伤软化相关。

(3) 本研究所提出的计算模型理论基础可靠,同时考虑了材料自身力学性能的变化,因此有望推广到其他脆硬材料的纳米划痕变形演变预测中。

参 考 文 献

- [1] MATHIA T G, LAMY B. Sclerometric characterization of nearly brittle materials[J]. *Wear*, 1986, 108(4): 385-399.
- [2] 徐相杰, 余丙军, 陈磊, 等. 滑动速度对单晶硅在不同接触尺度下磨损的影响[J]. *机械工程学报*, 2013, 49(1): 108-115.
XU Xiangjie, YU Bingjun, CHEN Lei, et al. The effect of sliding speed on the wear of single crystal silicon under different contact scales[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2013, 49(1): 108-115.
- [3] MARSHALL D B, EWANS A G, YAKUB B T K, et al. The nature of machining damage in brittle materials[J]. *Proceedings of the Royal Society of London Series A*, 1983, 385(1789): 461-475.
- [4] LI ZhiPeng, ZHAO Hang, ZHANG Feihu. Study on the ductile removal behavior of K9 glass with nano-Scratch[J]. *Advanced Materials Research*, 2016, 1136: 282-288.
- [5] YU Jiaxin, HU Hailong, JIA Fei. Quantitative investigation on single-asperity friction and wear of phosphate laser glass against a spherical AFM diamond tip[J]. *Tribology International*, 2015, 81: 43-52.
- [6] YU Jiaxin, JIAN Qingyun, YUAN Weifeng, et al. Further damage induced by water in micro-indentations in phosphate laser glass[J]. *Applied Surface Science*, 2014, 292: 267-277.
- [7] GU Weibin, YAO Zhenqiang, LIANG Xinguang. Material removal of optical glass BK7 during single and double scratch tests[J]. *Wear*, 2011, 270(3): 241-246.
- [8] 王栋, 冯平法, 张承龙, 等. 磷酸二氢钾晶体微尺度力学行为试验研究[J]. *机械工程学报*, 2013, 49(18): 119-124.
WANG Dong, FENG Pingfa, ZHANG Chenglong, et al. Experimental study on the micro-scale mechanical behavior of potassium dihydrogen phosphate crystals[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2013, 49(18): 119-124.
- [9] BELKHIR N, BOUZID D, HEROLD V. Wear behavior of the abrasive grains used in optical glass polishing[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2009, 209(20): 6140-6145.
- [10] ZHANG Zefang, LIU Weili, SONG Zhitang. Effect of abrasive particle concentration on preliminary chemical mechanical polishing of glass substrate[J]. *Microelectronic Engineering*, 2010, 87(11): 2168-2172.
- [11] BELKHIR N, BOUZID D, HEROLD V. Surface behavior

- during abrasive grain action in the glass lapping process[J]. *Applied Surface Science*, 2009, 255(18): 7951-7958.
- [12] FIRESTINE A G, MOONEY C F, ZAK T J. Method of grinding and polishing optical glass[P]. United States Patent Office, 1962.
- [13] GENG Yanqun, YAN Yongda, YU Bowen. Depth prediction model of nano-grooves fabricated by AFM-based multi-passes scratching method[J]. *Applied Surface Science*, 2014, 313: 615-623.
- [14] REN Jiaqi, LIU Pinkuan, ZHU Xiaobo, et al. Multiscale modeling and experimental validation for nanochannel depth control in atomic force microscopy-based nanofabrication[J]. *Journal of Applied Physics*, 2014, 116(7): 074301.
- [15] DONG Zhuxin, WEJINYA U C. Atomic force microscopy based repeatable surface nanomachining for nanochannels on silicon substrates[J]. *Applied Surface Science*, 2012, 258(22): 8689-8695.
- [16] WANG Z Q, JIAO N D, TUNG S, et al. Atomic force microscopy-based repeated machining theory for nanochannels on silicon oxide surfaces[J]. *Applied Surface Science*, 2011, 257(8): 3627-3631.
- [17] BHUSHAN B. Contact mechanics of rough surfaces in tribology: single asperity contact[J]. *Applied Mechanics Reviews*, 1996, 49(5): 275-298.
- [18] BHUSHAN B. Introduction to tribology[M]. New York: John Wiley & Sons, Ltd, 2002.
- [19] FISCHER-CRIPPS A C. The Hertzian contact surface[J]. *Journal of Materials Science*, 1999, 34(1): 129-137.
- [20] BROSTOW W, CHONKAEW W, RAPOPORT L, et al. Grooves in scratch testing[J]. *Journal of Materials Research*, 2007, 22(09): 2483-2487.
- [21] 张亚锋, 何洪途, 余家欣, 等. 用于 ICF 的三种典型光学玻璃的 AFM 纳米划痕行为研究[J]. *摩擦学学报*, 2018, 38(3): 349-355.
- ZHANG Yafeng, HE Hongtu, YU Jiaxin, et al. AFM nano-scratch behavior of three typical optical glasses used in ICF[J]. *Tribology*, 2018, 38(3): 349-355.
- [22] BROW R K, CLICK C A, ALAM T M. Modifier coordination and phosphate glass networks[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2000, 274(1-3): 9-16.
- [23] BUNKER B C, ARNOLD G W, WILDER J A. Phosphate glass dissolution in aqueous solutions[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1984, 64(3): 291-316.
- [24] HE Hongtu, SEUNG H H, YU Jiaxin, et al. Friction-induced subsurface densification of glass at contact stress far below indentation damage threshold[J]. *Acta Materialia*, 2020, 189: 166-173.
- [25] FU Jiacheng, HE Hongtu, YUAN Weifeng, et al. Towards a deeper understanding of nanoscratch-induced deformation in an optical glass[J]. *Applied Physics Letters*, 2018, 113(3): 031606.
- [26] YU Jiaxin, HE Hongtu, JIAN Qingyun, et al. Tribochemical wear of phosphate laser glass against silica ball in water[J]. *Tribology International*, 2016, 104: 10-18.
- [27] 冯登泰. 接触力学的发展概况[J]. *力学进展*, 1987(4): 3-18.
- FENG Dengtai. The development of contact mechanics[J]. *Advances in Mechanics*, 1987(4): 3-18.
-
- 作者简介: 于洲, 男, 1996 年出生。主要研究方向为纳米摩擦学。
E-mail: 15281135900@163.com
- 余家欣(通信作者), 男, 1982 年出生, 博士, 教授, 博士研究生导师。
主要研究方向为摩擦学与超精密加工。
E-mail: yujiaxin@swust.edu.cn
- 袁卫锋, 男, 1970 年出生, 博士, 教授, 博士研究生导师。主要研究方向为复合材料力学及计算力学。
E-mail: yuanweifeng@swust.edu.cn