加载控制模式对电沉积镍薄膜力学性能测试的影响

赵冠湘[1],黄勇力[2,3],马增胜[2,3],周益春[2,3]

(1. 湖南科技大学 物理学院,湖南 湘潭 411201;2. 湘潭大学 低维材料及其应用技术教育部重点实验室,湖南 湘潭 411105;
3. 湘潭大学 材料与光电物理学院, 湖南 湘潭 411105)

摘　要:为研究深度和载荷2种加载控制模式对样品硬度和杨氏模量测试结果的影响,选取了厚度为6 μm的电沉积镍薄膜为样品,采用美国Hysitron公司生产的TriboIndenter型压痕仪进行压痕试验. 结果表明:因薄膜和基底2种材料的性能相差较大,随着压痕深度的增加,基底效应越来越明显;载荷控制模式下所测的硬度和杨氏模量较深度控制模式的都要大,且两性能参数中因应力松弛效应的影响硬度差别更为明显.

关键词:电沉积镍薄膜;压痕;加载控制模式;硬度;杨氏模量

中图分类号:O345　　**文献标识码:**A　　**文章编号:**1672-9102(2011)04-0022-04

电沉积镍薄膜是采用电沉积的方法在低碳钢基底上覆镀的一层厚度约为几微米的镍薄膜材料,它主要用于防锈防蚀,提高低碳钢基底材料的使用效能和寿命. 然而,电沉积镍薄膜/低碳钢基底体系(常称为覆镍深冲钢带)在加工成型及实际使用的过程中,若薄膜表面损伤、开裂或脱落,将会使基底材料暴露在外,从而使镍薄膜的保护功能失效. 故镍薄膜与低碳钢基底界面结合的好坏,以及镍薄膜材料自身的抗拉、抗压、抗弯等力学性能的好坏将严重制约着镍薄膜的使用效果[1-3]. 因此,表征电沉积镍薄膜材料的力学性能对镍薄膜的制备及加工工艺的选择具有重要的指导意义.

然而,因镍薄膜材料厚度非常小,传统的测试材料力学性能的试验方法不再适用. 近年来发展起来的压痕技术为研究薄膜材料的力学性能提供了强有力的工具. 该方法无需将薄膜材料从基底上剥离出来,可以直接在膜/基体系下进行测试来表征薄膜的力学性能. 它可以实现超低载荷(约3 nN)测试,位移分辨率优于1 nm,完全满足薄膜甚至超薄层材料的测试需要. 它通过计算机控制载荷连续变化,并在线监测压痕深度,获得载荷-位移曲线,并可自动计算得到所测材料的硬度和杨氏模量[4-5].

压痕测试的驱动模式主要有3种方式[6]:恒位移速率(深度控制模式),$\dot{h}$ = 常数;恒载荷速率(载荷控制模式),$\dot{P}$ = 常数;恒应变速率(应变率控制模式),$\dot{h}/h$ = 常数. 在不同的驱动模式下进行压痕测试所得结果会有所差异,如样品材料显示不稳定破坏时,载荷控制模式的压痕测试所得的深度会出现不连续的跳跃,而深度控制模式的压痕测试所得的载荷会出现载荷不连续的下降[6]. 对应变率敏感的材料,压痕测试时需控制应变率恒定,即 $\dot{h}/h$ = 常数,才能保证所测硬度为稳定值,而不依赖于 $\dot{h}/h$[6]. 然而,采用不具备恒应变率模块的压痕仪进行应变率敏感材料的压痕测试时,深度和载荷2种

收稿日期:2011-09-20

基金项目:湖南省教育厅科研项目(07C277)

通信作者:周益春(1963-),男,湖南衡阳人,教授,主要从事薄膜与器件力学研究. E-mail:zhouyc@xtu.edu.cn

控制模式下测得的材料力学性能会有所差异. 本文所研究的电沉积镍镀层材料具有一定的应变率敏感性[7-8],在没有恒应变率模块的情况下,则需要研究深度和载荷 2 种控制模式下该材料的压痕测试的力学性能差异.

1 深度和载荷 2 种控制模式下的压痕试验

试验所用试样是镍薄膜厚度为 6 μm 的覆镍深冲钢带(图 1),样品表面粗糙度约为 0.1 μm. 试验所用压痕仪为美国 Hysitron 公司生产的 TriboIndenter 型压痕仪,所用压头为 Berkovich 金刚石压头. 测试时环境温度控制在 23 ±3 ℃,相对湿度 50% RH. 分别采用深度和载荷 2 种控制模式进行压痕测试,2 种模式的加载 - 保载 - 卸载时间均设定为 3 -30 -3 s,测试时每种条件重复压 5 个点,试验参数详见表 1.

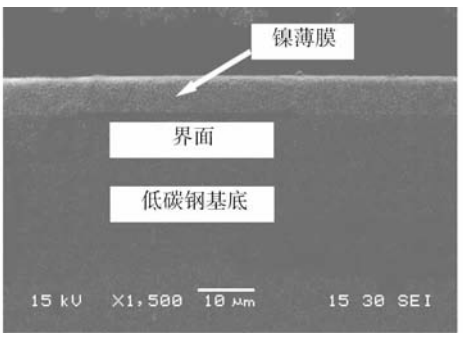


图 1 电沉积镍薄膜截面 SEM 形貌

Fig. 1 Cross - section SEM image of Ni thin film

表 1 压痕测试参数

Tab. 1 Experimental parameters in indentation tests

深度控制模式的最大压深/μm	载荷控制模式的最大载荷/mN	取点间隔/μm
0.6	60	60
1.2	140	120
2.4	340	240
4.8	850	480
6.0	1 300	600

2 试验结果与分析

图 2 和图 3 分别为深度和载荷控制模式下的一系列载荷 - 位移曲线. 2 类载荷 - 位移曲线加载阶段和卸载阶段没有明显差异,但数据在保载阶段呈现出完全不同的趋势. 深度控制模式的保载阶段保持最大压痕深度恒定的情况下,载荷是逐渐减小的,这表明在此保载阶段材料呈现出应力松弛的现象;而载荷控制模式的保载阶段保持最大载荷恒定的情况下,压入深度是逐渐增加的,这表明在此保载阶段材料呈现出蠕变现象,2 种现象均表明电沉积镍薄膜样品具有一定程度的粘性,故在不同控制模式下的压痕测试结果会有所不同.

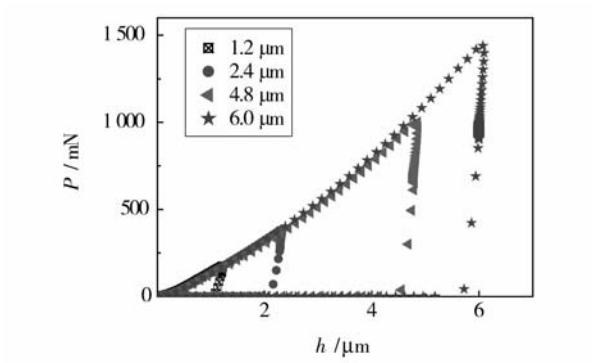


图 2 深度控制模式的载荷 - 位移曲线

Fig. 2 Load - displacement curves under displacement control module

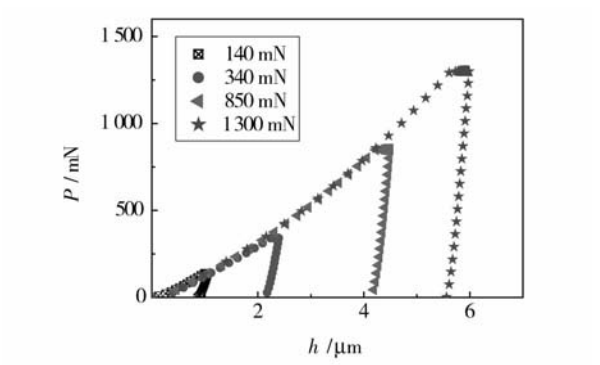


图 3 载荷控制模式的载荷 - 位移曲线

Fig. 3 Load - displacement curves under load control module

表 2 为 2 种控制模式在不同压痕深度下测得的镍薄膜的杨氏模量和硬度值,表中所列的 h_{max} 为实际测试过程中达到的最大压痕深度,与初始设定的 h_{max}(见表 1)非常接近. 图 4 和图 5 是与表 2 相应的杨氏模量和硬度与压痕深度的关系图. 从表 2 及图 4、图 5 中可以看出,无论是深度还是载荷控制模式,随着最大压痕深度的增大,所测得的杨氏模量和硬度值均在减小,这是由基底效应所致,因低碳钢基底材料较镍薄膜材料软,压入深度越深,所测硬度和杨氏模量越接近基底的参数值,故会越小. 对比深度和载荷 2 种控制模式所测结果可知,载荷控制模式下测得的杨氏模量和硬度均大于深度控制模式所测

值.2 种控制模式下的杨氏模量值相差约 5.5 ~ 15.0 GPa,相对误差约为 2.5% ~ 12.5%;硬度值相差约 0.3 ~ 1.4 GPa,相对误差约为 14.4% ~ 60.9%,可知较之深度控制模式,载荷控制模式所测的杨氏模量值稍有变大,而硬度则大幅度变大. 这主要是因为计算杨氏模量是利用载荷 - 位移曲线的卸载曲线[9],2 种控制模式均有保载阶段使得粘性变形近乎饱和,故卸载曲线几乎是弹性卸载,则 2 种控制模式测得的杨氏模量仅仅是材料的弹性参数而没有粘性影响,所以两者杨氏模量的数值差不多;但计算硬度是用卸载初始时刻的最大载荷除以接触面积[9],以最大压痕深度 6.0 μm 的曲线为例(见图 2 和图 3),2 种控制模式的最大压痕深度均约 6.0 μm,则 2 种模式的接触面积相差无几,而深度控制模式的最大载荷由保载初始时刻的 1442 mN 因应力松弛降至卸载初始时刻的 931 mN,载荷控制模式的最大载荷始终保持 1 300 mN,故因应力松弛效应的影响,深度控制模式测得的硬度值远小于载荷控制模式所测值.

表 2 2 种控制模式下所测得镍薄膜的杨氏模量和硬度值

Tab. 2 Young's modulus and hardness of Ni thin film tested under two different control modules

深度控制模式			载荷控制模式		
h_{max}/μm	E/ GPa	H/GPa	h_{max}/μm	E/GPa	H/GPa
0.600	219.096	7.220 18	0.578	224.623	8.637 44
1.220	179.137	4.401 32	1.114	186.962	5.817 87
2.325	163.195	2.415 06	2.376	152.014	2.763 35
4.865	136.613	1.175 08	4.467	146.177	1.890 58
6.090	120.252	1.033 09	5.933	135.236	1.632 25

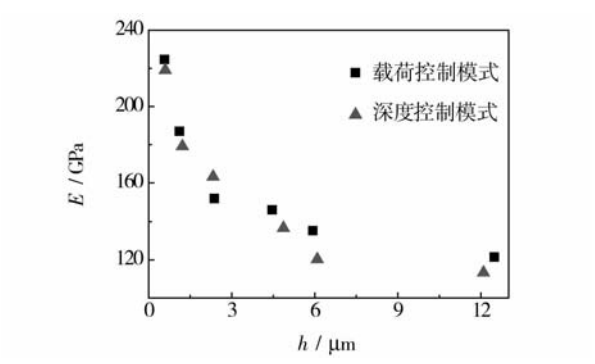


图 4 2 种控制模式下杨氏模量与压痕深度的关系

Fig. 4 Variation of the Young's modulus with indentation depth under load and displacement control modules

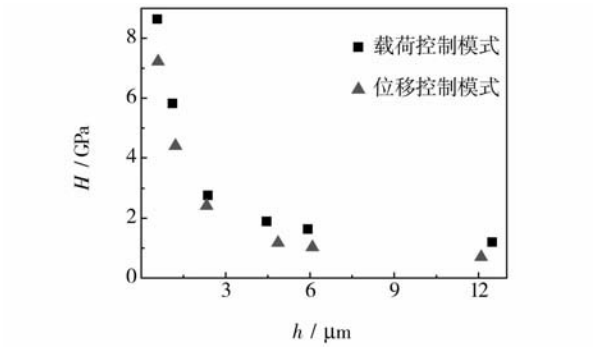


图 5 2 种控制模式下硬度与压痕深度的关系

Fig. 5 Variation of the hardness with indentation depth under load and displacement control modules

3 结论

选用膜厚为 6.0 μm 的电沉积镍薄膜材料进行压痕测试,研究深度和载荷 2 种模式对其杨氏模量和硬度测试结果的影响,得到如下结论:

1)随着压痕深度的增加,基底对压痕所测的杨氏模量和硬度值的影响也越大.

2)载荷控制模式下测得的杨氏模量和硬度值均大于深度控制模式所测值.

3)较之深度控制模式,载荷控制模式所测的杨氏模量值稍有变大,而硬度则大幅度变大,这主要是因为深度控制模式下因应力松弛效应使得最大载荷大幅度降低,而最大接触面积保持不变,则所得硬度值大幅度减小;而 2 种控制模式计算杨氏模量所用的卸载曲线几乎均为弹性曲线,故两者所得的杨氏模量相差无几.

参考文献:

[1] 蒋艳平. 覆镍深冲钢带的残余应力及激光热冲击的影响[D]. 湘潭: 湘潭大学, 2002.
Jiang Y P. Residual stress in the drawn steel strip with electrodeposited nickel coating and effect of laser thermal shock [D]. Xiangtan: Xiangtan University, 2002.

[2] Cheng C W, Cheng F T, Man H C. Improvement of protective coating on Nd - Fe - B magnet by pulse nickel plating [J]. Journal of Applied Physics, 1998, 83(11): 6417 - 6419.

[3] Dumont E, Dugnoille B, Petitjean J P, et al. Optical properties of nickel thin films deposited by electroless plating [J]. Thin Solid Films, 1996, 301(1 - 2): 149 - 153.

[4] 黄勇力. 用纳米压痕法表征薄膜的应力 - 应变关系[D]. 湘潭: 湘潭大学, 2006.

Huang Y L. The stress－strain relationships of thin films characterized by nanoindentation [D]. Xiangtan: Xiangtan University, 2006.

[5] 万建松，岳珠峰. 采用压痕实验获得材料性能的研究现状[J]. 实验力学, 2002, 7(2): 131－139.
Wan J S, Yue Z F. The instrumented indentation methods for determining material property [J]. Journal of Experimental Mechanics, 2002, 7(2): 131－139.

[6] 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应用[M]. 北京：机械工业出版社, 2004.
Zhang T H. Micro/nano mechanical testing techniques and its application[M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 2004.

[7] Ma Z S, Long S G, Pan Y, et al. Loading rate sensitivity of nanoindentation creep in polycrystalline Ni films [J]. Journal of Material Science, 2008,43:5952－5955.

[8] Ma Z S, Long S G, Pan Y, et al. Creep behavior and its influence on the mechanics of electrodeposited nickel films [J]. Journal of Material Science and Technology, 2009,25:90－94.

[9] Pharr G M, Oliver W C. On the generality of the relationship among stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation[J]. Journal of Materials Research, 1992, 7(3): 613－617.