

# 激光微喷丸强化纯铜表面的纳米压痕分析

樊玉杰 周建忠 黄 舒 范金荣 王呈栋 王 维 卫登辉 朱 伟 高 彬

(江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013)

**摘要** 采用纳米压痕技术对纯铜试样进行了力学性能测试,包括纳米硬度和弹性模量。结果表明,激光微喷丸强化区域的纳米硬度和弹性模量比未喷丸区域高,最高值分别是未喷丸区域的4.21倍和2.39倍。探讨了喷丸区域的纳米硬度和弹性模量的变化规律,分析了主要影响因素和强化机理。通过纳米压痕技术对材料表面力学性能的合理表征,为激光微喷丸强化过程中的工艺参数选择和表面质量的有效控制提供理论指导。

**关键词** 激光技术;硬度;弹性模量;纳米压痕技术;表征

中图分类号 TN249;TG156.99

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201138.0603026

## Research on Mechanical Response of Copper Treated by Micro Laser Shock Peening Using Nanoindentation Technique

Fan Yujie Zhou Jianzhong Huang Shu Fan Jinrong Wang Chengdong  
Wang Wei Wei Denghui Zhu Wei Gao Bin

(School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China)

**Abstract** Experimental research of nano-hardness and elastic modulus of copper treated by micro laser shock peening ( $\mu$ LSP) is carried out. The results show that nano-hardness and elastic modulus treated by  $\mu$ LSP are higher than those of substrate, with the maxima of 4.21 and 2.39 times, respectively. Change laws of nano-hardness and elastic modulus in shock region are explored, and main factors and strengthening mechanism are discussed. With reasonable characterization of surface mechanical performance by nanoindentation technique, good guidance on parameter optimal selection for further study of surface mechanical performance in  $\mu$ LSP is provided.

**Key words** laser technique; hardness; elastic modulus; nanoindentation technique; characterization

**OCIS codes** 140.3440; 140.3538; 320.5520; 140.3390

## 1 引 言

激光喷丸是一种新的表面改性技术,能够产生高强度的冲击波,在材料表面产生几百兆帕的残余压应力,提高零件的疲劳寿命和强度<sup>[1~3]</sup>。激光微喷丸技术( $\mu$ LSP)<sup>[4]</sup>是在激光喷丸技术的基础上发展起来的,主要针对微机电系统(MEMS)中越来越多的金属微器件表面受损失效问题。不同的是采用的光斑直径在微米量级,脉冲能量在微焦至毫焦范围。 $\mu$ LSP由于自身技术特点,能够在微器件表层

或局部产生适度残余应力分布,增加受喷区域的硬度及弹性模量,大幅改善微构件的力学性能,进而提高其可靠性,从制造源头解决MEMS中金属微器件的失效问题,因而已逐渐成为面向微小构件表面改性延寿的革新工艺,得到了国内外诸多学者的关注和研究。

铜是MEMS微构件中最常用的金属材料,由于其本身的力学和电学性能,成为非硅微器件失效的薄弱环节。2002年起,Chen等<sup>[5~7]</sup>对铜材料进行了

收稿日期:2011-03-18;收到修改稿日期:2011-04-10

**基金项目:**国家自然科学基金(50675090)、教育部博士点基金(200802990004)、江苏省高校自然科学基金重大项目(08KJA460002)、江苏省自然科学基金(BK2009219)、江苏大学校科研项目基金(CX08B\_06x)和江苏高校优秀学科建设工程资助课题。

**作者简介:**樊玉杰(1979—),女,博士研究生,主要从事激光冲击等方面的研究。E-mail: fanyujie@tom.com

**导师简介:**周建忠(1964—),男,教授,博士生导师,主要从事激光先进制造和表面改性延寿技术等方面的研究。

E-mail: zhoujz@ujs.edu.cn

激光微喷丸实验研究,证实采用合理的激光工艺参数,能够在铜试样表层产生有益的残余压应力,并将残余应力分布作为喷丸强化效果的主要表征方式。但由于喷丸区域的特征尺寸在微米量级,而目前的X射线衍射应力测定仪的X射线管直径大多在1 mm左右,要精确测量微喷丸处理区域的残余应力较为困难,因而将表面硬度和弹性模量的变化作为微喷丸强化效果的表征参数不失为一种简便实用的方法。而传统的显微硬度已经不适用于激光微喷丸强化效果的表征。纳米压痕技术在微结构的力学性能检测方面具有超高的时空分辨率,文献[7]采用纳米压痕技术对单点喷丸强化区域的硬度进行了测量,并初步分析了原因。目前鲜有文献涉及激光微喷丸前后弹性模量变化的研究,而硬度和弹性模量的改变直接关系到材料的抗磨损和冲击性能,对微器件的可靠性至关重要。

本文以纯铜为研究对象,探索其在激光微喷丸后纳米硬度和弹性模量的变化,分析激光微喷丸诱导的

纳米硬度和弹性模量的变化及其强化机制,为激光微喷丸强化工艺及其控性/控形的研究提供帮助。

## 2 实 验

### 2.1 激光微喷丸实验

试样为15 mm×10 mm×1.5 mm的纯铜,表面抛光并用乙醇清洗。以约20 μm厚的黑漆作为能量吸收层、K9玻璃作为约束层;采用高功率SGR-10型电光调Q脉冲Nd:YAG固体激光器,波长1064 nm,脉宽7 ns。

激光微喷丸实验中,激光能量分别为50,60,70,80,90 mJ,光斑直径为380 μm,喷丸次数为1次。由于试样表面诱导的冲击波峰值压力在3~5 GPa,远高于材料的动态屈服强度,导致受喷表面产生塑性变形,凹坑直径约为500 μm,最大塑性变形量1.67 μm,如图1所示。纯铜试样受喷表面的塑性变形能够增加它的硬度。硬度增加对金属微构件的摩擦面有益。

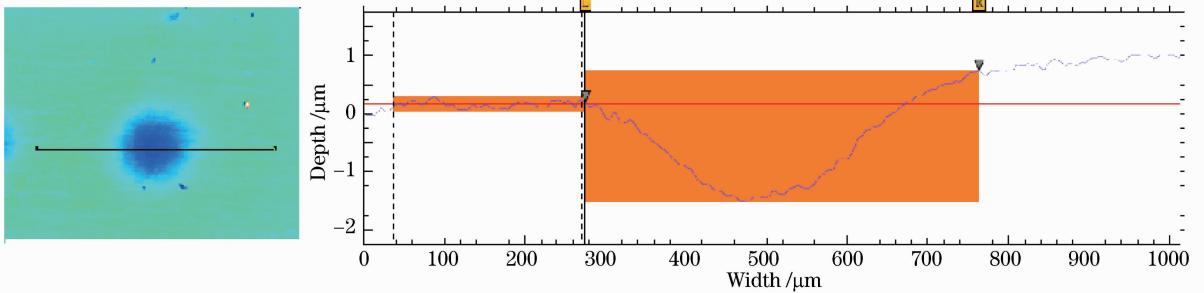


图1 激光微喷丸后凹坑深度与宽度测量(能量:60 mJ,喷丸次数1次)

Fig. 1 Measurement of dent geometry induced by micro laser shock peening (energy: 60 mJ, one pulse)

### 2.2 纳米压痕实验

#### 2.2.1 纳米压痕方法

在硬度测量过程中,微米级别冲击影响区域需要采用具有高空间分辨率的方法。纳米压痕是当前微尺度力学中常用的研究方法,与传统的压痕测试技术相比,纳米压痕技术有许多优点。纳米压痕采用连续测量加载和卸载过程中的位移、载荷作为已知量,计算出硬度和弹性模量。

实验中对喷丸试样进行的纳米硬度和弹性模量的测量,采用的是美国Hyston公司生产的Triboindenter纳米压痕仪,以高分辨率测量连续载荷和位移等材料表面力学性能,压针为金刚石Berkovich尖端。可以获得典型的载荷-位移曲线<sup>[8]</sup>。在加载过程中,样品材料产生与压针形状相同的压入接触深度 $h_c$ 和接触半径 $a$ 。在卸载过程中,硬度和模量可从最大压力、最大压入深度、卸载

后的残余深度 $h_f$ 和卸载曲线的顶部斜率 $S=dP/dh$ (弹性接触刚度)中获得。

纳米硬度定义为

$$H = P_{\max}/A, \quad (1)$$

式中 $P_{\max}$ 为纳米压痕过程中的最大载荷, $A$ 为最大载荷时接触面积的投影。

弹性模量由压头的形状函数 $A$ 和载荷-位移曲线(载荷 $P$ ,位移 $h$ )确定<sup>[9]</sup>

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_c^2}{E_c}, \quad (2)$$

式中 $E_r$ 为简约弹性模量(又称折合模量或复合模量)

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{dP}{dh} \frac{1}{\sqrt{A}} = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}}, \quad (3)$$

$\nu$ 和 $\nu_c$ , $E$ 和 $E_c$ 分别为试样和压头材料的泊松比与弹性模量, $\beta$ 为与压针形状有关的常数。

## 2.2.2 实验测量结果

纳米压痕实验系统用作接触测量。将制备好的试样粘贴在基体上,置于纳米压痕仪上,载荷为 $1500\ \mu\text{N}$ ,用探针逼近试样表面,确定表面接触零点,从中可以获得纳米压痕的最大载荷 $P_{\max}$ 和接触

深度 $h_c$ 等数据。分别对受喷表面、表面以下 $20\ \mu\text{m}$ (去除材料)处的光斑中心、距光斑中心 $100\ \mu\text{m}$ 和未喷丸区域进行测试,测量数据如表1所示,纳米硬度和弹性模量分别由(1)和(3)式获得。

表1 激光微喷丸纯铜不同区域的纳米硬度和弹性模量

Table 1 Nano-hardness and elastic modulus at different regions of copper treated by micro laser shock peening

	Non-shocked region	100 $\mu\text{m}$ to center	Center of laser spot
Maximum load $P_{\max}/\mu\text{N}$	1500	1500	1500
Maximum depth $h_{\max}/\text{nm}$	195.60	145.13	92.37
Slope $S/(\mu\text{N}/\text{nm})$	102.16	71.38	119.69
Contact area $A/\text{nm}^2$	1046800	551568	251549
Nano-hardness $H/\text{GPa}$	1.41	2.68	5.93
Elastic modulus $E_r/\text{GPa}$	88.47	85.15	211.44

## 3 讨论

### 3.1 单次喷丸区域的表面纳米硬度和弹性模量

图2为纯铜基体(未喷丸区域)和激光微喷丸强化中心区域的纳米压痕加压卸载曲线,可以看出在相同的加载载荷下,未喷丸区域和喷丸中心的凹痕接触深度分别为 $195.60\ \text{nm}$ 和 $92.37\ \text{nm}$ ,压头最大接触深度变小,表明激光微喷丸强化提高了受喷表面的纳米硬度。硬度增加主要有三个原因:1)塑性变形引起的加工硬化,塑性变形是通过滑移进行的,滑移是由位错运动引起的,在应力作用下,产生位错塞积,随外加应力的不断增加,位错密度急剧提高,使材料产生明显的“加工硬化”效应<sup>[10]</sup>。2)冲击处理区域的残余压应力。如果预先存在残余应力,试样的压痕会受应力应变场的影响。试样中的残余应

力场等于静态残余应力与深度方向上的拉伸应力的总和。因此,在给定的载荷下,这个拉伸应力与压痕方向相反,往往阻止压痕,所以变形较小<sup>[11]</sup>。3)激光微喷丸工艺下的超高应变率( $10^7\ \text{s}^{-1}$ 量级)。每种金属材料在给定的温度条件下,都有自己的特征变形速度。当变形速度高于特征速度时,将引起变形抗力升高。在加载时间达到纳秒级别的情况下,没有足够时间来完全实现软化过程。弹性模量从未喷丸区域的 $88.47\ \text{GPa}$ 增加到喷丸中心的 $211.44\ \text{GPa}$ ,弹性模量是材料的固有属性,与材料的内部结构有关,一般材料的弹性模量随其微孔洞增多呈线性下降<sup>[12]</sup>,激光微喷丸强化纯铜能够使表层结构更加致密,降低表层材料的孔隙率,从而提高冲击区域表层的弹性模量。

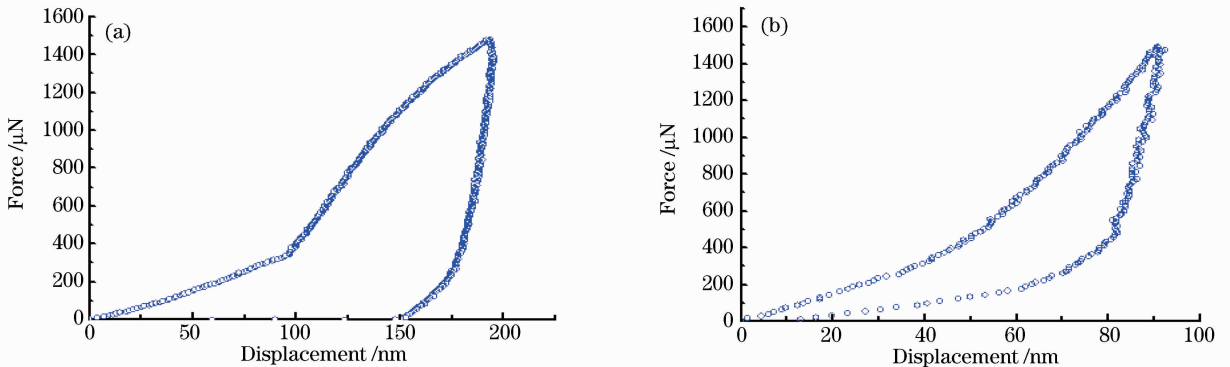


图2 纯铜试样的纳米压痕加压卸载曲线。(a) 基体(未喷丸区域), (b) 激光微喷丸强化中心区域

Fig. 2 Measured load-displacement curves at maximum load of  $1500\ \mu\text{N}$  in indentation test

(a) substrate (non-shocked region), (b) center of laser beam

图3(a)为受喷表面沿径向的纳米硬度变化趋势。从图中可以看出,喷丸中心的纳米硬度值最大,随着距光斑中心距离的增加呈变小的趋势,当距离

小于 $100\ \mu\text{m}$ 时,纳米硬度值变化很大。这与受喷区域的塑性变形(如图1所示)分布相关,变形越大,纳米硬度越大。另外硬度的变化还受残余应力分布的

影响。根据文献[5]中 X 射线微衍射技术测得的单点残余应力分布,喷丸中心残余应力最大,随着距喷丸中心距离的增加而减少。硬度的变化趋势与残余应力分布的影响一致。其根本原因是冲击波压力的高斯空间分布,这说明激光能量密度对纳米硬度的影响显著。图 3(b)为受喷区域沿径向的弹性模量

变化趋势。可以看出喷丸中心区域的弹性模量最大,随着距光斑中心距离的增加呈减小的趋势,但是当距离超过100  $\mu\text{m}$ 时,弹性模量的变化并不明显。这表明激光能量密度存在一个临界值,高于临界值时,弹性模量变化较大,低于临界值时,弹性模量基本不受影响。

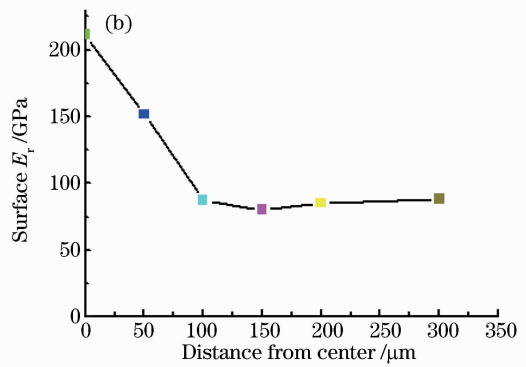
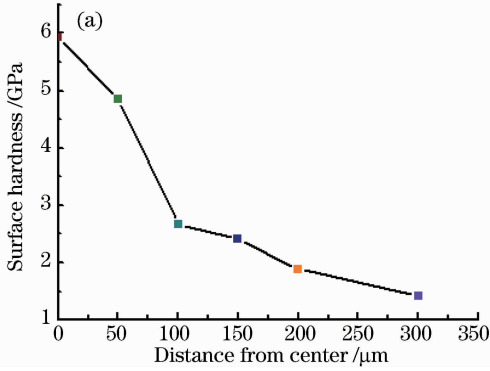


图 3 激光微喷丸纯铜试样单点喷丸区域的硬度(a)和弹性模量(b)分布图

Fig. 3 Measured distributions at surface in the indentation test. (a) nano-hardness, (b) elastic modulus

### 3.2 单次喷丸区域深度方向的纳米硬度和弹性模量

图 4 为受喷表面以下 20  $\mu\text{m}$  处,纯铜基体单点喷丸的光斑中心、距光斑中心 100  $\mu\text{m}$  和 200  $\mu\text{m}$  处的纳米压痕加压卸载曲线。从图中可以看出,在相同的加载载荷下,光斑中心处的变形深度最大(180 nm, 小于基体变形 195.60 nm),随着距光斑中心距离的增加,变形深度减少,根据(1)式可知光斑中心的纳米硬度最低(但高于基体纳米硬度),而随着距离的增加而逐渐增加。这种情况下,影响加工硬化的因素中,温度起着主要作用。由于激光微喷丸是一个有超高应变和应变率的绝热过程,表面以下的塑性变形区域中,喷丸中心区域产生的塑性变形最大,产生的热量最多,可能开动新的滑移系统,产生回复和再结晶作用,或者有新的塑性变形机制的参与,导致加工硬化率降低,从而喷丸中心区域的

软化作用最强。

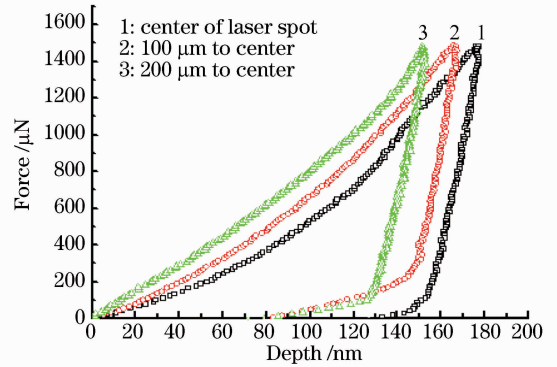


图 4 受喷表面以下 20  $\mu\text{m}$  处纳米压痕加压卸载曲线  
Fig. 4 Measured load-displacement curve at 20  $\mu\text{m}$  under surface in indentation test

### 3.3 激光能量对纳米硬度和弹性模量的影响

图 5 为不同能量下,表面与表面以下 20  $\mu\text{m}$  处

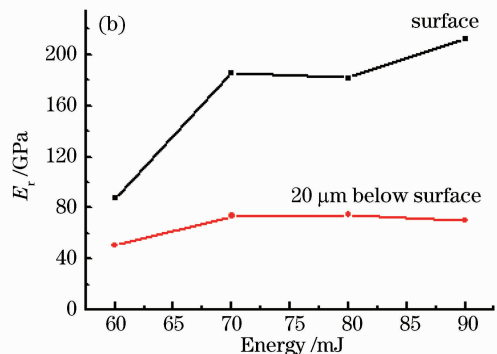
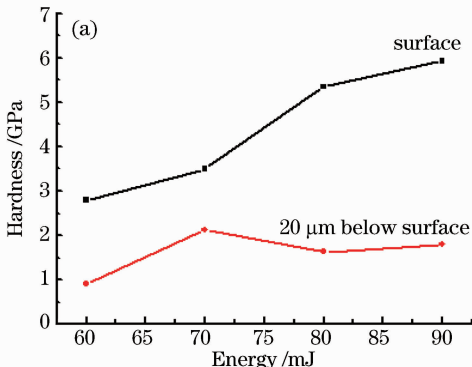


图 5 不同能量下光斑中心的纳米硬度(a)和弹性模量(b)

Fig. 5 Measured values at center of laser beam in the indentation test. (a) nano-hardness, (b) elastic modulus

光斑中心区域的纳米硬度和弹性模量的比较图。从图中可以看出,能量的增加对表面的纳米硬度和弹性模量影响较大,随着激光能量的增加,表面纳米硬度和弹性模量呈增加的趋势。这是由于随着激光能量的增加,塑性变形量增加,导致微观组织的细化作用更加明显。而能量的增加对表面层以下的纳米硬度和弹性模量影响较小,这与喷丸强化过程中微观组织的变化程度相关,越接近受喷表面,塑性变形越大,微观组织的变化越大。

抵抗外物损伤主要依赖零件的硬度<sup>[13]</sup>,影响外物损伤的最重要的材料参数为表面硬度<sup>[14]</sup>。从实验测试数据可以看出,激光微喷丸区域的纳米硬度高于基体(未喷丸区域),有利于提高试样表面抵抗变形的能力,增强试样表面的抗磨损性能。这与 Zhang 等<sup>[4]</sup>的研究结果一致。弹性模量的增加有助于增强试样的抗冲击性能,其对零件在使用过程中的结构稳定性起着决定性的作用。因此,激光微喷丸强化技术能够提高纯铜试样的外物损坏抗力,同时可以通过能量密度的改变,实现受喷表面的纳米硬度和弹性模量的有效控制。

### 3.4 硬度改善的机理

激光微喷丸技术利用高功率( $10^9$  W/cm<sup>2</sup> 级)、短脉冲(纳秒量级)激光束辐照材料表面,产生高温高压等离子体,等离子体急剧膨胀爆炸产生强冲击波,冲击波在介质中传播时,强烈地压缩介质,使波阵面后介质的压力和密度提高。事实上,采用透射电镜(TEM)在激光喷丸强化区域观察到位错单元结构<sup>[15]</sup>。在喷丸过程中,有大量的位错产生和存储,其强化机理主要有以下两种:位错应力场引起的阻力和位错交截产生的阻力。文献[16]中给出了纳米硬度  $H$  的公式

$$H = H_0 + aGb\sqrt{\rho}, \quad (4)$$

式中  $H_0$ ,  $a$ ,  $G$  和  $b$  为材料常数; $H_0$  为没有缺陷的理想材料的表面纳米硬度, $G$  为剪切模量, $a$  为与晶体结构有关的常数; $\rho$  为位错密度。由(4)式可以看出,晶体结构的改变对纳米硬度的影响很大。

## 4 结 论

通过纳米硬度和弹性模量的实验研究,探讨了激光微喷丸工艺对纯铜强化效果的影响,得到如下结论:激光微喷丸强化区域的纳米硬度和弹性模量比未喷丸区域高,最高值分别为未喷丸区域的4.21倍和2.39倍;受喷区域表面的纳米硬度和弹性模量的改

变最大;激光能量密度对表面力学性能影响很大,且存在一个临界值,高于临界值时,纳米硬度和弹性模量随着能量密度的增加而增大,低于临界值时,纳米硬度变化很小,而弹性模量几乎不受影响。

## 参 考 文 献

- 1 Lu Jinzhong, Luo Kaiyu, Feng Aixin *et al.*. Micro-structural enhancement mechanism of LY2 aluminum alloy by means of a single laser shock processing [J]. *Chinese J. Lasers*, 2010, **37**(10):2662~2666  
鲁金忠,罗开玉,冯爱新等.激光单次冲击LY2铝合金微观强化机制研究[J].中国激光,2010,**37**(10):2662~2666
- 2 Luo Xinmin, Zhang Jingwen, Zhao Guangzhi *et al.*. Effect of laser shock strengthening on fatigue behaviors of 2A02 aluminum alloy [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(12):3323~3328  
罗新民,张静文,赵广志等.激光冲击强化对2A02铝合金疲劳行为的影响[J].中国激光,2009,**36**(12):3323~3328
- 3 Li Wei, He Weifeng, Li Yinghong *et al.*. Effects of laser shock processing on vibration fatigue properties of K417 material [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(8):2197~2201  
李伟,何卫锋,李应红等.激光冲击强化对K417材料振动疲劳性能的影响[J].中国激光,2009,**36**(8):2197~2201
- 4 Wenwu Zhang, Y. Lawrence Yao. Micro scale laser shock processing of metallic components [J]. *J. Manufact. Sci. Engng.*, 2002, **124**(2):369~378
- 5 Hongqiang Chen, Y. Lawrence Yao, Jeffrey W. Kysar. Spatially resolved characterization of residual stress induced by micro scale laser shock peening [J]. *J. Manufact. Sci. Engng.*, 2004, **126**(2):226~236
- 6 W. Zhang, Y. L. Yao. Feasibility study of inducing desirable residual stress distribution in laser micromachining [C]. *Transactions of the North American Manufacturing Research Institution of SME*, 2001, 413~420
- 7 Wenwu Zhang, Y. Lawrence Yao, I. C. Noyan. Microscale laser shock peening of thin films, Part 2: high spatial resolution material characterization [J]. *J. Manufact. Sci. Engng.*, 2004, **126**(1):18~24
- 8 W. C. Oliver, G. M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology [J]. *J. Mater. Res.*, 2004, **19**(1):3~20
- 9 Alex A. Volilnsky, William W. Gerbrich. Nanoindentation techniques for assessing mechanical reliability at the nanoscale [J]. *Microelectron. Engng.*, 2003, **69**(2-4):519~527
- 10 J. Takamura, S. Miura. Grain boundary-hardening due to piled-up dislocations [J]. *J. Phys. Soc. Jpn.*, 1958, **13**(12):1421~1423
- 11 A. E. Giannakopoulos, S. Suresh. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation [J]. *Scr. Mater.*, 1999, **40**(10):1191~1198
- 12 P. G. Sanders, J. A. Eastman, J. R. Weertman. Elastic and tensile behavior of nanocrystalline copper and palladium [J]. *Acta Materialia*, 1997, **45**(10):4019~4025
- 13 R. T. Bhatt, S. R. Choi, L. M. Cosgriff *et al.*. Impact resistance of uncoated SiC/SiC composites [J]. *Mater. Sci. Engng. A*, 2008, **476**(1-2):20~28
- 14 X. Chen, R. Wang, N. Yao *et al.*. Foreign object damage in a thermal barrier system: mechanisms and simulations [J]. *Mater. Sci. Engng. A*, 2003, **352**:221~231
- 15 M. A. Meyers, L. E. Murr. *Microstructure-Mechanical Property Relations, Shockwave and High-Strain-Rate Phenomena in Metals* [M]. New York: Plenum Press, 1981. 607~671
- 16 J. P. Chu, J. M. Rigsbee, G. Banas *et al.*. Laser-shock processing effects on surface microstructure and mechanical properties of low carbon steel [J]. *Mater. Sci. Engng. A*, 1999, **260**(1-2):260~268