

基于纳米压痕疲劳实验的微晶玻璃脆塑转变研究

王景贺¹ 李顺增² 宋晓莉² 宋 玮¹ 王洪祥¹ 李淑萍¹

(¹ 哈尔滨工业大学机电工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)
(² 西安飞行自动控制研究所, 陕西 西安 710065)

摘要 微晶玻璃是制造大型空间望远镜、激光陀螺仪的重要材料,但微晶玻璃在超精密加工的过程中,工件内部会产生亚表层损伤,制约了微晶玻璃的光学性能。利用压痕法研究微晶玻璃产生裂纹脆塑转变临界条件,并在此基础上利用循环纳米压痕实验,研究了加工疲劳对材料脆塑转变的影响规律,以及疲劳状态下微晶玻璃临界压力的变化规律和疲劳因素对临界磨削深度的影响。研究结果表明,磨削循环过程使工件表面产生累积的机械损伤,致使微晶玻璃材料断裂韧性减小,导致塑性域降低;微晶玻璃材料表面产生裂纹的临界压力载荷与循环次数有关,循环次数越多,临界压力载荷越小。在此理论上确定了脆塑转变临界磨削条件。研究结果为改善光学元件的表面质量提供了一定的参考。

关键词 光学设计;微晶玻璃;脆塑转变;疲劳失效;断裂韧性

中图分类号 TH161⁺.1 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS201333.0922004

Research on Ceramic-Glass's Brittle-Ductile Transition Based on Nano-Indentation Fatigue Experiment

Wang Jinghe¹ Li Shunzeng² Song Xiaoli² Song Wei¹ Wang Hongxiang¹ Li Shuping¹

(¹ School of Mechanical and Electrical Engineering, Harbin Institute of Technology,
Harbin, Heilongjiang 150001, China
² Xi'an Flight Automatic Control Research Institute, Xi'an, Shaanxi 710065, China)

Abstract Ceramic-glass is an important material for large space telescopes (LST) and laser gyroscope. But during the ultra precision machining process, surface damages may exist inside the workpiece, which greatly decreases the optical performance of ceramic-glass. Indentation method is utilized to research the critical condition of crack brittle-ductile transition of the ceramic-glass. Based on this, the influences of brittle-ductile transition affected by processing fatigue are investigated by the cycle nano-indentation test, as well as the variation pattern of the glass's critical pressure under the fatigue condition and the influences of critical grinding depth caused by fatigue factors. Results show that, the grinding cycle process causes the workpiece's surface accumulating mechanical damage, which leads the decreased fracture toughness of the ceramic-glass material and it's plastic domain. Results also shows that it is the cycle index that connected with the critical pressure load which cracks the surface of the ceramic-glass; the more the cycle times, the lower the critical pressure load. Besides, the critical grinding conditions of the brittle-ductile transition are determined. Research results provide a certain reference to the improvement of the optical element surface quality.

Key words optical design; ceramic-glass; brittle-ductile transition; fatigue failure; fracture toughness

OCIS codes 220.4840; 220.4610; 220.5450; 120.6660

1 引 言

微晶玻璃是现代工业发展中广泛应用的光学材

料,特别是在航空航天领域^[1]。大型空间望远镜、激光陀螺仪要求对微晶玻璃材料的加工具有高精度、

收稿日期: 2013-01-05; 收到修改稿日期: 2013-05-13

基金项目: 国家自然科学基金委员会与中国工程物理研究院联合基金(U1230110)、航空科学基金(20090877007)

作者简介: 王景贺(1963—),女,博士,研究员,硕士生导师,主要从事超精密加工及检测技术方面的研究。

E-mail: wjhh@hit.edu.cn

低损伤。但是微晶玻璃在超精密加工过程中,会使工件内部产生亚表层损伤,限制了微晶玻璃的光学性能^[2-3]。因此,研究微晶玻璃磨削及研磨加工时脆塑转变临界条件,对提高光学零件的加工精度具有重要的作用。

在对微晶玻璃等脆性光学材料磨削加工时,磨削深度如果小于临界切削厚度,则可以在塑性域内完成磨削加工,被加工试件产生塑性变形,而不会发生脆性断裂,有利于得到超光滑表面。根据磨削加工的机理,磨削的微观表现可以抽象为磨粒对试件表面的微刻划与压印作用,当施加在试件表面的载荷大于某临界压力载荷时,会在试件表面产生裂纹^[4-7]。临界切削厚度和临界压力载荷均是通过经验公式计算得到的,其假设只要磨削深度和压力均小于临界值,试件表面就不会产生裂纹。但在实际的加工过程中,即使磨削参数严格按照经验公式进行选择,仍然有可能使工件表面产生疲劳破坏。这是因为磨削加工是一个循环过程,循环过程就会使工件表面产生累积的机械损伤。根据疲劳失效理论,研究疲劳的情况下临界压力载荷的变化规律及对临界磨削深度的影响^[8-10],通过循环纳米压痕实验来模拟实际磨削加工时单颗磨粒对试件表面反复加工的过程,获得临界压力载荷与循环次数的关系,用以完善传统脆塑转变临界磨削条件,提高光学元件磨削及研磨表面质量。

2 微晶玻璃断裂韧性的研究

利用显微硬度计压痕法测量微晶玻璃($\text{LiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$)断裂韧性,被测试件利用超精密抛光加工其表面使粗糙度达到 1 nm。利用 HV-5 型维氏硬度测量计,其压头材料为金刚石,顶角呈正四棱锥,相对面夹角为 $136^\circ 15'$,横刃不大于 1 nm,施加载荷为 1.961 N,载荷保持时间为 10 s。压痕后用原子力显微镜(AFM)检测裂纹扩展形貌,如图 1 所示,所用原子力显微镜为美国 DI 公司生产的 Dimension3100 型 AFM,最大扫描范围为 $80\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m}$ 。图 2 为通过原子力显微镜扫描得到的压痕形貌,由图 2 可以清晰地看到维氏压痕的形状和裂纹状况。

2.1 维氏硬度计算

在对微晶玻璃表面进行了 10 次维氏压痕实验后,根据 AFM 形貌图来测量压痕的对角线长度 d 和裂纹半长 c 。实验测得的压痕平均对角线长度 $d=24.5\ \mu\text{m}$,平均裂纹半长 $c=20.1\ \mu\text{m}$ 。根据维氏硬度

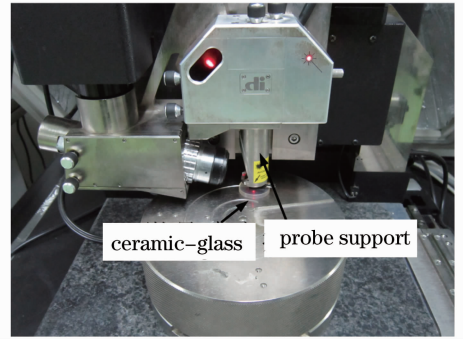


图 1 原子力显微镜微观察微晶玻璃压痕形貌实验

Fig. 1 Experiment on ceramic-glass indentation morphology observation with AFM

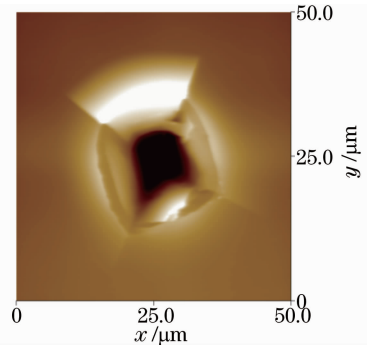


图 2 维氏压痕 AFM 形貌图

Fig. 2 AFM image of indentation

的计算公式计算出微晶玻璃材料的显微硬度^[11],即

$$H_v = 1.854 \frac{P}{d^2}, \quad (1)$$

式中 H_v 为被测材料的维氏硬度, P 为施加的载荷。将施加载荷 1.961 N 和裂纹对角线长度 $24.5\ \mu\text{m}$ 代入(1)式,计算得到微晶玻璃的维氏硬度为 6.06 GPa。

2.2 断裂韧性的计算

利用计算得到的维氏硬度 $H_v=6.06\ \text{GPa}$,弹性模量 $E=42.7\ \text{GPa}$,载荷 $P=1.961\ \text{N}$,裂纹半长 $c=20.1\ \mu\text{m}$,可得材料的断裂韧性^[12],即

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} = 0.928\ \text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}. \quad (2)$$

3 微晶玻璃脆塑转变临界压力载荷

3.1 微晶玻璃临界载荷的理论计算

脆性材料进行压痕的过程分三个阶段:1)弹性变形阶段;2)随着载荷的逐渐增大,材料内部开始发生塑性变形,材料开始向压痕周围发生塑性流动;3)当施加的载荷继续增大,超过了材料自身的临界压力载荷,在材料内部压头正下方产生中央裂纹,继续

施加载荷, 裂纹会逐渐扩展达到表面, 材料发生崩碎现象。

硬脆材料表面产生裂纹的临界压力载荷, 可利用经验公式^[13]计算得到, 即

$$P_c = \lambda_0 K_{IC} \left(\frac{K_{IC}}{H_v} \right)^3, \quad (3)$$

式中 P_c 为临界压力载荷(mN), λ_0 为比例常数, 约为 $1.0 \times 10^4 \sim 1.6 \times 10^4$ 。根据(3)式, 计算出微晶玻璃表面产生裂纹的临界压力载荷为 33.3~53.3 mN。这是由经验公式得到的一个大致范围, 要得到确切的临界压力载荷值, 还需要进行压痕实验。

3.2 纳米压痕实验验证

对微晶玻璃试件施加不同载荷进行压痕实验, 用原子力显微镜扫描得到表面形貌图, 寻找临界压

力载荷。图 3 为施加不同载荷后压痕 AFM 形貌图与截面图。由图 3 可知, 当施加载荷为 600、300 mN 时材料表面裂纹明显, 截面图显示裂纹处发生了材料堆积、表面隆起现象。随着施加载荷的逐渐减小, 压痕周围材料堆积现象消失, 裂纹深度也逐渐减小。当施加载荷减小到 40 mN 时, 材料表面产生微裂纹, 如图 3(g)、(h) 所示, 而图 3(i) 中压痕形状规则, 边缘清晰, 且截面图显示光滑、无微裂纹。图 3(g)、(h)、(i) 具有相同的载荷, 间断产生裂纹, 说明 40 mN 即为微晶玻璃材料的临界压力载荷, 而通过经验公式计算得到的临界压力载荷范围为 33.3~53.3 mN, 实验值 40 mN 在理论值范围内, 验证了经验公式的有效性, 同时得到微晶玻璃的临界压力载荷。

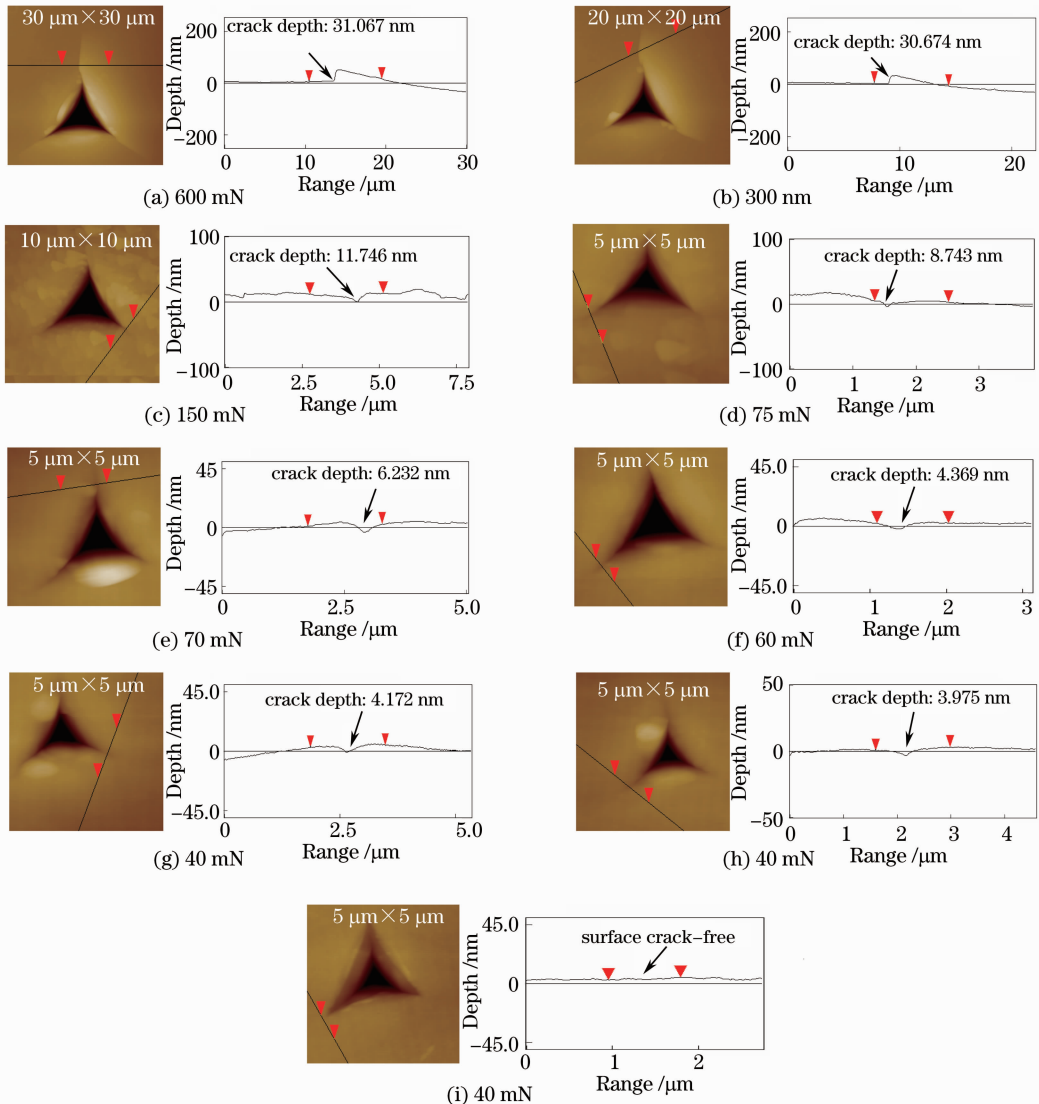


图 3 不同载荷压痕 AFM 形貌图与截面图

Fig. 3 AFM images and sectional views of indentation with different loads

4 基于纳米压痕疲劳实验的微晶玻璃脆塑转变临界条件研究

在实际的磨削过程中,砂轮磨粒承受很多次的冲击碰撞,并不是微观中磨粒对于试件表面单一的压痕过程。理解材料在循环载荷作用下的行为表现,是改进磨削加工的关键。疲劳断裂理论被广泛应用于金属材料的研究,但很少应用于脆性材料的研究中。以下通过循环的纳米压痕模拟单颗磨粒磨削微晶玻璃表面时反复冲击的过程,将疲劳失效理论应用于纳米压痕实验中,研究引入疲劳因素后临界压力载荷、临界磨削深度的变化规律,用以补充经典的脆塑转变理论。

4.1 循环纳米压痕实验

根据疲劳失效理论,实际的磨削加工过程中磨粒在试件表面循环加载,使试件表面产生疲劳而引起脆性断裂。试件发生疲劳破坏的最大应力与应力的循环次数之间存在着负幂指数的关系,发生疲劳破坏的极限应力越大,在该应力作用下工件正常运转的次数就越少,工件的使用寿命就越短。利用循环纳米压痕实验模拟磨削微观过程中的疲劳失效现象,建立载荷与循环次数之间的负幂指数关系,表征引入疲劳因素后压痕过程中临界压力载荷的变化规律。

微晶玻璃表面产生裂纹的临界压力载荷为 40 mN,施加小于 40 mN 的载荷,对同一位置进行循环纳米压痕实验,用原子力显微镜扫描成像,观察微晶玻璃的裂纹产生情况。

首先施加载荷为 35 mN,在微晶玻璃试件表面选择 5 个点,分别进行 1、2、3、4、5 次压痕实验。实验结果表明,在对试件进行 1 次、2 次压痕后,材料表面没有产生裂纹,而在压痕次数达到 3 次及以上时,材料表面产生了微裂纹,图 4 为在材料表面压痕 3 次后的表面形貌图,从图中可以看出试件表面开始产生裂纹。选择施加载荷 30 mN 进行了同样的

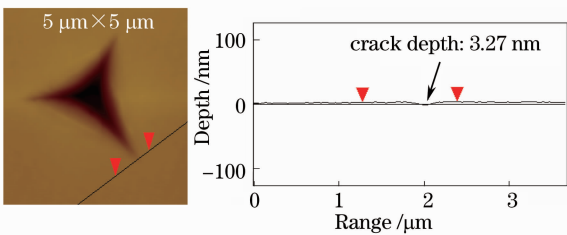


图 4 同一位置施加 3 次 35 mN 载荷压痕 AFM 形貌图
Fig. 4 AFM indentation topography on 3 times 35 mN load in the same location

循环压痕实验,实验结果是在对同一位置循环进行 10 次压痕实验后,材料表面出现了微裂纹,如图 5 所示。

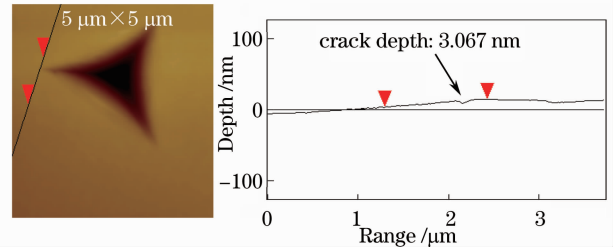


图 5 同一位置施加 10 次 30 mN 载荷压痕 AFM 形貌图
Fig. 5 AFM indentation topography on 10 times 30 mN load in the same location

4.2 加工疲劳对临界压力载荷的影响

利用疲劳失效理论中的载荷与循环次数的数学模型拟合纳米压痕实验中施加载荷与循环次数的关系。一种材料在承受低于其标称压力的反复压力时,会发生断裂^[14],考虑到疲劳失效理论后的临界压力载荷

$$P_{\max} = CN^{-1/n}, \quad (4)$$

式中 N 为产生疲劳失效的循环次数, C 为比例常数, n 为威布尔指数,用以描述材料抵抗疲劳断裂的特性指数。

根据实验得到的数据,可以拟合出产生裂纹的临界压力载荷与循环次数之间的关系,如表 1 所示。

表 1 实验中产生裂纹的载荷与循环次数关系

Table 1 Relationship between crack load pressure and cycle index in the experiment

Load /mN	Cycle index
40	1
35	3
30	10

拟合后得到公式中比例常数 $C = 40$,威布尔指数 $n = 8.33$,代入(4)式,整理后得

$$P_{\max} = 40N^{-0.12}. \quad (5)$$

根据(5)式,绘制临界压力载荷与循环次数的关系曲线,如图 6 所示。由图 6 可知,临界压力载荷随着循环次数的增加,开始逐渐减小,例如当循环次数达到 1.0×10^5 时,临界压力载荷为 10 mN,即在微晶玻璃表面施加 10 mN 的载荷进行压痕,是会产生裂纹的。

引入疲劳因素之后,材料本身的临界压力载荷呈现了动态变化,并非单次压痕所确定的 40 mN,

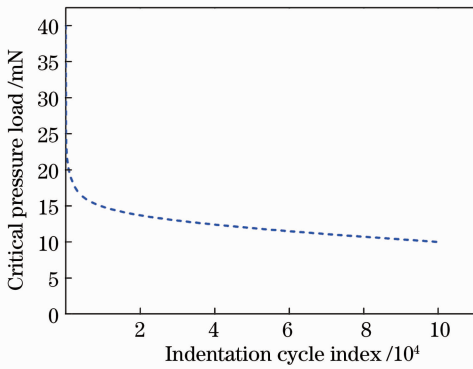


图6 临界压力载荷与循环次数关系

Fig. 6 Relationship between the critical pressure and the cycle index

载荷在小于 40 mN 后,与循环次数之间符合(5)式所确定的负幂指数关系。在实际磨削过程中,砂轮法向磨削力对应于压力载荷,砂轮转速对应于载荷循环次数。因此在保证加工效率的前提下,为了减小工件的表面粗糙度,需要提高砂轮转速,与此同时应尽量减小法向磨削力,减少砂轮对试件表面的疲劳破坏。

4.3 加工疲劳对临界磨削深度的影响

硬脆材料在塑性域加工能够得到较好的表面质量,材料的塑性区域与脆性区域之间存在着一个临界的磨削深度 d_c ,根据文献[15]中经验公式计算,

$$d_c = 0.15 \left(\frac{E}{H_v} \right) \left(\frac{K_{IC}}{H_v} \right)^2. \quad (6)$$

根据(6)式可以估算出材料的临界磨削深度,式中包括材料的断裂韧性 K_{IC} , K_{IC} 表征材料抵抗裂纹扩展的能力,且值越大,说明抵抗断裂能力越强。施加小于 40 mN 的载荷时,只要循环达到一定次数,材料表面仍然会产生裂纹,这说明在引入疲劳因素后,材料抵抗裂纹扩展的能力减弱了,因此 K_{IC} 减小,则根据(6)式推断出临界磨削深度将减小。

在考虑疲劳因素影响后,材料脆塑转变临界磨削深度将减小,材料在处于疲劳过程中时,其塑性域会降低。因此单纯根据经验公式计算出临界磨削深度 d_c 来选择磨削参数是不完善的,并不能完全实现塑性域的磨削,因此在磨削及研磨加工前首先确定磨削循环次数与断裂韧性之间的动态关系,计算不同磨削次数所对应的断裂韧性,最后得到所对应的临界磨削深度,达到控制表面质量的目的。

5 结 论

根据传统经验公式计算得到了材料压痕时表面

产生裂纹的临界压力载荷为 33.3~53.3 mN,通过纳米压痕实验得到的实验值为 40 mN,在理论值的计算范围内,验证了经验公式的正确性,为实验提供了准确的理论依据。通过循环纳米压痕实验证明了考虑疲劳因素后,材料表面产生裂纹的临界压力载荷呈现动态变化,拟合出了临界压力载荷与循环次数之间的关系满足 $P_{max} = 40N^{-0.12}$,即循环次数越多,临界压力载荷越小。研究了疲劳因素对传统经验公式计算的临界磨削深度的影响。对于实际的磨削加工,通过传统经验公式来选择磨削参数是不够完善的,随着磨削过程的进行,疲劳因素的影响开始显现,将会使断裂韧性减小,最终导致塑性域降低,使磨削向脆性区过渡,磨削及研磨加工是材料脆塑转变临界压力载荷动态变化的过程。

参 考 文 献

- 1 Yang Li. Advanced Optical Manufacture Technology [M]. Beijing: Science Press, 2001. 123-156.
杨力. 先进光学制造技术[M]. 北京: 科学出版社, 2001. 123-156.
- 2 Wei Zhang, Jianqiang Zhu. Controlling subsurface damage in neodymium-doped phosphate glass [J]. Optik-International Journal for Light and Electron Optics, 2009, 120(15): 752-757.
- 3 Mingjun Chen, Qingliang Zhao, Shen Dong, *et al.*. The critical conditions of brittle-ductile transition and the factors influencing the surface quality of brittle materials in ultra-precision grinding [J]. Materials Processing Technology, 2005, 168(1): 75-82.
- 4 J Shen, S H Liu, K Yi, *et al.*. Subsurface damage in optical substrates [J]. Optik, 2005, 116(6): 288-294.
- 5 M Skrzypczak, C Guerret-Piecourt, S Bec, *et al.*. Use of a nanoindentation fatigue test to characterize the ductile-brittle transition [J]. Journal of the European Ceramic Society 2009, 29(6): 1021-1028.
- 6 Wang Jinghe, Chen Mingjun, Dong Shen. Study on the mechanism of brittle-ductile transition for turning KDP crystal with single point diamond [J]. Opto-Electronic Engineering, 2005, 32(7): 67-70.
- 7 Luca Esposito, Domenico Gentile, Nicola Bonora. Investigation on the Weibull parameters identification for local approach application in the ductile to brittle transition regime [J]. Engineering Fracture Mechanics, 2007, 74(4): 549-562.
- 8 Min He, Fuguo Li, Jun Cai. An indentation technique for estimating the energy density as fracture toughness with Berkovich indenter for ductile bulk materials [J]. Theoretical Applied Fracture Mechanics, 2011, 56(2): 104-111.
- 9 M Skrzypczak, C Guerret-Piecourt, S Bec, *et al.*. Use of a nanoindentation fatigue test to characterize the ductile-brittle transition [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2009, 29(6): 1021-1028.
- 10 Yoon-Suk Chang, Jong-Min Kim, Han-Ok Ko. Experimental and numerical investigations on brittle failure probability and ductile resistance property [J]. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2008, 85(9): 647-654.
- 11 G R Anstis, P Chantical, B R Lawn, *et al.*. A Critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness [J]. Am Ceram Soc, 1981, 64(9): 533-543.

12 Fang Tong, Lambropoulos, John C. Microhardness and indentation fracture of potassium dihydrogen phosphate (KDP) [J]. Am Ceram Soc, 2002, 85(1): 174—178.

13 Robert Moskvic. Modelling of fracture toughness data in the ductile to brittle transition temperature region by statistical analysis [J]. Engineering Fracture Mechanics, 2002, 69(4): 511—530.

14 W Wohler. A history of fatigue [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1996, 54(2): 2—3.

15 T G Bifano, T A Dow, R O Scattergood. Ductile-regime grinding: a new technology for machining brittle materials [J]. ASME Journal of Engineering for Industry, 1991, 113(2): 184—189.

栏目编辑: 张 腾