

# 微米尺寸不锈钢的形变与疲劳行为的尺寸效应\*

张广平

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

高岛和希 肥後矢吉

(日本东京工业大学精密工学研究所, 横滨 226-8503)

**摘要** 采用聚焦离子束溅射蚀刻加工了微米尺寸 304 不锈钢悬臂梁试样. 利用静态及动态弯曲加载研究了微米尺寸材料的形变与疲劳开裂行为. 结果表明: 随薄膜厚度的减小, 材料的屈服强度升高, 塑性下降. 屈服强度随悬臂梁厚度的变化关系与 Hall-Petch 晶粒强化关系相似. 微小悬臂梁屈服强度的升高来源于小尺度材料在非均匀变形下引起的应变梯度贡献的增加; 而塑性下降则归因于较薄膜的晶粒内较少的可动位错. 疲劳裂纹从尖缺口处萌生的门槛值接近块体材料.

**关键词** 微米尺度, 形变, 疲劳, 304 不锈钢, 尺寸效应

中图分类号 TG111, TG142.71 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2005)04-0337-05

## SIZE EFFECTS ON DEFORMATION AND FATIGUE BEHAVIOR OF A MICRON-SIZED STAINLESS STEEL

ZHANG Guangping

Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

TAKASHIMA Kazuki, HIGO Yakichi

Precision and Intelligence Laboratory, Tokyo Institute of Technology, Yokohama 226-8503, Japan

Correspondent: ZHANG Guangping, professor, Tel: (024)23971938, E-mail: gpzhang@imr.ac.cn

Supported by "The Hundred Talents Project" of the Chinese Academy of Sciences, Japan Society for the Promotion of Science (JSPS); the National Natural Science Foundation of China (No.50471081) and National Key Basic Research and Development Programme of China (No.2004CB619303)

Manuscript received 2004-06-22

**ABSTRACT** Micron-sized cantilever beams of a 304 stainless steel were fabricated by focused-ion-beam (FIB). The static bending and dynamic bending tests of the microbeams were carried out. The results show that with decreasing the beam thickness, the yield strength of the microbeam increases and the ductility decreases. The relation between the yield strength of the microbeam and beam thickness is similar to the Hall-Petch relation of the grain size strengthening. The increase in the yield strength of the thinner microbeam is attributed to the increase in the strain gradient contribution due to inhomogeneous deformation of the small dimensional material. The decrease in the ductility of the microbeam is attributed to fewer mobile dislocations in the grain. The threshold of the fatigue crack initiation from the notch of the microbeam is close to that of the bulk material.

**KEY WORDS** micrometer-scale, deformation, fatigue, 304 stainless steel, size effect

微机电系统 (MEMS) 的超小体积及其独具的高智能集成系统, 使其在信息、生物及纳米技术等领域中有着广

泛的应用前景. MEMS 中的器件及材料的尺寸往往具有微米、亚微米甚至纳米量级的尺寸<sup>[1]</sup>. 在 MEMS 中的微小悬臂梁驱动结构经常在制备过程中或是使用过程中遭受静态或循环加载而引起破坏<sup>[2]</sup>. 因此, 对这些小尺度材料在静态<sup>[3]</sup>与循环加载<sup>[4-7]</sup>下损伤行为及其尺寸效应的研究对于保证这些微小器件的安全使用具有十分重要的意义. 为研究用于医用 MEMS 中的微小器件的可靠性, 本研究利用聚焦离子束 (focused-ion-beam, FIB)

\* 中国科学院“百人计划”、日本学术振兴会 (JSPS)、国家自然科学基金项目 50471081 及国家重点基础研究发展规划项目 2004CB619303 资助

收到初稿日期: 2004-06-22

作者简介: 张广平, 男, 1966 年生, 研究员, 博士

溅射蚀刻加工了微米量级的不锈钢悬臂梁试样, 对其在静态及循环加载下的形变行为进行了研究, 以了解微小器件损伤行为及其可靠性, 并对材料尺寸减小到微米时的形变与疲劳尺寸效应进行了分析.

## 1 实验方法

研究所用的材料为日本新日铁公司提供的经热轧退火后的细晶粒 304 奥氏体不锈钢薄膜, 利用聚焦离子束 (Hitachi FIB 2000A) 在不锈钢薄膜上加工了用于静态弯曲实验的具有不同厚度 (约 1.6—17  $\mu\text{m}$ ) 的微悬臂梁试样, 图 1a 为厚度分别为 1.6 和 17.1  $\mu\text{m}$  样品的扫描电镜 (SEM) 照片. 利用 FIB 加工了含缺口的疲劳实验试样, 并在距悬臂梁根部 10  $\mu\text{m}$  处切一深为 2.5  $\mu\text{m}$  的微缺口. 图 1b 为在不锈钢薄膜上微加工的一个含缺口的小悬臂梁试样的 SEM 照片. 材料晶粒尺寸的测量是通过 FIB 的离子通道对比度成像功能得到晶粒分布图, 并进行统计分析得到. 其晶粒尺寸为  $2.87 \pm 1.15 \mu\text{m}$ . 微小悬臂梁试样的静态与动态加载实验采用了超微力实验系统 (UMIS 2000)<sup>[8]</sup>. 该机器的位移精度为 5 nm, 载荷精度为 10  $\mu\text{N}$ . 缺口根部疲劳裂纹萌生门槛值的测量是通过逐级加载直到缺口根部在小于  $1 \times 10^5$  周次内萌生裂纹所对应的载荷及应力强度因子范围来获得<sup>[9]</sup>. 疲劳实验所用应力比为

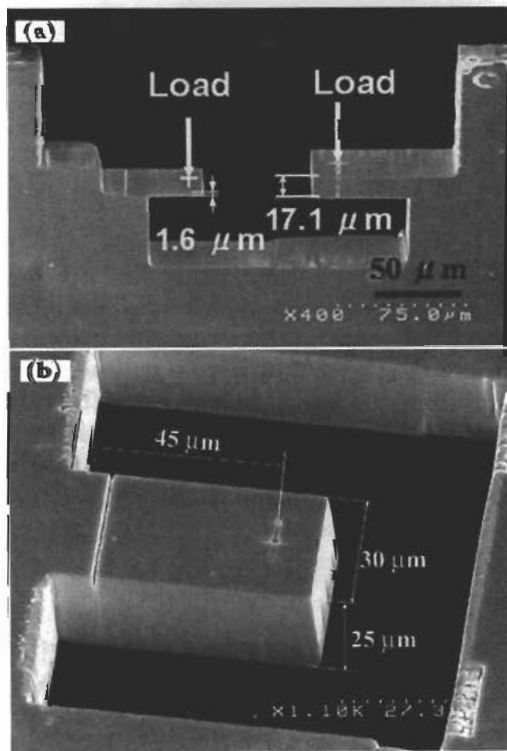


图 1 FIB 溅射蚀刻加工的两个不同厚度的微米尺寸不锈钢悬臂梁试样及 FIB 加工的带缺口的微小疲劳试样

Fig.1 Micron-sized cantilever beams of a SUS 304 stainless steel with two different thicknesses fabricated by FIB (a), and micro-fatigue sample with a 2.5  $\mu\text{m}$  depth notch fabricated by FIB (b)

0.15, 加载频率为 10 Hz. 形变与疲劳后的样品表面利用场发射扫描电镜 (FE-SEM) 观察及表征, 并通过 FIB 在形变后的微小样品区域切取透射电镜 (TEM) 样品进行位错结构分析. TEM 样品采用 Philips CM200 以及 JEOL 2000FXII 在 200 kV 下进行观察.

## 2 实验结果

### 2.1 形变行为

2.1.1 屈服应力 图 2 为厚度分别为 1.6 和 17.1  $\mu\text{m}$  的悬臂梁试样的载荷-位移曲线. 可以看出, 17.1  $\mu\text{m}$  厚悬臂梁试样在发生屈服后仍然可承受较大的变形位移, 即发生了较大的塑性变形. 虽然弹性悬臂梁理论只适于微小变形量, 但为了进行比较, 本文仍然利用悬臂梁弹性理论计算了样品的应变量, 图中的 17.1  $\mu\text{m}$  厚悬臂梁试样中的应变约 20.3%, 样品表面没有裂纹出现. 而对于最薄的 1.6  $\mu\text{m}$  厚悬臂梁试样, 在发生屈服后, 只承受了较小的位移量就在表面出现了微裂纹. 计算表明 1.6  $\mu\text{m}$  厚悬臂梁试样中的应变约 5.5%. 可以看出, 与厚的试样相比, 较薄的试样具有较低的塑性.

由于 0.2% 的塑性变形量仍属于小变形量, 因此仍可利用悬臂梁弹性理论来计算微悬臂梁的屈服强度<sup>[10]</sup>, 本研究也采用了该方法计算了悬臂梁试样的屈服强度 ( $\sigma_{0.2}$ ) 与试样厚度的关系, 如图 3 所示. 其中, 50  $\mu\text{m}$  厚的试样屈服强度是采用薄膜试样单向拉伸实验获得的. 可以看出, 随着试样厚度的减小, 屈服强度明显升高.

2.1.2 表面滑移特征 利用 FE-SEM 对变形后的微悬臂梁根部表面进行了观察, 发现在 17.1  $\mu\text{m}$  厚的试样表面晶粒内部出现了单滑移 (晶粒 G1) 或双滑移 (晶粒 G2) 的滑移线, 表明了位错在晶粒内部运动, 并滑出表面, 留下滑移台阶, 如图 4a 所示. 而在 1.6  $\mu\text{m}$  厚的试样表面, 甚至在裂纹尖端几乎看不到明显的滑移线, 如图 4b 所示. 由于没有足够数量的位错沿滑移面向表面滑移, 因此未能形成扫描电镜下可分辨出的滑移台阶, 这说明 1.6  $\mu\text{m}$  厚试样中的位错的运动性和位错密度较 17.1  $\mu\text{m}$

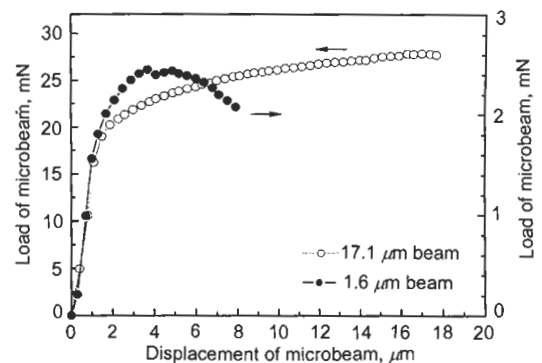


图 2 厚度分别为 17.1 和 1.6  $\mu\text{m}$  的悬臂梁试样的载荷-位移曲线

Fig.2 Load-displacement curves of the microbeams with thicknesses of 17.1 and 1.6  $\mu\text{m}$ , respectively

厚的试样明显降低。

2.1.3 位错结构观察 利用 FIB 对变形后的悬壁梁试样根部进行减薄，直至透射电镜的电子束可以穿透样品。由图 5a, b 可以看出，17.1 μm 厚的样品中晶粒内部具有较高密度的位错。通过倾转样品，发现大部分的位错来源于主滑移面，少量位错在次滑移系统开动，并与主位错发生交互作用。位错在晶界处的分布情况与晶粒内相似，如图 5b 所示。而在 1.6 μm 厚的样品中，位错密度相对降低（见图 5c）。通过对晶界附近的位错观察发现，大量的位错塞积在晶界附近，且出现了一些层错（见图 5d）。

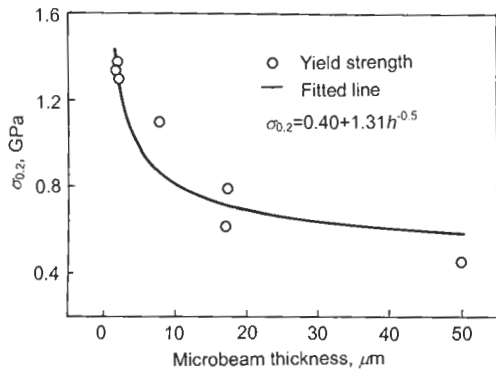


图 3 屈服应力与微悬壁梁厚度的关系曲线  
Fig.3 The yield stress as a function of microbeam thickness

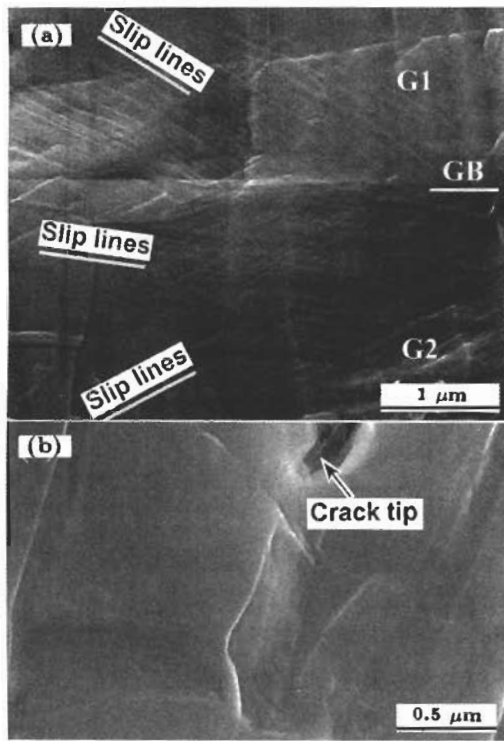


图 4 厚度分别为 17.1 和 1.6 μm 的微悬壁梁试样弯曲变形后的 SEM 观察  
Fig.4 SEM images of the surfaces of the statically bent microbeams with thicknesses of 17.1 (a) and 1.6 μm (b), no slip lines were observed in Fig.4b

### 2.2 疲劳裂纹萌生门槛值

疲劳裂纹从预制缺口处萌生的门槛值通过逐级加载的方法测量<sup>[9]</sup>，当一裂纹从缺口根部萌生并扩展时，悬

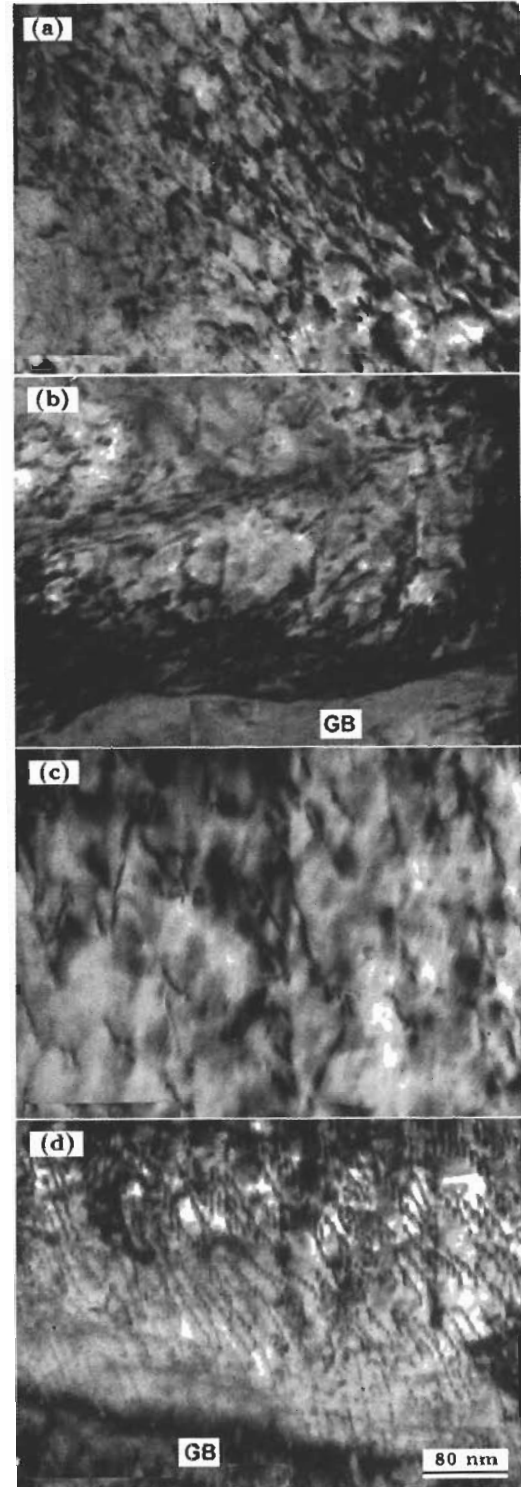


图 5 弯曲变形后的微悬壁梁试样中的位错结构观察  
Fig.5 TEM images of dislocation structures within the grain (a, c) and near the grain boundary (b, d) in the 17.1 μm thick (a, b) and 1.6 μm thick (c, d) microbeams bent statically, lower dislocation density in Fig.5c than in Fig.5a

壁梁的挠度开始增加,由此可判断出裂纹萌生所需的载荷幅,对应的裂纹尖端应力强度因子范围可由下式计算

$$\Delta K = \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi a} f\left(\frac{a}{h}\right) \quad (1)$$

$$\Delta\sigma = \frac{6\Delta P \cdot l}{h^2 B} \quad (2)$$

其中,  $\Delta\sigma$  为外加应力幅.  $a$  为裂纹长度,这里为缺口深度.  $h$  和  $B$  分别为悬壁梁试样的厚度和宽度.  $\Delta P$  为裂纹从缺口处萌生时的载荷幅,  $l$  为加载点到缺口处的距离. 由式 (1) 和 (2) 计算的裂纹从缺口根部萌生的门槛值  $\Delta K_{th} = 6.8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , 这一门槛值与块体 304 不锈钢材料的疲劳门槛值 ( $6.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ) 很接近<sup>[11]</sup>.

图 6 为疲劳断口的扫描电镜照片,从图 6a 中可以看出疲劳裂纹扩展为穿晶扩展. 图 6b 为高倍放大像,可以看到类疲劳条纹出现,条纹间距约为 121 nm,该处对应的应力强度因子范围约为  $15.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ .

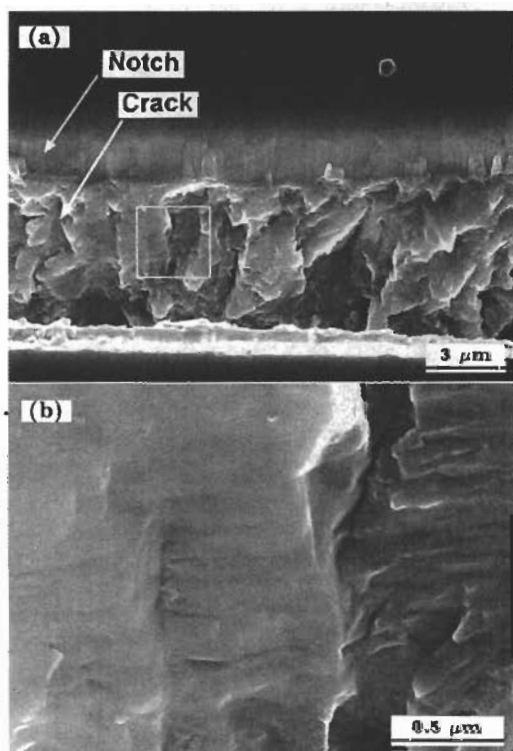


图 6 带缺口的微悬壁梁样品疲劳断口的扫描电镜观察

Fig.6 SEM images of the fracture surface of the fatigued microbeam with a notch

(a) low magnification, transgranular fracture

(b) high magnification of the fatigue striation-like region squared by lines in Fig.5a

### 3 讨论

#### 3.1 薄膜弯曲变形的尺寸效应

研究发现,微悬壁梁试样的屈服强度随着试样厚度的减小而明显升高,通过对屈服应力-悬壁梁厚度关系的拟

合(见图 3)可得到如下的表达式

$$\sigma_{0.2} = 0.40 + \frac{1.31}{\sqrt{h}} \quad (3)$$

由此可以看出,薄膜厚度对屈服强度的影响与晶粒尺寸强化的 Hall-Patch 关系十分相似.当薄膜厚度很大(接近块体材料)时,其屈服强度接近 0.40 GPa.这一数值高于粗晶粒块体 304 不锈钢的屈服强度 (205—265 MPa)<sup>[12]</sup>,但低于晶粒尺寸为  $0.5 \mu\text{m}$  的块体超细晶粒 SUS304 不锈钢的屈服强度 (0.69 GPa)<sup>[13]</sup>.

有研究表明,溅射在基体上的金属薄膜屈服强度明显高于其块体材料,且随薄膜厚度的减小而增加.这主要是由于当位错在一个小几何尺度内运动时,将受到薄膜厚度和晶粒尺寸两种尺度的约束强化作用.对于薄膜厚度的影响,位错受基体的约束仿佛在一通道内运动<sup>[2]</sup>,对于晶粒尺寸的影响,位错受到晶界的阻碍作用.而对于无基体支持的金属薄膜的微拉伸研究结果表明<sup>[14]</sup>,材料的屈服强度较块体材料略有增加,但延伸率明显减小.

由于本实验中的悬壁梁样品为不受基体约束的无支持薄膜材料,悬壁梁根部的变形为非均匀变形,故其屈服强度升高、塑性降低的行为可从以下两个方面来考虑:

(1) 非均匀变形下的应变梯度塑性和几何需要位错的影响.几何需要位错是指当材料受到非均匀变形时,为了协调点阵弯曲而额外存储的位错<sup>[15]</sup>.当材料尺寸减小到微米量级时,将接近其应变梯度的特征尺度范围,材料塑性变形的本构关系中的应变梯度项对材料强度的贡献将产生明显的影响,并起主导作用<sup>[15]</sup>.由于材料尺寸减小,材料非均匀变形过程中满足几何需要的位错密度明显升高,从而增加了对决定材料强度的统计储存位错运动的阻碍作用,使受非均匀变形的材料强度增加.本研究中的微小悬壁梁根部受到了非均匀变形,较薄悬壁梁屈服强度的升高可以归因于悬壁梁根部应变梯度项对材料强度的贡献.另一方面,TEM 观察表明  $1.6 \mu\text{m}$  厚样品中晶界附近塞积的位错密度明显升高,反映了位错在晶界处的塞积和各类位错间的交互作用.运动到晶界附近被塞积的高密度位错说明了在小尺度内几何需要的位错密度可能升高并导致它们与统计储存位错的强烈交互作用.从而使得屈服强度明显升高.

(2) 与薄样品相比较,由于较厚薄膜在厚度方向至少含有 5, 6 个晶粒,其内部具有相对多的晶界位错源来产生或吸收位错,参与塑性变形.位错间的交互作用及位错与晶界的交互作用导致了材料屈服后具有一定的应变硬化行为和好的塑性,故样品表面出现 SEM 所观察到的明显滑移台阶.而对于薄试样,由 SEM 和 TEM 的观察可知,  $1.6 \mu\text{m}$  厚的试样晶粒内部的可动位错数量相对  $17.1 \mu\text{m}$  厚的试样要少,这主要是由于一方面  $1.6 \mu\text{m}$  厚的试样在厚度方向上仅为半个晶粒的厚度,试样中没有足够的晶界位错源来产生可动位错.同时,薄试样的自由表

面引起的镜像力以及极短的位错滑移距离使得晶粒内部有限的可动位错极容易滑出试样表面<sup>[16]</sup>。图 4b 中没有明显的滑移台阶和痕迹证明了材料内部低的位错数量及位错的可动性。因此, 导致了薄试样表现出有限的塑性。

### 3.2 疲劳损伤的尺寸效应

对微米尺寸不锈钢试样的动态弯曲疲劳实验结果表明<sup>[17]</sup>, 疲劳损伤仍然发生在类似“挤出 / 侵入”的应变局部化处, 但对疲劳变形区内的 TEM 观察表明, 细晶粒奥氏体不锈钢在疲劳加载后晶粒内部 (晶粒尺寸为 1—3  $\mu\text{m}$ ) 并没有出现大块材料那样具有微米量级的位错胞结构, 而是单根的位错缠结组态。这种当晶粒尺寸在 1—3  $\mu\text{m}$  时没有形成清楚位错结构的现象与最近的文献<sup>[6]</sup>关于疲劳 Cu 薄膜的位错结构研究的结果<sup>[6]</sup>比较相似。由于本研究中的微米尺寸悬臂梁试样在厚度及宽度方向均可含有几个晶粒, 因此, 最小的尺度为晶粒尺寸, 它决定了疲劳的损伤行为。

本研究所测得的微米尺寸材料的疲劳裂纹门槛值与块体材料的门槛值比较接近, 说明当材料的尺寸减小到微米量级时, 临界裂纹扩展阻力的尺寸效应不明显。由于在微米尺寸材料中仍然出现类似的疲劳条纹, 说明了该材料仍然可以利用传统的疲劳裂纹扩展模型预测微米尺寸材料裂纹扩展速率, 这为 MEMS 器件的损伤容限设计提供了依据。

## 4 结论

通过对具有微米尺寸不锈钢悬臂梁试样的弯曲变形和疲劳开裂行为的研究, 发现随试样厚度的减小, 材料的屈服强度升高, 塑性下降。屈服强度随样品厚度降低而升高的关系与 Hall-Petch 晶粒强化关系相似。弯曲悬臂梁的强度升高来源于小尺度材料在非均匀变形下引起的应变梯度贡献的增加, 而塑性下降则归因于较薄薄膜内可动

位错数量及位错可动性的降低。疲劳裂纹从尖缺口处的萌生门槛值接近块体材料裂纹门槛值。

### 参考文献

- [1] Fujimasa I. *Micromachines—A New Era in Mechanical Engineering*, Oxford: Oxford Science Publications, 2000
- [2] Nix W D. *Metall Trans*, 1989; 20A: 2217
- [3] Zhang G P, Takashima K, Shimojo M, Higo Y. *Int J Mater Prod Technol*, 2001; Suppl.1: 298
- [4] Schwaiger R, Kraft O. *Scr Mater*, 1999; 41: 823
- [5] Takashima K, Higo Y, Sugiura S, Shimojo M. *Mater Trans*, 2001; 42: 68
- [6] Zhang G P, Schwaiger R, Volkert C A, Kraft O. *Philos Mag Lett*, 2003; 83: 477
- [7] Zhang G P, Volkert C A, Schwaiger R, Arzt E, Kraft O. *J Mater Res*, 2005; 20: 201
- [8] Takashima K, Maekawa S, Shimojo M, Higo Y, Sugiura S, Pfister B, Swain M V. In: Wu X R, Wang Z G, eds., *Proceedings of the 7th International Fatigue Congress*, UK: Cradley Heath: High Education Press, 1999; Vol III: 1871
- [9] Zhang G P, Wang Z G, Li G Y. *Acta Mater*, 1997; 45: 1705
- [10] Weihs T P, Hong S, Bravman J C, Nix W D. *J Mater Res*, 1998; 3: 391
- [11] Kelegemur, M. H, Chaki, T. K. *Int J Fatigue*, 2001; 23: 169
- [12] Benjamin D. *Metals Handbook: Properties and Selection of Stainless Steels*. Ohio. Metals Park: ASM, 1980: 19
- [13] Takaki, S, Tanimoto, S, Tokunaga Y. *Proceedings of Japan Institute of Metals Symposium*. Nagoya, 1984: 162
- [14] Lee H J, Zhang P, Bravman J C. *Appl Phys Lett*, 2004; 84: 915
- [15] Gao H J. *Scr Mater*, 2003; 48: 113
- [16] Keller R R, Phelps J M, Read D T. *Mater Sci Eng*, 1996; A214: 42
- [17] Zhang G P, Takashima K, Shimojo M, Higo Y. *Mater Lett*, 2003; 57: 1555