

# 微/纳米力学 测试技术及其应用

张泰华 编著

 机械工业出版社  
CHINA MACHINE PRESS



# 微/纳米力学测试技术 及其应用

张泰华 编著



机械工业出版社

本书系统地介绍了微/纳米力学测试技术中最常用的压入和划入技术及其典型应用。全书共分 13 章。测试技术方面, 内容涉及接触力学、测试原理、方法、校准、仪器、力学参量、影响因素。典型应用方面, 内容涉及在表面工程、微机电系统、生物、高聚物和金属玻璃等领域内的微/纳米力学行为的测试。

本书可供力学、材料、物理、电子、机械、生物和化学等领域的人员、工程技术人员以及大专院校相关专业的师生参考。

## 图书在版编目 (CIP) 数据

微/纳米力学测试技术及其应用/张泰华编著. —北京: 机械工业出版社, 2004.10

ISBN 7-111-15169-0

I. 微... II. 张... III. 纳米材料—力学性能试验 IV. TB383

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 086751 号

机械工业出版社 (北京市百万庄大街 22 号 邮政编码 100037)

责任编辑: 曾 红 版式设计: 张世琴 责任校对: 唐海燕

封面设计: 陈 沛 责任印制: 石 冉

北京中兴印刷有限公司印刷 · 新华书店北京发行所发行

2005 年 1 月第 1 版·第 1 次印刷

1000mm×1400mm B5 · 5.875 印张 · 225 千字

0 001—3 000 册

定价: 20.00 元

凡购本书, 如有缺页、倒页、脱页, 由本社发行部调换

本社购书热线电话 (010) 68993821、88379646

封面无防伪标均为盗版

# 前 言

微 / 纳米尺度材料和结构的力学行为的测试是工程技术界关注的前沿问题，也是发展微 / 纳米尺度力学学科的基础。十多年来，通过连续测量载荷和深度确定硬度和模量的压入技术飞速发展，基于该技术发展起来的仪器，逐渐成为微 / 纳米尺度力学行为测试中的标准设备。目前，大量有关测试原理和应用的科技文献出现在各类专业期刊中，2002 年 Springer-Verlag New York Inc 出版了《Nanoindentation》（纳米压入）一书。有关国际标准也已形成。为了适应目前国内微 / 纳米尺度力学行为测试的需要，作者根据科研和技术服务的工作经验，参阅了国外大量文献，主要从测试技术和典型应用角度编写了此书。本书着重于实用性，除了对纳米压入和纳米划入技术进行较为系统的理论和测试方法的介绍外，还将用较多的篇幅介绍该技术在各领域的典型应用。

本书共分 13 章。前 5 章分别介绍纳米压入和纳米划入测试技术的发展和涉及的接触力学、测试原理、测试方法、校准技术；第 6 章～第 8 章分别介绍纳米压入和纳米划入的测试仪器、力学参量的测试和影响测试的因素；第 9 章～第 13 章分别介绍该技术在表面工程、微机电系统、生物、高聚物和金属玻璃等领域中的典型应用。最后，附录回答具体测试中的一些常见问题。

本工作得到国家自然科学基金项目（10372103）和中国科学院知识创新工程项目（KJCX2-SW-L2）的资助。

由于该技术涉及学科多，发展快，加上作者学识有限，在取材和论述方面存在不妥之处，敬请广大读者批评指正。

# 目 录

## 前言

## 第1章 绪论 ..... 1

- 1.1 硬度的定义和分类 ..... 1
- 1.2 纳米压入和划入技术的发展 ..... 4
- 1.3 纳米压入和划入技术的特点 ..... 5
- 参考文献 ..... 6

## 第2章 压入接触力学 ..... 8

- 2.1 弹性接触 ..... 8
  - 2.1.1 Sneddon 解 ..... 8
  - 2.1.2 锥形压针 ..... 10
  - 2.1.3 球形压针 ..... 13
  - 2.1.4 圆柱压针 ..... 15
- 2.2 弹塑性接触 ..... 16
  - 2.2.1 塑性发生 ..... 16
  - 2.2.2 完全塑性 ..... 17
  - 2.2.3 材料响应 ..... 18
- 参考文献 ..... 18

## 第3章 纳米压入测试

### 原理 ..... 20

- 3.1 压入硬度和模量 ..... 20
- 3.2 连续刚度测量 ..... 24
- 3.3 载荷-深度数据确定的材料参数 ..... 26
  - 3.3.1 马氏硬度 ..... 26
  - 3.3.2 压入蠕变 ..... 27
  - 3.3.3 压入松弛 ..... 27

- 3.3.4 压入弹性功和塑性功 ..... 27

- 参考文献 ..... 28

## 第4章 纳米压入测试

### 方法 ..... 30

- 4.1 压针类型 ..... 30
  - 4.1.1 玻氏压针 ..... 30
  - 4.1.2 立方角压针 ..... 30
  - 4.1.3 维氏压针 ..... 31
  - 4.1.4 努氏压针 ..... 32
  - 4.1.5 圆锥压针 ..... 32
  - 4.1.6 球形压针 ..... 33
  - 4.1.7 圆柱压针 ..... 33
  - 4.1.8 楔形压针 ..... 33
  - 4.1.9 考虑因素 ..... 34
- 4.2 测试环节 ..... 35
  - 4.2.1 样品准备 ..... 35
  - 4.2.2 环境控制 ..... 36
  - 4.2.3 间距选择 ..... 36
  - 4.2.4 表面探测 ..... 36
  - 4.2.5 驱动方式 ..... 37
  - 4.2.6 测试步骤 ..... 38
  - 4.2.7 测试报告 ..... 39
- 参考文献 ..... 39

## 第5章 纳米压入的确认和

### 校准 ..... 41

- 5.1 直接确认和校准 ..... 41
- 5.2 间接校准 ..... 46
- 5.3 测试和校准的实例 ..... 48
- 参考文献 ..... 54

## 第6章 纳米压入和划入的

### 测量仪器 ..... 55

- 6.1 仪器技术指标的定义 ..... 55
- 6.2 美国 MTS 公司 ..... 57
- 6.3 美国 Hysitron 公司 ..... 61
- 6.4 瑞士 CSM 公司 ..... 63
- 6.5 英国 MML 公司 ..... 65
- 6.6 澳大利亚 CSIRO 公司 ..... 67
- 6.7 测量仪器的发展趋势 ..... 69
- 参考文献 ..... 70

## 第7章 力学参量的测量 ..... 71

- 7.1 压入方式 ..... 71
  - 7.1.1 硬度和模量 ..... 71
  - 7.1.2 断裂韧度 ..... 72
  - 7.1.3 蠕变和粘弹行为 ..... 74
  - 7.1.4 压入应力-应变  
曲线 ..... 75
  - 7.1.5 加卸载曲线涉及的  
部分现象 ..... 76
- 7.2 划入方式 ..... 80
  - 7.2.1 块体材料 ..... 81
  - 7.2.2 薄膜材料 ..... 81
  - 7.2.3 粗糙度 ..... 83
- 7.3 弯曲方式 ..... 84
  - 7.3.1 微悬臂梁静载弯曲 ..... 84
  - 7.3.2 微桥静载弯曲 ..... 85
  - 7.3.3 微结构疲劳 ..... 85
- 7.4 吸引方式 ..... 86
- 7.5 声发射测试 ..... 87
- 7.6 温度测试 ..... 88
- 参考文献 ..... 88

## 第8章 影响纳米压入测试的 因素 ..... 91

- 8.1 测试仪器的影响 ..... 91
  - 8.1.1 压针缺陷 ..... 91

8.1.2 测试方法 ..... 95

8.1.3 接触零点的确定 ..... 97

8.1.4 载荷和位移的分辨力 ..... 99

### 8.2 样品的表面状态和

性质 ..... 100

8.2.1 表面吸湿 ..... 100

8.2.2 表面粗糙度 ..... 100

8.2.3 残余应力 ..... 101

8.2.4 凹陷和凸起变形 ..... 102

### 8.3 纳米压入和划入测试所

面临的问题 ..... 105

参考文献 ..... 106

## 第9章 在表面工程中的 应用 ..... 109

- 9.1 金属材料表面激光强化  
的力学表征 ..... 109
- 9.2 硬质膜的力学和摩擦学  
性能评估 ..... 114
  - 9.2.1 显微硬度测试 ..... 115
  - 9.2.2 纳米压入测试 ..... 116
  - 9.2.3 纳米划入测试 ..... 119
  - 9.2.4 膜材的影响 ..... 126
- 参考文献 ..... 127

## 第10章 在微机电系统中的 应用 ..... 128

- 10.1 薄膜测试 ..... 129
  - 10.1.1 典型薄膜材料的硬度和  
模量 ..... 129
  - 10.1.2 薄膜疲劳 ..... 130
  - 10.1.3 淀积工艺对二氧化硅薄膜  
力学性质的影响 ..... 135
- 10.2 微结构弯曲 ..... 138
  - 10.2.1 微结构的静态弯曲 ..... 138
  - 10.2.2 微结构的动态弯曲 ..... 140
- 参考文献 ..... 142

## 第11章 在生物及其相关材料

### 中的应用 ..... 143

- 11.1 人工林杉木管胞细胞壁 ..... 143
- 11.2 人体腰椎骨 ..... 148
- 11.3 存储液对人体牙齿微力学  
性能的影响 ..... 149
- 参考文献 ..... 152

## 第12章 在高聚物中的

### 应用 ..... 153

- 12.1 PMMA 单轴拉伸和弯曲  
力学行为 ..... 153
- 12.2 划入测试的理论分析 ..... 154
- 12.3 韧性行为的描述 ..... 156
- 12.4 脆性行为的描述 ..... 158
  - 12.4.1 温度效应 ..... 159
  - 12.4.2 应变率效应 ..... 159
- 参考文献 ..... 161

## 第13章 在金属玻璃中

### 的应用 ..... 163

- 13.1 硬度和屈服应力的  
关系 ..... 163
- 13.2 不连续的塑性变形 ..... 164
- 13.3 压痕形貌和微结构

变化 ..... 164

13.4 应变率效应 ..... 166

13.5 钨基金属玻璃的变形

行为 ..... 167

参考文献 ..... 171

## 附录 常见问题的回答 ..... 172

- 1 测试数量 ..... 172
- 2 压入间距 ..... 172
- 3 压入深度 ..... 172
- 4 泊松比的选择 ..... 172
- 5 典型材料的参数 ..... 173
- 6 断裂韧性测试压针  
的选择 ..... 173
- 7 纳米薄膜的测试 ..... 174
- 8 典型材料的压入  
变形行为 ..... 174
- 9 显微硬度和纳米压入硬度  
的关系 ..... 176
- 10 压入影响区及其边界  
效应 ..... 176
  - 10.1 压入影响区的有限元  
模拟 ..... 176
  - 10.2 边界距离影响的有限元  
模拟 ..... 178
  - 10.3 压入间距影响的测试 ..... 179
- 参考文献 ..... 180

# 第 1 章 绪 论

力学性能是评价材料质量的主要指标，也是进行设计与计算的主要依据。在过去的一百多年中，根据材料使用环境的要求，人们发展并使用不同的标准试验测量其力学性能参数。一类是简单应力状态的试验，如单轴拉伸、压缩和扭转等，主要获得材料的应力-应变等数据，这是最常用、最直接的测试方式；另一类是复杂应力状态的接触试验，如硬度试验，主要用来检验产品的质量和确定合理的加工工艺，用以表征材料抵抗局部变形的能力，是衡量材料软硬程度的一种性能指标<sup>[1]</sup>。

近年来，随着新材料的合成和制造工艺的提高，其特征尺寸越来越小。对于尺度在  $100\mu\text{m}$  量级以下的样品，会给常规的拉伸和压缩试验带来一系列困难。例如，如何制作、夹持、对中（保持样品与载荷方向的同轴）微小样品，如何提高载荷和位移测量的分辨力<sup>[2,3]</sup>。材料力学性能的测试方式也在悄然变化。原来主要用于工业质量检测的硬度试验，由于工作方式简单，如仅在材料表面局部体积内产生很小的压痕，于是又重新唤起对硬度试验的研究热情。目前，在微尺度上相对比较材料力学性能方面，接触试验比较方便和有效，例如压入测试能提供硬度和模量等，划入测试能提供诸如断裂起始的失效机理和区分韧性和脆性断裂方式等的定量信息。目前，接触试验正逐渐成为微/纳米尺度力学测量的主要工作方式。该方式也在不断地完善和发展，例如，如何提高测试技术获得精确的载荷和位移，如何建立合适的力学模型从复杂应力状态中获得可靠的力学参量。

## 1.1 硬度的定义和分类

硬度是评价材料力学性能的一种简单、无损、高效的手段，已有近百年的应用历史。关于硬度的定义，目前尚未统一。从作用方式上，可定义为“某一物体抵抗另一物体产生变形能力的度量”；从变形机理上，可定义为“抵抗弹性变形、塑性变形和破坏的能力”或“材料抵抗残余变形和破坏的能力”。无论如何定义，在测量固体材料硬度时，总是将一定形状和尺寸的较硬物体即压针以一定的压力接触被测材料表面。硬度为在最大载荷下的平均压力，与材料的弹塑性变形、测量条件和方法有关，所以它不是一个基本的物理量<sup>[4]</sup>。从形式上看，硬度是材料局部区域力学性能在特定条件下的整体表现。它是材料对外界物体机械作用，如压入或划入局部抵抗能力的一种表现，反映了固体物质凝聚或结合强弱的程



度<sup>[5~10]</sup>。从本质上看,硬度是否为在特定条件下几个力学性能参量如弹性模量和泊松比、屈服应力和应变硬化指数等的组合? Tabor 认为,金属材料的硬度随压入变形的增加和硬化过程的产生,直接与单轴屈服应力相联系<sup>[5]</sup>。否则,硬度测量只能作为材料力学性能的相对比较。

为了比较各种固体材料的软硬,人们定出多种不同的硬度标准及其测量方法,归纳起来有:静态压入硬度 (static indentation hardness), 动态或回弹压入硬度 (dynamic or rebound hardness), 划入硬度 (scratch hardness)<sup>[5~10]</sup>。

静态压入硬度测量,通过球体、金刚石锥体或其他锥体将载荷施加在被测材料上,使材料产生压痕,即发生塑性变形;再根据总施加载荷与所产生压入面积或深度之间的关系,给出其硬度值。目前,有关压入测试的国际标准 ISO 14577<sup>[11]</sup>根据施加载荷  $P$  和压入深度  $h$  的范围分成:宏观硬度,  $2\text{N} \leq P \leq 30\text{kN}$ ; 显微硬度,  $P < 2\text{N}$ ,  $h > 0.2\mu\text{m}$ ; 纳米硬度,  $h \leq 0.2\mu\text{m}$ 。近二十年来,随着各种表面处理技术的迅速发展,微尺度的压入测试逐渐成为研究表层材料力学性能的标准试验。不同静态压入硬度的测试方法见表 1-1<sup>[7,12]</sup>,载荷范围见图 1-1<sup>[12]</sup>。

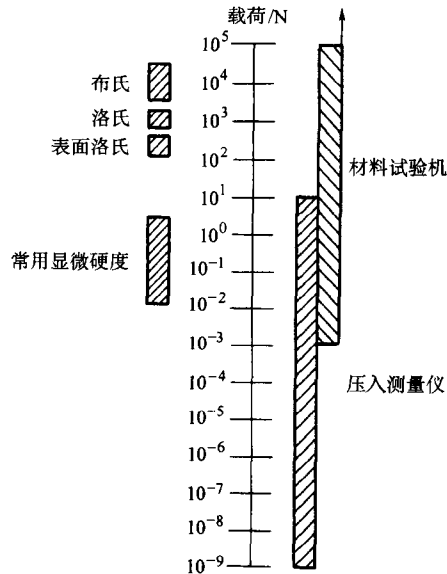


图 1-1 静态压入硬度的载荷范围

动态或回弹压入硬度测量, 将一个具有标准重量与尺寸的物体从某一高度 (具有一定的势能) 下落到被测物体的表面, 并从其表面弹起, 根据回弹高度确定被测物体的硬度值。该方法主要用于金属材料<sup>[6~8]</sup>。

划入法是在小曲率半径的硬质划针上施加一定的法向力, 并使划针沿样品表面刻划, 通过样品表面的划痕来评价其硬度。它是测量块体材料或表面涂层材料抗划入、摩擦、变形和薄膜附着力的方法<sup>[6~8]</sup>。

各种硬度的定义不同, 测定的方法和适用的材料各异, 彼此不能直接换算。某些金属材料的硬度与其强度指标有一定关系, 可通过简单、经济的硬度测量近似求得强度指标<sup>[6~10]</sup>。在高温下, 金属材料的硬度随承载时间的延续而下降。根据下降规律可近似求得材料的疲劳强度, 从而减小耗时很多的疲劳强度试验<sup>[6]</sup>。

表 1-1 常用静态压入硬度测量方法比较<sup>[7,12]</sup>

| 硬度试验                              | 压头形状                                    | 压痕对角线<br>或直径/ $\mu\text{m}$ | 压入深度<br>$\mu\text{m}$ | 载荷<br>/N                          | 测量方法                               | 表面制备                   | 应用范围                                | 备 注                                  |
|-----------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------|-----------------------|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|
| 布氏 (Brinell)<br>HB                | 2.5mm 或<br>10mm 直径球<br>体                | 1000~5000                   | <1000                 | 钢 铁 用<br>30000, 软金<br>属低于 1000    | 显微镜下测<br>压痕直径; 换<br>算表上读值          | 为精确测量<br>直径, 需精磨<br>表面 | 块状金属                                | 使用轻载荷<br>的球形压头,<br>使表面的破坏<br>程度减至最小  |
| 洛氏 (Rockwell)<br>HR               | 120° 金刚石<br>锥 体, 或<br>1.59mm 直径<br>的球体  | 100~1500                    | 25~350                | 主载荷 600,<br>1000, 1500;<br>副载荷 10 | 从显示屏上<br>直接读取硬度<br>值               | 通常不需要<br>特殊制备表面        | 块状硬材料                               | 从压入深度<br>测量看, 可用<br>于测量比布氏<br>试验薄的材料 |
| 表面洛氏<br>(Superficial<br>Rockwell) | 120° 金刚石<br>锥 体, 或<br>1.59mm 直径<br>的球体  | 100~700                     | 10~100                | 主载荷 150,<br>300, 450; 副<br>载荷 30  | 从显示屏上<br>直接读取硬度<br>值               | 抛光表面                   | 用于薄样品                               | 压痕尺寸和<br>载荷均比洛氏<br>小                 |
| 维氏 (Vickers)<br>HV                | 两对面夹角<br>为 136° 的金<br>石正四棱锥             | 10~1000                     | 1~100                 | 10~1200,<br>可低于 0.25              | 显微镜下测<br>压痕对角线;<br>换算表上读值          | 光滑、清洁<br>的表面 (呈镜<br>面) | 用于表面层<br>和薄至 1 $\mu\text{m}$<br>的样品 | 对于表面性<br>能变化的灵敏<br>度低于努氏硬<br>度试验     |
| 努氏 (Knoop)<br>HK                  | 棱 夹 角 为<br>172.5° 和 130°<br>的金刚石四棱<br>锥 | 10~1000                     | 0.3~30                | 2~40, 可<br>低于 0.01                | 显微镜下测<br>压痕长棱对<br>角线; 换算表<br>上读值   | 光滑、清洁<br>的表面 (呈镜<br>面) | 薄表面                                 | 用于脆性材<br>料或微观结构<br>及组分的研究            |
| 纳米压入<br>测量仪<br>H <sub>IT</sub>    | 中心线与锥<br>面之间夹角为<br>65.3° 的三棱<br>锥       | 0.1~10                      | 0.01~1                | ≤0.5                              | 实时测量压<br>入深度和载<br>荷, 直接获得<br>硬度和模量 | 光滑、清洁<br>的表面 (呈镜<br>面) | 超薄表面                                |                                      |

## 1.2 纳米压入和划入技术的发展

材料制备的进步推动了纳米压入测试技术的发展。20 世纪 80 年代早期,制备的薄膜和表面改性层厚度越来越小。对显微压入测试,卸载后的压痕表面积通常由残余压痕对角线获得。为了避免薄膜基体的影响,压入深度一般要控制在  $1/10$  膜厚的范围内。显微硬度测量仪器难以提供如此小的载荷,同时残余压痕的尺寸也难以精确测量。例如,用光学显微镜测量,如果对角线为  $5\mu\text{m}$  维氏残余压痕,测量不确定度为 20%; 如果对角线为  $1\mu\text{m}$ , 测量不确定度高达 100%<sup>[13]</sup>。显然,当残余压痕的尺寸在亚微米及其以下时,传统的光学显微镜由于受放大倍数和分辨力的限制难以适用。于是,通过测量压入深度计算接触投影面积的纳米压入测量技术应运而生。事实上,早在 1961 年,Stillwell 和 Tabor<sup>[14]</sup>就已经提出利用压入的弹性恢复测定力学性能的方法。而现代利用载荷-深度曲线卸载部分测量接触面积的处理方法可能开始于 Bulychev 等人<sup>[15]</sup>在 1975 年的工作。1981 年 Pethica<sup>[16]</sup>首次将这种技术应用于离子注入金属表面的力学性能测量中,1984 年 Loubet 等人<sup>[17]</sup>使用这种方法进行 1N 量级载荷的测试,1986 年 Doerner 和 Nix<sup>[18]</sup>将载荷测量拓宽到 mN 量级。1992 年 Oliver 和 Pharr<sup>[19]</sup>在 Doerner 和 Nix<sup>[18]</sup>工作的基础上完善了压入测量原理,奠定了纳米压入测量技术的基础,这是目前最为流行的分析方法。

在许多工业应用中,了解机器部件表面的抗微摩擦磨损性能和变形机理是非常重要的。以前,尽管划入测试包含了许多变形和破坏过程,但它不能提供定量和重复的结果,仅作为一种定性的方法,应用受到限制。随着测试技术的发展,载荷和位移传感器分辨力明显提高。目前,纳米划入测量仪主要针对法向力量程为  $10^2\text{mN}$  量级的刻划能力而设计的,已能定量分析样品表面的微摩擦磨损行为和描述划入变形机理。同以前的划入仪相比:载荷和位移的分辨力明显提高;改进对临界载荷的确定方式<sup>[12]</sup>。但是,由于作用较为复杂,不易建立相应的力学模型,仍难以提供科学的硬度定义<sup>[20]</sup>。

目前,纳米压入和划入方法是先进的微尺度力学测试技术。尽管人们对这种新兴技术尚未完全认识,但是该技术已显示出良好的发展前景,吸引了材料科学、力学、物理、化学、生物等多学科研究人员的兴趣,大量关于测量原理和应用的科技文献出现在各类专业期刊中。美国材料研究学会(MRS)定期召开这方面的国际会议,并出版会议论文集<sup>[21~23]</sup>。所属的材料研究杂志(Journal of Materials Research)分别于 1999 年 6 月<sup>[24]</sup>和 2004 年 1 月<sup>[25]</sup>出版了相应的专辑。1999 年专辑的编辑 Adrian Mann 等人在引言中预测,在不久的将来,纳米压入测量仪将不仅成为纳米力学测量的标准仪器,而且在许多方面成为研究纳米尺度

物理现象的有力工具。2004 年专辑的特邀编辑 Yang-Tse Cheng (郑仰泽) 等人在引言中总结了该技术在四个方面的进展: 第一, 测试仪器方面, 目前已有多家公司能制造出基于深度测量的高分辨力纳米压入测量仪, 而且还发展了大载荷量程的显微压入测量仪; 基于扫描探针显微镜的接触共振技术已用于测量样品表面的接触刚度、存储模量和损失模量等; 集成先进的观察手段, 如原位透射电子显微镜 (TEM) 和三维 X 射线显微镜, 用以研究变形机制。第二, 拓宽了材料行为的测量范围, 可测量硬度、模量、断裂韧性、蠕变特性、粘弹特性、温度变化特性等。第三, 扩大了材料种类的测量范围, 不仅能测试金属、陶瓷、高聚物, 还包括表面工程系统、粉末、复合材料、微系统器件和生物材料等。第四, 在分析模型方面有了显著进展, 提高了对压入测量的认识水平, 发展新分析方法, 如分子动力学模拟等。

目前, 基于深度测量技术仪器的名称较多。从测试原理上看, 是通过测量作用在压针上的载荷和压入样品表面的深度获得硬度和模量的, 所以称为深度测量压入仪 (depth-sensing indentation, DSI)。从工作方式上看, 能连续记录加卸载过程中的载荷和深度, 所以称为连续记录压入仪 (continuous-recording indentation)。从压入深度上看, 一般控制在微/纳米尺度, 要求测试仪器的位移传感器具有优于 1nm 的分辨力, 所以称为纳米压入仪 (nanoindentation)。从载荷量程上看, 一般在  $10^2\text{mN}$ , 所以称为超低载荷压入仪 (ultra-low load indentation)<sup>[12,26]</sup>。2002 年的国际标准 ISO 14577 称此类仪器为压入测量仪 (instrumented-indentation testing)<sup>[11]</sup>。目前, 该类仪器主要用于测量材料微小体积内或薄膜的硬度和模量, 并不断发展用于测量其他力学性能参量。从实际的测试能力来看, 应称为微/纳米力学测量探针。下面, 为了叙述上的统一, 按国际标准称为压入测量仪。对应的划入仪器, 则称为划入测量仪。

## 1.3 纳米压入和划入技术的特点

### 1. 操作方便

纳米压入测量仪通过连续记录载荷和压入深度, 从而获得材料的硬度和模量。这种技术能从载荷-位移曲线中直接获得接触面积, 把人们从寻找压痕位置和测量残余面积的繁琐劳动中解放出来, 并可以大大地减小误差, 适合于微/纳米尺度压入深度的测量。

### 2. 样品制备简单

压入或划入深度一般控制在微米甚至纳米尺度, 对样品的几何尺寸和形状无特殊要求。例如, 对薄膜、涂层、表面改性等样品, 不需要将表层从基体上剥离, 可以直接给出材料表层力学性质的空间分布; 能无损检测出活体昆虫翅膀等

部位的力学性质；即使材料大到可以用其他宏观方法检测，该方法仍然是一种可供选择的方法。

### 3. 测量和定位分辨力高

目前，商用压入和划入仪的载荷和位移分辨力已分别达到优于 100nN 和 1nm 的水平。商用仪器均装有样品定位平台，可以自动测量样品近表面的力学性能的空间分布。目前，电动平移台的定位精度达到微米级，基本能满足微小结构的定位要求。压电陶瓷定位分辨力达到纳米级，可以实现压痕和划痕的原位图像扫描。详见第 6 章。

### 4. 测试内容丰富

连续记录的载荷-深度数据中包含了丰富的力学响应信息。通过建立合适的力学模型，可测量多种力学参量。目前，纳米压入测量仪可以获得硬度、模量、断裂韧度、应力-应变曲线、高聚物的存储模量和损失模量、蠕变特性、疲劳特性、粘附等，纳米划入测量仪可以获得薄膜的临界附着力和摩擦系数等。详见第 7 章。

### 5. 使用范围广泛

能应用于金属、陶瓷、高聚物、复合材料、表面工程系统、微系统器件、生物材料等众多材料的测试。

## 参 考 文 献

- 1 桂立丰总主编，曹用涛卷主编. 机械工程材料测试手册·力学卷. 沈阳：辽宁科学技术出版社，2001
- 2 张泰华，杨业敏，赵亚溥等. 微型材料的拉伸测试方法研究. 机械强度，2001，23（4）：430~436
- 3 张泰华，杨业敏，赵亚溥等. MEMS 材料力学性能的测试技术. 力学进展，2002，32（4）：545~562
- 4 Tabor D. Hardness of Metal. Oxford: University Press, 1951
- 5 Tabor D. Indentation Hardness: Fifty Years on a Personal View. Philosophical Magazine A, 1996, 74（5）：1207~1212
- 6 中国大百科全书·力学卷. 北京·上海：中国大百科全书出版社，1985
- 7 曲敬信，汪泓宏. 表面工程手册. 北京：化学工业出版社，1998
- 8 戴莲瑾. 力学计量技术. 北京：中国计量出版社，1996
- 9 杨迪. 金属硬度试验. 北京：中国计量出版社，1983
- 10 杨迪. 显微硬度试验. 北京：中国计量出版社，1988
- 11 International Standard. Metallic Materials-Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters. ISO 14577: 2002
- 12 张泰华，杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应. 力学进展，2002，32（3）：349~364

- 13 Fischer-Cripps A C. *Nanoindentation*. New York: Spring-Verlag, 2002
- 14 Stillwell N A, Tabor D. Elastic Recovery of Conical Indentation. *Phys. Proc. Soc.* , 1961, 78 (2): 169~179
- 15 Bulychev S I, Alekhin V P, Shorshorov M K, et al. Determining Young's Modulus from the Indenter Penetration Diagram. *Zavod. Lab.* , 1975, 41 (9): 11137~11140
- 16 Pethica J B. Microhardness Tests with Penetration Depths than Ion Implanted Layer Thickness in Ion Implantation into Metals. Ashworth V, et al. eds. *Third International Conference on Modification of Surface Properties of Metals by Ion-Implantation*. Oxford: Pergammon Press, 1982. 147~157
- 17 Loubet J L, Georges J M, Marchesini O, et al. Vicker's Indentation of Magnesium Oxide. *J. Tribol.* , 1984, 106:43~48
- 18 Doerner M F, Nix W D. A Method of Interpreting the Data from Depth - Sensing Indentation Instruments. *J. Mater. Res.* , 1986, 1(4):601~609
- 19 Oliver W C, Pharr G M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. *J. Mater. Res.* , 1992, 7 (6):1564~1583
- 20 Bhushan B, Gupta B K. *Handbook of Tribology*. New York: McGraw-Hill, 1991
- 21 Moody N R, Gerberich W W, Burnham N, et al. eds. *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology*, MRS Symp. Proc. , Vol. 522. 1998
- 22 Vinci R, Kraft O, Moody N R, et al. eds. *Thin Films-Stress and Mechanical Properties VII*, MRS Symp. Proc. , Vol. 594. 1999
- 23 Baker S P, Cook R F, Corcoran S G, et al. eds. *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology II* , MRS Symp. Proc. , Vol. 649. 2000
- 24 Mann A, Cammarata R, Nastasi M, eds. *Special Focus Issue on Nanoindentation in J Mater. Res.* , 1999, 14(6)
- 25 Cheng Y-T, Page T, Pharr G M, et al. eds. *Fundamentals and Applications of Instrumented Indentation in Multidisciplinary Research. Special Focus Issue on Instrumented Indentation in J. Mater. Res.* , 2004, 19(1):1~2
- 26 Hay J L, Pharr G M. *Instrumented Indentation Testing*. Kuhn H, Medlin D, eds. *ASM Handbook Volume 8: Mechanical Testing and Evaluation (10th edition)*. Ohio: ASM International, Materials Park, 2000. 232~243

## 第 2 章 压入接触力学

微/纳米尺度力学测试结果的可靠性主要依赖于力学分析模型和测试仪器等。本章简要介绍纳米压入文献中经常引用的力学公式，这些是以后各章的基础。该内容主要取材于 Jennifer Hay 编写的有关压入力学测试培训教材。

在实际压入测试中，已知力学性能的压针压入样品，基本测试量为作用在压针上的载荷和压入深度。为了获得样品材料的某些力学性能参数，需要选择合适的力学模型。当接触载荷足够小时，压入附近局部区域为弹性变形。随着载荷的增加，最大剪应力处达到屈服极限，塑性变形区在周围的弹性材料内扩展，为弹塑性转变阶段。当载荷进一步增加时，塑性区达到样品材料表面，压入变形进入完全塑性阶段。下面，分别介绍这三个变形阶段所涉及的接触力学理论。

### 2.1 弹性接触

弹性半空间是具有一自由表面的、应力应变成正比的半无限固体。解这样的弹性问题，意味着在弹性半空间内计算满足一定边界条件的变形和应力的分布。Hertz 最早开展这方面问题的研究<sup>[1,2]</sup>。1985 年 Johnson 的《Contact Mechanics》（接触力学）出版<sup>[3]</sup>，该书比较全面地总结了该领域的研究成果，系统介绍了各种接触问题的解决方法。下面介绍的内容主要参考该书，部分内容列出了原始文献。

#### 2.1.1 Sneddon 解

在压入相关文献中，最常引用的弹性接触模型是 Sneddon 提出的<sup>[4]</sup>。在列出弹性力学问题的方程之前，首先对接触面做几何学上的描述。两物体的非协调表面在图 2-1 中的  $O$  点接触，这个初始接触点始终作为轴对称坐标系的原点。选  $Oz$  轴与两表面的公法线一致，并分别指向两物体的内部，于是  $z=0$  平面是两表面的切平面。两物体分别被认为是弹性半空间，每个物体外形光滑。当两表面接触时，

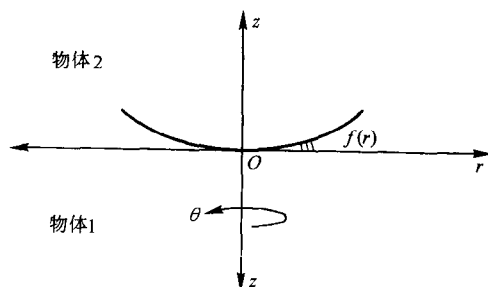


图 2-1 在  $O$  点接触的非协调表面

其间距由函数 $f(r)$ 描述。假设两物体是均匀各向同性的弹性体，其变形行为可用两个弹性常数——弹性模量 $E$ 和泊松比 $\nu$ 描述。

图 2-2 是两物体在法向力 $P$ 作用下的变形情况， $a$ 表示接触圆的半径。在法向力作用下，两物体沿 $z$ 轴的位移分别为 $h_1$ 和 $h_2$ 。如果物体不变形，外形如图中虚线所示。由于接触压力的作用，两表面平行于 $z$ 轴移动，位移量为 $u_{z1}(r, 0)$ 和 $u_{z2}(r, 0)$ ，指向物体内部的位移量为正。注意有 $h_1 = u_{z1}(0, 0)$ 和 $h_2 = u_{z2}(0, 0)$ 。

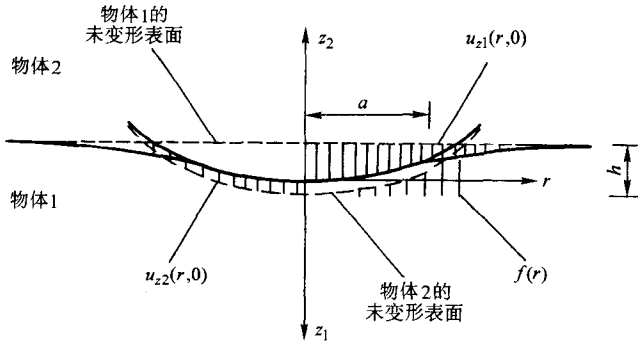


图 2-2 在法向力作用下的两物体变形

在压入测试中，感兴趣的是两物体之间的接近距离 $h = h_1 + h_2$ ，这是可以测量的位移量。在接触半径之内，总的与表面变形有关的位移为

$$u_{z1}(r, 0) + u_{z2}(r, 0) = h - f(r) \quad r \leq a \quad (2-1)$$

在接触半径之外，正应力

$$\sigma_{zz}(r, 0) = 0 \quad r > a \quad (2-2)$$

假设表面无摩擦

$$\sigma_{rz}(r, 0) = 0 \quad r \leq a \quad (2-3)$$

满足上述边界条件，Sneddon 使用积分方法解 Boussinesq 问题，给出了两物体相互接近的位移 $h$ 和达到此位移的载荷 $P$ 的公式，载荷为

$$P = \pi E_r a \int_0^1 \chi(t) dt \quad (2-4)$$

式中

$$\chi(t) = \frac{2}{\pi} \left[ h - t \int_0^t \frac{f'(x)}{\sqrt{t^2 - x^2}} dx \right] \quad (2-5)$$

定义无量纲径向坐标 $x = r/a$ 。如果在接触边缘， $f(x)$ 是光滑的，则有

$$h = \int_0^1 \frac{f'(x)}{\sqrt{1 - x^2}} dx \quad (2-6)$$



则式 (2-4) 可简化为

$$P = 2E_r a \int_0^1 \frac{x^2 f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx \quad (2-7)$$

式中,  $E_r$  是折合模量 (reduced modulus) 或复合模量 (combined modulus), 表示在压针和样品材料之间双向变形的能力,

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (2-8)$$

式中,  $E_1$  和  $\nu_1$  是样品材料的弹性模量和泊松比,  $E_2$  和  $\nu_2$  是压针材料的弹性模量和泊松比。如果压针材料有很高的弹性模量, 如金刚石,  $E_r$  则接近样品材料的弹性模量。在 Sneddon 的原始分析中, 假设压针为刚性的, 如  $E_2 = \infty$ 。如果压针中有小位移, 在式 (2-7) 中使用  $E_r$  是合适的。

式 (2-6) 和式 (2-7) 是两弹性体法向接触的一般表达式。下面, 分三部分给出锥形、球形和圆柱压针作用在弹性半空间的解。

### 2.1.2 锥形压针

研究半锥角为  $\Psi$  的锥体和平面的弹性接触问题。在实际压入测试中, 当使用圆锥和棱锥时, 该弹性接触模型普遍使用。首先, 使用式 (2-6) 和式 (2-7) 获得载荷和位移的表达式。其次, 修正原始的载荷位移关系。最后, 给出在接触面 and 对称轴处的应力分布。

锥体的曲面函数

$$f(r) = r \cot \Psi \quad (2-9)$$

如果使用无量纲径向坐标  $x = r/a$ , 有

$$f(x) = (a \cot \Psi) x \quad (2-10)$$

经微分为

$$f'(x) = a \cot \Psi \quad (2-11)$$

由式 (2-6) 可得位移即总的压入深度为

$$h = \frac{\pi}{2} a \cot \Psi \quad (2-12)$$

导致此位移的载荷为

$$P = 2E_r a^2 \cot \Psi \int_0^1 \frac{x^2}{\sqrt{1-x^2}} dx \quad (2-13)$$

使用  $x = \sin t$ , 载荷为

$$P = \frac{\pi}{2} E_r a^2 \cot \Psi \quad (2-14)$$

式 (2-12) 和式 (2-14) 联立, 消去接触半径后得

$$P = \frac{2}{\pi} E_r (\tan \Psi) h^2 \quad (2-15)$$