



现代力学丛书

微/纳米力学测试技术

——仪器化压入的测量、分析、应用及其标准化

张泰华 著



科学出版社

国家科学技术学术著作出版基金资助项目

现代力学丛书

微/纳米力学测试技术

——仪器化压入的测量、分析、应用及其标准化

张泰华 著

科学出版社

北京

内 容 简 介

仪器化压入测试是一种重要的微/纳米力学试验技术。本书取材于该技术的最新进展与作者十余年来研究的成果和经验,力求系统介绍其研究状况和发展趋势。

本书内容分五篇,共 21 章。第一篇为绪论部分,列举材料力学性能的基本参量和功能指标,介绍典型的力学测试技术及其对比分析。第二篇为压入测量部分,介绍仪器化压入的测量原理、测量仪器、校准检验、测量环节和影响因素。第三篇为方法分析部分,介绍压入分析的基础理论,探讨压入硬度和有关弹性、塑性、断裂、黏弹参数识别的分析方法。第四篇为典型应用部分,简要介绍各种测试功能,案例分析该技术在表面工程、先进材料、生物材料、微机电系统等方面力学测试和性能评价中的应用。第二篇至第四篇是本书的重点。第五篇为标准化部分,比对不同实验室之间的纳米压入测试结果,介绍标准研究进展情况。最后,给出术语汉英对照及其定义、常用符号表和索引。

本书适合从事微/纳米力学研究与应用的科研和技术人员使用参考,也适合力学、材料、物理等相关专业的教师、研究生和本科生阅读参考。

图书在版编目(CIP)数据

微/纳米力学测试技术:仪器化压入的测量、分析、应用及其标准化/张泰华著. —北京:科学出版社,2013

(现代力学丛书)

ISBN 978-7-03-038752-3

I. ①微… II. ①张… III. ①纳米材料—力学性能试验 IV. ①TB383

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 233315 号

责任编辑:刘凤娟/责任校对:宣慧

责任印制:钱玉芬/封面设计:耕者设计

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

中国科学院印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013 年 9 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2013 年 9 月第一次印刷 印张:24 1/2

字数:470 000

定价:128.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)



《现代力学丛书》编委会

主 编：郑哲敏

副主编：白以龙

编 委：(按汉语拼音排序)

白以龙 樊 菁 洪友士

胡文瑞 李家春 王自强

吴承康 俞鸿儒 郑哲敏

丛 书 序

《现代力学丛书》是由中国科学院力学研究所编著的一套丛书，由科学出版社出版。本丛书作者为中国科学院力学研究所科研人员、客座研究人员和其他相关人员。出版本丛书的目的是总结和提高我们近年来的科学研究成果，并促进相关学科领域的开拓。中国科学院力学研究所自成立以来，既从事基础研究，也以基础研究为手段，参与和承担了国家和部门委托的许多任务，取得了一系列重要的成果。我们认为，将这些成果分类整理、系统化，并加以提高，在此基础上出版专著，是一件很有价值的事，既有利于中国科学院力学研究所科研工作的进一步提高，也有利于为广大读者获取新的知识，共同促进力学学科的繁荣发展。

本丛书可供相关专业的科研人员和研究生参考。

郑哲敏

二〇〇九年二月于北京

前 言

微/纳米力学测试技术是微/纳米力学研究的基础之一，也为材料学、物理学、生物学、力学等学科的材料和结构性能表征提供了技术支撑。因为这些学科的基础研究和应用研究，在诸多方面依赖对微尺度力学现象的精细观察和可靠测量。研究对象尺度的微/纳米化，在加大力学测试难度的同时，也为力学实验技术的发展提供了机遇。

仪器化压入(instrumented indentation test) 是一种新兴和重要的微/纳米力学测试技术。其定义为：驱动压头压入试样，自动测量施加的载荷和压入试样的深度，基于压入力学模型识别出材料的硬度和力学参数的过程。尤其是，以纳米压入(nanoindentation) 为代表的仪器化压入技术，既不同于传统的硬度计技术，因为测量尺度的微/纳米化、深度测量原理的应用、测试参数的多元化；也不同于传统的材料试验机技术，因为测量区域的表面化和微区化、试样的微损化。

仪器化压入(尤其是纳米压入) 技术亟待完善和发展。纳米压入测量的可靠性、参数识别的多元化及其分析方法的普适性、新测试功能的开发及其适用性等问题，已引起研究者和使用者的广泛关注。

仪器化压入技术目前迫切需要规范和标准化。尽管该技术日臻成熟，其应用正向广度和深度发展，但测试易受仪器、环境、方法、试样和操作者等诸多因素的影响，往往导致结果的可比性不够理想。规范和标准化压入的测试过程，是增强不同实验室间测试数据可比性的有效途径之一。

作者长期在中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室(LNM) 工作，从事该实验室微/纳米力学实验平台的建设、维护、基础研究和测试服务工作。本书试图系统总结作者所在研究小组十余年来工作的科研成果和经验。2004 年，本人曾编著《微/纳米力学测试技术及其应用》一书，由机械工业出版社出版，2005 年第 2 次印刷，共发行 5000 册。当时的撰写重点仅为压入测量和典型应用两方面。目前，为了适应仪器化压入技术迅速发展和逐步普及的需求，基于十余年的基础研究、测试服务和标准化工作的积累，新撰写的本书详细介绍压入测量、典型应用和标准化方面的进展；基于基础研究及其指导博士生研究工作，简要介绍国际上在压入模型和材料参数识别方面的研究概况，重点介绍本研究小组在建模分析和多种参数识别方法方面的研究成果。同时，基于大量文献的分析总结和本研究小组的工作经验，简明介绍测量原理和仪器，全面阐述校准检验、测量环节和影响因素。总

之,本书力求系统全面地介绍新的研究领域和发展趋势。

力学测试需要测量精确、分析合理、应用广泛、操作规范。因此,本书从压入测量、方法分析、典型应用及其标准化四个方面,系统地介绍和阐明该技术。

本书内容分五篇,共 21 章。第一篇为绪论部分,包括第 1、2 章,列举材料力学性能的基本参量和功能指标,介绍典型的力学测试技术及其对比分析。第二篇为压入测量部分,包括第 3~7 章,详细介绍仪器化压入的测量原理、测量仪器、校准检验、测量环节和影响因素。第三篇为方法分析部分,包括第 8~13 章,对于压入分析的基础理论,简要列举接触力学的基本结论,详细说明压入能量标度关系的研究进展。对于参数识别的分析方法,详细阐述在识别压入硬度和弹性模量、屈服应变和硬化指数、断裂韧度、蠕变柔量等方面的研究进展。第四篇为典型应用部分,包括第 14~19 章,简要介绍各种测试功能,案例分析力学测试和性能评价在典型领域中的应用,具体包括表面工程(薄膜、涂层、激光强化)、先进材料(非晶合金)、生物材料(人体牙齿和木材细胞壁)、微机电系统(薄膜和微桥)等。第五篇为标准化部分,包括第 20、21 章,列举纳米压入试验的实验室间比对结果,介绍文本标准和实物标准的研究进展。附录则包括三部分,分别为术语汉英对照及其定义、常用符号表和索引。

本书第 1~7、10、11、14~21 章和附录由本人撰写。第 8 和 9 章、第 12 章、第 13 章分别由杨荣博士、冯义辉博士、彭光健博士撰写,这部分内容主要根据他们已发表的博士论文研究工作总结而成。全书由本人统稿和修改。

十余年来,相关研究工作在实验、理论、模拟和应用方面,分别获国家自然科学基金委员会重点、面上和国家杰出青年科学基金项目的持续资助(10432050, 10572142, 10872200, 11025212, 11272318);在标准化方面,获科技部国家重大科学研究计划纳米研究项目和质检总局公益性行业科研专项项目(标准化领域)等的资助。

本书汇聚作者所在研究小组自 1999 年以来的科研成果和测试经验。在研究过程中,得到前辈、同行和朋友,以及本人研究生们的大力帮助与支持。在研究起步阶段,郑哲敏院士和白以龙院士的热切关注和提问式激励,督促本人研究纳米压入测量的可靠性。在测试服务过程中,用户的需求促使本人研究纳米压入技术的应用。从 2001 年起,研究范围逐渐拓宽至测试仪器的研制、压入能量标度关系等基础理论问题的研究、多种参数识别的分析方法及其测试技术的建立,这些得益于曾经和目前在研究小组工作的研究生与博士后的贡献,他们分别是刘东旭硕士、郇勇博士、邢冬梅博士后、姜鹏博士、姜辛硕士、杨荣博士、宋金龙硕士、冯义辉博士、彭光健博士、逯智科博士生和于畅博士生等。从 2005 年起,在全国纳米技术标准化委员会的支持下,与宝钢研究院的王秀芳博士、宋洪伟博士和杨晓萍等和浙江工业大学的文东辉教授等密切合作,完成三项关于纳米压入国家标准的研制起

草工作。在此一并致以诚挚的谢意。

作者还要致谢中国科学院力学研究所《现代力学丛书》出版基金的资助。

由于作者研究范围和认识水平所限，书中取材和论述方面难免有疏漏之处，恳请广大同行和读者指正，以便继续提高和完善。

张泰华

2013 年 8 月于北京

目 录

丛书序

前言

第一篇 绪 论

第 1 章 材料力学性能及其表征	3
1.1 材料力学性能的基本参量	3
1.1.1 金属材料的弹塑性参量和蠕变参量	3
1.1.2 陶瓷材料的断裂参量	4
1.1.3 高聚物材料的黏弹参量	5
1.2 材料压入的功能指标和力学响应	6
1.2.1 硬度	6
1.2.2 力学响应	7
参考文献	10
第 2 章 力学测试技术	12
2.1 力学量的分类	12
2.2 典型仪器设备	13
2.2.1 传统材料试验机	13
2.2.2 传统硬度计	13
2.2.3 仪器化压入仪	15
2.3 对比分析	16
2.3.1 传统材料试验机 and 传统硬度计	16
2.3.2 纳米压入仪和显微硬度计	16
2.3.3 压入仪和传统材料试验机	17
2.3.4 仪器设备的综合对比	17
2.3.5 维氏硬度和压入硬度	20
2.4 压入技术的发展、特点和要求	21
2.4.1 仪器化压入技术的发展	21
2.4.2 纳米压入技术的特点	22
2.4.3 仪器化压入技术的内容和要求	23
参考文献	24

第二篇 压 入 测 量

第 3 章 测量原理	29
3.1 纳米压入仪的基本结构	29
3.2 纳米压入仪的力学响应	30
3.2.1 系统响应的力学模型	30
3.2.2 载荷-深度曲线的测量	32
3.3 测量参量	33
3.3.1 压入载荷和深度	33
3.3.2 压入总功和卸载功	33
3.3.3 接触刚度	34
3.3.4 马氏硬度	34
3.3.5 压入蠕变率	35
3.3.6 压入松弛率	35
3.4 连续刚度测量	36
参考文献	38
第 4 章 测量仪器	39
4.1 压入仪器的分类和发展	39
4.1.1 纳米压入仪	39
4.1.2 宏观压入仪	40
4.1.3 仪器设计的基本要素	40
4.1.4 测量仪器的发展趋势	42
4.2 压头的结构、类型和选取	43
4.2.1 压头结构	43
4.2.2 维氏压头	44
4.2.3 玻氏压头	45
4.2.4 立方角压头	46
4.2.5 努氏压头	47
4.2.6 圆锥压头	47
4.2.7 球形压头	48
4.2.8 楔形压头	48
4.2.9 压头选取的考虑因素	49
4.3 开发材料试验机宏观压入功能的实例	50
4.3.1 测量系统的设计	50
4.3.2 仪器的校准和检验	51

4.3.3 试验结果和校核	53
参考文献	55
第 5 章 校准检验	57
5.1 直接校准和检验	57
5.1.1 载荷测量装置校准	57
5.1.2 位移测量装置校准	57
5.1.3 压头的要求和检验	58
5.1.4 仪器柔度校准	58
5.1.5 压头面积函数校准	61
5.1.6 仪器状态检验	66
5.2 间接检验	66
5.2.1 仪器重复性	66
5.2.2 仪器误差	67
5.3 常规检查	67
5.4 参考样品	67
5.4.1 材料选择	68
5.4.2 样品加工	68
5.5 纳米压入仪测试和校准的实例	69
参考文献	74
第 6 章 测量环节	75
6.1 试验准备	75
6.1.1 试样尺寸	75
6.1.2 表面加工	75
6.1.3 试样安装	76
6.1.4 压头检查	76
6.2 环境控制	76
6.2.1 温度波动	76
6.2.2 地表振动	77
6.3 表面探测	77
6.4 驱动选择	78
6.5 参数设定	79
6.5.1 测试数量	79
6.5.2 压入间距	80
6.5.3 压入深度	80
6.5.4 泊松比选择	80

6.6 数据处理	81
6.7 测试流程	81
参考文献	82
第 7 章 影响因素	84
7.1 测量仪器的影响	84
7.1.1 压头钝化	84
7.1.2 接触零点确定	90
7.1.3 测量分辨能力	92
7.2 试样表面的影响	94
7.2.1 表面粗糙度	94
7.2.2 抛光工艺	95
7.2.3 压入凹陷和凸起变形	96
7.2.4 表面吸湿	99
7.3 测试环境的影响	99
7.4 压入位置的影响	101
7.4.1 压入影响区的有限元模拟	101
7.4.2 边界距离影响的有限元模拟	103
7.4.3 压入间距影响的实验验证	104
7.5 纳米压入技术面临的问题	105
参考文献	107

第三篇 方法分析

第 8 章 分析原理	111
8.1 压入问题的基本假设	111
8.2 分析模型和适用范围	112
8.2.1 自相似理论	112
8.2.2 弹性压入变形场的基本关系	114
8.2.3 弹塑性压入变形场的基本关系	115
8.2.4 特征应变关系	116
8.2.5 适用范围	118
参考文献	118
第 9 章 压入能量标度关系	120
9.1 压入能量标度关系的发现	120
9.2 压入能量标度关系的实验验证	122

9.3 压入能量标度关系的理论推导	123
9.3.1 球对称假设下基本方程的化简和求解	123
9.3.2 线弹性和理想弹塑性材料的压入能量标度关系	127
9.3.3 可压缩硬化材料的压入能量标度关系	129
9.4 ISO14577-1:2002 中压入功定义的误导	132
9.5 特征应变的物理含义	134
参考文献	135
第 10 章 压入硬度和弹性模量	137
10.1 三种典型的分析方法	137
10.1.1 接触刚度—接触深度方法	137
10.1.2 压入能量—接触刚度方法	143
10.1.3 纯压入能量方法	144
10.2 三种分析方法的对比	145
10.2.1 有限元模拟评估分析方法的准确性	145
10.2.2 误差分析探讨分析方法的稳定性	150
10.2.3 传统实验和压入实验的对比确认	151
10.2.4 三种分析方法的特点及其与测试方法的关系	156
参考文献	157
第 11 章 屈服应变和幂硬化指数	160
11.1 研究现状	160
11.1.1 研究进展	160
11.1.2 发展动态	162
11.2 压入能量测试方法	163
11.2.1 分析参量的选取	164
11.2.2 压入总功与识别参量关系的建立	167
11.2.3 Meyer 系数与识别参量关系的建立	171
11.2.4 分析方法的建立和实施流程	173
11.2.5 方法准确性和稳定性的数值检验	174
11.2.6 方法可靠性的实验验证	178
参考文献	189
第 12 章 断裂韧性	192
12.1 研究现状	192
12.1.1 典型测试方法	192
12.1.2 测试的合理性	198
12.1.3 发展动态	198

12.2 断裂韧度的压入能量测试方法	199
12.2.1 测试原理	199
12.2.2 能量标度关系的验证	201
12.2.3 开裂的影响	203
12.2.4 计算表达式的校准	206
12.2.5 测试有效性的确认	207
12.2.6 有效实验数据的判据	207
12.2.7 能量测试方法的特点	211
参考文献	212
第 13 章 蠕变柔量	215
13.1 研究现状	215
13.1.1 线黏弹接触理论	215
13.1.2 现有压入测试方法	217
13.2 适用于卸载段的测试方法	218
13.2.1 拓宽 Lee-Radok 解的适用范围	218
13.2.2 三种蠕变柔量测试方法	222
13.3 线黏弹塑压入测试方法	225
13.3.1 修正的阶跃载荷方法	226
13.3.2 新方法的试验验证	227
参考文献	230

第四篇 典型应用

第 14 章 测试功能	235
14.1 压入方式	235
14.1.1 块体材料的压入硬度和模量	235
14.1.2 薄膜材料的压入硬度和模量	236
14.1.3 塑性参数	240
14.1.4 断裂参数	242
14.1.5 高聚物的黏弹参数	242
14.1.6 金属材料的蠕变参数	243
14.1.7 典型材料加卸载曲线涉及的部分现象	244
14.2 划入方式	250
14.2.1 块体材料的划入变形和摩擦系数	251
14.2.2 薄膜材料的临界附着力和摩擦系数	252

14.2.3 试样表面的粗糙度	253
14.3 弯曲方式	253
14.3.1 微悬臂梁静载弯曲	254
14.3.2 微桥静载弯曲	255
14.3.3 微悬臂梁动载弯曲	255
14.4 压缩方式	256
14.5 吸附方式	257
14.6 监测技术——声发射测量	257
14.7 环境因素——温度控制	258
参考文献	258
第 15 章 表面工程 I——纳米薄膜	262
15.1 不同基材 DLC 薄膜的纳米力学行为	262
15.1.1 薄膜制备和测试方法	263
15.1.2 纳米压入测试结果与分析	263
15.1.3 纳米划入测试结果与分析	266
15.2 不同基材对 TiN 薄膜纳米力学行为的影响	269
15.2.1 纳米压入测试结果与分析	269
15.2.2 纳米划入测试结果与分析	270
15.3 典型膜基组合对薄膜力学行为的影响	274
15.3.1 膜材不同	274
15.3.2 基材不同	275
15.3.3 工艺不同	277
参考文献	277
第 16 章 表面工程 II——涂层和激光强化	278
16.1 激光熔覆医用涂层的力学性能评定	278
16.1.1 实验准备	278
16.1.2 成分分析和显微观察	279
16.1.3 纳米压入测试及其分析	281
16.1.4 纳米划入测试及其分析	282
16.2 激光强化球墨铸铁的力学性能评定	285
16.2.1 实验准备	285
16.2.2 纳米压入测试及其分析	285
参考文献	290
第 17 章 先进材料——非晶合金	291
17.1 不同非晶合金体系的压入变形行为	291

17.1.1 试样制备及其热学性质	291
17.1.2 显微压入的塑性变形行为	292
17.1.3 宏观压入的塑性变形行为	297
17.2 钹基非晶合金组分对压入变形行为的影响	305
17.2.1 试样制备及其物理性能	305
17.2.2 力学测试及其结果讨论	307
17.3 铅基非晶合金的压入变形行为	310
17.3.1 两种典型铅基非晶合金变形行为的对比	310
17.3.2 预变形和退火对铅基非晶合金变形行为的影响	313
参考文献	315
第 18 章 生物材料——人体牙齿和木材细胞壁	318
18.1 人体牙齿的力学性能	318
18.1.1 试样制备和测试方法	318
18.1.2 牙齿力学性能的空间取向	318
18.1.3 牙釉质力学性能的梯度分布	320
18.1.4 牙齿力学行为的类金属性	322
18.2 林杉木管胞细胞壁的力学性能	323
18.2.1 试样制备和测试方法	323
18.2.2 纳米压入测试及其结果分析	324
参考文献	327
第 19 章 微机电系统——薄膜和微桥	329
19.1 不同工艺制备的二氧化硅薄膜	329
19.2 微桥的弯曲测量及其分析	332
19.2.1 铜微桥的弹性模量和残余应力	332
19.2.2 二氧化硅微桥的弯曲断裂	334
参考文献	335

第五篇 标 准 化

第 20 章 实验室间比对试验	339
20.1 组织和实施	339
20.1.1 组织策划	339
20.1.2 试验方案	340
20.2 比对试验的结果	341
20.2.1 压入深度 1200nm 的比对结果	341

20.2.2 压入深度 200nm 的比对结果	346
参考文献	351
第 21 章 标准化进展	352
21.1 标准文本	352
21.1.1 国际标准	352
21.1.2 美国标准	353
21.1.3 中国标准	353
21.1.4 标准对比	354
21.2 标准样品	356
21.2.1 压入标准样品的作用	356
21.2.2 标准样品的统一和系列化	356
21.2.3 国家标准样品的研制进展	356
参考文献	359
附录 A 术语汉英对照及其定义	360
附录 B 常用符号表	369
索引	371