

表面质量控制及检测

纳米压痕技术在材料力学测试中的应用

靳巧玲^{1,2}, 李国禄¹, 王海斗², 刘金娜^{2,3}, 张建军¹

(1. 河北工业大学 材料科学与工程学院, 天津 300130;

2. 装甲兵工程学院 装备再制造技术国防科技重点实验室, 北京 100072;

3. 哈尔滨工程大学 材料科学与化学工程学院, 哈尔滨 150001)

摘要:近年来,材料纳米级力学测试日益引起广大研究者的重视。纳米压痕仪凭借极高的载荷和位移分辨率,广泛应用于材料表面的微纳米级力学性能的测试,包括硬度、弹性模量、塑性应变、薄膜界面结合强度以及材料疲劳特性等。综述了几种纳米压痕和纳米冲击技术测试材料力学性能的方法和原理,介绍了纳米压痕技术在材料力学性能测试方面的若干先进应用实例及其测试机理,以及原子力显微镜和扫描探针显微镜在力学测试方面的原理和应用。最后,提出了纳米压痕仪存在的若干问题,并对纳米压痕技术的发展进行了展望,认为纳米压痕技术结合有限元模拟建立材料疲劳断裂模型,是纳米压痕在力学测试方面发展的必然趋势。

关键词:纳米级力学测试; 纳米压痕仪; 测试机理; 力学性能; 疲劳失效

中图分类号: TG115.5 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2015)12-0127-10

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.12.021

Application of the Nanoindentation Technique in Material Mechanics Test

JIN Qiao-ling^{1,2}, LI Guo-lu¹, WANG Hai-dou², LIU Jin-na^{2,3}, ZHANG Jian-jun¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China;

2. National Key Lab for Remanufacturing, Academy of Armored Forces Engineering, Beijing 100072, China;

3. College of Materials Science and Chemical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin 150001, China)

ABSTRACT: Nanoscale mechanical testing has attracted increasing attention of researchers in recent years. Nanoindenter is widely used in micro/nanoscale mechanical testing of material surface due to its high loading and displacement resolution, including hardness, elasticity modulus, plastic strain, combinative strength of film interface and fatigue properties of materials. In this pa-

收稿日期: 2015-07-27; 修订日期: 2015-08-21

Received: 2015-07-27; Revised: 2015-08-21

基金项目: 国家 973 计划(2011CB013405); 国家杰出青年科学基金(51125023); 北京市自然科学基金重大项目(3120001)

Fund: Supported by 973 Project (2011CB013405), the National Science Fund for Distinguished Young Scholars (51125023) and Beijing Municipal Natural Science Foundation Major Program (3120001)

作者简介: 靳巧玲(1992—),女,硕士研究生,主要从事纳米压痕测试技术研究。

Biography: JIN Qiao-ling(1992—),Female,Master graduate student, Research focus:nanoindentation testing technology.

通讯作者: 王海斗(1969—),男,博士,教授,主要从事再制造产品寿命预测及摩擦学研究。

Corresponding author: WANG Hai-dou(1969—),Male, Ph. D., Professor, Research focus: life prediction of remanufactured products and tribology.

per, the methods and principles for several kinds of material mechanical property tests using nanoindentation and Nano-impact techniques were reviewed. Then many advanced applications of nanometer indentation technology in material mechanical property testing and its test mechanism were introduced, as well as the application and principle of atomic force microscopy and scanning probe microscopy testing in mechanical testing. Finally, the author put forward several existing problems of nanoindentor, and prospected the development of nanoindentation. It was found that establishment of material fatigue fracture model by nanoindentation technique in combination with the finite element simulation is the inevitable development trend of nanoindentation in mechanical testing.

KEY WORDS: nanoscale mechanical testing; nanoindentor; testing principles; mechanical property; fatigue failure

随着材料科学的发展,多种多样的微纳米尺度材料广泛应用于工业、国防以及航空领域。微纳米尺度材料主要是指几何尺寸或基本单元在几十纳米或几十微米内的材料^[1]。基于尺寸的限制,该类材料不能由宏观块体材料的知识体系推出,并且该类材料一般在多场耦合条件下服役,这些因素导致其力学测试难度加大。材料的力学测试是一项重要的内容,包括硬度、弹性模量、塑性应变、薄膜界面结合强度以及材料疲劳特性。在传统力学测试无法满足的情况下,寻求更先进的力学测试方法成为广大学者关注的内容^[2-5]。人们发明了很多纳米级力学测试的仪器^[6-14],例如纳米压痕仪、原子力学显微镜和扫描探针声学显微镜等。其中,纳米压痕仪凭借其高分辨率、操作方便等优点广泛应用在材料的微区力学测试。

1 纳米压痕仪

20 世纪 80 年代,美国 NanoInstruments 公司最早研制纳米压入技术,纳米压痕仪实现了对试样加载的同时测量其变形,通过反馈系统控制载荷与压入深度。系统中的各类组件实现了低载荷量程高分辨力、接触刚度动态测量以及法向力和切向力的连续变化^[15]。纳米压痕仪可以测试硬度、弹性模量随压入深度的变化,实现了材料硬度、弹性模量、界面结合强度、疲劳参数等多项力学测试。纳米压痕仪测试对材料的压痕属于微纳米级,几乎可看作是无损测试;同时,纳米压痕仪因其具有高的载荷位移分辨率,满足了纳米级力学测试的需要,大大提高了实验精度。针对纳米压痕仪的特点,近些年国内外出现了大量扩展纳米压痕仪应用方面的研究。例如,对三硝基甲苯(TNT)单晶、Si 单晶^[16-17]某一晶面上的压入硬度、压入模量进行测试,比较不同工艺下生产的单晶产品性能;利用纳米压痕从纳米尺度分析碳纳米管对材料的强化效果和机理,进而得出材料宏观力学性能;采用纳米压痕法测量材料的蠕变速率敏感指数^[18-21],其

高的载荷和位移分辨率,为材料室温蠕变的性能研究提供了可能,该方法简单可行,受材料及构件形状和体积的影响较小,测量精度高。此外,纳米压痕仪对薄膜性能测试应用广泛^[22-27]。例如利用纳米压痕仪测量薄膜厚度,所得加卸载曲线中对应膜厚深度存在一个平台,即平台效应,该平台对应的深度基本与膜厚相当。纳米压痕仪定性测量薄膜结合强度,随着压入深度的增加,硬度和模量更接近于基体,若样品硬度和模量曲线变化大,则说明膜基变形协调性差,薄膜与基体结合度低。

1.1 硬度及力学性能测量

纳米压痕仪解决了传统力学测试方法达不到的纳米级尺度,能够对单晶、微机电等尺寸较小的材料进行硬度测试^[28-32]。在传统硬度试验中,压痕的面积是残余接触面积,是由压痕形状测量出来,不可避免造成测量误差和实验误差。而纳米压痕中的接触面积 A 是由面积函数 $A=f(h, c)$ 求得,其结果更加精确。例如,通过纳米压痕测量不同位置的电解质膜氧化钇稳定氧化锆(YSZ)的弹性模量和硬度,载荷-位移曲线如图 1 所示^[33](A1 到 A6 的深度逐渐增加)。

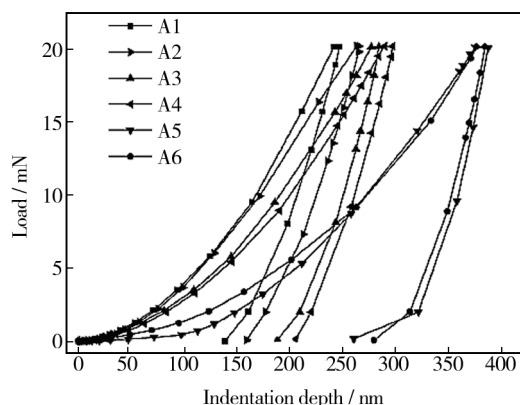


图 1 纳米压痕载荷-位移曲线^[19]

Fig. 1 Experimental indentation force-displacement curves

由图 1 可知,从 A1 到 A6 相压入相同深度所需的载荷逐渐缩小,即硬度逐渐变小,这说明基底的硬度

小于膜的硬度。膜基硬度相差越大,在使用过程中越易产生应力,加速系统的疲劳失效。该实验不仅定性判断了生产和使用过程中膜基硬度比,而且实现了对薄膜疲劳特性的研究。

1.2 塑性应变和塑性应变率的测量

纳米压痕不但可以获得较为精确的硬度和弹性模量,还可以通过硬度得到材料的塑性应变和塑性应变率^[34], Atkins and Tabor 首先从硬度估计中获得应变,其关系见式(1)^[35]:

$$H = C_F \sigma_R \quad (1)$$

式中: H 为硬度, C_F 为曲线曲率, σ_R 为压头的圆锥角。

但许多研究者表示在弹塑性材料的压痕试验中屈服应力与加载曲线有关,通过推导得出了关系式:

$$C_L = \sigma_R \Pi_1 \left(\frac{E^*}{\sigma_R} \right) \quad (2)$$

式中: C_L 为加载曲线, Π_1 为无量纲函数, E^* 为弹性材料的弹性模量, σ_R 为压头的圆锥角。

Liva Rabemananjara 在关于硬质粘塑性材料的塑性应变和塑性应变率的研究中^[34], 分别用硬度和压痕曲线来表示材料的塑性应变和塑性应变率。实验中采用圆锥压头的纳米压痕仪, 结合 ABAQUS 软件有限元模拟加密系统研究应力和应变。其中, 压头被认为是完全的硬固体, 圆锥角 $\theta = 70.3^\circ$, 压头与材料表面的接触用摩擦库伦模型 $\mu = 0.1$, 压入试验的运动学表示为 $\dot{h}/h = 5.585 \text{ s}^{-1}$ 。根据加卸载曲线和接触硬度并结合有限元模型得出硬塑性材料的塑性应变, 见式(3):

$$\varepsilon_{RP} = \exp \left[\frac{\partial}{\partial n} \left(\ln \frac{H}{K} \right) \right] = \exp \left(\frac{\partial}{\partial n} \ln H \right) \quad (3)$$

式中: ε_{RP} 为塑性应变, K 为体积模量, n 为硬化参数。在硬度与应变关系的研究中, 通过压入每一个硬化参数 n 值计算塑性应变, 如图 2 所示^[35]。

由图 2 知对低于 0.15 的 n 值, 斜率与 Chaudri 理论^[36]一致; $n = 0.28 \sim 0.38$ 时, 与 Tabor 的线性结论^[35]一致。所有 n 值得到的塑性应变在 Tabor 和 Chaudri 估计值之间变化。

由于压痕周围应变场的不均匀, 使压痕数据估算材料的内在性能变得困难。在该研究中, 由平均压力和加载曲线计算的塑性应变和塑性应变率均有差异, 并且塑性应变率由圆锥压痕引起, 并与之成正比。该工作通过纳米压痕测硬度延伸出来的塑性应变的研究, 进一步拓宽了纳米压痕仪的测试范围。但是该实验只在半圆锥角为 70.3° 条件下进行, 得出的实验数

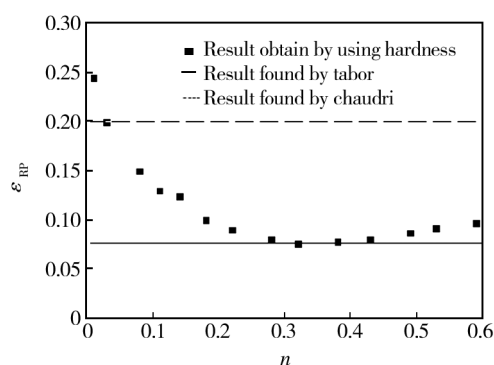


图2 硬化过程的塑性应变的变化^[21]

Fig. 2 Variation of the representative plastic strain during the hardening process

据较单一, 无法研究不同圆锥角下的塑性应变和塑性应变率, 若加入多圆锥角的研究实验并考虑摩擦因素进行试验会有更多的发现。

1.3 纳米压痕表征薄膜开裂行为

由于尺寸的限制, 传统线弹性破坏力学测试方法不容易获得薄膜的断裂行为。为此, 很多研究学者采用纳米压痕法来研究薄膜的开裂行为^[37-39]。在对硅基质碳薄膜进行纳米压痕实验时, 圆锥压头压入产生了环状裂纹, 立方压头压入则生成了放射状裂纹。在布氏压头压入玻璃基体的碳薄膜的实验中, 研究者观察到相框状和放射状裂纹。还有学者通过等离子沉积法制出聚醚醚酮基体上的非晶碳薄膜, 用来研究软基硬质薄膜布氏压头下的压痕开裂行为, 先后产生了放射状裂纹和相框状裂纹。这些研究均表明压头的形状和裂纹的形状有关, 据调查在裂纹形成机制与压头形状关系方面的研究还较少。

近些年硬膜软基材料应用较为广泛, 硬质薄膜可以提高软质基体的抗磨性、抗冲击性等。但是硬质薄膜易断裂失效, 所以研究硬膜软基的断裂力学行为显得尤为重要。在布氏压头压入聚醚醚酮基体的非晶碳薄膜实验中, 采用了 ABAQUS 软件进行三维有限元模拟分析压痕过程中应力的演变。分别在膜基弹性模量比为 2.33, 13.95 和 41.86 的样品上进行载荷为 8.5 mN 和 20.5 mN 的压痕实验, 获得载荷深度曲线, 并用蔡司超加速场发射扫描电子显微镜观察裂纹形状。发现随着载荷的加大, 先后产生了放射裂纹和相框状裂纹, 如图 3 所示^[38]。

如图 3a 所示, 在载荷为 8.5 mN 时的布氏压痕试验的载荷深度曲线中, 发现曲线有突跃现象, 这与放射

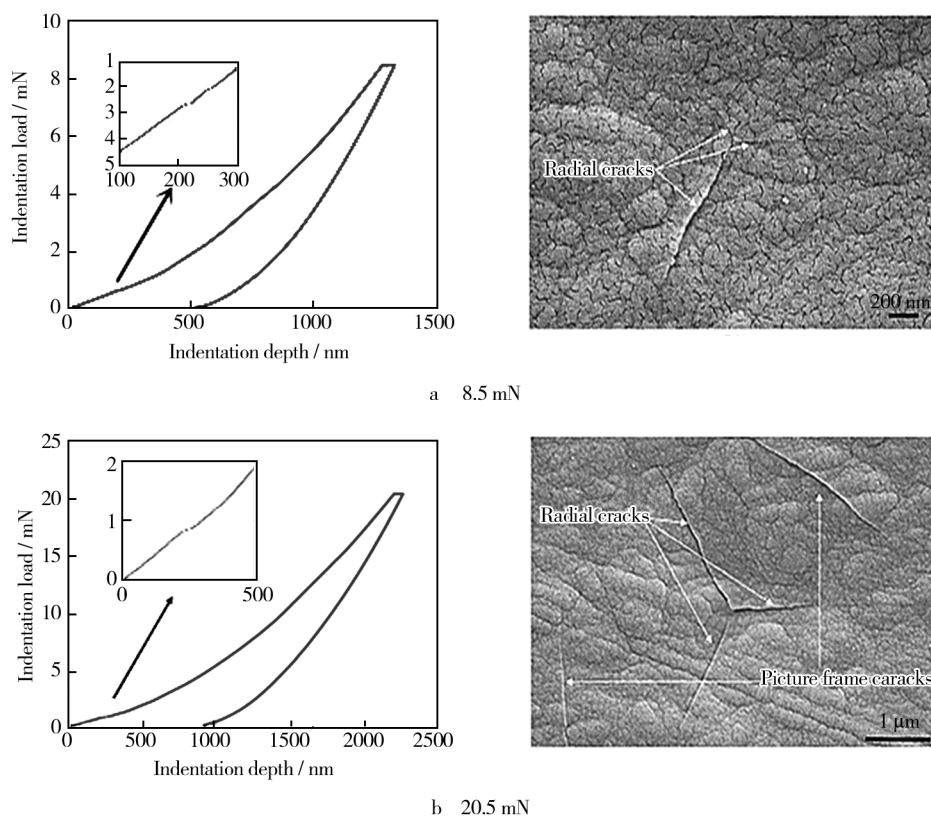
图3 裂纹的形成^[38]

Fig. 3 Formation of the cracks

状裂纹的萌生有关。随着载荷的增大,相框状裂纹出现,并且裂纹之间不交叉。然而在载荷为 20.5 mN 并形成相框状裂纹的载荷深度曲线中没有观察到突跃现象,而且裂纹比图 3b 中长很多。

该实验实现了对 PEEK 基非晶碳薄膜的裂纹生成、扩展及分布的研究。与传统的测试相比,实现了小尺度材料的断裂测试,操作便捷。更为重要的是,它可以实现接触刚度的动态测量,并结合扫描显微镜观察随着压入深度的增大裂纹的变化情况。据研究,在裂纹生成机制与压入载荷、压头形状关系的工作较少,所以在纳米压痕研究薄膜断裂失效的工作还有待深入研究。

1.4 残余应力的测量

表面工程中,薄膜和涂层材料的断裂失效源于高应力集中部位。薄膜和基体的热膨胀系数,硬度和弹性模量的比值越大,越容易产生残余应力和高应力集中区,加速薄膜与基体的剥离、断裂,为此,需要对残余应力进行研究^[40-41]。用纳米压痕和划痕试验研究残余应力作用下 SiN 的力学性能和薄膜的界面粘结能^[42]。实验中减少残余压应力并增加拉应力,界面

结合能从 1.8 J/m² 下降到 1.5 J/m²,发现残余压应力可以钝化裂纹,抑制裂纹的扩展,而拉应力则会促进裂纹的扩展。

赵翔^[33]等用纳米冲击方法研究了半电池结构 NiO-YSZ/YSZ 不同位置的载荷位移曲线和残余应力。膜基体系由制备温度冷却到室温时,考虑残余应力简单薄膜结构的屈服强度模型,热膨胀系数不同和变形程度不同而产生的应力为:

$$\sigma_r = \frac{E(\alpha_2 - \alpha_1)\Delta T}{1 - \nu} \quad (4)$$

式中: σ_r 为应力, E 为薄膜的弹性模量, α_1 和 α_2 分别为薄膜和基体的热膨胀系数, ΔT 为室温和制备温度之差。

残余压痕形貌的对比试验中,分别在无残余应力与有残余应力两种情况下得到压痕形貌,如图 4 所示^[33]。

由图 4 可以看出,有残余应力的压痕最大深度达到了 213.7 nm,而无残余应力的压痕最大深度仅为 161.7 nm;每一次卸载后,有残余应力的压痕体积均较大。由此可知,纳米冲击的压痕形貌与膜基系统的残余应力有关。

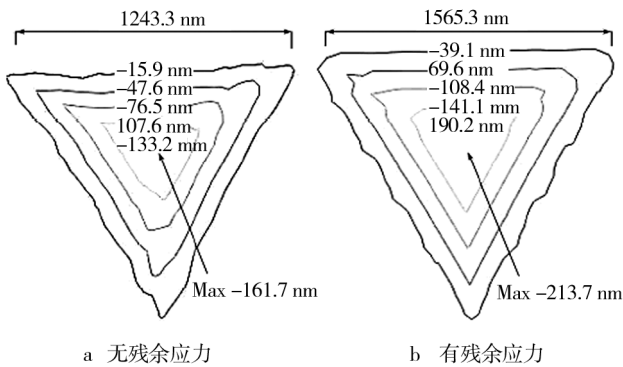
图4 残余应力对残余压痕形貌的影响^[33]

Fig. 4 Effect of residual stress on residual indentation morphology: a) Without residual stress; b) With residual stress

纳米级动态载荷测试技术,为残余应力的研究提供了新手段^[43-44]。纳米压痕法可以准确地获得复杂成分材料的应力常数,压痕试验中的压入载荷、压入深度和压痕体积等压痕参数可以判断薄膜和基体有无残余应力的存在。

1.5 材料疲劳

疲劳失效是工程构件最主要的失效模式^[45]。薄膜和涂层材料由于其服役条件的特殊性,往往会承受不同形式的疲劳载荷,例如等幅循环载荷,变幅循环载荷以及随机载荷^[46]。研究表明,材料在重复低载荷的状态下长期服役,容易产生疲劳断裂,这是损伤逐渐累积的结果。在损伤累积的过程中,载荷幅度与载荷的循环次数共同作用使应力集中处的裂纹萌生、扩展并最终导致失效。而且,由于尺寸的限制,薄膜的疲劳断裂行为不易通过线弹性破坏力学测试方法得到。因此,为了实现对薄膜和涂层材料疲劳寿命的预测,必须寻求新的方法对疲劳机制进行探究。Beake 开创了纳米冲击模拟疲劳载荷的方法,随后大量学者做了相关的工作^[47-53]。

在纳米冲击法表征 316L 不锈钢溶胶凝胶涂层疲劳行为的实验中,纳米冲击测疲劳的原理如图 5 所示^[47]。通过在不同加速荷载下进行冲击试验,用深度表示载荷大小和冲击次数,得到一个等高线图,如图 6 所示^[47],由图 6 可知材料的冲击疲劳性能可以克服很宽范围的冲击载荷。结果表明,纳米冲击试验能够较好地表征涂层表面的疲劳特性,并在一定程度上证实了冲击次数和冲击载荷与疲劳失效的定性关系,但是在定量分析上还有待进一步的研究。

Beake 用过滤阴极真空电极沉积法制备四面体非

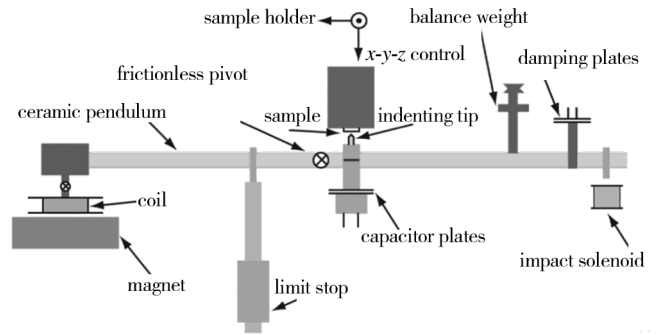
图5 纳米冲击试验原理^[47]

Fig. 5 Schematic of micro materials nanotest pendulum with impact solenoid after Muir wood

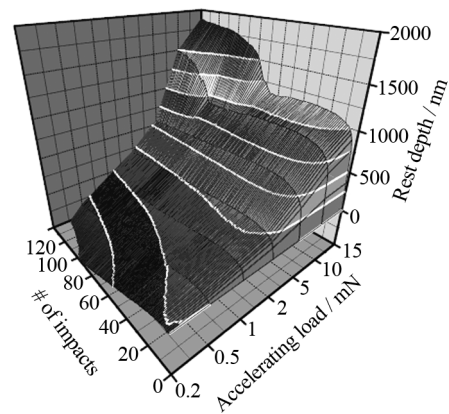
图6 深度-载荷-冲击次数的等高线分布^[47]

Fig. 6 Average multiple impact rest depths as a function of load and impact number

晶碳薄膜,在 5 ~ 80 nm 之间的不同厚度的薄膜上进行纳米冲击试验,发现随着膜厚的增加,抗冲击断裂能力降低。并提出薄膜的失效机制:1) 初级阶段,塑性应变引起的裂纹在表层的成核;2) 冲击深度几乎不变时的进一步形核和表层裂纹的扩展;3) 裂纹的合并、长大和薄膜的断裂;4) 重复荷载下,薄膜失效。在纳米压痕设备对 M42 工具钢涂层进行分层疲劳性能和涂层失效的实验中^[54],采用磁控溅射法分别制备了厚度为 6 μm 的非晶碳薄膜(a-C), 2.5 μm 的氢化的类金刚石薄膜(a-C:H)和 2.8 μm 的 CrAlTiN 镀层。实验中采用金刚石角锥压头在距表面 15 μm 处加速产生不同载荷 1, 5, 15 mN。相应的冲击能量分别为 15, 75, 225 nJ。间歇性载荷为每 4 秒一次,总时长 1800 秒,每个样品上不同位置重复十次实验。

裂纹随着纳米冲击实验的变化情况如图 7 所示^[50],以冲击裂纹数量来表示断裂概率,并用 $P(f) =$

$n/(N+1)$ 表示裂纹概率。其中, N 为样本总数; n 表示产生第 n 个裂纹。由图可知随着冲击数量的增加, 裂纹概率呈非线性上升, 随着冲击载荷的增加, 裂纹概率加速上升。特别是随着冲击力度达到 15 mN 时, 首次冲击下 a-C:H 和 CrAlTiN 涂层就产生了约 3.6% 的裂纹。CrAlTiN 涂层受冲击载荷大小的影响更明显, 随着冲击载荷的增大, CrAlTiN 涂层由不易产生裂纹到初次冲击就产生裂纹。而 a-C 涂层受冲击力影响不大, 均在冲击次数大于 100 时开始产生裂纹, 一旦产生裂纹, a-C 薄膜涂层的裂纹便增加很快。根据 Ben D. Beake 的实验可以优化涂层设计并对应服役条件选择合适的涂层。

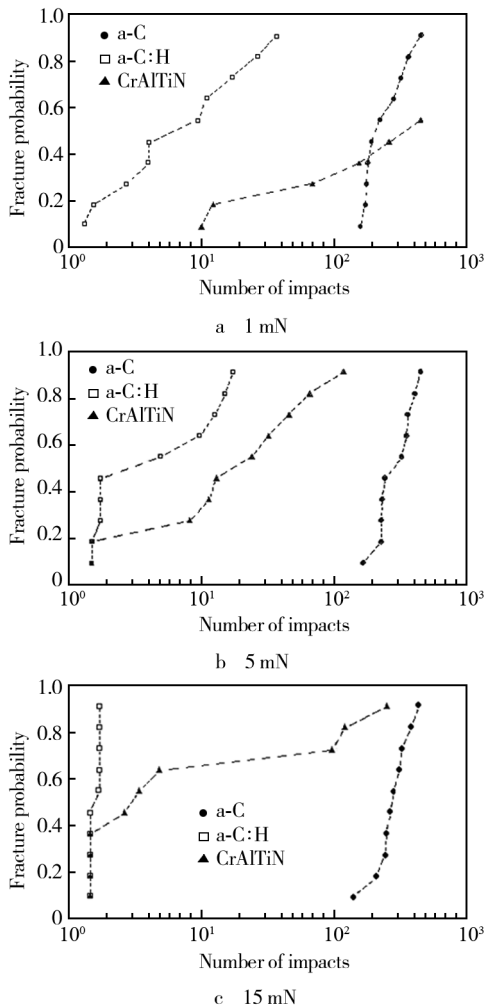


图 7 由每个样品的冲击数量来估计断裂特性^[50]

Fig. 7 Estimated fracture probabilities vs. number of impacts for each sample

纳米冲击试验模拟了重复载荷下涂层疲劳失效, 该方法简单易行, 能定性给出 a-C, a-C:H 和 CrAlTiN 涂层的冲击力度、冲击次数和材料疲劳断裂的定性关

系。但是该方法没有系统给出三者的定量关系, 也没有给出材料断裂的力学模型, 所以纳米冲击试验测疲劳还有待更多学者的探究。

2 其他纳米级力学测试仪器

除纳米压痕仪外, 纳米级力学测试仪器还有原子力显微镜 (AFM) 和扫描探针显微镜 (SPM)。原子力显微镜作为微纳米尺度的材料力学测试的一种仪器^[55], 具有高的横向和纵向分辨率, 当探针弹性变形时, 所加载荷可以变化。原子力显微镜是使用一个一端装有尖针的微悬臂, 通过扫描中微悬臂的形变得出样品与针尖相互作用力, 根据反馈系统使样品与针尖间作用力恒定, 通过监测器电压控制扫描位置^[56]。利用原子力显微镜可以测得悬臂梁的弹性系数, 测量原理如图 8a 所示^[55]。先将弹性系数待测的悬臂梁压入硬基底获得其总形变量 δ_{tot} , 然后将待测悬臂梁与参考悬臂梁 (弹性系数已知) 相互接触获得在参考悬臂梁上的形变量 δ_{test} , 如图 8b 所示^[55]。

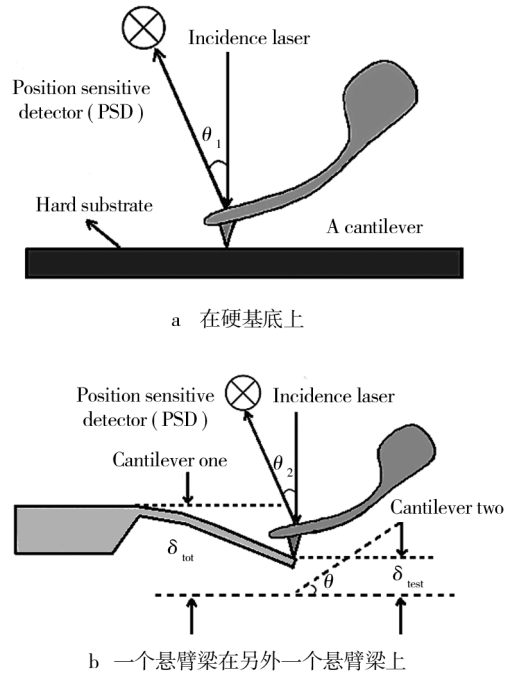


图 8 已知参考悬臂梁测试未知悬臂梁的弹性系数的方法^[55]

Fig. 8 A schematic illustration of measurement method through force vs. distance measurement of a test cantilever

获得待测悬臂梁的弹性系数见式 (5)^[57-58]:

$$k = k_{ref} \frac{\delta_{tot} - \delta_{test}}{\delta_{test} \cos \theta} \quad (5)$$

式中: δ_{tot} 为硬基底总形变量, δ_{test} 为参考悬臂梁上

的形变量, θ 为两个悬臂梁之间的夹角, k_{ref} 为参考悬臂梁的弹性系数。

该技术应用于航空航天材料、纳米级薄膜以及光学薄膜表面粗糙度的检测。而且原子力学显微镜对样品导电性不作要求, 生物材料和有机材料等绝缘体同样可以得到高分辨率的表面形貌图。但是原子力学显微镜对表面粗糙度高的材料不适用, 并且现在技术还无法做到利用原子力学显微镜直接对材料进行有效的表征和综合分析, 现阶段只是利用原子显微镜某些功能进行测试。在今后的研究上可以侧重测试设备和分析软件方面, 以完善原子力学显微镜的功能。

基于原子力学显微镜微悬臂梁震动发展起来的扫描探针显微术也是一种纳米力学表征方法^[59]。它可以实现对材料表面微区弹性性能表征, 定性分析材料由于弹性模量不同而形成的微结构, 并进行非破坏性的高分辨率成像, 但是成像速度较慢。例如, 利用扫描探针显微术可以获得铁电单晶的铁电畴结构高分辨率的畴结构像。由此可见, 在材料力学性能, 尤其是弹性力学测试方面扫描探针显微术具有很大的应用潜力。

3 问题及展望

纳米压痕技术仍然是应用较广泛、测试内容较丰富的力学测试方法。纳米压痕硬度计凭借其高分辨率、连续载荷和位移的测量, 以及操作简单等优点, 能够有效地测量硬度、弹性模量、塑性应变, 薄膜界面结合强度以及材料疲劳等性能, 技术和理论都相对成熟。

纳米压痕技术的发展过程中也发现很多问题。首先, 纳米压痕仪在静电驱动模式下, 能够精确地给出力和位移, 有较大的载荷范围, 但在低载荷下精度较低。其次, O&P 法对于压痕凹陷严重的薄膜会使计算的接触面积偏大, 导致硬度模量值偏小; 对于压痕突起较严重的的薄膜会使计算的接触面积值比真实值偏小, 导致硬度模量值偏大。此外, 采用尖型压头的纳米压痕仪无法准确压在微纳颗粒顶部, 产生“滑针”或“偏针”, 使实验成功几率降低。在纳米压痕仪测量断裂韧度方面, 维氏压针锥角较大, 产生的应力小, 不易产生裂纹。对于上述问题, 应适当增长压入时间, 使压痕形状更接近于压头尺寸, 使压痕塑性变形占较大比重, 以得到更为精准的接触面积。为实现压头对样品表面的精确对准, 可以较多采用圆形压头

或者平面压头, 减少尖端对尖端而产生的滑针现象。断裂韧度的测量上, 由于立方角压针的等效锥角较小, 产生的应力较大, 更易产生裂纹, 可多采用立方角压针。

除了纳米压痕仪本身存在的不足外, 在测量疲劳断裂性能方面, 还未建立较为成熟的有限元模型。今后纳米压痕结合有限元模拟建立材料疲劳断裂的模型, 做到科学、精确测试是纳米压痕在力学测试方面发展的必然趋势。

参考文献

- [1] SHAN Zhi-wei. In Situ TEM Investigation of the Mechanical Behavior of Micronanoscaled Metal Pillars [J]. Journal of Metals, 2012, 64(10): 1229—1234.
- [2] 刘金娜, 徐滨士, 王海斗, 等. 薄膜疲劳失效预测方法与损伤机制的研究进展[J]. 机械工程学报, 2014, 50(9): 77—85.
LIU Jin-na, XU Bin-shi, WANG Hai-dou, et al. Research Progress of Fatigue Failure Prediction Methods and Damage Mechanism [J]. Journal of Mechanical Engineering, 2014, 50(9): 77—85.
- [3] 龙东平, 薛建荣, 晏智鑫. 纳米压痕和划痕法测定 TiO₂ 纳米薄膜的力学性能[J]. 表面技术, 2015, 44(6): 115—119.
LONG Dong-ping, XUE Jian-rong, YAN Zhi-xin. Nanoindentation and Nanoscratch Measurements to Determine the Mechanical Properties of TiO₂ Nano Films [J]. Surface Technology, 2015, 44(6): 115—119.
- [4] SKORDARIS G, BOUZAKIS K D, CHARALAMPOUS P. A Dynamic FEM Simulation of the Nano-impact Test on Mono or Multi-layered PVD Coatings Considering Their Graded Strength Properties Determined by Experimental-analytical Procedures [J]. Surface & Coatings Technology, 2015, 265: 53—61.
- [5] KONG De-jun, FU Gui-zhong. Microstructure and Properties of Ni-P Coatings Prepared by Chemical Plating on Surface of 5052 Aluminium Alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2012, 22(5): 1360—1364.
- [6] YAZDI S S, ASHARAFIZADEH F, HAKIMIZAD A. Improving the Grain Structure and Adhesion of Ni-P Coating to 3004 Aluminum Substrate by Nanostructured Anodic Film Anterlayer [J]. Surface & Coatings Technology, 2013, 232: 561—566.
- [7] SHEN Y F, XUE W Y, LIU Z Y. Nanoscratching Deformation and Fracture Toughness of Electroless Ni-P Coatings

- [J]. Surface & Coatings Technology, 2010, 205: 632—640.
- [8] WU Jun-yi, LI Zhong-sheng, WU Hu-lin, et al. Investigation on Electroless Ni-P-SiC Composite Plating on Micro-arc Oxidation Film of Aluminium Alloy [J]. Surface & Coatings Technology, 2013, 42(4): 52—55.
- [9] 王春亮. 纳米压痕试验方法研究[D]. 上海: 上海材料研究所, 2007.
- WANG Chun-liang. Study on Nano Indentation Test Method [D]. Shanghai: Materials Research Institute of Shanghai, 2007.
- [10] WU Hong-yan, LI Yin, TANG Xiao, et al. Nano-mechanical Characterization of Plasma Surface Tungstenized layer by Depth-sensing Nano-indentation Measurement [J]. Applied Surface Science, 2015, 324: 160—167.
- [11] SPEARING S M, XAVIER HERNOT, GÉRARD MAUVOISIN. Materials Issues in MEMS [J]. Acta Materialia, 2000, 47(1): 179—196.
- [12] FISCHER-CRIPPS A C. Critical Review of Analysis and Interpretation of Nanoindentation Test Data [J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 200: 4153—4165.
- [13] HOU Li-zhen, WANG Shi-liang, CHEN Guo-Liang, et al. Mechanical Properties of Tungsten Nanowhiskers Characterized by Nanoindentation [J]. Trans Nonferrous, 2013, 23: 2323—2328.
- [14] CHEN Jian, BEAKE B D, WELLMAN R G, et al. An Investigation into the Correlation between Nano-impact Resistance and Erosion Performance of EB-PVD Thermal Barrier Coatings on Thermal Ageing [J]. Surface & Coatings Technology, 2012, 206: 4992—4998.
- [15] 张泰华. 微纳米力学测试技术及应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 2004.
- ZHANG Tai-hua. The Nano Test Technology and Application [M]. Beijing: China Machine Press, 2004.
- [16] 温茂萍, 徐容, 张浩斌, 等. 纳米压痕仪测试 TNT 单晶 (110) 晶面的模量与硬度 [J]. 含能材料, 2014, 22(3): 430—432.
- WEN Mao-ping, XU Rong, ZHANG Hao-bin, et al. Modulus and Hardness of TNT Single Crystal (100) Plane by a Nanoindenter [J]. Chinese Journal of Energetic Materials, 2014, 22(3): 430—432.
- [17] GUO Xiao-guang, ZHAI Chang-heng, LIU Zi-yuan, et al. Effect of Stacking Fault in Silicon Induced by Nanoindentation with MD Simulation [J]. Materials Science in Semiconductor Processing, 2015, 30: 112—117.
- [18] 任明星, 李邦盛, 杨闯, 等. 纳米压痕法测定微铸件室温蠕变速率敏感指数 [J]. 金属学报, 2008, 44(3): 272—276.
- REN Ming-xing, LI Bang-sheng, YANG Chuang, et al. Measurement of Creep Rate Sensitivity of Microcasting at Room Temperature by Using Nanoindentation [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2008, 44(3): 272—276.
- [19] KAUR N, KAUR D. Room Temperature Nanoindentation Creep of Nanograined NiTiW Shape Memory Alloy Thin Films [J]. Surface & Coating Technology, 2014, 260: 260—265.
- [20] 陈吉, 汪伟, 卢磊, 等. 纳米压痕法测量 Cu 的室温蠕变速率敏感指数 [J]. 金属学报, 2001, 37(11): 1179—1183.
- CHEN Ji, WANG Wei, LU Lei, et al. Measurement of Creep Rate Sensitivity of Copper at Room Temperature by Using Nanoindentation [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37(11): 1179—1183.
- [21] FISCHER-CRIPPS A C. A Simple Phenomenological Approach to Nanoindentation Creep [J]. Materials Science and Engineering, 2004, 385: 74—82.
- [22] 张海霞, 张泰华, 郇勇. 纳米压痕和划痕法测定氧化硅薄膜材料的力学特性 [J]. 微纳电子技术, 2003, 7(8): 245—248.
- ZHANG Hai-xia, ZHANG Tai-hua, HUAN Yong. Nanoindentation and Nanoscratch Measurements on the Mechanical Properties of SiO₂ Film [J]. Micro Nanoelectronic Technology, 2003, 7(8): 245—248.
- [23] NAYAR P, KHANNA A, KABIRAJ D, et al. Structural Optical and Mechanical Properties of Amorphous and Crystalline Alumina Thin Films [J]. Thin Solid Films, 2014, 568: 19—24.
- [24] KHANNA A, DEEPAK G B, HARRIS A, et al. Structure-property Correlations in Aluminum Oxide Thin Films Grown by Reactive AC Magnetron Sputtering [J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 201: 1109—1116.
- [25] BEAKE B D. The Role of Innovative Nanomechanical Test Techniques in Designing More Durable, Adaptive and Multifunctional Coatings [J]. Science Direct, 2014, 22: 268—270.
- [26] KAUR N, KAUR D. Room Temperature Nanoindentation Creep of Nanograined NiTiW Shape Memory Alloy Thin Films [J]. Surface & Coatings Technology, 2014, 260: 260—265.
- [27] 卢文壮, 左敦稳, 任卫涛, 等. 金刚石涂层的纳米压痕力学性能研究 [J]. 人工晶体学报, 2009, 38(1): 159—164.
- LU Wen-zhuang, ZUO Dun-wen, REN Wei-tao, et al. Mechanical Properties of Diamond Coatings on YG6 Cutting Tools Characterized by Nano-indentation Method [J]. Journal of Synthetic Crystals, 2009, 38(1): 159—164.
- [28] 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应 [J]. 力学进展, 2002, 32(3): 349—364.
- ZHANG Tai-hua, YANG Ye-min. Developments and Appli-

- cations of Nano-hardness Techniques[J]. *Advances in Mechanics*, 2002, 32(3): 349—364.
- [29] CHEN Jian, GU Xin-li, TANG Quan, et al. Nanomechanical Properties of Graphene on poly (ethylene terephthalate) Substrate[J]. *Science Direct*, 2013, 55: 144—150.
- [30] 黎业生, 李洪, 马永红, 等. 用纳米压痕仪测量 Cu₅₀Zr₄₃Ti₇ 非晶合金的硬度和弹性模量[J]. *稀有金属材料与工程*, 2009, 38(1): 147—150.
- LI Ye-sheng, LI Hong, MA Yong-hong, et al. Measurements of Hardness and Elastic Modulus by Nanoindenter for Cu₅₀Zr₄₃Ti₇ Amorphous Alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2009, 38(1): 147—150.
- [31] CHOI I S, DAO M, SURESH S. Mechanics of Indentation of Plastically Graded Materials-I: Analysis[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2008, 56: 157—171.
- [32] 谭孟曦. 利用纳米压痕加载曲线计算硬度-压入深度关系及弹性模量[J]. *金属学报*, 2005, 41(10): 1020—1024.
- TAN Meng-xi. Relations and Elastic Modulus Using Nanoindentation Loading Curves[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2005, 41(10): 1020—1024.
- [33] 赵翔, 王峰会, 王霞, 等. 残余应力对固体氧化物燃料电池弹塑性性能的影响[J]. *无机材料学报*, 2011, 26(4): 393—397.
- ZHAO Xiang, WANG Feng-hui, WANG Xia, et al. Effect of Residual Stresses on Elastoplastic Properties of SOFC by Nanoindentation Approach[J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2011, 26(4): 393—397.
- [34] RABEMANANJARA L, HERNOT X, GÉRERD M, et al. Formulation of a Representative Plastic Strain and Representative Plastic Strain Rate by Using a Conical Indentation on a Rigid Visco-plastic Material[J]. *Materials and Design*, 2015, 68: 207—214.
- [35] ATKINS A G, TABOR D. Plastic Indentation in Metals With Cones[J]. *Solids*, 1965, 13(3): 149—164.
- [36] CHAUDHRI M M. Subsurface Strain Distribution around Vickers Hardness Indentations in Annealed Polycrystalline Copper[J]. *Acta Mater*, 1998, 46(9): 3047—3056.
- [37] 王昕捷, 吴艳青, 黄风雷. 含能单晶微纳米力学性能试验研究及数值表征[J]. *力学学报*, 2015, 47(1): 95—104.
- WANG Xin-jie, WU Yan-qing, HUANG Feng-lei. Nanoindentation Experiments and Simulations Studies on Mechanical Responses of Energetic Crystals[J]. *Chinese Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, 2015, 47(1): 95—104.
- [38] FU Kun-kun, CHANG Li, ZHENG Bai-lin, et al. Analysis on Cracking in Hard Thin Films on a Soft Substrate under Berkovich Indentation[J]. *Vacuum*, 2015, 112: 29—32.
- [39] BEAKE B D, JAMES F S. Micro-impact Testing: a New Technique for Investigating Fracture Toughness[J]. *Thin Solid Films*, 2001, 398/399: 438—443.
- [40] LEE Y H, KWON D. Estimation of Biaxial Surface Stress by Instrumented Indentation With Sharp Indenters[J]. *Acta Materialia*, 2004, 52: 1555—1563.
- [41] XU Zhi-hui, LI Xiao-dong. Influence of Equi-biaxial Residual Stress on Unloading Behaviour of Nanoindentation[J]. *Acta Materialia*, 2005, 53: 1913—1919.
- [42] HUANG Yi-chung, CHANG Shou-yi, CHANG Chih-hsiang. Effect of Residual Stresses on Mechanical Properties and Interface Adhesion Strength of SiN Thin Films[J]. *Thin Solid Films*, 2009, 517(17): 4857—4861.
- [43] 朱丽娜. 基于纳米压痕技术的涂层残余应力研究[D]. 北京: 中国地质大学, 2013.
- ZHU Li-na. Research on Residual Stresses of Coatings by Nanoindentation Technology[D]. Beijing: China University of Geosciences, 2013.
- [44] 李果, 巩建鸣, 陈虎. 基于有限元法和纳米压痕技术的 SS304 /BNi-2 /SS304 钎焊接头残余应力分析[J]. *焊接学报*, 2010, 31(7): 79—86.
- LI Guo, GONG Jian-ming, CHEN Hu. Finite Element Analysis and Nanoindentation-based Experiment of Residual Stress of SS304 /BNi-2 /SS304 Stainless Steel Brazed Joints[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2010, 31(7): 79—86.
- [45] ZHANG G, WANG Z. Progress in Fatigue of Small Dimensional Materials[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2005, 41(1): 1—8.
- [46] 陈传尧. 疲劳与断裂[M]. 武汉: 华中科技大学出版社, 2005.
- CHEN Chuan-yao. Fatigue and Fracture[M]. Wuhan: Huazhong University of Science & Technology Press, 2005.
- [47] WHEELER J M, GUNNER A G. Analysis of Failure Modes under Nano-impact Fatigue of Coatings Via High-speed Sampling[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2013, 232: 264—268.
- [48] SKORDARIS G, BOUZAKIS K D, Charalampous P. A Dynamic FEM Simulation of the Nano-impact Test on Mono or Multi-layered PVD Coatings Considering Their Graded Strength Properties Determined by Experimental-analytical Procedures[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2015, 265: 53—61.
- [49] BEAKE B D, LAU S P, SMITH J F. Evaluating the Fracture Properties and Fatigue Wear of Tetrahedral Amorphous Carbon Films on Silicon By Nano-impact Testing[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2004, 117: 611—615.
- [50] BEAKE B D, SMITH J F. Nano-impact Testing an Effective

- Tool for Assessing the Resistance of Advanced Wear-resistant Coatings to Fatigue Failure and Delamination[J]. Surface and Coatings Technology, 2004, 188: 594—598.
- [51] 王习术. 材料力学行为试验与分析[J]. 北京:清华大学出版社, 2010.
- WANG Xi-shu. Test and Analysis on Mechanical Behavior of Materials[J]. Beijing: Tsinghua University Press, 2010.
- [52] FAISAL N H, AHMED R, GOEL S, et al. Influence of Test Methodology and Probe Geometry on Nanoscale Fatigue Failure of Diamond-like Carbon Film[J]. Surface & Coatings Technology, 2014, 242: 42—53.
- [53] LIU Jin-na, XU Bin-shi, WANG Hai-dou, et al. Measurement for Mechanical Behavior and Fatigue Property of Cu Films by Nanoscale Dynamic Load Method[J]. Materials and Design, 2015, 65: 1136—1142.
- [54] BEAKE B D, GOODES S R, SMITH J F, et al. Investigating the Fracture Resistance and Adhesion of DLC Films with Micro-impact Testing[J]. Diamond and Related Materials, 2002, 11: 1606—1609.
- [55] 鲍海飞, 李昕欣, 张波, 等. 基于原子力显微镜的微纳结构力学测试系统[J]. 机械强度, 2007, 29(2): 223—227.
- BAO Hai-fei, LI Xi-xin, ZHANG Bo, et al. Mechanical Measurement System for Micro-nano[J]. Journal of Mechanical Strength, 2007, 29(2): 223—227.
- [56] 张连翰, 孙敦陆, 钱小波, 等. 高温超导薄膜衬底材料 LaAlO_3 单晶的超光滑表面抛光研究[J]. 人工晶体学报, 2002, 31(2): 121—123.
- ZHANG Lian-han, SUN Dun-lu, QIAN Xiao-bo, et al. Study on the Super-smooth Surface Polishing of the High Temperature Superconductor Film Substrate LaAlO_3 Single Crystal[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2002, 31(2): 121—123.
- [57] GIBSON C T, WATSON G S, MYJRA S. Determination of the Spring Constants of Probes for Force Microscopy Spectroscopy[J]. Nanotechnology, 1996, 7: 259—262.
- [58] MARCO T, MICHAEL K. Characterization of Application-specific Probes for SPMs[J]. Society of Photo-optical Instrumentation Engineers, 1997, 3009: 53—60.
- [59] 刘黎明, 曾华荣, 李国荣, 等. PMN-PT 单晶铁电畴的扫描探针显微术[J]. 人工晶体学报, 2010, 39: 85—89.
- LIU Li-ming, ZENG Hua-rong, LI Guo-rong, et al. Scanning Probe Microscopy of Ferroelectric Domains in PMN-PT Single Crystal[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2010, 39: 85—89.

~~~~~

(上接第 109 页)

- LIU Guang-ming, WANG Hai-yun, HUANG Mi, et al. The Cyclic Oxidation Behavior of Supersonic Arc Sprayed 45CT Coating on T91 Steel in 90% Ar + 10%  $\text{H}_2\text{O}$  [J]. Surface Technology, 2011, 40(3): 1—4.
- [15] PRZYBYLSKI K, YUREK G. The Influence of Implanted Yttrium on the Mechanisms of Growth of Chromia Scales; Proceedings of the Materials Science Forum [C]//Trans Technology Form, 1991.
- [16] MA J, HE Y, WANG D, et al. The Effects of Pre-oxidation and Thin  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Coating on the Selective Oxidation of Cr18-Ni9-Ti Steel [J]. Materials Letters, 2004, 58(5): 807—812.
- [17] BARLAK M, PIEKOSZEWSKI J, WERNER Z, et al. High-temperature Oxidation Resistance in Yttrium Implanted Stainless Steel[J]. Nukleonika, 2012, 57(4): 473—476.
- [18] SASAKI N, OUCHI H, AMANO T, et al. High-temperature Oxidation Resistance of FeCrAl Alloys with Small Amounts of Yttrium in Oxygen-water Vapor (47%) [J]. Journal of Advanced Science, 2012, 24: 8—10.
- [19] PÉREZ F J, CRISTÓBAL M J, HIERRO M P, et al. Corrosion Protection of Low-nickel Austenitic Stainless Steel by Yttrium and Erbium-ion Implantation Against Isothermal Oxidation[J]. Oxidation of Metals, 2000, 54(1/2): 87—101.
- [20] LIU H, LYON S B, STACK M M. The Partial Ionic and Electronic Conductivity of Y-Containing and Y-free Chromia Scales[J]. Oxidation of Metals, 2001, 56(1/2): 147—161(15). s
- [21] RAMANATHAN L V, PILLIS M F, FERNANDES S M C. Role of Rare Earth Oxide Coatings on Oxidation Resistance of Chromia-forming Alloys [J]. Journal of Materials Science, 2008, 43(2): 530—535.
- [22] JEDLIŃSKI J, GROSSEAU-POUSSARD J L, KOWALSKI K, et al. Development of Oxide Scale at 1100 °C on Fe20Cr5Al Alloy Non-Implanted and Yttrium-implanted [J]. Oxidation of Metals, 2013, 79(1/2): 41—51.