

# 纳米压痕技术理论基础

黎明 温诗铸

(清华大学精密仪器系摩擦学国家重点实验室 北京 100084)

摘要: 针对纳米压痕技术的应用现状和存在的问题, 分析了现有理论研究方法以及它们的不足之处。在纳米压痕试验的基础上, 提出了微硬度的新定义并根据量纲分析方法给出了微硬度的表达式。结果表明纳米尺度上的微硬度可以表达为一个与压入深度无关的常量和一个随压入深度减小而增大的分量, 这为深入研究纳米压痕技术及纳米硬度的尺寸效应提供了简单易行的新方法。

关键词: 纳米压痕技术 应变梯度 微硬度 弹性模量 接触力学

中图分类号: TH117

硬度  $H$  和弹性模量  $E$  可分别由下式求出

$$H = \frac{F_{\max}}{A} \tag{1}$$

$$E_r = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \tag{2}$$

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \tag{3}$$

式中  $F_{\max}$ ——最大压入载荷  
 $A$ ——压痕的投影面积  
 $S$ ——卸载曲线上端部的斜率  
 $E_r$ ——当量弹性模量  
 $E$ ——被测材料的弹性模量

## 0 前言

纳米压痕技术目前广泛应用于微机电系统中微构件、薄膜涂层、特殊功能材料和生物组织等的力学性能研究。但目前的研究多集中在新材料和薄膜/基体组合系统的试验研究方面, 即通过试验结果的分析来确定材料的力学性能及其应用范围。随着研究的深入, 人们迫切需要知道材料的微观组织结构与它们宏观力学性能之间的联系, 并希望以此来指导新材料的设计。例如, 载荷-压入曲线好比材料的“指纹”(Fingerprint), 从它可以获取材料的内在信息, 如通过对压头载荷随压入深度变化规律的研究, 可以了解材料的微观组织抵抗外力变形的能力。因此, 研究人员一直都在试图将材料的宏观力学性能与材料的内在微观特征参数结合起来, 架起宏观与微观之间的桥梁。这也是当前材料科学研究的前沿和研究热点之一。

## 1 纳米压痕技术的理论方法

材料的微观力学性能(主要是弹性模量和硬度)的理论研究主要有以下几种方法。

### 1.1 经典力学方法(Oliver 和 Pharr 方法)

该方法由 Oliver 和 Pharr<sup>[1]</sup>发表于 1992 年, 是目前使用最广的方法, 也是当前市场上主要的商业化纳米硬度计中所设置的计算方法, 如美国 NANO 仪器公司、Hysitron 仪器公司以及瑞士 CSEM 仪器公司生产的纳米硬度计均采用该方法。

如图 1 和图 2 所示, 按照经典的弹塑性变形理论<sup>[2]</sup>中关于硬度和弹性模量的定义, 被测试材料的

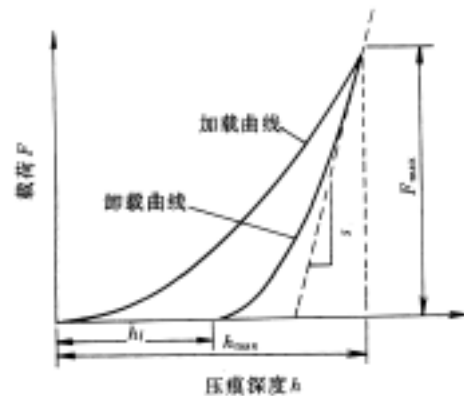


图 1 纳米压痕试验中载荷与压深的关系

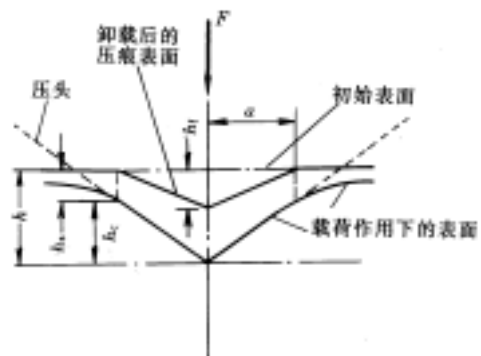


图 2 材料表面受压前后的压痕示意图

- $\nu$ ——被测材料的泊松比
- $E_i$ ——压头材料的弹性模量
- $\nu_i$ ——压头材料的泊松比

由于该方法物理概念明确，计算简便易行，因而被目前广泛使用的商业化纳米硬度计所采用。

### 1.2 应变梯度塑性理论

应变梯度塑性理论首先由 Toupin 在 1962 年提出。Fleck 等人在 1976 年发现，当尺寸很小的构件在受到弯矩和扭矩作用时，随着构件尺寸的减小，其尺寸效应明显增加。后来 J Gao、Nix、Huang 和 Hutchinson<sup>[3]</sup>等又对该理论做了进一步的发展，提出了一种新的模型，并试图将宏观应变梯度塑性理论和材料的微观结构(如提出了材料本征长度  $l$ )联系起来。位错理论表明材料的塑性硬化来源于统计储存位错(Statistically stored dislocation)和几何必需位错(Geometrically necessary dislocation)，它们分别与材料的塑性应变和塑性应变梯度相关。

图 3 所示为一锥形压头压入材料的示意图。假设位错环沿压痕面均匀分布，则

$$\tan \theta = \frac{h}{a} = \frac{b}{s} \quad s = \frac{ba}{h} \quad (4)$$

式中  $s$ ——压痕面上圆位错环的间距

$b$ ——伯格斯(Burgers)矢量



图 3 刚性锥形压头在压痕试验中的几何必需位错

根据 Taylor 公式，可以得到抗剪强度

$$\tau_b = \alpha Gb \sqrt{\rho_t} = \alpha Gb \sqrt{\rho_g + \rho_s} \quad (5)$$

式中  $\alpha$ ——常数，其值在 0.3 与 0.5 之间

$G$ ——切变模量

$\rho_t$ ——压痕区内材料的总位错密度

$\rho_g$ ——几何必需位错密度

$\rho_s$ ——统计储存位错密度

假定材料遵循 Mises 流动律，并采用 Tabor 因子等于 3，则可由流动应力得到硬度值  $H$

$$H = 3\sigma \quad \sigma = \sqrt{3}\tau \quad (6)$$

经过整理可得硬度  $H$  与压痕深度  $h$  之间的关系

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (7)$$

式中  $H_0$  和  $h^*$  分别为

$$H_0 = 3\sqrt{3}\alpha Gb \sqrt{\rho_s} \quad (8)$$

$$h^* = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left( \frac{G}{H_0} \right)^2 \quad (9)$$

由式(7)可以看出，随着压入深度  $h$  的减小，硬度  $H$  呈增大的趋势。对于(111)单晶铜的压痕试验<sup>[3]</sup>，由图 4 可以看出材料硬度随压入深度的变化关系。该结果为 McElhaney 等于 1997 年用 Berkovich 金刚石压头( $\tan\theta=0.358$ )在单晶铜上取得的试验结果。该结果与应变梯度塑性理论得到的计算结果非常吻合。应该注意，应变梯度塑性理论仅适用于塑性晶体材料。

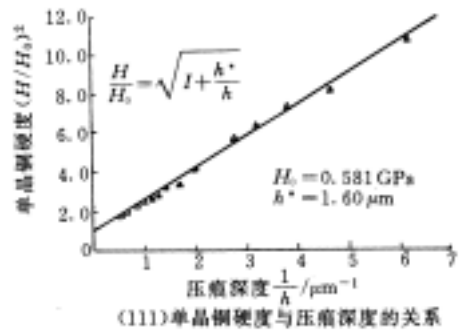


图 4 单晶铜压痕试验中硬度与压痕深度的关系

### 1.3 Hainsworth 方法

英国学者 Hainsworth<sup>[4]</sup>在大量材料的压痕试验基础上发现，对于一些超硬材料(如 DLC 膜和 CN<sub>x</sub>膜等)在试验中无法获得理想的卸载曲线，因此也就不能用 Oliver 和 Pharr 方法计算出合理的硬度和弹性模量值。经过对加载曲线的分析，她发现加载载荷  $F$  不仅可以表示为压入深度  $h$  的幂指数形式，而且可以由此求出材料的弹性模量和硬度。

材料的压痕变形  $\delta$  由弹性变形  $\delta_e$  和塑性变形  $\delta_p$  两部分组成，即

$$\delta = \delta_e + \delta_p \quad (10)$$

假设锥形压头产生的压痕半径为  $a$ ，则  $\delta_e$  和  $\delta_p$  可以分别表示为

$$\delta_e = \psi \frac{F}{Ea} \quad (11)$$

$$\delta_p = \phi a \quad (12)$$

式中  $\psi$  和  $\phi$  分别为与材料性能有关的常量，压痕半径  $a$  可以表示为

$$a = \sqrt{\frac{F}{H}} \quad (13)$$

将式(11)和(12)带入式(10)并经过整理，可以得到载荷  $F$  的表达式为

$$F = E \left( \phi \sqrt{\frac{E}{H}} + \psi \sqrt{\frac{H}{E}} \right)^{-2} \delta^2 \quad (14)$$

$$\text{令 } K_m = E \left( \phi \sqrt{\frac{E}{H}} + \psi \sqrt{\frac{H}{E}} \right)^{-2}, \text{ 则有} \\ F = K_m \delta^2 \quad (15)$$

也就是说, 压入载荷可以表示为压入深度的二次曲线, 系数  $K_m$  是由材料的特性决定的。当材料的弹性模量或硬度二者知其一时, 就可以由式(15)求出另一个量。该方法的缺点是关于弹性变形和塑性变形的假设过于简单, 是大量试验基础上的经验公式, 虽然计算结果与试验值有较好的吻合, 但缺乏坚实的理论基础。

#### 1.4 体积比重法

对于薄膜/基体组合体系的硬度试验, 目前还缺乏很好的理论计算方法。Sargent 于 1986 年提出了体积比重法<sup>[5]</sup>来计算薄膜/基体组合体系的硬度值  $H$ , 该方法可用下式来表示

$$H = H_f \frac{V_f}{V} + H_s \frac{V_s}{V} \quad (16)$$

式中  $H_f$ ——薄膜的硬度  
 $H_s$ ——体材料的硬度  
 $V_f$ ——薄膜的塑性变形体积  
 $V_s$ ——体材料的塑性变形体积  
 $V$ ——塑性变形总体积

由于该方法在应用上存在薄膜和体材料塑性变形的体积难以准确确定的问题, 因此在应用中存在着困难, 实际上很少采用。薄膜/基体组合体系的力学性能研究<sup>[6]</sup>是目前的研究热点, 但还多局限于试验研究方法。在试验中, 为避免体材料对薄膜力学性能的影响, 一般控制压头压入薄膜的深度不得超过薄膜厚度的 10%~20%。

#### 1.5 分子动力学模拟方法

该方法在原子尺度上考虑每个原子上所受到的作用力、原子间的键合能以及晶体的晶格常数等因素, 并运用牛顿运动方程(也有采用薛定谔方程的方法)来模拟原子间的相互作用结果, 从而对纳米尺度上的压痕机理进行解释。由于原子间的相互作用关系十分复杂, 有些物理现象至今还无法得到合理的解释, 而且现有的试验手段有限, 因此模拟的结果无法得到试验的有力证明。此外, 有限元法也常用于薄膜/基体组合体系的压痕试验数值模拟。

## 2 微硬度的定义

从上述纳米压痕技术理论研究不难看出, 现有

的纳米硬度计算方法基本上沿用传统的硬度定义, 即最大加载载荷与残余变形投影面积的比值。这是一个平均量, 无法真正反映材料在局部微观上的受力和变形情况。有的研究方法试图建立材料微观结构参数与其宏观力学性能之间的联系, 如应变梯度塑性变形理论, 但由于计算复杂而无法实用, 而且其中材料特征尺寸参数的物理意义并不明显。因此, 需要有新的方法来建立材料的微观结构参数与其宏观力学性能之间更直接的联系。

现在让我们试图建立纳米压痕技术中所涉及的微硬度概念, 而不仅仅是根据压深的尺度来简单地给出定义。如上所述, 我们知道压痕试验中加载的载荷  $F$  可以表达为压入深度的二次函数, 而对于目前常用的几种压头(如维氏压头或伯氏压头), 压痕的投影面积都可以表示为压入深度  $h$  的函数。因此, 按照传统的定义, 硬度可以表示为

$$H = \frac{F(h)}{A(h)} \quad (17)$$

的形式。由此可以看出, 硬度  $H$  是压入深度  $h$  的函数。当一个很小的压入微载荷  $dF$  在材料表面产生微小的局部塑性变形时(其在压入方向的投影面积为  $dA$ ), 我们可以定义微硬度如下所示

$$H = \frac{dF}{dA} = \frac{dF(h)/dh}{dA(h)/dh} \quad (18)$$

我们已知, 载荷  $F$  可以表示为压入深度  $h$  的一个二次关系式, 如写成一般形式为

$$F = ah^2 + bh + c \quad (19)$$

式中系数  $a$ 、 $b$  和  $c$  为常量, 可以理解为与材料的微观组织有关的参数; 而伯氏压头压痕的投影面积  $A$  与压入接触深度  $h_c$  的关系是  $A=2.45h_c^2$ 。根据 Oliver 和 Pharr 的方法(1992)并参见图 2, 接触深度  $h_c$  可以表示为

$$h_c = h - h_s \quad (20)$$

式中  $h_s$  为试样初始表面在受载后的沉陷深度。对于纳米压痕技术, 如忽略  $h_s$  不计, 则可以认为压头在压痕试验过程中与材料的接触深度就是实际的压入深度。所以, 根据式(18)的微硬度定义, 对载荷  $F$  和接触面积  $A$  分别微分后并根据长度的单位进行量纲分析, 可以得到微硬度的如下表示形式

$$H = H_0 + \frac{H_1}{h} \quad (21)$$

式中  $H_0$  为一常量, 可以理解为通常意义下的材料宏观硬度值, 它与压入深度没有关系;  $H_1$  可以理解为纳米压痕试验中被压材料硬度的附加值, 它与压入深度成反比, 且随着压入深度的增大而减小。当压

入深度趋于无穷大时, 则  $H_1$  为零, 此时的硬度  $H$  就是一般意义下的材料宏观硬度值。当压入深度非常小的时候, 如为纳米量级时, 则  $H_1$  不仅不能忽略不计, 甚至还会大于  $H_0$ , 这也可以理解为所谓的尺寸效应。今后的研究重点是通过试验方法和理论分析方法的结合, 确定载荷-压入深度曲线中的常量  $a$ 、 $b$  和  $c$ , 建立材料的微观特征参量与其宏观力学性能之间的联系。

### 3 结论

纳米压痕技术的理论研究目前还难以对一些试验现象作出合理的解释, 因此开展这方面的研究是非常必要的。

(1) 纳米压痕技术基本理论的研究宜从体材料开始, 可选择典型的材料作为研究对象, 如具有规则晶体结构的面心立方材料和体心立方材料。因为这类材料可以看作是“理想材料”, 有利于纳米压痕机理的研究。

(2) 加强对薄膜/基体组合体系的研究, 以适应机电系统和信息技术发展的需求, 尤其是目前广泛使用的多层膜界面间的结合问题等。

(3) 建立材料微观结构参数和宏观力学性能之间的联系。如果载荷表达式(19)中三个常量  $a$ 、 $b$  和  $c$  可以用材料的微观结构参数来表示, 则可以建立材料微观结构与宏观力学性能之间的联系, 这将为材料研究、纳米压痕机理研究和材料微/纳加工机理(实际上也可以看作是一个外力的压入问题)的研究建立理论基础。

### 参 考 文 献

- 1 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): 1 564~1 583
- 2 Johnson K L. *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, 1985
- 3 Nix W D, Huajian Gao. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity. *J. Mech. Phys. Solids*, 1998, 46(3): 411~425
- 4 Hainsworth S V, Chandler H W, Page T F. Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves. *J. Mater. Res.*, 1996, 11(8): 1 987~1 995
- 5 Bhushan B. *Handbook of Micro/nano Tribology*. CRC Press, 1995
- 6 Nix W D. Elastic and plastic properties of thin films on substrates: nanoindentation techniques. *J. Mater. Sci. & Eng.*, 1997, A 234~236: 37~44

## THEORETICAL METHODS ON NANOINDENTATION

*Li Ming Wen Shizhu*  
(*Tsinghua University*)

**Abstract:** The theories on nanoindentation are presented and the shortcomings of each one are pointed out. On the basis of experiments and the fact that the indenting load  $F$  can be expressed as a quadratic polynomial, a new definition of microhardness is given. By dimension analysis we can see that microhardness consists of two parts, the first one is a constant and independent of the indented depth. The second one is dependent of the indented depth and increases dramatically as the depth gets small.

**Key words:** Nanoindentation    Strain gradient  
Microhardness    Elastic modulus  
Contact mechanics

作者简介: 黎明, 男, 1960年出生, 清华大学博士研究生。主要从事纳米摩擦学、机械设计和微观力学等方面的研究。发表论文近 20 篇。