



中华人民共和国国家标准

GB/T 25898—2010

仪器化纳米压入试验方法 薄膜的压入硬度和弹性模量

Instrumented nanoindentation test—
Indentation hardness and modulus of thin film

2011-01-10 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

引言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义、符号..... 1

4 测试原理 1

5 测试要求 2

6 测试程序 2

7 结果分析 5

8 试验报告 9

参考文献 10

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本标准起草单位:宝山钢铁股份有限公司、中国科学院力学研究所。

本标准主要起草人:王秀芳、张泰华、宋洪伟、杨晓萍、杨荣、郇勇。

引 言

薄膜的硬度和弹性模量测量经常被作为一种控制其质量的手段。对于微/纳米尺度的薄膜,采用常规硬度试验方法难以准确地测定其硬度,而且不能测定其弹性模量。近年来,仪器化纳米压入技术发展迅速,正逐渐成为纳米力学表征领域最重要的试验方法之一,为测定薄膜的硬度和弹性模量提供了一种有效手段。

利用仪器化纳米压入技术测定薄膜的硬度和弹性模量时,除了受到仪器、环境、方法以及测试人员等诸多因素的影响之外,还可能受到样品本身,如支撑薄膜的基底、薄膜与基底匹配关系的影响。有关如何排除仪器等因素的影响,并选择合适的测试条件进行仪器化纳米压入试验,在《GB/T 22458—2008 仪器化纳米压入试验方法通则》的相关条款中,已经做了详尽的规定。本标准的主要目的是,提供尽可能排除基底影响的薄膜的压入硬度和弹性模量测试方法。

仪器化纳米压入试验方法

薄膜的压入硬度和弹性模量

1 范围

本标准规定了测试薄膜压入硬度和弹性模量的仪器化纳米压入试验方法。

本标准适用于附着在固体表面的薄膜。压入方向为垂直于试样表面方向,压入深度范围通常在纳米量级,也可以扩展至几微米。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 22458—2008 仪器化纳米压入试验方法通则

GB/T 21838.4—2008 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第4部分:金属和非金属覆盖层的试验方法(ISO 14577-4:2007,MOD)

3 术语和定义、符号

3.1 术语和定义

GB/T 22458—2008 中 3.1 界定的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1.1

单一刚度测量 single stiffness measurement

利用准静态加载方式获得的载荷—深度曲线的卸载部分,确定出材料在最大压入深度处的单一接触刚度的测量方法。

3.1.2

连续刚度测量 continuous stiffness measurement

在准静态加载方式的基础上,叠加一个微小的动态交变载荷,使其产生的同频交变位移保持微小的恒定振幅,测量出交变载荷和交变位移信号的幅值和相位差,由此确定出材料在加载阶段随压入深度变化的连续接触刚度的测量方法^[1,2]。

3.2 符号和名称

GB/T 22458—2008 中 3.2 的符号和名称适用于本标准。

4 测试原理

4.1 基于单一刚度测量方法进行纳米压入测试,从而获得材料在最大压入深度处的硬度和弹性模量的原理见 GB/T 22458—2008 中 4.1 和 4.2、附录 C 和附录 G。

4.2 基于连续刚度测量方法进行纳米压入测试,从而获得材料的硬度和弹性模量随压入深度变化曲线的原理见 GB/T 22458—2008 中附录 H。

5 测试要求

5.1 仪器要求

5.1.1 基于单一刚度测量方法进行纳米压入测试的仪器应符合 GB/T 22458—2008 第 5 章中的规定。

5.1.2 基于连续刚度测量方法进行纳米压入测试的仪器应符合 GB/T 22458—2008 第 5 章、附录 H 中 H.3 的规定。

5.1.3 宜采用尖端半径小的玻氏(Berkovich)压头进行测试,以减小压头尖端半径对硬度测试的影响。

5.2 环境要求

测试环境应符合 GB/T 22458—2008 第 7 章中的规定。

5.3 试样要求

5.3.1 试样宜在原始状态下使用。宜采用测试仪器的光学成像配件或原位扫描配件观测薄膜的表面,选择远离诸如颗粒或划痕等缺陷的平坦区域进行测试。

5.3.2 如果薄膜的表面需抛光处理,抛光量宜保持在最低限度。

注 1: 抛光可能导致薄膜表面的加工硬化,从而影响硬度的测量。

注 2: 薄膜中通常存在残余应力,例如由薄膜和基底热错配或者薄膜沉积过程所导致的残余应力,而且薄膜中也普遍存在应力梯度。抛光可能导致残余应力状态的改变,从而影响薄膜的硬度测量。

注 3: 抛光会减小薄膜的厚度,基底的影响可能会增强。

5.3.3 薄膜的表面粗糙度 R_a 宜小于最大压入深度的 5%。如果采用触针式粗糙度测试仪器,其探针的尖端半径宜小于或接近压头尖端半径。如果采用原子力显微镜或纳米压入仪的原位扫描配件来测试某区域的 R_a ,宜采用 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 的扫描范围。宜在压入测试前,采用纳米压入仪的原位扫描配件预扫描试样表面,以选择满足粗糙度要求的区域进行测试。

注: 随着压入深度的减小,试样表面的粗糙度对测试结果分散性的影响将增大^[3]。如果压入深度接近于 R_a 时,相对于试样表面轮廓波峰或波谷不同位置的压入,接触面积将发生较大变化^[4]。

5.3.4 如果薄膜的表面需清洁,宜采用损伤较小的方法,例如:

——采用干的、无油气体;

——采用对试样是化学惰性的溶剂进行清洗,然后干燥。

5.3.5 对于薄膜足够硬的试样,如果 5.3.4 的清洁方法无效,可采用无绒棉浸溶剂擦拭薄膜表面,以去除黏附的灰尘颗粒,然后再采用适当的溶剂进行清洗。

注: 超声清洗方法可能造成或增加薄膜的损伤,使用时宜注意。

6 测试程序

6.1 安装试样

6.1.1 试样的安装方法应与仪器柔度确定所采用的安装方法相同。为了不显著增加仪器柔度,试样应被牢固地支撑。试样应置于压入方向为刚性的支座上或者固定在适当的夹具内,试样与支座或夹具之间的接触面应无外来杂物。

6.1.2 试样测试面应垂直于试验载荷的方向,测试面倾角宜小于 1° 。可采用高倍显微镜观察并测量从试样表面某一聚焦位置到临近的某一模糊位置的距离,再利用透镜的焦距知识求得两个位置的平面高度差,可求出局部试验面的倾角;在实际试验中,对非球形压头所产生的压痕进行成像,也能求出试验面的倾角。

6.2 选择测试位置

压入位置点和界面或自由表面之间的距离应至少是最大压入深度的 30 倍,在不同位置进行测试时,相邻压入位置点的间距应至少是最大压入深度的 20 倍。

6.3 确定接触零点

对于每次测试,都应单独指定接触零点。零点位置的不确定度要求以及零点的确定方法见 GB/T 22458—2008 中 8.3。

6.4 设定测试循环

6.4.1 基于连续刚度测量方法的测试循环

在试样的固定位置进行单次加卸载,可以得到压入硬度和弹性模量随压入深度或相对(薄膜厚度)压入深度的变化曲线。设定测试循环的步骤如下:

- a) 设定载荷控制、深度控制或压入应变率控制方式。宜设定压入应变率控制方式,压入应变率宜设定为 0.05 s^{-1} 。
- b) 设定最大压入深度或载荷。宜设定约为 1.5 倍膜厚的最大压入深度。
- c) 设定保持最大载荷的时间。保载时间宜设定为 10 s~30 s。
- d) 设定测量热漂移速率的保载位置和时间。在整个测试循环中应测量一次热漂移速率,这可以通过在压头与试样接触之后插入一个保载阶段、或者在卸载过程中的某一点(常在最大载荷的 10%~20%之间)插入一个保载阶段来实现,保载时间宜为 60 s。
- e) 设定压头趋近试样表面的速度。趋近速度不宜超过 $2\text{ }\mu\text{m/s}$,趋近最后阶段的典型速度为 $10\text{ nm/s}\sim 20\text{ nm/s}$,或者更小。
- f) 设定数据采集频率,或者循环每一阶段所采集的数据点数。
- g) 设定重复测试的次数,宜设定为 5~10 次。为提高测试结果的可靠性,重复测试次数可适当增加。
- h) 对多个试样进行对比时,宜设定相同的测试循环。

6.4.2 基于单一刚度测量方法的测试循环

6.4.2.1 固定位置的单次加卸载测试循环

在试样的固定位置进行单次加卸载,可以得到在最大压入深度处的压入硬度和弹性模量。设定测试循环的步骤如下:

- a) 设定载荷控制、深度控制或压入应变率控制方式。宜设定载荷控制方式。
- b) 设定最大压入深度或载荷。
 - 1) 对于硬度测试,宜设定小于 1/10 膜厚的最大压入深度或该深度对应的载荷,以排除或减小基底的影响。如果无法判断产生小于 1/10 膜厚压入深度所需的载荷,可通过尝试性测试来确定。同时,设定的压入深度不宜过小,宜大于 50 nm。
 - 2) 对于弹性模量测试,所设定的最大压入深度或载荷宜尽可能地小,以排除或减小基底的影响。同时,设定的压入深度不宜过小,宜大于 20 倍的 R_a 。
 - 3) 对于较厚的薄膜,宜设定相对较大的压入深度或载荷,通过一次测试同时获得硬度和弹性模量;对于较薄的薄膜,硬度和弹性模量宜分开测试,前者设定相对较大的压入深度或载荷,后者设定相对较小的压入深度或载荷。

注 1: 一般来说,当压入深度小于 1/10 膜厚时,薄膜的硬度测试不受基底的影响,而薄膜弹性模量测试受基底影响的压入深度可能远小于硬度。

注 2: 压入深度过小时, 硬度的测试可能受到表面粗糙度^[3,4]、压头尖端半径^[3]等因素的较大影响, 弹性模量的测试可能受到表面粗糙度等因素的较大影响。

- c) 设定加载、保持最大载荷、卸载的时间。加载、保载、卸载时间均宜设定为 30 s。
- d) 设定测量热漂移速率的保载位置和时间。在整个测试循环中应测量一次热漂移速率, 这可以通过在压头与试样接触之后插入一个保载阶段、或者在卸载过程中的某一点(常在最大载荷的 10%~20%之间)插入一个保载阶段来实现, 保载时间宜为 60 s。
- e) 设定压头趋近试样表面的速度。趋近速度不宜超过 2 μm/s, 趋近最后阶段的典型速度为 10 nm/s~20 nm/s, 或者更小。
- f) 设定数据采集频率, 或者循环每一阶段所采集的数据点数。
- g) 设定重复测试次数, 宜设定为 5~10 次, 为了提高测试结果的可靠性, 重复测试次数可适当增加。
- h) 对多个试样进行对比时, 宜设定相同的测试循环。

6.4.2.2 多位置的单次加卸载测试循环

在试样的多个不同位置进行系列压入载荷或深度的单次加卸载, 可以得到压入硬度和弹性模量随压入深度或相对(薄膜厚度)压入深度的变化曲线。设定测试循环的步骤如下:

- a) 设定载荷控制、深度控制或压入应变率控制方式。宜设定载荷控制方式。
- b) 设定系列压入载荷或深度的个数及其变化规律。
 - 1) 如果设定系列压入载荷, 其个数 n 不宜小于 5, 其最大值宜取产生约 1.5 倍膜厚压入深度所需载荷, 其最小值宜取产生约 50 nm 压入深度所需载荷, 最大值和最小值可通过尝试性测试来确定。系列载荷宜遵循式(1)的变化规律, k 值确定见式(2), 以保证在较小压入深度的测试点数较密。

$$F_m(i) = k^{i-1} \cdot F_m(1) \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$k = [F_m(n)/F_m(1)]^{\frac{1}{n-1}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$F_m(i)$ ——第 i 次压入的最大载荷, 其中 $i=1, 2, \dots, n$;

$F_m(1)$ ——系列载荷中的最大值;

$F_m(n)$ ——系列载荷中的最小值;

k ——比例因子。

- 2) 如果设定系列压入深度, 其个数 n 不宜小于 5, 其最大值约为 1.5 倍膜厚, 其最小值约为 50 nm。系列深度宜遵循式(3)的变化规律, k 值确定见式(4), 以保证在较小压入深度的测试点数较密:

$$h_m(i) = k^{i-1} \cdot h_m(1) \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$k = [h_m(n)/h_m(1)]^{\frac{1}{n-1}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$h_m(i)$ ——第 i 次压入的最大深度, 其中 $i=1, 2, \dots, n$;

$h_m(1)$ ——系列深度中的最大值;

$h_m(n)$ ——系列深度中的最小值;

k ——比例因子。

- c) 设定加载、保持最大载荷、卸载的时间。加载、保载、卸载时间均宜设定为 30 s。
- d) 设定测量热漂移速率的保载位置和时间。每次加卸载试验都应测量一次热漂移速率, 这可以通过在压头与试样接触之后插入一个保载阶段、或者在卸载过程中的某一点(常在最大载荷的 10%~20%之间)插入一个保载阶段来实现, 保载时间宜为 60 s。

- e) 设定压头趋近试样表面的速度。趋近速度不宜超过 $2\ \mu\text{m/s}$, 趋近最后阶段的典型速度为 $10\ \text{nm/s} \sim 20\ \text{nm/s}$, 或者更小。
- f) 设定数据采集频率, 或者循环每一阶段所采集的数据点数。
- g) 设定重复测试次数, 宜设定为 5~10 次, 为了提高测试结果的可靠性, 重复测试次数可适当增加。
- h) 对多个试样进行对比时, 宜设定相同的测试循环。

6.4.2.3 固定位置的多次加卸载测试循环

在试样的固定位置进行系列压入载荷或深度的多次加卸载, 可以得到压入硬度和弹性模量随压入深度或相对(薄膜厚度)压入深度的变化曲线。设定测试循环的步骤如下:

- a) 设定载荷控制、深度控制或压入应变率控制方式。宜设定载荷控制方式。
- b) 设定系列压入载荷或深度的个数及其变化规律。设定方法与 6.4.2.2(b) 所采用的设定方法相同。
- c) 设定加载、保持最大载荷、卸载的时间。每次加载、保载、卸载时间均宜设定为 30 s。
- d) 设定测量热漂移速率的保载位置和时间。在整个试验过程中应至少测量一次热漂移速率, 这可以通过在压头与试样接触之后插入一个保载阶段、或者在最后一次卸载过程中的某一点(常在最大载荷的 10%~20% 之间)插入一个保载阶段来实现, 保载时间宜为 60 s。
- e) 设定压头趋近试样表面的速度。趋近速度不宜超过 $2\ \mu\text{m/s}$, 趋近最后阶段的典型速度为 $10\ \text{nm/s} \sim 20\ \text{nm/s}$, 或者更小。
- f) 设定数据采集频率, 或者循环每一阶段所采集的数据点数。
- g) 设定重复测试次数, 宜设定为 5~10 次, 为了提高测试结果的可靠性, 重复测试次数可适当增加。
- h) 对多个试样进行对比时, 宜设定相同的测试循环。

6.5 执行测试循环

根据制造商或试验方法的要求执行测试循环, 记录载荷、位移、时间数据。仪器对原始数据进行热漂移、仪器柔度和接触零点修正后, 自动给出供分析用的压入载荷、深度等数据。

7 结果分析

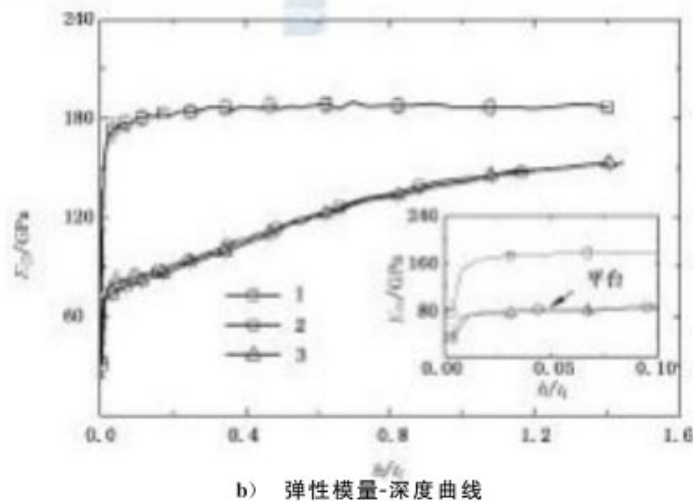
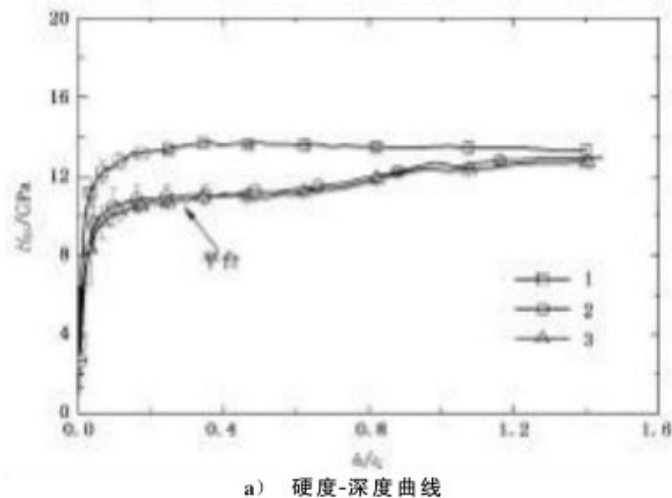
7.1 基于连续刚度测量方法的结果分析

测试结果的分析方法如下:

- a) 绘制多次重复测试得到的试样压入硬度和弹性模量的平均值随压入深度或相对(薄膜厚度)压入深度曲线。
- b) 分析压入硬度和弹性模量曲线, 可获得试样的压入硬度和弹性模量随压入深度的变化规律, 同时可提取试样在压入深度范围内特定深度处的硬度和弹性模量。
- c) 明确压入硬度和弹性模量曲线上是否出现平台, 提取薄膜的压入硬度和弹性模量。
 - 1) 如果出现平台, 可在平台所在的压入深度范围内取值, 作为薄膜的压入硬度或弹性模量, 见图 1。
 - 2) 如果不出现平台, 仅出现峰值即最大值, 可将该值作为薄膜的压入硬度或弹性模量的最小估计值, 见图 2。如果不出现平台, 仅出现谷值即最小值, 对于弹性模量, 可将该值作为薄膜的弹性模量最大估计值, 见图 3a); 对于硬度, 不宜将该值作为薄膜的硬度最大估计值。如果硬度随深度的变化存在由较快上升到较慢上升的过渡点, 可将该点的值作为薄膜的硬度最大估计值, 见图 3b)。

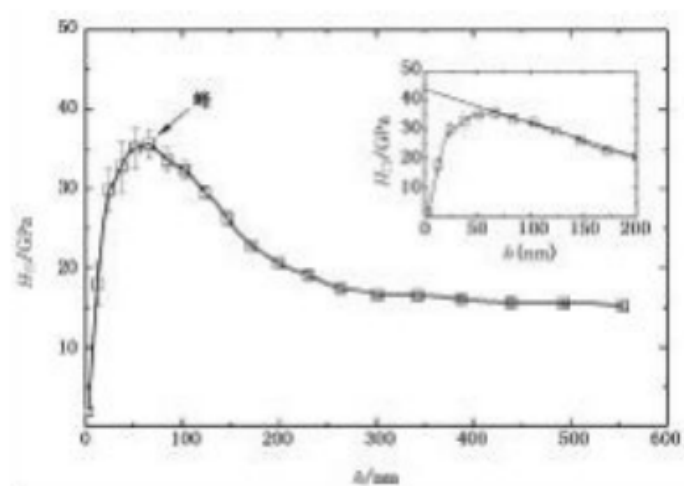
- 3) 如果不出现平台,也可采用类似于 GB/T 21838.4—2008 中 7.2 和 7.3 所规定的方法,对在一定压入深度范围内的硬度和弹性模量与深度的关系线性外推到零深度,来获得薄膜的压入硬度和弹性模量,见图 2 和图 3。参与外推的数据所在的压入深度范围不宜过小,宜大于 50 nm。

注 1: 所出现的硬度谷值即最小值很有可能是受压头尖端半径影响的结果。
注 2: 将最大或最小估计值作为薄膜的压入硬度或弹性模量,可能存在较大偏差。
注 3: 压入深度过小时,硬度的测试结果可能受到表面粗糙度、压头尖端半径等因素的较大影响,弹性模量的测试结果可能受到表面粗糙度等因素的较大影响。
注 4: 通过线性外推方法获得的薄膜的压入硬度和弹性模量,可能存在较大偏差。

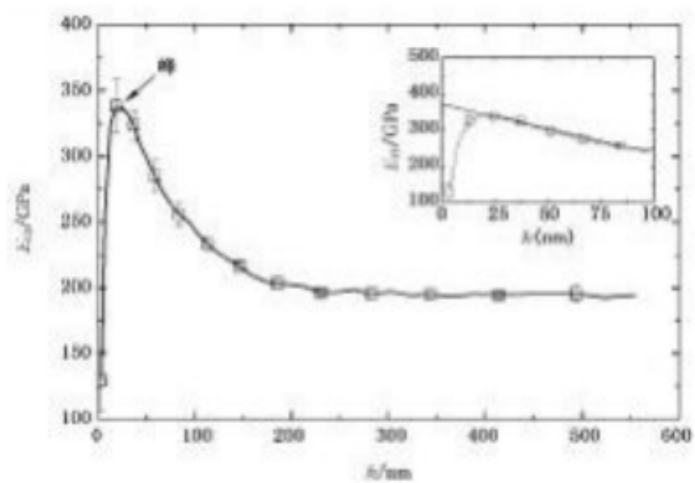


- 1——Si(100);
2——SiO₂/Si(100)_{t_f}=707 nm;
3——SiO₂/Si(100)_{t_f}=1 000 nm。

图 1 Si(100)基底上热氧化生长的 SiO₂ 薄膜试样的测试结果

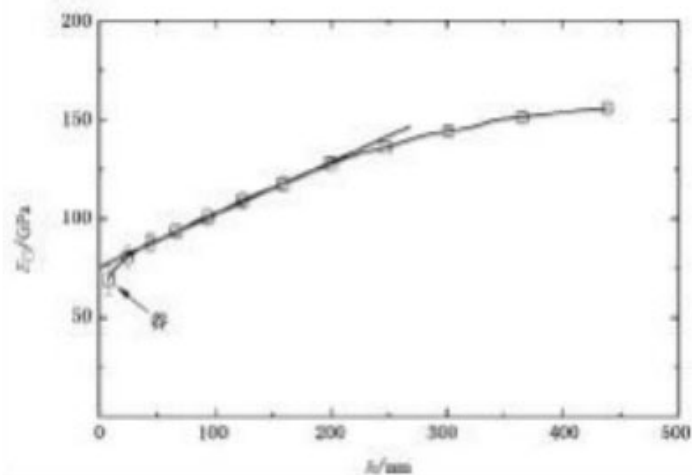


a) 硬度-深度曲线

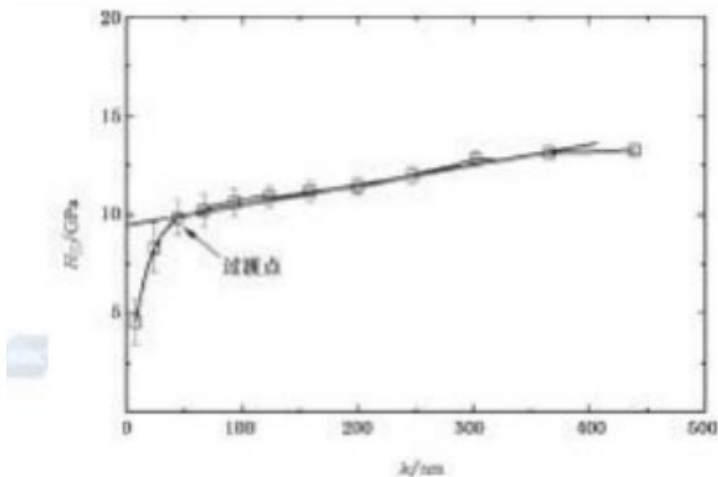


b) 弹性模量-深度曲线

图 2 GT35 钢基底上离子弧镀工艺溅射的约 320 nm 厚 DLC 薄膜试样的测试结果



a) 弹性模量-深度曲线



b) 硬度-深度曲线

图 3 Si(100)基底上热氧化生长 311 nm 厚 SiO₂ 薄膜试样的测试结果

7.2 基于单一刚度测量方法的结果分析

7.2.1 固定位置的单次加卸载测试结果分析

测试结果的分析方法如下：

- 如果试验的最大压入深度小于 1/10 膜厚，所获得的试样在最大压入深度处的硬度一般可作为薄膜的硬度。如果试验的最大压入深度大于 1/10 膜厚，所获得的试样在最大压入深度处的硬度可能包含基底的影响，可作为膜基的耦合性质，用来定性评价薄膜的性能。
- 所获得的试样在最大压入深度处的弹性模量很可能包含基底的影响，作为薄膜的性能使用时宜慎重。

7.2.2 多位置的单次加卸载测试结果分析

测试结果的分析参见 7.1 所采用的方法。

7.2.3 固定位置的多次加卸载测试结果分析

测试结果的分析参见 7.1 所采用的方法。

注：对于这种固定位置的多次加卸载测试，后续的测试可能受到之前加卸载测试所导致的材料加工硬化等的影响。

8 试验报告

试验报告宜包括如下信息：

- a) 注明采用本标准；
- b) 测试仪器的描述，包括制造商和型号；
- c) 压头的描述，包括材料、形状及其面积函数；
- d) 试样的描述，宜包括：薄膜的材料和制备工艺、名义厚度和表面粗糙度；
- e) 测试循环的描述，宜包括：
 - 压入控制方式；
 - 压入控制参数，如最大压入深度或载荷、系列压入深度或载荷；
 - 每次加载、保载和卸载时间；
 - 测量热漂移的保载位置和保持时间；
 - 数据采集频率或者循环每一阶段所采集的数据点数；
 - 重复测试的次数。
- f) 薄膜或试样的压入硬度和弹性模量结果，总的扩展不确定度；
- g) 说明是否修正了热漂移和接触零点；
- h) 可能已经影响测试结果的任何细节；
- i) 本报告未作规定的任何细节；
- j) 测试环境的温度和湿度；
- k) 测试日期和时间。

参 考 文 献

- [1] W C Oliver, G M Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, 7(6):1564-1583
 - [2] W. C. Oliver and G. M. Pharr: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*. 2004, 19 (1):3-20
 - [3] 张泰华. 影响纳米压入测试结果的因素. *实验力学*. 2004, 19(4):437-442
 - [4] M S Bobji, S K Biswas. Estimation of hardness by nanoindentation of rough surfaces. *Journal of Materials Research*. 1998, 13(11):3227-3233
 - [5] Weimin Chen, Min Li, Taihua Zhang, Yang-Tse Cheng, Che-Min Cheng. Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation. *Materials Science and Engineering A*. 2007, 445-446:323-327
-