

纳米压痕仪接触投影面积标定方法的研究¹⁾

陈伟民^{1,2)} 李 敏[†] 徐 晓[†] 王 艺^{*}

^{*}(中国科学院力学研究所工程科学部, 北京 100080)

[†](北京航空航天大学航空科学与工程学院, 北京 100083)

摘要 基于 Oliver 与 Pharr 方法的纳米压痕实验以其简单方便获得广泛的应用, 但众多因素对压痕实验结果的影响范围并无明确的结论. 其中压痕接触面积的确定是一个重要环节, 该因素对实验结果, 特别是小深度下的实验结果具有重要影响. 仔细分析了 Oliver 与 Pharr 方法并进行了几种材料的纳米压痕实验, 针对该方法在接触深度确定、不同深度范围下方法的适用性进行了说明. 分析结果表明, 对所有的材料使用统一的面积公式, 只有在大压痕深度时才是适用的, 而在小压痕深度时可能带来较大的误差. 因此, 应慎重使用由 Oliver 与 Pharr 方法得到的小压痕深度的硬度数据.

关键词 纳米压痕, 硬度, 尺度效应

中图分类号: O344.3 文献标识码: A 文章编号: 0459-1879(2005)05-0645-08

引 言

随着材料与器件的小型化与微型化以及先进材料的研究, 材料力学性能测量越来越多地采用纳米压痕技术. 在目前的研究与实验测量工作中, Oliver 与 Pharr^[1] 的方法 (以下简称 O&P 方法) 占据着主导地位, 尽管已有多种方法提出, 例如 McElhaney^[2], Takeshi^[3], Thurn^[4] 和 Oliver^[5] 等提出的修正方法. 从 O&P 方法来看, 依据 Sneddon^[6] 对圆锥压头与半无限体线弹性接触的公式得到压痕接触深度 h_c , 通过减缩模量考虑压头弹性模量的影响, 利用迭代的方法以熔融硅 (早期使用金属铝) 作为标准试样, 确定加载系统柔度和尖端曲率半径的影响, 获得接触投影面积 $A(h_c)$ 中的待定系数, 就可以方便地使用该面积公式, 根据载荷 - 位移曲线获得材料硬度与杨氏模量随压痕深度变化的曲线, 无需使用扫描电镜来确定压痕面积, 提高了工作效率且减小了人为判断误差, 因而得到了广泛地应用.

近年来, 使用 O&P 方法进行纳米压痕实验也遇到一些问题, 特别是小压痕下硬度值的奇异引发了很多争论. 有人认为这是压痕硬度的尺度效应^[7~9], 并发展了应变梯度理论来解释该现象^[10,11]. 也有人认为这与压头尖端半径、压痕的 pile-up 和 sink-in 现

象以及试样表面污染和粗糙度有关^[12~14]. 其中争论较多的因素是压头尖端曲率半径和 pile-up 与 sink-in 现象, 这些因素或多或少都与压痕接触投影面积的确定相关. 事实上, 压痕接触投影面积的确定问题是纳米压痕实验技术的关键问题之一, O&P 方法的重要贡献是给出了接触投影面积 $A(h_c)$ 的标定方法, 但该方法的物理意义不甚明确, 且在标定过程中还有一些问题, 如依赖于初值猜测 (不同的初值可能导致不同的 $A(h_c)$)、人为地确定不同压痕深度下的加权系数、迭代收敛有一定困难等等. 正是由于接触投影面积 $A(h_c)$ 表达式的物理意义不明确, 造成了各种因素对实验结果的影响不明确.

本文的目的是通过理论与实验数据的分析, 尽量明确接触投影面积 $A(h_c)$ 的标定方法对实验结果的影响范围. 通过简单回顾纳米压痕技术, 分析 O&P 方法统一面积公式的假设在不同深度范围的适用性. 分析结果表明对所有的材料使用统一的面积公式, 只有在大压痕深度时才是适用的, 而在小压痕深度时会带来较大的误差. 因此, 应慎重使用由 O&P 方法得到的小压痕深度的硬度值.

1 纳米压痕技术

20 世纪 70~80 年代, Bulychv 等在显微硬度实

2004-07-28 收到第 1 稿, 2005-04-14 收到修改稿.

1) 国家自然科学基金资助项目 (10372101).

2) E-mail: wmchen@imech.ac.cn

验中获得连续的载荷-位移曲线(如图1),利用该曲线结合 Sneddon 与 Tabor 的工作,使用如下的方程

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (1)$$

就可以获取材料的弹性模量. 式中 P 为载荷, h 为压痕深度, S 为初始卸载刚度, A 为投影面积, E_r 为减缩模量 (reduced modulus), 它由材料与压头的弹性模量 E, E_i 以及泊松比 γ, γ_i 确定. 方程 (1) 是由弹性接触问题导出的, 后由 Cheng 和 Cheng^[15] 推广到弹塑性接触问题.

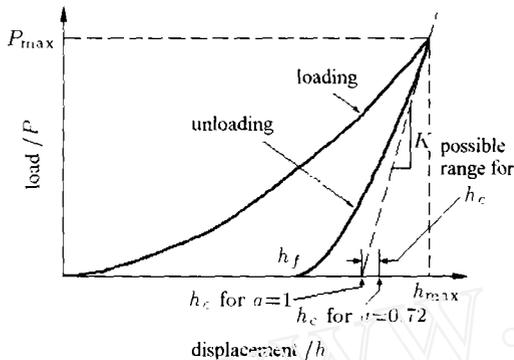


图1 压痕载荷-位移曲线

Fig.1 The load-displacement curve

利用方程 (1), 如果已知 $S, A, E_r, \gamma_n, \gamma$ 就可以得到被测材料的杨氏模量 E . 对常用的圆锥压头、球压头和棱锥压头, 该方法被实验与有限元模拟证实是可行的. 利用该方法有两个问题必须解决: 一是投影面积如何得到; 二是使用什么范围的卸载曲线来确定 S . 获得投影面积早期的方法是进行一组不同深度的压痕实验, 得到被测材料上的一组压痕值, 用显微镜观测不同压痕深度下的压痕面积以获得压痕深度与压痕面积的关系. 确定 S 的卸载段范围也经历了多种方法, 较为常用的是 Doerner 和 Nix^[16] 根据实验给出的前 1/3 段进行曲线拟合.

随着材料技术的发展, 大量薄膜或表层材料的性能只能依赖于压痕技术进行测试, 这一方面推动了压痕实验技术的进步, 另一方面带来的主要问题是随着压痕深度从百微米级减小到百纳米级, 甚至到十纳米级, 利用显微镜直接观测压痕投影面积越来越困难, 而且人为因素引入的误差太大. Oliver 和 Pharr 利用 Berkovich 压头对铝、石英、碳酸石灰玻璃、蓝宝石、熔融硅、钨等 6 种材料进行了细致的压痕实验, 在此基础上建立了接触深度 h_c 与压痕

深度 h 的关系

$$h_c = h - h_s = h - \frac{2}{\pi}(\pi - 2) \frac{P}{S} \quad (2)$$

h_c 与 h_s 的定义见图 2. 对于实际的测量系统有 3 个问题需要确定:

- 1) 压头材料的影响;
- 2) 加载系统柔度的影响;
- 3) 真实压头几何形状的影响.

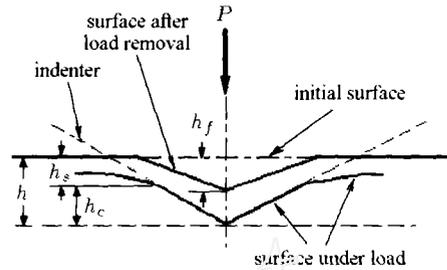


图2 压头下材料变形示意图

Fig.2 Deformation under the indenter

首先, 压头为弹性体而非刚体, 这可使用减缩模量 E_r 加以考虑. 其次, 加载系统的柔度 C_f 可通过较软的材料进行标定. 最后的问题就是由于制造的原因, 压头的几何形状不可能是理想的, 如尖端有缺陷. O&P 方法假设实际的接触面积 $A(h_c)$ 为

$$A(h_c) = 24.5h_c^2 + \sum_{i=1}^8 c_i h_c^{1/2^{i-1}} \quad (3)$$

利用上面获得的 C_f 与 E_r 结合式 (1)~(3), 通过迭代可以得到 $c_1 \sim c_8$.

Oliver 和 Pharr^[1] 指出: 假设所有材料的 E, γ 为常数, 统一使用标定试件压痕实验得到的 C_f , 则通过不同材料的压痕实验数据分别获得的面积函数 $A(h_c)$ 基本一致, 因此可使用统一的面积函数. 从而可根据载荷-位移曲线获得不同压痕深度下的接触投影面积, 这是 O&P 方法的关键.

2 O&P 方法的讨论

随着纳米压痕技术的商业化, O&P 方法已获得广泛应用, 纳米压痕实验的结果也被研究人员用于数值计算与理论推导的证据, 但其中的一些问题值得讨论, 下面分别论述.

2.1 接触深度与接触投影面积

对于圆锥压头弹性压痕, Sneddon^[6] 给出

$$h_s = \frac{\pi - 2}{\pi} h \quad (4)$$

O&P 方法用卸载段弹性恢复 ($h - h_f$) 代替了 h , 但未能给出该式仍成立的证明. 这一点是有问题的, 特别当 pile-up 出现时, 接触深度 $h_c > h$; 而式 (4) 得到的 h_s 恒大于零, 即 h_c 恒小于 h .

事实上, 具有 pile-up 现象的材料压痕实验中, 该方法引入的问题不久就显现. 如果对于出现 pile-up 的试验数据使用 O&P 方法, 压痕硬度与材料的弹性模量将被高估可达 50%^[17]. Oliver 本人在研究初始应力对压痕实验结果的影响时^[13,14], 明确指出了该方法不适用于出现 pile-up 的实验.

h_c 直接影响到接触面积的确定, 所以得到准确的 h_c (或者 h_c/h) 非常重要. 由于不能观测试验过程中压痕形貌, 尽管 O&P 方法或者有限元分析均给出了 h_c 与 h 的关系, 但是均不能得到直接试验数据的证明. 即使对于 O&P 方法适用的 sink-in 类型压痕过程, h_c 的准确性也没有得到试验证明. 因此, 理论推导或试验证据给出 h_c 与 h 的关系, 特别是发展可以适用于 pile-up 压痕的有效方法是十分必要的. 但由于压痕的 pile-up 和 sink-in 与材料的硬化特性有关, 载荷 - 位移曲线反映的是材料的整体特性而不是细节特性, 所以尽管 Cheng 和 Cheng^[18~20] 在这方面已经做了有效的工作, 但该问题的解决仍然存在较大的难度.

另外, Berkovich 压头的 pile-up 与 sink-in 与圆锥压头的 pile-up 与 sink-in 有差别, 体现在同一接触深度 h_c 下, Berkovich 压头的接触面积与压头的横截面积是不同的; 而圆锥压头是轴对称压头, 不存在这个问题. 就该问题, McElhane^[2] 使用一个加权系数对面积公式进行修正以提高 O&P 方法的精度, 但需用 SEM 观测少量较大的压痕形貌.

2.2 面积拟合公式的有效性

O&P^[1] 给出了接触面积的迭代收敛结果以及与观测数据的比较, 作为可以使用统一接触投影面积的证据, 如图 3、图 4 所示. 图 3 给出了标定材料铝的 $(C - C_f) \cdot A^{-1/2}$ 关系, 可以看到当 $h_c = 4000 \sim 400 \text{ nm}$ ($A^{-1/2} = 0.00005 \sim 0.0005 \text{ nm}^{-1}$) 时, 式 (3) 得到的结果与观测结果基本吻合. 但当 $h_c \approx 270 \text{ nm}$ ($A^{-1/2} \approx 0.00075 \text{ nm}^{-1}$) 时, 误差约 20%. 这表示, 既使对标定材料而言, 式 (3) 得到的接触面积在小压痕深度上与观测结果存在较大的偏差.

图 4 是利用铝得到的 C_f , 6 种不同材料各自迭代得出的面积函数 $A(h_c)$ 的比较, 尽管大部分深度

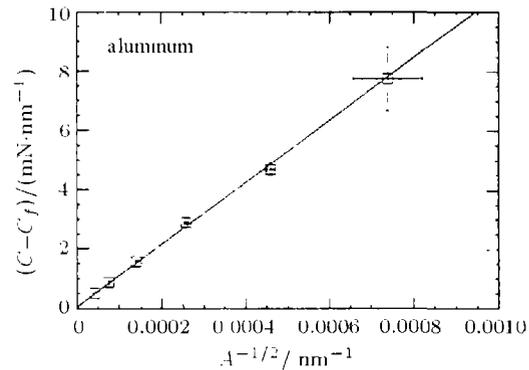


图 3 标定材料铝的 $(C - C_f) \cdot A^{-1/2}$ 曲线

Fig.3 A plot of $(C - C_f) \cdot A^{-1/2}$ for aluminum

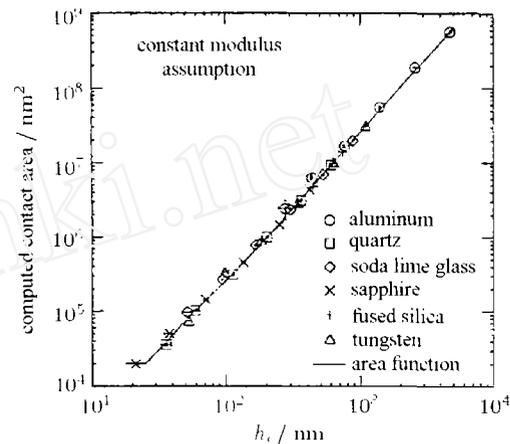


图 4 6 种材料的计算接触面积 - 接触深度关系

Fig.4 The computed contact areas versus contact depth for all six materials

下, 大多数材料的 $A(h_c) \cdot h_c$ 基本一致, 但值得注意: 当 $h_c \approx 25 \text{ nm}$ 时, 采用统一的 $A(h_c)$ 公式某些材料的面积偏差可达 70%.

图 5 (McElhane^[2] 中图 5) 是两种不同的铜试样获得的标定面积比较, 其中退火试样出现 sink-in 现象, 而应变硬化试样出现 pile-up 现象. 从图中可以看出, 二者分别拟合面积公式的差别随压痕深度的减小而增大: 25 nm 压深的差别可达 60% 以上. 而在小于 50 nm 压深时拟合与观测结果的偏差可达 200% 以上. 尽管 50 nm 下的试验观测数据的准确性值得怀疑, 但小压痕深度下统一面积公式给出数据未能获得试验数据支持也是不争的事实.

2.3 压头尖端曲率半径的影响范围

压头尖端曲率半径是需要面积标定的主要原因, 在标定过程中, 选择实验数据的压痕深度范围

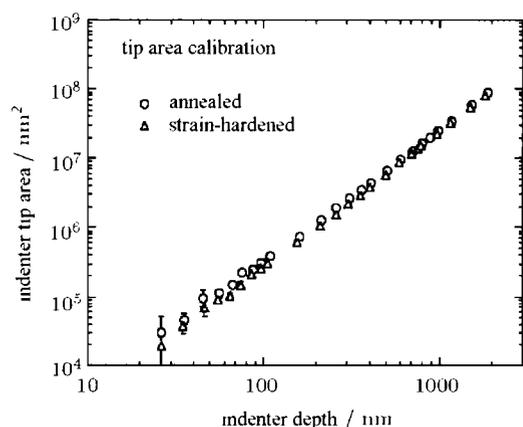


图 5 两种铜试样得到的压头标定面积 (对数图)

Fig.5 A logarithmic plot of indenter tip geometry calibration as determined from experiments in the strain-hardened and annealed copper samples

非常重要, 因为不同深度的数据会导致差异较大的面积函数 $A(h_c)$ ^[21]. 另外, 需要明确压头尖端曲率半径的影响范围, 以便对造成压痕实验结果奇异的原因进行分析.

现以圆锥压头为例讨论由于压头尖端曲率半径造成的偏差. 图 6 为压头尖端半径 $r \neq 0$ 的示意图, $\xi = r(1/\sin \alpha - 1)$, $d = r(1 - \sin \alpha)$. 采用半锥角 $\alpha = 70.3^\circ$, 该角度的圆锥与商用的三棱锥 Berkovich 压头有相同的面积 - 深度函数关系. 把压痕过程按接触深度分为两个阶段:

$$\text{当 } h_c < d \text{ 时, } A = \pi h_c(2r - h_c) \quad (5a)$$

$$\text{当 } h_c > d \text{ 时, } A = 24.566(h_c + \xi)^2 \quad (5b)$$

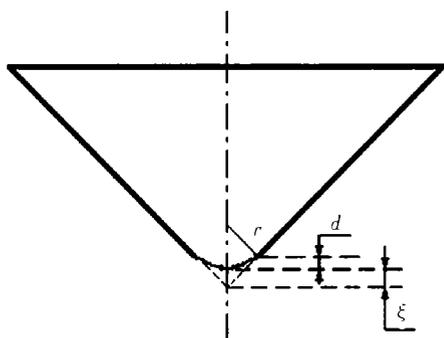


图 6 实际压头示意图

Fig.6 The sketch of a real indenter

对于同样的压痕接触深度, 考察不同的 r 下利用理想压头的面积公式 $A = 24.566h_c^2$ 计算得到的 H' 与考虑 r 的面积公式 (5) 得到的 H 之比 $\text{ratio}_H = H'/H$, 结果见图 7.

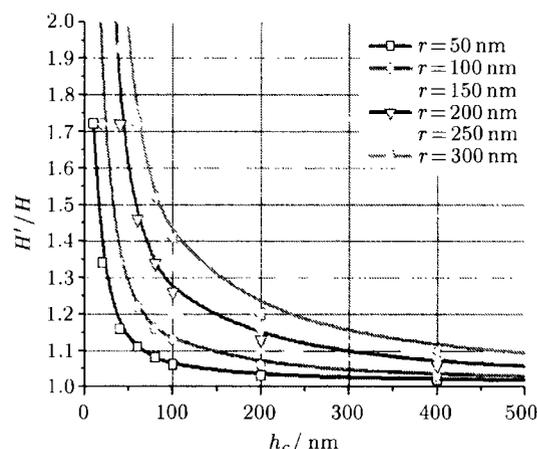


图 7 压头尖端半径引起的误差

Fig.7 The deviation introduced by tip radius of indenters

从图 7 可以看出, 使用理想压头的面积公式所造成纳米压痕硬度的误差随压头尖端曲率半径的增加而增加; 随压痕深度的增加而降低. 前者说明随着压头尖端曲率半径的增加, 理想压头的面积公式越来越偏离实际情况; 后者说明随着压痕深度的增加, 式 (5b) 中与 ξ 有关项的影响越来越小, 理想压头的面积公式越来越接近实际情况. MTS 公司的纳米压痕仪提供的新压头标称尖端曲率半径为 40~50 nm, 但新压头磨损较快, 如果认为较新压头的曲率半径为 50~100 nm, 较旧的压头为 200~300 nm, 从图 7 可以看出对较新的压头, 使用理想压头的面积公式, 100 nm 以上压痕深度的数据误差在 20% 以下, 20 nm 压痕深度下的误差为 30%~70%; 对于旧压头, 200 nm 以上的误差小于 20%, 20 nm 压痕深度下的误差为 115%~270%. 以上的分析可以得出:

(1) 面积标定的对象应针对 100 nm 以下的实验数据 (旧压头应取 200 nm 以下的数据); 由于大压痕深度下试验数据偏差的绝对值较大, 选取大压痕深度下的实验数据反而会降低标定的精度;

(2) 面积标定其影响区主要在小压痕深度, 而对较大压痕深度的实验结果的影响可以忽略;

(3) 对于较新的压头, 如果采用理想压头的面积公式, 20 nm 压痕 (sink-in 压痕) 深度下纳米硬度的实验结果与大压痕深度的差异应小于 70%, 如果出现非常大的偏差, 压头尖端半径的影响不应是主要原因. 使用该方法可以区分不同影响因素.

3 实验结果与讨论

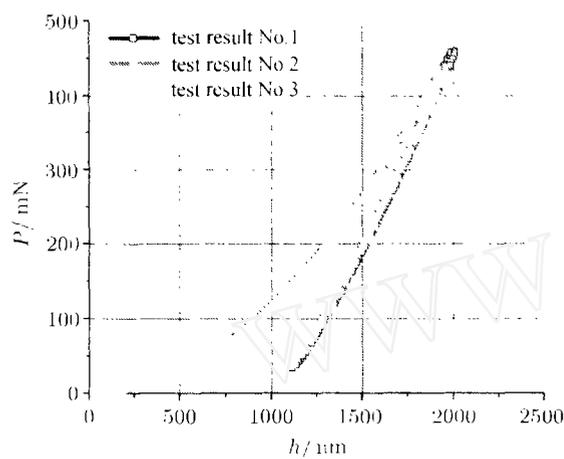
3.1 压痕实验

使用 MTS 公司 Nano Indenter XP, 在中国科学

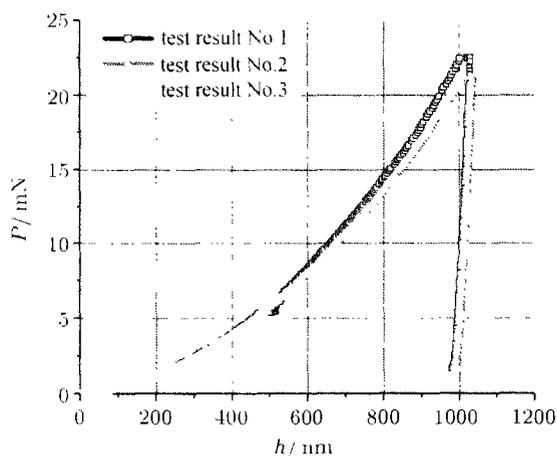
院力学研究所非线性力学国家重点实验室对熔融硅, 钨, 铜, 铝 4 种材料进行了纳米压痕实验, 其中熔融硅是厂家提供的标定材料. 使用的面积公式为

$$A(h_c) = c_0 h_c^2 + \sum_{i=1}^4 c_i h_c^{1.2^{i-1}} \quad (6)$$

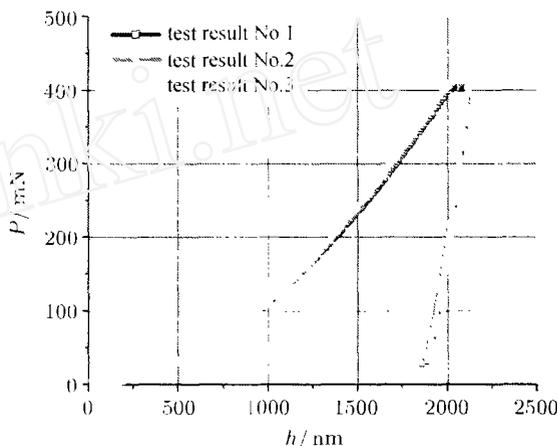
MTS 公司给出的标定结果为 $c_0 = 24.912$, $c_1 = 261.7$, $c_2 = -279.2$, $c_3 = -25.3$, $c_4 = 129.2$. 接触深度公式 $h_c = h - \varepsilon P/S$ 中的 $\varepsilon = 0.75$, 测量方法使用连续刚度法 (CSM). 使用应变率 $\dot{\varepsilon} = 0.05 \text{ nm/s}$ 控制进行实验, 得到的 4 种材料载荷 - 位移曲线如图 8. 从图中可以看出实验数据的重合性较好.



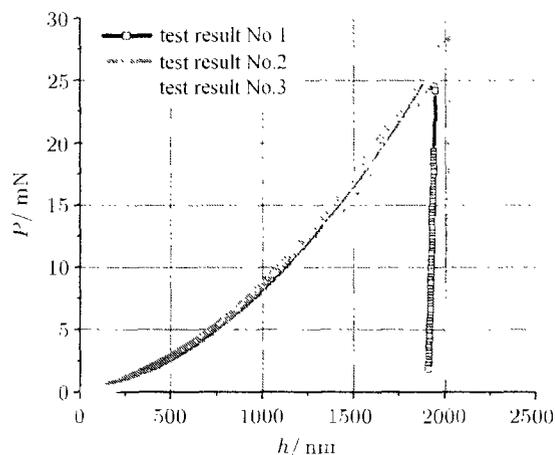
(a) 熔融硅
(a) Fused silica



(c) 铜
(c) Copper



(d) 钨
(d) Tungsten



(b) 铝
(b) Aluminum

图 8 几种材料的载荷 - 位移曲线

Fig.8 The load-displacement curves of four materials

3.2 不同材料压痕实验得到的标定参数与弹性模量

分别使用不同材料的压痕实验数据按照 MTS 公司提供的标准方法与程序进行接触投影面积 $A(h_c)$ 的系数标定, 结果见表 1, 除 $c_0 = 24.912$ 是压头出厂规定的系数, 其它参数均是标定得出, 加权系数均为 0.2. 为了比较总体效果, 以厂家给出的面积系数 (表 1 中的 origin 数据) 为标准, 计算不同材料标定得出的接触面积的标准偏差, 结果见图 9. 从图 9 中曲线可以看出在 100 nm 以下, 对于同一压头, 同样的接触深度, 不同材料得出的接触面积公式的偏差可以大于 60%. 因此在小压痕深度时用 Oliver 和 Pharr 建议的统一的面积公式 (3) 是不合适的.

表 1 由不同材料得到的面积函数系数

Table 1 The area factors calibrated on different materials

	c_0	c_1	c_2	c_3	c_4
origin	24.912	261.70	-279.20	-25.30	129.20
fused silica	24.912	427.91	-171.39	-114.80	37.01
aluminum	24.912	302.39	-1445.15	280.45	1494.18
copper	24.912	-203.91	719.31	21.83	-664.00
tungsten	24.912	407.09	-2195.14	462.02	1624.86

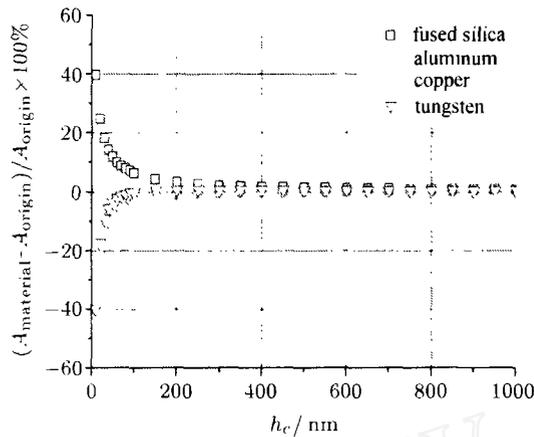


图 9 不同材料标定得出的面积比较

Fig.9 Areas calibration on different materials

O&P 方法标定 C_f 与 $A(h_c)$ 时有一个重要的假设条件: 所有材料的弹性模量 E 为常数, 即 E 不随压痕深度变化. 若取 $A(h_c) = 24.5h_c^2$ 作为式 (1) 中的面积初始估计, 因为采用了近似的面积函数所以弹性模量将随着压痕深度的变化而改变. 因此, 假设 E 为常数然后确定 C_f 与 $A(h_c)$ 的过程本质上是利用实验数据把 E 随压痕深度 h_c 变化的曲线拟合为 E 近似独立于 h_c 的过程. 很显然, 用标定材料得到的 $A(h_c)$ 反算标定材料的 E 应非常接近常数 (近似独立于 h_c); 但该 $A(h_c)$ 用于测试其它材料的 E 时, 这种独立性显然不如标定材料, 其独立程度依赖于该材料与标定材料的相似程度. 由于熔融硅 (fused silica) 性能稳定且实验结果争议最小, 图 10 给出使用不同材料标定的面积函数得到的熔融硅的弹性模量随压痕深度变化曲线. 仅从曲线的变化趋势可以看出: 使用自身标定得到的弹性模量随压痕深度的变化最小, 与 O&P 方法的假设基本吻合; 由其它材料标定得到的弹性模量各不相同. 从而, 基于不同面积函数得到的 $H-h$ 曲线也会不同.

除了面积函数, 材料本身的特性、表面污染、接触零点的确定等都会影响实验结果. 因此, 如果要

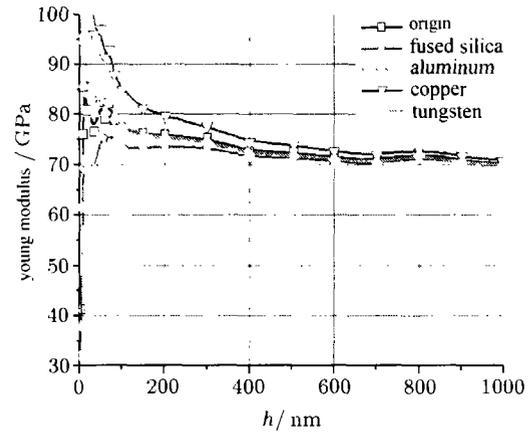


图 10 不同材料标定面积导出的熔融硅弹性模量

Fig.10 Elastic modulus of fused silica obtained from different calibrated factors

研究诸多因素对硬度实验值的影响, 采用一个本身就存在问题的面积函数是不合适的. Oliver^[5] 也曾建议采用加载曲线的斜率而不是接触深度, 但是获得加载曲线斜率的过程, 实际上隐含了材料硬度和弹性模量与深度无关的假设. 所以这种方法的结果也不适合作为压痕硬度尺度效应的证据.

在一些压痕实验中, 确实存在着硬度与弹性模量随压痕深度改变而变化的现象. 在使用实验结果验证新理论时, 应该先排除掉其它因素的影响. 除了表面污染、接触零点确定、材料非均匀性, 接触深度和接触面积的确定也是影响压痕实验结果的重要因素. 常弹性模量的假设是 O&P 方法的基础, 所以由 O&P 方法测得的弹性模量随压痕深度改变而变化的现象, 不可直接作为新理论的依据.

4 结 论

基于 O&P 方法的纳米压痕实验以其简单方便获得广泛的应用, 同时小压痕深度的硬度实验值也引起争议. 有诸多因素可能引起小压痕深度的硬度值奇异, 分析该问题的关键是明确众多影响因素的影响范围, 其中压痕接触面积的确定是一个重要环节, 该因素对实验结果, 特别是小深度下的实验结果具有重要影响. 从本文的分析可以看出:

(1) O&P 实验方法及其给出的实验结果的分析表明, O&P 方法在小压痕深度的适用性值得进一步证实, 例如式 (2) 需要进一步修正以便获得准确的接触深度.

(2) 在大压痕深度且不存在 pile-up 时, 使用统一的面积公式表达 $A(h_c)-h_c$ 的关系是比较精确的.

但在小压痕深度时, 使用统一的面积公式会引起很大的误差。

(3) 就压头几何形状的因素而言, 接触面积标定的重点区域应在小压痕深度, 采用大压痕深度的实验数据反而会降低标定精度。

(4) 弹性模量随压痕深度改变而变化的现象, 是由于采用了对所有压痕深度存在统一面积公式的假设而引起的, 不可直接作为新理论的依据。

致谢 感谢中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室的张泰华提供的有关实验数据。

参 考 文 献

- 1 Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res*, 1992, 7(6): 1546~1583
- 2 McElhenny KW, Vlassak JJ, Nix WD. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *J Mater Res*, 1998, 13(5): 1300~1306
- 3 Takeshi S, Kohichi T. Simplified method for analyzing nanoindentation data and evaluating performance of nanoindentation instruments. *J Mater Res*, 2001, 16(11): 3084~3096
- 4 Thurn J, Cook RF. Simplified area function for sharp indenter tips in depth-sensing indentation. *J Mater Res*, 2002, 17(5): 1143~1146
- 5 Oliver WC. Alternative technique for analyzing instrumented indentation data. *J Mater Res*, 2001, 16(11): 3202~3206
- 6 Sneddon IN. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int J Engng Sci*, 1965, 3: 47~57
- 7 Begley MR, Hutchinson JW. The mechanics of size dependent indentation. *J Mech Phys Solids*, 1998, 46(10): 2049~2068
- 8 Shu JY, Fleck NA. The prediction of a size effect in microindentation. *Int J Solids and Structures*, 1998, 35(13): 1363~1383
- 9 Ma Q, Clarke R. Size dependent hardness of silver single crystals. *J Mater Res*, 1995, 10(4): 853~863
- 10 Wei Y, Wang X, Zhao M. Size effect measurement and characterization in nanoindentation test. *J Mater Res*, 2004, 19(1): 208~217
- 11 Chen SH, Tao CJ, Wang TC. A study of size-dependent microindentation. *Acta Mech*, 2004, 167(1-2): 57~71
- 12 Iost A, Bigot R. Indentation size effect: reality or artefact. *J Mater Sci*, 1996, 31(13): 3573~3577
- 13 Tsui TY, Oliver WC, Pharr GM. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy. *J Mater Res*, 1996, 11(3): 752~759
- 14 Bolshakov A, Oliver WC, Pharr GM. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations. *J Mater Res*, 1996, 11(3): 760~768
- 15 Cheng CM, Cheng YT. On the initial unloading slope in indentation of elastic-plastic solids by an indenter with an axisymmetric smooth profile. *Appl Phys Lett*, 1997, 71(18): 2623~2625
- 16 Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res*, 1988, 1(4): 601~609
- 17 Bolshakov A, Pharr GM. Influences of pile-up on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *J Mater Res*, 1998, 13(4): 1049~1058
- 18 Cheng YT, Cheng CM. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *J Appl Phys*, 1998, 84(3): 1284~1291
- 19 Cheng YT, Cheng CM. Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids. *Int J Solids Structures*, 1999, 36(8): 1231~1243
- 20 Cheng YT, Cheng CM. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Appl Phys Lett*, 1998, 73(5): 614~616
- 21 Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res*, 2004, 19(1): 3~20

COMMENTS ON THE CALIBRATION TECHNIQUE OF THE PROJECTED CONTACT AREA OF NANOINDENTATION TESTER¹⁾

Chen Weimin^{*,2)} Li Min[†] Xu Xiao[†] Wang Yi^{*}

**(Division of Engineering Sciences, Institute of Mechanics, CAS, Beijing 100080, China)*

†(School of Aeronautics Sciences and Technology, Beijing University of Aeronautics and Astronautics, Beijing 100083, China)

Abstract The nanoindentation test techniques especially the O&P method are analyzed and the nanoindentation tests are implemented. The analysis focuses on the determination of the contact area and the depth region of the application. Analysis results show that a common area formula for all materials justifies only at large indentation depth, and such a universal formula may lead to larger errors at small depth. Hence hardness values measured at small indentation depth based on O&P method must be used with care.

Key words nanoindentation, hardness, indentation-size effect

www.cnki.net

Received 28 July 2004, revised 14 April 2005.

1) The project supported by the National Natural Science Foundation of China (10372101)

2) E-mail: wmchen@imech.ac.cn