



百纳米以下压入硬度规律的科学意义和挑战

杨荣^{1,2*}, 张泰华³, 肖攀^{1,2}, 王军^{1,2}, 张群^{1,2,4}, 双飞^{1,2}, 柯孚久⁵, 白以龙^{1,2*}

1. 中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京 100190;

2. 中国科学院大学工程科学学院, 北京 100049;

3. 浙江工业大学机械工程学院, 杭州 310014;

4. 北京强度环境研究所, 北京 100076;

5. 北京航空航天大学物理与核能工程学院, 北京 100191

*联系人, 杨荣, E-mail: yangr@lnm.imech.ac.cn; 白以龙, E-mail: baiyl@lnm.imech.ac.cn

收稿日期: 2018-05-29; 接受日期: 2018-07-25; 网络出版日期: 2018-08-09

国家自然科学基金(编号: 11727803, 11172305, 11432014), 国家重大科学研究计划(编号: 2012CB937500)和中国科学院战略性先导科技专项B类(编号: XDB22000000)资助项目

摘要 仪器化压入是广泛应用的微/纳米力学测试方法, 可靠的百纳米以下压入硬度尺寸效应的规律及其机理是其中尚未完全认识清楚的问题. 本文总结了课题组近期在百纳米以下压入硬度的实验和模拟方面的进展: 通过精确控制试样晶向状态和表面粗糙度, 表征压头尖端曲率, 在大规模分子模拟中引入压头曲率参数, 实现了实验和模拟的衔接和相互校核, 获得了可靠的百纳米以下的压入硬度规律, 并揭示了两种相反的尺寸效应的机理, 即常规的随压入深度减小而增大的硬度尺寸效应来源于压头下方材料中位错的形核和传播, 而与压入初始阶段的相反尺寸效应来源于压头尖端曲率和材料弹性行为之间的耦合效应; 针对压入过程中的位错演化, 系统对比了分子动力学和分子静力学的结果可靠性和计算效率与弛豫时间和能量收敛精度参数的关系, 提出了选取模拟方法和模拟参数的依据.

关键词 纳米压入, 压入硬度, 尺寸效应, 位错, 计算效率

PACS: 62.20.-x, 62.20.F-, 46.80.+j, 07.10.-h

仪器化压入是广泛应用于微/纳米尺度下材料力学参数识别的测试方法. 自1992年Oliver和Pharr^[1]完善分析方法, 发展最大载荷为mN量级的压入仪器以来, 因其表面、微区和微损的特点, 以及在试样制备和测试分析的便利性, 压入技术被广泛应用于众多材料和结构的力学测试. 国内张泰华等人^[2,3]较早从事压入技术方面的研究, 发展了弹塑性^[4-6]、断裂韧性^[7]、蠕变

柔量^[8]和残余应力^[9]等参数识别方法, 系统地开展了从实验理论、方法、技术和应用, 标准研制, 仪器开发等方面的工作^[10]. 目前, 纳米压入仪在压入深度50 nm以上, 测试相对可靠; 在50–10 nm, 测试结果可用^[10]. 然而, 实际测试时, 当压入深度进入纳米尺度, 硬度测试结果出现较大分散, 从而导致硬度规律不清. 因此, 百纳米以下(1–100 nm)压入硬度的规律和机理, 是纳米

引用格式: 杨荣, 张泰华, 肖攀, 等. 百纳米以下压入硬度规律的科学意义和挑战. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2018, 48: 094603

Yang R, Zhang T H, Xiao P, et al. The significance and challenges on determining the size-effect of indentation hardness at nano-scale (in Chinese). Sci Sin-Phys Mech Astron, 2018, 48: 094603, doi: 10.1360/SSPMA2018-00206

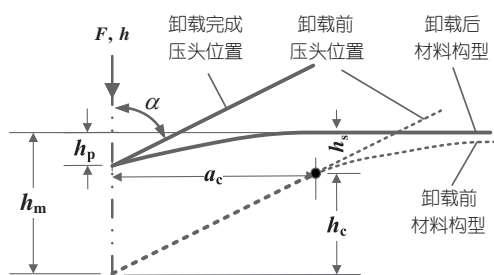


图1 锥形压入剖面及压入参量的示意图

Figure 1 Illustration of indentation parameters with conical indenter.

压入技术中的一个尚未完全认识清楚的基础问题。

本文下面讨论的压入硬度, 它的定义为

$$H = \frac{F}{A(h_c)}$$

其中, F 为压入载荷, 即仪器驱动压头作用在试样上的载荷, A 为压头面积函数, $A(h_c)$ 为对应于接触深度 h_c 的投影接触面积, 压入参量的定义如图1所示。

1 百纳米以下压入硬度规律面临的挑战

百纳米以下压入硬度规律的确定, 面临来自理论、实验和计算方面的挑战。

在理论分析方面, 现有对纳米硬度规律的描述, 缺乏统一的理论框架, 存在着分析盲区。压入尺寸效应 (Indentation Size Effect, ISE) 经常被作为材料“越小越强”的佐证, 规律一般为硬度随着压入深度的减小而升高。Nix和Gao^[11]最早将ISE归于几何必须位错的累积, 并与塑性梯度理论^[11,12]建立了联系。Nix-Gao^[11]模型能很好地刻画在微米尺度的ISE规律, 然而当将它用于解释100 nm以下的压入数据时, 需要对模型进行修正^[13-15]。Swadener等人^[13]在钽和无氧铜上的实验结果显示, Gao模型预测压深为10 nm量级的结果与实验偏差较大, 他们采用连续介质理论, 将压头尖端视为球形, 反而解释了实验结果。可见, 现有的理论分析在描述纳米硬度的变化规律时, 因应用的理论框架不统一, 无法给出统一的解释。

在实验测试方面, 现有的硬度结果分散, 可靠性差。百纳米以下的硬度测试结果, 受到的影响来自仪器分辨能力、环境振动和热漂移造成的噪声、压头尖端形状以及被测材料的性质。研究表明, 材料的加工硬化^[16,17], 晶粒尺度和晶界^[18], 表面粗糙度^[19,20]以及

相变^[21,22]都会对硬度测量造成影响。因此, 压入深度在百纳米以下时, 硬度随深度的变化曲线出现较大的分散性, 因而导致硬度的规律不明。

在数值模拟方面, 现有的基于连续介质理论和微观理论的方法都难以模拟纳米压入的力学行为。纳米压入涉及复杂的原子过程, 完全基于连续介质理论的方法, 如有限元(Finite Element Method, 以下简称FEM)无法模拟此尺度下的材料力学行为。同样, 基于微观表象的方法, 其计算规模尚不能达到与实验尺度相近的空间和时间尺度。对于压入方式, 由于其变形过程的非线性和压头横向几何尺寸的影响, 需要较大的模拟体系。以Berkovich压头为例, 模拟到压入深度100 nm时, 其接触半径大约为280 nm, 为消除边界等影响, 模拟体系的尺度至少约 $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m} \times 0.2 \mu\text{m}$ (原子数约为 10^{10}), 而现有计算机的处理能力较难模拟到此空间尺度。

现有的模拟和实验结果, 在规律和量级上还存在较大的差异。对于单晶铜, 现有的模拟结果^[23]和实验结果^[24]的对比显示, 硬度规律呈现相反的结果, 并且两者之间存在两个数量级的差异, 如图2所示。因此, 如何跨越模拟和实验在硬度量级和空间尺度上达两个量级的鸿沟, 是获得可靠的硬度规律所面临的主要挑战。

目前的分析模型、实验测试和数值模拟都难以获得百纳米以下压入硬度的变化规律, 影响了对硬度尺寸效应机理的认识。

2 硬度的两种相反尺寸效应及机理

针对现有压入硬度结果在分析模型、实验测试和数值模拟方面的问题, 本课题组采取了将实验向10 nm进行, 同时扩大数值模拟规模, 完成了实验和模拟结果在尺度上的衔接, 实现了实验和模拟结果的相互校验, 从而获得了可靠的百纳米以下的压入硬度规律, 并阐述了它的形成机理^[25]。

在实验方面, 选取了单晶铜作为测试材料, 并对材料表面状态和实际使用的压头形状进行了表征。

选取单晶铜作为研究材料, 可以避免晶粒和晶界等对测试的影响。在压入测试前, 采用扫描电子显微镜的电子背散射功能(Electron Back-Scattered Diffraction, 以下简称EBSD)对于试样的晶向进行了表征, 结果

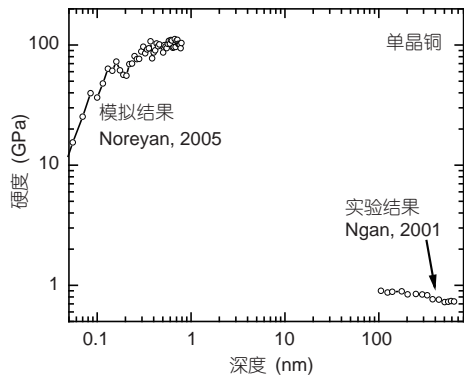


图2 单晶铜模拟和实验结果的对比
Figure 2 Comparison between numerical and experimental results of hardness in single crystal Cu, based on available literatures.

显示材料表面晶向与标称晶向偏差小于 1.5° ，且未观察到明显晶粒和晶界(如图3(a)和(b)所示)；采用原子力显微镜获得试样表面三维形貌(如图3(c)所示)，由形貌计算得到试样表面的粗糙度情况如表1所示. 上述结果表明，试样处于单晶状态，且表面粗糙度在nm量级，它们保证了压入硬度的测试结果分散性在较小的量级.

表1 试样表面粗糙度结果. R_a 为算术平均粗糙度, R_q 为均方根粗糙度, R_t 为最大轮廓波峰高度.

Table 1 Roughness of the specimen surface. R_a is the average roughness (arithmetic average), R_q is the root-mean-square roughness and R_t is the vertical distance from the deepest valley to the highest peak

晶向	R_a (nm)	R_q (nm)	R_t (nm)
(1 0 0)	0.170	0.216	1.98
(1 1 0)	0.201	0.256	2.10
(1 1 1)	0.261	0.348	3.19

在实验前，采用原子力显微镜获取了两个压头的尖端形貌，并采用扫描电子显微镜获得了两个压头的二维投影. 三维形貌反演和二维投影的结果显示，两个压头的尖端曲率半径分别为95.9 nm(Tip-100)和151.4 nm(Tip-150).

压入实验在Agilent Nano Indenter G200上进行. 在压入测试前，采用熔融石英标准试样对350 nm以内的压头进行了面积函数的标定. 实验采用连续刚度法(Continuous Stiffness Method, 以下简称CSM), 加载速率 0.05 s^{-1} ，单个载荷或深度至少进行20次压入实验，

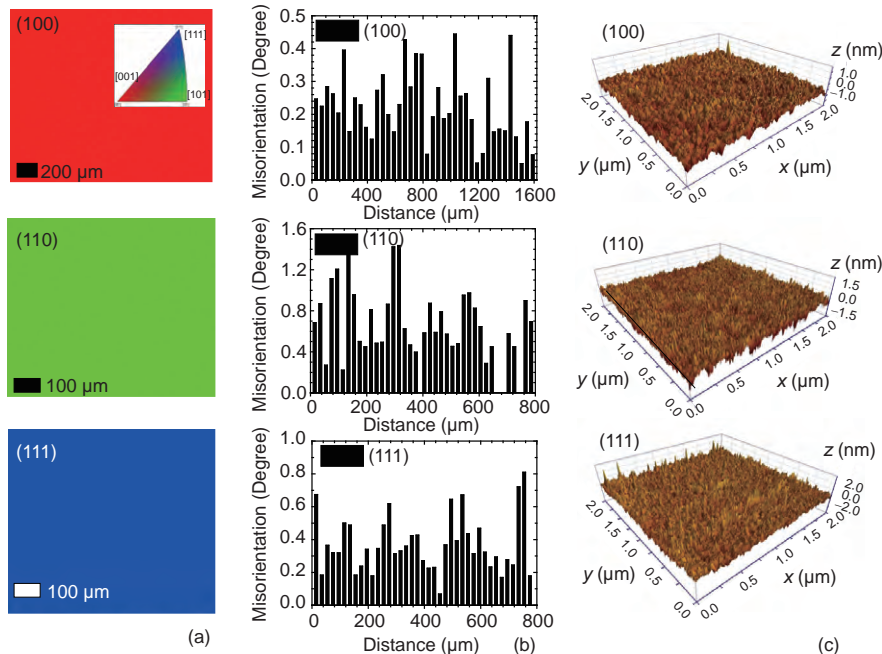


图3 (网络版彩图)单晶铜试样的晶向和粗糙度表征. (a) 三种晶向的试样表面EBSD图, 没有观察到明显的晶粒和晶界; (b) 表面晶向与预设晶向偏差度数小于 1.5° ; (c) 试样表面形貌, 扫描尺寸 $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$, 粗糙度 R_t 小于3 nm

Figure 3 (Color online) Specimen specifications. (a) EBSD map for the surface orientation of (100), (110) and (111), no apparent grains and grain boundaries are observed; (b) misorientation profiles of the surface to the presumed orientations, the misorientations are within 1.5° ; (c) surface morphology of specimens, scan size of $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$, the roughness peaks are under 3 nm.

试样的晶向包括(100)、(110)和(111)方向.

实验结果如图4(a)–(c)所示, 它显示出载荷-深度曲线以及压头半径对硬度的影响有较好的重复性. 压头尖端曲率的增加, 导致载荷的增加和硬度的降低^[25]. 硬度呈现两种相反的尺寸效应, 它随深度的减小, 出现先增后减的趋势. 载荷曲线上可观察到位移的“突

跳”, 它对应于每次硬度曲线的突降.

为了理解两种相反尺寸效应的机理, 我们考虑压头尖端曲率的影响, 采用Lammps分子动力学(Molecular Dynamic, MD)程序模拟了压入过程, 并研究了大规模模拟的加速算法, 这部分工作将在第3部分进行介绍. 模拟在天河II号上进行, 最大模拟原子数为1.6亿,

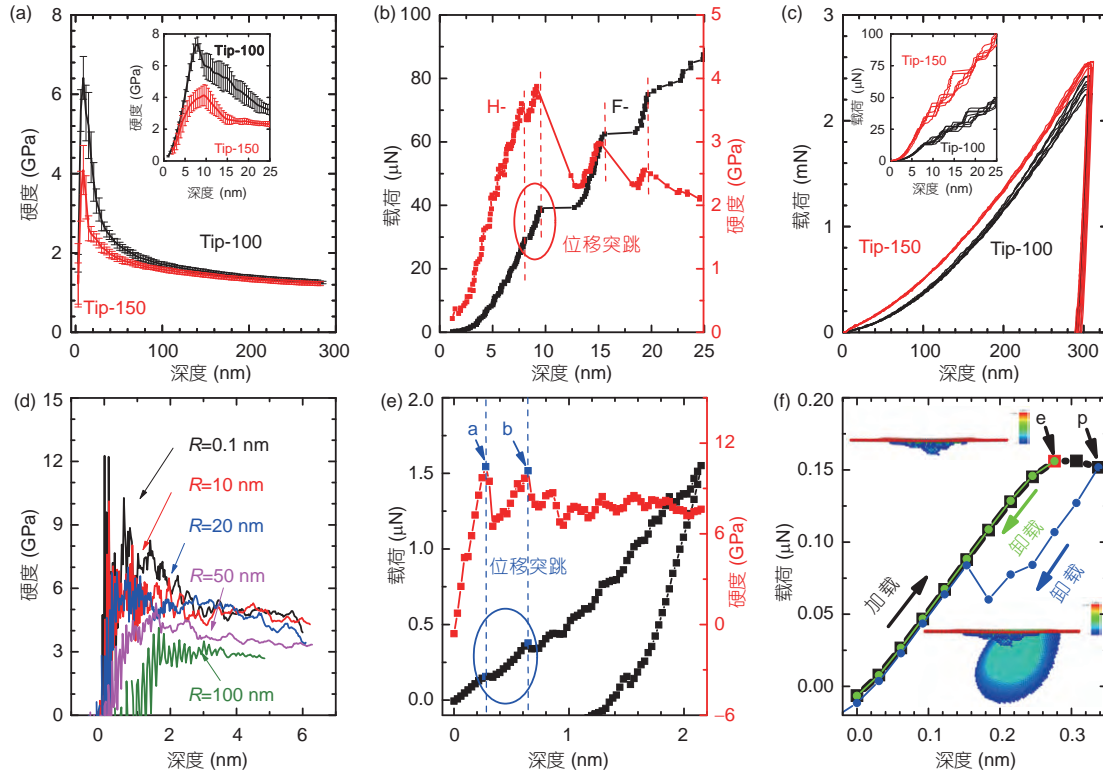


图 4 (网络版彩图)单晶铜压入实验和模拟结果. (a) 单晶铜硬度实验结果. 硬度随压入深度减小呈现先增后减的趋势, 在压深为8–10 nm范围出现硬度峰值. Tip-100硬度峰值较高, 且硬度峰值对应的压入深度较浅. 压头曲率对硬度的影响随压深增加而减弱. (b) 载荷曲线上的位移“突跳”对应于每次硬度曲线的突降. (c) 采用尖端半径为100和150 nm的压头得到的载荷-深度曲线. 压入深度在8–25 nm之间, 曲线出现分散, 分散性来自于曲线中的位移“突跳”. 上述深度区间以外, 曲线的重复性较好, 压头半径为150 nm的载荷曲线高于100 nm结果. (d) 单晶铜的硬度模拟结果显示, 压头半径越大, 硬度越小. (e) $R=10$ nm, $T=0$ K对应的载荷曲线上出现与实验相似的位移“突跳”, 每次突跳对应于硬度值的突降. (f) 加载到0.3 nm时的加卸载曲线及对应的中心对称参数. 加载到e点前, 加载与卸载曲线重合, 中心对称参数显示晶格畸变不显著, 且压头撤出之后, 晶格能恢复到初始的状态; 当加载深度到e点之后, 加卸载曲线之间存在一个迟滞环, 此时晶格变形已不可逆. 中心对称参数显示, 在此过程中发生了一次层错和位错发射, 压头撤出之后, 晶格不能恢复到初始的状态

Figure 4 (Color online) Experiment and simulation results of indentation on Cu. (a) Hardness curves of the Cu samples. The hardness goes up then goes down as the indentation depth decreases, the transition occurs in the range of 8–10 nm, and peak value can be observed in this range too. Hardness value is higher for Tip-100, the corresponding depth to the hardness peak is lower than that of Tip-150. The effect of the tip radius abates when the indentation depth is over 100 nm. (b) Displacement “bursts” in the loading curves. They correlate to each drop in hardness curve. (c) Force-depth curves obtained using two indenters with 100 and 150 nm tip radius, respectively. The repeatability of the experiments is good when indentation depth is within 10 nm and over 25 nm. In the range of 8–25 nm, the curves separate due to displacement “bursts” patterns in the curves. The 150 nm tip loading curves are higher compare to these of 100 nm tip. (d) Hardness curves of the Cu. The hardness is lower with larger tip radius. (e) Displacement “bursts” patterns in the loading curves for the case of $R=10$ nm at 0 K. This is similar to that from the experiments, and each drop of hardness value coincides with a burst in displacement curve. (f) A close look at the loading and unloading curves at shallow depth, and CSP distributions after the indenter is retrieved from the sample at step point e and p. The loading and unloading curves converge with each other before step point e, and CSP map shows the distortion of the lattice is not great and after the indenter is removed, the lattice will recover to origin state; and then a hysteresis loop emerges when loading beyond step point e, indicating the deformation is not reversible. CSP map shown stacking fault and dislocation initiate, and the lattice cannot be restored to its origin state after the indenter retrieves from the sample.

最大压入深度达到了16 nm. 模拟的参数主要包括: 压头半径 $R = 0.1$ (对应于压头尖端仅有一个碳原子的理想尖锥), 10, 20, 50和100 nm; 单晶铜表面晶向(100)、(110)和(111)方向; 温度0 K和300 K. 相应的模拟结果如图4(d)–(f)所示. 模拟结果显示^[25]与实验结果相同的现象, 即硬度随压入深度的减小呈现先增后减的趋势, 峰值出现在0.3–2 nm之间. 随着压头半径的增大, 载荷增大, 而硬度值减小, 硬度峰值出现的深度增大. 载荷曲线位移发生突跳的位置对应于硬度突降的位置. 进一步的加卸载曲线和中心对称参数图(Centro-Symmetry Parameter, 以下简称CSP)显示(图4(f)), 在达到e点以前, 加卸载曲线完全重合, 材料响应呈现与宏观“弹性”相同的响应, 压头从材料中撤出后, 压入过程造成的晶格畸变能够完全消除. 当压入深度达到p点以后, 加卸载曲线不再重合, 表现出宏观“塑性”相同的响应, 有一部分能量被耗散; 在e点到p点加载过程中, 发生了一次层错和位错发射; 此时压头从材料中撤出后, 晶格的畸变不能完全消除.

3 针对压入的大规模模拟加速算法

为了提升模拟效率, 从而达到更大的模拟尺度, 本课题组针对现有的MD和MS(分子静力学)方法, 对于压入过程中的位错形核、传播和演化过程中计算效率进行了系统的研究^[26], 旨在发展能真实刻画上述压入过程的大规模模拟的加速算法.

针对MD和MS方法, 通过对压入过程中的位错演化的对比, 研究了控制计算效率和可靠性的因素. 结果如图5所示, 改变MD的迟豫时间和MS方法的能量收敛精度, 虽然各种模拟能获得相似的压入载荷-深度曲线, 但是它们在位错形态以及计算效率差别显著. 相比与MD方法, 能量极小化方法能获得更复杂的位错形态, 但随着压深的增加, 计算量呈非线性增长(MD计算量随压深线性增长), 因此能量极小化算法只在小压深有较高的计算效率, 而压深较大时计算效率较低. 特别值得注意的是, 极小化算法增量步的耗时强烈依赖于位错环的传播, 因此当位错环发生长距离传播时, 计算耗时显著增加. MD计算复杂的位错形态耗时较少, 但是受制于预置的迟豫时间, 不进行位错环传播是否进入稳态的判断, 因此导致计算得到的位错发展不完全^[26].

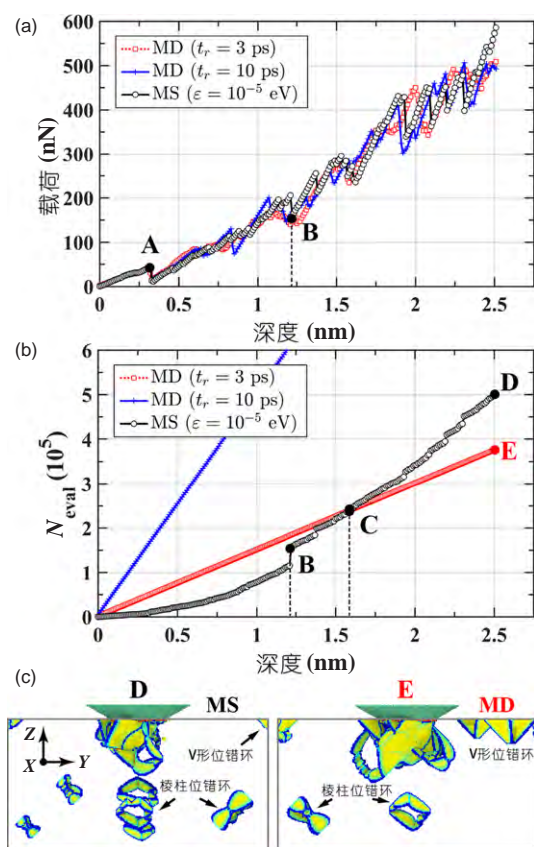


图5 (网络版彩图)分子动力学和分子静力学计算压入结果的对比. (a) 压入载荷; (b) MD和MS累积计算量与压入深度的关系; (c) MD和MS最后一个加载步的位错分布

Figure 5 (Color online) (a) Indentation force and (b) accumulated times of force evaluation versus indentation depth obtained in MD and MS simulations. (c) Dislocation distribution obtained in MD and MS simulations at the last loading step.

基于上述结果, 通过提出限定最大迭代次数或采用消除分离位错环算法, 为发展大规模纳米压入加速算法提供了新思路.

4 材料和方法

相关的试样材料准备、晶向和表面状态确定、压头形状表征、实验参数设置和计算参数设置, 在论文^[25]中已经做了详细论述, 在此不再赘述.

5 讨论和结论

本文研究的压入硬度, 是材料和压头耦合作用的参量. 压入硬度不是材料的内禀物理量, 它是反映材料抵抗压头侵入能力的综合参量, 宏观测试中, 它容

易测量并且与材料的本征参量存在一定的联系, 如 Tabor^[27]发现金属的宏观压入硬度与屈服强度 σ_y 近似存在如下线性关系,

$$H \approx 3\sigma_y.$$

郑哲敏和郑仰泽^[28-30]发现硬度 H 与折合模量 E_r 比值与压入卸载功 W_u 和总功 W_t 比值之间近似的标度关系,

$$\frac{H}{E_r} \approx \kappa \frac{W_u}{W_t}.$$

张泰华课题组^[31]也基于此发展了测定脆性材料断裂韧度等参数的测试方法, 因此获得纳米尺度可靠的硬度, 对于认识材料在纳米尺度的力学行为和响应, 建立可靠的纳/微尺度表征方法有一定的意义.

为了保证实验和模拟结果可相互校核, 本文实验和模拟的数据处理, 采用了相似的定义. 实验中对压入硬度影响最大的因素来自于接触面积, 如试样与压头之间的吸引导致的接触零点的不确定性, 试样与压头之间的黏附对卸载接触力的影响, 以及材料的sink-in和pile-up效应等. 实验^[32]和模拟(如图6所示)结果显示, 由于试样与压头之间的吸引作用, 会导致加载曲线初始阶段存在为载荷为负值的阶段(定义试样与压头距离无穷远处时的载荷为零), 实验和模拟中将载荷-深度曲线的加载段与载荷为零的轴相交的最后一点选取为载荷和深度的零点. 模拟采用判断接触原子的方法来求接触面积. 压头压入试样的过程中, 将压头原子与试样原子之间的相互作用表现为排斥作用的压头原子定义为“接触原子”, 通过判断压入过程每一时刻压头的“接触原子”坐标, 将所有接触原子的坐标沿垂直方向投影, 就得到了该时刻的投影接触面积. 该方法不受压头形状的限制, 且不受材料pile-up或sink-in的影响. 而压头与试样的黏附作用, 会导致载荷-深度曲线最终阶段呈现载荷为负值的现象, 本文并未考虑卸载的最终阶段对于硬度影响. 模拟中可以确定材料在压入过程中是发生sink-in还是pile-up, 但在实验中确定这两种效应有很大的难度, 因此本文未对这两种效应在实验和模拟中的结果进行对比和校核.

本文的主要结论如下: 实验和模拟结果表明, 压入深度减小到纳米尺度时, 微米尺度下的压入尺寸效应(随压深减小而硬度增加)不再适用. 在纳米尺度, 存在两种相反的硬度尺寸效应, 两者的切换发生在2-25 nm

(如图7(a)所示). 随压深减小而减小的尺寸效应与压头尖端半径相关, 随着压头半径的增大, 硬度峰值降低(如图7(b)所示). 基于连续介质模型^[33,34]和前期工作^[5,35], 假设单晶铜为线弹性材料, 可以给出硬度峰值最大值约为21.48 GPa(图7(b)中的红色实心点). 实验结果、模拟结果和解析结果符合相似的规律, 可采用幂指数进行拟合, 从而给出压头半径为其他值时的硬度峰值估计.

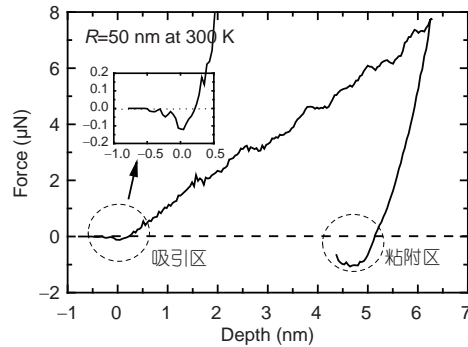


图6 模拟结果中的试样与压头作用的吸引区和黏附区, 以及接触零点的定义

Figure 6 The regimes when attractive and adhesive force between the sample and the indenter influence the simulation results, and the definition of zero point for force and depth.

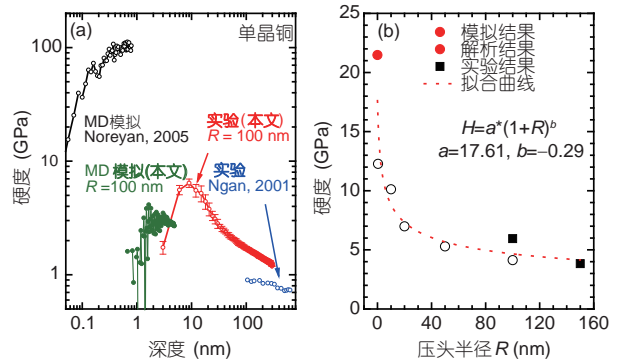


图7 (网络版彩图) (a) 单晶铜压入实验和模拟结果对比. 本文结果与文献工作^[23,24]对比. (b) 硬度峰值与压头半径的关系. 实验结果(黑色实心点), 模拟结果(黑色空心点)和连续介质模型结果(红色实心点)符合相似的规律, 对数据进行幂指数拟合的曲线(红色虚线). 模拟和实验结果在 $R=100$ nm有重叠.

Figure 7 (Color online) (a) Experiment and simulation results of hardness of Cu in this paper, along with results from available literatures. (b) Hardness peak value over the tip radius. The results from experiment (black solid dots), simulation (black round circles) and analytical (red round dot) seem follow the same trend, a power-law fitting curve (red dotted-line) to the data is plotted in the figure. The simulation and experiment results overlap at $R = 100$ nm.

百纳米以下硬度的两种相反的尺寸效应, 是压头尖端半径与材料本征性能在纳米尺度耦合和竞争的结果. 压入的初始阶段, 由于压头尖端半径的存在, 材料主要发生弹性变形, 表现为加载和卸载曲线重合, 在模拟结果中, 还可以观察到加卸载前后晶格畸变的完全恢复. 当压深继续增加, 晶格畸变继续增大, 出现层错和位错发射之后, 加卸载曲线不再重合, 材料发生不可恢复的塑性变形, 对应的模拟结果可以观察到晶格畸变保留在材料体系中, 这个过程一般对应于位移的突跳和硬度峰值的降低. 随着压入的进行, 位错环不断形核位并传播, 导致硬度值的逐渐降低. MD和MS方

法都可以获得相似的载荷-深度曲线, 但得到的位错形态, 受制于弛豫时间和收敛精度的选取. 在压入开始阶段, MS方法有很高的效率, 但是随着位错的出现和演化, 特别是后期大量位错出现和传播的情况下, MS方法的效率急剧降低, 计算时间反而比固定弛豫时间的MD方法更长. 和MS结果相比, MD的位错发展更不完全, 因此弛豫时间的选取对位错形态有很大的影响. 从MD和MS结果来看, 位错传播到距离压头较远的区域时, 对压入的载荷-深度曲线将无明显影响, 因此限定最大迭代次数或采用消除分离位错环算法, 可以极大地加速大规模纳米压入模拟.

致谢 感谢北京大学夏蒙禁教授对于相关工作长期以来的支持和指导.

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: 1564–1583
- 2 Zhang T H, Yang Y M. Development and application of nano-hardness techniques (in Chinese). *Adv Mech*, 2002, 32: 349–364 [张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应. *力学进展*, 2002, 32: 349–364]
- 3 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应. 北京: 机械工业出版社, 2004
- 4 Jiang P, Zhang T, Feng Y, et al. Determination of plastic properties by instrumented spherical indentation: Expanding cavity model and similarity solution approach. *J Mater Res*, 2009, 24: 1045–1053
- 5 Yang R, Zhang T, Jiang P, et al. Experimental verification and theoretical analysis of the relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Appl Phys Lett*, 2008, 92: 231906
- 6 Yu C, Yang R, Feng Y, et al. Relationships between the work recovery ratio of indentation and plastic parameters for instrumented spherical indentation. *MRC*, 2015, 5: 89–94
- 7 Zhang T, Feng Y, Yang R, et al. A method to determine fracture toughness using cube-corner indentation. *Scripta Mater*, 2010, 62: 199–201
- 8 Peng G, Zhang T, Feng Y, et al. Determination of shear creep compliance of linear viscoelastic solids by instrumented indentation when the contact area has a single maximum. *J Mater Res*, 2012, 27: 1565–1572
- 9 Lu Z, Feng Y, Peng G, et al. Estimation of surface equi-biaxial residual stress by using instrumented sharp indentation. *Mater Sci Eng-A*, 2014, 614: 264–272
- 10 张泰华. 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. 北京: 科学出版社, 2013. 106
- 11 Nix W D, Gao H. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids*, 1998, 46: 411–425
- 12 Aifantis E C. Gradient Plasticity. *Handbook of Materials Behavior Models*. Lemaitre J. Burlington: Academic Press, 2001, 281
- 13 Swadener J G, George E P, Pharr G M. The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes. *J Mech Phys Solids*, 2002, 50: 681–694
- 14 Feng G, Nix W D. Indentation size effect in MgO. *Scripta Mater*, 2004, 51: 599–603
- 15 Elmustafa A A, Stone D S. Nanoindentation and the indentation size effect: Kinetics of deformation and strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids*, 2003, 51: 357–381
- 16 Gerk A P. The effect of work-hardening upon the hardness of solids: Minimum hardness. *J Mater Sci*, 1977, 12: 735–738
- 17 Poole W J, Ashby M F, Fleck N A. Micro-hardness of annealed and work-hardened copper polycrystals. *Scripta Mater*, 1996, 34: 559–564
- 18 Yang B, Vehoff H. Dependence of nanohardness upon indentation size and grain size—A local examination of the interaction between

- dislocations and grain boundaries. *Acta Mater*, 2007, 55: 849–856
- 19 Chuah H G, Ripin Z M. Quantifying the surface roughness effect in microindentation using a proportional specimen resistance model. *J Mater Sci*, 2013, 48: 6293–6306
- 20 Xia Y, Bigerelle M, Marteau J, et al. Effect of surface roughness in the determination of the mechanical properties of material using nanoindentation test. *Scanning*, 2014, 36: 134–149
- 21 Bhushan B, Nosonovsky M. Comprehensive model for scale effects in friction due to adhesion and two- and three-body deformation (plowing). *Acta Mater*, 2004, 52: 2461–2474
- 22 Jang J, Lance M J, Wen S, et al. Indentation-induced phase transformations in silicon: Influences of load, rate and indenter angle on the transformation behavior. *Acta Mater*, 2005, 53: 1759–1770
- 23 Noreyan A, Amar J G, Marinescu I. Molecular dynamics simulations of nanoindentation of -SiC with diamond indenter. *Mater Sci Eng-B*, 2005, 117: 235–240
- 24 Liu Y, Ngan A H W. Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation. *Scripta Mater*, 2001, 44: 237–241
- 25 Yang R, Zhang Q, Xiao P, et al. Two opposite size effects of hardness at real nano-scale and their distinct origins. *Sci Rep*, 2017, 7: 16053
- 26 Shuang F, Xiao P, Ke F, et al. Efficiency and fidelity of molecular simulations relevant to dislocation evolutions. *Comput Mater Sci*, 2017, 139: 266–272
- 27 Tabor D. *The Hardness of Metals*. London: Oxford University Press, 1951
- 28 Cheng Y T, Cheng C M. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Mater Sci Eng-R-Rep*, 2004, 44: 91–149
- 29 Cheng Y T, Cheng C M. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *J Appl Phys*, 1998, 84: 1284–1291
- 30 Cheng C M, Cheng Y T. On the initial unloading slope in indentation of elastic-plastic solids by an indenter with an axisymmetric smooth profile. *Appl Phys Lett*, 1997, 71: 2623–2625
- 31 Feng Y, Zhang T, Yang R. A work approach to determine vickers indentation fracture toughness. *J Am Ceramic Soc*, 2011, 94: 332–335
- 32 Huan Y, Liu D, Yang R, et al. Analysis of the practical force accuracy of electromagnet-based nanoindenters. *Measurement*, 2010, 43: 1090–1093
- 33 Johnson K L. *Contact Mechanics*. Cambridge: Cambridge University Press, 1985
- 34 Sneddon I N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int J Eng Sci*, 1965, 3: 47–57
- 35 Yang R, Zhang T, Feng Y. Theoretical analysis of the relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation for work-hardening materials. *J Mater Res*, 2010, 25: 2072–2077

The significance and challenges on determining the size-effect of indentation hardness at nano-scale

YANG Rong^{1,2*}, ZHANG TaiHua³, XIAO Pan^{1,2}, WANG Jun^{1,2}, ZHANG Qun^{1,2,4},
SHUANG Fei^{1,2}, KE FuJiu⁵ & BAI YiLong^{1,2*}

¹ State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;

² School of Engineering Sciences, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

³ College of Mechanical Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China;

⁴ Beijing Institute of Structure and Environment Engineering, Beijing 100076, China;

⁵ School of Physics and Nuclear Energy Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China

Instrumented indentation is a method that has been widely used to obtain material properties at micro and nano scale, yet creditable indentation size effect at real nano-scale and its mechanism are still unsolved. This paper summarizes our recent work on progresses in experimental and simulation approaches to this problem. By confirming the crystalline orientations and the surface roughness of the sample, obtaining the tip radius of the indenters, as well as considering tip radius in large-scale molecular simulation, the gap between the experiment and simulation results is bridged, and these two results can be cross verified with each other, which leads to a reliable hardness trend over the indentation depth at nano-scale. Two opposite size effects are observed, and their different mechanisms are revealed, as the conventional size effect results from the plastic behavior such as dislocation nucleation and propagation in the sample beneath the indenter, while the initial reverse size effect is due to the combined effect of the indenter roundness and elastic behavior of the material. Systematic investigation on the efficiency and fidelity of MD and MS is carried out, on problem of the dislocation evolution during indentation, the influence of the relaxation time and convergence resolution on the load curve and dislocation patterns are studied, and suggestion on choice of two simulation methods and the relaxation time and convergence resolution are given.

nano-indentation, indentation hardness, size effect, dislocation, computational efficiency

PACS: 62.20.-x, 62.20.F-, 46.80.+j, 07.10.-h

doi: 10.1360/SSPMA2018-00206