

研究综述

【特邀稿】

面心立方金属材料压入初期突变现象的位错机制

汪可华¹, 宋宝睿², 涂文静¹, 李雁淮², 王福德³, 陈坚¹

(1.东南大学 材料科学与工程学院, 南京 211189; 2.西安交通大学 材料科学与工程学院, 西安 710049; 3.首都航天机械有限公司, 北京 100076)

摘要: 接触应力是引发金属构件形变与失效的重要来源之一。为了理解材料的力学行为与失效机制, 研究者对接触条件下位错的产生与运动开展了大量研究。然而由于实验技术的限制, 对接触初期塑性变形机理的认识仍较为薄弱。近年来得益于原位表征和高测试精度的优点, 仪器化纳米压入技术被陆续地应用于研究材料接触初期变形行为, 尤其针对面心立方结构 (FCC) 的金属材料, 结合模拟分析与微观表征, 大大促进了对相关位错行为的理解。因此, 在简要介绍仪器化纳米压入技术的特点、模型及应用的基础之上, 首先, 介绍了纳米压入接触初期载荷-位移曲线的突变现象, 讨论了其与位错行为的关系; 其次, 重点以面心立方金属材料为对象, 从位错萌生和位错运动与反应两个方面分别介绍了二者与突变现象的关系, 并结合文献报道, 详细讨论了压入过程位错萌生的影响因素, 以及位错运动与反应机制; 最后, 进行了总结和展望, 提出借助多种先进实验和模拟方法的交叉使用, 将有助于揭示接触条件下的位错行为, 从而为仪器化纳米压入技术的发展和理解接触条件下金属材料的变形与失效提供理论基础。

关键词: 初期塑性; 纳米压入; 载荷-位移曲线; 位错

中图分类号: TG668 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)01-0094-09

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.01.012

Dislocation Mechanism of Discontinuous Phenomenon in Incipient Stage of Face-centered Cubic Metal Indentation

WANG Ke-hua¹, SONG Bao-rui², TU Wen-jing¹, LI Yan-huai², WANG Fu-de³, CHEN Jian¹

(1.School of Materials Science and Engineering, Southeast University, Nanjing 211189, China;

2.School of Materials Science and Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China;

3.Capital Aerospace Machinery Company Co. Ltd, Beijing 100076, China)

ABSTRACT: Contact stress is one of the main sources causing deformation and failure of metallic engineering components. In order to investigate the mechanical behavior and failure mechanism of materials, many studies have been carried out to explore the nucleation and motion of dislocation under contact condition. Unfortunately, the knowledge of incipient plasticity are still unclear due to the limitation of testing technologies. With the advantages of in-situ characterization and high resolution, instrumental nanoindentation has been increasingly used to study incipient plasticity in recent years, especially for face-centered

收稿日期: 2019-06-20; 修订日期: 2019-07-29

Received: 2019-06-20; Revised: 2019-07-29

基金项目: 国家自然科学基金 (11472080); 一院高校联合创新基金 (CALT201709)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (11472080), China Academy of Launch Vehicle Technology and University Joint Innovation Fund (CALT201709)

作者简介: 汪可华 (1994—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为微纳米力学与 3D 打印钛合金。

Biography: WANG Ke-hua (1994—), Male, Master, Research focus: micro/nano scale mechanics and additive manufacturing titanium alloy.

通讯作者: 陈坚 (1978—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为表面工程、先进储能材料、微纳米力学。邮箱: j.chen@seu.edu.cn

Corresponding author: CHEN Jian (1978—), Male, Doctor, Professor, Research focus: surface engineering, advanced storage materials, micro/nano scale mechanics. E-mail: j.chen@seu.edu.cn

cubic metals, which further boosts the understanding of the dislocation behavior by combining simulation and advanced characterization methods. Therefore, based on the brief introduction of the characteristics, analysis model and applications of instrumental nanoindentation, the discontinuities of load-displacement curve were introduced and the relationship with dislocation behavior was discussed. Secondly, focusing on face-centered cubic metal materials, the relationship between dislocation initiation and dislocation motion and reaction and discontinuities were illustrated respectively. Based on literature review, the influencing factors of nucleation and the mechanism of motion and reaction were discussed in details. Finally, conclusion and prospect were put forward. Multiple application of advanced experimental and modelling methods will benefit the disclosure of dislocation behavior under contact, thus providing the theoretic basis for the development of instrumental nanoindentation and understanding of deformation and failure of metallic materials under contact.

KEY WORDS: incipient plasticity; nanoindentation; load-displacement curve; dislocation

金属结构材料在服役过程中往往承受接触应力作用, 引发的局部高应力会诱发位错的萌生与运动, 在表面产生不可恢复的变形, 成为失效的潜在区域^[1]。因此, 研究接触过程中位错机制及其作用一直是学术界与工业界关心的课题。然而受限于实验与分析技术, 对于接触初期的位错萌生与运动研究较为薄弱。

基于深度敏感的仪器化纳米压入技术拥有高载荷精度、位移精度以及空间分辨率, 被广泛用于评价材料微纳尺度弹塑性力学性能, 如表面特征组织、微纳器件和薄膜材料等^[2-5]。同时, 研究者发现在接触初期多种单晶与多晶材料内部发生位错滑移、位错攀移、孪生和相变等组织变化时, 压入载荷-位移 ($P-h$) 曲线上会产生突变现象, 这为研究相关位错萌生与运动提供了新的研究视角^[6-7]。得益于面心立方结构 (FCC) 材料简易的滑移系构成和较好的塑性变形能力, 目前国内外研究者采用纳米压入实验对 Al、Cu、Au 等多种面心立方金属材料展开了一系列工作, 结合电镜表征 (如透射电镜 TEM、扫描隧道显微镜 STM 等) 研究了压头下方的显微组织^[6-9]; 进一步借助分子动力学 (molecular dynamics) 模拟, 从原子尺度重构了位错等缺陷在压入过程中的演变^[10-12], 从而对其压入初期的位错萌生和演变过程形成了较为丰富的研究结果^[13-14]。

然而由于相关理论仍不成熟, 且不同理论对位错萌生与运动的描述仍有差异, 如位错萌生位置、位错反应机制以及 $P-h$ 曲线的响应等, 在实际研究和应用中极易造成混淆。因此, 本文将对面心立方金属材料表面纳米压入初期位错萌生和运动的研究现状进行综述。首先, 简要地介绍纳米压入技术、理论模型和应用; 其次, 以材料初期压入 $P-h$ 曲线的突变为关注点, 重点阐明其位错萌生、运动和反应过程的相关研究; 最后, 将对本文的内容进行总结和展望, 以期为进一步晶体结构材料的相关研究提供理论指导和实验参考。

1 纳米压入技术概述

仪器化纳米压入仪 (简称纳米压入仪) 作为一种

新型的力学性能测试设备, 主要由制动器模块 (actuators)、传感器模块 (sensors) 和其他自动化及控制模块组成^[5], 如图 1a 所示。其中制动器能够将刚性压头以一定的载荷速率 (载荷控制模式) 或者位移速率 (位移控制模式) 与试样表面发生相互作用, 传感器则可以实时地监测压入过程中承受的载荷和压入的深度。相较于传统的硬度测试技术, 纳米压入仪具有极高的载荷精度 (10~100 nN)、位移精度 (0.1 nm) 以及空间分辨率 (1~100 nm)^[4], 易于获得材料微纳尺度下的力学响应, 进而结合理论模型分析载荷与位移数据, 推导出一系列力学参量, 避免了人工测量投影面积的误差, 因此被广泛地应用于表征微纳尺度下的材料力学性能。

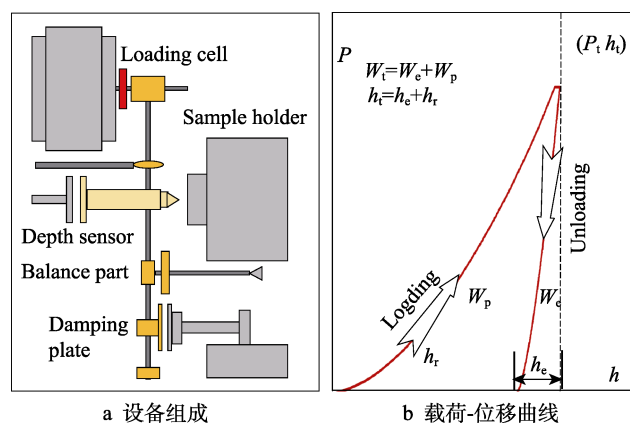


图 1 仪器化纳米压入设备组成示意图及典型的纳米压入载荷-位移曲线

Fig.1 (a) Schematic diagram of components in instrumental nanoindentation device and (b) typical nanoindentation load-depth curve

理想 $P-h$ 曲线如图 1b 所示, 在压入初期表现出完全弹性变形响应, 载荷 P 和深度 h 满足 Hertz 弹性接触理论^[15]。随着载荷的增加, 塑性变形出现在压头下方最大剪切应力区, $P-h$ 曲线偏离弹性接触关系进入弹塑性流变阶段, 最终到达最大深度 h_1 (相应载荷为 P_1)。卸载阶段可被视为完全弹性过程, 弹性回复深度为 h_e , 材料表面留下深度为 h_r 的残余压痕, $P-h$

卸载曲线可用线性或幂函数关系拟合^[3,16]。压头在载荷驱动下所做的压入总功 W_t 由塑性变形功 W_p 和弹性变形功 W_e 两部分组成, 分别对应于图 1b 中 $P-h$ 曲线包围的面积和卸载线的积分面积^[17]。

通过对图 1b 的 $P-h$ 曲线理论分析可获得诸多材料力学性能, 其中运用最广泛的是采用 Oliver-Pharr 方法或者能量法计算压入硬度 H 和弹性模量 E , 相应的理论模型和规范标准已较成熟^[3,18]。此外, 如蠕变性能^[19-20]、弹性模量、屈服强度、硬化指数和应力-应变关系等也均有广泛研究^[21-24], 并且在诸多金属^[25]、陶瓷^[26-27]和复合材料^[28]中已经得到了实践验证。此外, 纳米压入仪在不同的试验环境下, 如高温、低温和液体中, 也表现出优秀的环境适应能力^[29-30]。

2 $P-h$ 曲线“突变”现象

众多的单晶和多晶材料在压入过程中常出现 $P-h$ 曲线的不连续突变现象^[8,13,31-32]。对于载荷控制的试验, 在一定压入载荷范围内出现位移爆发 (displacement bursts) 的现象, 对于位移控制的测试则出现载荷陡降 (load drops) 的现象, 如图 2 所示。

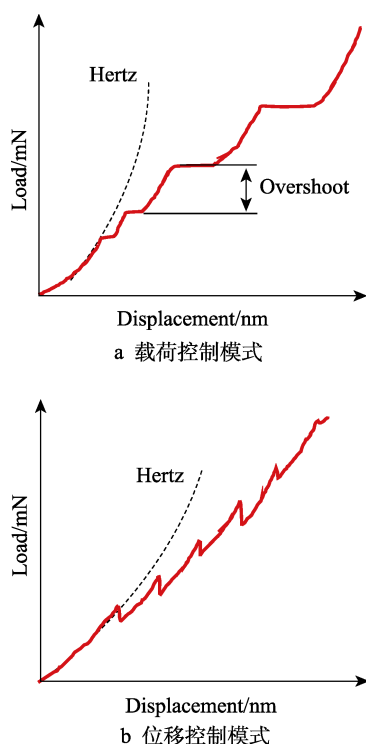


图 2 初期压入载荷-位移曲线中典型的突变现象
Fig.2 Typical burst phenomenon in incipient load-displacement curve: (a) load control mode; (b) displacement control mode

首次突变之前, $P-h$ 曲线保持完全弹性变形特征, 故可用 Hertz 弹性理论分析^[15], 如式(1)–(2), 其中 R 为刚性压头端部的曲率半径, E_r 为有效弹性模量 (reduced elastic modulus), E 和 ν 分别表示弹性模量

和泊松比, 下标 1、2 分别指代被压材料和刚性压头。

$$P = \frac{4}{3} E_r \sqrt{Rh^2} \quad (1)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (2)$$

载荷或位移达到一定程度时, 曲线开始偏离 Hertz 规律同时发生位移爆发 (图 2a) 或载荷陡降 (图 2b)。最初的研究认为, 突变现象的发生是由于压头运动导致材料表面氧化膜破裂所致^[33-34]。然而在后续的报道中, Corcoran 等^[35]和 Tymiak 等^[36]在无氧化膜的 Au 以及蓝宝石上分别观察到相似的突变, 而且 Suresh 等^[31]发现当压入深度超过氧化膜厚度时, 仍可观察到突变现象。Gouldstone 等^[32]观察到在相邻突变点之间的曲线 (Overshoot) 同样满足 Hertz 的抛物线公式, 说明此时材料仍处于弹性变形状态。可见氧化膜破裂并不是造成该种突变现象的唯一原因。

根据连续体弹性理论, 球形压头和尖端压头下的最大剪切应力 τ_{\max} 可由式(3)–(4)表示^[2,37]。通过计算 $P-h$ 曲线突变起始点的最大剪切应力, 众多报道发现其与材料理论临界剪切强度 τ_c ($G/(2\pi)$, G 为剪切模量) 相近^[31-32,37-39], 因此可将突变现象与位错运动相联系。Lee 等^[12,39]利用分子动力学模拟技术, 从原子尺度重构了位错等缺陷在单晶 Al 压入过程中的演变, 发现随着突变的进行, 压头下方存在位错组态的变化过程。此外, Soer 等^[40]利用原位 TEM 研究了 Al 和 Mg-Al 纳米晶的压入过程, 发现 Mg 原子的添加可以提高位错运动的阻力, 并显著地减少了突变的发生。以上均为突变的位错运动机制提供了有力佐证。

$$\tau_{\max}^{\text{spherical}} = \left(\frac{6PE_r^2}{\pi^2 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (3)$$

$$\tau_{\max}^{\text{sharp}} \approx \frac{0.151P}{\sqrt{3}h^2} \quad (4)$$

另外, 研究发现 $P-h$ 曲线突变现象特征较为复杂, 临界载荷、临界深度以及线形存在较大差异。例如, 当表面存在台阶、突起等起伏时, 临界载荷和深度会显著降低^[11,35]; 当发生突变后, $P-h$ 曲线重新回到弹性阶段^[31-32]或者加工硬化^[39]。上述现象与压入时位错的萌生、运动与反应密切相关。

3 位错作用机制

面心立方点阵金属材料具有简易的滑移系构成以及较好的塑性变形能力, 成为研究压入初期位错演变过程以及与突变现象关系的主要对象。近年来, 已有众多的研究者对 Al、Cu、Au 等 FCC 金属材料先后展开了一系列实验和模拟工作, 前者包括利用透射电镜 (TEM)、扫描隧道显微镜 (STM) 等表征手段直接观察位错的特征^[6-9], 后者则基于新型的分子动

力学 (molecular dynamics) 等模拟技术, 从原子尺度重构位错等缺陷在压入过程中的演变过程^[10-12]。目前, 对于面心立方金属材料压入初期的位错萌生和演变过程已经获得了较为丰富的研究结果。

3.1 萌生机理

压入过程的位错萌生被认为来源于原子的热起伏运动。Wagner 等^[41]观察到 Al 单晶可以通过热振动造成大量缺陷点, 虽然单个存在时间较短, 但在整个空间中所有缺陷点存在时间长且沿最大剪切应力扩展, 这些缺陷点也被视为亚临界位错。Zuo 等^[42]通过分子动力学模拟 Ni₃Al 单晶的初期塑性行为, 发现基体在高温 (300 K) 下存在大量的相对位移 D_i (变形前后原子与相邻原子矢量差的模与晶格常数的比值) 大于 0.17 的原子团簇, 这些高能量团簇周而复始的出现和湮灭并保持一定的数量, 当应变接近临界值时, 少数原子团簇可以发展成为位错结构。在相似的研究中, Wen 等^[43]观察到 Ni 单晶的初始位错来源于相对位移 D_i 大于 0.2 的原子团簇, 并且只有原子数大于 2 的团簇才可以发展成为位错环, 而其他团簇则会在短时间内消失。Wo 等^[44]认为亚临界位错可以通过吸收空位实现位错攀移, 并以亚临界波动形式发展为临界位错。此外, Seitz 等^[45]认为压入过程中位错的萌生同样可以来源于基体中原先存在的空位或者空位

团簇。

3.1.1 均匀萌生

根据连续体弹性理论, 在理想情况下压入最大剪切应力 τ_{\max} 出现在压入轴线上 $0.48a$ 深度处, 其中 a 为压头与试样接触的半径^[38]。当 τ_{\max} 超过材料理论剪切强度 τ_c 时, 位错开始萌生, 因此对于均匀萌生的形式来说, 位错的初始萌生位置应始终位于压入的轴线上^[10]。然而, 许多实验观察和原子模拟结果发现, 初始的萌生位置在一定程度上偏离了理想情况。Minor^[46]通过原位 TEM 观察到单晶 Al 的初始位错环出现在压入轴线的左侧, 如图 3a 所示。Kelchner 等^[10]通过分子动力学模拟单晶 Au 的压入过程, 发现初始位错环位于压入轴线的两侧, 如图 3b 所示, 并且与试样表面约呈 71° , 这与 FCC 的易滑移面相一致, 说明初始的位错环优先在易滑移面上萌生。在单晶 Al 压入分子动力学模拟研究中, Tsuru 等^[47]发现 τ_{\max} 位置同样存在偏离, 如图 3c 所示。可见初始位错的萌生受到晶粒各向异性的作用, 实际萌生位置要综合考虑滑移系和剪切应力两方面因素。

Zhu 等^[48]从基于能量的局部弹性稳定性判据 (A) 出发, 发现 Cu (111) 单晶压入塑性萌生位置聚集在最易滑移面相交组成的“内三角”节点上, 如图 4a 中 A_1 、 A_2 、 A_3 点所示, A 代表易滑移面相交的三角

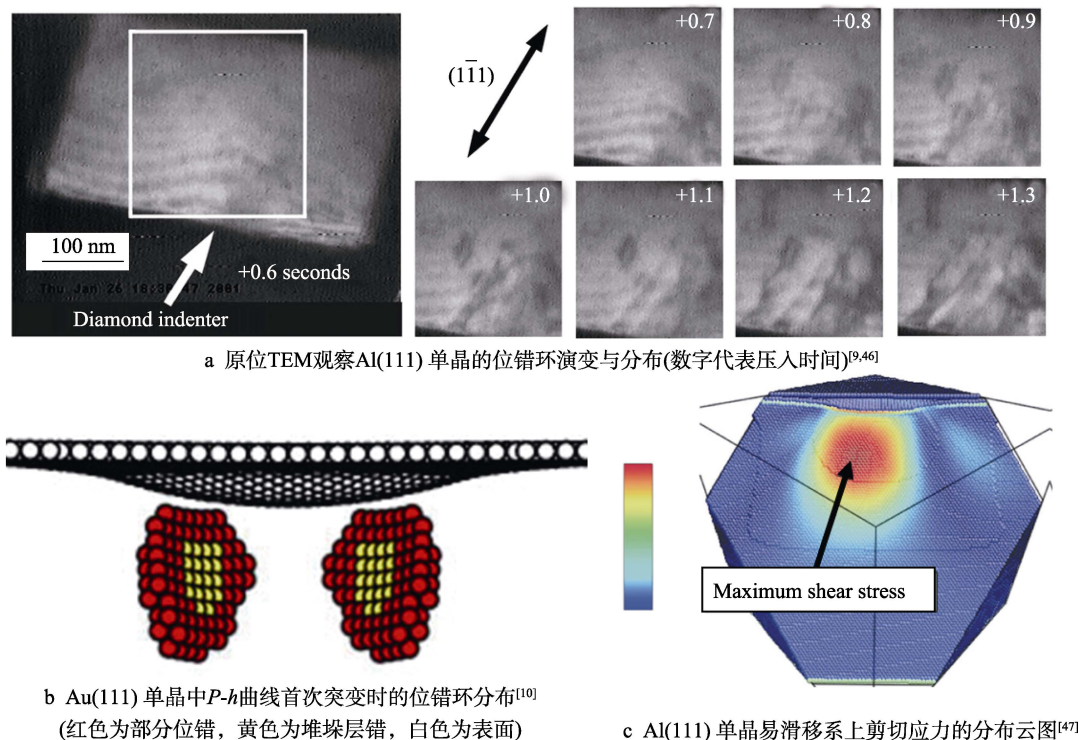


图 3 压入过程中位错环萌生位置的分布

Fig.3 the distribution of dislocation loop nucleation site during indentation (a) In-situ TEM micrographs showing the evolution and distribution of dislocation loops in single crystal Al(111) (the numbers in the micrographs indicating the time from the start of the indentation)^[9,46]; (b) the distribution of dislocation loops at first “burst” of P - h curve in single crystal Au (111), partial dislocation (red), stacking fault (yellow), and surface atoms (white)^[10]; (c) Distribution contour of shear stress in the slippage system of single crystal Al in incipient indentation^[47]

形交点。随后, Lee 等^[12]和 Begau 等^[49]分别通过分子动力学模拟预测了 Al (111) 单晶和 Cu (111) 单晶的位错萌生机制, 其中位错胚胎趋向于在易滑移面组成的“外三角”边长中心进行萌生, 如图 4b 所示, 对应于图 4a 中 B_1 、 B_2 、 B_3 三点, B 代表三角形边长中点。Begau 等^[49]认为 B 类萌生特征来源于刚性压头与易滑移系之间的相互作用, 如图 4c 所示, 当球形压头渗透到易滑移面组成的等边三角形区

域, 最大变形位置应位于三角形边长的中点, 在此处引入最大剪切应力, 导致位错的萌生。可以发现, 无论是 A 类还是 B 类萌生位置, 压入轴心点到萌生处的距离近似相等, 说明上述两类位置虽存在一定差异, 但也具有内在联系。Lee 等^[12]将两者之间的差异归因于分子模拟中的势函数选择不同, 相异的势函数对应于 A 类或者 B 类模拟结果^[12], 然而二者的关联性暂无报道。

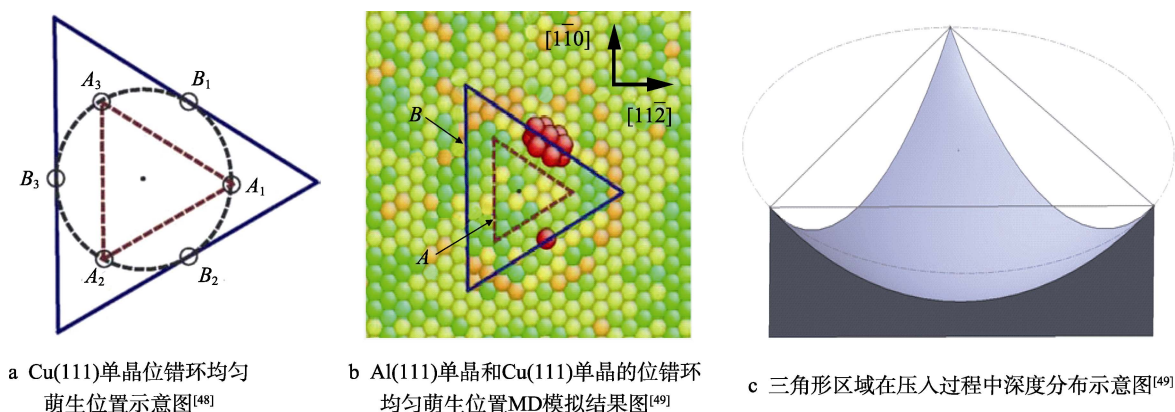


图4 初始压入时位错环的特定萌生位置

Fig.4 the specific nucleation site of dislocation loop during incipient indentation: (a) schematic diagram showing homogeneous nucleation site of dislocation loop in single crystal Cu(111)^[48] (A standing for vertices of inner triangle composed by easy slip plane, B standing for middle points on the edges of outer one); (b) MD simulation results showing the homogeneous nucleation site of dislocation loop in single crystal Al(111) and Cu(111)^[49]; (c) schematic diagram showing depth of indentation on equilateral-triangle shaped area, the maximum displacement along an edge appearing at the centre^[49]

3.1.2 不均匀萌生

考虑到刚性压头与试样表面复杂的接触过程, 局部的应力和能量分布发生突变, 易导致位错的萌生过程在局部区域内提前发生, 即 P - h 曲线突变的发生可以来源于位错的不均匀萌生。第一种不均匀萌生情况来自压入接触状态。Gannepalli 等^[39]和 Cordill 等^[50]提出在单晶 Au 和单晶 Ni 的压入中, 位错首先在压头与试样表面的接触边缘位置进行释放, 此处的局部应力集中可以为位错的萌生提供有利条件。第二种不均匀萌生受表面粗糙度的影响。Gouldstone 等^[13]发现在面心立方晶体中, 表面粗糙度的存在会使位错的萌生位置向表面靠近; Wagner 等^[41]则通过分子动力学模拟观察到表面粗糙度的引入有利于单晶 Al 提前出现位错萌生。第三种不均匀萌生位置可以由额外的界面提供。Zimmerman 等^[11]发现当压入位置靠近表面台阶时, 单晶 Au 的临界突变载荷会显著降低; Lilleodden 等^[51]则直接模拟了单晶 Au 中晶界作为位错源释放位错的过程, 证明额外界面的存在可以为位错的萌生提供足够的能量。利用反证法, Schuh 等^[5]分析了单晶 Pt 均匀萌生应满足 P - h 曲线特征、活化体积、激活能量以及跳跃频率等条件, 认为位错的萌生过程受到点缺陷尺度上的低能量过程的限制, 说明在一般条件下, 位错的均匀萌生过程不易发生, 而不均匀萌生占主导地位。当不均匀萌生发生时, 应力集

中和高界面能将显著降低位错萌生的难易程度^[31], 因此对应的突变临界载荷和临界深度将下降。

3.2 位错运动与反应

由于压入过程中位错运动与反应过程难以用实验进行观察, 研究者主要借助模拟的方法进行研究。Gannepalli 等^[39]通过分子动力学模拟 Au (001) 单晶的压入过程, 发现随着突变的持续, 不全位错环会沿着滑移面不断运动, 同时相邻滑移面的位错环之间可以通过反应生成固定位错, 如图 5a 所示 (其中①为不全位错萌生, ②为不全位错滑移及亚杆位错, ③为四面体位错结构, 阴影面积代表堆垛层错), 最终形成由固定位错及其包围的堆垛层错组成的四面体结构。下一次突变来临时, 新的位错环又会在原先四面体的外围萌生、反应形成新的四面体结构。

Lee 等^[12]研究结果表明, 四面体结构并不是突变发生时位错的稳定组态。在单晶 Al (111) 中, 第一次突变行为对应于初始位错环的萌生, 第二次突变行为对应于四面体结构形成 (图 5b)。之后不全位错环会在滑移面上发生持续的局部滑移, 形成由位错环和堆垛层错组成的不规则簇形结构 (图 5c), 最终部分位错环可以完全摆脱主体约束成为独立的棱柱位错环 (prismatic dislocation loop), 对应于第三次突变行为, 如图 5d 所示。在另外的报道中, Li 等^[8]和 Begau

等^[49]在 Al (111) 单晶和 Cu 单晶的压入模拟工作中同样发现了相似的棱柱位错环结构, 只是在这些研究中位错的萌生和反应过程均处于同一突变行为下。

关于独立棱柱位错环的摆脱过程, Begau 等^[49]在对 Cu (111) 的压入模拟中提出, 摆脱过程是通过螺型位错分量的双交滑移实现的, 但对于具体的运动和反应过程并没有给出详细的介绍。在前期工作中,

利用分子动力学技术研究了单晶 Al (100) 的压入位错结构特征, 发现棱柱错环摆脱过程主要经历了位错的“湮灭”反应 (annihilate reaction)^[52]。如图 6 所示, 其中①②③④位错分量分别代表伯氏矢量为 $a/6[12\bar{1}]$ 、 $a/6[\bar{1}12]$ 、 $a/6[121]$ 和 $a/6[\bar{1}\bar{1}2]$ 的肖克莱不全位错, 位错分量之间在外加载荷的驱使下通过滑移实现靠近, 并且依次按照式(5)–(7)的顺序发生位错反

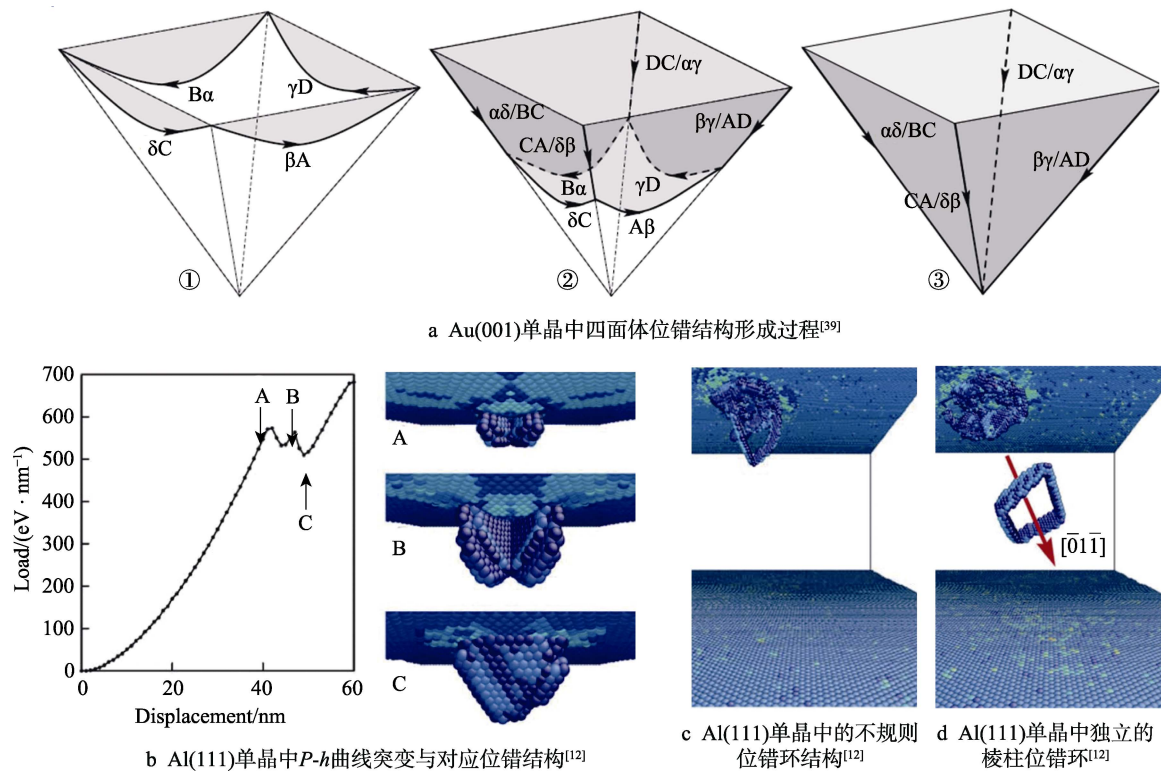


图 5 位错环运动与反应机理

Fig.5 The mechanism of dislocation movement and reaction: (a) the formation of tetrahedral lock in single crystal Au(001)^[39]; (b) the load-displacement curve and defect structures at selected steps in single crystal Al(111)^[12]; (c) irregularly shaped cluster of dislocation loops in single crystal Al(111)^[12]; (d) independent prismatic dislocation loop in single crystal Al(111)^[12]

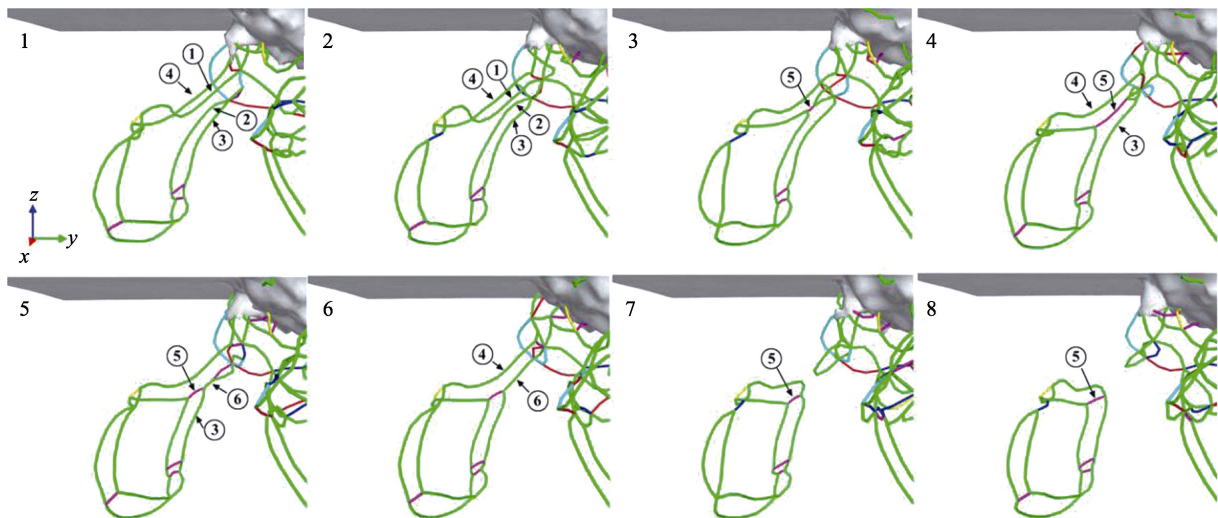


图 6 独立棱柱位错环的形成过程 (绿色为肖克莱不全位错, 蓝色为全位错, 洋红色为 Lomer-Cottrell 锁, 黄色为 Hirth 锁, 淡蓝色和红色为其他未知位错)^[53]

Fig.6 Formation process of an independent prismatic dislocation loop, Shockley partial dislocations (green), perfect dislocations (blue), Lomer-Cottrell lock (magenta), Hirth lock (yellow), other unknown dislocations (light blue and red)^[53]

应, 最终导致部分位错环在端部与主体脱节。

$$\textcircled{1}+\textcircled{2}=\textcircled{5} \quad (a/6[12\bar{1}]+a/6[\bar{1}12]=a/6[0\bar{1}1]) \quad (5)$$

$$\textcircled{3}+\textcircled{5}=\textcircled{6} \quad (a/6[121]+a/6[0\bar{1}1]=a/6[112]) \quad (6)$$

$$\textcircled{4}+\textcircled{6}=0 \quad (a/6[\bar{1}\bar{1}2]+a/6[112]=0) \quad (7)$$

独立的棱柱位错环结构主要由不全位错及其包围的堆垛层错构成, 整个结构则由固定位错支撑^[12,53]。固定位错的存在提高了位错结构的稳定性, 同时对于位错的后续运动有一定的阻碍作用, 因此一些研究中可以发现, 塑性变形初期存在应变硬化现象^[40]。独立棱柱位错环可以在外加应力的作用下继续在基体中运动, 若向表面运动时, 则会在表面产生大量滑移台阶。Tsuru 等^[47]认为这些台阶可以造成 $P-h$ 曲线中位移的突变, Li 等^[8]和 Begau 等^[49]还发现台阶的形成可以作为位错的非均匀萌生位点。

Li 等^[8]将突变现象的发生归结于独立棱柱位错环的释放, Tsuru 等^[47]认为棱柱位错环向表面运动时产生的大量滑移台阶是造成突变的主要原因, 这两种机制都根植于独立棱柱位错环的释放过程。Suresh 等^[31]提出, 在理想条件下, 突变的最大深度为独立棱柱位错环伯氏矢量模的整数倍 ($\Delta h_{\max} = n \times |\vec{b}|$)。Lee 等^[12]和 Jiao 等^[52]发现, 初始位错、四面体结构、独立棱柱位错环并不是出现在同一突变过程中, 而是随着位错形态的转变对应于连续的突变现象, 说明位错的萌生和组态转变导致的局部位错运动和弹性储存能的释放, 也可能是突变发生的主要原因。可见, 关于位错运动与 $P-h$ 曲线突变之间的作用关系仍然不清, 相关的实验和模拟工作需要进一步深入。

随着 $P-h$ 曲线突变现象的进行, 大量的弹性储存能被消耗, 同时基体中堆积的位错易产生反作用力来中和外加应力; 另一方面, 位错组态的演变过程引入了大量的固定位错, 显著地提高了位错运动的阻力。因此突变进行一定时间后, 位错萌生和运动会失去动力直至终止, 此时 $P-h$ 曲线会重新回到弹性阶段。通过进一步增加载荷, 激活已存在的位错源和新的位错源继续释放位错, 突变现象又会再次出现^[8]。

4 总结和展望

综上, 本文简要介绍了仪器化纳米压入技术的特点与应用, 并以面心立方金属材料纳米压入初期 $P-h$ 曲线的突变现象为关注点, 重点阐述了材料初期位错的萌生和运动过程, 以及在此过程中存在的位错反应。

突变的临界载荷和临界深度取决于位错的萌生过程, 其中均匀萌生要考虑到剪切应力和易滑移系的共同作用, 非均匀萌生由于存在表面起伏和表面原子台阶等额外表面, 可以为位错的萌生提供应力和能量支持, 其萌生位置会向额外表面靠近, 并且具有比均匀萌生更低的临界载荷和临界深度。初始位错会在应力作用下发生一系列的位错反应 (四面体结构-

棱柱位错环), 在此过程中位错运动和弹性储存能的释放都可以成为突变发生的主要原因。突变现象的终止归因于弹性储存能消耗、位错堆积产生的反作用力以及固定位错提高运动阻力, 因此只有进一步增加载荷, 重新激活上述位错机制才可以继续出现突变现象。由于接触过程的复杂性, 目前大部分的研究报道集中在模拟层面, 然而模拟方法受限于计算容量的约束, 其模型大小和模拟环境均与实际的压入实验有一定的差距, 很难与现有的纳米压入实验进行对应。其次, 由于模拟参数和模拟对象选择的差异, 研究者对于位错的萌生、反应和运动以及对 $P-h$ 曲线的影响目前还未统一。此外, 本文的主要内容聚焦于讨论面心立方晶体结构金属在压入过程中的缺陷演变特征, 相关的理论和模型是否适用于体心立方 (BCC) 以及密排六方 (HCP) 等其他晶体结构模型需要进一步证实。

对于今后的研究和应用主要有如下展望。原位表征技术的应用可以为纳米压入提供更直接的结构演变证据, 多种方法的交叉结合, 如分子动力学模拟、有限元模拟和离散位错模拟等方法, 可以有效地提高计算效率和结果准确度。其次, 接触初期的塑性变形机理直接影响材料的接触形变和失效过程, 深入理解其接触形变机制将对微机电系统、工程器械与薄膜材料的可靠性具有重要作用。最后, 压入初期的位错演变以及外在的突变响应是微纳米尺度塑性变形的重要特征, 相关的研究结果对于分析和解决仪器化纳米压入技术所面临的表面突起、尺寸效应等问题具有很好的指导作用, 从而为解析材料微纳米尺度下的力学性能提供相关理论。

参考文献:

- [1] 胡塞祥, 蔡珣, 戎咏华. 材料科学基础[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2010.
HU Sai-xiang, CAI Xun, RONG Yong-hua. Fundamentals of material science[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 2010.
- [2] JOHNSON K L. Contacts mechanics[M]. UK: Cambridge University Press, 1985.
- [3] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. Journal of materials research, 1992, 7(6): 1564-1583.
- [4] 汪可华, 陈坚, 王福德, 等. 材料应力应变曲线的纳米压入法研究进展[J]. 材料导报, 2019, 33(9): 1490-1499.
WANG Ke-hua, CHEN Jian, WANG Fu-de, et al. Progress in stress-strain relationship using spherical nanoindentation[J]. Materials reports, 2019, 33(9): 1490-1499.
- [5] SCHUH C A, MASON J K, LUND A C. Quantitative insight into dislocation nucleation from high-temperature nanoindentation experiments[J]. Nature materials, 2005, 4(8): 617-621.

- [6] FIVEL M C, ROBERTSON C F, CANOVA G R, et al. Three-dimensional modeling of indent-induced plastic zone at a mesoscale[J]. *Acta materialia*, 1998, 46(17): 6183-6194.
- [7] KIELY J D, HOUSTON J E, HWANG R Q. Effect of surface steps on the plastic threshold in nanoindentation[J]. *Physical review letters*, 1998, 81(20): 4424-4427.
- [8] LI J, VAN V K J, ZHU T, et al. Atomistic mechanisms governing elastic limit and incipient plasticity in crystals[J]. *Nature*, 2002, 418(6895): 307-310.
- [9] MINOR A M, LILLEODDEN E T, STACH E A, et al. In-situ transmission electron microscopy study of the nanoindentation behavior of Al[J]. *Journal of electronic materials*, 2002, 31(10): 958-964.
- [10] KELCHNER C L, PLIMPTON S J, HAMILTON J C. Dislocation nucleation and defect structure during surface indentation[J]. *Physical review B*, 1998, 58(17): 11085-11088.
- [11] ZIMMERMAN J A, KELCHNER C L, KLEIN P A, et al. Surface step effects on nanoindentation[J]. *Physical review letters*, 2001, 87(16): 165507.
- [12] LEE Y, PARK J Y, KIM S Y, et al. Atomistic simulations of incipient plasticity under Al(111) nanoindentation[J]. *Mechanics of materials*, 2005, 37(10): 1035-1048.
- [13] GOULDSTONE A, VAN V K J, SURESH S. Nanoindentation-simulation of defect nucleation in a crystal[J]. *Nature*, 2001, 411(6838): 656-656.
- [14] VAN V K J, LI J, ZHU T, et al. Quantifying the early stages of plasticity through nanoscale experiments and simulations[J]. *Physical review B*, 2003, 67(10): 256.
- [15] HERTZ H. *Miscellaneous papers*[M]. New York: MacMillan, 1896.
- [16] FIELD J S, SWAIN M V. A simple predictive model for spherical indentation[J]. *Journal of materials research*, 1993, 8(2): 297-306.
- [17] CHENG Y T, CHENG C M. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation[J]. *Applied physics letters*, 1998, 73(5): 614-616.
- [18] YANG R, ZHANG T H, JIANG P, et al. Experimental verification and theoretical analysis of the relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation[J]. *Applied physics letters*, 2008, 92(23): 856.
- [19] SU C J, HERBERT E G, SOHN S, et al. Measurement of power-law creep parameters by instrumented indentation methods[J]. *Journal of the mechanics and physics of solids*, 2013, 61(2): 517-536.
- [20] HERBERT E G, PHANI P S, JOHANNIS K E. Nano-indentation of viscoelastic solids: A critical assessment of experimental methods[J]. *Current opinion in solid state & materials science*, 2015, 19(6): 334-339.
- [21] TABOR D. *The hardness of metals*[M]. UK: Oxford University Press, 1951.
- [22] DAO M, CHOLLACOP N, VAN V K J, et al. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation[J]. *Acta materialia*, 2001, 49(19): 3899-3918.
- [23] BASU S, MOSESON A, BARSOUM M W. On the determination of spherical nanoindentation stress-strain curves[J]. *Journal of materials research*, 2006, 21(10): 2628-2637.
- [24] KALIDINDI S R, PATHAK S. Determination of the effective zero-point and the extraction of spherical nano-indentation stress-strain curves[J]. *Acta materialia*, 2008, 56(14): 3523-3532.
- [25] WEAVER J S, KALIDINDI S R. Mechanical characterization of Ti-6Al-4V titanium alloy at multiple length scales using spherical indentation stress-strain measurements[J]. *Materials & design*, 2016, 111: 463-472.
- [26] SWAIN M V. Mechanical property characterisation of small volumes of brittle materials with spherical tipped indenters[J]. *Materials science and engineering A*, 1998, 253(1/2): 160-166.
- [27] HE L H, SWAIN M V. Nanoindentation derived stress-strain properties of dental materials[J]. *Dental materials*, 2007, 23(7): 814-821.
- [28] DIEZ-PASCUAL A M, GOMEZ-FATOU M A, ANIA F, et al. Nanoindentation in polymer nanocomposites[J]. *Progress in materials science*, 2015, 67: 1-94.
- [29] CHEN J, BEAKE B D, DONG H, et al. Nanomechanical analysis of high performance materials, environmental nanomechanical testing of polymers and nanocomposites[M]. London: Springer, 2014: 63-84.
- [30] CHEN J, BEAKE B D, BELL G A, et al. Investigation of the nanomechanical properties of nylon 6 and nylon 6/clay nanocomposites at sub-ambient temperatures[J]. *Journal of experimental nanoscience*, 2016, 11(9): 695-706.
- [31] SURESH S, NIEH T G, CHOI B W. Nano-indentation of copper thin films on silicon substrates[J]. *Scripta materialia*, 1999, 41(9): 951-957.
- [32] GOULDSTONE A, KOH H J, ZENG K Y, et al. Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films[J]. *Acta materialia*, 2000, 48(9): 2277-2295.
- [33] GERBERICH W W, NELSON J C, LILLEODDEN E T, et al. Indentation induced dislocation nucleation: The initial yield point[J]. *Acta materialia*, 1996, 44(9): 3585-3598.
- [34] KRAMER D E, YODER K B, GERBERICH W W. Surface constrained plasticity: Oxide rupture and the yield point process[J]. *Philosophical magazine A*, 2001, 81(8): 2033-2058.
- [35] CORCORAN S G, COLTON R J, LILLEODDEN E T, et al. Anomalous plastic deformation at surfaces: Nanoindentation of gold single crystals[J]. *Physical review B*, 1997, 55(24): 16057-16060.
- [36] TYMIAK N I, DAUGELA A, WYROBEK T J, et al. Acoustic emission monitoring of the earliest stages of contact-induced plasticity in sapphire[J]. *Acta materialia*, 2004, 52(3): 553-563.
- [37] GIANNAKOPOULOS A E, LARSSON P L, VESTERGAARD R. Analysis of vickers indentation[J]. *International journal of solids and structures*, 1994, 31(19): 3333-3344.

- 2679-2708.
- [38] BARNOUSH A, WELSCH M T, VEHOFF H. Correlation between dislocation density and pop-in phenomena in aluminum studied by nanoindentation and electron channeling contrast imaging[J]. Scripta materialia, 2010, 63(5): 465-468.
- [39] GANNEPALLI A, MALLAPRAGADA S K. Atomistic studies of defect nucleation during nanoindentation of Au(001)[J]. Physical review B, 2002, 66(10): 854.
- [40] SOER W A, DE H J T M, MINOR A M, et al. Effects of solute Mg on grain boundary and dislocation dynamics during nanoindentation of Al-Mg thin films[J]. Acta materialia, 2004, 52(20): 5783-5790.
- [41] WAGNER R J, MA L, TAVAZZA F, et al. Dislocation nucleation during nanoindentation of aluminum[J]. Journal of applied physics, 2008, 104(11): 354.
- [42] ZUO L, NGAN A H W, ZHENG G P. Size dependence of incipient dislocation plasticity in Ni₃Al[J]. Physical review letters, 2005, 94(9): 562.
- [43] WEN M, ZHANG L, AN B, et al. Hydrogen-enhanced dislocation activity and vacancy formation during nanoindentation of nickel[J]. Physical review B, 2009, 80(9): 658.
- [44] WO P C, ZUO L, NGAN A H W. Time-dependent incipient plasticity in Ni₃Al as observed in nanoindentation[J]. Journal of materials research, 2005, 20(2): 489-495.
- [45] SEITZ F. On the generation of vacancies by moving dislocations[J]. Advances in physics, 1952, 1: 43-90.
- [46] MINOR A M, MORRIS J W, STACH E A. Quantitative in situ nanoindentation in an electron microscope[J]. Applied physics letters, 2001, 79(11): 1625-1627.
- [47] TSURU T, SHIBUTANI Y. Atomistic simulations of elastic deformation and dislocation nucleation in Al under indentation-induced stress distribution[J]. Modelling and simulation in materials science and engineering, 2006, 14(5): S55-S62.
- [48] ZHU T, LI J, VAN VLIET K J, et al. Predictive modeling of nanoindentation-induced homogeneous dislocation nucleation in copper[J]. Journal of the mechanics and physics of solids, 2004, 52(3): 691-724.
- [49] BEGAU C, HARTMAIER A, GEORGE E P, et al. Atomistic processes of dislocation generation and plastic deformation during nanoindentation[J]. Acta materialia, 2011, 59(3): 934-942.
- [50] CORDILL M J, MOODY N R, GERBERICH W W. The role of dislocation walls for nanoindentation to shallow depths[J]. International journal of plasticity, 2009, 25(2): 281-301.
- [51] LILLEODDEN E T, ZIMMERMAN J A, FOILES S M, et al. Atomistic simulations of elastic deformation and dislocation nucleation during nanoindentation[J]. Journal of the mechanics and physics of solids, 2003, 51(5): 901-920.
- [52] JIAO S S, TU W J, ZHANG P G, et al. Atomistic insights into the prismatic dislocation loop on Al(100) during nanoindentation investigated by molecular dynamics[J]. Computational materials science, 2018, 143: 384-390.
- [53] DE L F O R, ZIMMERMAN J A, GONZALEZ M A, et al. Dislocation emission around nanoindentations on a (001) fcc metal surface studied by scanning tunneling microscopy and atomistic simulations[J]. Physical review letters, 2002, 88(3): 631.

(上接第 55 页)

- [22] HOU P Y. Impurity effects on alumina scale growth[J]. Journal of America Ceramic Society, 2003, 86: 660-668.
- [23] WANG Jin-long, CHEN Ming-hui, ZHU Sheng-long, et al. Ta effect on oxidation of a nickel-based single-crystal superalloy and its sputtered nanocrystalline coating at 900-1100 °C[J]. Applied surface science, 2015, 345: 194-203.
- [24] WANG Xiao-lan, PENG Xiao, TAN Xiao-Xiao, et al. The reactive element effect of ceria particle dispersion on alumina growth: A model based on microstructural observations[J]. Scientific reports, 2016, 6: 29593.
- [25] HEUER A H. Oxygen and aluminum diffusion in α -Al₂O₃: How much do we really understand?[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2008, 28: 1495-1507.
- [26] LI M S, HOU P Y. Improved Cr₂O₃ adhesion by Ce ion implantation in the presence of interfacial sulfur segregation[J]. Acta materialia, 2007, 55: 443-453.
- [27] PINT B A. Experimental observations in support of the dynamic-segregation theory to explain the reactive-element effect[J]. Oxidation of metals, 1996, 45: 1-37.
- [28] GUO Hong-bo, SUN Li-dong, LI He-fei, et al. High temperature oxidation behavior of hafnium modified NiAl bond coat in EB-PVD thermal barrier coating system[J]. Thin solid films, 2008, 516: 5732-5735.
- [29] MILAS I, HINNEMANN B, CARTER E A. Diffusion of Al, O, Pt, Hf, and Y atoms on α -Al₂O₃ (0001): Implications for the role of alloying elements in thermal barrier coatings[J]. Journal of material chemistry, 2011, 21: 1447-1456.
- [30] HAYASHI S, GLEESON B. Early-stage oxidation behavior of Pt-modified γ' -Ni₃Al-based alloys with and without Hf addition[J]. Oxidation of metals, 2009, 71: 5.
- [31] PINT B, MARTIN J, HOBBS L. The oxidation mechanism of θ -Al₂O₃ scales[J]. Solid state ionics, 1995, 78: 99-107.
- [32] CHEVALIER S, ISSARTEL C, CUEFF R, et al. Influence of the mode of introduction of a reactive element on the high temperature oxidation behavior of an alumina-forming alloy. Part III: The use of two stage oxidation experiments and in situ X-ray diffraction to understand the oxidation mechanisms[J]. Material corrosion, 2006, 57: 476-483.
- [33] TOLPYGO V K, CLARKE D R. Surface rumpling of a (Ni,Pt)Al bond coat induced by cyclic oxidation[J]. Acta materialia, 2000, 48: 3283-3293.