

基于 FIB/SEM 双束系统的原位、 实时观测三点弯曲薄膜测试方法

刘兴光, 张凯锋, 周晖

(兰州空间技术物理研究所 真空技术与物理重点实验室, 兰州 730010)

摘 要: **目的** 需要直接测量薄膜的极限形变这一关键参数, 来评价某种薄膜在一定服役载荷下的某种基体表面是否能胜任。**方法** 借助聚焦离子束显微镜/扫描电子显微镜 (FIB/SEM) 双束显微分析测试系统, 提出了一种在微米尺度下、原位进行三点弯曲薄膜测试的方法, 同时可以进行实时观测与分析记录。之后, 使用磁控溅射技术制备了具有择优晶体生长取向的 CrN 薄膜和 Cr/CrN 多层薄膜, 并使用上述三点弯曲测试方法对这两种薄膜进行了弯曲测试。**结果** CrN 薄膜的极限形变量为 $(1.8 \pm 0.1)\%$, 且其在本位三点弯曲试验中断裂前的变形类型为纯弹性形变, 而不是塑性形变或者弹性/塑性混合形变。而 Cr/CrN 多层薄膜的极限形变达到了 9.1%, 是纯 CrN 薄膜的 5 倍, 且对“预裂纹”等缺陷不敏感。**结论** 将此测试方法与在微米尺度使用 FIB 测量薄膜残余应力的方法相结合, 将可以有效地评估多种薄膜的形变能力及形变特性。所获得的薄膜相关性能数据, 对于针对不同基体、不同使用工况 (如不同的表面受力状态、变形状态等) 的薄膜体系或结构的选择与设计, 具有很好的指导意义。

关键词: 原位; 三点弯曲; FIB/SEM 双束系统; CrN 薄膜; Cr/CrN 多层薄膜; 极限形变

中图分类号: TB43 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)11-0351-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.11.041

In-situ Three-point Bending Test Method with Real-time Observation Based on FIB-SEM System

LIU Xing-guang, ZHANG Kai-feng, ZHOU Hui

(Science and Technology on Vacuum Technology Physics Laboratory, Lanzhou Institute of Physics, Lanzhou 730010, China)

ABSTRACT: The work aims to evaluate whether the film is competent on a specific substrate surface under a known load by directly measuring the critical strain of thin films. The in-situ three-point bending test method under the micron scale was proposed by scanning electron microscope (SEM)/focused ion beam (FIB) analysis and test system. At the same time, the real-time observation, analysis and record were carried out. Then, magnetron sputtered technology was used to prepare highly preferentially oriented CrN film, and Cr/CrN multilayer film and the above in-situ three-point bending test method was utilized

收稿日期: 2019-11-08; 修订日期: 2020-02-29

Received: 2019-11-08; Revised: 2020-02-29

基金项目: 军委装备部装备预研领域基金 (重点) (61409230603, 61409220205) 和重点实验室基金 (HTKJ2018KL510003)

Fund: Equipment Pre-research Filed Fund Project (Key) (61409230603, 61409220205) and Key Laboratory Fund (HTKJ2018KL510003)

作者简介: 刘兴光 (1987—), 男, 博士, 工程师, 主要从事空间用超润滑固体薄膜的设计、制备及分析研究。邮箱: sdwfcclxg@126.com

Biography: LIU Xing-guang (1987—), male, Ph. D., Engineer, Research focus: the design, fabrication and evaluation of superlubricating solid films for space applications. E-mail: sdwfcclxg@126.com

引文格式: 刘兴光, 张凯锋, 周晖. 基于 FIB/SEM 双束系统的原位、实时观测三点弯曲薄膜测试方法[J]. 表面技术, 2020, 49(11): 351-357.
LIU Xing-guang, ZHANG Kai-feng, ZHOU Hui. In-situ three-point bending test method with real-time observation based on FIB-SEM system[J]. Surface technology, 2020, 49(11): 351-357.

to conduct bending test on the two films. The measured results showed that, the critical strain of the thin CrN film was $(1.8 \pm 0.1)\%$, with its deformation type before failure being elastic rather than plastic or mixed. Remarkably, the critical strain of multilayer Cr/CrN film reached as high as 9.1%, 5 times that of CrN film. Moreover, the Cr/CrN multilayer film was insensitive to preliminary cracks. By combining the residual stress measurements at the micron scale using FIB, the in-situ test method can be used to evaluate the deformation capability of various thin films and to provide a guidance for the design of tribological films for specific applications. The obtained performance data of thin films have a good guiding significance for the selection and design of thin film systems or structures for different substrates and different working conditions (such as different surface stress states and deformation states, etc.).

KEY WORDS: in-situ; three-point bending; SEM/FIB dual-beam system; CrN films; Cr/CrN multilayer films; critical strain

已经获得广泛认可的是,薄膜本身的一些不依赖于基体的性能参数,如硬度、弹性模量等,对薄膜选择与设计具有重要意义。然而,长期以来,研究人员在关注一些薄膜力学性能参数的同时,忽略了一些对于特定的基体材料或者使用工况具有直接指导意义的薄膜参数。例如,对于相对较软的基体(如低碳钢、钛合金、铝合金、镁合金、塑料等)表面镀覆的薄膜而言,当基体在服役过程中发生变形时,薄膜需要与基体发生协同变形,以避免造成薄膜脱落或开裂等失效。基体的变形从薄膜是否直接承受接触载荷的作用角度,可分为两类:薄膜不受接触载荷,如基体弯曲的工况;薄膜直接受到静态或动态的接触力,如静态挤压、冲击、滚动、滑动等工况。以用于提升基体摩擦学性能(如减摩、耐磨等)的薄膜为例,薄膜有多种失效形式,其中“剥落”、“开裂”尤为重要。“剥落”主要取决于薄膜与基体间的粘接层(也称过渡层)的强度^[1],而“开裂”主要是由于薄膜本身的断裂韧性不足^[2-4](或变形过大、变形速率过快等)所致。常用于评价摩擦学用途薄膜的断裂韧性的方法有冲击测试^[2-4]、划痕测试^[5-8]等。使用冲击测试评价薄膜断裂韧性时,冲击坑常被分为三个区域:中心区,主要为薄膜开裂失效;中间区,主要为薄膜开裂和膜-基脱离失效^[3-4];辐射区,主要为薄膜开裂失效,裂纹呈断续的环形围绕冲击坑分布。划痕测试一般用于评价膜-基结合力。不过,通过观察、分析薄膜的剥落、碎屑形态^[6](类似于上述 Batista 等^[3]提出的冲击测试中形成的辐射区裂纹形态),或者通过分析划痕中裂纹的数量和形貌^[9],也可以获得薄膜的应力状态、断裂韧性等信息。进一步地, Xia 等^[10]还提出了一种使用显微压痕技术评价脆性基体上薄膜断裂韧性的方法,此方法的几何示意图如图 1 所示,其计算薄膜断裂韧性的公式见公式(1)。

$$K_c = \left\{ K_s^2 \left[1 + \lambda \frac{(\Phi b - a)}{t} \sqrt{\frac{E_c(1-\nu_s^2)}{E_s(1-\nu_c^2)}} \right]^2 \pm \left[2\psi_c \sigma_r \sqrt{t \frac{E_c(1-\nu_s^2)}{E_s(1-\nu_c^2)}} \right]^2 \right\}^{1/2} \quad (1)$$

式中: K_c 、 E_c 、 ν_c 分别为薄膜的断裂韧性、弹性模量和泊松比; K_s 、 E_s 、 ν_s 分别为基体的断裂韧性、弹性模量和泊松比; λ 和 ψ_c 为无量纲参数; a 、 b 为压痕中心到不同方向的裂纹尖端的长度,如图 1 所示; t 为薄膜的厚度; Φ 为一个与薄膜残余应力有关的参数; σ_r 指残余应力,其正负分别代表薄膜中存在的残余拉应力和残余压应力。

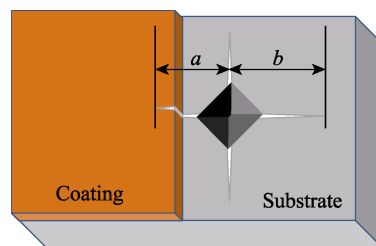


图 1 使用显微纳米压痕法测试评价脆性基体上薄膜断裂韧性方法的几何示意图

Fig.1 Schematic diagram of film fracture toughness evaluation method with nanoindentation on brittle substrates

Xia 等^[10]的计算结果显示,上述方法可以较为准确地测量硅基体上采用化学气相沉积技术制备的金刚石薄膜、二氧化硅薄膜和压电陶瓷薄膜等多种薄膜的断裂韧性。最近, Wang 等^[11]使用此方法评价了采用磁控溅射技术制备的 Fe/VC 纳米多层薄膜的断裂韧性。

然而,此方法有几个局限性。第一,不同基体上制备的薄膜,其结构和多种性能会有所不同,甚至差异很大,如薄膜的显微组织结构^[12-13]、内应力^[14-16]、膜-基结合力^[17](在上述模型中, Xia 等^[10]假设膜-基结合力足够高,测试中不会发生薄膜的剥落等问题)、化学成分、机械性能^[12]等。然而,由于上述显微压痕法仅在脆性基体(如硅^[10-11])上可以获得较为准确的结果,但其所测得的结果局限于在这一特定的基体上所制备的薄膜,更换基体(如低碳钢、钛合金等)后采用同样工艺制备的薄膜的性能可能截然不同。第二,对于复合材料薄膜、梯度结构或多层结构薄膜,泊松比常常是未知的或者难以确定的,导致使用此方法测试后,利用公式(1)无法得出有效的、具有说服力的结果。第三,由于物理气相沉积获得的薄膜一般厚

度只有几个微米,甚至不足一微米,因此在多数工况下,基体承担了绝大部分载荷^[18]。因此,承载能力(对应于薄膜的断裂应力)对于提升摩擦性能的薄膜而言,远不如薄膜耐受形变的能力重要。

换言之,对于微米级厚度的薄膜而言,它的一个非常重要、不能被忽略的参数是其极限形变。极限形变独立于基体,可以直接决定某种薄膜在一定服役载荷下的某种基体表面是否能胜任。然而,目前尚无一种方法可以直接测量薄膜的极限形变这一关键参数。虽然冲击测试、压痕法等可以定性地给出某种“薄膜+基体”组合所能承受的载荷、变形量等信息,但并未给出薄膜极限形变的准确信息,因此无法与其他薄膜进行直接对比,从而给出合理的设计、选取建议。在获得薄膜的极限形变数据后,不同的摩擦学薄膜之间将可以进行直接、精确地对比与分析,从而对于给定的基体、使用工况,可以进行更可靠、更有效的薄膜体系的选取和薄膜结构的选择。

本文借助 FIB/SEM 双束显微分析测试系统,提出了一种在微米尺度下进行原位三点弯曲、实时观测的实验方法,并计划在磁控溅射沉积制备的 CrN 薄膜和 Cr/CrN 多层薄膜上进行测试。所获得结果不仅可以首次直接给出 CrN 薄膜、Cr/CrN 多层薄膜极限形变的实验测得数据(至今未见相关数据报道),还可以显示其(断裂前的)变形类型,如纯弹性形变、塑性形变或者弹性/塑性混合形变。进一步地,通过对比 CrN 薄膜与 Cr/CrN 多层薄膜的极限形变,还可以得出多层结构的设计方法是否有效,即:是否可以提高硬质 CrN 薄膜的形变极限,从而提高薄膜在重载下的随基体协同变形的能力。所获得的薄膜相关性数据,对于针对不同基体、不同使用工况(如不同的表面受力状态、变形状态等)的薄膜体系或结构的选择与设计,具有很好的指导意义。

1 实验

1.1 CrN 薄膜和 Cr/CrN 多层薄膜的制备

使用 Nordico 非平衡磁控溅射设备制备了厚度为 2 μm 、近化学计量比的 CrN 薄膜。采用两个型号为 ENI RPG-100 DC 的电源分别用于磁控溅射电源和基体偏压电源。所用的基体为 AISI 316L 不锈钢试片,尺寸为 50 mm \times 25 mm \times 2 mm。首先,使用 200 目至 2500 目的一系列砂纸去除氧化层和机加工痕迹;然后,使用 6 μm 的金刚石颗粒悬浮液进行抛光;最后,使用 1 μm 的金刚石颗粒悬浮液进行镜面抛光。镀膜之前,所有的基体依次经过丙酮和异丙醇进行超声波清洗,然后用干燥氮气吹干。反应磁控溅射镀膜采用一个尺寸为 380 mm \times 100 mm \times 8 mm、纯度为 99.95% 的 Cr 靶和纯度为 99.999% 的高纯氮气。镀膜过程中,试片表面平行于 Cr 靶表面,靶材表面-试片基体表面

的距离为 21 cm。镀膜工艺为:首先,将镀膜腔室抽至优于 2×10^{-3} Pa 的本底真空;其后,在往镀膜腔室中充入纯度为 99.999% 的高纯氩气并获得 3.3 Pa 镀膜气压后,在试片台上施加-700 V 的偏压形成 Ar 等离子体,进行试片基体的等离子体清洗,时长为 15 min。然后,降低氩气流量,使镀膜腔室的气压降至 0.27 Pa,在 Cr 靶施加 1400 W、200 kHz 的脉冲(此时试片与靶材之间有接地的挡板隔开),对靶材表面进行磁场增强等离子体清洗。之后,氩气流量和靶材脉冲频率保持不变,将 Cr 靶功率降至 1000 W,同时引入 20 mL/min 流量的高纯氮气(为保证纯 CrN 的生长,氮气流量的确定借鉴了之前的研究结果^[19]),进行 CrN 薄膜的反应磁控溅射沉积制备。镀膜过程采用的试片基体偏压为-100 V,频率为 180 kHz(之前的实验室研究结果表明,镀膜过程中基体施加脉冲可以显著改善物理气相沉积 CrN 等薄膜的显微组织),靶面电流密度约为 0.4 mA/cm²,总沉积时间为 60 min。由于本研究的目的在于薄膜本身的三点弯曲测试,不考虑薄膜与基体之间的结合力,因此这里并没有引入纯 Cr 的过渡层(通常为 150~200 nm^[19-20])。

另外,还制备了 Cr/CrN 交替的多层复合薄膜。制备 CrN 层所用的参数与上述参数相同;制备 Cr 层时除了不引入氮气,其他参数与制备 CrN 的参数相同。每个周期为 12 min, Cr 沉积 4 min, CrN 沉积 8 min,总共沉积 5 个周期。

1.2 薄膜成分与结构分析

由于 Cr/CrN 多层膜中 Cr 为已知的单一元素成分,且其中的 CrN 层制备参数与纯 CrN 薄膜的制备参数相同,因此只需对 CrN 薄膜的成分和结构进行分析。对 CrN 薄膜的相结构组成进行了 X 射线衍射分析(XRD),设备为 Siemens D5000, X 射线源为 Cu-K α (波长 $\lambda=0.154\ 18\ \text{nm}$)。使用配备了 OXFORD Instruments EDX 探头(每次测试前首先使用标准样品对 EDX 分析软件进行校正)的 PHILIPS XL 30S 场发射扫描电子显微镜进行元素成分分析。EDX 分析选取 CrN 薄膜表面 4 个独立的 20 μm \times 20 μm 的方形区域,然后将结果取平均值。

1.3 薄膜原位三点弯曲实验

用于执行原位三点弯曲实验的 FIB/SEM 双束系统为 FEI Quanta 200 3D 聚焦粒子束/扫描电子显微镜系统,配备了镱离子源和牛津仪器(Oxford Instruments)的 OmniProbe 100 显微操纵探针。用于三点弯曲测试的薄膜样品,其尺寸标准参照 ASTM C1161-13《常温下先进陶瓷材料弯曲强度测试方法标准》中的样品尺寸规格 A,即 25 mm \times 2.0 mm \times 1.5 mm,按照 CrN 薄膜的厚度进行等比例缩小,为 25 μm \times 2.0 μm \times 1.5 μm 。由于 Matthews 等^[18]通过宏观尺寸的多层结构模拟微观多层结构薄膜的弯曲测试,得出了多层结

构可能会大幅度提高薄膜极限形变的结论,因此为了确保 Cr/CrN 多层薄膜弯曲实验可以观察到薄膜的断裂,将 Cr/CrN 薄膜三点弯曲实验样品的厚度由 $1.5\ \mu\text{m}$ 增加至 $2\ \mu\text{m}$,即 $25\ \mu\text{m} \times 2.0\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ 。每个样品的弯曲实验共测试至少 3 次(多层薄膜样品测试 4 次)。

按照上述薄膜三点弯曲样品尺寸,使用 FIB 在薄膜表面进行切割,且确保尺寸精度不低于 $\pm 0.05\ \mu\text{m}$ 。弯曲测试样品的尺寸示意图如图 2 所示。

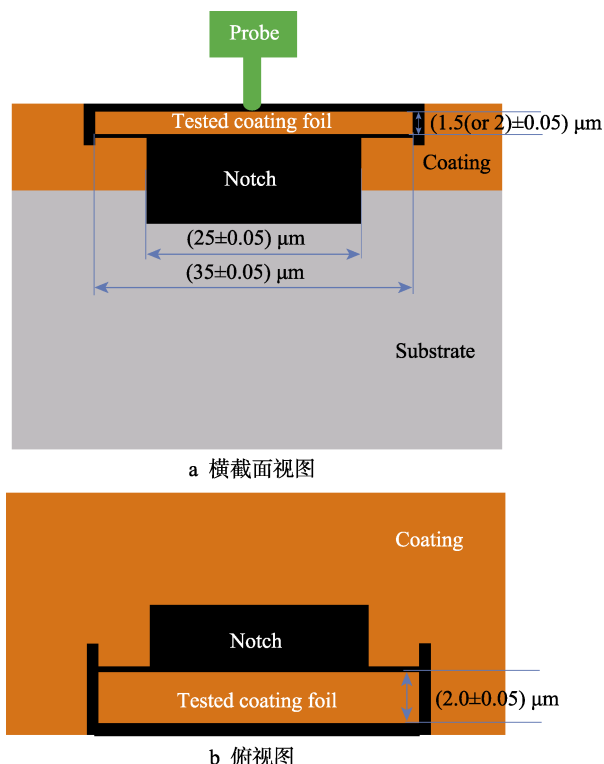


图 2 CrN 薄膜、Cr/CrN 多层薄膜的原位三点弯曲试验中 FIB 切割方案及样品尺寸和形状示意图

Fig.2 Schematic diagram of FIB cutting strategy, sample size and shape in in-situ three-point bending test of CrN and Cr/CrN multilayer film: (a) top view of cross section; (b) top view

按照 ASTM C1161-13 标准,测试过程中的形变速率应该在 $10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ 量级,形变速率可以用公式(2)表示。其中, ϵ_t 为形变速率, d 为样品厚度, s 为压头行进速度, L 为支撑梁(凹槽)的宽度。

$$\epsilon_t = 6ds/L^2 \quad (2)$$

由于 Omniprobe 100 的最小步长为 $100\ \text{nm}$,因此原位弯曲测试采取了妥协方案:每 $10\ \text{s}$ 移动一个步长,即 $100\ \text{nm}$,可以获得 $1.4 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ 的形变速率。基于公式(2),在 t 时刻,形变量可以用公式(3)表示。其中, ϵ 为 t 时刻的形变量, S 为压头(此处为探针尖端)移动的距离。

$$\epsilon = 6dst/L^2 = 6dS/L^2 \quad (3)$$

需要指出的是,牛津仪器最新的显微操纵探针 Omniprobe 400(也称为“纳米操纵手”),已经可以

实现最小 $10\ \text{nm}$ 的步长,因此上述的妥协方案已经可以得到解决。

2 结果与分析

2.1 CrN 薄膜的成分与结构分析

标准样品校正的 EDX 测试分析结果表明,所制备的 CrN 薄膜中,Cr 与 N 原子数分数之比为 $51:49$,非常接近 CrN 相中 Cr 与 N 的化学计量比。进一步的,对 CrN 薄膜进行 XRD 相结构分析的结果如图 3 所示。由图 3 可以看出,所制备的 CrN 薄膜由单一的、具有显著(111)晶面择优生长取向的 CrN 相组成,未见 Cr_2N 或 Cr 等磁控溅射制备 Cr-N 二元系统薄膜时常见的物相。因此,可以得出,用于本研究磁控溅射 CrN 薄膜,由 CrN 单一相组成,且具有显著择优取向。

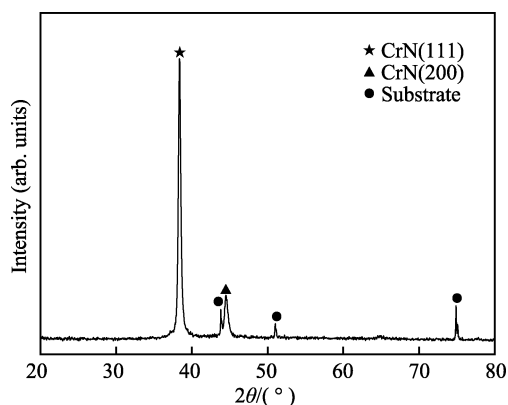


图 3 CrN 薄膜的 XRD 图谱
Fig.3 XRD pattern of the as-deposited CrN film

2.2 CrN 薄膜的原位三点弯曲测试与分析

纯 CrN 薄膜三点弯曲试验过程如图 4 所示。图 4 的采集采用了低束流密度离子束快照成像,不中断、不干扰测试过程。可以看出,CrN 薄膜在达到大约 1.8% 的形变量时断裂。基于实时观测发现,断裂为瞬间产生,在断裂前未观察到裂纹的产生及扩展现象。在并行的重复试验中,当达到 1.7% 形变量时撤回探针,发现 CrN 薄膜完全恢复至变形前的状态。因此,可以得出,CrN 薄膜在断裂前的形变为纯弹性形变,而不是塑性或弹性/塑性混合形变。经过多次重复弯曲试验,得出本研究中所制备的 CrN 薄膜的形变极限为 $(1.8 \pm 0.1)\%$ 。

2.3 Cr/CrN 多层薄膜的原位三点弯曲测试与分析

Cr/CrN 多层薄膜的三点弯曲试验过程如图 5 所示,可以看到,Cr/CrN 多层薄膜的极限形变与纯 CrN 薄膜相比,显著提高。使用公式(3)计算后得出,Cr/CrN 多层薄膜的极限形变约为 9.1% ,是纯 CrN 薄膜的 5

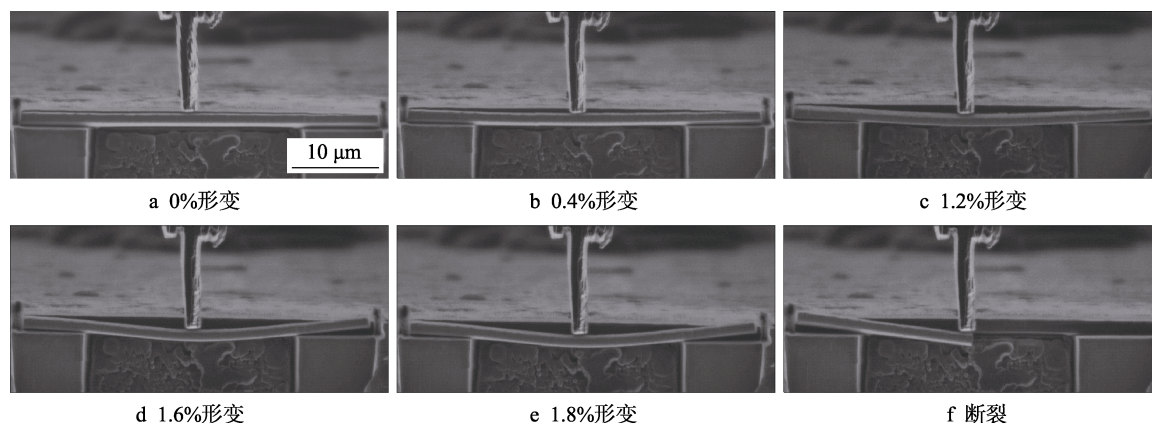


图 4 CrN 薄膜原位三点弯曲试验中不同形变量下的离子束图像

Fig.4 Ion beam image of the FIB cut CrN film specimen during the proposed in-situ three-point bending test under different deformation strains of (a) 0%, (b) 0.4%, (c) 1.2%, (d) 1.6%, (e) 1.8% and (f) fracture

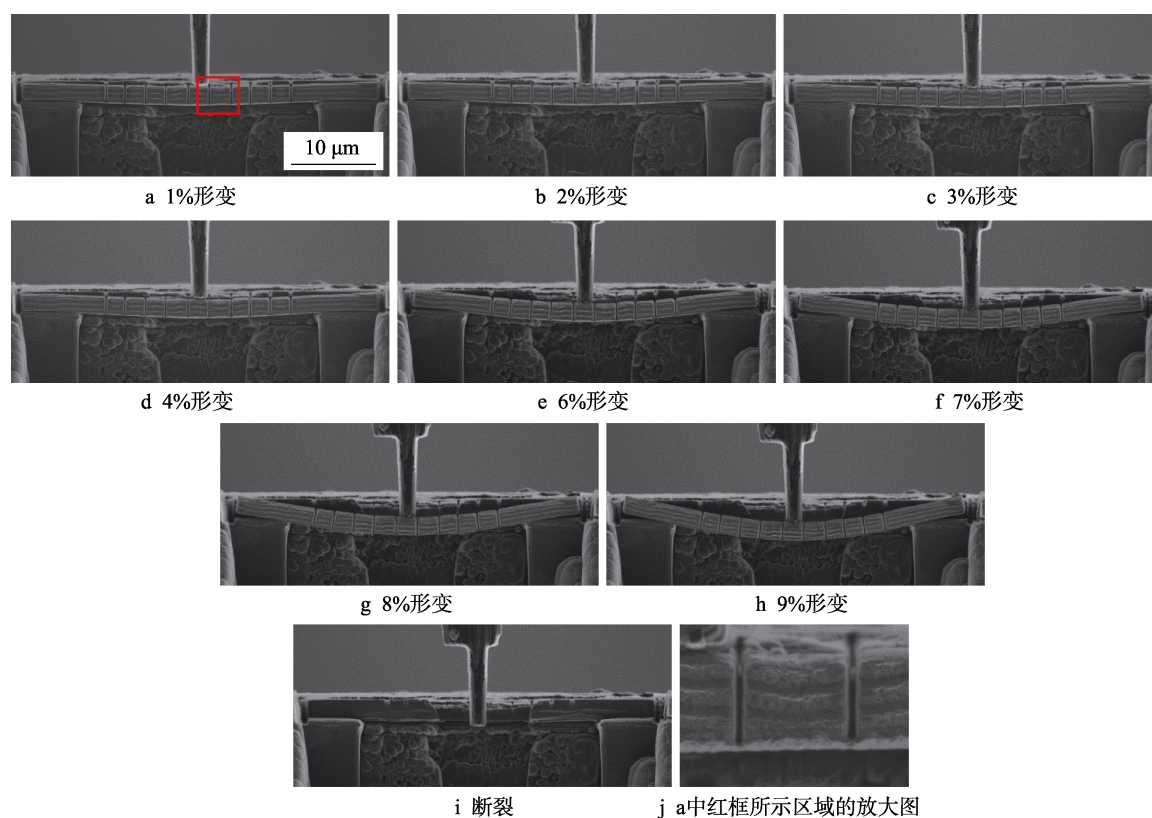


图 5 Cr/CrN 多层薄膜原位三点弯曲试验中不同形变量下的离子束图像

Fig.5 Ion beam image of the FIB cut Cr/CrN multilayer film specimen during the proposed three-point bending test under different deformation strains of (a) 1%, (b) 2%, (c) 3%, (d) 4%, (e) 6%, (f) 7%, (g) 8%, (h) 9% and (i), fracture and (j) higher-magnification view of the area indicated by the red square in (a)

倍。而且，在弯曲测试前，将弯曲测试样品的薄膜的侧面（图 5j 所示）用离子束预先刻蚀一些沟道，等效于引入“预裂纹”缺陷。然而，“预裂纹”的引入对 Cr/CrN 多层薄膜的极限形变影响不大，即薄膜对缺陷具有较高的耐受度（换言之，断裂韧性较高）。进一步的，在并行的重复测试中，测试中途撤销探针时，Cr/CrN 多层薄膜可以基本恢复原状，但有一定程度的塑性变形。换言之，金属 Cr 层的引入，大幅度提高了 CrN 薄膜的极限形变，使得薄膜随基体变

形的耐受度显著提升，同时也引入了一定的塑性变能力。

虽然 Matthews 等^[18]使用宏观尺寸样品（厘米级）模拟了微米级多层结构薄膜的三点弯曲试验，并得出多层结构可以显著提升薄膜极限形变的结论，然而材料的宏观力学行为是否可以延伸到局部或微观尺度尚存疑问，此前也未见在微观尺度下关于薄膜极限形变的直接测试的报道。本文首次对 CrN 薄膜、Cr/CrN 多层薄膜进行了原位三点弯曲测试，并首次直接测得

了两者的极限形变,同时证实了多层结构可显著提升CrN基薄膜的极限形变。另外,本研究还发现多层结构可以显著降低薄膜的裂纹敏感性,与Martinez等^[21]基于多种几何形状压头的纳米压痕技术对Cr/CrN多层结构薄膜进行研究所获得的结论一致。

另外,需要指出的是,残余应力会影响薄膜的机械、力学性能,也会影响上述原位三点弯曲测试结果的可靠性。对于本文中所制备及用于三点弯曲测试的CrN薄膜,虽然未对其进行残余应力的测量,但从其XRD主衍射峰(111)晶面的 2θ 与其理论值吻合良好,以及FIB切割获得的薄片未发生弯曲/卷曲的事实(此薄片已于原试样脱离,残余应力将使其弯曲/卷曲),可以推测本文中所制备的CrN薄膜的残余应力不高,对实验结果影响不大。而对于Cr/CrN多层薄膜,已有多个研究表明多层结构会显著降低薄膜的内应力^[15,21-22],因此其残余应力的影响更低,相对而言可以忽略不计。对于残余应力较大的薄膜(可通过XRD图谱进行初步判断),可以使用Winiarski等^[23]综述中所提到的多种用于测量薄膜残余应力的方法首先进行薄膜残余应力的测量。其中一种是使用FIB/SEM系统与数字图像相关分析法(DIC)结合,在微米尺度测量残余应力的方法。在与残余应力的测试方法结合后,本文提出的原位三点弯曲测试可以得出更准确的薄膜极限形变数据。

本文提出的原位三点弯曲测试方法的局限是暂时无法在测量形变的同时测量压头处的应力,因此无法获得应力-应变曲线。不过,在Omniprobe操纵探针上增加轴向力压电传感器(或将AFM与FIB探针结合)从技术角度而言并没有障碍,因此如果有明确的需求,相信在不久的将来即会有相关产品面世。

3 结论

1)提出了一种使用FIB/SEM双束系统对薄膜进行原位、实时观测的三点弯曲测试方法,可以直接测试薄膜的极限形变。

2)在磁控溅射制备CrN和Cr/CrN多层薄膜上进行了测试,CrN薄膜的极限形变为1.8%左右,形变类型为纯弹性形变,无塑性形变。

3)在磁控溅射制备Cr/CrN多层薄膜上进行了测试,其极限形变高达9.1%,是CrN薄膜的5倍。形变类型以弹性形变为主,含有少量塑性形变,且对“预裂纹”等缺陷不敏感。

4)将此测试方法与在微米尺度使用FIB测量薄膜残余应力的方法相结合,将可以有效地评估多种薄膜的形变能力及形变特性。所获得的薄膜相关性能数据,对于针对不同基体、不同使用工况(如不同的表面受力状态、变形状态等)的薄膜体系或结构的选择与设计,具有很好的指导意义。

参考文献:

- [1] KNOTEK O, BOSSERHOFF B, SCHREY A, et al. A new technique for testing the impact load of thin films: The coating impact test[J]. Surface and coatings technology, 1992, 54: 102-107.
- [2] NIE X, LEYLAND A, SONG H W, et al. Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium alloys[J]. Surface and coatings technology, 1999, 116: 1055-1060.
- [3] BATISTA A W, GODOY G C D, MATTHEWS A. Impact testing of duplex and non-duplex (Ti,Al) N and Cr-N PVD coatings[J]. Surface and coatings technology, 2003, 163: 353-361.
- [4] BANTLE R, MATTHEWS A. Investigation into the impact wear behaviour of ceramic coatings[J]. Surface and coatings technology, 1995, 74: 857-868.
- [5] HEDENQVIST P, OLSSON M, JACOBSON S, et al. Failure mode analysis of TiN-coated high speed steel: In situ scratch adhesion testing in the scanning electron microscope[J]. Surface and coatings technology, 1990, 41(1): 31-49.
- [6] HEINKE W, LEYLAND A, MATTHEWS A, et al. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests[J]. Thin solid films, 1995, 270(1): 431-438.
- [7] NLEDENGVIST P, HOGMARK S. Experiences from scratch testing of tribological PVD coatings[J]. Tribology international, 1997, 30(7): 507-516.
- [8] PUJANTE J, VILASECA M, CASELLAS D, et al. High temperature scratch testing of hard PVD coatings deposited on surface treated tool steel[J]. Surface and coatings technology, 2014, 254: 352-357.
- [9] BULL S J. Failure modes in scratch adhesion testing[J]. Surface and coatings technology, 1991, 50(1): 25-32.
- [10] XIA Zhen-hai, CURTIN W A, SHELDON B W. A new method to evaluate the fracture toughness of thin films[J]. Acta materialia, 2004, 52(12): 3507-3517.
- [11] WANG Chen, PUREZA J M, YANG Yan-qing, et al. Investigation of hardness and fracture toughness properties of Fe/VC multilayer coatings with coherent interfaces[J]. Surface and coatings technology, 2016, 288: 179-184.
- [12] KIRAN M S R N, GHANASHYAM K M, PADMANABHAN K A. Substrate-dependent structure, microstructure, composition and properties of nanostructured TiN films[J]. Solid state communications, 2011, 151(7): 561-563.
- [13] KYUNG K C, YOHTARO Y. Substrate-dependent microstructure and magnet resistance of La-Sr-Mn-O thin films grown by RF sputtering[J]. Japanese journal of applied physics, 1999, 38(1R): 56.
- [14] JOU J H, HAN M Y, CHENG D J. Substrate dependent internal stress in sputtered zinc oxide thin films[J]. Journal

- of applied physics, 1992, 71(9): 4333-4336.
- [15] LAMASTRA F R, LEONARDI F, MONTANARI R, et al. X-ray residual stress analysis on CrN/Cr/CrN multilayer PVD coatings deposited on different steel substrates[J]. Surface and coatings technology, 2006, 200(22-23): 6172-6175.
- [16] GHOSH R, BASAK D, FUJIHARA S. Effect of substrate-induced strain on the structural, electrical, and optical properties of polycrystalline ZnO thin films[J]. Journal of applied physics, 2004, 96(5): 2689-2692.
- [17] SCHULZ U, MENZEBACH M, LEYENS C, et al. Influence of substrate material on oxidation behavior and cyclic lifetime of EB-PVD TBC systems[J]. Surface and coatings technology, 2001, 146-147: 117-123.
- [18] MATTHEWS A, JONES R, DOWEY S. Modelling the deformation behaviour of multilayer coatings[J]. Tribology letters, 2001, 11(2): 103-106.
- [19] LIU X, KAVANAGH J, MATTHEWS A, et al. The combined effects of Cu and Ag on the nanostructure and mechanical properties of CrCuAgN PVD coatings[J]. Surface and coatings technology, 2015, 284: 101-111.
- [20] LIU Xing-guang, IAMVASANT C, LIU Chang, et al. CrCuAgN PVD nanocomposite coatings: Effects of annealing on coating morphology and nanostructure[J]. Applied surface science, 2017, 392: 732-746.
- [21] LOUSA A, ROMERO J, MARTINEZ E, et al. Multilayered chromium/chromium nitride coatings for use in pressure die-casting[J]. Surface and coatings technology, 2001, 146: 268-273.
- [22] MARTINEZ E, ROMERO J, LOUSA A, et al. Nanoindentation stress-strain curves as a method for thin-film complete mechanical characterization: Application to nanometric CrN/Cr multilayer coatings[J]. Applied physics A, 2003, 77(3-4): 419-427.
- [23] WINIARSKI B, WITHERS P J. Novel implementations of relaxation methods for measuring residual stresses at the micron scale[J]. The journal of strain analysis for engineering design, 2015, 50(7): 412-425.

(上接第 325 页)

- [20] 苏玉珍, 聂孟辉. 基于神经网络的超声无磨料外圆抛光加工建模与仿真[J]. 矿山机械, 2009, 37(10): 23-26.
- SU Yu-zhen, NIE Meng-hui. Modeling and simulation of ultrasonic external circle polishing without abraser based on neural network[J]. Mining & processing equipment, 2009, 37(10): 23-26.
- [21] PRAHALAD K, OMER F, KONG Z Y, et al. A graph-theoretic approach for quantification of surface morphology variation and its application to chemical mechanical planarization process[J]. IIE transactions, 2015, 47(10): 1088-1111.
- [22] BUKKAPATNAM S, RAO P, LIH WC, et al. Process characterization and statistical analysis of oxide CMP on a silicon wafer with sparse data[J]. Applied physics A: Materials science & processing, 2007, 88(4): 785-792.
- [23] 李敏, 袁巨龙, 吕冰海. 剪切增稠抛光磨料液的制备及其抛光特性[J]. 光学精密工程, 2015, 23(9): 2513-2521.
- LI Min, YUAN Ju-long, LYU Bing-hai. Preparation of shear thickening polishing abrasive slurries and their polishing properties[J]. Optics and precision engineering, 2015, 23(9): 2513-2521.
- [24] 蒋宗礼. 人工神经网络导论[M]. 北京: 高等教育出版, 2001.
- JIANG Zong-li. Introduction to artificial neural networks[M]. Beijing: Higher Education Press, 2001.
- [25] 张立明. 人工神经网络的模型及其应用[M]. 上海: 复旦大学出版社, 1993.
- ZHANG Li-ming. Model and application of artificial neural networks[M]. Shanghai: Fudan University Press, 1993.

(上接第 350 页)

- [21] SARAEIAN P, CHOOPANI Y, RAZFAR M R, et al. Experimental investigation of external surface finishing of AISI 440C stainless steel cylinders using the magnetic abrasive finishing process[J]. The international journal of advanced manufacturing technology, 2016, 83(9/12): 1811-1821.
- [22] 范璐, 李唯东, 杨胜强, 等. 基于液体磁性磨具的相对式磁极头设计及实验研究[J]. 表面技术, 2019(6): 353-360.
- FAN Lu, LI Wei-dong, YANG Sheng-qiang, et al. Design and experimental study of opposite magnet pole based on fluid magnetic abrasives[J]. Surface technology, 2019(6): 353-360.
- [23] LI W, LI X, YANG S, et al. A newly developed media for magnetic abrasive finishing process: Material removal behavior and finishing performance[J]. Journal of materials processing technology, 2018, 67(3/5): 183-186.
- [24] 全云进, 孙桓五. 液体磁性磨具光整加工的电磁场发生装置设计与仿真技术研究[J]. 机械管理开发, 2008(2): 29-31.
- TONG Yun-jin, SUN Huan-wu. Design and simulation of electromagnetic field generating unit for liquid-magnetic abrasive polishing[J]. Mechanical management and development, 2008(2): 29-31.
- [25] 郝建军. 液体磁性磨具光整加工实验装置的研制与开发[D]. 太原: 太原理工大学, 2005.
- HAO Jian-jun. Research and development of experimental equipment in liquid-magnetic abrasive tool finishing[D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2005.