

激光与光电子学进展

硫系玻璃力学特性的纳米压痕与划痕实验研究

刘治, 张宇*, 陈春梅, 谢康, 陈龙, 周慎敏

昆明理工大学机电工程学院, 云南 昆明 650500

摘要 硫系玻璃是热成像系统元件的重要材料, 虽然适合成型, 但这些脆性材料的加工特性在很大程度上是未知的。因此为了解硫系玻璃的微观变形机理, 采用纳米压痕仪对硫系玻璃进行压痕实验、变载划痕实验和恒载划痕实验。纳米压痕实验中获得的数据表明, 硫系玻璃在压痕的过程中出现了不连续阶梯状(pop-in)现象, 从而表明材料发生了弹塑性转变, 并得出材料的弹性模量和硬度; 通过对压痕后的形貌进行观察, 发现有边缘存在材料堆积现象, 这将使通过 Oliver-Pharr 方法计算得出的弹性模量和硬度偏大, 因此需要使用半椭圆模型进行校正。通过变载划痕实验得出划痕深度-长度曲线图, 分析了硫系玻璃在每种阶段的去除方式, 得出了脆塑转变的临界载荷为 92.3 mN; 通过对恒载划痕实验数据进行分析, 得出脆塑转变的临界载荷为 50~120 mN, 证实了变载划痕实验所得临界载荷的准确性。

关键词 材料; 硫系玻璃; 纳米压痕; 脆塑转变; 变载划痕实验; 恒载划痕实验

中图分类号 0484

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP222703

Experimental Study on Mechanical Properties of Chalcogenide Glass by Nanoindentation and Scratch

Liu Zhi, Zhang Yu*, Chen Chunmei, Xie Kang, Chen Long, Zhou Shenmin

Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650500, Yunnan, China

Abstract Chalcogenide glass is a critical material for thermal imaging systems. Although chalcogenide glass is suitable for molding, the processing characteristics of this brittle material have not yet been thoroughly analyzed. To evaluate the micro-deformation mechanism of chalcogenide glass, a nanoindenter was used to perform indentation, variable-load scratch, and constant-load scratch tests. The experimental data reveal that the discontinuous stepped (pop-in) phenomenon occurs during indentation, indicating that chalcogenide glass undergoes elastic-plastic transformation. Furthermore, the elastic modulus and hardness of chalcogenide glass samples were determined. Upon observing sample morphology after indentation, it is determined that material accumulates at the sample edges. This causes the elastic modulus and hardness calculated using the Oliver-Pharr method to be higher than the experimental values. Therefore a semi-elliptical model should be used to correct the deviations. The depth-length curve for scratch depth was obtained by performing a variable-load scratch experiment. Furthermore, the removal methods of chalcogenide glass during each stage were analyzed. The critical load of brittle-plastic transition is 92.3 mN. Analysis of the scratch test data under a constant load reveals that the critical load of brittle-plastic transition ranges between 50 and 120 mN. This demonstrates the accuracy of the critical load determined using the scratch test under a variable load.

Key words materials; chalcogenide glass; nanoindentation; brittle transformation; variable-load scratch test; constant-load scratch test

1 引言

随着科技水平的快速发展, 红外产品需向着更高质量、更高精度方面发展。硫系玻璃是以 VI 族元素 S、Se、Te 为主, 掺入 As、Ge、Sb、Ga 等元素所形成的二

元、三元或者是四元化合物玻璃^[1]。硫系玻璃具有折射率受温度变化影响小的优势^[2], 近几年多用于军工和民用的夜视设备中^[3], 是非常重要的红外设备制造材料。

目前纳米压痕和划痕实验多用于研究单晶锗、单

收稿日期: 2022-10-08; 修回日期: 2022-11-04; 录用日期: 2022-11-08; 网络首发日期: 2022-11-21

通信作者: *498380267@qq.com

晶硅、单晶铜、单晶氮化镓等材料,很多学者对纳米压痕的加工机理展开了研究^[4]。赵彪等^[5]通过对单晶锆(100)晶面在不同压入深度下的纳米压痕实验,研究单晶锆的力学特性,得出了单晶锆(100)晶面的弹塑性转换的临界点以及硬度和弹性模量与压入深度之间的变化趋势。唐赛等^[6]通过对单晶硅进行纳米压痕分子动力学仿真,研究得出纳米压痕仿真过程中磨粒对于单晶硅晶格的影响,结果表明,断裂的晶体原子随着磨粒的离开会重新达到新的平衡状态。张先源^[7]将纳米压痕实验和划痕实验相结合,研究得出单晶氮化镓由于位错和扩展出现了不连续阶梯状(pop-in)现象,并对压痕形貌进行分析,得出了修正后更接近最优的硬度和弹性模量参数,通过不同载荷划痕实验得出了脆塑转变的临界载荷。杨晓京等^[8]通过对单晶锆进行变载划痕和恒载划痕实验,得出了单晶锆脆塑转变临界深度并对其进行了修正。

Trunov等^[9]将纳米压痕和带隙辐照相结合研究硫系玻璃的光塑性效应,结果表明,在光和外部机械载荷的联合作用下,硫系化合物薄膜实现了非线性应变响应形成机制,同时杨氏模量和纳米硬度也发生了相反的变化。Troutman等^[10]通过原子力显微镜、拉曼光谱和纳米压痕对硫系玻璃(As₄₀Se₆₀)正交切削后表面/亚表面的性质进行了研究,结果表明,进给速度的增加,减少了材料在纳米压痕实验中下沉的趋势。

本文以硫系玻璃 IRG206^[11]为研究对象,对硫系玻璃进行纳米压痕和划痕实验,并分析这个过程中的变形机理。通过对硫系玻璃进行三组不同最大载荷下的纳米压痕实验,分析纳米压痕实验得到的数据,得出载荷-深度曲线,使用 Oliver-Pharr 方法计算得出材料的硬度和弹性模量。通过分析载荷-位移曲线,对图中发现的 pop-in 现象进行说明,并通过对照三组实验结果,对进一步观察到的 pop-in 现象出现的原因进行探究。通过对压痕形貌进行分析,发现边缘凸起现象影响了使用 Oliver-Pharr 方法计算得出的弹性模量和硬度的准确性,所以根据半椭圆模型对接触面积进行修正,从而提高弹性模量和硬度的准确性。通过变载划痕实验对硫系玻璃进行分析,得出了材料在不同阶段的变形机理以及弹塑转变的临界载荷和脆塑转变的临界载荷;对硫系玻璃进行恒载划痕实验,进一步证实了材料脆塑转变的临界载荷的真实性。

2 纳米压痕实验

2.1 实验设备及材料制备

纳米压痕实验设备选用美国安捷伦公司生产的 U9820A Nano Indenter G200 压痕仪,该设备安装 Berkovich 压头,其曲率半径为 20 nm,设备可设定的最大载荷为 500 mN,载荷分辨率为 50 nN,位移分辨率小于 0.01 nm。对于三次不同最大载荷的纳米压痕实验都设置加载时间为 40 s,峰值保载为 15 s。

实验对象为硫系玻璃 IRG206,一种脆性的硫族玻璃。这种材料具有低的玻璃化转变温度^[12],并且适合于模制的光学器件^[13]。尽管是脆性材料,但也可以进行超精密加工且材料去除率较高^[14]。由于纳米压痕实验对样品有一定的要求,所以通过切片、研磨、抛光等工艺使硫系玻璃 IRG206 样品的尺寸和表面质量达到满足实验条件的标准。图 1 为直径 25 mm 厚度 2 mm 的硫系玻璃样品,通过观察发现样品上下表面光滑平行且无污物,满足纳米压痕实验的基本要求。

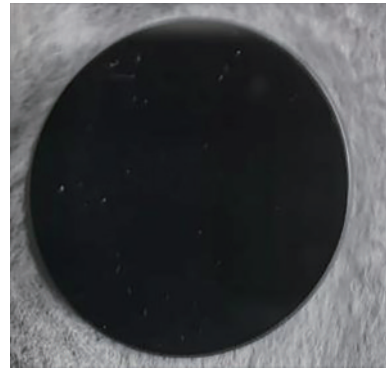


图 1 硫系玻璃样品

Fig. 1 Sample of chalcogenide glass

2.2 实验结果计算原理

纳米压痕实验中使用压针去测定压入深度和载荷,对得到的载荷-深度曲线^[15]进行分析从而计算出材料的硬度及弹性模量。通常采用 Oliver-Pharr 方法^[16]对载荷-深度数据进行分析,如图 2 所示为典型的载荷-深度曲线以及压痕实验过程图^[17]。

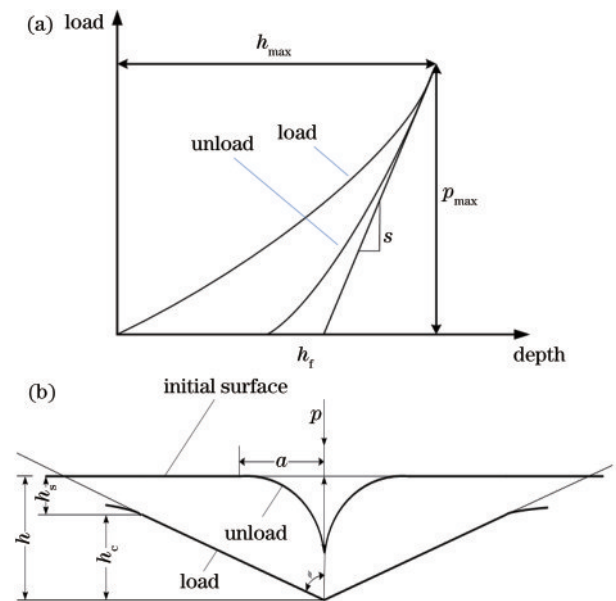


图 2 纳米压痕示意图。(a)典型的载荷-深度曲线;(b)典型的压痕实验过程图

Fig. 2 Schematic diagram of nanoindentation. (a) Typical load-depth curves; (b) typical indentation experimental process diagram

关于 Oliver-Pharr 方法^[18],如下式所述:

$$P = B_1(h - h_i)^m, \quad (1)$$

$$h = h_{\max} = h_c + h_i, \quad (2)$$

式中: P 为压头所承受的载荷; h_{\max} 为最大压入深度,由压头完全卸载后的残余深度 h_i 和材料与压头的接触深度 h_c 构成; B_1 和 m 为参数拟合常量,其中参数 m 取决于压头的形状(玻氏压头: $m=1.5$;锥形压头: $m=2$)。

对式(1)进行微分得出:

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = B_1 m (h_{\max} - h_i)^{m-1}, \quad (3)$$

式中, S 为初始卸载斜率(或称为接触刚度)。

通过换算可得材料弹性模量为

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_i}{E_1}, \quad (4)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_1}}, \quad (5)$$

式中: E 为材料的弹性模量; ν 为材料的泊松比; E_1 为金刚石压头的弹性模量($E_1 = 1140 \text{ GPa}$); ν_i 为压头的泊松比($\nu_i = 0.07$); E_r 为折合模量; β 与金刚石压头的几何形状有关; A_1 为压头表面与试样表面的接触面积。

材料的硬度可表示为

$$H_1 = \frac{P_{\max}}{A_1}, \quad (6)$$

式中, H_1 为材料硬度。由于压痕后材料容易堆积产生凸起现象,导致测定接触深度偏小,因此接触面积 A_1 比实际接触面积偏小。此时,由式(4)、式(6)计算得到的弹性模量及硬度便会有误差。对于这个现象导致材料力学性能测定不准确,可以通过半椭圆模型进行校正。

通过上述 Oliver-Pharr 理论与纳米压痕实验所得数据相结合,可以计算得出材料的弹性模量及硬度。同时,为后续使用激光共聚焦显微镜对压痕形貌观测出现凸起现象,导致弹性模量及硬度产生误差的原因提供理论依据。

3 实验结果分析

3.1 结果现象

在硫系玻璃 IRG206 的晶面上进行三组压痕实验,每组实验压痕一个试验点,三组压痕实验的最大载荷分别为 10、20、30 mN,图 3(a)给出了硫系玻璃 IRG206 在最大载荷为 10 mN 时的载荷-位移曲线。纳米压痕实验分为三部分进行:第一部分为加载阶段,可以看出载荷和位移呈线性趋势增加;第二部分为保载阶段,可以看出位移在给定的时间内不断增加而最大载荷保持不变;第三部分为卸载阶段,载荷和位移都在减少,且位移并未回到原点,表明材料发生了永久的塑性变形。

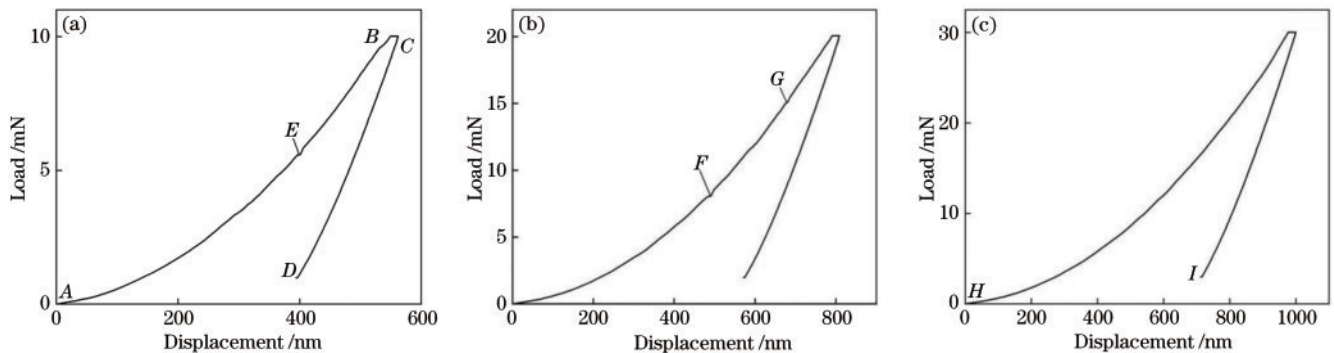


图3 三种不同最大载荷下的位移-载荷曲线图。(a) 10 mN; (b) 20 mN; (c) 30 mN

Fig. 3 Displacement-load curves at three different maximum loads. (a) 10 mN; (b) 20 mN; (c) 30 mN

对于压痕实验的硬度及弹性模量计算通常采用 Oliver-Pharr 方法,根据此理论方法分析图 3 最大载荷为 10 mN 的载荷-位移曲线可以得出,硫系玻璃 IRG206 的弹性模量和硬度分别为 22.8 GPa 和 1.858 GPa。

加载阶段随着载荷不断增加,压入深度应随之增加,但在 E 点时载荷为 6.4 mN,位移为 426.5 nm,直至位移为 433.4 nm 时载荷才逐渐增加,这一阶段载荷并未发生变化,而位移在持续增加。对于纳米压痕实验所得载荷-位移曲线图中出现加载载荷不变但位移突然增加的现象称为 pop-in 现象。在压痕后的载荷-位移曲线中出现这种现象时,表明材料发生弹塑性转变。同时,为进一步观察 pop-in 现象,增加最大载荷分

别进行两组纳米压痕实验,图 3(b)、3(c)分别为最大载荷为 20、30 mN 时的载荷-位移曲线图。分析图 3(b)曲线图可知,在 F 点载荷为 8.02 mN 时,位移为 482.5 nm 处出现 pop-in 现象,载荷在一定时间内基本不随位移的增加而增加,直至位移为 491.1 nm 时载荷发生变化;当位移增加至 674.8 nm、载荷为 14.9 mN 时,在 G 点再次出现 pop-in 现象。分析图 3(c)曲线图可知,载荷随位移的增加而增加直至达到最大载荷 30 mN 时处于保载阶段载荷不变,位移增加到最大,当卸载阶段结束后位移并未回到原来的位置,进一步表明材料产生了弹塑性转变,图 3(c)中 HI 两点间直线距离称为残余压深,但在曲线图中并没有出现不连续阶梯状,说明没

有出现 pop-in 现象。根据对前两组不同最大载荷的压痕实验曲线图的分析,发现当最大载荷由 10 mN 增大至 20 mN 时, pop-in 现象出现次数增多,但是载荷增加至 30 mN 时并未产生 pop-in 现象。因此, pop-in 现象的出现可能在一定的载荷范围内,对于 pop-in 现象出现与载荷之间的关系仍需进一步探讨。

3.2 压痕形貌凸起现象分析

采用日本生产的 KEYENCE/VK-X1100 激光共

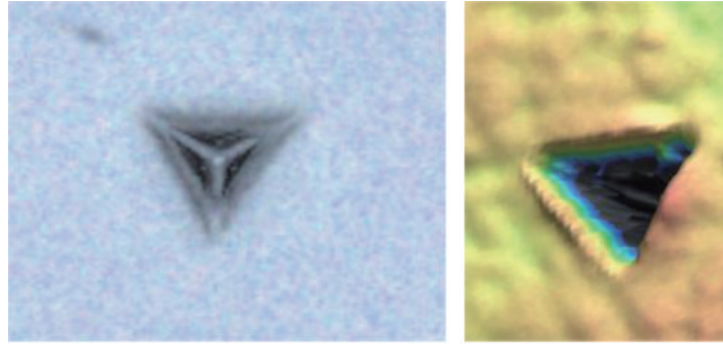


图4 最大载荷为 10 mN 时的压痕形貌图(LSCM)

Fig. 4 Indentation topography (LSCM) under maximum load of 10 mN

Oliver-Pharr 方法^[18]中计算接触面积的公式为

$$A_1 = 24.5h_c, \quad (7)$$

式中, h_c 为接触深度。由于凸起现象的产生,导致 h_c 比实际的接触深度要小,从而使计算得到的接触面积 A_1 比实际的接触面积偏小,这将导致使用 Oliver-Pharr 方法计算得到的硬度和弹性模量产生误差。因此需要利用 Kesse 等^[19]提出的半椭圆模型对其接触面积进行修正,这种模型的接触面积公式为

$$A^* = A_1 + 5.915h_c \sum a_i, \quad (8)$$

式中: $a_i (i = 1, 2, 3)$ 为压痕后材料堆积后凸起三边的宽度。

通过 Oliver-Pharr 方法计算得到的弹性模量和硬度分别为 22.8 GPa 和 1.858 GPa。通过分析材料压痕后的凸起现象,并使用半椭圆模型校正接触面积后得到的弹性模量和硬度分别为 19.1 GPa 和 1.676 GPa。校正前后的弹性模量与硬度参数对比如表 1 所示,可知校正后的弹性模量和硬度数值分别下降了 16.2% 和 9.8%。

表1 校正前后的弹性模量与硬度参数

Table 1 Parameters of elastic modulus and hardness before and after correction

Contrast model	Hardness /GPa	Elastic modulus /GPa
Oliver-Pharr	1.858	22.8
Semi-elliptic model	1.676	19.1

4 纳米划痕实验

4.1 变载荷划痕实验

纳米划痕实验设备选用英国 Micro Materials 公司

生产的 Nanotest Vantage 压痕仪,将硫系玻璃样品表面抛光后固定在实验台上,设定载荷范围为 0~500 mN,划痕长度为 300 μm ,进行载荷随压头移动而不断增加的变载划痕实验,图 5 为变载划痕深度-划痕长度曲线图,图 6 为变载划痕后的表面形貌光镜图。

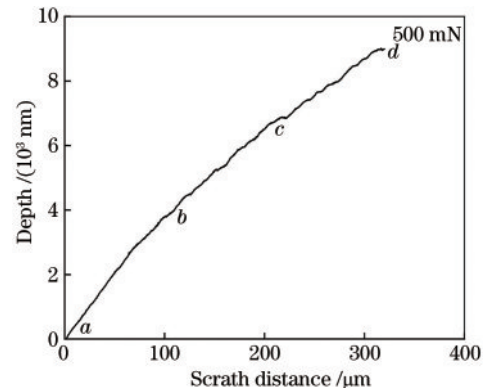


图5 变载划痕深度-划痕长度曲线图

Fig. 5 Curve of scratch depth-scratch length under variable load

对图 5、图 6 进行分析,在 ab 阶段,曲线趋于平滑,载荷较小导致压入深度浅,材料表面无明显变化且没有裂纹产生,划入深度尚未达到临界深度,材料表面发生弹性变形,表现为塑形去除。 bc 阶段,划痕深度随着载荷增大而增大,曲线产生轻微波动,材料表面质量光滑但有少量裂纹产生,此时材料由塑形去除过渡至脆性去除。 cd 阶段,随着载荷持续增大,曲线发生明显的波动,根据图 6 可以看出,表面产生多处明显裂纹,且出现大量碎屑颗粒,产生脆性去除,此时材料表面发生崩坏。

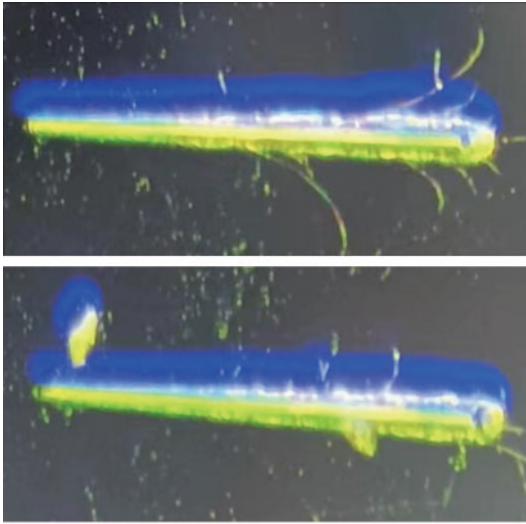


图 6 变载划痕后的表面形貌光镜图

Fig. 6 Light microscope diagram of surface morphology after variable-load scratch

对硫系玻璃进行变载划痕实验得出划痕深度-划痕长度曲线图,通过分析得到材料的弹塑转变的临界载荷为 30.5 mN,脆塑转变的临界载荷为 92.3 mN,为后续单点金刚石车削硫系玻璃提供合理的加工范围。

4.2 恒定载荷划痕实验

为进一步研究硫系玻璃的微观变形机理,设定载荷分别为 50、80、120 mN,划痕长度为 200 μm ,划痕速度为 10 $\mu\text{m}/\text{s}$,对材料进行恒载划痕实验。图 7 为三种恒定载荷下的划痕深度-划痕长度曲线图,图 8 为划痕后使用光镜观测到的表面形貌图。从图中可以看出,I 阶段,划痕长度在 0~30 μm 这个范围内,划痕深度基本没有变动,说明此阶段为压头到达指定载荷后与材料接触的过程。II 阶段,划痕长度范围为 30~230 μm ,此时划痕深度随着划痕长度的增加产生波动,但设定载荷不同曲线波动的幅度也不同,从图中可以看出,随着载荷的增大,曲线波动的幅度也随之增大,当设定载荷为 50 mN、压痕深度在 1470 μm

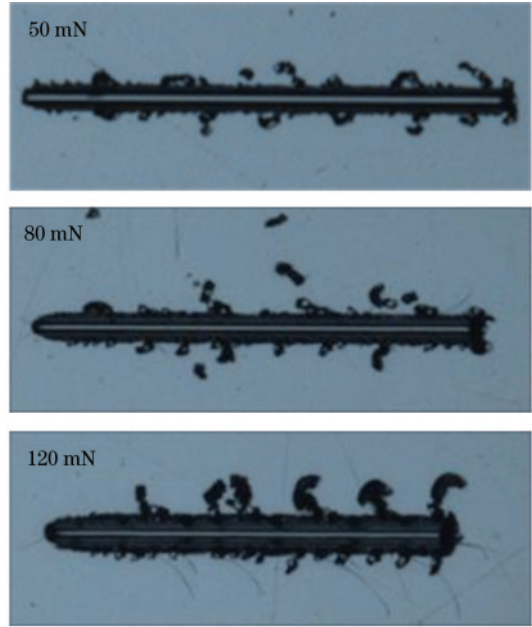


图 8 划痕后使用光镜观测到的表面形貌图

Fig. 8 Surface topography observed by light microscope after scratching

时曲线产生轻微波动,材料表面发生变形;当设定载荷为 80 mN、压入深度达到 3014 μm 时出现较为明显的波动,表明材料发生塑性变形;当设定载荷为 120 mN、压入深度达到 4703 μm 时曲线出现大幅度激烈波动,表明材料表面发生脆性变形。根据对图 8 划痕后的形貌图进行观察发现载荷为 120 mN 时材料出现裂纹。由上述三种恒载划痕实验可以得出材料的临界载荷范围是 50~120 mN,进一步证实了变载划痕实验所得临界载荷的准确性。图 9 为摩擦系数-划痕长度曲线图,从图中可以看出,随着划痕长度的增加,摩擦系数也随之增加,到一定的范围后趋于平稳状态,对比三种载荷的曲线图发现,随着载荷的增大曲线的波动范围也会变大。通过摩擦系数曲线图可以看出,载荷的不同影响着切削机理,在加工过程中要选择合适的加工参数。

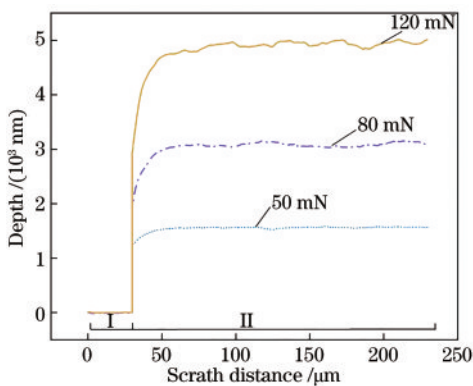


图 7 三种恒定载荷下的划痕深度-划痕长度曲线

Fig. 7 Curves of scratch depth-scratch length under three constant loads

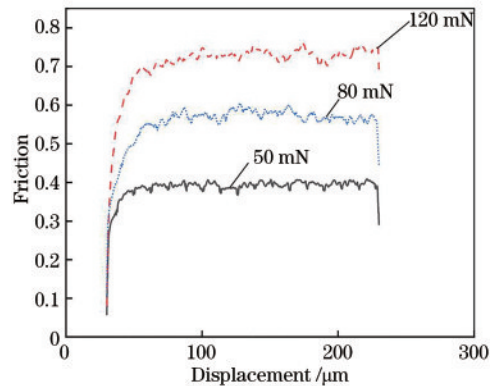


图 9 三种恒定载荷下的摩擦系数-划痕长度曲线图

Fig. 9 Curves of friction coefficient-scratch length under three constant loads

5 结 论

本文主要结论如下:

1) 通过对硫系玻璃进行纳米压痕实验发现载荷-位移曲线图中出现 pop-in 现象, 使用 Oliver-Pharr 方法计算得到的弹性模量和硬度分别为 22.8 GPa 和 1.858 GPa。

2) 纳米压痕后的硫系玻璃表面边缘存在材料堆积的现象, 使用半椭圆模型对其进行校正, 校正后的弹性模量和硬度数值分别下降了 16.2% 和 9.8%。

3) 通过对硫系玻璃进行变载划痕实验得到材料的弹塑转变的临界载荷为 30.5 mN, 脆塑转变的临界载荷为 92.3 mN, 并对硫系玻璃进行恒载划痕实验得出材料脆塑转变的临界载荷范围是 50~120 mN, 进一步证实了变载划痕实验所得临界载荷的准确性, 同时载荷的不同影响着切削机理, 为后续研究单点金刚石切削硫系玻璃的加工过程中如何合理选择加工参数提供理论依据。

参 考 文 献

- [1] 陶光明. 新型硫系玻璃红外材料的制备及其性能研究[D]. 上海: 复旦大学, 2009.
Tao G M. Preparation and properties of new infrared materials of chalcogenide glass[D]. Shanghai: Fudan University, 2009.
- [2] 黄宏宇. 硫系玻璃基底高强度防潮红外增透与保护膜的研制[D]. 长春: 长春理工大学, 2021.
Huang H Y. Development of the high-strength moisture proof infrared antireflective and protective film for chalcogenide glass substrate[D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology, 2021.
- [3] 张艳艳. 形核剂对 Se 基红外玻璃组织和性能的影响[D]. 西安: 西安工业大学, 2014.
Zhang Y Y. Effects of nucleation agent on structure and properties of selenium based infrared glass[D]. Xi'an: Xi'an Technological University, 2014.
- [4] 朱博. 基于分子动力学纳米压痕模拟的单晶碳化硅变形机理研究[D]. 长春: 吉林大学, 2020.
Zhu B. Research on deformation mechanism of single crystal silicon carbide based on molecular dynamics nanoindentation simulation[D]. Changchun: Jilin University, 2020.
- [5] 赵彪. 单晶锗微纳米切削脆塑转变机理研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2017.
Zhao B. Research on brittle-ductile transition mechanism of single crystal germanium in micro-nano scale[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2017.
- [6] 唐赛, 王永强. 基于分子动力学的单晶硅纳米压痕过程分析[J]. 内燃机与配件, 2022(1): 111-113.
Tang S, Wang Y Q. Analysis of nanoindentation process of single crystal silicon based on molecular dynamics[J]. Internal Combustion Engine & Parts, 2022(1): 111-113.
- [7] 张先源. 单晶氮化镓纳米压痕与划痕实验[J]. 材料科学与工程学报, 2021, 39(6): 1028-1034.
Zhang X Y. Experimental analysis on indentation and scratch of single crystal GaN[J]. Journal of Materials Science and Engineering, 2021, 39(6): 1028-1034.
- [8] 杨晓京, 刘浩, 赵彪, 等. 单晶锗脆塑转变纳米划痕实验研究[J]. 有色金属工程, 2019, 9(6): 12-16.
Yang X J, Liu H, Zhao B, et al. Experimental study on nanoscale scratch in single crystal germanium brittle plastic transition[J]. Nonferrous Metals Engineering, 2019, 9(6): 12-16.
- [9] Trunov M L, Bilanich V S, Dub S N. The non-Hookian behavior of chalcogenide glasses under irradiation: a nanoindentation study[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2007, 353(18/19/20/21): 1904-1909.
- [10] Troutman J R, Owen J D, Zare A, et al. Cutting mechanics and subsurface integrity in diamond machining of chalcogenide glass[J]. Procedia CIRP, 2016, 45: 135-138.
- [11] 张继艳, 林海峰, 黄章超. 基于硫系玻璃的紧凑式大相对孔径长波红外光学系统无热化设计[J]. 应用光学, 2021, 42(5): 790-795.
Zhang J Y, Lin H F, Huang Z C. Compact large relative aperture long wavelength infrared athermalization optical system with chalcogenide glasses[J]. Journal of Applied Optics, 2021, 42(5): 790-795.
- [12] 张宝东, 许军锋, 常芳娥. $\text{Ge}_{20}\text{Sb}_{10}\text{Se}_{65}\text{Te}_5$ 硫系玻璃制备及 Ti 丝除杂机理研究[J]. 硅酸盐通报, 2021, 40(9): 3145-3151.
Zhang B D, Xu J F, Chang F G. Preparation of $\text{Ge}_{20}\text{Sb}_{10}\text{Se}_{65}\text{Te}_5$ chalcogenide glass and impurity removal mechanism of Ti wire[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2021, 40(9): 3145-3151.
- [13] 王静, 吴越豪, 戴世勋, 等. 硫系玻璃在长波红外无热化连续变焦广角镜头设计中的应用[J]. 红外与激光工程, 2018, 47(3): 0321001.
Wang J, Wu Y H, Dai S X, et al. Application of chalcogenide glass in designing a long-wave infrared athermalized continuous zoom wide-angle lens[J]. Infrared and Laser Engineering, 2018, 47(3): 0321001.
- [14] 周天丰, 解加庆, 梁志强, 等. 光学微透镜阵列模压成形研究进展与展望[J]. 中国光学, 2017, 10(5): 603-618, 703.
Zhou T F, Xie J Q, Liang Z Q, et al. Advances and prospects of molding for optical microlens array[J]. Chinese Optics, 2017, 10(5): 603-618, 703.
- [15] 江涛. 层状陶瓷复合材料的制备技术及其研究发展现状和趋势[J]. 硅酸盐通报, 2019, 38(8): 2475-2491.
Jiang T. Fabrication technology, research and development status, trend of laminated ceramics composites[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2019, 38(8): 2475-2491.
- [16] 张志杰, 蔡力勋, 陈辉, 等. 金属材料的强度与应力-应变关系的球压入测试方法[J]. 力学学报, 2019, 51(1): 159-169.
Zhang Z J, Cai L X, Chen H, et al. Spherical indentation method to determine stress-strain relations and tensile

- strength of metallic materials[J]. Chinese Journal of Theoretical and Applied Mechanics, 2019, 51(1): 159-169.
- [17] 王宇迪, 王鹤峰, 杨尚余, 等. 纳米压痕技术及其在薄膜/涂层体系中的应用[J]. 表面技术, 2022, 51(6): 138-159.
- Wang Y D, Wang H F, Yang S Y, et al. Nanoindentation technique and its application in film/coating system[J]. Surface Technology, 2022, 51(6): 138-159.
- [18] Oliver W C, Pharr G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology[J]. Journal of Materials Research, 2004, 19(1): 3-20.
- [19] Kese K, Li Z C. Semi-ellipse method for accounting for the pile-up contact area during nanoindentation with the Berkovich indenter[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(8): 699-702.