

纳米力学实验教学方案设计与探究

李 欢^{1,2}, 韩东梅^{2,3}

(1. 中山大学 材料科学与工程学院, 广东 广州 510275; 2. 广东省低碳化学与过程节能重点实验室, 广东 广州 510275; 3. 中山大学 中法核工程与技术学院, 广东 珠海 519082)

摘 要: 为了将先进的科研方法与手段——纳米力学测试引入到相关专业本科生和研究生的实验教学内容当中, 有针对性地为不同阶段、不同专业的学生设计了分层次、模块化实验教学方案, 并根据在方案教学实施过程中的反馈, 编写并完善了实验课程讲义。该教学实验收到了良好的课堂反馈, 拓展了学生的视野与知识面, 有效地锻炼了学生主动探索和积极创新与应用的能力。

关键词: 纳米力学; 实验教学; 教学方案设计

中图分类号: G642.4 **文献标识码:** B **文章编号:** 1002-4956(2017)1-0210-04

Scheme design and exploration of nano-mechanical experimental teaching

Li Huan^{1,2}, Han Dongmei^{2,3}

(1. School of Physics and Engineering, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China; 2. Key Laboratory of Low-carbon Chemistry & Energy Conservation of Guangdong Province, Guangzhou 510275, China; 3. Sun Yat-sen University, Institut Franco-Chinois de l'Energie Nucléaire, Zhuhai 519082, China)

Abstract: The nano-mechanical testing experiments are introduced to undergraduate and graduate students to expand their knowledge and enhance their operational ability. A hierarchical approach targeted at different levels and different majors is designed. A modular experimental teaching program has formed. A series of teaching materials are prepared and improved based on feedback from the teaching process in the implementation of the program. The experimental teaching course receives the recognition from students for providing effective testing experimental lessons in advanced micro-mechanics, and training students in integrated application development capabilities.

Key words: nano-mechanics; experimental teaching; teaching scheme design

1 纳米力学压痕和划痕实验

材料制备的进步推动了纳米力学测试技术的发展。纳米压入和划入已成为先进的微/纳尺度力学测试技术^{[1]21-22}, 成为表面工程、先进材料、生物材料和机电系统领域的重要研究手段和工具。纳米力学测试仪可以给出整个加、卸载过程连续记录的载荷—位移曲线, 包含了丰富的力学响应信息。通过建立合适的力学模型, 可以得到硬度与弹性模量随压痕深度变化的曲线等弹塑性参数、断裂参数、黏弹参数、摩擦系数和薄膜的临界附着力等多种力学量^[2]。纳米力学测试仪能测试薄膜、涂层、表面改性样品而避免基底效应的影响, 还能测出材料沿深度方向力学性能的梯度变化^[3]。随着载荷量程在 $10^{-2} \sim 10^{-1}$ N 量级、压入深度从微米至纳米量级的纳米压入/划入仪的出现, 加上国际标准 ISO14577:2002、美国标准 ASTM E 2546-07 和中国标准 GB/T22458—2008 的颁布实施, 仪器化压入逐渐成为微尺度力学的通用测试技术。因此纳米力学测试的大学实验教学显得日益必要。

要利用这台精密力学测试仪器实现卓有成效的实验教学, 就要使教学内容和方式适合学生的认知规律和实践能力, 并且促进学生创新能力的培养^[3]。

2 实验教学方案设计的总体思想

基于因材施教和研究性、开放性教学的理念, 本设计方案分为 3 个层次^[4]。层次一针对本科生, 教学目的是给他们一个纳米力学测试的正确鲜明的总体印象, 使其了解仪器的基本功能, 基本的测试原理和模型, 并在此基础上掌握基本的操作, 定性地体会纳米力

收稿日期: 2016-08-15 修改日期: 2016-10-09

基金项目: 中山大学实验教学研究(改革)基金项目(YJ201332)

作者简介: 李欢(1984-), 女, 新疆库尔勒, 硕士, 工程师, 主要从事大型仪器设备管理和实验室管理。

E-mail: lihuan9@mail.sysu.edu.cn

学测试仪在材料表征中的应用。层次二是针对一般研究生设计,由于其对专业知识的理解深度加深,研究经历较本科生丰富,研究能力也有一定提高,因此基于各自专业基础的简单实验、比较实验,包括自己制备的材料与标准材料比较,都可以纳入到课程体系中,并在此基础上提高综合分析能力。层次三是针对高年级研究生,包括博士生设计的开放创新型实验,这类仪器在力学测试中的应用非常广泛,随着近十几年的研究,对于各种各样的材料的研究文献已经比较丰富,他们完全可以把这项手段用到自己的科研工作中,针对此,设计了有代表意义的创新实验讲义。以上3个层次逐层递进加深,以满足不同学生的培养需求。

3 教学实验方案设计

3.1 第一层次:本科教学实验

3.1.1 教学纲目

教学对象:材料物理、高分子材料与工程、理论与应用力学等相关专业的学生。

实验目的:让学生了解什么是纳米力学测试、有哪些应用以及掌握基本操作。

教学内容:采用“理论课+实验操作”2部分的教学方式。首先在大课课堂上向学生介绍纳米力学测试的原理及应用,再安排学生分组上机参与实验“熔融石英的纳米压痕测试”的操作。在教师演示操作后让学生接触仪器,自己动手测试,加深对分析方法的理

3.1.2 实验方案示例1

测试样品:熔融石英标准样品。

实验方法:卸载刚度法和连续刚度(CSM)法。

最大载荷 a:160 mN;最大载荷 b:4.5 mN。测试数量:6个点/人。泊松比:0.17。持续时间:加载时间50 s,保载时间10 s,卸载时间50 s。测试间距:X方向100 μm ,Y方向100 μm 。拟合范围:最大载荷的50%~95%。

结果处理:

(1) 在处理数据时需要确认和修正接触零点。

(2) 卸载刚度法得到载荷—深度曲线,通过载荷位移曲线不重合可知在压入过程中发生了塑性变形,载荷位移曲线右上部位的微小“平台”表示材料在载荷作用下发生了蠕变。

(3) CSM(连续刚度法)得到硬度—深度、弹性模量—深度的曲线。

(4) 理解弹性模量为材料参量,压入硬度为功能参量。

(5) 列出样品编号、平均值、标准偏差;所有结果的总平均值、总平均值的标准偏差;不含异常值的总平均值和总平均值的标准偏差。

3.2 第二层次:研究生教学实验

教学对象:修“材料分析与表征”课的研究生以及可能会用到力学测试,尤其是微纳米尺度力学测试的任何专业的学生,如材料科学与工程、力学、生物医学工程等专业

3.2.1 第一类:演示实验

这是为“材料分析与表征”这门课设计的一章内容,分理论课和演示实验2部分。理论课介绍仪器原理和应用,利用仪器的优势功能,结合不同类型材料表面或薄膜材料阐明测量的原理和理论基础。演示实验部分将学生分成15人/组,详细讲解仪器构造、典型样品制备与要求、仪器操作程序、参数的意义及参数选取、测试过程模拟、研究方法设计举例、数据处理与结果分析、仪器与测量的注意事项。通过30 min左右的仪器介绍与操作演示,不仅完成一个样品测试的标准过程,得到模量、硬度—深度曲线,而且安排了分析表征的示例,紧凑而丰富。

3.2.2 第二类:材料综合实验

材料、物理、高分子、生物工程以及力学等相关专业的研究生,可能在自己的课题研究中遇到与微观力学性能相关的问题。例如,要测量某种材料(陶瓷、合金或高分子材料)的硬度、弹性模量、屈服、断裂韧性、蠕变等,或者要知道不同工艺表面改性的效果、镀层与基底之间的附着力等。因此设计不同材料的力学性能测试,能够结合研究生自身专业的理论知识、专业思维训练与技能。将这些实验内容根据不同材料类型和教学目的模块化,例如针对材料物理和无机材料专业背景的学生设计陶瓷、表面改性材料、薄膜与基底材料以及金相材料实验的内容模块,为高分子材料与工程、生物医学工程等专业的学生设计高分子改性材料、复合材料、生物材料的力学行为内容模块等。

3.2.3 实验方案示例2:压痕蠕变测试

材料常常会在受载过程中发生时间依赖的形变行为,即蠕变。在压痕蠕变测试中,当加载达到最大值时保持载荷不变,记录压头位移深度随加载时间的变化。连续刚度测试技术是测量材料蠕变性能的有效手段,它可直接测量出材料在蠕变过程中硬度和刚度的变化。该技术已应用于块体材料和多层材料的蠕变性能研究中。例如聚四氟乙烯的蠕变性能测试中,在最大载荷处,压头以1.2 μN 强度和45 Hz频率保持振动。随着时间增加,位移深度也增加,然而硬度减小,这说

明发生了时间依赖的形变现象^[6]。

3.2.4 实验方案示例 3:压痕、划痕测试磁控溅射制备的薄膜

材料物理专业实验课会涉及一种磁控溅射镀膜实验,通常会在基底材料(如硅片或玻璃)上镀铝、镍等金属或稀土氧化物膜。用此实验课上所制得的镀膜材料来做纳米力学压痕测试,能够让学生直观地构建起基底对膜材料力学性能测试的影响。

为了消除基底材料在薄膜材料力学测试中的影响,一般压痕深度应当小于膜厚的 10% (这个规律的有效性取决于薄膜和基底材料性质的差异,以及薄膜和基底材料哪个较硬)。压入测试的连续刚度测量技术,能确定多大压痕深度处,所测力学性质开始有基底效应。该方法可以获得硬度和弹性模量作为压痕深度的连续函数,学生可借此了解硬膜软基底和软膜硬基底的 2 种典型薄膜的力学行为^[3]。

划痕测试通过斜坡加载方式能够测出临界附着力、薄膜破坏的临界载荷等^[7-8]。恒定载荷方式通常用来测量摩擦系数^[9-10]。例如利用磁控溅射方法在硅片上沉积铝膜,使用纳米划入测试,切向力曲线开始出现明显波动的位置一般就是膜材和基材的界面。该深处对应于膜厚,此处的法向力和切向力通常被定义为薄膜黏附失效的临界附着力^{[1]252-253}。另外,还可以分别用 Berkovich 和立方角作为划痕压头,对比不同压头对测试的影响。

其他镀膜方法例如溶胶凝胶法、磁控溅射法、电沉积、化学气相沉积等制备的薄膜材料可以同时测试中比较其纳米力学性能。协同利用其他领域的实验知识和材料,让学生测试自己制备的材料,他们对结果的预期就会比单纯地测试陌生样品要更加强烈,在提高实验兴趣的同时,锻炼了学生边动手边思考的能力。这些都有很多的拓展空间。

3.3 第三层次:研究与创新型实验设计

对科研和分析测试技术感兴趣的学生,包括本科生、研究生和博士生,因为自己的课题所涉及或者兴趣所在而想进一步深入探索与尝试,更应该被欢迎与接纳。因此应当为少数优秀的本科生或研究生设立高级程度的实验,挑战他们的能力与智慧。

研究与创新型实验的内容具有明显的个性化特点,以第二类材料综合实验为基础,把以专业术语为导向的测试转变成以分析科学问题和解决技术疑难为导向,将专业基础扎实的学生推向现实的研究课题,将他们的实际操作能力与研究现实接轨。这部分实验精心设计每一个大纲,并给出必要的细节提示,附上必要的文献辅助,但过程和结果不必给出标准的描述和结论,或者仅给出结果的范围。这样做可最大限度锻炼学生

的创新积极性,让传统实验课的教什么学什么变成自己想办法教会自己研究或解决一个问题。这种实验以第二类实验为基础但更为进一步,它能够帮助学生深入理解材料结构与力学性能的关系。

3.3.1 实验方案示例 4:连续刚度测试均匀材料和梯度材料

接触刚度—压入深度曲线的形状揭示了与材料表面垂直方向的力学性能是均匀还是随梯度变化的。例如应用于生物医学领域的钛合金—羟基磷灰石功能梯度材料、Ti/Al₂O₃ 梯度材料。Ti/Al₂O₃ 梯度材料同时具有金属 Ti 的优良性能和 Al₂O₃ 陶瓷的良好的耐热、隔热、高强及高温抗氧化性,且连续过渡无宏观界面,整体材料具有良好的热应力缓和特性,可望用做新一代航天飞机的机身、燃烧室内壁等以及为涡轮发动机、高效燃气轮机等提供超高温耐热材料。纳米力学测试能够成为检验这种材料制备与性能的有效手段。当接触刚度—压入深度曲线随着压入深度增加而呈现增加趋势变缓时,说明材料的机械性能在随压入深度而下降,反之则说明材料的硬度和模量随压入深度而上升^[11]。

3.3.2 实验方案示例 5:纳米划痕测试表征材料界面力学行为

由于纳米压痕测试的结果是离散的数值点,而划痕测试是一个连续的过程,所以划痕测试在研究纤维增强材料界面力学行为方面比压痕更具优势。利用纳米划痕测试研究硅烷偶联剂处理的玻璃纤维增强乙烯基酯复合材料界面,实验发现,利用纳米划痕测试可以准确地测定有效界面的厚度,并且发现偶联剂的浓度越高,有效界面的厚度越厚^[12]。

3.3.3 实验方案示例 6:材料中的残余应力—应变

原理是基于残余应力对纳米压痕过程的影响是其载荷—位移深度曲线相比于没有残余应力时理想状态的载荷—位移深度曲线存在一定程度的背离。如当材料内部存在压应力时,将导致压痕边界产生“凸起”现象,这是因为压应力对加载过程会产生一个反作用力,若要达到同一压痕深度,此时所需的载荷将高于理想状态,因而使得载荷—位移深度曲线发生偏离;同理,拉应力导致的压痕“凹陷”也将引起曲线向反方向的偏离。基于以上分析,根据研究者提出的计算残余应力的具体公式就能进行残余应力的研究^[13]。

4 结语

3 个层次的教学方案均已经实施一年。在实施过程中,根据学生的反馈调整方案的细节,不断对方案加以完善。本科生、研究生在实验教学过程中,表现出兴趣,愿意主动探索仪器的应用以及对结果进行分析。第 3 层次的教学方案也收到科研型学生的欢迎,特别

是有些学生解决了材料测试中的问题、丰富了材料的信息。在此基础上,还积累了许多科研工作者在本仪器上的测试案例,将其分门别类,在获得作者许可的前提下,集结成实验范例,作为不同种类材料应用的参考,对于后续实验教学的开展以及研究工作的开展,均具有借鉴意义。

纳米力学测试的准确、便捷、连续测试等优点和功能使它成为了材料科学、力学工程等领域的研究热点和常用检测分析手段。因此在相关专业本科生和研究生的培养中,引入这项内容实验课程,能够让学生体验到从基础测试到深入分析前沿工作所需要的知识基础。学生通过这类仪器开发出的不同层次、内容的实验方案,就能了解多种前沿材料的结构特点、表征原理和技术手段,通过试讲教学实践,学生表现出浓厚的兴趣,通过他们的提问和他们对教师提问的回答,了解了学生思维的的关注点、薄弱点,在今后的实验课程中能够更加突出重点、有的放矢。

致谢:特别致谢中山大学实验室与设备管理处、中山大学实验教学研究(改革)基金项目(YJ201332)对本实验教学改革项目的支持,以及中山大学本科教学改革研究课题的支持。

参考文献(References)

- [1] 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[M]. 北京:科学出版社,2013.
- [2] 谢存毅. 纳米力学测试系统的原理及其应用[G]. 西安:第二届中国

西安纳米科技研讨会论文集,2003;306-313

- [3] 张应红,孙永厚,景晖,等. 卓越工程师培养计划背景下材料力学实验改革与实践[J]. 实验技术与管理,2014,31(5):222-224.
- [4] 孙隽,杨延梅. 高校实验课分层教学的改革探索[J]. 实验技术与管理,2016,33(7):200-204
- [5] 周向阳,蒋庄德,王海容,等. 纳米压入法测试薄膜力学性能的若干关键影响因素分析[J]. 机械强度,2007,29(5):737-744.
- [6] Li X D, Bhushan B. Dynamic mechanical characterization of magnetic tapes using nanoindentation techniques[J]. IEEE Transactions on Magnetics,2001, 37(10):1616-1619.
- [7] 石广田,石宗利,俞焕然,等. Ag-Cu/Ti 双层膜复合体系结合强度测试方法研究[J]. 兰州大学学报,2002,38(6):48-53.
- [8] 彭志坚,苗赫濯,齐龙浩. 氮化硅陶瓷刀具表面涂覆高硬耐磨氮化钛涂层研究[J]. 稀有金属材料与工程,2004,33(5):507-511.
- [9] Godara A, Raabe D, Green S. The influence of sterilization processes on the micromechanical properties of carbon fiber-reinforced PEEK composites for bone implant applications[J]. Acta Biomaterialia, 2007,3(2):209-220.
- [10] Youn S W, Kang C G. Effect of nanoscratch conditions on both deformation behavior and wet-etching characteristics of silicon (100) surface[J]. Wear, 2006,261(3/4):328-337.
- [11] Li X D, Bhushan B. Development of continuous stiffness measurement technique for composite magnetic tapes[J]. Scripta Materialia, 2000,42(10):929-935.
- [12] kim J K, Sham M L, Wu J S. Nanoscale characterization of interphase in silane treated glass fibre composites[J]. Composites Part A-Applied Science and Manufacturing,2001,32(5):607-618.
- [13] 刘金娜,徐滨士,王海斗,等. 材料残余应力测定方法的发展趋势[J]. 理化检验(物理分册),2013,49(10):677-682.

(上接第 209 页)

5 结语

本文设计了一种基于 DSP 的 FIR 滤波综合实验,该实验可提升学生综合应用多门课程所学知识,解决与实际应用非常贴近的数字信号处理应用的专业综合实践能力。同时,本实验中的诸如最多能设计多少点滤波系数等众多细节问题,还可让学生进一步深挖与探索,从而在实验教学中既面向实际解决问题,又激励学生的专业学习兴趣。

参考文献(References)

- [1] 历旭云,梅汝焕,叶治国,等. 高校实验教学研究的发展及趋势[J]. 实验室研究与探索,2014,33(3):131-135.
- [2] 施鼎方,王士芬. 探析综合性实验教学的有效途径[J]. 实验技术与管理,2010,27(1):120-121.
- [3] 王志芳,周锦燕. 创新型实验教学体系的实践[J]. 实验技术与管理,

2010,27(3):206-208.

- [4] 李露,史振威,周付根. 基于 Matlab/Simulink 的幅度调制与解调综合实验设计[J]. 实验室研究与探索,2011,30(1):96-99.
- [5] 陈万通,李小强. 基于现代 GNSS 信号的通信综合实验设计[J]. 电气电子教学学报,2016,38(3):124-126,139.
- [6] 刘迎潮,金文,陈曦,等. 单片机一嵌入式系统综合实验平台[J]. 电气电子教学学报,2014,36(3):77-79.
- [7] 雷鹏,罗斐翔,张博诚,等. 基于软件无线电的数字信号处理综合实验平台[J]. 工业和信息化教育,2016,4(7):83-89.
- [8] 何朝露. 数字信号处理实验教学改革探索[J]. 实验室科学,2015,18(3):103-105.
- [9] 陈超洋,周少武,欧青立,等. MATLAB/SIMULINK 在课堂教学中的应用探究[J]. 当代教育理论与实践,2016,8(10):85-88.
- [10] 陈小元,陈超. DSP 课程实验内容设计及实施[J]. 电气电子教学学报,2015,37(1):59-61.
- [11] Texas Instruments. C2833x/C2823x C/C++ Header Files and Peripheral Examples Quick Start[EB/OL]. 2010;http://www.ti.com/lit/ml/sprca73/sprca73.pdf.