第 49 卷第 3 期　　硅　酸　盐　学　报　　Vol. 49，No. 3
2021 年 3 月　　JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY　　March，2021
http://www.gxyb.cbpt.cnki.net　　**DOI**：10.14062/j.issn.0454-5648.20200474

基于纳米压痕的氧化镓不同晶面的蠕变特性

周　海[1]，徐亚萌[1]，韦嘉辉[1,2]，沈军州[1]，冯晓雯[1]

(1. 盐城工学院机械工程学院，江苏 盐城 224051；2. 江苏大学机械工程学院，江苏 镇江 212013)

摘　要：使用 Berkovich 压头，采用恒载荷法对氧化镓的(100)及(010)晶面进行纳米压痕试验，通过数据拟合获得氧化镓晶体的蠕变应力指数。单晶氧化镓(100)晶面的蠕变应力指数范围在 15.5~27.8，(010)晶面的蠕变应力指数范围在 46.1~63.4。纳米压痕法能够有效测量氧化镓的蠕变变形量；氧化镓的 2 个晶面均呈现了初始蠕变和稳态蠕变 2 个阶段，其中，(100)晶面具有较明显的初始蠕变阶段和稳态蠕变阶段，但是(010)晶面的初始蠕变阶段不明显；保载载荷与氧化镓的蠕变位移、等效压痕应力呈正相关，对蠕变应力指数没有明显影响；氧化镓不同晶面的蠕变应力指数差异很大，(010)晶面较(100)晶面具有更大的蠕变应力指数，具有更强的抗蠕变性能，更适合精密机械加工。

关键词：氧化镓；纳米压痕；蠕变特性；蠕变应力指数
中图分类号：O731; TH161　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2021)03–0557–06
网络出版时间：2021–01–21



Creep Characteristics of Different Planes of Gallium Oxide Based on Nanoindentation

ZHOU Hai[1], *XU Yameng*[1], *WEI Jiahui*[1,2], *SHEN Junzhou*[1], *FENG Xiaowen*[1]
(1. College of Mechanical Engineering, Yancheng Institute of Technology, Yancheng 224051, Jiangsu, China;
2. College of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, Jiangsu, China)

Abstract: The Berkovich indenter was used to conduct nanoindentation tests on the (100) and (010) crystal planes of gallium oxide by a constant load method, and the creep stress index of the gallium oxide crystal was obtained by data fitting. The creep stress index of single crystal gallium oxide crystal face (100) ranges from 15.5 to 27.8, and the creep stress index of crystal face (010) ranges from 46.1 to 63.4. The nanoindentation method can effectively determine the creep deformation of gallium oxide. The two crystal planes of gallium oxide show two stages of initial creep and steady-state creep. Among them, the crystal plane (100) has an obvious initial creep. The initial creep phase of the crystal plane (010) is not obvious. The holding load is positively correlated to the creep displacement and equivalent indentation stress of gallium oxide, and has no significant effect on the creep stress index. The creep stress index of different crystal planes of gallium oxide is different. The crystal plane (010) has a larger creep stress index rather than the crystal plane (100), which has a more intense creep resistance and is more suitable for precision machining.

Keywords: gallium oxide, nanoindentation, creep property, creep stress exponents

单晶氧化镓(β-Ga_2O_3)由于其超宽禁带、高击穿场强及高温稳定性等优良特点而具有广阔应用前景。如 β-Ga_2O_3 材料在功率器件衬底领域可用作 GaN 基发光二极管器件的衬底材料[1–3]；在探测器领域可用于制作日盲紫外探测器[4–6]；在大功率电子器件领域可用于制作场效应晶体管等[7–9]。β-Ga_2O_3 作为一种具有单斜晶体结构的新型半导体材料，具有典型的各向异性[10]。其不同晶面原子排列结构与排列密度不同，导致了其不同晶面所具有的物理、化学、光学、电学等特性有所差异，不同晶面的应用领域也有所不同。

目前对于 β-Ga_2O_3 的研究主要集中于其生长，加工及器件应用方面[11–12]，而对于其蠕变特性的研究并不多见。蠕变通常指特定的温度与载荷下，材料随时间发生的缓慢变形行为。蠕变特性对于材料的加工质量及应用过程中的失效行为影响较大[13–14]。单

收稿日期：2020–06–29。　修订日期：2020–07–12。
基金项目：国家自然科学基金(51675457)；江苏省研究生实践创新项目(SJCX20_1351)。
第一作者：周　海(1965—)，男，博士，教授。

Received date: 2020–06–29.　**Revised date:** 2020–07–12.
First author: ZHOU Hai (1965–), male, Ph.D., Professor.
E-mail: zhouhai@ycit.cn

晶氧化镓在作为器件应用的场合，必然面临高温高压而带来的蠕变变形而导致失效行为的产生，获取单晶氧化镓蠕变特性的参数对于提高后续应用的稳定性及可靠性具有较大的工程意义。

相较于单轴拉伸法，单轴压缩法等传统蠕变特性测试方法自动化程度较低、测试时间较长等缺点[15]，纳米压痕技术可以实时记录压入的载荷与位移曲线，并且具有超高的载荷与位移分辨率，为室温下研究材料的蠕变特性提供了一种有效便捷的方法[16]。柯瑞等采用纳米压痕技术对蓝宝石单晶的蠕变性能进行了测试，结果表明：纳米压痕技术能有效获得蓝宝石单晶的蠕变应力指数，并发现不同的最大载荷对蓝宝石单晶的蠕变位移及蠕变应力指数没有明显的影响[17]。姬峰等采用采用恒加载速率法分析了 Zn–22Al 和 Zn–22Al–0.03Ti 钎料的室温蠕变行为，结果表明：相同保载时间不同载荷保载时，2 种钎料的蠕变位移差异较大[18]。董志刚等采用纳米压痕法对单晶 MgO 的(001)、(110)、(111)晶面进行了蠕变特性的分析，结果表明：压痕蠕变变形存在瞬态蠕变与稳态蠕变 2 个阶段，且不同晶面的蠕变参数结果不同[19]。

目前，国内外尚无发现文献有关于单晶 β-Ga_2O_3 的蠕变性能的相关研究，更没有对于单晶 β-Ga_2O_3 不同晶面各向异性对蠕变特性的影响。因此，对 β-Ga_2O_3 的(100)晶面及(010)晶面进行了纳米压痕蠕变实验，采用恒载荷法，研究了不同保载载荷对不同晶面纳米压痕蠕变特性的影响。

1 实验

1.1 样品制备

试样为导模法[20]生长的(100)和(010)晶面的单晶氧化镓(β-Ga_2O_3)基片，尺寸为 10 mm×10 mm×1 mm。表面粗糙度 R_a 经检测后达到 0.5 nm 以下，满足纳米压痕测试的基本要求。纳米压痕蠕变测试时使用设备自带的光学显微镜观察表面，选取表面质量较高的区域进行实验，以保证实验结果的准确性。

1.2 样品表征

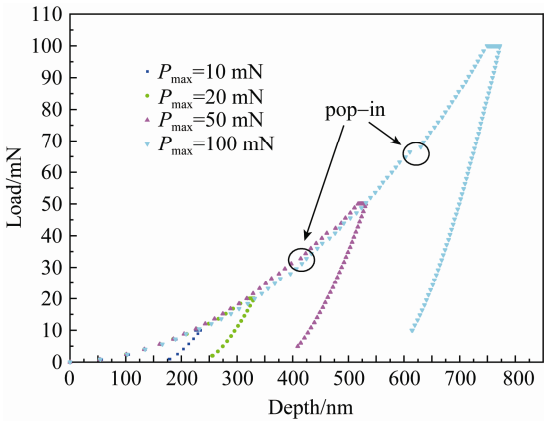
用 G200 型纳米压痕仪进行纳米压痕蠕变测试。测试条件：三棱锥形的 Berkovich 压头，恒定载荷，加载速率 1 mN/s，保载时长 90 s，卸载速率 1 mN/s，最大载荷 P_{max} 分别为 10，20，50，100 mN。对两晶面分别进行测试，每种实验条件测试 3 次以排除实验误差。不同测试点的间距设置为 30 μm，以防止相邻实验点之间的相互作用。为了修正热漂移，试样在每次测试卸载载荷的 90%处保载 25 s。

通常，纳米压痕蠕变实验可以获得典型的载荷–深度曲线，分为 3 个阶段：加载、保载和卸载。在保载阶段会产生蠕变行为，通过研究保载阶段的载荷，深度和时间的关系，得到材料的蠕变特性，如蠕变位移，平均压痕应力，应变率和蠕变应力指数等。

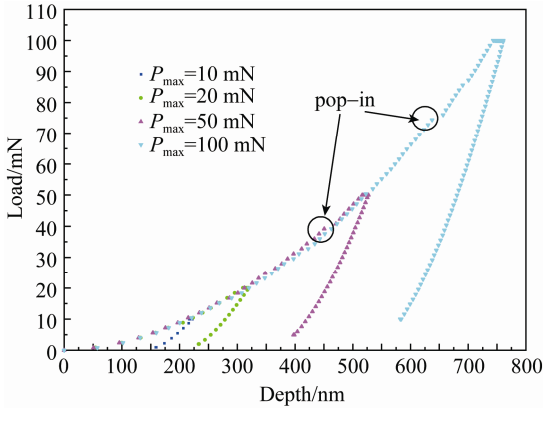
2 结果与讨论

2.1 载荷位移曲线分析

如图 1 所示，β-Ga_2O_3 的(100)与(010)两晶面的纳米压痕载荷–位移曲线均出现了典型的加载–保载–卸载 3 个阶段，且在保载阶段，最大载荷保持较为稳定，满足蠕变测试的基本要求。两晶面的加载曲线在不同最大载荷下基本重合，说明加载速率的一致性保持较好。在加载阶段，两晶面均出现了典型的加载突进(pop-in)现象，说明了两晶面加载时均发生了塑性变形[21]。



(a) β-Ga_2O_3 (100)



(b) β-Ga_2O_3 (010)

图 1 不同晶面纳米压痕载荷–深度曲线

Fig. 1 Nanoindentation load-depth curves of different crystal planes

两晶面加载阶段的最大压入深度均与保载载荷呈正相关，即随着保载载荷从 10 mN 到 100 mN，(100)晶面最大压入深度从 225 nm 增大到 743 nm，(010)晶面最大压入深度从 216 nm 增大到 744 nm，但不同晶面在相同保载载荷条件下，最大压入深度近似，说明在相同保载载荷与加载速率下，不同晶面对于加载阶段最大压入深度没有明显影响。

2.2　蠕变位移分析

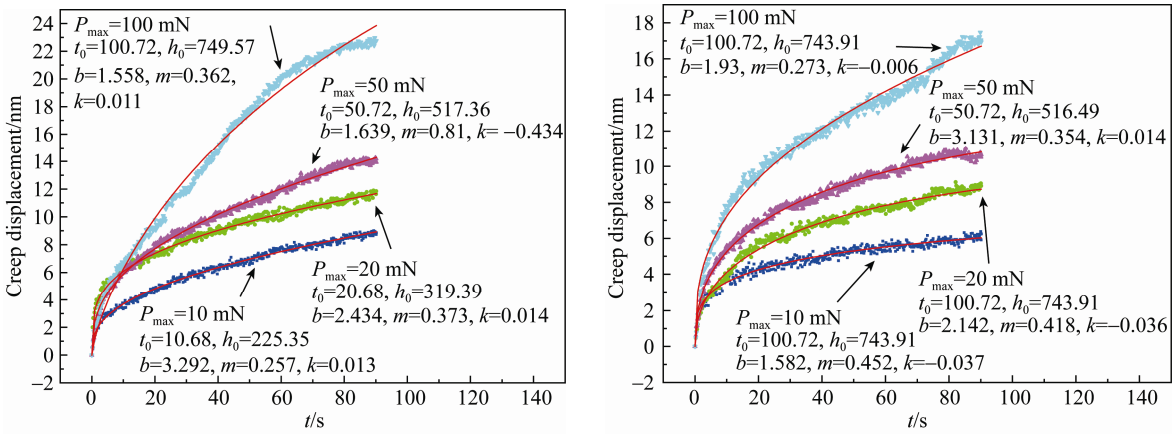
蠕变位移 d_c，定义为保载阶段的压入深度,即保载阶段的最大压入深度与初始压入深度之差：

$$d_c = h_{max} - h_0 \tag{1}$$

式中：h_{max} 为保载阶段的最大压入深度；h_0 为保载阶段的初始压入深度。恒定载荷下的位移散点与时间的关系满足经验方程[22]：

$$h(t) = h_0 + b(t - t_0)^m + kt \tag{2}$$

式中：h_0、t_0 为开始保载时的初始压入深度和初始保载时间；b、m、k 为拟合参数。由式(1)计算可获得 β-Ga_2O_3 蠕变位移与时间的关系，如图 2 所示，保载时间为 90 s，对散点采用式(2)的经验方程拟合获得其拟合曲线。由图 2 可知，β-Ga_2O_3 的 2 个晶面的蠕变位移曲线都具有 2 个阶段：第 1 阶段，蠕变位移随着保载时间的增加而快速增加；第 2 阶段，随着保载时间的增加，蠕变位移增加速率降低并趋于稳定。对于而 β-Ga_2O_3 的 2 个晶面，保载载荷与蠕变位移均呈明显的正相关，即随着保载载荷从 10 mN 增大到 100 mN，(100)晶面的蠕变位移从 8.9 nm 增加到 29.8 nm，(010)晶面的蠕变位移从 6.3 nm 增加到 16.9 nm。但对于不同晶面，在相同保载载荷条件下，(100)晶面的蠕变位移均大于(010)晶面。



(a) β-Ga_2O_3 (100)　　(b) β-Ga_2O_3(010)

图 2　不同晶面蠕变实验位移曲线及其拟合曲线

Fig. 2　Displacement curve and fitting curve of different crystal plane creep experiment

2.3　等效压痕应力与等效应变率分析

压痕蠕变测试中产生的应力并不是常值，通常随着压头压入的深度而改变。在纳米压痕蠕变中以等效压痕应力 σ 来表征纳米压痕中的应力情况，定义为压入载荷与压痕投影面积的比值[23]，简称为压痕应力：

$$\sigma = \frac{P}{A} \tag{3}$$

式中：P 为纳米压痕载荷；A 为压痕投影面积。对于理想的 Berkovich 压头，压痕投影面积 A 与接触深度 h_c 的关系如下[24]:

$$A = 24.56 \cdot h_c^2 \tag{4}$$

接触深度 h_c 根据式(5)计算[25]：

$$h_c = h_{max} - \frac{2}{\pi} \cdot (\pi - 2) \frac{P_{max}}{s} \tag{5}$$

式中：S=dP/dh 为接触刚度，通过拟合卸载曲线的初始部分获得，拟合方程为[26]：

$$P = A \cdot (h - h_f)^m \tag{6}$$

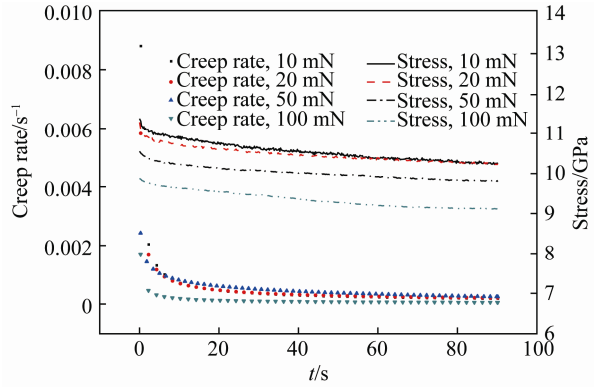
式中：A、m 为拟合参数；h_f 为卸载后的残余深度。

纳米压痕中的应变率也不是常值，通常用等效应变率 $\dot{\varepsilon}$ 来表示，定义为压痕位移变化率与当前压入深度的比值[27]。

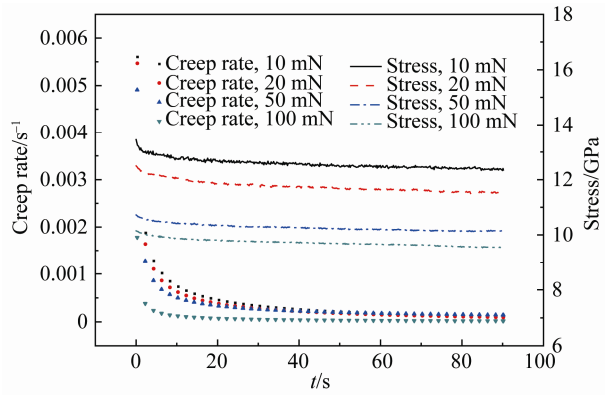
$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{h} \cdot h'(t) \tag{7}$$

不同载荷下 β-Ga_2O_3 两晶面应变率与压痕应力和随保载时间的关系如图 3 所示，与图 2 相对应，2 个晶面压痕应力与应变率随保载时间的变化也分为 2 个阶段：第 1 阶段，压痕应力与应变率随着保载时间的增加迅速降低；第 2 阶段，压痕应力与应

变率均降低，但降低速率减慢，并逐渐趋于稳定值。同一晶面上，保载载荷与压痕应力呈正相关，即保载载荷越大，压痕应力越大。2 晶面的应变率除了第 1 阶段有所区别，(100)晶面的初始应变率较(010)晶面更大，第 2 阶段几乎重合，均降低稳定至零左右。随着保载时间的增加，β-Ga_2O_3 2 个晶面的压痕应力也趋于恒定值，通常称为理论应力 σ_{th}。理论应力随着保载载荷和不同晶面而变化。相同晶面，保载载荷越大，理论应力越大。相同保载载荷，(010)晶面的理论应力较(100)晶面大。



(a) β-Ga_2O_3 (100)



(b) β-Ga_2O_3 (010)

图 3 不同晶面应变率与压痕应力随保载时间关系曲线

Fig. 3 Relationship between strain rate of different crystal planes and indentation stress with holding time

2.4 蠕变应力指数分析

蠕变应力指数是体现材料的抗蠕变性能的重要参数，通常可通过拟合压痕应力与应变率的方式获得。压痕应力与应变率的关系如下[28–29]：

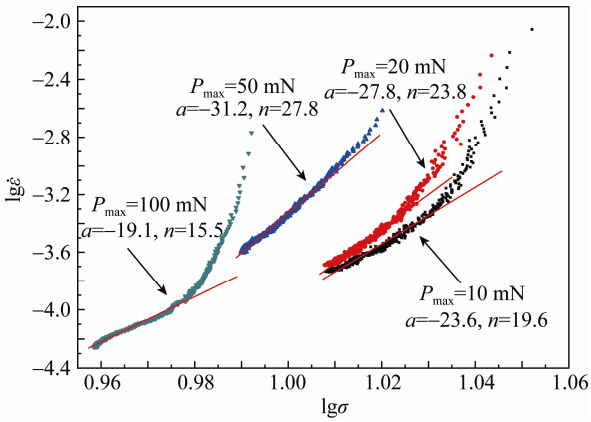
$$\dot{\varepsilon} = B\sigma^n \exp(-\frac{Q}{RT}) \tag{8}$$

式中：参数 B 为材料常数；σ 为压痕应力；Q 是蠕变活化能；R 为气体普适常数；T 为绝对温度；n 为蠕变应力指数。对式(8)两端取对数可得：

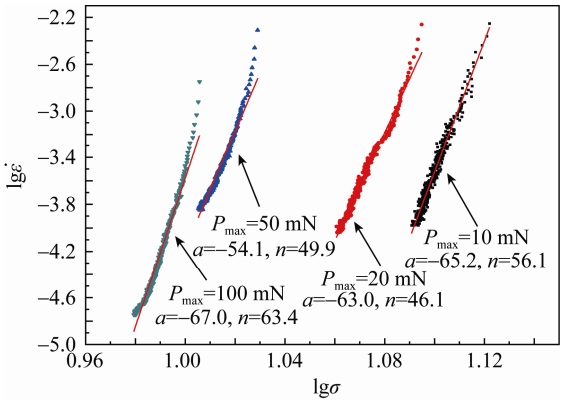
$$\lg(\dot{\varepsilon}) = n\lg(\sigma) + \lg(A) - \frac{Q}{RT}\cdot\lg e \tag{9}$$

如式(9)所示，可知应变率与压痕应力的对数值呈简单线性关系，其斜率即为蠕变应力指数 n。

β-Ga_2O_3 的(100)与(010)晶面压痕应力和应变率的关系如图 4 所示，通过线性拟合获得的不同载荷下的蠕变应力指数也标在图 5 中。压痕应力和应变率的关系也表现为 2 个阶段：在第 1 阶段，应变率和应力迅速降低，拟合该阶段所获得的蠕变应力指数较大；而在第 2 阶段，应变率和应力稳定下降，对数坐标下几乎呈一次函数关系，斜率即为该阶段的蠕变应力指数。通常，取第 2 阶段较为稳定的蠕变应力指数来评定材料的蠕变性能。



(a) β-Ga_2O_3 (100)



(b) β-Ga_2O_3 (010)

图 4 不同保载载荷下不同晶面压痕应力和应变率相互关系及其拟合曲线

Fig. 4 Relationship between indentation stress and strain rate of different crystal planes under different holding loads and its fitting curve

图 5 为 β-Ga_2O_3 不同晶面的蠕变应力指数对比。在同一晶面内，不同保载载荷对蠕变应力指数没有明显影响，其不同保载载荷下蠕变应力指数的不同可能是由于测试环境及样品表面状态导致的误差。而不同晶面，蠕变应力指数则差异较为明显。(100)晶面的蠕变应力指数范围在 15.5~27.8，(010)晶面的蠕变应力指数范围在 46.1~63.4，(010)晶面较(100)晶面具有更大的蠕变应力指数，具有更强的抗蠕变特性。

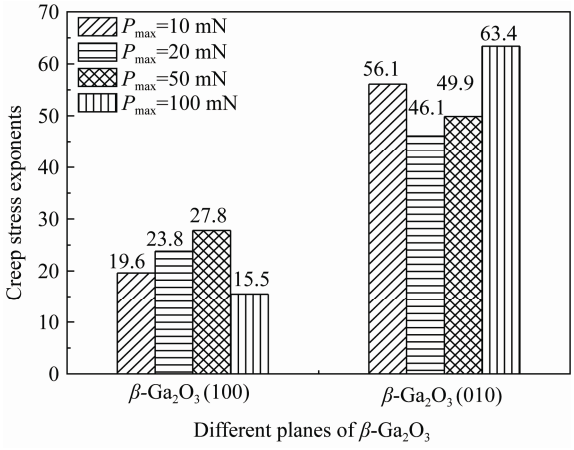


图 5　β-Ga_2O_3 不同晶面蠕变应力指数对比

Fig. 5　Comparison of creep stress exponents on β-Ga_2O_3 different planes

2.5　讨论

传统的蠕变测试中材料的蠕变行为通常分为 3 个阶段：第 1 阶段为初始蠕变阶段，蠕变位移随时间的增大迅速增大，而应变率与应力随时间的增大迅速降低；第 2 阶段为稳态蠕变阶段，蠕变位移增大速率减缓，应力与应变率降低速率也减缓，或趋近于常值，应力与应变率呈线性关系；第 3 阶段为加速蠕变阶段，蠕变位移增大，蠕变应变率增加，应力降低。由以上实验结果可知，β-Ga_2O_3 的 2 个晶面的蠕变行为均表现出瞬态蠕变阶段与稳态蠕变阶段，这与蓝宝石[17]，聚合物材料[30]，$U_{65}Fe_{30}Al_5$ 非晶合金[31]等材料的纳米压痕蠕变行为相似，但是并未出现加速蠕变阶段。而(100)晶面具有较明显的初始蠕变阶段和稳态蠕变阶段，但(010)晶面的初始蠕变阶段不明显，主要为稳态蠕变阶段。

在纳米压头加载阶段，随着压痕深度的增加，β-Ga_2O_3 发生塑性及弹性变形，当加载阶段结束时，塑性变形在进入保载阶段时不会结束，但随着载荷的持续，塑性变形也会缓慢发生。蠕变现象则是保载阶段塑性变形的延伸。在卸载阶段，塑性变形得以保留，而弹性变形恢复。其蠕变产生过程可用如图 6 所示的扩展空腔模型来解释[32]：当达到保载载荷时，压头下方的弹塑性应力场会在载荷的持续作用下向材料内部缓慢扩散，导致保载阶段压入深度增大。在保载初始阶段，应力场梯度较大，扩散速率较快，蠕变位移增大较快，应变率与应力随时间的增大迅速降低，形成了初始蠕变阶段。随着保载时间的增加，应力场扩散速率趋于稳定，蠕变位移增大速率也随之减缓，应力与应变率降低速率也减缓或趋近于常值，形成稳态蠕变阶段。

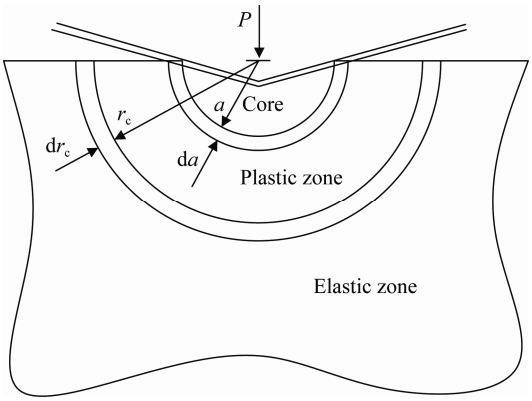


图 6　压痕变形扩展空腔模型

Fig. 6　Expanding cavity model schematic

β-Ga_2O_3 的蠕变行为产生的本质是晶体内部原子间滑移导致的塑性变形。氧化镓晶体具有各向异性，其蠕变特性也呈现了各向异性，主要是不同晶面的原子排列结构不同所致。从 β-Ga_2O_3 的结构[10]中可以看出(010)面的氧原子和镓原子之间的化学键呈三维网状结构，而(100)面原子之间的化学键以相互平行层状结构为主，各层之间的结合力比较薄弱。在保载阶段，载荷的持续作用下，(100)晶面的层状原子结构更易产生位错滑移，形成比(010)晶面更大的蠕变位移与应变率，而(010)晶面的三维网状原子结构，在持续载荷作用下，结构相对稳定，不易产生位错滑移，所以(010)晶面具有较大的压痕应力及蠕变应力指数，抗蠕变性能较强，在(010)晶面上更适合精密机械加工。

3　结论

1) 通过纳米压痕仪，硬脆 β-Ga_2O_3 晶体，在恒定载荷的持续作用下，2 个晶面均发生蠕变变形。纳米压痕技术可以有效测量其纳米级的蠕变变形，

其2个晶面均表现出初始蠕变和稳态蠕变2个阶段，(100)晶面具有较明显的初始蠕变阶段和稳态蠕变阶段，(010)晶面的初始蠕变阶段不明显。

2) 保载载荷对 β-Ga_2O_3 的 2 个晶面的蠕变位移及压痕应力的影响均较大。蠕变位移，等效压痕应力均与保载载荷呈正相关，保载载荷对蠕变应力指数没有明显影响。

3) β-Ga_2O_3 不同晶面的蠕变应力指数差异很大，(100)晶面的蠕变应力指数范围在 15.5~27.8，(010)晶面的蠕变应力指数范围在 46.1~63.4。(010)晶面较(100)晶面具有更大的蠕变应力指数，具有更强的抗蠕变性能，更适合精密机械加工。

参考文献:

[1] LIN C F, CHEN K T, HUANG K P. Blue light-emitting diodes with an embedded native gallium oxide pattern structure[J]. IEEE Electr Dev Lett, 2010, 31(12): 1431–1433.

[2] ROQAN I S, MUHAMMED M M. (201) [beta]-Gallium oxide substrate for high quality GaN materials[J]. Proceedings SPIE-Inter Socr Opt Eng, 2015, 9364: 93641K.

[3] LI D, HOFFMANN V, RICHTER E, et al. MOVPE growth of violet GaN LEDs on β-Ga_2O_3 substrates[J]. J Cryst Growth, 2017, 478: 212–215.

[4] YANG C, LIANG H W, ZHANG Z Z, et al. Self-powered SBD solar-blind photodetector fabricated on the single crystal of β-Ga_2O_3[J]. Rsc Adv, 2018, 8(12): 6341–6345.

[5] AHN S, LIN Y, REN F, et al. Effect of 5 MeV proton irradiation damage on performance of β-Ga_2O_3 photodetectors[J]. J Vac SCI Technol B, 2016, 34(4): 041213.

[6] LI P G, SHI H Z, CHEN K, et al. Construction of GaN/Ga_2O_3 *p*–*n* junction for an extremely high responsivity self-powered UV photodetector[J]. J Mater Chem C, 2017, 5(40): 10562–10570.

[7] HIGASHIWAKI M, SASAKI K, MURAKAMI H, et al. Recent progress in Ga_2O_3 power devices[J]. Semicond Sci Technol, 2016, 31(3): 034001.

[8] HIGASHIWAKI M, SASAKI K, KURAMATA A, et al. Development of gallium oxide power devices[J]. Phys Status Solidi (a), 2014, 211(1): 21–26.

[9] CHABAK K D, MOSER N, GREEN A J, et al. Enhancement-mode Ga_2O_3 wrap-gate fin field-effect transistors on native (100) β-Ga_2O_3 substrate with high breakdown voltage[J]. Appl Phys Lett, 2016, 109(21): 213501.

[10] VÍLLORA E G, SHIMAMURA K, YOSHIKAWA Y. Large-size β-Ga_2O_3 single crystals and wafers[J]. J Cryst Growth, 2004, 270(3/4): 420–426.

[11] 吴庆辉, 唐慧丽, 苏良碧, 等. 光学浮区法生长掺铟氧化镓单晶及其特性. 硅酸盐学报, 2017, 45(4): 548–552.
WU Q H, TANG H L, SU L B, et al. J Chin Ceram Soc, 2017, 45(4): 548–552.

[12] 黄传锦, 周海, 朱永伟, 等. 研磨液在氧化镓晶体研磨中的作用[J]. 硅酸盐学报, 2019, 47(1): 43–47.
HUANG C J, ZHOU H, ZHU Y W, et al. J Chin Ceram Soc, 2019, 47(1): 43–47.

[13] LI W B, HENSHALL J L, HOOPER R M, et al. The mechanisms of indentation creep[J]. Acta Metall Sin, 1991, 39(12): 3099–3110.

[14] NABARRO F R N, DE VILLIERS H L. The physics of creep: creep and creep-resistant alloys[M]. Taylor Francis, London, 1995.

[15] RANAIVOMANANA N, MULTON S, TURATSINZE A. Basic creep of concrete under compression, tension and bending[J]. Constr Build Mater, 2013, 38: 173–180.

[16] 董广辉, 杨诗婷, 姜爱峰, 等. 激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金纳米压痕蠕变研究[J]. 表面技术, 2020, 49(2): 252–259.
DONG G H, YANG S T, JIANG A F, et al. Surf Technol (in Chinese), 2020, 49(2): 252–259.

[17] 柯瑞, 张宇民, 陈子羿, 等. 蓝宝石单晶纳米压痕蠕变特性研究. 人工晶体学报, 2014, 43(3): 487–491.
KE R, ZHANG Y M, CHEN Z Y, et al. J Synth Cryst (in Chinese), 2014, 43(3): 87–491.

[18] 姬峰, 薛松柏, 刘霜, 等. 纳米压痕法测量锌铝钎料的室温蠕变应力指数[J]. 焊接学报, 2013, 34(2): 75–78+117.
JI F, XUE S B, LIU S, et al. Transactions China Weld Inst (in Chinese), 2013, 34(2): 75–78+117.

[19] 董志刚. 单晶 MgO 微观力学行为和磨粒加工表面层损伤[D]. 大连: 大连理工大学, 2010.
DONG Z G. The micromechanical behavior and surface layer damage induced by abrasive processing of single crystal MgO (in Chinese, dissertation). Dalian: Dalian University of Technology, 2010.

[20] KURAMATA A, KOSHI K, WATANABE S, et al. High-quality β-Ga_2O_3 single crystals grown by edge-defined film-fed growth[J]. Jpn J Appl Phys, 2016, 55(12): 1202A2.

[21] MORRIS J R, BEI H, PHARR G M, et al. Size effects and stochastic behavior of nanoindentation pop in[J]. Phys Rev Lett, 2011, 106(16): 165502.

[22] LI H, NGAN A H W. The nanoindentation size effects of creep[J]. J Mater Res, 2004, 19(2): 513–522.

[23] GOODALL R, CLYNE T W. A critical appraisal of the extraction of creep parameters from nanoindentation data obtained at room temperature[J]. Acta Mater, 2006, 54(20): 5489–5499.

[24] GAO F, NISHIKAWA H, TAKEMOTO T, et al. Mechanical properties versus temperature relation of individual phases in Sn–3.0 Ag–0.5 Cu lead-free solder alloy[J]. Microelectron Reliab, 2009, 49(3): 296–302.

[25] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. J Mater Res, 1992, 7(6): 1564–1583.

[26] OLIVER W C, PHARR G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and

refinements to methodology[J]. J Mater Res, 2004, 19(1): 3–20.

[27] MAYO M J, NIX W D. A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38wt% Pb[J]. Acta Metall Sin, 1988, 36(8): 2183–2192.

[28] MARQUES V M F, JOHNSTON C, GRANT P S. Nanomechanical characterization of Sn–Ag–Cu/Cu joints—Part 1: Young's modulus, hardness and deformation mechanisms as a function of temperature[J]. Acta Mater, 2013, 61(7): 2460–2470.

[29] CORDOVA M E, SHEN Y L. Indentation versus uniaxial power-law creep: a numerical assessment[J]. J Mater Sci, 2015, 50(3): 1394–1400.

[30] YANG S, ZHANG Y W, ZENG K Y. Analysis of nanoindentation creep for polymeric materials[J]. J Appl Phys, 2004, 95(7): 3655–3666.

[31] 徐宏扬, 柯海波, 黄火根, 等. $U_{65}Fe_{30}Al_5$ 非晶合金的纳米压痕蠕变行为研究. 金属学报, 2017, 53(7): 817–823.
XU H Y, KE H B, HUANG H G, et al. Acta metallurg sin (in Chinese), 2017, 53(7): 817–823.

[32] NARASIMHAN R. Analysis of indentation of pressure sensitive plastic solids using the expanding cavity model[J]. Mech Mater, 2004, 36(7): 633–645.