

《微机电系统（MEMS）技术金属薄膜机械性能的仪器化纳米压入试验方法

Micro-electromechanical systems technology –Instrumented nanoindentation test method for measuring mechanical properties of metal thin films》

标准编制说明

《微机电系统（MEMS）技术金属薄膜机械性能的仪器化纳米压入试验方法》标准起草组

2024年3月12日

1、 标准范围。

范围：本文件适用于常温环境条件下附着在固体硬基底表面的金属薄膜，压入方向为垂直于试样表面的方向，压入深度范围通常在纳米量级，也可以扩展到几微米。

本文件给出了金属薄膜材料的硬度、弹性模量和应力应变曲线的测定方法。

2、 工作简况。

（一）任务来源

《微机电系统（MEMS）技术 金属薄膜机械性能的仪器化纳米压入试验方法》是国家标准化管理委员会 2022 年下达的标准制修订计划项目，项目编号为 20221868-T-469。本标准由全国微机电技术标准化技术委员会归口，并由武汉大学、中机生产力促进中心有限公司等单位负责起草。

（二）成立起草工作组

国家标准制定项目下达后，在国家标准化管理委员会的指导下，由中机生产力促进中心牵头组织成立了国家标准起草工作组，起草工作组由武汉大学、中机生产力促进中心有限公司、苏州晶方半导体科技股份有限公司、中国科学院微电子研究所、安徽芯动联科微系统股份有限公司、中关村光电产业协会等单位的技术专家和标准化人员组成。

（三）资料收集和分析

标准起草工作组在已有研究基础上，搜集了大量国内外文献资料，深入了解相关技术的最新动向和信息，综合分析了相关国内外标准、技术文献，结合实际工作经验，深入研究、综合分析、咨询意见。

（四）标准草案编制

2023 年 9 月—2023 年 12 月，标准起草工作组在已有研究工作基础上，经多次讨论、修改，编制形成了本标准草案的第一稿。2024 年 3 月起草工作组对标准草案的内容进行了讨论和质疑，提出了多项修改建议，对标准草案文本内容进行了修改和完善，形成第二稿。2024 年 4 月—2024 年 5 月起草工作组对本标准草案进行了进一步的研究讨论，会后起草工作组对标准草案内容与文本进一步修改和完善，形成本标准草案的第三稿。

3、 标准编制原则和确定标准主要内容的依据：

3.1 编制原则

本标准采用国内标准 GB/T 25898-2010，同时按照 GB/T 22458-2008《仪器化纳米压入试验方法通则》、GB/T 25898-2010《仪器化纳米压入试验方法 薄膜的压入硬度和弹性模量》和 GB/T 21838.4-2020《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第 4 部分:金属和非金属覆盖层的试验方法》的要求和规定对标准的格式进行规范。

3.2 编制依据

本标准编制依据是采用国内标准 GB/T 25898-2010《仪器化纳米压入试验方法 薄膜的压入硬度和弹性模量》，同时与其之间存在技术性差异，并清楚地标明这些差异以及解释其产生的原因。

4、主要试验（或验证）的分析、综述报告。

结果分析

4.1 硬度和弹性模量的结果分析

硬度和弹性模量的测试结果分析方法如下：

a) 绘制重复测试得到的试样压入硬度 H_{IT} 和弹性模量 E_{IT} 的平均值随压入深度或相对（薄膜厚度）压入深度曲线。

b) 分析压入硬度和弹性模量曲线，可获得试样的压入硬度和弹性模量随压入深度的变化规律，同时可提取试样在压入深度范围内特定深度处的硬度和弹性模量。

c) 提取薄膜的压入硬度和弹性模量需明确压痕形貌上是否出现堆积。

1) 如果不出现堆积，可在稳定平台所在的压入深度范围内取值，作为薄膜的压入硬度或弹性模量，见图 1。

2) 如果出现堆积，需要计算实际接触面积来校正堆积产生的误差，见图 2；然后再在平台所在的压入深度范围内取值，作为薄膜的压入硬度或弹性模量。实际接触面积计算公式如下：

$$A_t = A_p + A_{\text{pile-up}} \quad (11)$$

$$A_p \approx A_{\text{triangle}} = \frac{\sqrt{3}}{4} a^2 \quad (12)$$

其中 a 是三角形凹痕边缘的长度。假设弧中心位于三角形凹痕的对角处，则：

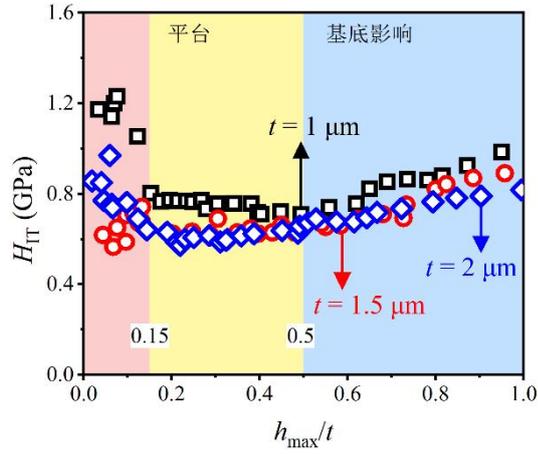
$$A_{\text{pile-up}} = 3 \left(\frac{\pi r^2}{6} - \frac{\sqrt{3}}{4} a^2 \right) \approx \left(\frac{2\pi - 3\sqrt{3}}{4} \right) a^2 \quad (13)$$

其中 r 是弧的半径，近似等于 a 。 a 可以由接触深度 h_c 确定：

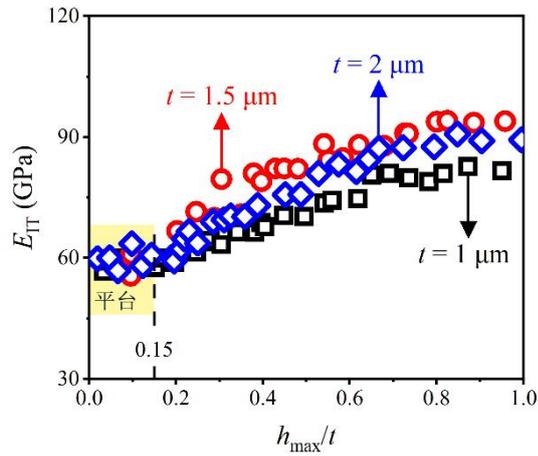
$$A_p \approx A_{\text{triangle}} = 3\sqrt{3} h_c^2 \tan^2 \theta \quad (14)$$

其中 $\theta=65.27^\circ$ 对于 Berkovich 压头。使用等式 (1) 和 (4)， a 可以用下式计算：

$$a = 2\sqrt{3} \tan \theta h_c \quad (15)$$

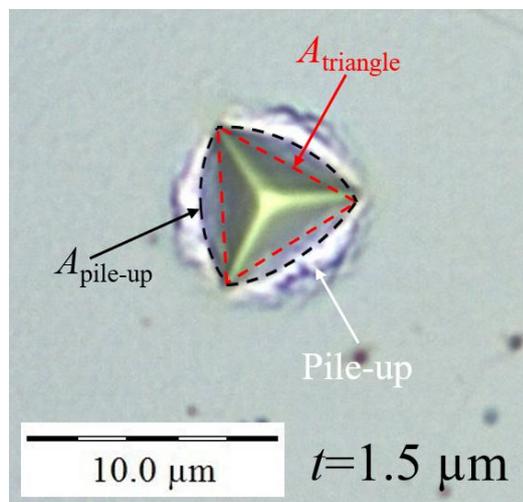


a) 硬度-相对深度曲线

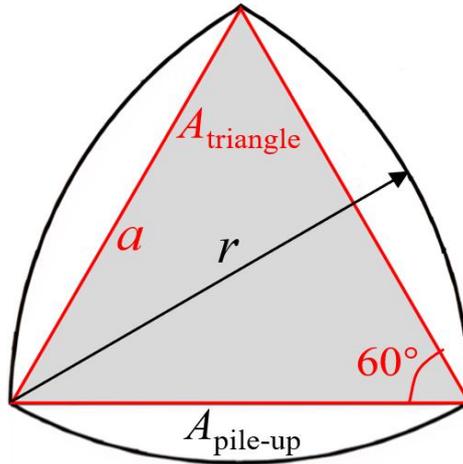


b) 弹性模量-相对深度曲线

图 1 Si (100) 基底上物理气相沉积的 Al-(4 wt.%)Cu 薄膜试样的硬度和弹性模量测试结果



a) 1.5 μm 厚的 Al-(4 wt.%)Cu 薄膜的残余压痕形貌图像



b) 考虑堆积的实际接触投影面积计算示意图

图 2 Al-(4 wt.%)Cu 薄膜试样的压痕残余形貌与实际接触面积计算示意图

4.2 应力应变曲线的结果分析

应力应变曲线的测试结果分析方法如下：

a) 绘制重复测试得到的试样加载曲率 C 的平均值随压入深度或相对（薄膜厚度）压入深度曲线，见图 3。

b) 分析加载曲率，观察试样的加载曲率随压入深度的变化规律，同时可提取试样在压入深度范围内特定深度处的加载曲率。

c) 根据测试的金属薄膜，设置不同的屈服应力 σ_y 取值范围以进行有限模拟，可以获得量纲函数 Π_1 独立于硬化指数 n 的代表性应变 ε_r ，见图 4。如果无法确定金属薄膜的初始屈服应力值，可放大屈服应力 σ_y 的取值范围。

d) 通过有限拟合不同 σ_y 和 n 的组合以获得量纲函数 Π_2 的表达式，见图 5。

将残余深度 h_r 、最大压入深度 h_{max} 和缩减模量 E 的纳米压痕实验结果以及量纲函数 Π_1 计算出的代表性应力 σ_r 代入量纲函数 Π_2 即可确定硬化指数 n 的值。最后，将 σ_r 、 n 、 ε_r 代入本构模型即可求解 σ_y 。应力应变曲线的测试结果及验证如图 6 和表 1 所示。

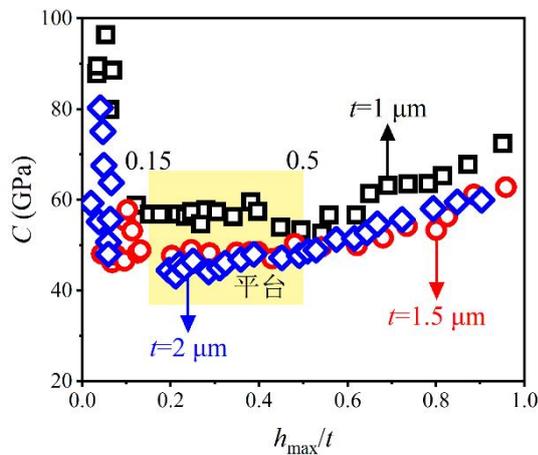
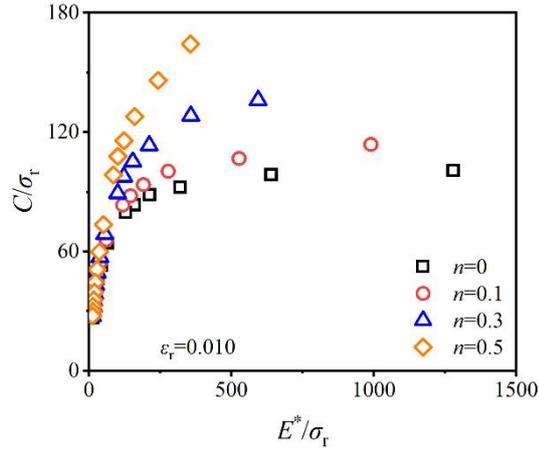
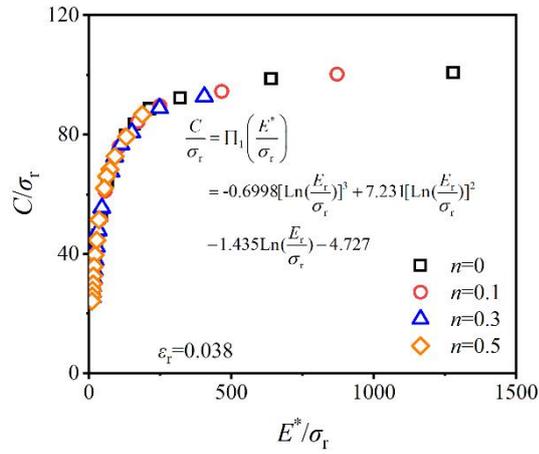


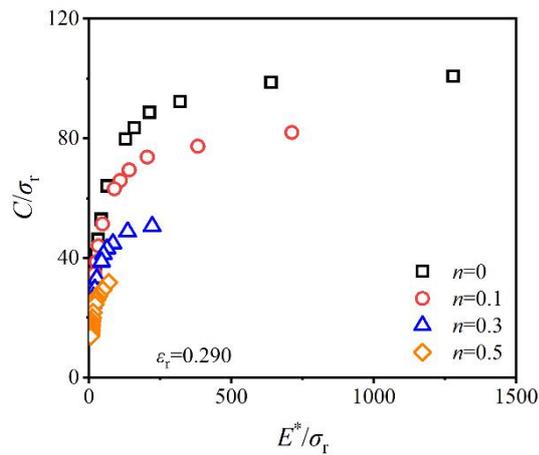
图 3 Al-(4 wt.%)Cu 薄膜试样的加载曲率测试结果



a) 在代表性应变 $\varepsilon_r=0.010$ 时, 对于不同应变硬化指数 n , C/σ_r 随 E/σ_r 的变化



b) 在代表性应变 $\varepsilon_r=0.038$ 时, 对于不同应变硬化指数 n , C/σ_r 随 E/σ_r 的变化



c) 在代表性应变 $\varepsilon_r=0.290$ 时, 对于不同应变硬化指数 n , C/σ_r 随 E/σ_r 的变化

图 4 Al-(4 wt.%)Cu 薄膜试样在不同应变硬化指数 n 和代表性应变 ε_r 下, C/σ_r 随 E/σ_r 的变化

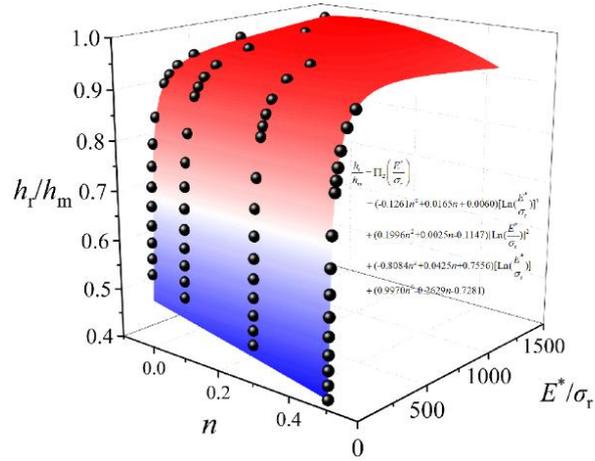
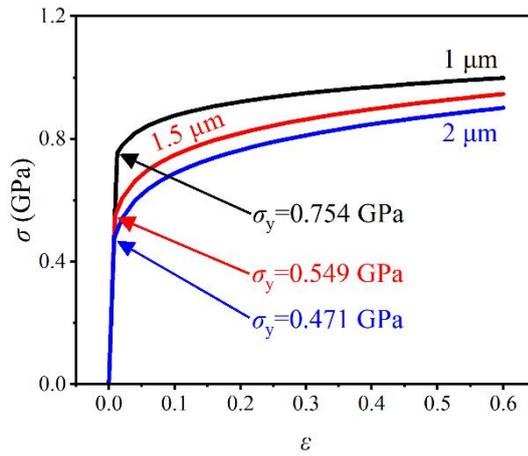
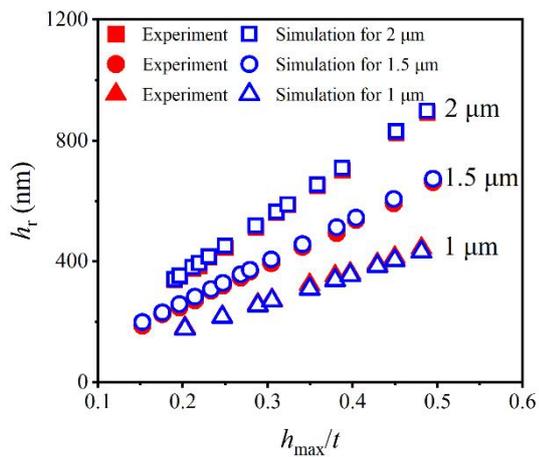


图 5 Al-(4 wt.%Cu) 薄膜试样量纲函数 Π_2 的拟合图



a) 应力应变曲线示例



b) 有限元模拟与纳米压痕实验获得的残余深度结果对比

图 6 Al-(4 wt.%Cu) 薄膜试样的应力应变曲线测试结果及验证

Table 1 用于计算 Al-(4 wt.%)Cu 薄膜应力应变特性的参数总结

t (μm)	E (GPa)	E^* (GPa)	C (GPa)	σ_r (GPa)	h_r/h_{\max}	n	σ_y (GPa)
1	58.9	63.4	56.6	0.834	0.944	0.073	0.754
1.5	58.3	62.8	48.9	0.679	0.920	0.131	0.549
2	59.4	63.9	45.7	0.613	0.905	0.150	0.471

5、标准在起草过程中遇到的问题及解决办法：重大分歧意见的处理
经过和依据：有无重要技术问题需要说明。

无

6、与国外标准的关系：包括：采用国际标准和国外先进标准的程度，
与国外标准主要技术内容的差异（可引用标准前言的内容）：

无

7、修订标准时，说明与标准前一版本的重大技术变化，并列所涉
及的新、旧版本的有关条款（可引用标准前言的内容）：废止/代
替现行有关标准的建议：

本标准项目采用国内标准 GB/T 25898-2010 《仪器化纳米压入试验方法 薄膜的压入硬度和弹性模量》，与其之间存在技术性差异，并清楚地标明这些差异以及解释其产生的原因：在我们的标准中，(1) 基于仪器化纳米压痕试验获得的残余图像，校正了金属薄膜堆积行为对硬度和弹性模量测量结果的影响；(2) 基于量纲分析和有限元仿真，给出了金属薄膜的应力应变曲线的测定方法。

8、说明标准与其他标准或文件的关系（可引用标准前言的内容），特
别是与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系：

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系没有冲突。本标准项目采用国内标准 GB/T 25898-2010，与其之间存在技术性差异，并清楚地标明这些差异以及解释其产生的原因，允许包含编辑性修改。下列标准对于本标准项目的应用是必不可少的。凡是注日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准项目。凡是不注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准项目。

GB/T 22458-2008 《仪器化纳米压入试验方法通则》

GB/T 21838.4-2020 《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第 4 部分:金属和非金属覆盖层的试验方法》(ISO 14577-4:2016,IDT)

9、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议：

本标准建议为推荐性标准。

10、贯彻国家标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）：标准发布后，对国内外业界可能产生的影响。

（1）组织措施：在 SAC/TC 336 的组织协调下，以标准起草组成员为主，成立标准宣贯小组。

（2）技术措施：组织撰写标准宣贯材料，组织标准宣贯培训，争取标准颁布实施后尽快在全行业推广。

11、标准是否涉及知识产权的情况说明；如标准中含有自主知识产权，

说明产品研发程度、产业化基础及进程。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

12、其他应予说明的事项。

无