

T/ZOIA

中关村光电产业协会团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

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

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中关村光电产业协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由武汉大学提出。

本文件由中关村光电产业协会归口。

本文件起草单位：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

本文件主要起草人：刘胜、侯冬杨、东芳、陈志文、李根梓、赵力、杨剑宏、施秋楠、周维虎、陈晓梅、苏佳乐

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

1 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 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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

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

3 术语、定义和符号

3.1 术语和定义

GB/T 22458-2008中3.1界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1 单一刚度测量 continuous stiffness measurement

利用准静态加载方式获得的载荷-深度曲线的卸载部分，确定出材料在最大压入深度处的单一接触刚度的测量方法。

3.2 符号和名称

GB/T 22458-2008中3.2的符号和名称适用于本文件。

4 测试原理

4.1 硬度和弹性模量的仪器化纳米压入测试原理

基于单一刚度测量方法进行纳米压入测试，从而获得材料在最大压入深度处的硬度和弹性模量的原理见GB/T 22458-2008中4.1和4.2、附录C和附录G。

4.2 应力-应变曲线的仪器化纳米压入测试原理

基于单一刚度测量方法进行纳米压入测试，获得材料的应力-应变曲线的原理。

各向同性硬化的弹塑性材料的应力应变关系可以通过Hollomon幂律本构给出[1, 2]：

$$\sigma = \begin{cases} E\varepsilon, & \sigma \leq \sigma_y \\ K\varepsilon^n, & \sigma \geq \sigma_y \end{cases} \quad (1)$$

其中 K 为强度系数， σ_y 为初始屈服应力：

$$\sigma_y = E \varepsilon_y = K \varepsilon_y^n \quad (2)$$

其中， ε_y 是达到弹性变形的相应屈服应变， n 是应变硬化指数，通常 n 在0-0.5之间。总有效应变 ε 由两部分组成， ε_y 和 ε_p （累积超过 ε_y 的塑性应变）：

$$\varepsilon = \varepsilon_y + \varepsilon_p \quad (3)$$

利用等式（2）和（3），当 $\sigma \geq \sigma_y$ 时，等式（1）变为：

$$\sigma = \sigma_y \left(1 + \frac{E}{\sigma_y} \varepsilon_p \right)^n \quad (4)$$

根据上述的定义，材料的弹塑性特性可以由 E 、 ν 、 σ_y 和 n 确定。此外， ε_p 可以用代表性应变 ε_r 代替，材料的塑性区域可以在方程中描述为 σ_r 和 n 。因此，材料的弹塑性行为可以通过 E 、 ν 、 σ_r 和 n 来确定。根据上述参数，加载载荷 F_L 可以表达为[3]：

$$F_L = F_L(h, E, \nu, E_i, \nu_i, \sigma_r, n) = F_L(h, E^*, \sigma_r, n) \quad (5)$$

其中， E^* 是缩减模量[4]：

$$E^* = \left[\frac{1-\nu^2}{E_{IT}} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \right]^{-1} \quad (6)$$

其中 E_{IT} 和 ν 是试样的弹性模量和泊松比； $E_i=1141$ GPa 和 $\nu_i=0.07$ 是金刚石压头的弹性模量和泊松比。加载载荷 F_L 还可用Kick定律表示为[5-7]：

$$F_L = Ch^2 \quad (7)$$

其中 C 为加载曲率。

利用量纲分析和等式（7），等式（5）变为：

$$\frac{C}{\sigma_r} = \Pi_1 \left(\frac{E^*}{\sigma_r}, n \right) \quad (8)$$

同样，卸载载荷 F_0 可以表示为：

$$F = F(h, h_{\max}, E^*, \sigma_r, n) \quad (9)$$

其中， h_{\max} 是最大压入深度。

当 $F_0=0$ 时，试样完全卸载， $h=h_r$ ， h_r 是残余压入深度。因此，在完全卸载时：

$$\frac{h_r}{h_{\max}} = \Pi_2 \left(\frac{E^*}{\sigma_r}, n \right) \quad (10)$$

基于方程（8）和（10），可以通过使用纳米压痕测试的量纲分析来获得材料的应力应变曲线。

5 测试要求

5.1 仪器要求

5.1.1 基于单一刚度测量方法进行纳米压入测试的仪器应符合 GB/T 22458-2008 第 5 章中的规定。

5.1.2 宜采用尖端半径小的 Berkovich 压头进行测试，以减小压头尖端半径对测试结果的影响。

5.2 环境要求

测试环境应符合 GB/T 22458-2008 第 7 章中的规定。

5.3 试样要求

5.3.1 试样宜在原始状态下使用。宜采用测试仪器的光学成像配件或原位扫描配件观测薄膜的表面选择远离诸如颗粒或划痕等缺陷的平坦区域进行测试。

5.3.2 如果薄膜的表面需抛光处理，抛光量宜保持在最低限度。

注1：抛光可能导致薄膜表面的加工硬化，从而影响硬度和应力应变曲线的测量。

注2：薄膜中通常存在残余应力，例如由薄膜和基底热失配或者薄膜沉积过程所导致的残余应力，而且薄膜中也普遍存在应力梯度。抛光可能导致残余应力状态的改变，从而影响薄膜硬度和应力应变曲线的测量。

注3：抛光会减小薄膜的厚度，基底的影响可能会增强。

5.3.3 薄膜的表面粗糙度 R_a 宜小于最大压入深度的 5%。

注：随着压入深度的减小，试样表面的粗糙度对测试结果分散性的影响将增大[8]。如果压入深度接近于 R_a 时，相对于试样表面轮廓波峰或波谷不同位置的压入，接触面积将发生较大变化[9]。

5.3.4 如果薄膜的表面需清洁，宜采用损伤较小的方法，例如：

——采用干的、无油气体；

——采用对试样是化学惰性的溶剂进行清洗，然后干燥。

6 测试程序

6.1 安装试样

6.1.1 试样的安装方法应与仪器柔度确定所采用的安装方法相同。为了不显著增加仪器柔度，试样应被牢固地支撑。试样应置于压入方向为刚性的支座上或者固定在适当的夹具内，试样与支座或夹具之间的接触面应无外来杂物。

6.1.2 试样测试面应垂直于试验载荷的方向，测试面倾角宜小于 1° 。可采用高倍显微镜观察并测量从试样表面某一聚焦位置到临近的某一模糊位置的距离，再利用透镜的焦距知识求得两个位置的平面高度差，可求出局部试验面的倾角；在实际试验中，对非球形压头所产生的压痕进行成像，也能求出试验面的倾角。

6.2 选择测试位置

压入位置点和界面或自由表面之间的距离应至少是最大压入深度的30倍，在不同位置进行测试时，相邻压入位置点的间距应至少是最大压入深度的20倍。

6.3 确定接触零点

对于每次测试，都应单独指定接触零点。零点位置的不确定度要求以及零点的确定方法见GB/T 22458-2008中8.3。

6.4 设定测试循环

在试样的固定位置进行单次加卸载，可以得到压入硬度、弹性模量和加载曲率随深度或相对（薄膜厚度）压入深度的变化曲线。设定测试循环的步骤如下：

- a) 设定载荷控制、深度控制或压入应变率控制方式。宜设定载荷控制方式。
- b) 设定最大压入深度或载荷。压入深度最大为薄膜厚度。
- c) 设定加载、保持最大载荷、卸载的时间。加载、保载、卸载的时间均宜设定为30s。
- d) 设定测量热漂移速率的保载位置和时间。在整个测试循环中应测量一次热漂移速率，这可以通过在压头与试样接触之后插入一个保载阶段、或者在卸载过程中的某一点（常在最大载荷的10%-20%之间）插入一个保载阶段来实现，保载时间宜为60 s。
- e) 设定压头趋近试样表面的速度。趋近速度不宜超过2 $\mu\text{m/s}$ ，趋近最后阶段的典型速度为10 nm/s -20 nm/s ，或者更小。
- f) 设定数据采集频率，或者循环每一阶段所采集的数据点数。
- g) 设定重复测试次数，宜设定为5-10次，为了提高测试结果的可靠性，重复测试次数可适当增加。
- h) 对多个试样进行对比时，宜设定相同的循环。

6.5 执行测试循环

根据制造商或试验方法的要求执行测试循环，记录载荷、位移、时间数据。仪器对原始数据进行热漂移、仪器柔度和接触零点修正后，自动给出供分析用的压入载荷、深度等数据。

7 结果分析

7.1 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：

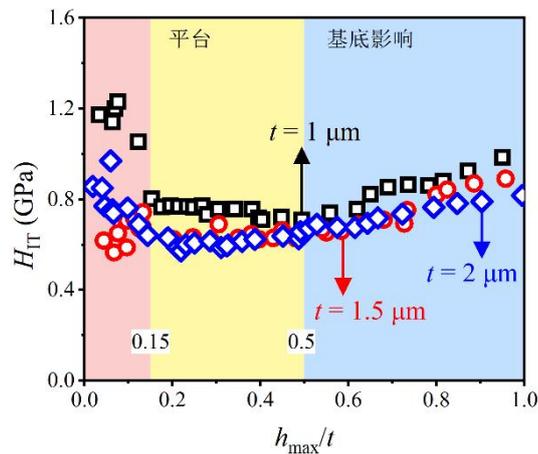
$$A_{\text{pile-up}} = 3 \left(\frac{\pi r^2}{6} - \frac{\sqrt{3}}{4} a^2 \right) \approx \left(\frac{2\pi - 3\sqrt{3}}{4} \right) a^2 \quad (13)$$

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：

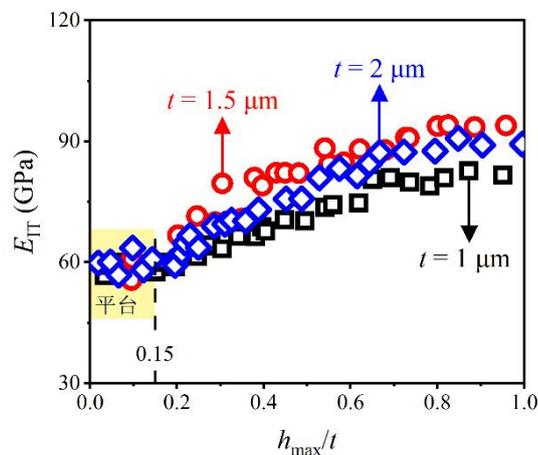
$$A_p \approx A_{\text{triangle}} = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \theta \quad (14)$$

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：

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

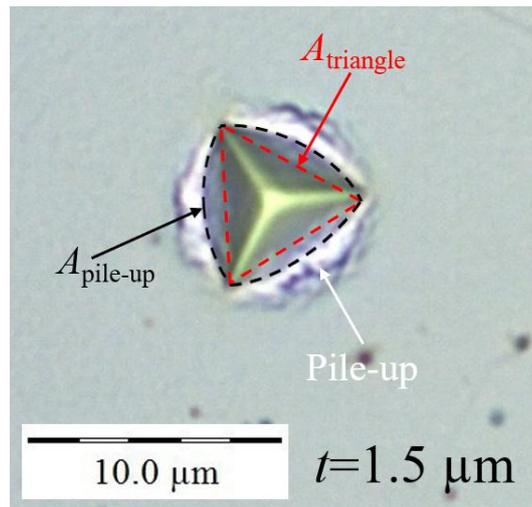
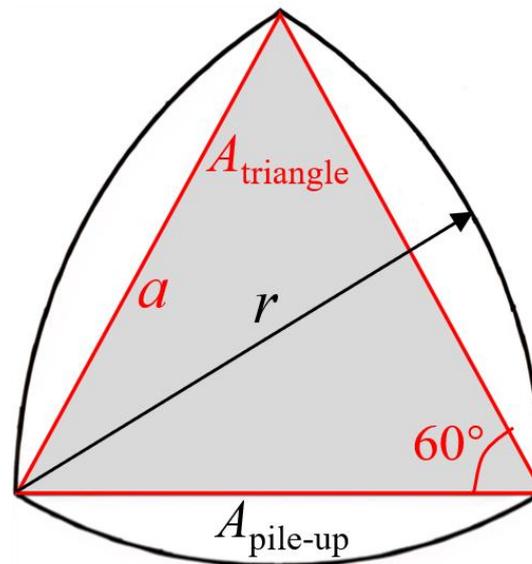


a) 硬度-相对深度曲线



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

7.2 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：

- 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。
- 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。
- 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。
- 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 代入式（4）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。

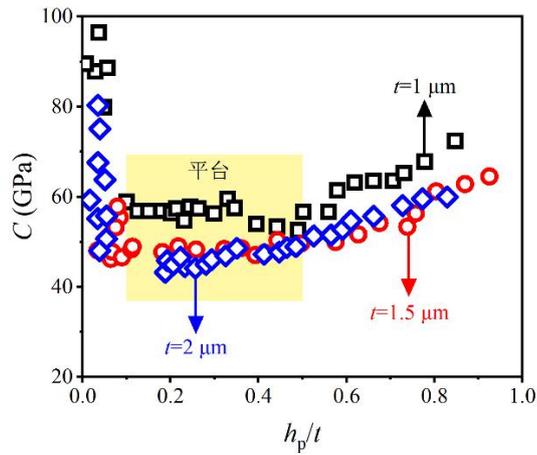
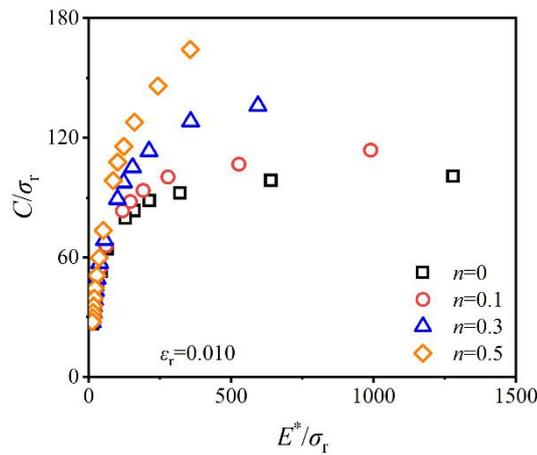
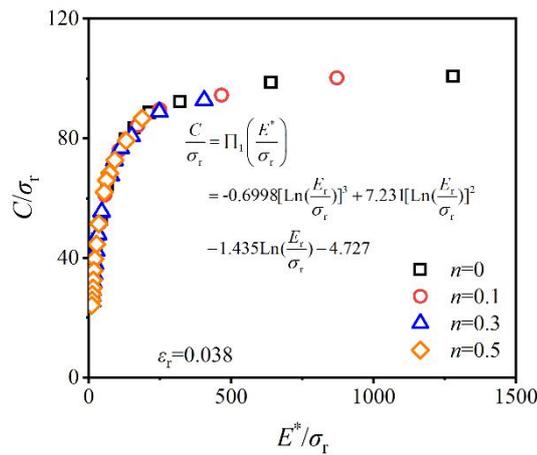


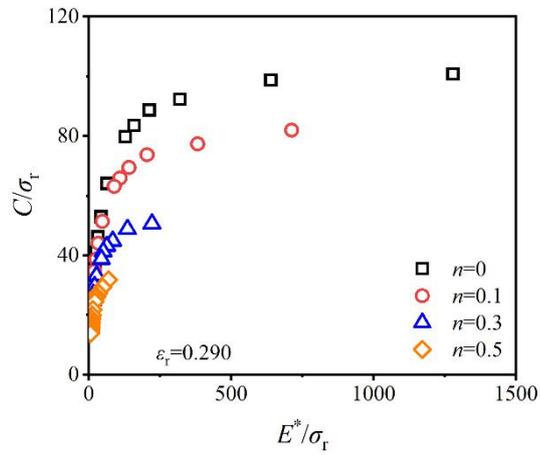
图3 Al-(4 wt.%)Cu薄膜试样的加载曲率测试结果



a) 在代表性应变 $\epsilon_r=0.010$ 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 $\epsilon_r=0.038$ 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

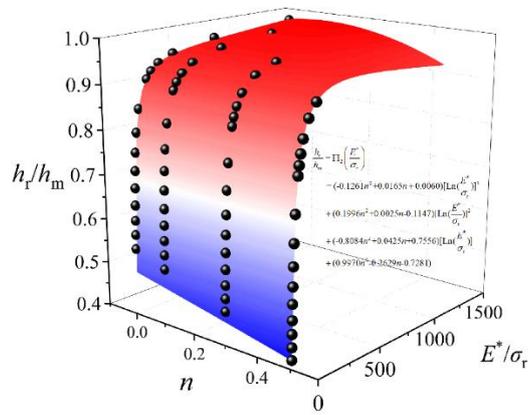
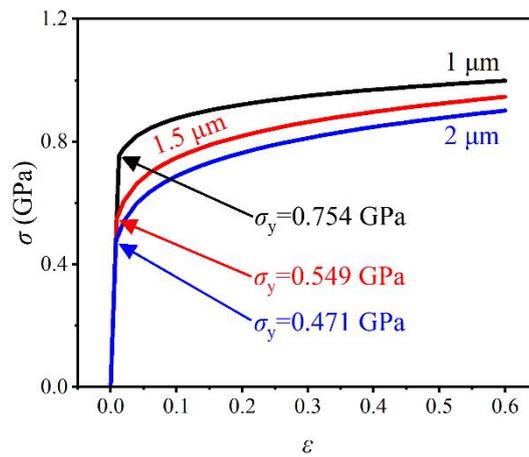
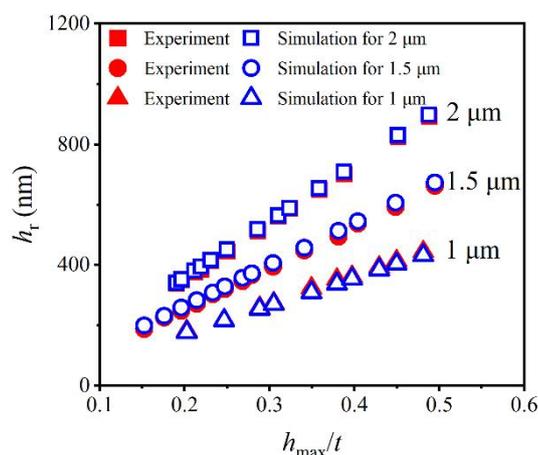


图5 Al-(4 wt.%)Cu薄膜试样量纲函数2的拟合图



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

8 试验报告

试验报告宜包括如下信息：

- a) 注明采用本标准；
- b) 测试仪器的描述，包括制造商和型号；
- c) 压头的描述，包括材料、形状及其面积函数；
- d) 试样的描述，宜包括：薄膜的材料和制备工艺、名义厚度和表面粗糙度；
- e) 测试循环的描述，宜包括：
 - 压入控制方式；
 - 压入控制参数，如最大压入载荷或深度；
 - 每次加载、保载和卸载的时间；
 - 测量热漂移的保载位置和保持时间；
 - 数据采集频率或者循环每一阶段所采集的数据点数；
 - 重复测试的次数。
- f) 薄膜或试样的压入硬度、弹性模量、屈服强度和硬化指数结果；
- g) 说明是否修正了热漂移和接触零点；
- h) 可能已经影响测试结果的任何细节；
- i) 本报告未规定的任何细节；
- j) 测试环境的温度和湿度；
- k) 测试日期和时间。

参 考 文 献

- [1] J. Lee, C. Lee, B. Kim. Reverse analysis of nano-indentation using different representative strains and residual indentation profiles[J]. *Materials & Design*, 2009, 30: 3395-3404.
- [2] G. Xiao, X. Yang, J. Qiu, et al. Determination of power hardening elastoplastic constitutive relation of metals through indentation tests with plural indenters[J]. *Mechanics of Materials*, 2019, 138: 103173.
- [3] J. Du, Y. Xu, C. Liu, et al. Study on stress-strain characteristics of SiO₂ films for high-temperature SiC capacitive pressure sensors using FEA and dimensional analysis of nanoindentation[J]. *IEEE Sensors Journal*, 2022, 22: 19220-19227.
- [4] C. Gao, M. Liu. Instrumented indentation of fused silica by Berkovich indenter[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2017, 475: 151-160.
- [5] M. Dao, N.v. Chollacoop, K. Van Vliet, et al. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation[J]. *Acta Materialia*, 2001, 49: 3899-3918.
- [6] M. Liu, D. Hou, Y. Wang, et al. Micromechanical properties of Dy³⁺ ion-doped (Lu_xY_{1-x})₃Al₅O₁₂ (x=0, 1/3, 1/2) single crystals by indentation and scratch tests[J]. *Ceramics International*, 2023, 49: 4482-4504.
- [7] A. Giannakopoulos, S. Suresh. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation[J]. *Scripta Materialia*, 1999, 40: 1191-1198.
- [8] 张泰华. 影响纳米压入测试结果的因素[J]. *实验力学*, 2004, 19(4): 437-442.
- [9] Weimin Chen, Min Li, Taihua Zhang, et al. Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007, 445-446: 323-327.