

# 单晶 SiC 微纳米压痕的力学行为及仿真分析

张银霞,郭世昌,郜伟,王栋,王健康

(郑州大学 机械工程学院,河南 郑州 450001)

**摘要:**为了研究单晶 SiC 的微观力学性能和加工方式,开展了单晶 6H-SiC(0001)的微纳米压痕试验,并采用 ABAQUS 软件对纳米压痕过程进行了数值仿真及完成了试验验证。结果表明,单晶 SiC 在加载阶段的变形机理与压入载荷无关;硬度和弹性模量表现出了明显的尺寸效应;球形压头作用下的应力值最小,玻氏压头和维氏压头作用下的应力值相同,大于圆锥压头的应力值;压痕裂纹类型有主裂纹、侧向裂纹、主次型裂纹、平直型裂纹、间断型裂纹,裂纹的平均长度随着加载力的增加而逐渐增加。

**关键词:**单晶 SiC;尺寸效应;压痕仿真;显微硬度;微裂纹

**中图分类号:**TN305.1;TM22+1

**文献标识码:**A

**DOI:**10.11977/j.issn.1004-2474.2018.05.022

## Mechanical Behavior and Simulation Analysis of Micro/nano Indentation of Single Crystal Silicon Carbide

ZHANG Yinxia, GUO Shichang, GAO Wei, WANG Dong, WANG Jiankang

(School of Mechanical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** In order to study the micro mechanical properties and processing methods of single crystal silicon carbide (SiC), the micro and nano indentation experiment on the single crystal 6H-SiC (0001) are carried out. The numerical simulation of nano indentation is completed by ABAQUS and the experimental verification is completed. The results show that during the loading stage the deformation mechanism of single crystal SiC has nothing to do with the indentation load, the hardness and elastic modulus show obvious size effect. The stress value under the action of spherical indenter is the minimum, and the stress value under the action of the Berkovich indenter and the Vickers indenter is the same, which is greater than the stress value of the Cone indenter. The types of indentation crack mainly include the main crack, lateral crack, primary and secondary cracks, straight crack and discontinuous crack. The average length of cracks increases with the increasing of loading force.

**Key words:** single crystal silicon carbide(SiC); size effect; indentation simulation; microhardness; microcrack

### 0 引言

单晶 SiC 作为发光二极管(LED)芯片上衬底的理想材料。它具有导电、导热性好,化学稳定性高,禁带宽度较大等优良特性,也是制作许多大功率器件不可或缺的材料。由于单晶 SiC 的硬度较高,仅次于金刚石和立方氮化硼(CBN)的硬度,化学性质稳定,难腐蚀,一般不会与其他物质反应,因此,在实际生产加工中,很难获得良好的表面。压痕法是一种常用的薄膜材料力学性能测试方法,目前,研究单晶 Si、磷酸二氢钾(KDP)等材料的压痕文献较多,而单晶 SiC 压痕方面的文献较少。王小月等<sup>[1]</sup>

研究了压痕过程中压针尖端形貌和压入载荷对单晶 Si 变形机制的影响。郭晓光等<sup>[2]</sup>采用有限元法建立 KDP 晶体(001)压痕模型,研究分析了维氏压头、玻氏压头、圆锥压头、球形压头等 4 种压头的压痕结果,得出了接触区存在不同程度的应力集中现象。潘继生等<sup>[3]</sup>对单晶 SiC 做了压痕试验研究,得到了硬度和弹性模量值,认为单晶 SiC 属于典型的硬脆难加工材料。本文在单晶 SiC 微纳米压痕试验的基础上,采用 ABAQUS 软件对单晶 SiC 的纳米压痕进行有限元模拟,结合玻氏压头纳米压痕试验,验证了压痕模型的正确性。通过微米压痕试验探讨

收稿日期:2017-11-15

基金项目:国家自然科学基金面上资助项目(51075125);中国博士后科学基金资助项目(2015M580635);河南省自然科学基金资助项目(162300410244)

作者简介:张银霞(1974-),女,河南长垣人,副教授,博士,主要从事精密超精密加工技术及抗疲劳制造技术的研究。

了单晶 SiC 的载荷-位移曲线、硬度和弹性模量及微裂纹的类型。

### 1 试验方案

#### 1.1 微纳米压痕试验原理

微纳米压痕的原理是压头在一定加载力的作用下,以一定的加载速率压入样品,然后保载一段时间,最后以一定的速率卸载,获得载荷与位移曲线,通过该曲线获得材料硬度、弹性模量等性能参数。

图 1 为压痕截面示意图。图中,载荷  $p$  为压痕法向加载力, $h$  为最大压入深度, $h_s$  为接触深度, $h_r$  为残余压痕深度, $r$  为残余压痕半径, $h_c$  为压痕接触深度。

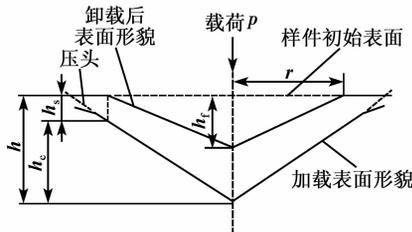


图 1 压痕截面示意图

#### 1.2 压痕试验仪器及检测

试验样品为北京天科合达生产 6H-SiC 抛光片,抛光片在三维形貌仪上测得的表面粗糙度  $R_a = 0.166 \mu\text{m}$ ,压痕试验所用设备为 NANOVEA 公司生产的 PB1000 微纳米力学测试系统,深度分辨率为 8 nm。纳米压痕试验采用标准玻氏(Berkovich)压头,微米压痕试验采用维氏(Vicker)压头。微纳米压痕试验后,得到载荷-位移曲线及不同加载力下的硬度和弹性模量,并在 Zeiss Auriga (蔡司)聚焦离子束/扫描电镜双束工作站上观察压痕裂纹。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 载荷与位移曲线

单晶 SiC 纳米、微米载荷下的载荷-位移曲线如图 2 所示。加载阶段,不同载荷下的纳米加载曲线存在偏差,而不同载荷下的微米加载曲线重合较好,这是因为纳米压痕对样品表面粗糙度和周围环境要求较高,在加载初期,由于样品表面的硬化作用以及弹-塑性转变使加载曲线不能保持线性<sup>[3-4]</sup>。加载过程中不同载荷下的加载曲线呈现出相同的趋势,由此说明单晶 SiC 在加载阶段的变形机理与压入载荷无关,且随着最大载荷的增大,压入深度逐渐增大。卸载阶段,曲线出现斜率变化的拐点,单晶 SiC 虽然出现了弹性回复,但并未按照加载

时的接触曲线回到原有状态,导致该现象的原因是单晶 SiC 在外载荷作用下内部组织结构发生了改变<sup>[5-6]</sup>。

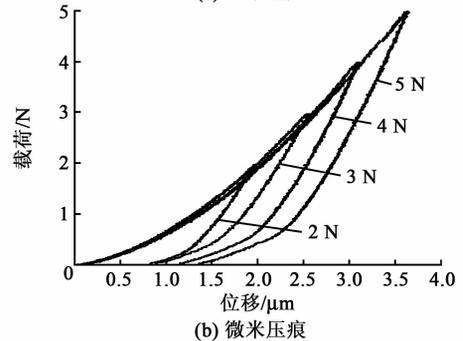
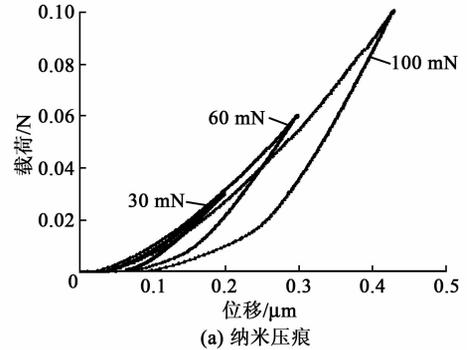


图 2 载荷-位移曲线

#### 2.2 硬度与弹性模量

图 3 为单晶 SiC 硬度、弹性模量随载荷变化曲线。由图可知,单晶 SiC 的显微硬度和弹性模量随着载荷的增加而减小,并逐渐趋于稳定,均表现出明显的尺寸效应。当载荷较小时,压深较浅,硬度和弹性模量主要依靠晶体表层上部的应变分布,因此在载荷较小的区域,硬度和弹性模量急剧下降<sup>[7]</sup>;当载荷变大时,晶体表层深度的影响占据主导作用,最终会达到饱和,这时硬度和弹性模量就会趋于稳定,这只是从压痕过程表象做了解释<sup>[8-9]</sup>。随着载荷的增大,压痕深度也逐渐增大,硬度值逐渐降低且趋于稳定,分别为 31.9 GPa 和 443 GPa。

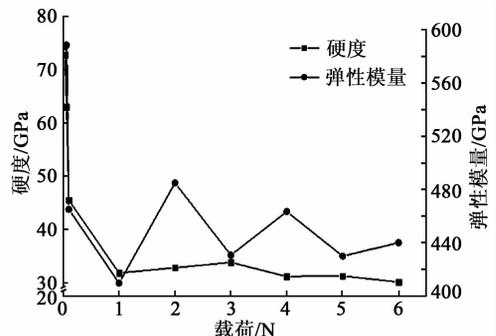


图 3 单晶 SiC 硬度、弹性模量随载荷变化曲线

### 2.3 纳米压痕的仿真分析

纳米压痕仿真模型通过 ABAQUS 显示动力学建立,压头采用标准的玻氏压头,样品的长、宽、高为  $16\ \mu\text{m}\times 16\ \mu\text{m}\times 10\ \mu\text{m}$ ,分析步采用动力显式,加载方式采用位移加载,压头限制除  $y$  方向的所有 5 个自由度,试样只限制底面的 6 个自由度,压头的网格类型采用四结点线性四面体单元,试样的网格类型采用八结点线性六面体单元,减缩积分,压头与试样的接触方式采用表面与表面接触<sup>[10]</sup>。

图 4 为纳米压痕的试验与仿真曲线对比。由图可知,试验与仿真曲线的趋势基本相同,加载过程中曲线都很平滑,且较接近,卸载过程中,两条曲线也有相同的趋势,说明这个有限元模型还是能够反映单晶 SiC 的纳米压痕过程,进而验证了该仿真模型的正确性。

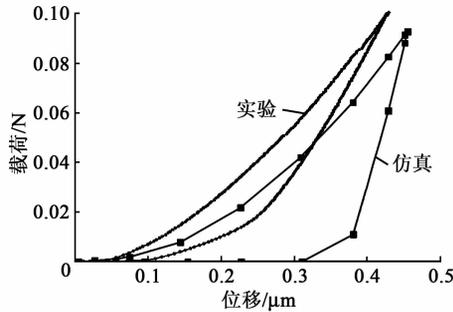


图 4 单晶 SiC 压力-压深曲线

在纳米压痕仿真中,位移载荷大小为 450 nm,分析微观尺度下材料在不同压头类型下的等效应力分布情况,如图 5 所示。由图可知,等效应力由压头正下方向周围逐渐减小,压头尖端附近均存在应力集中现象。仿真得到的载荷位移曲线比试验的略宽,可能是仿真中定义的载荷速率与试验存在差异,材料参数需要进一步优化。

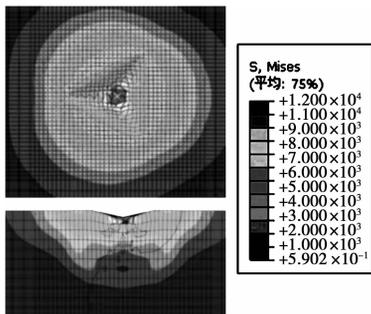


图 5 450 nm 完全加载时的等效应力分布

### 2.4 微裂纹观察

6H-SiC 在不同加载力的压痕显微照片如图 6 所示。由图可知,加载力为 2 N 时可看到压痕尖端

4 条微裂纹在逐渐变长,压痕的大小也随着加载力的增加逐渐变大<sup>[3]</sup>。在小加载力下,裂纹呈波浪状沿对角线扩展,随着力的加大(如 2 N)时,在沿对角线产生的主裂纹旁边,有次裂纹的产生;力为 3 N 时,可以观察到有侧向裂纹产生;加载力为 5 N 时,裂纹沿着对角线平直扩展。加载力为 10 N 时,可以明显看到裂纹在扩展过程中存在间断现象<sup>[11]</sup>。

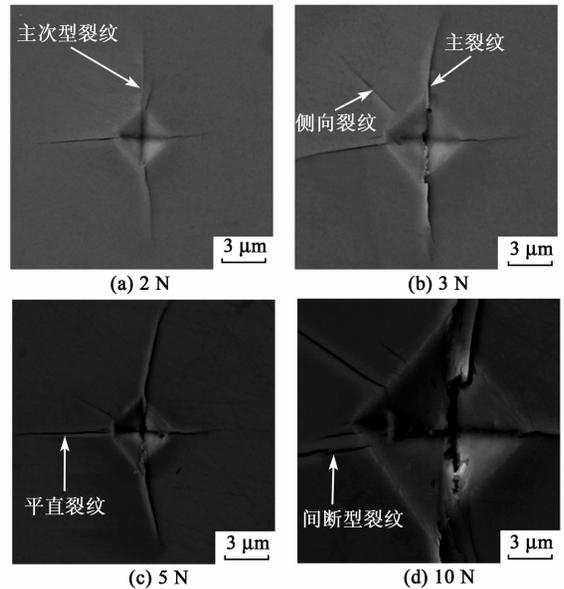


图 6 不同加载力下的压痕显微图片

图 7 为平均裂纹长度、最小裂纹长度、最大裂纹长度与不同最大载荷之间的关系。由图可知,随着最大载荷的增加,最小裂纹长度、最大裂纹长度和平均裂纹长度都在增加,2 N 时的平均裂纹长度为  $12\ \mu\text{m}$ ,5 N 时的平均裂纹长度为  $25\ \mu\text{m}$ ,裂纹的增长速率为  $4\ \mu\text{m}/\text{N}$ ,这说明在研磨或抛光 SiC 时,一定要注意控制好研磨抛光过程中的正压力,轻微的力波动都会影响单晶 SiC 片的表面质量。

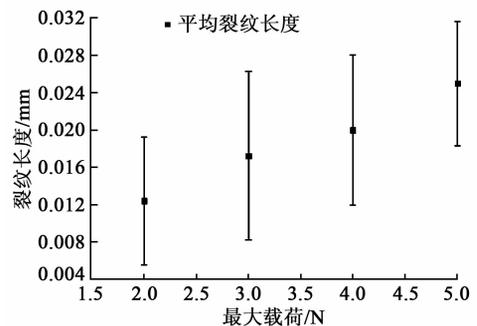


图 7 平均裂纹长度随载荷的变化

## 3 结论

1) 单晶 SiC 的微纳米压痕试验表明,单晶 SiC

在加载阶段的变形机理与压入载荷无关,且随着最大载荷的增大,压入深度逐渐增大,通过仿真模型可看出,压头尖端存在应力集中现象。

2) 随着压痕载荷的增加,单晶 SiC 压痕平均裂纹长度在增加,其裂纹类型有主裂纹、侧向裂纹、平直型裂纹、主次型裂纹和间断型裂纹。

#### 参考文献:

- [1] 王小月. 单晶硅纳米压痕/划痕过程的有限元仿真分析与实验研究[D]. 长春:吉林大学,2012.
- [2] 郭晓光,刘子源,高航,等. KDP 晶体(001)晶面纳米压痕的仿真研究[J]. 人工晶体学报,2015,44(5):1149-1155.  
GUO Xiaoguang, LIU Ziyuan, GAO Hang, et al. Simulation of nano indentation of KDP crystal (001)[J]. Journal of Synthetic Intraocular Lens, 2015, 44(5):1149-1155.
- [3] 潘继生. 单晶 SiC 基片超精密磨粒加工机理研究[D]. 广州:广东工业大学,2015.
- [4] 杨晓京,刘艳荣,杨小江,等. 单晶锗各向异性力学性能实验[J]. 农业机械学报,2014,45(5):322-326.  
YANG Xiaojing, LIU Yanrong, YANG Xiaojiang, et al. Experimental study on anisotropic mechanical properties of monocrystalline germanium[J]. Proceedings of the Chinese Society of Agricultural Mechanization, 2014, 45(5):322-326.
- [5] YIN L, VANCOILLE E Y J, RAMESH K, et al. Surface characterization of 6H-SiC(0001) substrates in indentation and abrasive machining [J]. International Journal of Machine Tools & Manufacture, 2004, 44(6):607-615.
- [6] 袁方超,李舜韶. SiC 压阻式压力传感器感应膜片热-结构耦合分析[J]. 重庆理工大学学报(自然科学), 2016(1):26-31.
- [7] GEETHA D, SOPHIA P J, ARIVUOLI D. Evaluation of microindentation properties of epitaxial 3C-SiC/Si thin films[J]. Physica B Physics of Condensed Matter, 2016, 490:86-89.
- [8] 鲁春朋,高航,滕晓辑,等. 磷酸二氢钾单晶体纳米压痕的力学行为[J]. 机械工程学报,2010,46(17):192-198.  
LU Chunpeng, GAO Hang, TENG Xiaoji, et al. Mechanical response of KDP single crystal using nanoindentation technique [J]. Journal of Mechanical Engineering, 2010, 46(17):192-198.
- [9] SHIM S, BEI H, GEORGE E P, et al. A different type of indentation size effect[J]. Scripta Materialia, 2008, 59(10):1095-1098.
- [10] YOUN S W, KANG C G. FEA study on nano-deformation behaviors of amorphous silicon and borosilicate considering tip geometry for pit array fabrication[J]. Materials Science & Engineering A, 2005, 390(1/2):233-239.
- [11] 尧志刚,朱晓飞,张广平. 几种单晶半导体材料在压痕下的变形与断裂行为比较[J]. 材料研究学报,2009,23(2):180-186.  
YAO Zhigang, ZHU Xiaofei, ZHANG Guangping. Comparison of deformation and fracture behavior of several single crystal semiconductor materials under indentation[J]. Journal of Materials Research, 2009, 23(2):180-186.

### 《压电与声光》免费索阅卡

姓名:\_\_\_\_\_ 职务:\_\_\_\_\_ 职称:\_\_\_\_\_ 单位:\_\_\_\_\_

地址:\_\_\_\_\_ 邮编:\_\_\_\_\_ 电话:\_\_\_\_\_

企业产品:\_\_\_\_\_

索阅期号:\_\_\_\_\_年\_\_\_\_\_月(每次仅限壹期)

复印有效