

基于纳米划痕仪的单晶锆纳米沟槽加工实验研究

杨晓京, 罗 良

(昆明理工大学, 云南 昆明 650500)

摘 要: 为了提高纳米锆器件的制造精度, 使用纳米划痕仪对单晶锆进行纳米沟槽刻划加工实验, 采用扫描电子显微镜对沟槽形貌进行观察, 并通过三维白光干涉表面形貌仪测量其三维形貌尺寸, 研究了切削速度、施加的垂直载荷及刻划次数对单晶锆纳米沟槽形貌的影响。建立了垂直载荷和刻划次数与沟槽深度及宽度的线性拟合曲线和幂函数拟合曲线, 并进行分析。结果表明, 单晶锆纳米沟槽的宽度和深度随切削速度的变化非常小, 随着垂直载荷的增大, 刻划次数的增多而逐渐增大。曲线的拟合度很高, 能够对制造纳米沟槽的深度和宽度进行较为准确的预测, 从而可以降低工件表面粗糙度, 提高工件表面质量。

关键词: 纳米沟槽; 单晶锆; 切削速度; 垂直载荷; 刻划次数

中图分类号: TN304

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)01-0221-06

随着社会需求和现代科学技术的不断发展, 产品的高度集成小型化已经成为发展趋势, 微纳加工技术的发展更是直接影响尖端技术、芯片技术和航空航天工业的发展, 世界各国都极为重视。

目前, 二维纳米沟槽的制造主要依赖于具有纳米级分辨率的光刻设备, 如电子束光刻、聚焦离子束等^[1,2]。这些光刻技术打破了标准光刻技术的衍射极限, 能够制造出分辨率较高的纳米图形。然而, 它们都需要昂贵复杂的设备, 并且生产效率极低。近年来也有学者开始利用原子力显微镜(AFM)对各类纳米器件进行加工, 并通过对 AFM 的改造来提高其加工效率^[3-9]。通过这种方式加工能够得到表面精度较高的纳米沟槽, 并且也能够很好的反映出材料的切削力学特性, 但这种方法在加工硬脆材料时对金刚石针尖的磨损极为严重, 不适合批量生产。

纳米划痕仪是测试材料力学性能的常用设备, 不仅可以得到局部区域的硬度、弹性模量、摩擦系数等有关形变的宏观信息, 还可以结合 SEM、TEM 和拉曼光谱等测试手段, 对样品在纳米压痕和划痕测试中形成的切屑、位错、相变等微观形变机制进行讨论和分析^[10-13]。与其他方法相比, 通过纳米划痕仪来加工纳米沟槽可以更为简单快捷的来研究材料的力学性能, 并且可以加工类似于硅、锆一类的硬脆材料, 加工的尺度也可以从纳米级别跨度到微米级别。

目前已有许多学者利用纳米压痕仪对各种材料进行加工, 大多集中在铝、硅及氧化物等表面^[14-17], 至

今没有利用纳米划痕仪对单晶锆进行纳米沟槽的加工实验研究。单晶锆是红外光学硬脆材料的典型代表, 是重要的红外材料, 在国防、军事、芯片技术、航空航天等高科技领域有着重要的应用。单晶锆具有易碎、硬度高等不利于加工的特点, 单晶锆可以采用金刚石车削的方法进行加工, 但由于其脆性很强, 容易变成碎屑, 在光学加工中存在困难。

因此, 为了提高纳米锆器件的制造精度, 本实验利用纳米划痕仪在单晶锆基体表面进行纳米沟槽加工, 测量并分析划痕速度、垂直载荷及划痕次数与单晶锆纳米沟槽深度和宽度的关系。通过研究, 旨在对单晶锆纳米沟槽进行加工时, 可以直接施加预测的载荷及需要刻划的次数直接加工出作者所需要的沟槽形貌尺寸。可以为防止对昂贵金刚石针尖的磨损, 加工出较高表面质量的纳米锆器件提供依据。

1 实 验

实验采用的基体材料为由合肥科晶技术公司制备的单晶锆片, 晶面取向为(100), 样品尺寸大小均为 10 mm×10 mm×0.5 mm。样品的表面粗糙度小于 0.5 nm, 清洁度约 1000 级(超净工作室中制作), 对样品进行单面抛光, 将抛光面作为实验所用表面。在实验之前先对样品进行预处理, 将样品放入丙酮和乙醇溶液中浸泡 10 min 进行去污, 然后对样品表面进行预热。

实验所用的纳米划痕仪, 其位移分辨率为 0.01 nm, 载荷分辨率为 0.02 μN, 实验中采用圆弧曲

收稿日期: 2018-01-10

基金项目: 国家自然科学基金(51765027, 51365021)

作者简介: 杨晓京, 男, 1971 年生, 博士, 教授, 昆明理工大学机电工程学院, 云南 昆明 650500, E-mail: 258412398@qq.com

率半径为 2 μm 的金刚石针尖在单晶锆抛光面上刻划出多条长度均为 200 μm 的纳米沟槽。实验设定不同的垂直载荷、切削速度及刻划次数, 研究这些参数对单晶锆纳米沟槽表面形貌的影响机制及作用机理。其具体参数设定如表 1 所示。

采用聚焦离子束扫描电子显微镜(TESCANLYRA3 FEG-SEM/FIB)在真空的环境下对单晶锆纳米划痕实验所得的样品的表面形貌进行观察。三维白光干涉表面形貌仪(ZYGONexView)用于观察和测量单晶锆纳米沟槽的三维形貌尺寸。在每条纳米沟槽上随机选取 5 个位置测量其深度和宽度, 取其平均值作为有效值。

2 结果及分析

2.1 切削速度的影响

为了研究切削速度与纳米沟槽三维形貌尺寸的关系, 实验采用了不同的切削速度刻划了 5 条单晶锆纳米沟槽, 施加的垂直载荷均为 30 mN, 切削速度分别为 300, 350, 400, 450, 500 $\mu\text{m}/\text{min}$ 。图 1 为 5 条纳米沟槽的扫描电镜(SEM)照片, 可以看到随着切削速度的增大沟槽表面的形貌并没有明显变化, 每条沟槽的平整度都很高, 沟槽两侧并没有产生切屑的堆积。为了能够准确地得到纳米沟槽宽度和深度的精确尺寸信息, 使用三维白光干涉表面形貌仪来测量沟槽的宽度和深度。图 2 为切削速度为 300 $\mu\text{m}/\text{min}$, 垂直载荷为

30 mN 的三维白光干涉表面形貌的 2D(a)、3D(b)图。如图 3 所示为所测量沟槽深度和宽度与切削速度的关系, 可以发现切削速度的大小对纳米沟槽宽度和深度的影响极小, 随着切削速度的变化, 纳米沟槽的深度变化范围为 1.959~2.142 nm, 宽度变化范围为 4.632~4.723 μm , 即沟槽的三维形貌尺寸几乎没有改变, 这与文献[6,7]中的实验结论相一致。

2.2 垂直载荷的影响

为了研究施加不同的载荷与纳米沟槽三维形貌尺寸的关系, 实验施加了 5 组不同的垂直载荷刻划出 5 条纳米沟槽, 5 组载荷分别为 10, 15, 20, 25 及 30 mN, 刻划速度均为 200 $\mu\text{m}/\text{min}$ 。图 4 为纳米沟槽的 SEM 照片。可以清晰看到随着垂直载荷的增加, 纳米沟槽的宽度在不断地增加, 沟槽周围的切屑堆积越来越明显, 但是并没有产生裂纹, 说明沟槽是由塑性变形产

表 1 划痕实验参数

Table 1 Scratch test parameters

Scratch test parameter	Value
Scratch crystal plane	(100)
Scratch distance/ μm	200
Scratch velocity/ $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$	300, 350, 400, 450, 500
Vertical load/mN	10, 20, 30, 40, 50
Scratch number	1, 2, 4, 6, 8, 10

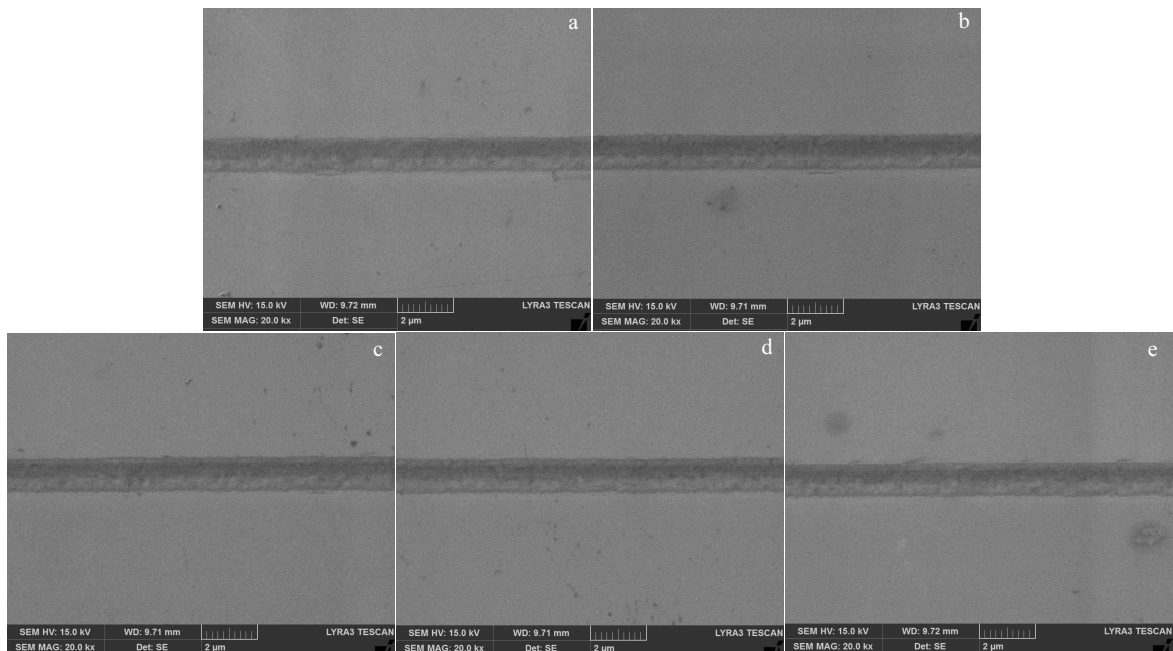


图 1 垂直载荷为 30 mN, 不同切削速度下纳米沟槽 (200 μm) SEM 照片

Fig.1 SEM topographies of nanogrooves (200 μm) scratched at scratching velocities of 300 $\mu\text{m}/\text{min}$ (a), 350 $\mu\text{m}/\text{min}$ (b), 400 $\mu\text{m}/\text{min}$ (c), 450 $\mu\text{m}/\text{min}$ (d), 500 $\mu\text{m}/\text{min}$ (e) with vertical load of 30 mN

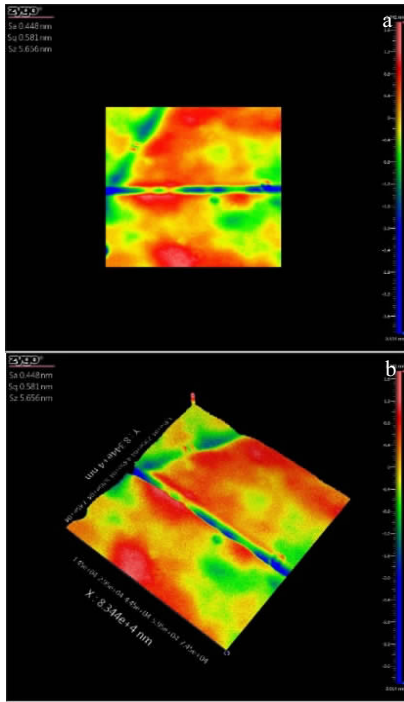


图 2 切削速度 300 $\mu\text{m}/\text{min}$ ，垂直载荷 30 mN 的三维白光干涉表面形貌的 2D, 3D 图

Fig.2 White-light topographies of nanogrooves (200 μm) at scratching velocity of 300 $\mu\text{m}/\text{min}$ and vertical load of 30 mN: (a) 2D and (b) 3D

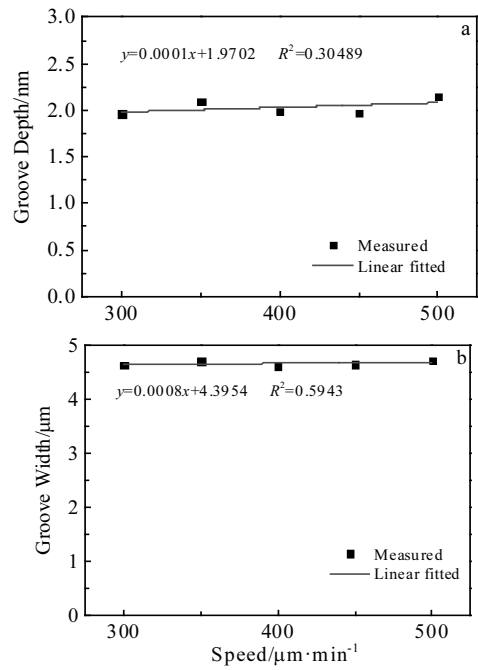


图 3 切削速度与沟槽深度和宽度的线性拟合关系图

Fig.3 Linear relationship between the scratching velocity and groove depth (a) as well as width (b) (the coefficient of determination (R^2) is 0.30489 and 0.5943, respectively)

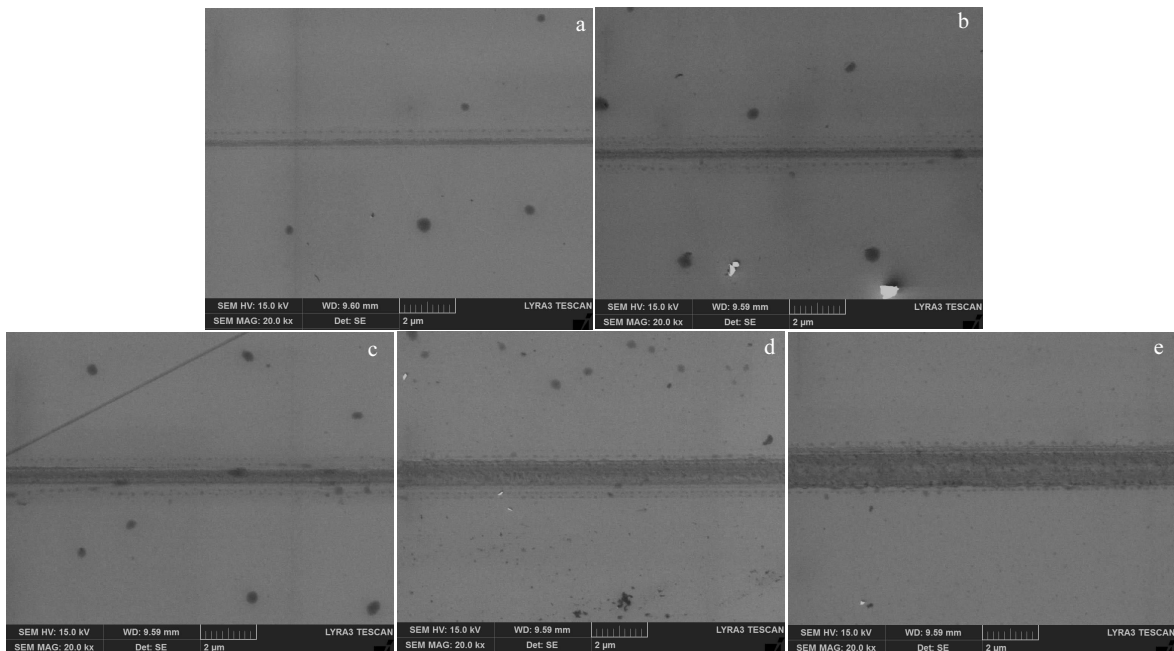


图 4 切削速度为 200 $\mu\text{m}/\text{min}$ ，不同垂直载荷下纳米沟槽(200 μm)SEM 照片

Fig.4 SEM images of nanogrooves (200 μm) scratched at scratching velocity of 200 $\mu\text{m}/\text{min}$ with the vertical load of 10 mN (a), 15 mN (b), 20 mN (c), 25 mN (d), and 30 mN (e)

生的并没有产生脆性断裂。对三维白光干涉表面形貌仪所测量的沟槽的三维形貌尺寸数据进行线性拟合，绘制了如图 5 所示的垂直载荷与沟槽深度和宽度的关系曲线，可以发现，当载荷在 10~30 mN 变化时，沟槽的深度变化范围为 1.12~1.88 nm，宽度变化范围为 4.6~8.6 μm，决定系数 R^2 分别为 0.992 和 0.985，说明其线性相关性非常好，偏差非常小。

2.3 刻划次数的影响

实验也研究了多次刻划对单晶锆纳米沟槽三维形貌尺寸的影响。分别对同一条纳米沟槽刻划 1, 2, 6, 8, 10 次，施加的载荷恒为 20 mN，切削速度为 200 μm/min。图 6 为在不同的刻划次数下单晶锆纳米沟槽 SEM 照片，可以看出随着刻划次数的增加单晶锆纳米沟槽对应的三维形貌尺寸也在逐渐增大。

Tseng 等^[18,19] 发现纳米沟槽的深度和宽度与刻划次数的关系服从如下幂函数定律：

$$d(N)=A_1(N)^{n_1}$$

$$w(N)=A_2(N)^{n_2}$$

式中， A_1 、 A_2 、 n_1 、 n_2 分别为多次刻划系数和多次刻划指数， d 和 w 分别为沟槽的深度与宽度。对实验所测单晶锆纳米沟槽三维形貌尺寸进行幂函数拟合，得到如图 7 所示的刻划次数与沟槽宽度和深度的幂函数关系。其中， A_1 、 A_2 、 n_1 、 n_2 分别为 0.80、4.50、0.35 和 0.08，沟槽的深度变化范围为 0.830~1.829 nm，宽度变化范围为 4.6~5.8 μm，深度和宽度曲线的决定系

数 R^2 分别为 0.992 和 0.921，表明幂指数拟合曲线的深度和宽度的数据拟合度比较理想，偏差分别为 1% 和 8%左右。

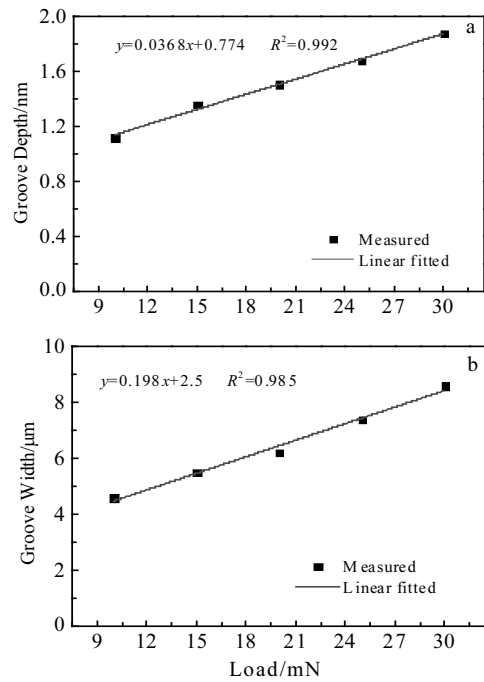


图 5 垂直载荷与沟槽深度和宽度的线性拟合关系曲线
Fig.5 Linear relationship between the vertical load and groove depth (a) as well as width (b) (the coefficient of determination (R^2) is 0.992 and 0.985, respectively)

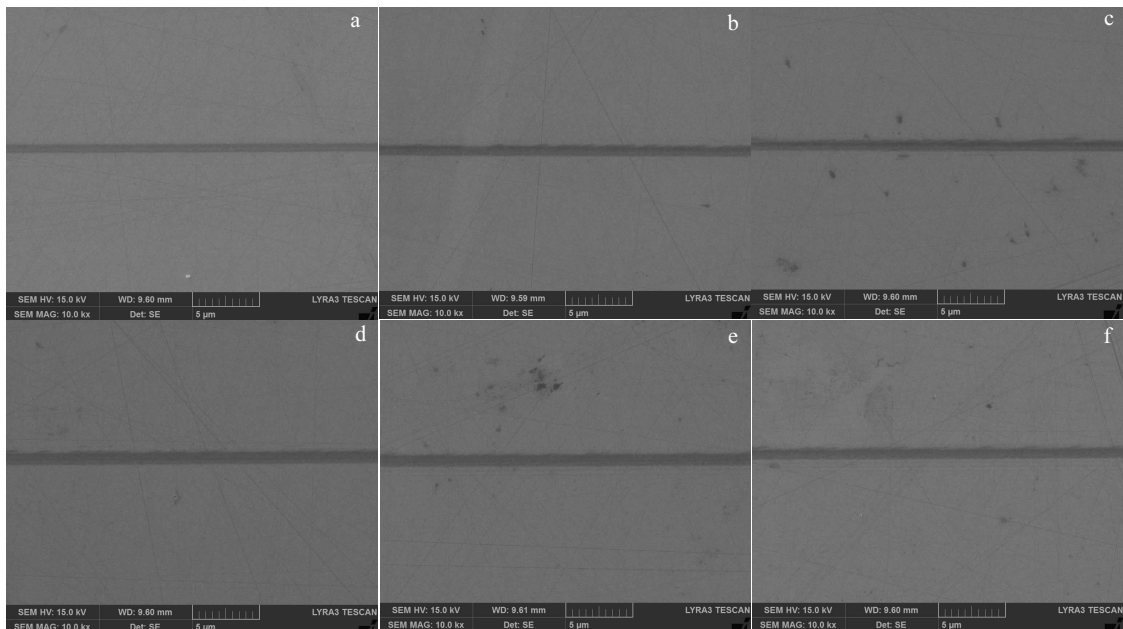


图 6 切削速度为 200 μm/min，垂直载荷为 10 mN，不同刻划次数的纳米沟槽(200 μm) SEM 照片
Fig.6 SEM images of nanogrooves (200 μm) with scratching velocity of 200 μm/min, vertical load of 10 mN and scratched at different number of 1 (a), 2 (b), 4 (c), 6 (d), 8 (e), and 10 (f)

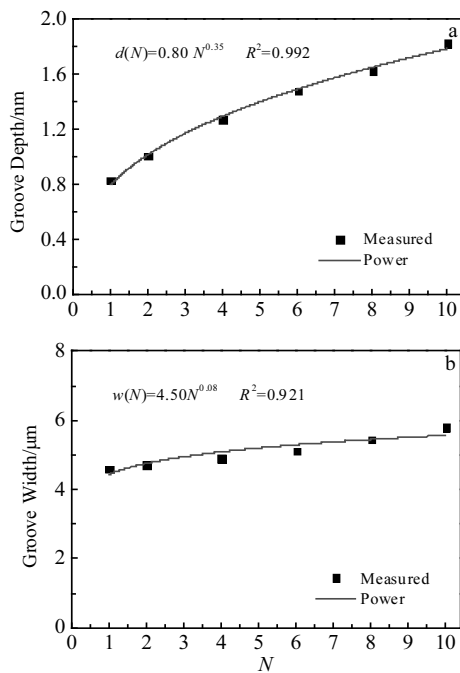


图 7 刻划次数与沟槽深度和宽度的幂指数拟合关系

Fig.7 Linear relationship between the scratching number and groove depth (a) as well as width (b) (the coefficient of determination (R^2) is 0.992 and 0.921, respectively)

3 结 论

1) 切削速度对单晶锆纳米沟槽三维形貌尺寸的影响非常小, 随着切削速度的增加, 纳米沟槽的深度变化范围为 1.959~2.142 nm, 宽度变化范围为 4.632~4.723 μm, 即沟槽的三维形貌尺寸几乎没有改变。

2) 垂直载荷是影响单晶锆纳米沟槽三维形貌尺寸变化的关键因素, 随着垂直载荷与刻划次数的增加, 纳米沟槽的深度和宽度逐渐增大。当载荷在 10~30 mN 变化时, 沟槽的深度变化范围为 1.12~1.88 nm, 宽度变化范围为 4.6~8.6 μm, 将单晶锆纳米沟槽的尺寸与施加的垂直载荷进行了线性拟合, 得到了沟槽深度与宽度决定系数 R^2 分别为 0.992 和 0.985, 拟合曲线的相关度非常高。

3) 刻划次数的变化同样会引起单晶锆纳米沟槽三维形貌尺寸的变化, 随着刻划次数的增多, 沟槽的深度变化范围为 0.830~1.829 nm, 宽度变化范围为 4.6~5.8 μm,

将单晶锆纳米沟槽的尺寸与刻划次数进行了幂函数拟合, 得到了沟槽深度与宽度决定系数 R^2 分别为 0.992 和 0.921, 表明幂函数拟合曲线的深度和宽度的数据拟合度比较理想, 偏差分别为 1%和 8%左右。

参考文献 References

- [1] Picard Y N, Adams D P. *Microelectronic Engineering*[J], 2003, 27(1): 59
- [2] Okazaki S. *Microelectronic Engineering*[J], 2015, 133(5): 23
- [3] Geng Yanquan, Emmanuel B Brousseau. *Precision Engineering*[J], 2018, 51: 536
- [4] Geng Yanquan, Yan Yongda. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2017, 248: 236
- [5] Geng Yanquan, Yan Yongda. *Applied Surface Science*[J], 2014, 313(15): 615
- [6] Jiang Xiaohong, Wu Guoyun. *Nanoscale Research Letters* [J], 2011, 6: 518
- [7] Dong Zhuxin, Uchechukwu C Wejinya. *Applied Surface Science*[J], 2012, 258(22): 8689
- [8] Vieira L, Lucas F L C. *Surface & Coatings Technology* [J], 2014, 260(15): 205
- [9] Wang Z Q, Tung S. *Wear*[J], 2012, 278-279(8): 71
- [10] Wang Yongguang, Chen Yao, Zhao Dong *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2018, 447(31): 100
- [11] Chen L, Persson J, Stahl J E *et al.* *Journal of Superhard Materials*[J], 2017, 39(5): 365
- [12] Liu Xiaoming, Liu Zhanli, Wei Yueguang. *Computational Materials Science*[J], 2015, 110: 54
- [13] Josefina Ballarrea, Damian A López, Ana L Cavalieri. *Wear*[J], 2009, 11-12: 1165
- [14] Beake B D. *Surface & Coatings Technology*[J], 2017, 309(15): 671
- [15] Beake B D, Liskiewicz T W, Smith J F. *Surface & Coatings Technology*[J], 2011, 25(7): 1921
- [16] Auezhan Amanov, Shinya Sasaki, In-Sik Cho. *Materials and Design*[J], 2013, 47: 386
- [17] Shota Higashino, Masao Miyake. *Surface & Coatings Technology*[J], 2017, 325(25): 346
- [18] Tseng A A. *Applied Surface Science*[J], 2010, 256(13): 4246
- [19] Tseng A A. *Small*[J], 2011, 7(24): 3409

Nano-Scratch Instrument-Based Experimental Research of Single Crystal Germanium Nanogrooves Machining

Yang Xiaojing, Luo Liang

(Kunming University of Science and Technology, Kunming 650500, China)

Abstract: In order to improve the manufacturing precision of nanoscale germanium, nano-scratch instrument was used to process the nanogrooves of single crystal germanium. The morphology of the groove was observed by scanning electron microscope, and the three-dimensional morphology was measured by the three-dimensional white light interferometer. The effects of the cutting speed, the applied vertical load and scratching number on the morphology of single crystal germanium nanogrooves were studied. Linear fitting curves and power function fitting curves of vertical load and number of scratches with groove depth and width were established and analyzed. The results show that the width and depth of single crystal germanium nanogrooves increases slightly with the cutting speed, and with the increase of vertical load, the scratching number increases. The fitting degree of the curve is very high. It can predict the depth and width of the nanoscale groove more accurately, which can reduce the surface roughness of the workpiece and improve the surface quality of the workpiece.

Key words: nanogrooves; single crystal germanium; cutting speed; vertical load; scratching number

Corresponding author: Luo Liang, Candidate for Ph. D., Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650500, P. R. China, E-mail: 258412398@qq.com