

文章编号 1004-924X(2007)05-0725-05

# AFM 的纳米硬度测试与分析

史立秋<sup>1,2</sup>, 张顺国<sup>1</sup>, 孙涛<sup>1</sup>, 闫永达<sup>1</sup>, 董申<sup>1</sup>

- (1. 哈尔滨工业大学 精密工程研究所, 黑龙江 哈尔滨 150001;
2. 佳木斯大学 机械工程学院, 黑龙江 佳木斯 154007)

**摘要:**基于原子力显微镜(AFM)和金刚石针尖建立了一套纳米压痕测量系统。通过向系统发送控制电压使金刚石针尖在完成加载和卸载全过程的同时进行实时的数据采集并直接绘出载荷-压深曲线。利用该系统,对单晶铝和单晶铜薄膜材料进行了单点压痕实验,用美国 Hysitron 公司的纳米原位测量仪(TriboIndenter)做了验证试验。实验结果表明,该系统适合测量较软材料的纳米硬度。分析了基体材料对薄膜硬度和弹性模量的影响,在薄膜厚度低于5~10倍压入深度时,基体对薄膜材料的力学性能影响很大;并根据获得的载荷-压深曲线分析得出由于尺度效应的影响,随着压痕深度的减小,薄膜的硬度值呈明显的上升趋势,弹性模量没有这个趋势。

**关键词:**原子力显微镜; 纳米硬度; 纳米压痕; 纳米原位测量仪

**中图分类号:**TH742.9 **文献标识码:**A

## Test and analysis on nanohardness using an AFM-based system

SHI Li-qiu<sup>1,2</sup>, ZHANG Shun-guo<sup>1</sup>, SUN Tao<sup>1</sup>, YAN Yong-da<sup>1</sup>, DONG Shen<sup>1</sup>

- (1. Precision Engineering Research Institute, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China;
2. School of Mechanical Engineering, Jiamusi University, Jiamusi 154007, China)

**Abstract:** A system based on atomic force microscope(AFM) and a (Berkovich) diamond tip was developed for nanohardness and elastic modulus measurements. This system can directly gain the load-displacement curves that couldn't be obtained from indent software of AFM itself. The diamond tip was controlled by sending signal to achieve loading and unloading and gathering the real-time data. In this way the load-displacement curve and data could be acquired directly. Single point experiments were conducted on single-crystal copper and single-crystal aluminum thin films. TriboIndenter produced by Hysitron Inc was used to do the validated experiments. The results show that the system is suited for nanohardness measurement of the softer materials. By analysis on the effects of substrate material on nanohardness and elastic modulus, it can be known that the substrate has great influence on the mechanical characteristic of the film when the thickness of film is less than 5 to 10 times the peak depth. Nanohardness increases with a decrease in the indentation depth, which indicates a strong size effect, but there is no significant effect on the elastic modulus based the load-displacement curves.

**Key words:** atomic force microscope; nanohardness; nanoindentation; TriboIndenter

收稿日期:2006-10-25; 修订日期:2007-02-02.

基金项目:基于微探针的纳米加工机理及相关技术资助项目(No. E0306)

## 1 引言

近几年研究者倾向于使用商用 AFM (Atomic Force Microscope) 系统测量纳米硬度, 因为其实能实现纳米级的定位和纳米尺度的压痕并达到  $< 1 \mu\text{N}$  的初始载荷, 尤其对于各种厚度小于  $1 \mu\text{m}$  的薄膜材料, AFM 具有其他压痕仪器所无法比拟的优点。1994 年, 美国俄亥俄州大学的 B. Bhushan 和 V. N. Koinkar<sup>[1]</sup> 用 AFM 测量了单晶硅材料, 压痕深度只有 1 nm。2000 年美国加利福尼亚大学的 G. W. Marshall Jr<sup>[2]</sup> 等人也利用 AFM 研究了牙质材料 (DEJ) 的机械特性。2001 年日本学者 Isao Kojima<sup>[3]</sup>, 用 AFM 探针对碳氮薄膜进行实验, 研究了碳氮薄膜的硬度与薄膜的温度和密度的关系。2004 年中国北京科技大学的华文申等人和中科院物理研究所的沈殿宏等人用 AFM 研究了  $\text{TiC}_x/\text{NiAl}$  合成物交界面的纳米硬度和弹性模量<sup>[4]</sup>。然而, 用 AFM 本身的压痕软件进行纳米硬度测量, 只能直接得到力曲线, 而力曲线必须转化成载荷—压深曲线才能用于其他力学性能的分析。为了解决上述问题, 本文基于 AFM 建立控制系统, 在金刚石针尖完成加载和卸载全过程的同时进行实时的数据采集并直接绘出载荷—压深曲线。这样既能扫描到压痕图像又能得到载荷—压深曲线。

## 2 实验装置

实验中采用美国 DI 公司 Nano III 型 SPM (Dimension 3100), 金刚石针尖的弹性系数为  $150 \sim 300 \text{ N/m}$ , 系统软件为 Indent 软件。本项目研制的系统是将安装有 A/D 卡的 PC 机通过 SPM 的输入/输出接口单元 SAM 口与 SPM 相连, 经控制箱设定 PSD 偏转电压值达到给探针加载和卸载的目的, 同时也是通过 SAM 口实时采集数据, 并绘制载荷—压深曲线。实验中采用的单晶薄膜样品是用真空沉积镀膜的方法在硅表面分别镀  $1 \mu\text{m}$  厚的铜膜和  $150 \text{ nm}$  厚的铝膜, 其表面粗糙度  $Ra < 50 \text{ nm}$ 。同时, 为了研究基体材料对薄膜性能的影响还选择了纯单晶铝样品进行对比。

## 3 测量系统的实验原理

系统的实验原理如图 1 所示。实验时首先通过 setpoint 设置 PSD 初始电压, 使针尖刚好与试件表面轻轻接触, 悬臂没有变形, 通过 SAM 口采集此时 PZT 的初始位移  $Z_{p1}$  所对应的电压值  $V_1$ 。然后再给 PSD 一定的电压值, 此时相对于初始电压 PSD 产生偏转电压  $V_{\text{def}}$ , 这个偏转电压使针尖压入试件一定深度  $h_{\text{max}}$ , 微悬臂产生  $\Delta Z_c$  的变形量, 记录下 PZT 位移  $Z_{p2}$  对应的电压值  $V_2$ 。如果试件是理想的即很硬以至于针尖根本压不进去, 当 PSD 的偏转电压为  $V_{\text{def}}$  时, 相应 PZT 的 Z 向位移变化量就等于微悬臂的变形量  $\Delta Z_c$ 。

$$\Delta Z_c = s \times V_{\text{def}}, \quad (1)$$

式中  $s$  为探针的灵敏度, 而我们实验时所用的试件不是理想的, 针尖将压入试件表面一定深度, 相对于偏转电压  $V_{\text{def}}$ , PZT 的 Z 向位移变化量包含微悬臂的变形量和压痕深度两部分

$$Z_{p2} - Z_{p1} = (V_2 - V_1) \times 245.7 = h_{\text{max}} + \Delta Z_c, \quad (2)$$

式中 245.7 是电压和位移之间的转换系数。

作用在探针上的力  $p$  为压痕的载荷, 通过下式计算:

$$p = k_c \cdot \Delta Z_c, \quad (3)$$

式中  $k_c$  为微悬臂的弹性系数, 对于压痕的微悬臂其值为  $247.3 \text{ N/m}$ 。

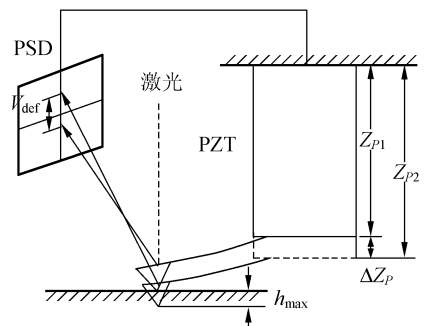


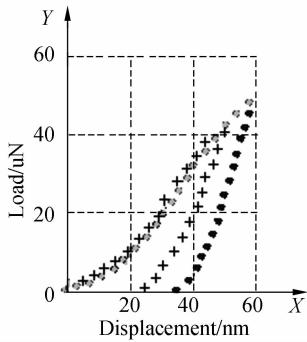
图 1 AFM 的 Height 模式原理图

Fig. 1 Principle diagram of AFM height model

利用压痕过程中实时采集到的电压值, 根据式(1)~(3)就可以计算出最大压深  $h_{\text{max}}$  和最大载荷  $p_{\text{max}}$ , 根据得到的载荷—压深曲线的卸载部分进行拟合得到接触刚度  $S$ , 这样再根据硬度计算公式就可以计算出材料的弹性模量和硬度值。

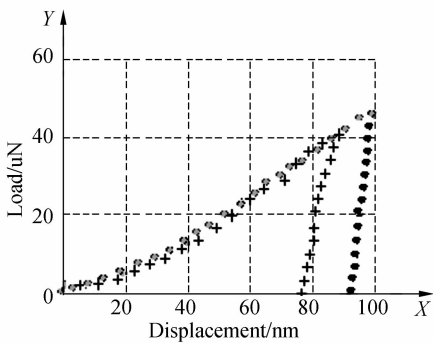
## 4 实验结果和分析

由图2(a)和(b)的载荷-压深曲线可以明显的看出,在相同的载荷力作用下Cu的最大压深远远小于Al的最大压深,而且根据卸载曲线的斜率知道Al的接触刚度比Cu小,于是从载荷-压深曲线能直接地分析出Al比Cu软很多,Al的纳米硬度值应该小于Cu,弹性模量值应该大于Cu。经计算在相同的载荷力 $40\ \mu\text{N}$ 作用下,Cu的纳米硬度和弹性模量分别为 $4.26\ \text{GPa}$ 和 $70\ \text{GPa}$ ,Al的分别为 $0.5\ \text{GPa}$ 和 $75\ \text{GPa}$ ;在 $48\ \mu\text{N}$ 作用下,Cu的纳米硬度和弹性模量分别为 $3.9\ \text{GPa}$ 和 $72\ \text{GPa}$ ,Al的纳米硬度和弹性模量分别



(a)单晶铜 (Cu)

(a)Single crystal copper (Cu)



(b)单晶铝 (Al)

(b)Single crystal aluminum (Al)

图2 单晶铜和单晶铝分别在 $40\ \mu\text{N}$ 和 $48\ \mu\text{N}$ 载荷力作用下的载荷-压深曲线

Fig. 2 Load-displacement curves for single crystal copper and single crystal aluminum at peak loads of  $40\ \mu\text{N}$  and  $48\ \mu\text{N}$

为 $0.45\ \text{GPa}$ 和 $80\ \text{GPa}$ 。通过用美国Hysitron公司生产的TriboIndenter做验证试验得知,本系统的实验精度高于以往传统的硬度测量仪器,由于很多因素的影响其精度稍低于TriboIndenter。

为了说明基材对薄膜力学性能的影响,按照压入深度为 $1/10\sim 1/5$ 膜厚时可以避免基体对膜测试影响的原则<sup>[5]</sup>,实验中选用软膜硬基的Al/Si,即在硅片上镀了厚约 $150\ \text{nm}$ 的单晶铝薄膜,分别对该薄膜和纯单晶铝块进行纳米硬度实验。从图3可以直接看出,Al的塑性变形比Al/Si的要大很多,Al/Si的弹性恢复比Al大。图4的AFM压痕图像也表明相同条件下Al的压痕明显大于Al/Si的压痕深度,由图3的曲线算得Al/Si的纳米硬度和弹性模量分别为 $5.3\ \text{GPa}$ 和 $140\ \text{GPa}$ ,Al的分别为 $0.5\ \text{GPa}$ 和 $75\ \text{GPa}$ ,Al/Si的模量和硬度明显高于Al,证明基体对薄膜性质

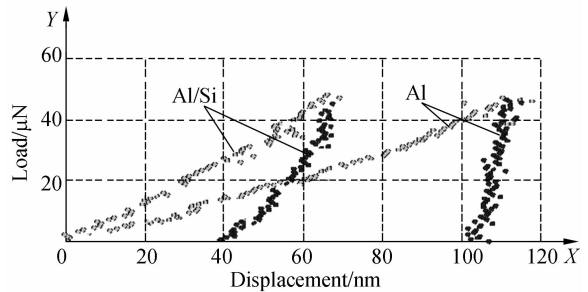
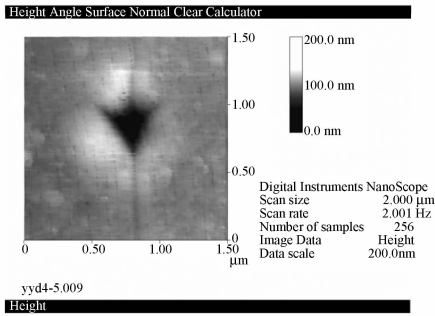


图3 单晶铝和单晶铝薄膜/硅基体在 $48\ \mu\text{N}$ 下的载荷-压深曲线图

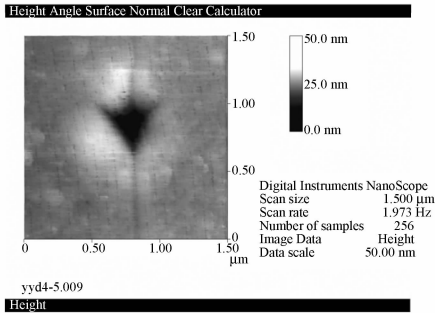
Fig. 3 Load-displacement curves for single-crystal aluminum and single-crystal aluminum films on silicon at  $48\ \mu\text{N}$

有很大的影响。图5是根据Cu和Al在不同压力下的纳米硬度实验得到的纳米硬度、弹性模量和压痕深度的关系曲线,可以看出,Cu和Al的纳米硬度值随着压深的不断减小呈现明显的上升趋势,而弹性模量基本上没有太大变化。导致这种现象的原因是当材料的尺寸进入到微纳尺度范围内时,尺度效应开始影响材料的力学性能。由于材料的弹性属性取决于原子间的结合力,是材料的固有物理特性,不受尺度效应的影响;而硬度等塑性变形行为依赖于位错在诱导应力下的运动,这种运动常常受到来自晶界和缺陷等的影响,尺度效应能够产生这种几何约束来阻碍位错的产生

和滑移,使得应力得不到释放,因此引起了硬度值的提高。



(a) Al

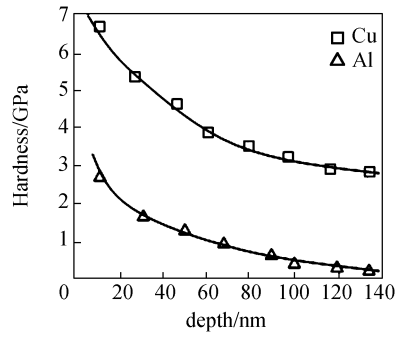


(b) Al/Si

图 4 单晶铝和单晶铝薄膜/硅基体在  $48 \mu\text{N}$  下的 AFM 压痕图像

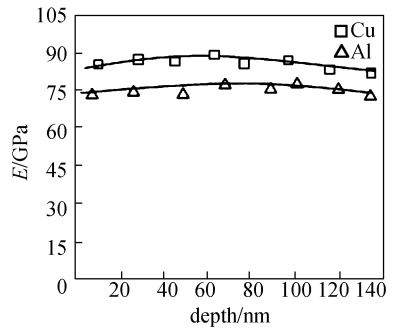
Fig. 4 AFM images of single-crystal aluminum and single-crystal aluminum films on silicon at  $48 \mu\text{N}$

应用塑性应变梯度理论<sup>[6-8]</sup>可以预测材料在微米和亚微米层次的尺度效应现象,即在传统弹塑性理论的框架下考虑应变梯度的影响,在本构关系中,应变和应变梯度诸项之间通过微尺度参量匹配,可由这些微尺度参量刻画尺度效应。对于 Cu 和 Al 等常规金属材料,塑性应变梯度理论中微尺度参量的取值大约在  $0.8 \mu\text{m} \sim 1.5 \mu\text{m}$ <sup>[9]</sup>,当压入深度小于该范围时为尺度效应的敏感区,特别是当压入深度与微尺度值之比小于  $1/3$  时,尺度效应十分敏感;当压入深度大于微尺度值时,尺度效应不太敏感,传统弹塑性理论可以近似适用<sup>[10-12]</sup>。



(a) 硬度

(a) Nanohardness



(b) 弹性模量

(b) Elastic module

图 5 压痕深度对单晶铜和单晶铝薄膜的纳米硬度和弹性模量的影响

Fig. 5 Effects of indentation depth on nanohardness and elastic module of single-crystal copper and single-crystal aluminum

## 5 结 论

根据上述单晶材料的实验结果表明,该系统直接得到的载荷—压深曲线可以用来进行纳米级硬度等力学性能的分析,但由于微悬臂的影响,该系统不适于测量较硬的材料,施加的控制电压最好不要超过  $2 \text{V}$ ,测量软材料的精度优于传统的硬度测量方法;由本系统测得的纳米硬度和弹性模量值可知,随着压痕深度的减小,薄膜的硬度值呈明显的上升趋势,弹性模量没有这个趋势。这主要是由于材料的硬度等塑性变形行为受到尺度效应的影响,而材料的弹性只依赖于原子间的结合能,和材料微观结构以及外形尺寸基本无关。在薄膜厚度低于  $5 \sim 10$  倍压入深度时,基体对薄

膜材料的力学性能影响很大。由于Si片的模量和硬度较大,Al/Si的硬度和模量明显高于Al的硬度和模量,且随压入深度的增加,硬度和模量值上升较快。

### 参考文献:

- [1] BHUSHAN B, KOINKAR V N. Nanoindentation hardness measurements using atomic force microscopy [J]. *Am. Institute Phy.*, 1994, 64(13):1653-1655.
- [2] MARSHALL G W, BALOOCH M, GALLAGHER R R, *et al.*. Marshall. Mechanical properties of the dentine-namel junction; AFM studies of nanaohardness, elastic modulus, and fracture [J]. *J. Biom. Mater. Res.*, 2000, 54:87-95.
- [3] KOJIMA I, XU W T, FUJIMOTO T. Nanohardness measurement of carbon nitride thin films [J]. *Surf. Interface Anal.*, 2001, 32:74-78.
- [4] HUA W S, WU X F, SHEN D H, *et al.*. Nanohardness and elastic modulus at the interface of Ti/NiAl composites determined by the Nanoindentation technique [J]. *Surf. Interface Anal.*, 2004, 36:143-147.
- [5] 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应用[M]. 北京:机械工业出版社,2005.  
ZHANG T H. *Micron/Nanometer Mechanical Test Technology and Application* [M]. Beijing: China Machinical Press, 2005. (in Chinese)
- [6] FLECK N A, HUTCHINSON J W. Strain gradient plasticity[J]. *Advances in Applied Mechanics*, 1997, 33:295-361.
- [7] GAO H, HUANG Y, NIX W D, *et al.*. Mechanism-based strain gradient plasticity—I. Theory [J]. *Mech. Phys. Solids*, 1997, 47: 1239-1263.
- [8] AIFANTIS E C. On the microstructural origin of certain inelastic models [J]. *Trans. ASME J. Eng. Mater. Tech.*, 1984, 106: 326-330.
- [9] 魏悦广, 王学峥, 武晓雷, 等. 微压痕尺度效应的理论和实验[J]. 中国科学, 2000, 30(11): 1025-1032.  
WEI Y G, WANG X ZH, WU X L, *et al.*. The theory and experiment of size effect on micro indentation[J]. *Science in China (Series A)*, 2000,30(11):1025-1032. (in Chinese)
- [10] GAO J S, XU Y, WANG X Y, *et al.*. ITO thin films prepared by electron beam evaporation with End-Hall ion source assisted without heating to the substrate[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005, 13(4):397-403.
- [11] SUN X Z, GU P F, CHEN H X, *et al.*. Study on superprism effect in the multilayer optical thin film stack[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005,13(4):454-459.
- [12] HU J SH, WU X. Manufacturing and testing of X-ray imaging components with high precision [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005,13 (5):620-627.

作者简介:史立秋(1978—),女,现为哈尔滨工业大学精密工程研究所在读博士生。E-mail: jmsdxshiliqiu@163.com