DOI: 10.3901/JME.2013.01.108

滑动速度对单晶硅在不同接触尺度下磨损的影响*

徐相杰 余丙军 陈磊 钱林茂

(西南交通大学牵引动力国家重点实验室 成都 610031)

摘要: 利用纳米划痕仪和液压伺服磨损试验机研究不同接触尺度下滑动速度对单晶硅磨损性能的影响。结果表明:单晶硅在不同接触尺度条件下表现出不同的损伤特征,同时滑动速度对其损伤有很大影响。微观单点接触条件下,单晶硅在低载下的损伤表现为凸起;速度越高,摩擦诱导的非晶层越薄,形成的凸结构越低。随着载荷增加,当接触压力高于单晶硅的硬度时,单晶硅的损伤逐渐转变为沟槽;滑动速度越高,接触区材料的加工硬化越剧烈,沟槽越浅。宏观多点接触条件下,较低的名义接触压力即会在单晶硅表面产生磨损,磨损过程中同时发生犁沟、疲劳和氧化磨损;滑动速度越高,单晶硅表面裂纹萌生得越多,产生的磨屑越细,磨损量越低。该研究结果有助于单晶硅超光滑表面制造的工艺改进以及硅基机电系统的摩擦学优化设计。

关键词: 单晶硅 接触尺度 滑动速度 磨损性能

中图分类号: TH117

Effect of Sliding Velocity on the Wear Behavior of Monocrystalline Silicon under Various Contact Size

XU Xiangjie YU Bingjun CHEN Lei QIAN Linmao

(Traction Power State key Laboratory, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031)

Abstract: The effect of sliding velocity on the wear behavior of monocrystalline silicon under various contact size is studied by nanoscratch and servo hydraulic dynamic test machine. It is found that both the contact size and sliding velocity played significant roles in the friction-induced surface damage of silicon. When the contact size is small enough to be considered as single-asperity contact, the surface damage of silicon exhibited the formation of hillock under low load. With the increase in the sliding velocity, the friction-induced amorphous layer became thinner and the height of hillock is lower. As the contact pressure increased above the hardness of silicon, the surface damage of silicon is identified as the generation of groove. The higher of the sliding velocity, the stronger the work-hardening of the contact area, and the shallower the groove. As a comparison, when the contact size is large enough to be considered as multi-asperity contact, the silicon surface may be worn even though the contact pressure is much lower than the hardness of silicon. During the wear process, both plough, fatigue and oxidation wear occur simultaneously. With the increase in the sliding velocity, more cracks are initiated, tinier wear debris is generated, and less wear volume is observed. The results may not only help the improvement of the nanofabrication technique of silicon, but also optimize the tribological design of microelectromechanical system.

Key words: Monocrystalline silicon Contact size Sliding velocity Wear behavior

0 前言

单晶硅的超光滑表面制造在超大规模集成电路、光传输、信息存储、国防等领域具有重要的应

用^[1]。近年来,微纳制造所面临的“纳米-微米-宏观”的多尺度加工问题备受关注,该制造过程主要涉及不同尺度下的切削、研磨和抛光等,而加工速度对加工质量和加工效率有很大影响^[1-2]。例如,在单晶硅的抛光过程中,不同的抛光速度可能导致其材料去除机制的不同,进而影响了抛光的质量和效率^[3]。此外,信息、生物、先进制造和航空航天等高新技术领域的微型化趋势极大地促进了硅基

* 国家自然科学基金(51175441, 90923017)和四川省青年科技基金创新团队(2010JQ0081)资助项目。20120621 收到初稿,20121030 收到修改稿

微机电系统(Micro electro mechanical systems, MEMS)的发展^[4]。然而, 由于表面和尺寸效应的影响, 使得粘着和磨损成为硅基 MEMS 运行过程中的关键摩擦学问题^[5-6]。因此, 需要充分研究滑动速度对单晶硅在不同接触尺度下磨损的影响规律, 为其超光滑表面制造以及在 MEMS 中的可靠服役提供有益参考。

LI 等^[7]采用球盘试验机和直径为 3 mm 的氮化硅球, 研究了单晶硅在低接触压力条件下的磨损行为随滑动速度的变化情况。结果表明, 单晶硅的磨损率随滑动速度的升高而降低; 5 mm/s 的速度下单晶硅的磨损伴随有一定程度的塑性变形, 而 195 mm/s 的速度下磨损以微断裂为主。GASSILLOUD 等^[8]采用纳米划痕仪研究了载荷和滑动速度对单晶硅损伤的影响规律, 指出 2 $\mu\text{m/s}$ 的速度下划痕损伤区域主要由无定型硅和 Si-XII 相组成, 而 100 $\mu\text{m/s}$ 的速度下损伤区域以无定型硅的形成为主。YU 等^[9]采用高分辨透射电镜观察了在单晶硅表面所加工的纳米凸结构的断面微观结构, 结果表明, 高速(1 mm/s)下是以晶格变形为主, 其中包含大量位错; 而低速(0.01 mm/s)下则是以非晶化为主。SHAFIEI 等^[10]开展了 Ni 纳米晶的划痕实验, 结果显示, 相对滑行速度越大, 纳米晶 Ni 的磨损越轻微, 而对应的摩擦力(或摩擦因数)越大, 他们认为速度越大, 应变率越大, 从而导致接触区域材料屈服强度变大, 变形越难发生, 从而限制了塑变的发生。TAMBE 等^[11]基于 AFM 划痕试验, 定性描述了单晶硅等材料在不同速度下摩擦过程: 在低速下原子尺度的粘滑控制摩擦过程; 随着速度增加, 材料表面吸附的水膜开始主导摩擦过程; 而在高速下塑性变形则会控制摩擦过程。因此, 关于单晶硅等材料在不同速度下的磨损机制, 目前并不十分清楚。现有的研究所涉及的试验工况比较单一, 缺乏不同接触尺度下滑动速度对单晶硅磨损性能影响规律的系统研究, 相关研究将有益于进一步揭示单晶硅在不同接触尺度下磨损机制。

本文分别采用纳米划痕仪和液压伺服磨损试验机, 研究了不同接触尺度下滑动速度对单晶硅磨损性能的影响规律, 并探讨了不同条件下单晶硅的损伤机制。研究结果有助于单晶硅超光滑表面制造的工艺改进以及硅基 MEMS 的摩擦学优化设计。

1 试验部分

试验采用的单晶硅片晶面取向为(100), 购自洛

阳麦斯克电子材料有限公司。使用原子力显微镜(Atomic force microscope, AFM, SPI3800N, 日本), 在 500 nm×500 nm 的扫描范围内测得硅片的方均根粗糙度为 0.1 nm。为了研究单晶硅在不同接触尺度下的磨损性能, 磨损试验分别在纳米划痕仪(Nano-hardness/Scratch Tester, CSM 公司, 瑞士)和液压伺服磨损试验机(Delta-lab Nene, 法国)上进行。试验条件如表 1 所示, 纳米划痕仪采用曲率半径 $R=3\ \mu\text{m}$ 的金刚石针尖, 法向载荷 $F_n=4.0\ \text{mN}$ 、6.0 mN、12.0 mN 和 90.0 mN, 对应的最大赫兹接触压力 $p_{\max}\geq 11.1\ \text{GPa}$ 。滑动速度 $v=0.008\sim 0.100\ \text{mm/s}$ 。这种单点接触的试验实际上模拟了金刚石刀具的纳米切削过程或纳米抛光中单个磨粒对单晶硅表面的材料去除过程^[12]。划痕试验结束后, 分别采用原子力显微镜和金相显微镜(BX60M, 日本)对单晶硅表面的损伤区域进行形貌观测。

表 1 单晶硅表面不同接触尺度下磨损试验的参数

参数	纳米划痕仪	液压磨损试验机
载荷 L/mN	4~90	50 000
滑动速度 $v/(\text{mm/s})$	0.008~0.100	0.4~36
最大赫兹接触压力 p/GPa	≥ 11.1	0.385
赫兹接触半径 $R/\mu\text{m}$	≥ 0.41	249
划痕宽度 $W/\mu\text{m}$	0.47~4.29	1 755

液压伺服磨损试验机上的对磨副采用直径为 40 mm 的石英球, 载荷为 50 N, 对应的赫兹接触半径为 249 μm , 最大赫兹接触压力为 0.385 GPa。该试验条件实际上模拟了 MEMS 典型的接触面积和接触压力^[13]。石英球在 Si(100)上沿<110>晶向往复滑动, 循环次数为 500 次, 滑动速度分别为 0.4 mm/s(频率 $f=0.1\ \text{Hz}$, 幅值 $D=1\ \text{mm}$)、2 mm/s(0.5 Hz, 1 mm)、8 mm/s(2 Hz, 1 mm)、16 mm/s(2 Hz, 2 mm)、24 mm/s(3 Hz, 2 mm)和 36 mm/s(3 Hz, 3 mm)。试验结束后, 采用扫描电镜(SEM, INSPECT, FEI Technology, 荷兰)和双模式 3D 形貌仪(AEP, NanoMap-D)对样品的损伤情况进行分析。为了观察单晶硅损伤区域的剖面裂纹, 将磨斑剖面打磨抛光并在“Yang”氏溶液(500 mL H_2O +500 mL 49% HF +75 g CrO_3)中腐蚀 5 s^[14]。

2 试验结果与讨论

2.1 滑动速度对单晶硅微观磨损的影响规律

在微观单点接触的条件下, 单晶硅的划痕损伤随着载荷的增加主要表现为两种形式: 凸起和沟

槽^[15]。图1示出了法向载荷为4.0 mN时单晶硅表面的损伤情况,阴影图为AFM形貌,曲线图为对应的剖面轮廓。可见不同滑动速度下损伤均以表面凸起的形成为主。该凸起的产生是针尖剪切过程中的机械变形与摩擦化学反应共同作用的结果,其中机械变形为主导^[16]。由图1可见,当针尖滑动速度从0.008 mm/s逐渐增加至0.100 mm/s时,对应的凸起高度从3.8 nm逐渐降低至0.7 nm。YU等^[9]利用透射电镜对不同滑动速度下单晶硅凸起的微观结构进行了研究,发现随着速度增加,凸起结构表面非晶层厚度减小,凸起高度逐渐降低。另一方面,针尖高速滑动加速了非晶层下方单晶硅基体的晶格变形,形成滑移带、堆垛层错和位错等晶格缺陷。因此,不同滑动速度下单晶硅表面非晶化程度不同,低速下产生较厚的非晶层,对应高凸起;高速下非晶层较薄,凸起较低。

图1 载荷为4.0 mN时针尖滑动速度对单晶硅表面划痕损伤的影响

随着载荷增加,单晶硅表面的划痕损伤转变为沟槽。图2示出了法向载荷为12.0 mN时,不同滑动速度下单晶硅表面的划痕损伤的形貌和剖面轮廓,阴影图为AFM形貌,曲线图为对应的剖面轮廓。由图2可见,单晶硅表面的沟槽深度随针尖滑

动速度的增加逐渐降低。当针尖滑动速度从0.008 mm/s增加到0.100 mm/s时,对应的沟槽深度从20 nm降低为9 nm。SHAFIEI等^[10]认为,滑动速度的增加将引起单晶硅切应变率的增加,从而使接触区材料产生加工硬化,最终导致接触区材料强度增加。因此,在高速滑动下材料发生塑性变形相对困难,划痕深度较浅。另外,针尖滑动速度低于0.017 mm/s时,划痕中间出现波纹状损伤,出现这种现象的主要原因可能与单晶硅在磨损过程中所产生的材料塑性流动有关^[8]。当针尖滑动速度高于0.050 mm/s时,划痕的波纹状损伤现象减弱,划痕表面比低滑动速度时光滑。

图2 载荷为12.0 mN时针尖滑动速度对单晶硅表面划痕损伤的影响

为了定量比较单点接触条件下针尖滑动速度对单晶硅表面损伤的影响,分别测量了损伤区域隆起或沟槽的高度和体积,结果如图3所示。图3a示出了载荷为4.0 mN和12.0 mN时,单晶硅表面隆起高度和沟槽深度随滑动速度的变化曲线;图3b示出了对应的体积随滑动速度的变化曲线。其中,隆起(或沟槽)体积为损伤表面高于(或低于)原始单晶硅表面的体积;为便于比较,计算体积时所截取的划痕长度均为5 μm。由图3可见,划痕损伤无论是隆起还是沟槽,其变形量随速度的增加均呈现降

低的趋势; 随着划痕速度的增大, 单晶硅沟槽体积逐渐减小并在速度高于 0.050 mm/s 后趋于稳定。

图3 沟槽深度和体积随滑动速度的变化曲线

2.2 滑动速度对单晶硅宏观磨损的影响规律

图4和图5示出了宏观多点接触下滑动速度对单晶硅损伤的影响规律, 轮廓线取自磨痕中部, 如图4a所示。在50 N的载荷条件下, 尽管名义最大赫兹接触压力仅为0.385 GPa, 远低于单晶硅的屈服应力, 但是在不同的滑动速度下单晶硅表面均出现了严重的磨损。分析其原因, 由于石英球与单晶硅接触区内粗糙峰的多点接触, 局部接触应力可能远高于名义接触应力, 使单晶硅表面产生犁沟损伤。由图4和图5可见, 随着滑动速度从0.4 mm/s增大至8.0 mm/s, 单晶硅表面的磨损体积从 $5.8 \times 10^6 \mu\text{m}^3$ 逐渐增大至 $6.5 \times 10^6 \mu\text{m}^3$; 其间速度增大20倍, 磨损体积增大了约12%。随着滑动速度的进一步增加, 单晶硅表面的磨损体积逐渐降低, 当速度为36.0 mm/s时磨损体积降低为 $4.6 \times 10^6 \mu\text{m}^3$; 其间速度增大4倍, 磨损体积降低了29%。

为了深入研究宏观下滑动速度对单晶硅磨损机制的影响, 采用金相显微镜和扫描电镜对单晶硅表面的磨痕进行了分析。如图6所示, 第一排是磨斑光镜图, 第二排是磨斑裂纹的扫描电镜图, 第三排是磨损区周围磨屑的扫描电镜图。滑动速度对单晶硅表面损伤区域裂纹的萌生有很大影响。石英球

图4 载荷为50 N时, 不同滑动速度下单晶硅磨痕的三维形貌图及剖面轮廓曲线

图5 宏观下单晶硅表面磨损体积随滑动速度的变化规律

和单晶硅之间仅受压而无相对滑动时, 单晶硅表面不会出现裂纹。低速下滑动时, 单晶硅的表面裂纹短而少, 裂纹取向基本垂直于滑动方向。随着滑动

速度的增加, 表面裂纹逐渐增多且长度增长, 裂纹方向也逐渐由直线转变为弧线。由于单晶硅{111}晶面族的面间距较大, 面上的原子键密度低, 因而单晶硅倾向于沿着{111}面裂解^[17], 在低速滑动时形成与滑动方向垂直且平行于<110>晶向的解理裂纹^[18]。随着滑动速度的增加, 石英球与单晶硅表面对磨过程中应力场及残余应力场的叠加作用影响着裂纹的形核和扩展, 使得高速下表面裂纹扩展方向出现变向、弯曲^[2]。此外, 滑动速度对磨屑的形貌也有很大的影响。低速下, 磨痕周围的磨屑呈现片状, 这可能是由于低速滑动的石英球对接触区域表面碾压充分, 促使磨屑产生片状聚集; 随着速度增

加, 材料发生瞬间断裂, 磨痕周围的磨屑逐渐转变为颗粒状。

为了进一步考察滑动速度对单晶硅损伤区域裂纹萌生的影响, 采用扫描电镜对不同滑动速度下磨损区域的剖面进行了分析。如图 7 所示, 滑动速度较低时, 单晶硅损伤区域的剖面仅有少量的裂纹萌生; 滑动速度较高时, 单晶硅损伤区域剖面中出现大量的长裂纹和细小裂纹。可见, 滑动速度的增加明显地促进了单晶硅表面裂纹的萌生与扩展, 进而有效地削弱了接触区的应力集中, 最终导致了磨损的降低^[19]。因此, 在高速下, 不仅材料去除速率慢, 且在次表面层易产生裂纹损伤。

图 6 宏观下滑动速度对单晶硅表面损伤的影响

图 7 不同滑动速度下磨损区域的剖面裂纹

2.3 不同接触尺度下滑动速度对单晶硅摩擦磨损的影响

图 8 示出了不同接触尺度下单晶硅表面摩擦因

数随滑动速度的变化曲线。在载荷为 6 mN 至 90 mN 的微观单点接触条件下, 摩擦因数随着滑动速度的增加而增大。TAMBE 等^[11]研究指出在单点接触条

件下, 与材料塑性变形有关的摩擦力分量随着滑动速度的增加而增大, 从而造成整体摩擦力和摩擦因数的增加。尽管如此, 滑动摩擦因数不会一直增加, 原因是高速下接触区域由于高温局部融化会导致针尖与样品之间由滑动转变为黏性剪切。然而, 在载荷为 50 N 的宏观多点接触条件下, 滑动速度越高摩擦因数越低。原因在于高速下裂纹的大量萌生和快速扩展会降低接触区的应力, 在降低磨损的同时也会减小摩擦。此外, 宏观下滑动速度的增加将引起接触区表面的闪温增加, 从而在接触区域形成更多的氧化物^[20]。不断生成的氧化物导致氧化物厚度和覆盖率随滑动速度的提高而增大, 该氧化膜在一定程度上具有“润滑”作用, 因而摩擦因数随滑动速度的提高而减小^[21]。另外, 在宏观多点接触下的摩擦因数明显高于微观单点接触下情形, 其主要与磨屑是否产生有关, 微观单点接触下的磨损主要表现为沟槽产生, 由于接触面积小、接触应力大, 磨屑不易存在于针尖-样品接触面上; 而在宏观多点接触下, 由于接触面积相对较大、接触应力小, 磨屑不易被排出接触表面, 此时呈现典型的三体磨损, 从而导致摩擦因数增加^[22]。

图8 不同接触尺度下摩擦因数随滑动速度的变化曲线

表2总结了不同接触尺度下滑动速度对单晶硅磨损的影响规律。单晶硅在不同接触尺度条件下表现出不同的损伤特征, 同时滑动速度对单晶硅的损伤有很大影响。在微观条件下, 由于针尖与样品之间属单点接触, 随着载荷增加, 单晶硅会依次表现出两种不同特征的损伤模式, 即隆起形成和沟槽出现, 中间可能经历一个材料下陷的变形过程^[15]。在微观的低载摩擦过程中, 单晶硅表面凸起结构的产生强烈地依赖于滑动速度, 速度越低, 摩擦诱导所形成的非晶层越厚, 凸结构越高^[9]。随着载荷增加,

当接触压力高于单晶硅的硬度时, 单晶硅的损伤逐渐转变为沟槽^[23]; 滑动速度越高, 接触区材料的加工硬化越剧烈, 划痕深度越浅^[10,24]。而宏观条件下, 由于对磨副之间属多点接触, 在较低的名义接触压力下, 单晶硅表面就会产生不同程度的磨损, 磨损过程中可能同时发生犁沟、疲劳和氧化磨损。滑动速度越高, 单晶硅表面裂纹萌生得越多, 产生的磨屑越细, 单晶硅表面的磨损量越少。

表2 不同接触尺度下滑动速度对单晶硅磨损的影响规律

		微观单点接触		宏观多点接触	
		损伤特征	速度增加	损伤特征	速度增加
低载	隆起	非晶层变薄, 隆起降低	疲劳磨损	氧化磨损	裂纹增长
高载	沟槽	加工硬化增强, 沟槽变浅	犁沟磨损	磨屑变细	磨损降低

基于上述研究, 在单晶硅超光滑表面制造中, 由于较低的载荷可能在单晶硅表面形成凸起, 不利于单晶硅材料的去除, 因此在采用金刚石刀具进行纳米切削时, 应适当增大加工载荷, 才能实现材料的有效去除; 此外, 高载下较低的切削速度和抛光速度会产生较大的切削量, 有助于提高其加工效率。此外, 在硅基 MEMS 的设计中, 应适当避免摩擦副过高的运行速度, 以免产生严重的疲劳和氧化磨损, 影响微构件的运行稳定性和寿命。

3 结论

(1) 单晶硅在不同接触尺度下表现出不同的磨损特征。在微观的单点接触条件下, 单晶硅的损伤随载荷的增加主要表现为隆起向沟槽的转变。在宏观的多点接触条件下, 较低的名义接触压力也会在单晶硅表面产生不同程度的磨损, 损伤主要表现为材料的去除和裂纹的萌生。

(2) 在微观的低载摩擦过程中, 单晶硅表面凸起结构的产生强烈地依赖于滑动速度, 速度越高, 摩擦诱导所形成的非晶层越薄, 凸结构越低。随着载荷增加, 当接触压力高于单晶硅的硬度时, 单晶硅的损伤逐渐转变为沟槽; 滑动速度越高, 接触区材料的加工硬化越剧烈, 划痕深度越浅。

(3) 在宏观多点接触的摩擦过程中, 单晶硅的磨损过程同时伴随犁沟、疲劳和氧化。滑动速度越高, 单晶硅表面裂纹萌生得越多, 扩展越长, 产生的磨屑越细, 单晶硅表面的磨损量越少。

参 考 文 献

- [1] 王国彪. 纳米制造前沿综述[M]. 北京: 科学出版社, 2009.
- WANG Guobiao. Reviews on frontier of nanofabrication [M]. Beijing: Science Press, 2009.
- [2] 张银霞. 单晶硅片超精密磨削加工表面层损伤的研究 [D]. 大连: 大连理工大学, 2006.
- ZHANG Yinxia. Study on the surface layer damage of monocrystalline silicon wafer induced by ultra-precision grinding[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2006.
- [3] ZHAO Y W, CHANG L. A micro-contact and wear model for chemical-mechanical polishing of silicon wafers[J]. Wear, 2002, 252: 220-226.
- [4] KIM S H, ASAY D B, DUGGER M T. Nanotribology and MEMS[J]. Nanotoday, 2007, 2(5): 22-29.
- [5] SPEARING S M. Materials issues in micro-electromechanical systems (MEMS)[J]. Acta Materialia, 2000, 48: 179-196.
- [6] 温诗铸, 丁建宁. 微型机械设计基础研究[J]. 机械工程学报, 2000, 36(7): 39-42.
- WEN Shizhu, DING Jianing. Study on the fundamental design issues of micro electromechanical systems (MEMS)[J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2000, 36(7): 39-42.
- [7] LI X C, LU J J, LIU B, et al. Tribological behavior and phase transformation of single-crystal silicon in air[J]. Tribology International, 2008, 41: 189-194.
- [8] GASSILLOU R, BALLIF C, GASSER P, et al. Deformation mechanisms of silicon during nanoscratching[J]. Solid State Physics, 2005, 202(15): 2858-2869.
- [9] YU B J, LI X Y, DONG H S, et al. Towards a deeper understanding of the formation of friction-induced hillocks on monocrystalline silicon[J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2012, 45(14): 1-6.
- [10] SHAFIEI M, ALPAS A T. Effect of sliding speed on friction and wear behaviour of nanocrystalline nickel tested in an argon atmosphere[J]. Wear, 2008, 265: 429-438.
- [11] TAMBE N S, BHUSHAN B. Friction model for the velocity dependence of nanoscale friction[J]. Nanotechnology, 2005, 16: 2309-2324.
- [12] BERDYEEVA T K, EMERY S B, SOKOLOV I Y. In-situ AFM study of surface layer removal during copper CMP[J]. Electrochemical and Solid-State Letters, 2003, 6(7): G91-G94.
- [13] ASAY D B, DUGGER M T, KIM S H. In-situ vapor-phase lubrication of MEMS[J]. Tribology Letters, 2008, 29(1): 67-74.
- [14] YANG K H. An etch for delineation of defects in silicon[J]. Journal of The Electrochemical Society, 1984, 131(5): 1140-1145.
- [15] 杨超, 余丙军, 钱林茂. 凸结构的形成—低载下单晶硅表面的划痕损伤研究[J]. 摩擦学学报, 2010, 30(1): 92-96.
- YANG Chao, YU Bingjun, QIAN Linmao. Formation of hillock-scratch damage on Si(100) surface under low load[J]. Tribology, 2010, 30(1): 92-96.
- [16] YU B J, DONG H S, QIAN L M, et al. Friction-induced nanofabrication on monocrystalline silicon[J]. Nanotechnology, 2009, 20(46): 1-8.
- [17] 李东升. 集成电路用直拉单晶硅力学性能[D]. 杭州: 浙江大学, 2001.
- LI Dongsheng. Mechanical property of Czochralski silicon crystal used for ultra-large scale integration[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2001.
- [18] LEU H J, SCATTERGOOD R O. Sliding contact fracture on glass and silicon[J]. Journal of Materials Science, 1988, 23: 3006-3014.
- [19] GOGOTSI Y, ZHOU G H, KU S S, et al. Raman microspectroscopy analysis of pressure-induced metallization in scratching of silicon[J]. Semiconductor Science and Technology, 2001, 16(5): 345-352.
- [20] BETANCOURT-DOUGHERTY L C, SMITH R W. Effects of load and sliding speed on the wear behaviour of plasma sprayed TiC-NiCrBSi coatings[J]. Wear, 1998, 217: 147-154.
- [21] 周轲, 翟洪祥, 黄振莺, 等. 钛铝碳的高速摩擦特性及摩擦氧化行为[J]. 硅酸盐学报, 2006, 34(5): 523-526.
- ZHOU Wei, ZHAI Hongxiang, HUANG Zhenying, et al. High speed friction characteristics and frictional oxidation of titanium aluminum carbide[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2006, 34(5): 523-526.
- [22] 周仲荣, VINCENT L. 微动磨损[M]. 北京: 科学出版社, 2002.
- ZHOU Zhongrong, VINCENT L. Fretting wear[M]. Beijing: Science Press, 2002.
- [23] YU J X, QIAN L M, YU B J, et al. Nanofretting behaviors of monocrystalline silicon (100) against

diamond tips in atmosphere and vacuum[J]. Wear, 2009, 267: 322-329.

- [24] GAUTHIER C, LAFAYE S, SCHIRRER R. Elastic recovery of a scratch in a polymeric surface: Experiments and analysis[J]. Tribology International, 2001, 34: 469-479.

E-mail: xxjgs@163.com

余丙军, 男, 1981 年出生, 博士, 讲师。主要研究方向为微纳制造和纳米摩擦学。

E-mail: ybj623@126.com

陈磊, 男, 1987 年出生, 博士研究生。主要研究方向为纳动。

E-mail: chenleikky@163.com

钱林茂(通信作者), 男, 1971 年出生, 博士, 教授。主要研究方向为微纳制造、纳米摩擦学、生物摩擦学。

E-mail: linmao@swjtu.edu.cn

作者简介: 徐相杰, 男, 1986 年出生。主要研究方向为单晶硅的摩擦损伤。

第 1 届上银优秀机械博士论文奖——佳作奖

单晶 MgO 微观力学行为和磨粒加工表面层损伤

作者: 董志刚

毕业学校: 大连理工大学

指导教师: 康仁科

通过纳米压痕、微压痕和微划痕试验, 研究了单晶 MgO 不同晶面的的纳米力学性能以及微观变形和损伤特征。根据加载条件的不同, 单晶 MgO 会发生: 弹性变形、弹塑性变形、蠕变变形、微裂纹和微破碎。弹性变形时的纳米压痕力-位移曲线符合赫兹弹性接触理论, 其变形在卸载后可完全恢复; 塑性变形时 MgO 在 {110} 易滑移晶面系内位错形核和滑移的结果。材料由弹性变形转变为弹塑性变形时, 纳米压痕力-位移曲线上出现 pop-in 现象, 并对应有特征明显的声发射(Acoustic emission, AE)信号, pop-in 弹性释放能和 AE 信号能量成线性比例关系。计算得到单晶 MgO(001)和(110)晶面纳米压痕导致位错形核的平均临界切应力分别为 14.85 GPa 和 12.6 GPa, 这与理论切应力 13.82 GPa 接近。增加纳米压痕保载时间导致蠕变变形, 该蠕变变形存在瞬态蠕变和稳态蠕变两个阶段。稳态蠕变时单晶 MgO(001)、(110)和(111)晶面的蠕变应力指数分别为 36.5, 53.7 和 22.4。当单晶 MgO(001)晶面微压痕和微划痕试验的载荷足够大时, 表面和亚表面会形成微裂纹, 包括放射状裂纹、亚表面水平裂纹和中位裂纹。通过对压痕和划痕的截面进行观察和分析发现, 根据裂纹成因不同, 亚表面微裂纹主要有两种: 一种是两相邻互成 120° 角的 {110}45° 滑移面内的位错滑移相交积塞, 导致沿 MgO(110)晶面开裂, 形成与表面垂直的 {110}90° 裂纹, 以及与表面成 45° 的倾斜裂纹; 另一种是应力集中导致沿 MgO(100)解理面解理, 形成垂直于表面的中位裂纹(又称 {100}90° 裂纹)和平行于表面的水平裂纹。

通过对锯切、研磨和磨削三种磨粒加工方法加工的单晶 MgO 基片表面和截面的显微观察, 结合 MgO 微观力学行为的分析结果, 研究了单晶 MgO 基片的表面和亚表面损伤。不同方法加工的单晶 MgO 基片截面均存在两个位错滑移系统, 即位错在 {110}90° 滑移面内滑移形成的垂直滑移系统和位错在 {110}45° 晶面内滑移形成的倾斜滑移系统, 滑移系统与压痕划痕截面观察到的位错滑移线一致。在粗加工单晶 MgO 基片的亚表面存在横向、垂直和倾斜三种基本形状的微裂纹, 分别对应于微压痕和微划痕中的水平裂纹, 放射状裂纹和倾斜裂纹。钩形、“人”字形、“之”字形、伞形等形状的微裂纹是由这三种基本形状的微裂纹构成的。

通过观察和分析单晶 MgO 基片磨粒加工后的表面和亚表面损伤, 建立了单晶 MgO 亚表面损伤模型, 揭示了磨粒加工单晶 MgO 的材料去除机理。粗加工单晶 MgO 基片时, 表面和亚表面产生微裂纹并扩展相交, 材料以微破碎形式去除, 表面形成微台阶结构并残留微裂纹, 亚表面产生由表面破碎层、位错滑移层和弹性畸变层组成的损伤层。精加工单晶 MgO 基片时, 表面产生塑性变形并形成高应变区, 材料以疲劳破坏形式去除, 表面没有微裂纹和微破碎出现, 亚表面层损伤仅包括位错滑移和弹性畸变。

进行了单晶 MgO 基片研磨工艺试验, 研究了不同加工条件下的材料去除率、表面粗糙度和亚表面损伤, 确定了包括粗研磨、半精研磨和精研磨工序的研磨工艺路线和合理的工艺参数。进一步探讨了金刚石砂轮超精密磨削单晶 MgO 基片的加工工艺, 和研磨加工相比, 在表面质量和亚表面损伤相当的情况下, 超精密磨削可达到很高的加工效率, 在单晶 MgO 基片加工中具有很好的应用前景。