

文章编号: 1001-4888(2015)01-0001-08

纳米压痕残余应力场拉曼光谱实验研究^{*}

韩月涛¹, 李秋², 富东慧¹

(1. 天津市现代工程力学重点实验室, 天津大学, 天津 300072;

2. 天津市高速切削与精密加工重点实验室, 天津职业技术师范大学, 天津 300222)

摘要: 本文采用纳米压入仪在晶向为 $\langle 111 \rangle$ 和 $\langle 100 \rangle$ 的两种单晶硅片表面压入 1000nm, 卸载后得到深度约为 550~570nm 的压痕。使用共聚焦显微拉曼光谱仪对压痕周边区域进行测量, 采用场扫描成像技术得到了压痕周边拉曼频移、半高宽、峰强等拉曼信息, 通过分析由频移求得残余应力场的分布。在实验的基础上讨论了残余应力场的分布, 以及晶向对应应力场分布的影响, 近似给出了压痕边缘最大压应力与微裂纹尖端最大拉应力。对其他拉曼信息的分析表明, 半高宽和峰强信息与材料晶格结构的变化相关, 在一定程度上也可以反映残余应力的作用。

关键词: 纳米压痕; 拉曼光谱成像; 残余应力; 晶格结构

中图分类号: O348.1

文献标识码: A

DOI: 10.7520/1001-4888-14-177

0 引言

微器件与微结构是微纳制造中的基础元件, 其特点是尺度微小、材料多相、且工艺复杂, 其力学性能与器件工作可靠性密切相关。面对几何尺寸越来越小的研究对象, 如何准确地测量并精细地表征微区域微尺度的力学性能, 已经成为信息、材料与力学领域共同关注的新问题。

近年来围绕微尺度实验力学新技术研究取得了一些新的进展。Hu 等^[1,2]开展了基于同步辐射光 CT 的材料内部微结构变形的三维力学测量。Li 等^[3,4]研制了多尺度多探针实验装置, 实现了微尺度实验中的加载与测量。Qiu 等^[5]提出了基于拉曼光谱技术的微区域平面应变测量技术, 实现了微区域平面应变分量场的测量。Kang 等^[6-8]建立了横观各向同性材料拉曼光谱力学模型, 实现了多孔材料内本征应力与工艺残余应力的在线测量。纳米压入法是目前微器件与微结构性能测量的主要手段之一, 它通过测量压头的载荷和压入深度, 基于压入力学模型来识别材料的硬度和其他力学参数^[9]。近年来一些学者对纳米压入实验以及实验形成压痕周边区域的残余应力进行了研究。采用有限元模拟和分子动力学仿真技术的研究工作有, 田珺和梁迎春^[10]通过对单晶硅的压入进行分子动力学模拟, 认为可将压入过程分为初期变形、中期变形及非晶层形成三个阶段; 汪久根和 Rymuzaz^[11]研究了四种硅晶体加载与卸载过程中的微压痕特征与应力分布, 认为切应力是硅晶体薄片剥落失效的主要原因; 郭晓光等^[12]对理想单晶硅材料的分子动力学仿真研究表明, 硅晶格在磨粒的作用下发生了剪切挤压变形, 硅原子间势能随着力的增加而不断增加, 当硅原子间势能超过一定值且不足以形成位错时, 硅的原子键会断裂形成非晶层。当单晶硅卸载时, 非晶层原子晶格重构并释放部分能量。在实验研究方面, 赵宏伟等^[13]分析了单晶硅(100)晶面的纳米压痕实验结果, 发现当载荷为 1000mN 时出现脆性断裂, 且载荷条件对硬度测量值存在较大影响, 认为其原因是晶体硅内部结构因素所致。Kouteva-Arguirova 等^[14]用

* 收稿日期: 2014-09-11; 修回日期: 2014-11-28

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(2012CB937500), 国家自然科学基金(11372217 和 11002097)资助

通讯作者: 富东慧, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为固体力学实验方法及应用。Email: testfu@tju.edu.cn

拉曼光谱技术测量了 70°C 和 600°C 时单晶硅(110)晶面在洛氏压头作用下的残余应力场,并对残余应力场进行了比较。Pascal Puecha 和 Francois Demangeot^[15]用拉曼光谱技术研究了单晶硅(001)晶面在维氏压头作用下的残余应变场,并对应变场的影响区给出一个经验公式。Yvonne B. Gerbig 等^[16]测量了单晶硅在球形压头作用下的残余应力场,发现存在各向异性的特点,并具有一定的对称性。D. Allen 等^[17]发现残余应变场在横向和深度方向上都表现出一定的各向同性,压痕下存在受拉的区域,且当载荷小于临界值时裂纹不会扩展。已有的研究工作表明,压入实验会引起压痕周边出现残余应力场,但是对于压痕周边残余应力场的分布特点,微观尺度上材料的晶向及晶格结构等因素的对压痕周边残余应力的影响机理等问题还尚未解决,仍需进一步对压痕引起的残余应力分布进行精细测量与分析,以便为该问题的深入研究提供依据。

本文采用拉曼光谱技术研究纳米压痕周边残余应力场,首先简介了拉曼光谱应力测量基本理论,并在此基础上给出了单晶硅材料拉曼频移与残余应力的一般关系式,以及基于扫描技术的拉曼光谱力学信息可视化测量方法,实验测量并给出了两种单晶硅材料(晶向分别为<111>和<100>)在玻氏压头作用下的残余应力场,基于实验结果分析了压痕周边残余应力分布规律以及裂纹尖端的应力场,并初步讨论了微观尺度上晶向及晶格结构对残余应力的影响。

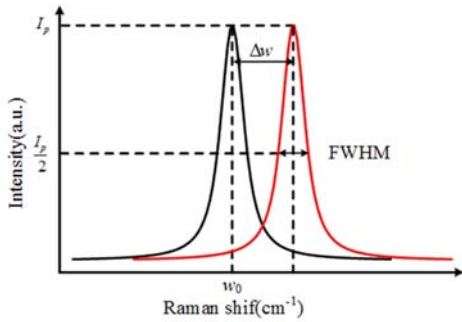


图1 拉曼光谱力学测量相关信息示意图

Fig.1 Schematic diagram of Raman spectra mechanical measurement information

1 拉曼光谱力学测量基本原理

微拉曼光谱法是一种光谱学测量方法,入射光与被测物中的声子相互作用发生能量交换,散射光中包含了被测物晶格振动的信息,可以从谱线(图1所示)中反映被测材料晶格的变形、缺陷等信息,具体表现为拉曼光谱的特征峰峰位(Peak Position)、半高宽(FWHM)以及峰强(Intensity)等光谱信息的变化。拉曼光谱用于力学测量是近年来发展起来的实验力学新技术^[18],有关拉曼光谱力学测量的基本原理简述如下。

1.1 拉曼散射

频率为 ω_i 的入射光,与声子频率为 ω_j 的样品发生相互作用并随之发生能量交换,从样品散射出的激光里包含与入射光频率 ω_i 相同的弹性散射光(称为瑞利散射 Rayleigh Scattering)和频率分别为 $\omega_i \pm n\omega_j$ 的非弹性散射光(称为拉曼散射 Raman Scattering)。拉曼散射效率 I 与入射光和散射光的偏振矢量 e_i 和 e_s 有关,其对应关系为:

$$I = C \sum |e_i \cdot R_j \cdot e_s| \quad (1)$$

其中, C 是常量; R_j 是声子 j 的拉曼张量。单晶硅有三个拉曼张量,其在 $x=[100]$, $y=[010]$ 和 $z=[001]$ 的晶体坐标系统中分别为:

$$R_x = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & a \\ 0 & a & 0 \end{pmatrix}, R_y = \begin{pmatrix} 0 & 0 & a \\ 0 & 0 & a \\ a & 0 & 0 \end{pmatrix}, R_z = \begin{pmatrix} 0 & a & 0 \\ a & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (2)$$

利用式(1)描述的偏振选择定则和式(2)给出的拉曼张量,可以计算出单晶硅在不同散射几何时所能观察到的拉曼振动模^[19]。

1.2 拉曼频移与应力的关系

设晶格无应变与应变状态下样品拉曼频移分别为 ω_0 和 ω_j , 并令 $\lambda_j = \omega_j^2 - \omega_0^2$, 一般 ω_0 和 ω_j 相差较小,因此增量 $\Delta\omega_j$ 可近似表示为:

$$\Delta\omega_j = \omega_j - \omega_0 \approx \frac{\omega_j^2 - \omega_0^2}{2\omega_0} = \frac{\lambda_j}{2\omega_0} \quad (3)$$

则晶格动力学方程可表示为:

$$\begin{bmatrix} p\varepsilon_{xx} + q(\varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) - \lambda_1 & 2r\varepsilon_{xy} & 2r\varepsilon_{xz} \\ 2r\varepsilon_{xy} & p\varepsilon_{yy} + q(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{zz}) - \lambda_2 & 2r\varepsilon_{yz} \\ 2r\varepsilon_{xz} & 2r\varepsilon_{yz} & p\varepsilon_{zz} + q(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) - \lambda_3 \end{bmatrix} = 0 \quad (4)$$

其中, p 、 q 和 r 为材料常数,称为声子变形电压。

以单晶硅为例,若受到沿 $[100]$ 晶向的单向应力 σ 作用,根据胡克定律有应力与应变关系: $\varepsilon_{11} = S_{11}\sigma$ 、 $\varepsilon_{22} = S_{12}\sigma$ 和 $\varepsilon_{33} = S_{12}\sigma$,其中 S_{ij} 是硅的弹性柔度张量。将应变代入(4)式解出 λ_j ,再代入(3)式,得到

$$\begin{cases} \Delta\omega_1 = \frac{\lambda_1}{2\omega_0} = \frac{1}{2\omega_0}(pS_{11} + 2qS_{12})\sigma \\ \Delta\omega_2 = \frac{\lambda_2}{2\omega_0} = \frac{1}{2\omega_0}[pS_{12} + q(S_{11} + S_{12})]\sigma \\ \Delta\omega_3 = \frac{\lambda_3}{2\omega_0} = \frac{1}{2\omega_0}[pS_{12} + q(S_{11} + S_{12})]\sigma \end{cases} \quad (5)$$

式(5)给出了单晶硅材料拉曼频移与材料应力之间的线性关系。若实验中采用单晶硅(100)晶面的背向散射方式,则只能检测到式(5)中的第三项。无应变时单晶硅拉曼峰的波数为 $\omega_0 = 520\text{cm}^{-1}$,单晶硅的相关材料常数: $p = -1.85\omega_0^2$ 、 $q = -2.31\omega_0^2$ 、 $S_{11} = 7.68 \times 10^{-12}\text{Pa}^{-1}$ 和 $S_{12} = -2.14 \times 10^{-12}\text{Pa}^{-1}$ [19,20],代入 $\Delta\omega_3$ 可得

$$\sigma = -435\Delta\omega_3 \text{ (MPa)} \quad (6)$$

对于面内双向应力状态,式(6)变为:

$$\sigma_x + \sigma_y = -435\Delta\omega_3 \text{ (MPa)} \quad (7)$$

基于晶格动力学理论,其他晶面的单晶硅亦有相似的对应关系式,本文提出在一般双向应力状态条件下(其他晶面的)单晶硅残余应力可统一表示为:

$$\sigma_x + \sigma_y = \Phi_{\text{sensor}}\Delta\omega \quad (8)$$

其中,常数 Φ_{sensor} 称为应力频移因子,与被测材料晶向和拉曼光散射的相对位置有关。通过测量单晶硅变形前后拉曼特征峰的频移增量,就可实现对其应力及其变化趋势的定量分析。

2 纳米压痕实验和拉曼光谱实验

实验采用两种不同类型的单晶硅片,将晶向为 $\langle 111 \rangle$ 的 N 型单晶硅片作为试件一,将晶向为 $\langle 100 \rangle$ 的 P 型单晶硅片作为试件二,两种硅片均为单面抛光,厚度介于 $410 \sim 450\mu\text{m}$ 之间。分别对试件一和试件二进行纳米压痕实验,利用光学显微镜对压痕表面形貌进行观测,并用拉曼光谱法测量压痕周边的残余应力场。

2.1 纳米压痕实验

实验采用 Nano Indenter XP System 纳米压入仪,其位移分辨率为 0.01nm ,载荷分辨率为 50nN ,接触力 $\leq 1.0\mu\text{N}$,压头曲率半径 $\leq 50\text{nm}$ 。图 2 为玻氏压头示意图,理想情况下,压头压入试件表面的深度与压痕边长及压痕外接圆半径的比例关系约为 $1 : 7.53 : 8.70$,如图 3 所示。

在相同条件下对试件表面进行了多次压痕实验,实验中压头垂直于硅片抛光表面压入,同时使压头的一边与硅片主参考面平行,所得压痕各边对应晶向如图 4 所示。加载速率为 10nm/s ,允许漂移率 0.55nm/s ,最大压深为 $1\mu\text{m}$ (此时载荷约为 210mN),在最大压深处保持 10s 后卸载,整个过程在室温下完成。在试件一上取 I-1 号和 I-2 号两个压痕,在试件二上取 II 号压痕进行分析研究。

图 5 所示为纳米压入仪给出的载荷位移曲线,可以看到在卸载过程中,发生了突退现象(pop-out),表明单晶硅在压头的作用下发生了相变[21-23]。

图 6 所示为使用数字三维视频显微镜 KH-7700 在放大倍数为 3500 倍时观测到的压痕表面二维形貌图,观察该图发现:I 号压痕的三条边呈现出一定弧形,边界向压痕内部方向弯曲,II 号压痕的三条边则相对较为平直。图 7 所示为压痕表面三维形貌图,可以看到压痕周边隆起,表明发生堆积(pile-up),

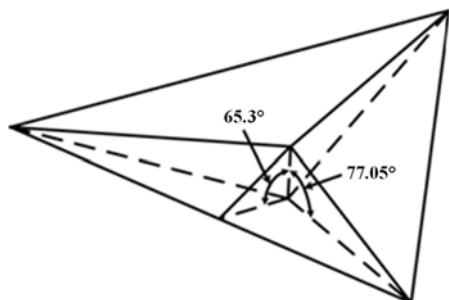


图2 玻氏压头示意图
Fig. 2 The schematics of Berkovich indenter

且堆积的程度与压痕和晶向的相对方位相关。

2.2 拉曼光谱实验

采用显微拉曼光谱技术对两试件残余应力进行测量,实验采用 Renishaw inVia 激光共聚焦显微拉曼光谱仪,用背向散射方式采集数据,放大 1000 倍,栅线密度为 2400lines/mm,光谱分辨率为 $1.1 \sim 1.2 \text{cm}^{-1}$;激光波长为 532nm,光斑直径 $\leq 1 \mu\text{m}$,激光最大功率为 94mW,实验采用最大功率的 1%~5%,由于激光在光路中损失 25%~30%,所以实际测量功率为 0.7~3.5mW 左右。

实验采用扫描成像技术,以单晶硅在无应力状态下

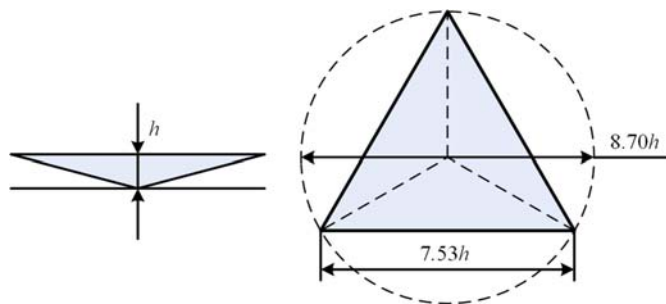


图3 理想情况下压痕与压痕边长以及压痕外接圆半径的比例关系
Fig. 3 The proportional relations of the pressed depth, the side length and the circumscribed circle radius of the indentation in ideal conditions

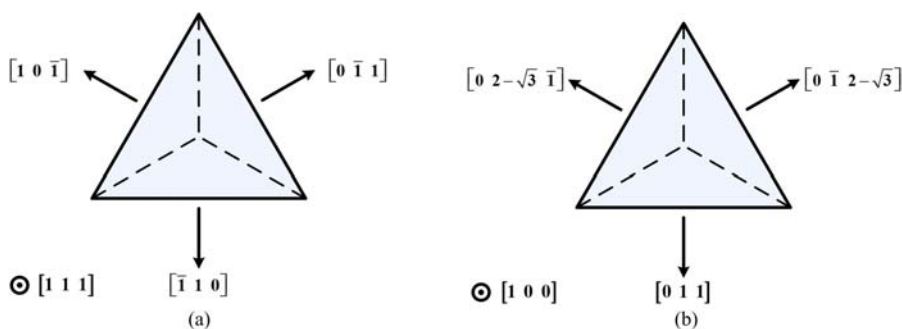


图4 压痕各边所对应晶向 (a) I-1号压痕,(b) II号压痕
Fig. 4 The crystal orientation corresponding to each side of the indentations
(a) Number I-1 indentation, (b) Number II indentation

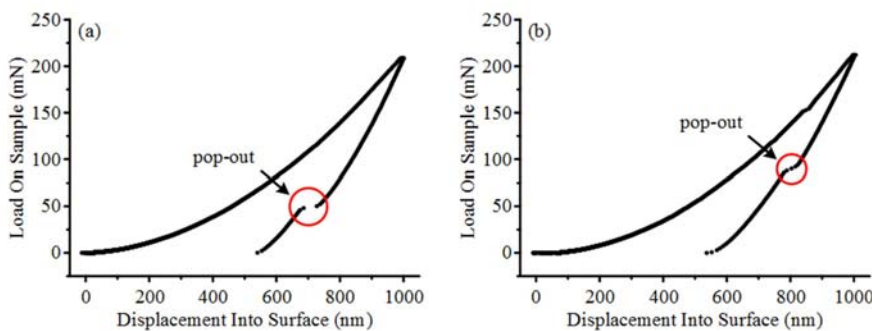


图5 载荷位移曲线 (a) I-1号压痕,(b) II号压痕
Fig. 5 The load-displacement curves of the indentations (a) Number I-1 indentation, (b) Number II indentation

的特征峰峰位(520cm^{-1})为中心进行静态点聚焦扫描,单点曝光 1s,给出全场光谱信息,经过分析处理

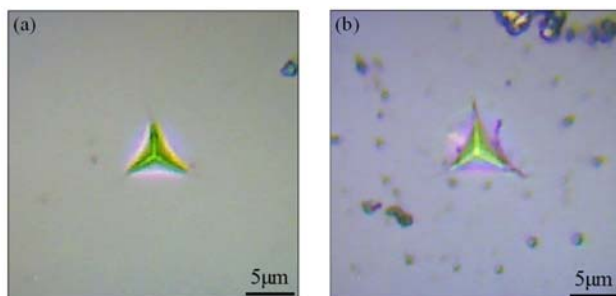


图 6 压痕表面二维形貌图 (a) I-1 号压痕, (b) II 号压痕

Fig. 6 Indentations under microscope (a) Number I-1 indentation, (b) Number II indentation

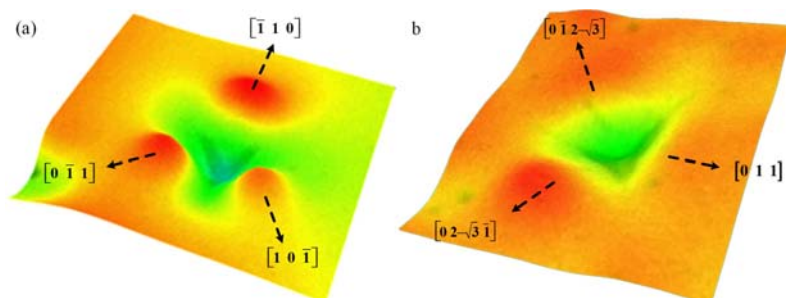


图 7 压痕表面三维形貌图 (a) I-1 号压痕, (b) II 号压痕

Fig. 7 The three-dimensional schematics of the indentations. (a) Number I-1 indentation, (b) Number II indentation

给出可视化的应力场信息,使光谱力学测量结果直观且便于应用。测量区域与扫描步长的设定基于如下因素,由图 6 可知压痕边长约为 $6\mu\text{m}$,应力影响区域约为压痕边长的 2~3 倍,综合考虑实验的耗时和空间分辨等因素,确定扫描区域为以压痕为中心 $30\mu\text{m}\times 30\mu\text{m}$ 的正方形区域,横向扫描步长和纵向扫描步长均为 $0.3\mu\text{m}$ 。

3 纳米压痕周边残余应力实验结果与分析

拉曼实验给出的力学信息包含在谱线信息中,经过数据处理,将谱线中的力学量提取出来,结合扫描成像技术给出可视化的应力场信息。与残余应力相关的信息主要是拉曼光谱特征峰峰位的频移量。本文在拉曼实验给出的频移结果的基础上给出压痕周边附近区域的残余应力场,并给出与应力及晶格结构变化相关的半高宽与峰强的全场信息。

3.1 残余应力场

首先对实验所得拉曼光谱进行去噪处理,消除鬼峰和基线的影响,通过拟合得到拉曼频移。设试件一和试件二的应力频移因子分别为 Φ_1 和 Φ_2 ,则由式(8)可求得应力。图 8(a)和图 8(b)所示为 I-1 和 I-2 号压痕周边余应力场,可以看出两个压痕周边残余应力的总体分布趋势一致,表明了实验的可重复性。压痕周边存在三个明显的受压区域(蓝色区域)和三个较为明显的受拉区域(红色区域)。从单个压痕来看,不同晶向所对应受压区域的形状和区域内最大残余应力均有所不同;两个压痕对应来看,相同晶向所对应的受压区域十分的相似,表明受压区域的大小以及区域内残余应力的大小均受晶向的影响,受拉区域亦有相似规律。以图 8(a)中 $[0\bar{1}1]$ 晶向所对应受压区域为例进行分析,其近似呈椭圆状分布,大小约为 $8\mu\text{m}$,残余压应力在压痕边缘中点附近达到最大值,并随着到压痕的边缘距离的增大而减小。假定 Φ_1 和 Φ_2 大小相当且压痕边缘处于单向应力状态,则可近似求得此处最大压应力为 4GPa 。受拉区域距压痕顶点约 $3\mu\text{m}$,处于两个受压区域之间。以图 8(b)中 $[1\bar{1}0]$ 晶向所对应受拉区域为例,其应力分布如图 8(d)所示,裂纹尖端拉应力区域大小约为 $4\mu\text{m}$ 。由于裂纹尖端处于单向应力状态,可近似求得裂尖处最大拉应力为 0.5GPa 。

图 8(c)所示为 II 号压痕周边残余应力场,与 I-1 和 I-2 号压痕类似,同样存在着三个明显的受压区

域和三个较为明显的受拉区域,其分布规律与 I-1 和 II-2 号压痕类似,在此不再赘述。

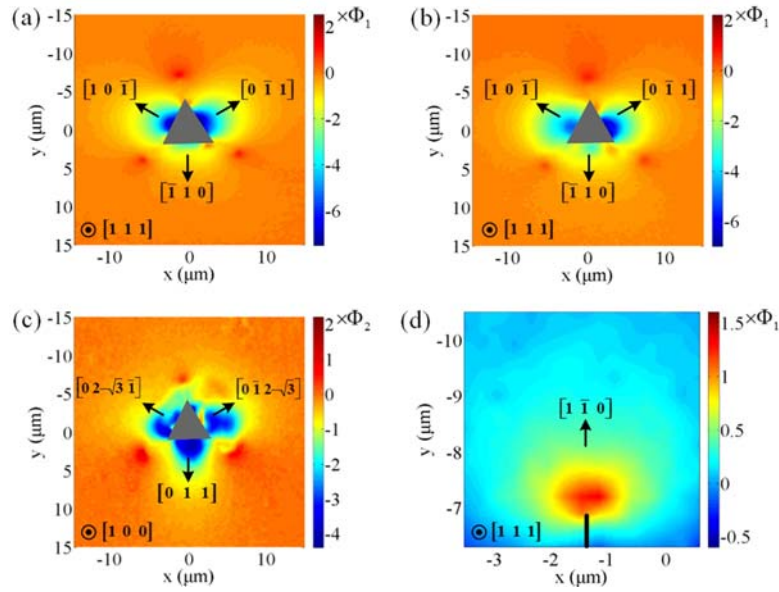


图 8 压痕周边区域残余应力场分布 (a) I-1 号压痕, (b) I-2 号压痕, (c) II 号压痕, (d) I-1 号压痕裂尖
Fig. 8 The distribution of the residual stress field around the indentations (a) Number I-1 indentation, (b) Number I-2 indentation, (c) Number II indentation, (d) The crack tip of number I-1 indentation

3.2 半高宽和峰强

一般认为拉曼光谱的半高宽反映晶格的品质,若材料单晶,则半高宽稳定;若材料发生变形、损伤等,则半高宽将增大^[24]。图 9(a)所示为 I-1 号压痕周边半高宽分布,与残余应力分布规律相似,残余应力越大则半高宽也越大,表明在残余应力较大的区域,晶格发生了较大的变形。实验结果印证了半高宽能够反映材料微观晶格结构的变化信息,且这种变化与残余应力直接相关。

拉曼峰强的大小受多种因素共同影响,如激光功率、曝光时间以及仪器的稳定性等,因此绝对峰强大小没有明确的物理意义,但在同一实验中不同区域的峰强具有较强的可比性。图 9(b)所示为 I-1 号压痕周边峰强分布,可以发现与半高宽随残余应力变化规律相反,峰强随残余应力的增大而减小。在压痕边缘和裂尖处残余应力较大区域峰强较小,在裂纹边缘处应力释放为零,峰强很大。实验结果表明,峰强信息与残余应力的变化相关,因此也可反映晶格结构的变化。

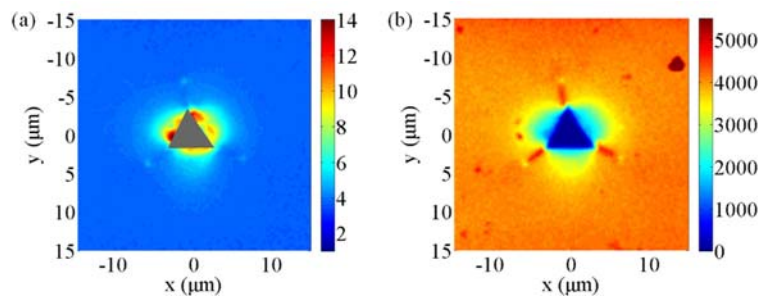


图 9 I-1 号压痕半高宽和峰强分布 (a) 半高宽分布, (b) 峰强分布
Fig. 9 The distribution of the bandwidth and intensity of number I-1 indentation (a) The distribution of bandwidth, (b) The distribution of intensity

4 结果与讨论

本文采用拉曼光谱技术研究纳米压痕周边残余应力场,给出了单晶硅材料拉曼频移与残余应力的一般关系式,基于扫描成像技术测量并给出了两种单晶硅材料(晶向分别为 $\langle 111 \rangle$ 和 $\langle 100 \rangle$)在玻氏压头

作用下的残余应力场,并讨论了残余应力场的分布规律。本文工作表明拉曼光谱技术可以有效用于硅类材料残余应力测量。

基于拉曼实验给出的频移结果,分析了单晶硅材料压痕周边残余应力分布以及裂纹尖端残余应力分布。压痕周边残余压应力影响区域大小约为 $8\mu\text{m}$,为最大压入深度的8倍左右,压痕边缘处残余压应力达到最大值,约为 4GPa ;在距压痕顶点约 $3\mu\text{m}$ 的微裂纹的尖端区域受残余拉应力作用,最大值约为 0.5GPa 。

通过实验给出了拉曼光谱半高宽和峰强信息,由此初步讨论了晶格结构对残余应力的影响。在残余应力值较大区域内半高宽较大,峰强较小,表明半高宽和峰强信息与晶格结构的变化相关,同时其变化也反映了残余应力的作用。

参考文献:

- [1] Wang M, Hu X F, Wu X P. Internal microstructure evolution of aluminum foams under compression[J]. *Materials Research Bulletin*, 2006, 41(10):1949–1958.
- [2] Xu F, Li Y C, Hu X F, et al. In situ investigation of metal's microwave sintering[J]. *Materials Letters*, 2012, 67(1):162–164.
- [3] Li X D, Peng Y. Investigation of capillary adhesion between the microcantilever and the substrate with electronic speckle pattern interferometry[J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 89(23):234104.
- [4] Li X D, Su D C, Zhang Z. A novel technique of microforce sensing and loading[J]. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2009, 153(1):13–23.
- [5] Qiu W, Kang Y L, Lei Z K, et al. Experimental study of the Raman strain rosette based on the carbon nanotube strain sensor[J]. *Journal of Raman Spectroscopy*, 2010, 41(10):1216–1220.
- [6] Li Q, Qiu W, Tan H Y, et al. Micro-Raman spectroscopy stress measurement method for porous silicon film[J]. *Optics and Lasers in Engineering*, 2010, 48(11):1119–1125.
- [7] 雷振坤, 亢一澜, 王怀文等. 单纤维细丝微力学性能实验研究[J]. *实验力学*, 2005, 20(1):72–76 (LEI Zhenkun, KANG Yilan, WANG Huaiwen, et al. Micromechanical Tensile Characterization of Single Fiber[J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2005, 20(1):72–76 (in Chinese))
- [8] 高颀, 亢一澜, 仇巍等. 碳纳米管应变传感器的性能分析:实验偏振模式的影响机制[J]. *实验力学*, 2013, 28(5):549–556 (GAO Di, KANG Yilan, QIU Wei, et al. Performance Analysis of Carbon Nanotube Strain Sensor: Influence Mechanism of Polarization Mode[J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2013, 28(5):549–556 (in Chinese))
- [9] 张泰华. 微/纳米力学测试技术: 仪器化压入的测量、分析、应用及其标准化[M]. 北京: 科学出版社, 2013 (ZHANG Taihua. *Mico-nano Mechanical Testing Techniques; Measurement, Analysis and Application and its Standarization of Instrumented Indentation*[M]. Beijing: Science Press, 2013(in Chinese))
- [10] 田珺, 梁迎春. 基于分子动力学的单晶硅压痕过程计算机仿真研究[J]. *江苏机械制造与自动化*, 2001(4):139–141, 145 (TIAN Jun, LIANG Yingchun. The Study of Molecular Dynamics Simulation of Nanometric Grinding Process[J]. *Jiangsu Machine Building & Automation*, 2001, (4):139–141, 145(in Chinese))
- [11] 汪久根, Rymuza Z. 硅晶体纳米压痕试验与应力场分析[J]. *摩擦学学报*, 2001, 21(6):488–490 (WANG Jiugen, Rymuza Z. Nano-indentation Test and Stress Field Analysis of Silicon Crystals[J]. *Tribology*, 2001, 21(6): 488–490 (in Chinese))
- [12] 郭晓光, 郭东明, 康仁科等. 单晶硅纳米级压痕过程分子动力学仿真[J]. *大连理工大学学报*, 2008, 48(2):205–209 (GUO Xiaoguang, GUO Dongming, KANG Renke, et al. Molecular dynamics simulationin monocystal silicon indentation[J]. *Journal of Dalian University of Technology*, 2008, 48(2):205–209 (in Chinese))
- [13] 赵宏伟, 杨柏豪, 赵宏健等. 单晶硅纳米力学性能的测试[J]. *光学精密工程*, 2009, 17(7):1602–1608 (ZHAO Hongwei, YANG Bohao, ZHAO Hongjian, et al. Test of Nanomechanical Properties of Single Crystal Silicon[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2009, 17(7):1602–1608(in Chinese))
- [14] Kouteva-Arguirova S, Orlov V I, Seifert W, et al. Residual stress distribution and silicon phase transformation induced by Rockwell indentation at different temperatures, studied by means of micro-Raman spectroscopy[J].

- Solid State Phenomena, 2003, 95:513–518.
- [15] Puech P, Demangeot F, Sergio Pizani P. Strain determination around Vickers indentation on silicon surface by Raman spectroscopy[J]. Journal of Materials Research, 2004, 19(4):1273–1280.
- [16] Gerbig Y B, Stranick S J, Cook R F. Measurement of residual stress field anisotropy at indentations in silicon[J]. Scripta Materialia, 2010, 63(5):512–515.
- [17] Allen D, Wittge J, Zlotos A, et al. Observation of nano-indent induced strain fields and dislocation generation in silicon wafers using micro-Raman spectroscopy and white beam X-ray topography[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2010, 268(3-4):383–387.
- [18] Kang Y L, Qiu Y, Lei Z K, et al. An application of Raman spectroscopy on the measurement of residual stress in porous silicon[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2005, 43(8):847–855.
- [19] Wolf I D. Micro-Raman spectroscopy to study local mechanical stress in silicon integrated circuits [J]. Semiconductor Science and Technology, 1996, 11(2):139–154.
- [20] Lei Z K, Kang Y L, Hu M, et al. An experimental analysis of residual stress measurements in porous silicon using micro-Raman spectroscopy[J]. Chinese Physics Letters, 2004, 21(2):403.
- [21] Zarudi I, Zhang L C, Swain M V. Behavior of monocrystalline silicon under cyclic microindentations with a spherical indenter[J]. Applied Physics Letters, 2003, 82(7):1027.
- [22] Kiriya T, Harada H, Yan J W. Finite element modeling of high-pressure deformation and phase transformation of silicon beneath a sharp indenter[J]. Semiconductor Science and Technology, 2009, 24(2):025014.
- [23] Zeng Z D, Zeng Q S, Mao W L, et al. Phase transitions in metastable phases of silicon[J]. Journal of Applied Physics, 2014, 115(10):103514.
- [24] 邓卫林, 仇巍, 焦永哲 等. 硅基底多层薄膜结构材料残余应力的微拉曼测试与分析[J]. 实验力学, 2012, 27(1):1–9 (DENG Weilin, QIU Wei, JIAO Yongzhe, et al. Residual Stress Measurement and Analysis in Multilayer Film Si-substrate Structure by Micro-Raman Spectroscopy Technique[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2012, 27(1):1–9(in Chinese))

Experimental Study of Raman Spectroscopy on Nano-indentation Residual Stress Field

HAN Yue-tao¹, LI Qiu², FU Dong-hui¹

(1. Tianjin Key Laboratory of Modern Engineering Mechanics, Tianjin University, Tianjin 300072, China; 2. Tianjin Key Laboratory of High Speed Cutting and Precision Machining, Tianjin University of Technology and Education, Tianjin 300222, China)

Abstract: A Berkovich indenter was pressed into Si <111> and Si <100> until the depth of 1000nm and some 550nm-570nm indentations were generated after unloading. The areas surrounding the indentations were measured by using a confocal micro Raman spectrometer. Then the information of Raman shift, FWHM and intensity around the indentations was obtained by using field scanning imaging technique, and the distribution of residual stress was obtained by analyzing Raman shift. Based on the experiment, the distribution of residual stress and the influence of crystal orientation were discussed. The approximation of the maximum compressive stress near the edge of the indentation and the maximum tensile stress near the crack tip were provided. By analyzing some other Raman information it is found that FWHM and intensity are related to the variety of lattice structure and this can reflect the effects of residual stress to some extent.

Keywords: Nano-indentation; Raman imaging; residual stress; lattice structure