



## 双划痕实验中单晶锆的去除机制和损伤行为

余 证, 杨晓京, 赵 垒, 刘 宁

(昆明理工大学 机电工程学院, 昆明 650500)

**摘 要:** 采用纳米压痕仪对单晶锆开展变载荷与定载荷双划痕实验。通过扫描电子显微镜(SEM)观察了单晶锆的划痕形貌, 并对划痕深度、残余深度、弹性回复率和摩擦因数等进行分析; 同时结合双划痕应力场模型, 揭示单晶锆材料的去除机制和损伤行为。结果表明: 变载荷刻划时, 材料会发生塑性变形、脆塑转变和脆性断裂; 双划痕过程中材料的脆塑转变临界深度减小, 并更容易发生脆性去除。定载荷刻划时, 减小划痕间距, 材料的脆性断裂程度增加, 导致第二次刻划时的划痕深度和残余深度曲线波动增大, 但是弹性回复率没有发生改变。这些现象产生的主要原因是双划痕会使划痕附近材料的最大主应力迅速增加, 并且最大主应力随划痕间距的减小而增大, 这将导致裂纹扩展并相互作用, 最终造成材料发生严重的脆性断裂。

**关键词:** 单晶锆; 双划痕; 应力分析; 去除机制; 损伤行为

**文章编号:** 1004-0609(2020)-12-2930-10

**中图分类号:** TN304.0; TG501.1

**文献标志码:** A

单晶锆具有良好的半导体性质、对红外光透过率高、吸收系数小, 是制造大功率电子器件、红外热成像仪和雷达窗口或透镜的主要材料<sup>[1-4]</sup>。应用在红外光学和微电子领域的单晶锆元件, 对表面质量要求高。然而, 单晶锆的高硬度和低断裂韧性, 导致其在传统机械加工不可避免地产生加工缺陷。而超精密切削、抛光和磨削等加工手段能够使脆性材料在塑性域内去除, 从而避免加工缺陷的产生<sup>[5]</sup>。但是, 超精密加工过程中, 工件与刀具(磨粒)在微纳米尺度下相互作用, 导致材料的微观去除和损伤机理与宏观机理存在显著差异。因此, 研究单晶锆材料的微观去除和损伤机理, 对提高材料的加工质量具有重要意义。

纳米划痕实验是研究硬脆材料微观去除和损伤机理的有效方法<sup>[6-7]</sup>。近年来, 许多学者在这方面开展了大量工作, YANG 等<sup>[8]</sup>通过纳米划痕实验研究了刻划速度对玻璃陶瓷材料表面损伤的影响, 采用引入了应变率的应力场模型来分析划痕速度对脆性断裂和裂纹长度的影响机制。李志鹏等<sup>[9]</sup>研究了在不同划痕深度和压头形状条件下, RB-SiC 材料的脆性去除特性与刻划力波动行为之间的关系。MENG 等<sup>[10]</sup>对 6H-SiC 开展纳米划痕实验, 分析材料的去除机制; 采用 X-ray 和拉曼对表面划痕进行检测, 认为刻划过程中材料没

有产生相变缺陷。LI 等<sup>[11-12]</sup>对 BK7 光学玻璃和单晶体 GGG( $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ )开展纳米划痕实验; 研究发现增大压头垂直载荷和刻划速度, BK7 光学玻璃脆性去除特征变得明显, 裂纹更容易萌生/扩展; 使用尖头和钝头压头刻划单晶体 GGG 时, 发现切屑形态和划痕形貌有明显差异, 并且钝头压头更容易使裂纹扩展。尽管, 学者们在研究硬脆材料的微观去除和损伤机理方面取得大量成果, 但是上述工作主要关注单次刻划过程中刻划参数和压头形状对材料去除机制和裂纹萌生/扩展行为的影响。然而, 在实际加工中加工表面的形成是刀具(磨粒)多次作用表面的结果。因此, 有必要对单晶锆开展双划痕实验, 分析划痕之间的干涉作用对材料去除机制和损伤行为的影响。此外, 应力集中会导致裂纹萌生/扩展, 使工件表面损伤程度增加, 但是很少有人通过建立应力场模型来揭示应力集中对材料去除和损伤行为的影响。

本文使用纳米压痕仪对单晶锆开展变载荷与定载荷双划痕实验。通过扫描电子显微镜(SEM)观察了单晶锆的划痕形貌, 并对划痕深度、残余深度、摩擦因数和弹性回复率等进行分析。此外, 通过建立双划痕应力场模型, 从应力角度揭示了刻划次数和划痕间距对材料去除机制和损伤行为的影响。

**基金项目:** 国家自然科学基金资助项目(51765027); 昆明理工大学分析测试基金资助项目(2018M20172203024)

**收稿日期:** 2019-10-21; **修订日期:** 2020-07-26

**通信作者:** 杨晓京, 教授, 博士; 电话: 13668718025; E-mail: xjyang@vip.sina.com

1 实验

实验使用的单晶锗(111)样品由合肥科晶公司制造, 大小为 10 mm×10 mm×0.5 mm, 表面粗糙度  $R_a<0.5$  nm, 材料参数如表 1 所示。实验前先将样品放入丙酮中浸泡 10 min, 然后将样品放置在涂有黏合剂的载物台上。划痕实验在纳米压痕仪 G200 上进行, 纳米压痕仪划痕系统的最大法向载荷为 500 mN, 最大横向载荷 250 mN, 横向力分辨率 2  $\mu$ N, 如图 1(a)所示。实验采用圆弧半径为 20 nm 的 Cube Corner 压头, 压头三面互相垂直, 中心线与面的夹角为 45°。刻划过程中压头的棱朝前, 刻划示意图如图 1(b)所示。

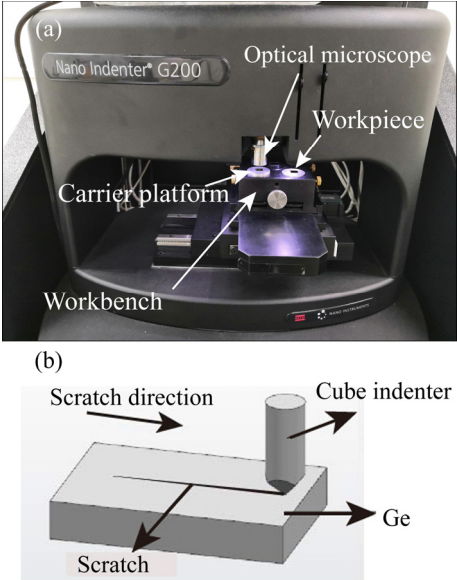


图 1 实验装置示意图  
Fig. 1 Schematic diagram of experimental setup: (a) Nano-indenter; (b) Schematic diagram of nano-scratching

纳米划痕实验方案, 如图 2 所示。首先, 在变载荷条件下开展单、双划痕, 划痕长度  $L_1=300$   $\mu$ m, 垂直力  $F_n$  变化范围为 0~15 mN, 双划痕间距  $d=2$   $\mu$ m。其次, 在定载荷条件下开展双划痕, 划痕长度  $L_2=200$   $\mu$ m, 垂直力  $F_n=6$  mN, 双划痕间距  $d$  分别为 1  $\mu$ m、2.5  $\mu$ m、5  $\mu$ m, 为了比较定载荷条件下的单划痕与双划痕形貌的区别, 将两条划痕的起始位置错位 25  $\mu$ m。实验中刻划速度  $v=10$   $\mu$ m/s, 每组划痕之间保持 500  $\mu$ m 的间隔距离, 以避免互相影响。刻划过程中的切向力  $F_t$ 、划痕深度  $h$ 、残余深度  $h_r$  及摩擦因数  $\mu$  等

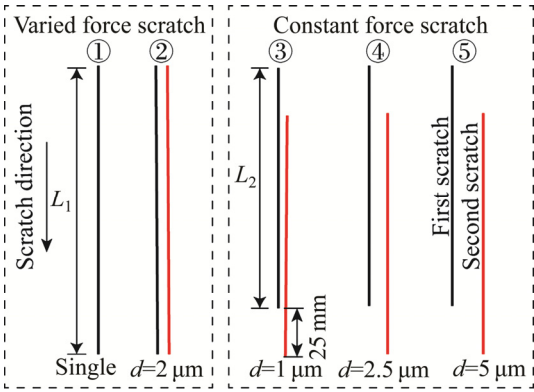


图 2 纳米划痕实验方案  
Fig. 2 Nano-scratching experiment scheme

表 1 单晶锗材料参数

Table 1 Material parameters of single crystal germanium			
Hardness, $H$ /GPa	Poisson's ratio, $\nu$	Elastic modulus, $E$ /GPa	Density, $\rho$ /(g·cm <sup>-3</sup> )
7.644	0.3	155.14	5.765

信息由纳米压痕仪测得。刻划结束后, 利用 JSM-7800F 场发射扫描电子显微(SEM)对材料表面划痕形貌进行观测。

2 实验结果

2.1 变载荷刻划下的去除方式和损伤行为

变载荷单、双划痕的划痕整体形貌如图 3 所示。从图 3 中可以看到, 随着垂直力增加, 单晶锗表面划痕宽度逐渐变大, 划痕周围的切屑也逐渐增多。对比单划痕与双划痕的形貌发现, 双划痕脆性破坏非常严重, 并且脆塑转变点(DBT)比单划痕更早出现。

变载荷刻划过程中, 依据裂纹扩展情况, 划痕形貌通常可以分成三个区域: 塑性变形区、脆塑转变区和脆性断裂区<sup>[13-14]</sup>。对图 3 中的单划痕和双划痕的不同变形区域形貌进行放大处理, 如图 4 所示, 可以看到单晶锗表面划痕形貌同样存在三个变形区域。从图 4(a)~(c)看到, 在塑性变形区: 沟槽内部光滑, 无裂纹, 切屑仅分布在沟槽两侧; 对切屑放大后看到, 切屑呈带状或螺旋状, 如图 4(a)的 I 处所示, 这表明在低载荷刻划时材料发生塑性流动, 以塑性变形方式去除。在脆塑转变区: 沟槽边缘出现微裂纹和径向裂纹, 并出现小碎片和凹坑, 如图 4(b)所示, 这是由于沟槽边

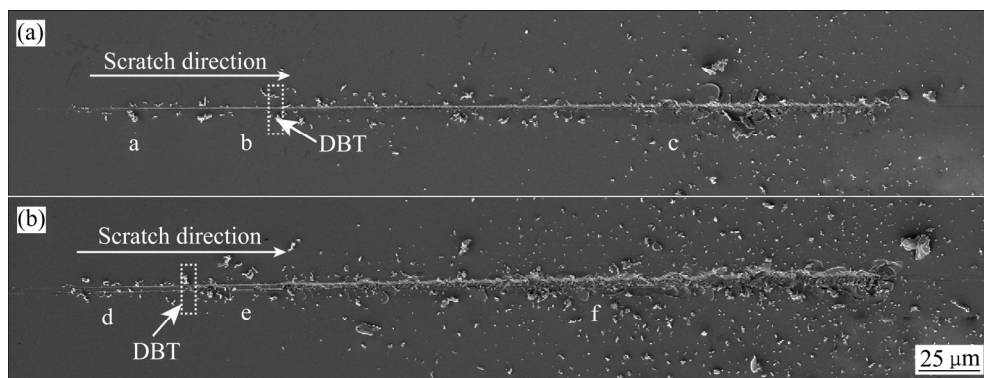


图3 不同刻划次数下的划痕整体形貌图

Fig. 3 Overall morphologies of scratches under different scratching times: (a) Single scratch; (b) Double scratches

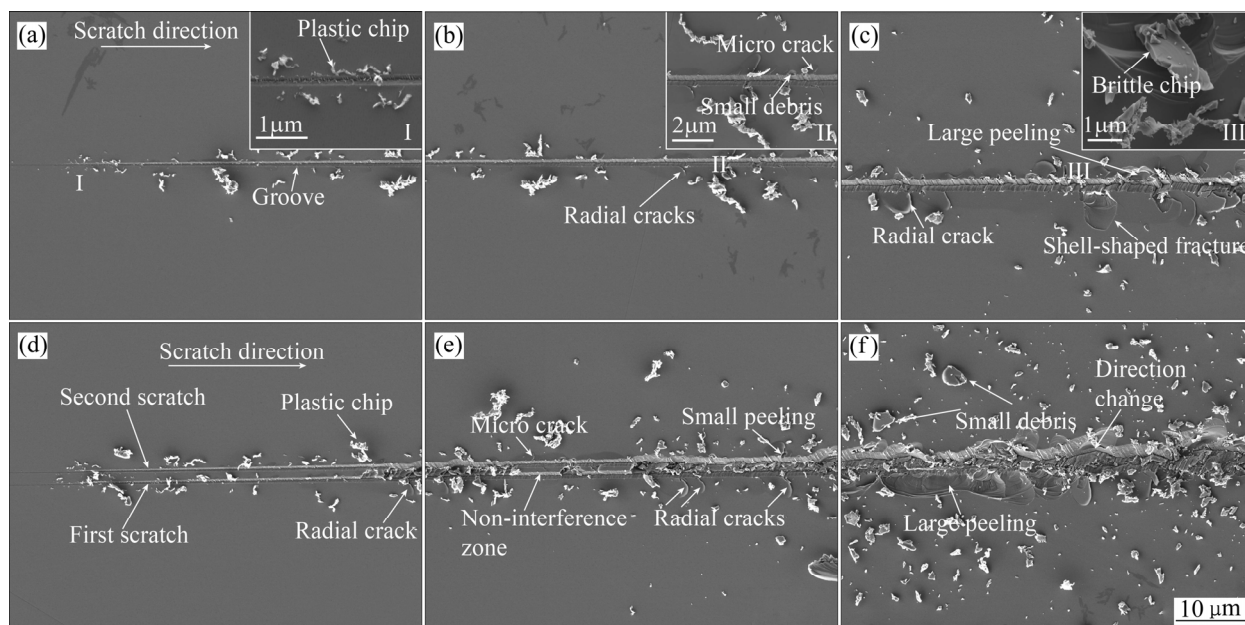


图4 不同刻划次数下的划痕局部形貌

Fig. 4 Local morphologies of scratches under different scratching times: (a), (b), (c) Single scratch; (d), (e), (f) Double scratches

缘的微裂纹和径向裂纹合并所致。此时，II处的切屑体积增大，呈不规则带状或螺旋状，说明在脆塑转变区材料以塑性变形方式去除为主，同时伴随着裂纹形核/扩展。当进入到脆性断裂区后：沟槽两侧的径向裂纹继续扩展呈圆弧状；此时，划痕底部的横向裂纹与径向裂纹相互作用，导致沟槽边缘出现大面积的材料剥落和贝壳状的断裂凹坑。此外，可以看到图4(c)中III处的切屑呈不规则的块状或颗粒状，这表明在脆性断裂区材料完全以脆性断裂或剥落方式去除。

从图4(d)~(f)的双划痕局部形貌图可以看到，在塑性变形区：两条划痕相互独立，划痕两侧分布有不同形状的塑性切屑；然而垂直力增大到一定程度后，两条划痕之间的材料突然发生脆性剥落，径向裂纹出现，

如图4(d)所示。在脆塑转变区：划痕边缘已经出现较长的径向裂纹和微裂纹，同时两条划痕之间的材料大面积剥落，沟槽底部粗糙，如图4(e)所示。当进入到脆性断裂区后：两条划痕完全融合在一起，表面散布着块状或颗粒状的脆性切屑，并且由于材料崩塌使第二次刻划时的划痕方向改变。此外，扩展至表面的横向裂纹与径向裂纹相互作用，导致第一条划痕边缘的材料大块剥落，如图4(f)所示。对比单划痕与双划痕的形貌可以发现，双划痕会促进划痕边缘和底部的径向裂纹和横向裂纹扩展，而裂纹之间的相互作用将导致材料发生脆性断裂和剥落，从而造成双划痕的塑性变形区缩小，脆性断裂程度增加。

变载荷刻划过程中，压入表面深度，切向力和摩

擦因数是表征材料变形和去除方式的主要参数<sup>[15]</sup>, 因此有必要对其进行分析。图5所示为双划痕的压入表面深度曲线。从图5中可看出, 垂直力与划痕深度和残余深度呈幂函数变化关系。垂直力较小时, 划痕深度和残余深度曲线光滑上升, 而当垂直力增大到一定程度后, 曲线产生明显波动, 且波动幅度越来越大, 这种波动是由于裂纹扩展造成材料发生脆性剥落所致。对比图5(a)和(b)发现, 第二次刻划时的划痕深度和残余深度曲线波动范围和程度都明显大于第一次刻划, 这说明第一次刻划残留的划痕对第二次刻划产生了干涉, 使得第二次刻划时材料发生严重的脆性断裂。

为了获得变载荷刻划过程中划痕深度、残余深度与垂直力之间的幂函数, 采用最小二乘法对曲线进行拟合, 拟合程度的好坏可以反映材料去除方式<sup>[13]</sup>。拟合后的曲线和方程, 如图5所示。从图5中看到, 幂函数对塑性变形阶段的划痕深度与残余深度曲线的拟合度非常好; 然而, 当材料出现脆性断裂后, 幂函数

的拟合相关系数降低, 并且残余深度曲线的拟合相关系数要低于划痕深度曲线, 这说明材料出现脆性断裂时幂函数无法对其进行准确拟合。此外, 对比第一次刻划与第二次刻划过程中的脆塑转变阶段可以发现, 第一次刻划的脆塑转变深度为397 nm, 而第二次刻划的脆塑转变深度为298 nm, 这说明双次刻划会导致材料脆塑转变临界深度减小。

图6所示为双划痕的切向力和摩擦因数曲线。从图6(a)中看到, 切向力和摩擦因数曲线同样可以划分成三个变形区域。在塑性变形区, 垂直力增加, 压头与材料接触面积增大, 使得摩擦因数从0.3增大到0.5, 切向力线性增加。在脆塑转变区, 裂纹开始萌生, 材料出现脆性断裂, 划痕底部粗糙度增加, 摩擦因数从0.5增大到0.6, 曲线波动幅度增加, 且切向力开始出现波动。在脆性断裂区, 材料完全以脆性断裂方式去除, 划痕底部出现凹凸不平的断口, 摩擦因数在0.6

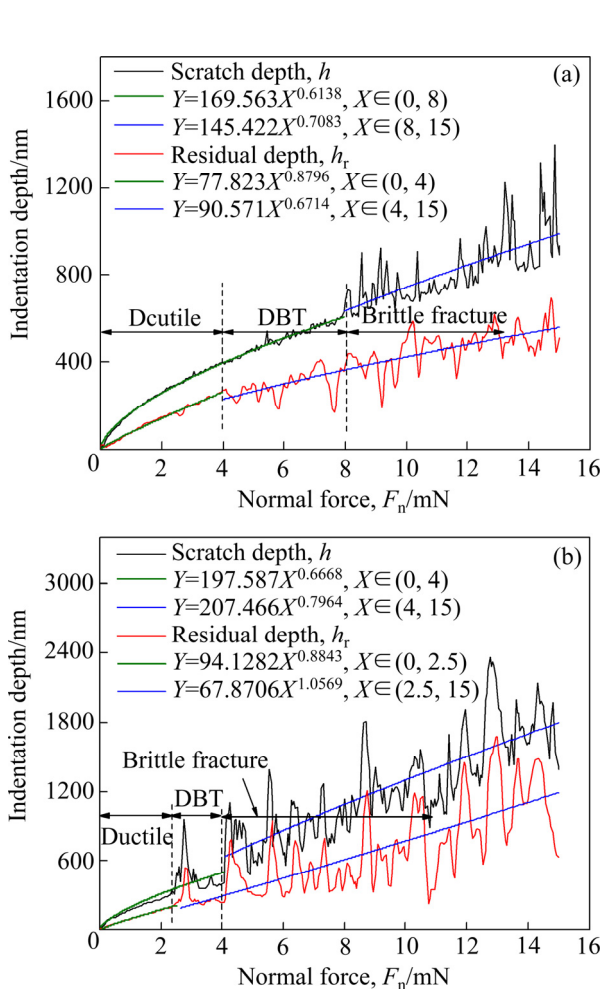


图5 双划痕的压入表面深度曲线

Fig. 5 Surface indentation depth curves of double scratches: (a) First scratch; (b) Second scratch

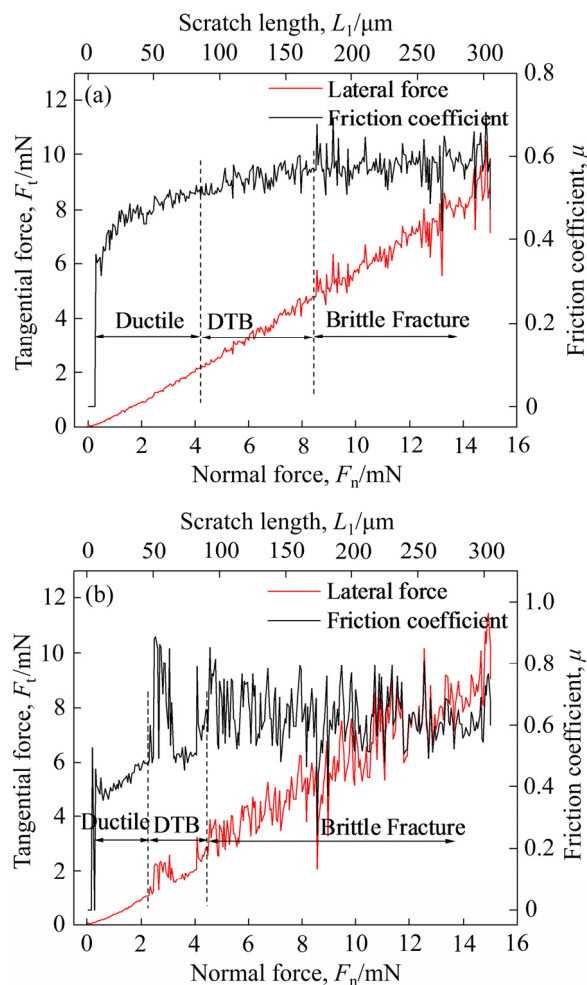


图6 双划痕的切向力和摩擦因数曲线

Fig. 6 Tangential force and friction coefficient curves of double scratches: (a) First scratch; (b) Second scratch



附近剧烈波动,并且切向力也发生剧烈波动。对比图6(a)和(b)可以发现,第二次刻划过程中的摩擦因数和切向力的变化规律与第一次刻划过程基本相同;但曲线波动更加剧烈,且塑性变形区和脆塑转变区缩小,而脆性断裂区增大。

## 2.2 定载荷刻划下的去除方式和损伤行为

图7所示为不同划痕间距下的双划痕形貌图。图7(d)、(e)、(f)所示为图7(a)、(b)、(c)的局部放大图。从图7中可以看到,划痕间距为1  $\mu\text{m}$ 时,两条平行的划痕已经完全融合在一起,在横向裂纹与径向裂纹相互作用下,双划痕两侧出现了大块的贝壳状凹坑,划痕之间的材料以挤压撕裂的方式去除;然而单划痕的沟槽底部光滑,没有材料剥落。划痕间距增大到2.5  $\mu\text{m}$ 时,此时划痕间距已经大于单划痕沟槽的宽度,在划痕底部横向裂纹之间的相互作用下,划痕之间的材料以剥落的方式去除。但是,两条划痕之间的材料并没有被完全去除,说明划痕之间的干涉作用减弱。此外,双划痕边缘的径向裂纹减少,无大块的贝壳状剥落区,这是因为划痕之间的材料剥落会带走部分能量使径向裂纹扩展程度减弱;对单划痕边缘的径向裂纹扩展方向与刻划方向的夹角进行测量可知,两者夹角为 $31^\circ\sim 38^\circ$ 。当划痕间距继续增大到5  $\mu\text{m}$ 时,两条划痕之间的材料基本没有被去处,但划痕边缘的

径向裂纹扩展长度增加,导致划痕边缘的材料出现大块凸起,凸起材料剥落时会影响刻划的稳定性,造成压头刻划方向发生改变。对图7分析可知,划痕间距越小,材料越容易以脆性断裂方式去除,材料表面的损伤程度越大。

图8所示为不同划痕间距下的压入表面深度和弹性回复率曲线。从图8(a)~(c)中看到,划痕间距为1  $\mu\text{m}$ 时,第一条划痕的划痕深度为486 nm,残余深度为322 nm;然而,在第二次刻划时由于材料以脆性断裂方式去除导致第二条划痕的划痕深度和残余深度曲线剧烈波动,划痕深度约为869 nm,残余深度约为526 nm。划痕间距为2.5  $\mu\text{m}$ 时,第二条划痕的划痕深度和残余深度曲线依然出现较大幅度的波动,其值分别为781 nm和364 nm。当划痕间距为5  $\mu\text{m}$ 时,第二条划痕的划痕深度和残余深度曲线与第一条划痕的曲线重合,其值分别为491 nm和322 nm。通过以上分析可以得出,第二次刻划的划痕深度和残余深度随划痕间距的增加而减小,这表明划痕间距增加,划痕之间的相互作用减弱,材料发生脆性断裂的程度降低。图8(d)所示为双划痕刻划过程中的弹性回复率曲线。从图8(d)中看到,第一次刻划时的弹性回复率为0.38~0.4,第二次刻划时的弹性回复率为0.39~0.4,两次刻划过程中的弹性回复率基本相同,这说明划痕间距的改变对弹性回复率的影响不大。

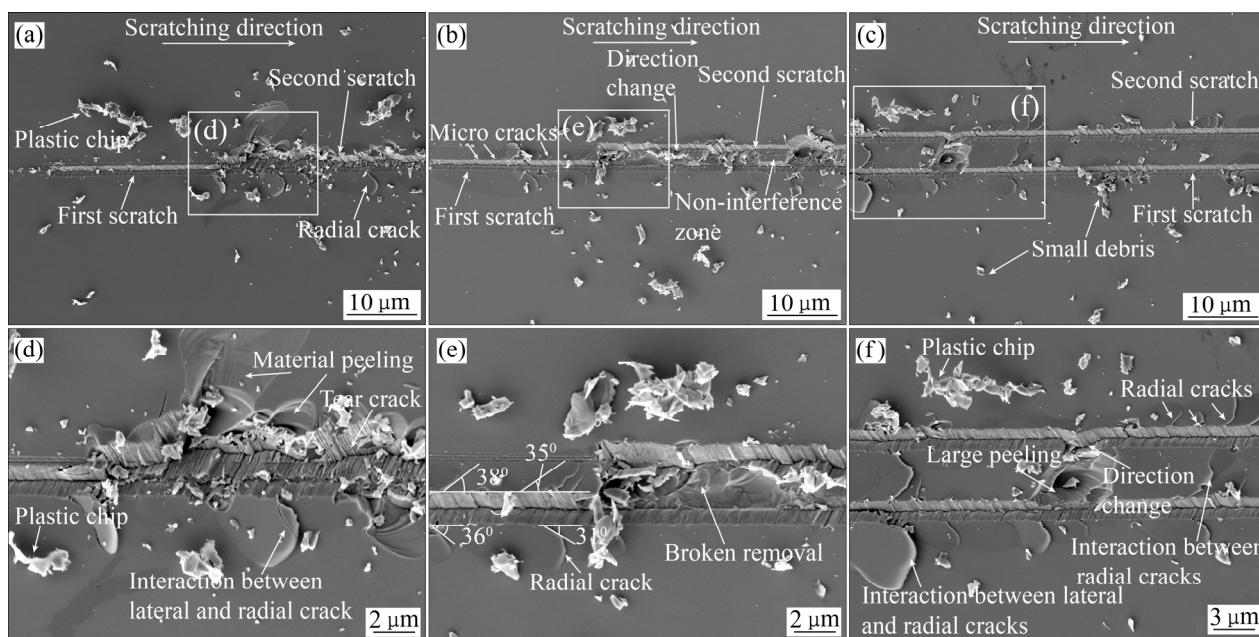


图7 不同划痕间距下的双划痕形貌图

Fig. 7 Topographies of double scratches at different scratch spacings: (a), (d) 1  $\mu\text{m}$ ; (b), (e) 2.5  $\mu\text{m}$ ; (c), (f) 5  $\mu\text{m}$

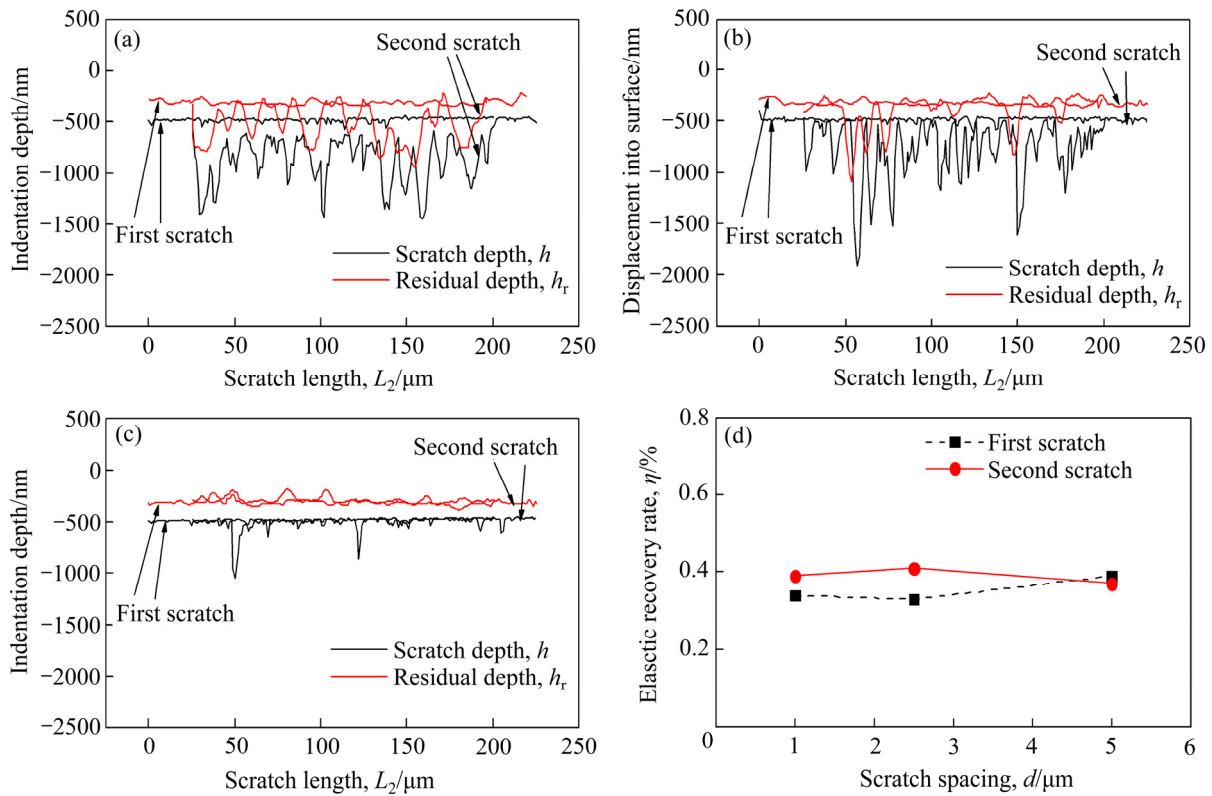


图8 不同划痕间距下的压入表面深度和弹性回复率曲线

Fig. 8 Indentation depth surface and elastic recovery rate curves at different scratch spacings: (a) 1  $\mu\text{m}$ ; (b) 2.5  $\mu\text{m}$ ; (c) 5  $\mu\text{m}$ ; (d) Elastic recovery rate

### 3 分析与讨论

由上一节可知, 垂直载荷、刻划次数和划痕间距对材料去除方式和损伤行为的影响显著; 双刻划更容易使材料以脆性方式去除, 因此, 单次刻划得到的脆塑转变深度不能作为实际加工过程中控制材料在塑性域内去除的临界加工深度。实际加工时需要选用比单划痕的脆塑转变深度更小的加工参数, 才能实现材料以塑性方式去除。此外, 划痕间距影响划痕之间的相互作用强度, 决定了材料去除方式, 双刻划时材料的剥落和裂纹扩展是由应力集中引起的, 而划痕间距会影响应力分布。因此, 本节将建立双划痕的应力场模型, 分析不同划痕间距下的双划痕系统应力分布规律。

#### 3.1 双划痕应力场模型

根据定载荷刻划过程中双划痕形貌的分析结果, 双刻划中材料表面/亚表面损伤示意图如图9所示。由图9可知, 材料的剥落和表面损伤主要是横向裂纹与径向裂纹、横向裂纹与横向裂纹相互作用所致, 而

横向裂纹扩展是导致材料剥落的主要原因。因此, 基于横向裂纹的形核位置, 将对  $XY$  平面的应力场进行分析。纳米刻划过程中, 划痕周围的应力场是由压头和工件接触产生的垂直力和切向力引起的弹性应力场与划痕底部塑性变形区引起的残余应力场叠加而成<sup>[16]</sup>。在  $XY$  平面内, 由垂直力  $F_n$  引起的弹性应力场为 Boussinesq 应力场, 其公式为<sup>[17-18]</sup>:

$$\sigma_{xx}^n(x, y, z) = \frac{F_n}{2\pi c^2} \left\{ \frac{1-2\nu}{\bar{r}^2} \left[ \left( 1 - \frac{\bar{z}}{\bar{\rho}} \right) \frac{\bar{x}^2 - \bar{y}^2}{\bar{r}^2} + \frac{\bar{z} \cdot \bar{y}^2}{\bar{\rho}^3} \right] - \frac{3 \cdot \bar{z} \cdot \bar{x}^2}{\bar{\rho}^5} \right\} \quad (1)$$

$$\sigma_{yy}^n(x, y, z) = \frac{F_n}{2\pi c^2} \left\{ \frac{1-2\nu}{\bar{r}^2} \left[ \left( 1 - \frac{\bar{z}}{\bar{\rho}} \right) \frac{\bar{y}^2 - \bar{x}^2}{\bar{r}^2} + \frac{\bar{z} \cdot \bar{x}^2}{\bar{\rho}^3} \right] - \frac{3 \cdot \bar{z} \cdot \bar{y}^2}{\bar{\rho}^5} \right\} \quad (2)$$

$$\tau_{xy}^n(x, y, z) = \frac{F_n}{2\pi c^2} \left\{ \frac{1-2\nu}{\bar{r}^2} \left[ \left( 1 - \frac{\bar{z}}{\bar{\rho}} \right) \frac{\bar{x} \cdot \bar{y}}{\bar{r}^2} - \frac{\bar{x} \cdot \bar{y} \cdot \bar{z}}{\bar{\rho}^3} \right] - \frac{3 \cdot \bar{x} \cdot \bar{y} \cdot \bar{z}}{\bar{\rho}^5} \right\} \quad (3)$$

由切向力  $F_t$  引起的弹性应力场为 Cerruti 应力场,

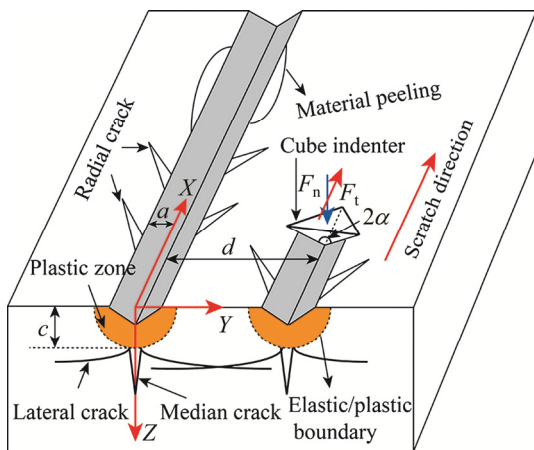


图9 双划刻中材料表面/亚表面损伤示意

Fig. 9 Schematic diagram of surface/subsurface damage of material in double scratching

其公式为<sup>[17-18]</sup>

$$\sigma_{xx}^t(x, y, z) = -\frac{F_t}{2\pi c^2} \left\{ \frac{3\bar{x}^3}{\bar{\rho}^5} - (1-2\nu) \left[ \frac{\bar{x}}{\bar{\rho}^3} - \frac{3\bar{x}}{\bar{\rho}(\bar{\rho} + \bar{z})^2} + \frac{\bar{x}^3}{\bar{\rho}^3(\bar{\rho} + \bar{z})^2} + \frac{2\bar{x}^3}{\bar{\rho}^2(\bar{\rho} + \bar{z})^3} \right] \right\} \quad (4)$$

$$\sigma_{yy}^t(x, y, z) = -\frac{F_t}{2\pi c^2} \left\{ \frac{3\bar{x} \cdot \bar{y}^2}{\bar{\rho}^5} - (1-2\nu) \left[ \frac{\bar{x}}{\bar{\rho}^3} - \frac{\bar{x}}{\bar{\rho}(\bar{\rho} + \bar{z})^2} + \frac{\bar{x} \cdot \bar{y}^2}{\bar{\rho}^3(\bar{\rho} + \bar{z})^2} + \frac{2\bar{x} \cdot \bar{y}^2}{\bar{\rho}^2(\bar{\rho} + \bar{z})^3} \right] \right\} \quad (5)$$

$$\tau_{xy}^t(x, y, z) = -\frac{F_t}{2\pi c^2} \left\{ \frac{3\bar{x}^2 \cdot \bar{y}}{\bar{\rho}^5} + (1-2\nu) \left[ \frac{\bar{y}}{\bar{\rho}(\bar{\rho} + \bar{z})^2} - \frac{\bar{x}^2 \cdot \bar{y}}{\bar{\rho}^3(\bar{\rho} + \bar{z})^2} - \frac{2\bar{x}^2 \cdot \bar{y}}{\bar{\rho}^2(\bar{\rho} + \bar{z})^3} \right] \right\} \quad (6)$$

式中:  $\nu$  是泊松比;  $\bar{x} = x/c$ ,  $\bar{y} = y/c$ ,  $\bar{z} = z/c$ ,  $\bar{\rho} = \rho/c$ ,  $\bar{r} = r/c$ ,  $r^2 = x^2 + y^2$ ,  $\rho^2 = x^2 + y^2 + z^2$ ;  $F_t = \mu F_n$ ;  $\mu$  是摩擦因数, 与压头的半角  $\alpha$  有关,  $\mu = 1/2 \tan \alpha$ <sup>[19]</sup>; Cube Corner 压头半角  $\alpha = 45^\circ$ ;  $c$  为塑性变形区半径, 依据文献[20]计算得到  $c$  为 4.046  $\mu\text{m}$ 。

由塑性变形区引起的残余应力场为 Blister 应力场, 其公式为<sup>[17-18]</sup>

$$\sigma_{xx}^r(x, y, z) = \frac{2B}{(\bar{y}^2 + \bar{z}^2)^2 c^2} \left[ -2\nu(\bar{y}^2 - \bar{z}^2) + \frac{\bar{x}}{\bar{\rho}^5} \left( 2\nu\bar{x}^4\bar{y}^2 - 2\bar{x}^2\bar{y}^4 + 6\nu\bar{x}^2\bar{y}^4 - 2\bar{y}^6 + 4\nu\bar{y}^6 - 2\nu\bar{x}^4\bar{z}^2 - 4\bar{x}^2\bar{y}^2\bar{z}^2 + 2\nu\bar{x}^2\bar{y}^2\bar{z}^2 - 3\bar{y}^4\bar{z}^2 + 6\nu\bar{y}^4\bar{z}^2 - 2\bar{x}^2\bar{z}^4 - 4\nu\bar{x}^2\bar{z}^4 + \bar{z}^6 - 2\nu\bar{z}^6 \right) \right] \quad (7)$$

$$\sigma_{yy}^r(x, y, z) = \frac{2B}{(\bar{y}^2 + \bar{z}^2)^2 c^2} \left[ -2\bar{y}^2(\bar{y}^2 - 3\bar{z}^2) + \frac{\bar{x}}{\bar{\rho}^5} \left( 2\bar{x}^4\bar{y}^4 - 2\nu\bar{x}^2\bar{y}^6 + 6\bar{x}^2\bar{y}^6 + 4\bar{y}^8 - 2\nu\bar{y}^8 - 6\bar{x}^4\bar{y}^2\bar{z}^2 - 7\bar{x}^2\bar{y}^4\bar{z}^2 - 6\nu\bar{x}^2\bar{y}^4\bar{z}^2 - 2\bar{y}^6\bar{z}^2 - 8\nu\bar{y}^6\bar{z}^2 - 12\bar{x}^2\bar{y}^2\bar{z}^4 - 6\nu\bar{x}^2\bar{y}^2\bar{z}^4 - 15\bar{y}^4\bar{z}^4 - 12\nu\bar{y}^4\bar{z}^4 + \bar{x}^2\bar{z}^6 - 2\nu\bar{x}^2\bar{z}^6 - 8\bar{y}^2\bar{z}^6 - 8\nu\bar{y}^2\bar{z}^6 + \bar{z}^8 - 2\nu\bar{z}^8 \right) \right] \quad (8)$$

$$\tau_{xy}^r(x, y, z) = -\frac{2B\bar{y}}{\bar{\rho}^5 c^2} \left[ 2(1-\nu)\bar{x}^2 + 2(1-\nu)\bar{y}^2 - \bar{z}^2 - 2\nu\bar{z}^2 \right] \quad (9)$$

式中:  $B$  是单位划痕长度上的 Blister 应力场强度, 其公式为<sup>[20]</sup>

$$B = F_n f \frac{E}{H} \frac{3\lambda^2}{4\pi^2(1-2\nu)(1+\nu)} \cot \alpha \quad (10)$$

式中:  $\nu$  是泊松比;  $E$  是弹性模量;  $H$  是硬度;  $\lambda$  是无量纲几何因子, 对于 Cube Corner 压头  $\lambda = 2$ ;  $fE/H$  的值由压头半角和泊松比决定,  $fE/H = 0.251$ <sup>[19]</sup>。

第一次刻划结束后, 第一条划痕周围仍然存在残余应力; 而第二次刻划产生的应力将会与第一条划痕的残余应力叠加。因此, 双划痕应力场, 可以在单划痕应力场模型<sup>[20]</sup>上叠加前一条划痕的残余应力获得

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ij}^n(x, y-d, z) + \sigma_{ij}^t(x, y-d, z) + \sigma_{ij}^r(x, y-d, z) + \sigma_{ij}^r(x-l, y, z) \quad (11)$$

$$\tau_{ij} = \tau_{ij}^n(x, y-d, z) + \tau_{ij}^t(x, y-d, z) + \tau_{ij}^r(x, y-d, z) + \tau_{ij}^r(x-l, y, z) \quad (12)$$

式中:  $d$  是两条划痕间距;  $l$  是前一条划痕长度;  $\sigma_{ij}$  和  $\tau_{ij}$  为不同方向的正应力和切应力分量; 下标  $i$  和  $j$  表示应力方向,  $i, j = x, y$  和  $z$ 。

### 3.2 最大主应力分析

依据断裂力学理论, 当最大主应力  $\sigma_1$  超过材料的断裂应力  $\sigma_f$  时裂纹开始形核/扩展; 因此, 基于横向裂纹形核位置, 只需对  $Z=c$  处的  $XY$  平面内的最大主应力  $\sigma_1$  进行分析。最大主应力  $\sigma_1$  可由双划痕应力分量计算得到, 其公式为

$$\sigma_1 = \frac{\sigma_{xx} + \sigma_{yy}}{2} + \sqrt{\left( \frac{\sigma_{xx} - \sigma_{yy}}{2} \right)^2 + \tau_{xy}^2} \quad (13)$$

为了便于分析, 将最大主应力做归一化处理, 如图 10 所示。对比图 10(a)与图 10(b)~(d)可知, 双划痕

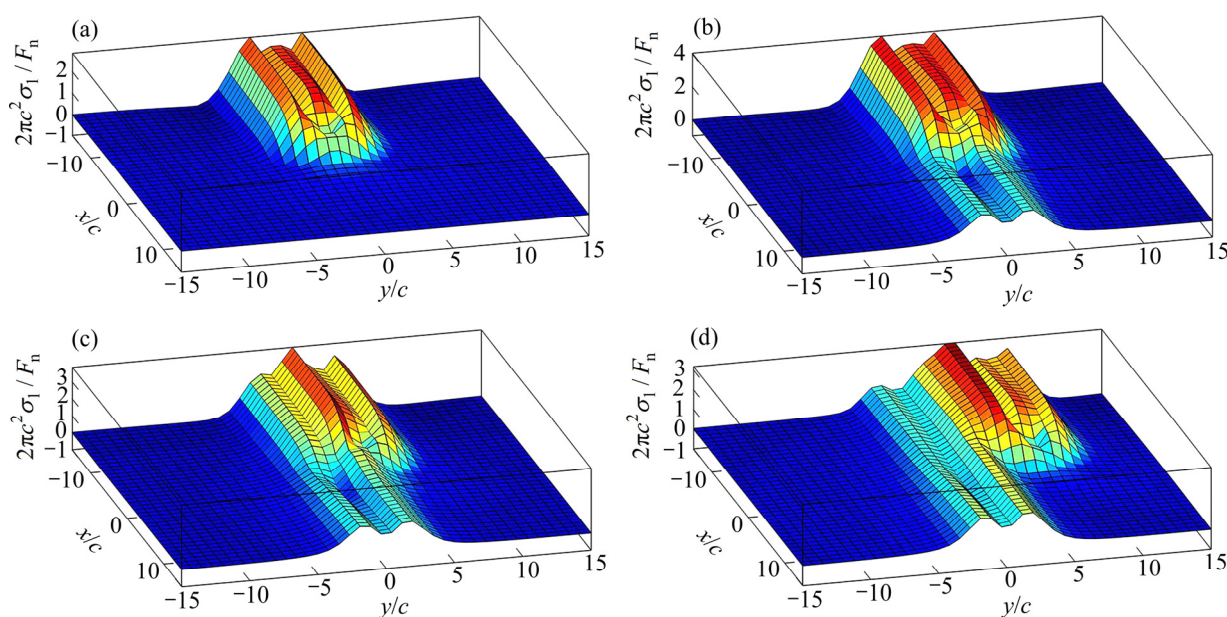


图 10 不同划痕间距下的归一化最大主应力

Fig. 10 Normalized maximum principal stress at different scratch spacing: (a) Single scratch; (b) 1  $\mu\text{m}$ ; (c) 2.5  $\mu\text{m}$ ; (d) 5  $\mu\text{m}$

的归一化最大主应力值都大于单划痕; 这表明采用双划痕刻划会使划痕周围的应力显著增大, 导致划痕周围裂纹形核/扩展, 使得材料更容易发生脆性去除; 这也解释了在变载荷刻划过程中, 双划痕的脆塑转变点比单划痕更早出现, 塑性变形阶段对应的划痕深度比单划痕小的现象。此外, 从图 10(b)~(d)看到, 归一化最大主应力随划痕间距的缩小而增大, 并且双划痕之间的应力明显大于其他位置的应力; 这说明划痕间距较小时, 由于前一条划痕的残余应力与第二条划痕的应力叠加, 使裂纹萌生/扩展, 导致材料更容易发生脆性断裂; 而划痕间距增大, 前一条划痕对第二条划痕的影响减弱, 裂纹相互作用程度降低, 材料不容易发生脆性断裂。

## 4 结论

1) 变载荷刻划过程中, 随着垂直力增加, 单晶锗材料会发生塑性变形、脆塑转变和脆性断裂; 而这三个变形阶段可以从划痕深度、残余深度、切向力和摩擦因数的变化规律中准确区分。此外, 双划痕刻划会促进裂纹扩展, 导致材料的脆塑转变临界深度减小, 使材料更容易发生脆性去除。

2) 定载荷刻划过程中, 材料的去除方式和损伤行为受划痕之间的相互作用强度影响。较小的划痕间距容易导致横向裂纹和径向裂纹形核/扩展, 使材料更容

易发生脆性断裂; 而增大划痕间距, 材料的脆性变形程度会降低。此外, 划痕间距增大, 划痕之间的相互作用减弱, 使得第二次刻划时的划痕深度和残余深度曲线波动幅度降低; 但是弹性回复率基本保持不变。

3) 依据理论模型得到的最大主应力可知, 双划痕的最大主应力大于单划痕的, 最大主应力会随划痕间距的缩小而增大; 其分布规律与实验现象一致, 揭示了双划痕刻划过程中划痕之间的相互作用机制。

## REFERENCES

- [1] 刘志东, 邱明波, 汪 炜, 田宗军, 黄因慧. 锗晶体放电加工特性及进电方式研究[J]. 机械工程学报, 2011, 47(5): 177-182.  
LIU Zhi-dong, QIU Ming-bo, WANG Wei, TIAN Zong-jun, HUANG Yin-hui. Research on electrical discharge machining characteristics and mode of providing power of germanium crystal[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2011, 47(5): 177-182.
- [2] 余克章. 锗(Ge)—金属在现代军事上的应用(十八)[J]. 金属世界, 1997(5): 18-19.  
YU Ke-zhang. Germanium (Ge)—Application of metals in modern military(18)[J]. Metal World, 1997(5): 18-19.
- [3] 李相迪, 黄 英, 张培晴, 宋宝安, 戴世勋, 徐铁峰, 聂秋华. 红外成像系统及其应用[J]. 激光与红外, 2014, 44(3): 229-234.



- LI Xiang-di, HUANG Ying, ZHANG Pei-qing, SONG Bao-an, DAI Shi-xun, XU Tie-feng, NIE Qiu-hua. Infrared imaging system and applications[J]. *Laser & Infrared*, 2014, 44(3): 229–234.
- [4] DOLLING G, COWLEY R A. The thermodynamic and optical properties of germanium, silicon, diamond and gallium arsenide[J]. *Proceedings of the Physical Society*, 1966, 88(2): 463.
- [5] 卢泽生, 王明海. 硬脆光学晶体材料超精密切削理论综述[J]. *机械工程学报*, 2003(8): 15–21.
- LU Zhe-sheng, WANG Ming-hai. Survey on the research of ultra-precision cutting of hard-brittle optical crystal material[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2003(8): 15–21.
- [6] QIU Zhong-jun, LIU Cong-cong, WANG Hao-rong, YANG Xue, FANG Feng-zhou, TANG Jun-jie. Crack propagation and the material removal mechanism of glass-ceramics by the scratch test[J]. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2016, 64: 75–85.
- [7] MENG Bin-bin, ZHANG Yong, ZHANG Fei-hu. Material removal mechanism of 6H-SiC studied by nano-scratching with Berkovich indenter[J]. *Applied Physics A*, 2016, 122(3): 247.
- [8] YANG Xue, QIU Zhong-jun, LU Cui, LI Xue, TANG Jun-jie. Modelling the strain rate sensitivity on the subsurface damages of scratched glass ceramics[J]. *Ceramics International*, 2017, 43(15): 12930–12938.
- [9] 李志鹏, 张飞虎, 孟彬彬. 反应烧结 SiC 陶瓷脆性去除特征及刻划力波动行为[J]. *光学精密工程*, 2018, 26(3): 632–639.
- LI Zhi-peng, ZHANG Fei-hu, MENG Bin-bin. Removal characteristics and fluctuation behavior of cutting force during scratch process of RB-SiC ceramics[J]. *Optical Precision Engineering*, 2018, 26(3): 632–639.
- [10] MENG Bin-bin, ZHANG Fei-hu, LI Zhi-peng. Deformation and removal characteristics in nanoscratching of 6H-SiC with Berkovich indenter[J]. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2015, 31: 160–165.
- [11] LI Chen, ZHANG Fei-hu, DING Ye, LIU Li-fei. Surface deformation and friction characteristic of nano scratch at ductile-removal regime for optical glass BK7[J]. *Applied Optics*, 2016, 55(24): 6547–6553.
- [12] LI Chen, ZHANG Fei-hu, MENG Bin-bin, RAO Xiao-shuang, ZHOU Yue. Research of material removal and deformation mechanism for single crystal GGG ( $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ ) based on varied-depth nanoscratch testing[J]. *Materials & Design*, 2017, 125: 180–188.
- [13] 张飞虎, 李琛, 孟彬彬, 赵航, 刘忠德. 基于变切深纳米刻划的 K9 玻璃表面成形特征及去除机制研究[J]. *机械工程学报*, 2016, 52(17): 65–71.
- ZHANG Fei-hu, LI Chen, MENG Bin-bin, ZHAO Han, LIU Zhong-de. Investigation of surface deformation characteristic and removal mechanism for K9 glass based on varied cutting-depth nano-scratch[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2016, 52(17): 65–71.
- [14] LI Zhi-peng, ZHANG Fei-hu, LUO Xi-chun, CAI Yu-kui. Fundamental understanding of the deformation mechanism and corresponding behavior of RB-SiC ceramics subjected to nano-scratch in ambient temperature[J]. *Applied Surface Science*, 2019, 469: 674–683.
- [15] ARIF M, ZHANG Xin-quan, RAHMAN M, KUMAR S. A predictive model of the critical undeformed chip thickness for ductile-brittle transition in nano-machining of brittle materials[J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2013, 64: 114–122.
- [16] COOK R F, PHARR G M. Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1990, 73(4): 787–817.
- [17] FENG G, QU S, HUANG Y, NIX W D. An analytical expression for the stress field around an elastoplastic indentation/contact[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55(9): 2929–2938.
- [18] HUANG Lin, BONIFACIO C, SONG Da, VAN BENTHEM K, MUKHERJEE A K, SCHOENUNG J M. Investigation into the microstructure evolution caused by nanoscratch-induced room temperature deformation in M-plane sapphire[J]. *Acta Materialia*, 2011, 59(13): 5181–5193.
- [19] LI Xin-ying, GAO Yu-fei, GE Pei-qi, ZHANG Lei, BI Wen-bo, MENG Jian-feng. Nucleation location and propagation direction of radial and median cracks for brittle material in scratching[J]. *Ceramics International*, 2019, 45(6): 7524–7536.
- [20] JING Xiao-ning, MAITI S, SUBHASH G. A new analytical model for estimation of scratch-induced damage in brittle solids[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2007, 90(3): 885–892.

## Removal mechanism and damage behavior of single crystal germanium in double scratch test

YU Zheng, YANG Xiao-jing, ZHAO Lei, LIU Ning

(Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Kunming University of Science and Technology,  
Kunming 650500, China)

**Abstract:** The nano-indenter was used to conduct the double scratch experiment of single crystal germanium under variable and constant load. Scanning electron microscope (SEM) was used to observe the scratch morphology of single crystal germanium, and the scratch depth, residual depth, elastic recovery rate and friction coefficient were analyzed. Also, the removal mechanism and damage behavior of single crystal germanium materials were revealed combined with the double scratches stress field model. The results show that the material undergoes plastic deformation, ductile-brittle transition and brittle fracture under the variable load scratching, the critical depth of the ductile-brittle transition of the material under the double scratching reduces, and brittle removal is more likely to occur. The reduction of the scratch interval in constant load scratching will lead to an increase of brittle fracture of the material, which results in the increase of the fluctuation of scratch depth and residual depth curves during the second scratching, but the elastic recovery rate does not change. The reason for these phenomena is that double scratching will promote the maximum principal stress of the material near the scratch, and it increases as the scratch interval decreases, which will lead to the propagate and interaction of cracks, and eventually severe brittle fracture occurs.

**Key words:** single crystal germanium; double scratching; stress analysis; removal mechanism; damage behavior

**Foundation item:** Project(51765027) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (2018M20172203024) supported by the Analysis and Testing Fund of Kunming University of Technology, China

**Received date:** 2019-10-21; **Accepted date:** 2020-07-26

**Corresponding author:** YANG Xiao-jing; Tel: +86-13668718025; E-mail: xjyang@vip.sina.com

(编辑 李艳红)