第 48 卷第 1 期
2020 年 1 月

硅 酸 盐 学 报
JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY

Vol. 48，No. 1
January，2020

http://www.gxyb.cbpt.cnki.net

DOI：10.14062/j.issn.0454-5648.20190267

氧化镓晶体不同晶面的纳米力学性能

周 海，宋 放，韦嘉辉，李永康

(盐城工学院机械工程学院，江苏 盐城 224051)

摘 要：为了分析易解理的脆性氧化镓晶体的精密加工过程中材料去除机理，采用金刚石压头、G200 型纳米压痕仪，分别对氧化镓晶体的(100)和(010) 2 个主要晶面的纳米力学性能进行了试验研究。纳米压痕试验发现：2 个晶面都有“pop-in”现象，首次出现 pop-in 的载荷分别为：4.31 mN 和 5.42 mN。通过变载荷纳米划痕试验和 VK-X110 激光显微系统观测，发现 2 个晶面都有“pile-up”现象，刻划过程中期均出现了塑性域加工特征，(100)和(010)晶面的塑性域加工切削深度范围分别是 96.5~576.8 nm 和 84.6~421.6 nm。

关键词：氧化镓晶体；纳米压痕；纳米划痕；力学性能；塑性域加工
中图分类号：O731; TH161　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2020)01–0135–05
网络出版时间：2019–08–16

Nanomechanical Properties of β-Ga_2O_3 with Different Crystal Planes

ZHOU Hai, *SONG Fang*, *WEI Jiahui*, *LI Yongkang*
(School of Mechanical Engineering, Yancheng Institute of Technology, Yancheng 224051, Jiangsu, China)

Abstract: In order to analyze the material removal mechanism in the precision machining process of the cleavable brittle gallium oxide crystal, a diamond indenter was used in a model G200 nanoindenter to determine the nanomechanical properties of two main crystal faces (100) and (010) of β-Ga_2O_3, respectively. Based on the nanoindentation test, the crystal faces both have a "pop-in" phenomenon. The first pop-in loads are 4.31 mN and 5.42 mN, respectively. Based on the variable load nanoscratch test and atomic force microscopy, the crystal faces both have a “pile-up” phenomenon, and the plastic domain processing features appear in the middle of the scratching process. The scratching depths of the crystal faces are 96.5–576.8 nm and 84.6–421.6 nm, respectively

Keywords: gallium oxide crystal; nanoindenter; nanoscratch; nanomechanical properties; plastic domain processing

氧化镓(β-Ga_2O_3)作为新一代氧化物半导体材料，具有超宽禁带、高击穿电场强度、高紫外透过率、物化性质稳定等优点[1]，可广泛用于制作高压功率器件、深紫外光电器件、高亮度 LED 半导体器件等[2–3]，在军事、能源、医疗、环境等领域具有重要应用价值，市场潜力巨大[4]。氧化镓这些应用领域，都要求晶片达到无损伤的加工表面、且具备较高的形状精度[5]。虽然有陶绪堂等国内外许多材料专家对β-Ga_2O_3的生长技术进行了系统的研究[6–7]，但是目前对氧化镓超精密加工机理的研究还不够深入。主要原因是氧化镓属于易解理的硬脆材料，在磨削、研磨等精密加工过程中，容易产生划痕、解理坑、磨料嵌入等缺陷，所以氧化镓晶体是难加工材料[8]，也制约了氧化镓的应用与发展[9]。

β-Ga_2O_3 有 2 个主要晶面，即(100)和(010)晶面[10]，为了能够加工出晶格完整的氧化镓晶体表面，本工作通过纳米压痕划痕试验技术[11]，分别对 2 个晶面的氧化镓晶体，在金刚石压头作用下的压划过程进行试验研究，为氧化镓在磨削、研磨等精密加工中的表面裂纹、塑性变形、亚表面损伤层分析，获取重要的基础理论数据。

收稿日期：2019–05–19。　修订日期：2019–07–20。
基金项目：国家自然科学基金(51675457)项目。
第一作者：周 海(1965—)，男，博士，教授。

Received date: 2019–05–19.　**Revised date:** 2019–07–20.
First author: ZHOU Hai (1965–), male, Ph.D., Professor.
E-mail: zhouhai@ycit.cn；2313552440@qq.com

1 纳米力学性能试验

1.1 纳米压痕样品制备

实验所采用的 β-Ga_2O_3 晶体是通过导模法(Edge-defined film-fed growth)[12]制备的，晶片的尺寸为 5 mm×5 mm×1 mm。晶片经过研磨、化学机械抛光处理，加工后得到的晶体表面粗糙度，经过激光显微镜检测，分别为 5.1 和 4.8 nm，这样在后续的纳米压痕试验中，就可以基本排除氧化镓晶片本身因为表面形貌的凹坑、突起等引起的试验结果误差。分别对(100)和(010)晶面的氧化镓晶片进行纳米压痕试验。

1.2 试验设备

纳米压痕试验设备采用的是美国安捷伦科技有限公司的 G200 型纳米压痕仪，该设备整个测试流程均为全自动化，能有效提高测试数据的可靠性以及可重复性。与一般的纳米压痕仪所区别的是该设备在压入过程中全部自动扣除热漂移效应，使得测试结果更加真实可靠[13]。

试验采用高精度的 Berkovich 压头，使用热熔胶将晶片试样与纳米压痕仪试样台进行连接。通过原位观测压痕形貌。

1.3 纳米压痕试验方法

利用 G200 型纳米压痕仪对氧化镓晶体进行纳米压痕测试时，有 3 个过程：加载、保载和卸载，具体测试方法如下：

1) 以 10 nm/s 的速率使金刚石压头靠近晶片表面，当压头载荷突然增大时，表明压头已经接触到晶片表面；

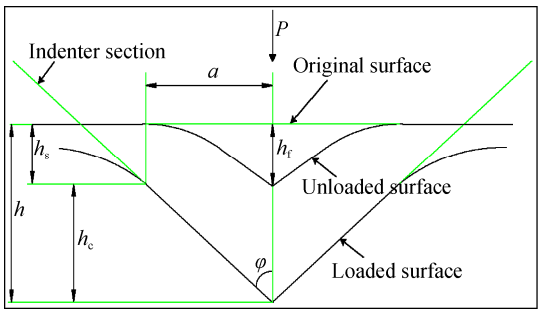
2) 加载：以恒速率方式，逐渐增大压头载荷，使每一次从开始加载，到最大载荷 P_{max}，所用时间是一样的，设定为 30 s；

3) 保载：保持 P_{max} 不变，时间 30 s，以消除晶体蠕变对压痕试验的影响；

4) 卸载：以恒速率方式逐渐卸除载荷，设定时间为 30 s。

以最大压入载荷 50 mN 共进行了的 12 组纳米压痕试验，最大压入深度 532.12 nm，每个试验点距离相隔 30 μm，超过压入深度的 25 倍，以保证试验点之间没有相互影响[14]。

压痕试验的卸载过程如图 1 所示。加载时在晶体表面形成的弹性变形得到恢复，塑性变形被保留，得到卸载后的压痕表面，可以由原子力显微镜(AFM)观测到。其中：P 为压入载荷；a 为压头的接触半径；h 为压入深度；h_s 为材料表面未接触压头部分的凹陷深度；h_c 为材料与压头的接触深度；h_f 为残余深度；φ为压头顶角二分之一的角度值，本试验中φ为 70.32°。



P—Indentation load; a—Contact radius of tip; h—Indentation depth of tip; h_s—Depth of indentation in the untouched tip portion of the material surface; h_f—Residual depth after unloading; h_c—Contact depth of material and tip; φ—Semi-cone angle of tip.

图 1 压痕卸载过程截面示意图

Fig. 1 Schematic diagram of the indentation unloading process

2 结果与讨论

2.1 纳米压痕曲线分析

图 2 是 β-Ga_2O_3 在最大载荷分别为 2、5、8、10、20 和 50 mN 时的纳米压痕测试载荷–压入深度(P–h)曲线。图 2a 是(100)晶面上的 P–h 曲线，图 2b 是(010)晶面上的 P–h 曲线。

从图 2a 和图 2b 可以看出，每个曲线由加载、保载和卸载 3 部分组成。同 1 个晶面，在不同的最大载荷加载条件下，加载曲线(Loading curves)能够较好地重合在一起，说明压痕试验过程中，试验仪器的精度很高，完全能够满足试验要求。

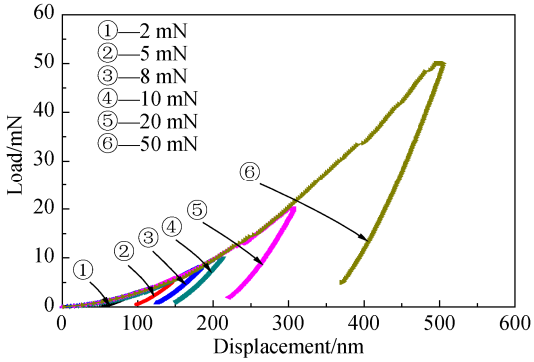
2.2 pop-in 现象分析

将图 2a 和图 2b 放大后，可以看出，β-Ga_2O_3 的(100)面和(010)面都出现了“pop-in”现象[15]，即当载荷达到一定程度时，在载荷基本不变的情况下压入深度突然增大。其局部放大图如图 3 所示。从图 3a 和图 3b 可以十分清晰地看出 pop-in 现象，3 条曲线发生此现象时的 pop-in 载荷 P_c 略有偏差。

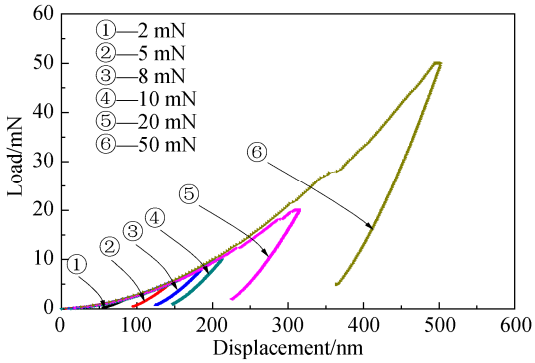
从图 3 还可以看出，两个面上首次发生 pop-in 时的 pop-in 载荷 P_c 并不相同，在(100)面上的 pop-in 载荷为(4.31±0.19) mN；在(010)面上的 pop-in 载荷为(5.42±0.17) mN。

2.3 pile-up 现象分析

通过 AFM 对压痕及周围表面形貌进行观察，当压痕载荷为 10 mN 时，AFM 记录的压痕底部凹陷见图 4a 所示。当压痕载荷为 100 mN 时，不仅压



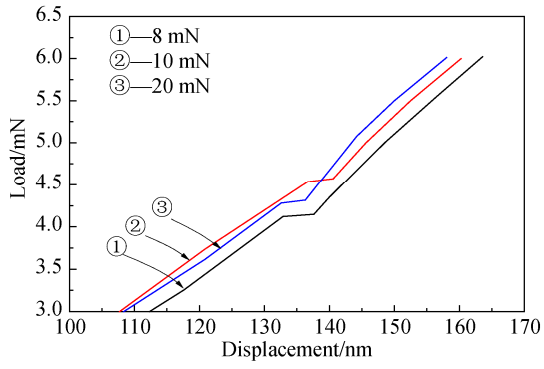
(a) (100) plane



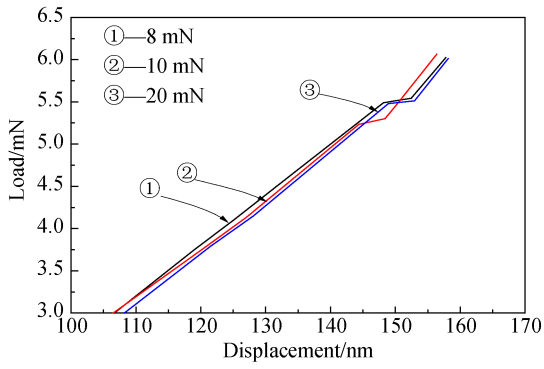
(b) (010) plane

图 2　(100)和(010)晶面的压痕载荷–压入深度曲线

Fig. 2　Indentation load–displacement curves of (100) and (010) crystal planes



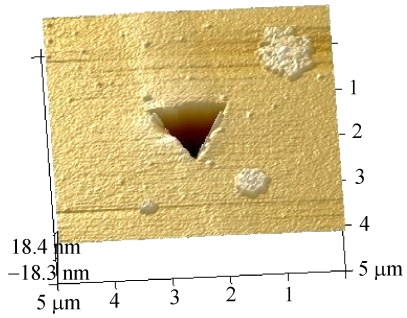
(a) (100) plane



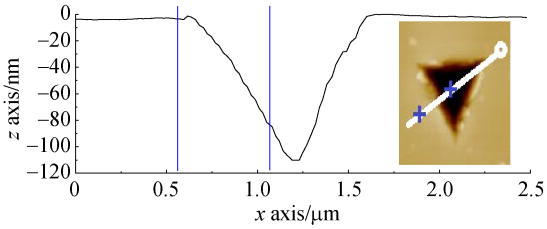
(b) (010) plane

图 3　首次出现 pop-in 时的载荷–位移曲线的局部放大图

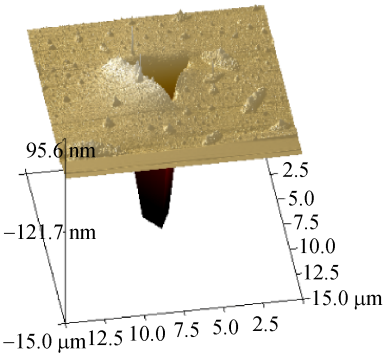
Fig. 3　Partially enlarged view of the load–displacement curves when the pop-in phenomenon first appears



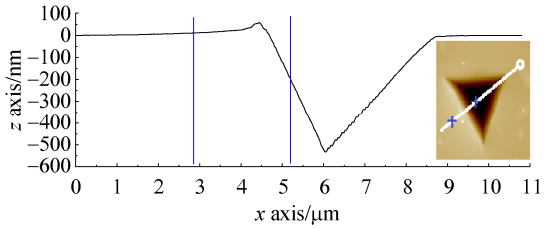
(a) 3D appearance of indentation at 10 mN



(b) Indentation section contour at 10 mN



(c) 3D appearance of indentation at 100 mN



(d) Indentation section contour at 100 mN

图 4　(100)面压痕表面的原子力显微形貌

Fig. 4　AFM images of the indentation of (100) plane

痕底部凹陷，压痕表面两侧还出现凸起(如图 4c 所示)。压痕截面轮廓如图 4b 和图 4d 所示。这表明氧化镓晶体在加载过程中出现 pile-up 现象[16]，即压痕周围出现了凸起现象。

2.4　弹塑性转变点的压入深度分析

为了获得氧化镓(100)和(010)晶面弹塑性转变点的临界切削深度[17]，进行了变载荷划痕试验。试验条件是：G200 型压痕仪，Cube-Corner 金刚石压头，最大载荷为 120 mN，划痕的长度 400 μm，每条划痕间距 100 μm。

图 5 为(100)和(010)面氧化镓晶体的变载荷划

痕试验结果，上部为划痕的原位形貌照片，下部是根据划痕压入的载荷位移曲线、划痕后的重复扫描曲线。可以对单颗粒金刚石动态作用下的材料变形行为准确划分为弹性变形区域、塑性变形区域和脆性断裂区域，并能获得临界转变点的载荷和对应的深度。

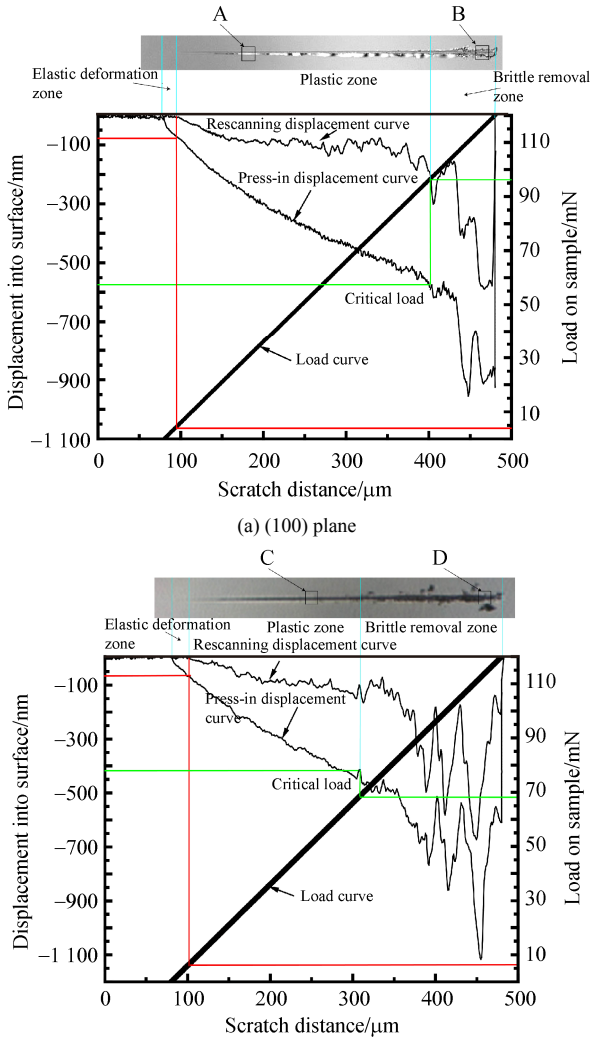


图 5 变载荷划痕曲线及原位照片

Fig. 5 Curves of variable load scratch test and *in situ* images

从图 5a 和图 5b 的左部可以看出，当压头开始加载的初始阶段，虽然压入深度开始下降，但是在零载荷的重复扫描位移曲线恢复到了原始的高度，即氧化镓只是发生了弹性变形；从图 5a 和图 5b 的中部可以看出，随着刻划载荷的继续增大，重复扫描的压入深度明显下降，此时氧化镓晶体开始由弹性变形向塑性变形转变，重复扫描的位移曲线不能恢复到原始高度；从图 5a 和图 5b 的右部可以看出，当载荷继续增加到一定值时，压入深度曲线出现剧烈的波动，即开始出现脆性断裂。

分析图 5a 可见，(100)面的氧化镓晶体，由弹性变形向塑性变形的临界载荷为 4.3 mN，与图 5a 的 pop-in 载荷值基本一致。对应的压入深度为 96.5 nm；由塑性变形向脆性断裂的临界载荷为 96.2 mN，对应的压入深度为 576.8 nm。图 5a 中 A 所示的是划痕的塑性变形区域，B 所示的是划痕的脆性断裂区域。经过 VK-X110 激光显微系统检测，如图 6a、图 6b 所示。

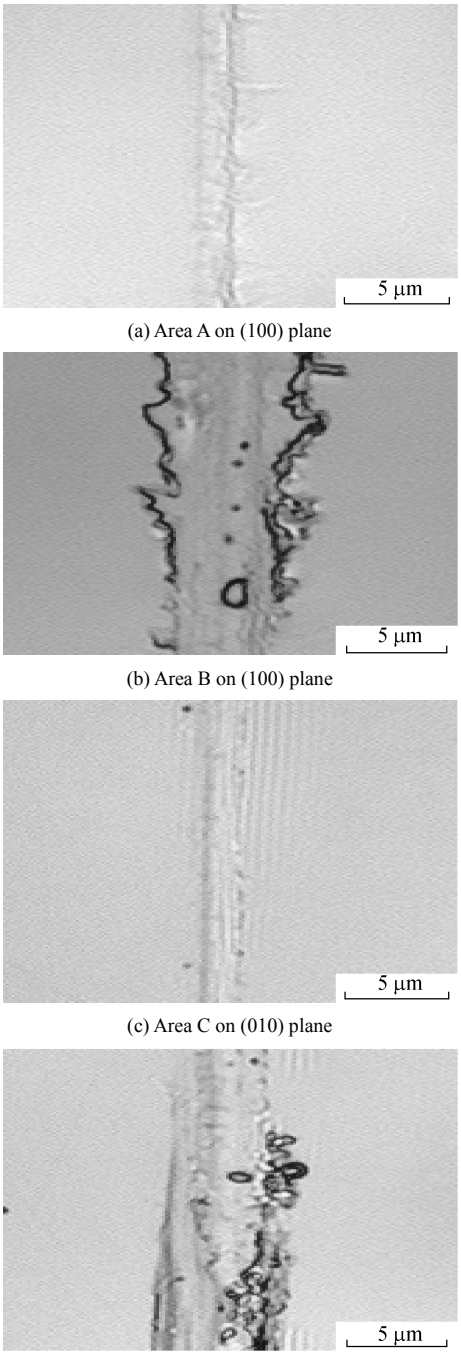


图 6 氧化镓晶体划痕不同局部区域的激光显微形貌

Fig. 6 Laser microscopic morphology of different localized regions of β-Ga_2O_3 crystal scratches

分析图 5b 可知，(010)面的氧化镓晶体，由弹性变形向塑性变形的临界载荷为 5.4 mN，与图 3b 的 pop-in 载荷值基本一致。对应的压入深度为 84.6 nm；由塑性变形向脆性断裂的临界载荷为 69.5 mN，对应的压入深度为 421.6 nm。图 5b 中 C 所示的是划痕的塑性变形区域，D 是划痕的脆性断裂区域。经过 VK-X110 激光显微系统检测，如图 6c、图 6d 所示。

因此，为了获得氧化镓的良好的加工效果，需要对于氧化镓进行塑性域加工，(100)面和(010)面的塑性域加工切削深度范围分别是 96.5~576.8 nm 和 84.6~421.6 nm。

3　结论

通过纳米压痕试验方法，对单晶 β-Ga_2O_3 的纳米机械性能进行分析，试验结果表明：

1) 2 个晶向的 β-Ga_2O_3 晶体都发生 pop-in 现象，(100)面和(010)面首次发生 pop-in 时的 pop-in 载荷分别为：(4.31±0.19) mN 和(5.42±0.17) mN。

2) 2 个晶向的氧化镓晶体在变载荷刻划过程中，分别经历了弹性变形、塑性变形和脆性断裂等阶段。当载荷超过弹性极限后，压痕划痕周边都会出现了 pile-up 现象。氧化镓在纳米尺度下的磨削、研磨等精密加工过程中，可以呈现塑性域加工。

3) 当(100)面氧化镓的切削深度在 96.5~576.8 nm、(010)面氧化镓的切削深度在 84.6~421.6 nm 范围时，才能实现表面质量良好的塑性域加工。

参考文献:

[1] SASAKI K, HIGASHIWAKI M, KURAMATA A, et al. Ga_2O_3 Schottky barrier diodes fabricated on single-crystal β-Ga_2O_3 substrates[J]. IEEE Electron Device Lett, 2013, 34(4): 493–495.

[2] GREEN A J, CHABAK K D, HELLER E R, et al. 3.8-MV/cm breakdown strength of MOVPE-grown Sn-doped, β-Ga_2O_3 MOSFETs[J]. IEEE Electron Device Lett, 2016, 37(7): 902–905.

[3] ENCARNACIÓN G. VÍLLORA, ARJOCA S, SHIMAMURA K, et al. β-Ga_2O_3 and single-crystal phosphors for high-brightness white LEDs and LDs, and β-Ga_2O_3 potential for next generation of power devices[J]. Proc SPIE Int Soc Opt Eng, 2014, 8987: 89871U (1–12).

[4] NIKOLAEV V I, MASLOV V, STEPANOV S I, et al. Growth and characterization of β-Ga_2O_3 crystals[J]. J Cryst Growth, 2017, 457: 132–136.

[5] ASGHAR K, QASIM M, NELABHOTLA D M, et al. Effect of surfactant and electrolyte on surface modification of c-plane GaN substrate using chemical mechanical planarization (CMP) process[J]. Colloids Surf A: Physicochem Eng Aspects, 2016, 497: 133–145.

[6] TAO Xutang. Bulk gallium oxide single crystal growth[J]. J Semicond, 2019, 40(1): 9–10.

[7] BALDINI M, GALAZKA Z, WAGNER G, et al. Recent progress in the growth of β-Ga_2O_3 for power electronics applications[J]. Mater Sci Semicond Process, 2017, 78(2): 132–146.

[8] GAO Shang, WU Yueqin, KANG Renke, et al. Nanogrinding induced surface and deformation mechanism of single crystal beta-Ga_2O_3[J]. Mater Sci Semicond Process, 2018, 79: 165–170.

[9] WU Yueqin, GAO Shang, HUANG Han, et al. The deformation pattern of single crystal β-Ga_2O_3 under nanoindentation[J]. Mater Sci Semicond Process, 2017: 71: 321–325.

[10] VÍLLORA Encarnación G, SHIMAMURA Kiyoshi, YOSHIKAWA Yukio, et al. Large-size β-Ga_2O_3, single crystals and wafers[J]. J Cryst Growth, 2004, 270(3/4): 420–426.

[11] 高岳毅, 张亚梅, 胡传林, 等. 用纳米压痕复合扫描电子显微镜分析水泥砂浆中单一组相的力学性能(英文)[J]. 硅酸盐学报, 2012, 40(11): 1559–1563.
GAO Yueyi, ZHANG Yamei, HU Chuanlin, et al. J Chin Ceram Soc, 2012, 40(11): 1559–1563.

[12] MU Wenxiang, JIA Zhitai, YIN Yanru, et al. High quality crystal growth and anisotropic physical characterization of β-Ga_2O_3 single crystals grown by EFG method[J]. J Alloy Compd, 2017: 714: 453–458.

[13] 柯瑞. 辐照/压痕载荷/表面图形化条件下蓝宝石单晶性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2014.
KE Rui. Research on properties of sapphire single crystal under irradiation/indentation load/surface patterning (in Chinese, dissertation). Harbin: Harbin Institute of Technology, 2014.

[14] QU Zhaoliang, ZHANG Qiang, HE Rujie, et al. Characterization of oxidation film on SiC ceramic substrate based on indentation method[J]. Ceram Int, 2016, 43(5): 4399–4404.

[15] GRUBER M, LEITNER A, KIENER D, et al. Incipient plasticity and surface damage in $LiTaO_3$, and $LiNbO_3$, single crystals[J]. Mater Des, 2018, 153: 221–231.

[16] YAO Weizhi, YOU J H. Berkovich nanoindentation study of monocrystalline tungsten: a crystal plasticity study ofsurface pile-up deformation[J]. Philos Mag, 2017, 97(17): 1418–1435.

[17] 徐连勇, 张舒婷, 荆洪阳, 等. Ag-GNSs/SnAgCu钎料纳米压痕变形行为研究[J]. 机械工程报, 2018, 54(8): 151–156.
XU Lianyong, ZHANG Shuting, JING Hongyang, et al. J Mech Eng (in Chinese), 2018, 54(8): 151–156.