文章编号:1674-2974(2024)04-0010-10 DOI:10.16339/j.cnki.hdxbzkb.2024165

氧化镓单晶的磨削材料去除机理和损伤演化研究

杨鑫,康仁科,任佳伟,李天润,高尚†
(大连理工大学 高性能精密制造全国重点实验室,辽宁 大连 116024)

摘 要:为了探究氧化镓单晶在磨削过程中材料去除机理和亚表面损伤演化规律,通过变切深纳米划痕试验模拟单颗磨粒去除材料的过程来探究磨削过程中的材料去除机理,使用粒度分别为SD600、SD1500和SD5000的金刚石砂轮对氧化镓单晶进行磨削试验,分析磨削表面形貌和亚表面的损伤演化规律.使用扫描电子显微镜和透射电子显微镜作为主要表征手段,采用有限元法分析划痕过程中的应力分布.研究结果表明,氧化镓单晶在材料去除过程中沿不同晶向扩展的交错滑移带可能导致不规则的破碎坑,取向裂纹受到(-3-10)滑移面的严重影响.随着砂轮粒径的减小,磨削表面形貌表现为破碎坑和取向裂纹主导的脆性表面逐渐演化为完全塑性表面.

关键词:半导体材料;磨削;氧化镓单晶;纳米划痕;亚表面损伤
中图分类号:TN305 **文献标志码**:A

Study on Material Removal Mechanism and Damage Evolution of Monocrystalline Gallium Oxide in Grinding Process

YANG Xin, KANG Renke, REN Jiawei, LI Tianrun, GAO Shang†
(State Key Laboratory of High-performance Precision Manufacturing, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: To investigate the material removal mechanism and the subsurface damage evolution of monocrystalline gallium oxide, a systematic study was conducted by experimental methods. Firstly, the variable-depth nano-scratching test was used to simulate the material removal process of single grit and explore the material removal mechanism in the grinding process. Subsequently, the diamond grinding wheels with mesh sizes of SD600, SD1500, and SD5000 were used to carry out the grinding tests on the monocrystalline gallium oxide and to analyze the morphology of the ground surface and the evolution of subsurface damage. Scanning electron microscope and transmission electron microscope were used as the primary means of characterization, and the stress distribution during the scratching process was analyzed with the finite element method. The results indicate that the cross-acting slip band with multi-directions may lead to irregular fracture pits, and the orientation cracks were greatly affected by the (-3-10) plane of the monocrystalline gallium oxide. The grinding experiments reveal that the ground morphology, characterized by a brittle removal surface dominated by fracture pits and orientation cracks, gradually evolved into a completely plastic removal surface with the decrease of mesh sizes.

* **收稿日期**:2023-10-14
基金项目:国家重点研发计划资助项目(2022YFB3605902),National Key Research and Development Program of China(2022YFB3605902);国家自然科学基金资助项目(51975091,51991372),National Natural Science Foundation of China(51975091,51991372)
作者简介:杨鑫(1994—),男,河南安阳人,大连理工大学博士研究生
† 通信联系人,E-mail: gaoshang@dlut.edu.cn

Key words: semiconductor materials; grinding; monocrystalline gallium oxide; nanoscratch; subsurface damage

半导体材料是支撑现代信息社会的基石和促进高技术发展的先导,也是国防科技与信息化产业发展的保障,自Si基半导体问世以来,半导体产业得到了迅猛的发展[1].迄今为止,半导体材料已经经历了三代:通常把Si、Ge等称为第一代半导体,把诸如GaAs、InP等Ⅲ~Ⅴ族化合物称为第二代半导体,而把近些年发展起来的GaN、SiC、Ga_2O_3及金刚石等宽禁带/超宽禁带(E_g>2.3 eV)半导体称为第三代半导体[2-4].其中,Ga_2O_3是一种具有超宽禁带的新型半导体材料,其禁带宽度达到了4.8 eV,并且由于其具备优越的物理化学性能,是作为高温、高压、大功率、高腐蚀等极端环境下工作器件的理想材料[5-6].另外,其独特的"日盲"特性(波长小于285 nm)使其成为UV探测器的优选材料,在军事探测、区域通信、光电设备等领域有长远的发展前景[7-8].

β-Ga_2O_3是氧化镓单晶中热力学性能最稳定的一种晶态,属于单斜系C_2/m空间群的晶体材料.另外,由于β-Ga_2O_3的(100)、(001)等晶面面间距离较大,原子间结合力较弱,因此,其面间极易发生解理现象,是典型的难加工材料[9-11].目前国内外学者对于β-Ga_2O_3单晶的加工过程进行了探索,龚凯等[12-13]使用丝绸、毛料、砂纸、锡盘和W1.5游离磨料等制作的研磨垫对氧化镓晶片进行了研磨试验,证明了研磨垫的硬度会影响表层材料解理,其中锡盘造成的解理现象最严重,软质研磨垫可以抑制加工过程的解理现象,但去除率较小.Gao等[14]研究了不同粒度砂轮磨削氧化镓晶片的亚表面损伤特征,分析了表面/亚表面损伤随磨粒切削深度的变化规律,建立了氧化镓晶片的磨削损伤模型.黄传锦等[15]通过使用水基和油基研磨液探究了研磨工艺对β-Ga_2O_3晶体(100)晶面的作用机理,研究结果表明使用水基研磨液,晶体表面存在大量的解理台阶,属于脆性去除,随后使用油基研磨液进行试验后解理台阶被完全去除,晶体表面只存在部分微划痕.Hoshikawa等[16-17]研究了氧化镓晶片(001)面和(100)面的游离磨料研磨工艺,对比了两晶面的加工性能和成品率,结果表明,研磨氧化镓晶片的(001)面和(100)面时,相同加工条件下,(001)晶面的表面质量和成品率均优于(100)晶面,说明(100)晶面解理性更强.Blevins等[18]对氧化镓晶片研磨和抛光工艺过程中研磨/抛光液和研磨/抛光垫等进行了优化,得到了使用20 μm刚玉磨料研磨液和铸铁研磨盘粗磨、1 μm刚玉磨料研磨液和铅质研磨盘精磨、碱性硅溶胶抛光液和毛毡抛光垫抛光的加工工艺路线.Lee等[19]研究了研磨盘沟槽密度(沟槽宽度/沟槽间距)对晶片表面质量和材料去除率的影响,结果表明研磨盘的沟槽密度对研磨过程中的液膜厚度和流体状态有直接的影响,为了提高研磨晶片的表面质量和材料去除率,需要增大研磨盘的沟槽宽度.

总结上述研究现状不难发现,国内外学者对氧化镓单晶加工工艺的研究主要集中在研磨工艺上,但研磨工艺极易造成氧化镓单晶的解理,虽然上述学者通过使用不同研磨垫与研磨液等方法取得了一些成果,但无法解决研磨工艺导致氧化镓单晶解理的问题.近年来,基于工件旋转法的超精密磨削工艺广泛应用于半导体晶片的加工,能够稳定地去除材料并获得较高的表面完整性[1].通过前期研究,发现工件旋转法磨削工艺能够有效地抑制氧化镓单晶的解理现象[20-21],是一种高质高效的加工方法,但目前针对氧化镓单晶磨削特性尚不清晰.因此,为了满足高性能半导体器件制造对高精度高质量氧化镓晶片的超精密加工要求,有必要对新一代半导体材料氧化镓单晶的磨削表面材料去除机理和损伤演化规律进行系统研究.为此,本文通过变切深纳米划痕试验和磨削试验对氧化镓单晶的微观材料去除机理和损伤演化规律等进行了系统研究.

1　研究方案

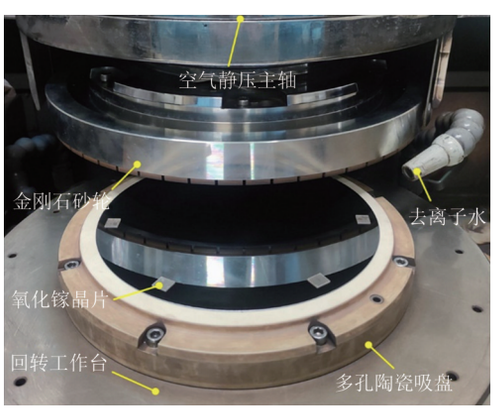
为了探究氧化镓单晶磨削表面材料去除机理和损伤演化规律,选择氧化镓单晶(-201)面作为试验晶面,试验样品的尺寸为10 mm×10 mm×0.68 mm,表面经过化学机械抛光处理,表面粗糙度R_a小于1 nm.纳米划痕法是一种能够模拟金刚石磨粒与工件之间相互作用的试验方法,已经广泛应用于研究各种半导体材料的去除与变形特性,本文通过变切

深纳米划痕试验探究氧化镓单晶的表面材料去除机理,试验在Hysitron Ti 950型微/纳米力学测试系统上进行,压头选择玻氏压头,压头尖端刃圆半径为600 nm,划痕模式为变切深划痕,划痕方向为棱朝前.纳米划痕试验参数如表1所示.磨削试验在工件旋转法的Okamoto VG401 MKⅡ型超精密磨床上进行,该磨床装备有空气静压主轴,能够实现高精度的回转和进给.VG401 MKⅡ型超精密磨床及磨削原理示意图如图1所示.磨削砂轮采用Asahi Diamond Industrial公司的金刚石砂轮,粒度分别为SD600、SD1500以及SD5000,冷却方式为去离子水冷却,为了反映氧化镓单晶在不同粒度砂轮下的磨削特性,本文不进行光磨,磨削试验参数如表2所示.

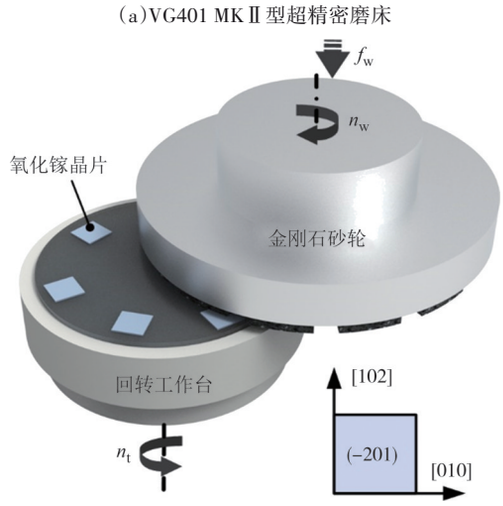
表1 纳米划痕试验参数

Tab.1 Nanoscratch test parameters

试验参数	数值
划痕方向	(-201)/[010]
预扫载荷/(m·N)	0.1
最大载荷/(m·N)	60
划痕速度/(μm·s^{-1})	2
划痕长度/μm	200



(a)VG401 MKⅡ型超精密磨床



(b)工件旋转法磨削原理示意图

图1 VG401 MKⅡ型超精密磨床及磨削原理示意图

Fig.1 Schematic of VG401 MK Ⅱ ultra precision grinding machine and grinding principle

表2 磨削试验参数

Tab.2 Grinding test parameters

试验参数	数值
砂轮粒度	SD600、SD1500、SD5000
砂轮转速n_w/(r·min^{-1})	2 399
工作台转速n_t/(r·min^{-1})	120
进给速度f_w/(μm·min^{-1})	5
光磨时间t/s	0
去离子水流量q_v/(L·min^{-1})	7.5

通过多种方法对氧化镓单晶试样表面及亚表面进行表征.使用JEOL JSM-7610 Plus型扫描电子显微镜(SEM)观察磨削和划痕表面形貌;通过Zygo NewView 9000型三维表面轮廓仪对磨削表面粗糙度和三维形貌进行测量;使用FEI Helios G4 UX型双束聚焦离子束(FIB)-SEM制备透射电子显微镜样品并通过FEI Tecnai F20型透射电子显微镜对样品截面进行TEM观察,为了保护磨削表面不被破坏,制备样品前在相应位置沉积一层Pt.

2 结果与讨论

2.1 材料微观去除机理

由于磨削过程是大量磨粒共同参与去除材料,磨粒之间不免会互相影响,为了分析氧化镓单晶在磨削过程中的材料微观去除机理,本文通过变切深纳米划痕试验得到划痕表面整体形貌,如图2所示.划痕深度由浅至深选取4个区域进行具体分析,分别如图3~图6所示.在划痕初始阶段,可以发现划痕内未见裂纹、破碎等损伤,划痕槽内较为光滑,表现为典型的塑性去除,如图3(b)所示.产生的切屑主要为图3(c)和图3(d)所示在划痕边缘的带状切屑,说明此时材料去除过程较为稳定,但需要注意的是在图3(c)中划痕的下侧发现了数个微小的破碎坑和微裂纹,破碎坑和微裂纹的出现表示划痕内部已经开始发生断裂;随着压入载荷的增加,划痕中段1的材料去除特征逐渐发生变化[图4(a)],带状切屑逐渐转变为块状崩碎切屑,且大量分布在划痕两侧,图4(b)、图4(c)和图4(d)中均能明显观察到该现

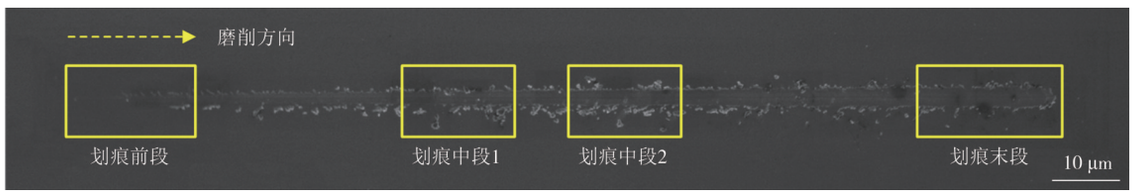
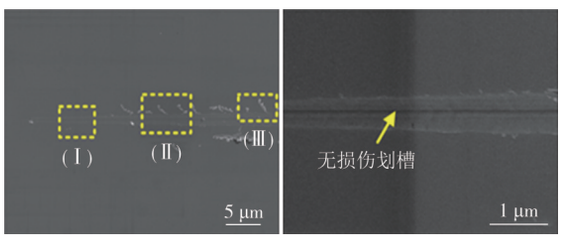
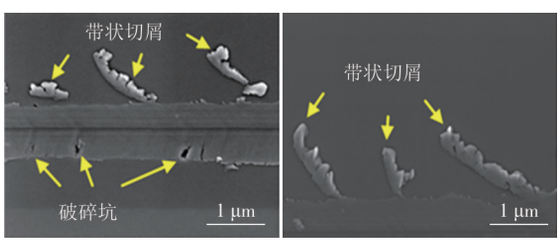


图 2　氧化镓单晶纳米划痕表面整体形貌

Fig.2　Overall morphology of monocrystalline gallium oxide in nanoscratch



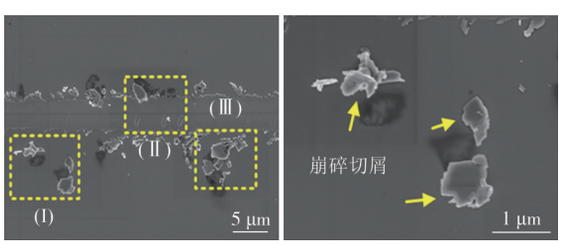
(a)划痕前段整体形貌　　(b)划痕前段区域Ⅰ



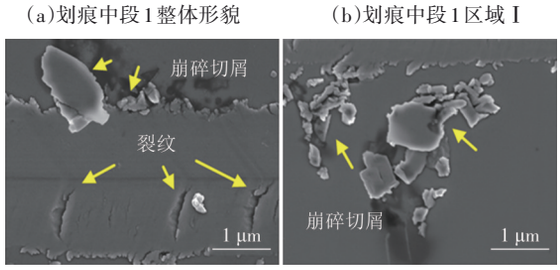
(c)划痕前段区域Ⅱ　　(d)划痕前段区域Ⅲ

图 3　氧化镓单晶纳米划痕表面前段形貌

Fig.3　Morphology of monocrystalline gallium oxide in nanoscratch front section



(a)划痕中段1整体形貌　　(b)划痕中段1区域Ⅰ

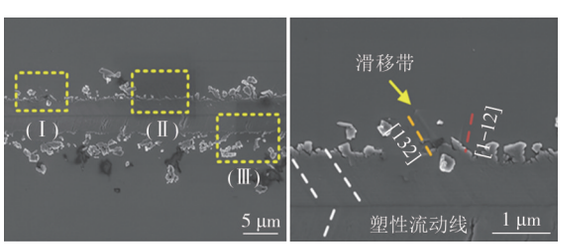


(c)划痕中段1区域Ⅱ　　(d)划痕中段1区域Ⅲ

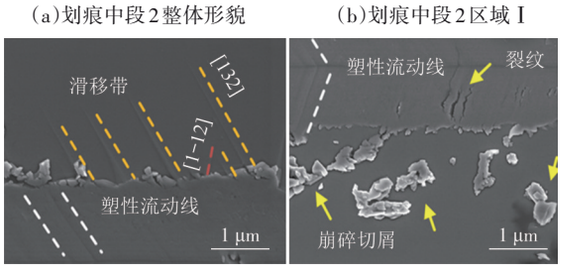
图 4　氧化镓单晶纳米划痕表面中段1形貌

Fig.4　Morphology of monocrystalline gallium oxide in nanoscratch midsection 1

象,其中图4(c)中的划痕下侧发现了具有明显取向的裂纹,开裂程度大于图3(c)中的破碎坑.由图5(a)(b)可知,划痕外侧发现沿[132]向和沿[1-12]向的滑移带,同时在该区域内发现了划痕槽内的塑性流动线.当载荷持续增加时,由图5(c)可知,开始出现大量沿[132]向的滑移带,滑移带密度明显增加.另外,在划痕下侧发现了取向裂纹,如图5(d)所示,取向与图4(c)中发现的裂纹一致,同时,在划痕外侧观察到大量的崩碎切屑分布在划痕周围,表明此时的材料去除模式为脆性去除.划痕末段的材料去除特征如图6所示,可以发现更多的滑移带被激活,即可观察到[132]向、[1-12]向和[112]向的滑移带;由于压入载荷的增加,划痕末段滑移带的扩展长度也在明显增加,同时槽内塑性流动线的密度也明显增加,另外不可忽略的是在划痕末段压头锥角处存在一条长裂纹,裂纹取向与[132]向的滑移带一致,根据我们之前的研究结果[22],对于氧化镓单晶,剧烈的滑移会导致裂纹沿滑移带扩展,在本文中由于压头棱角处应力集中最强烈,因此裂纹在此处扩展.



(a)划痕中段2整体形貌　　(b)划痕中段2区域Ⅰ

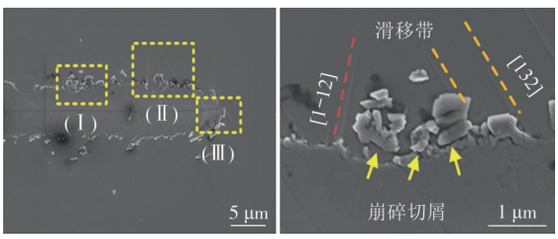


(c)划痕中段2区域Ⅱ　　(d)划痕中段2区域Ⅲ

图 5　氧化镓单晶纳米划痕表面中段2形貌

Fig.5　Morphology of monocrystalline gallium oxide in nanoscratch midsection 2

综合上述纳米划痕的试验结果可以发现,随着压入载荷的不断增加,具有明显取向的裂纹出现于划痕内,随后在划痕边缘和内部分别发现多个方向的滑移带和塑性流动线,最终在划痕末段发现沿滑移带扩展的长裂纹.



(a)划痕末段整体形貌 (b)划痕末段区域Ⅰ

(c)划痕末段区域Ⅱ (d)划痕末段区域Ⅲ

图6 氧化镓单晶纳米划痕表面末段形貌

Fig.6 Morphology of monocrystalline gallium oxide in nanoscratch end section

通过观察氧化镓单晶纳米划痕表面形貌不难发现,具有明显取向的裂纹在划痕前段至末段均有分布,而滑移带则分布在划痕的中后段,为了解释该现象,需要结合氧化镓单晶的晶体结构对划痕过程进一步分析.对于单斜晶系的氧化镓单晶,Yamaguchi等[23-24]的研究表明,晶面(−201)、(101)、(−310)及(−3−10)是其密排面,晶体结构容易沿这些平面发生滑移,其中(−201)面和(101)面分别垂直于(010)面且与[010]向共面,而(−310)面和(−3−10)面均垂直于(001)面并分别与(−201)面相交,如图7所示.结合本文试验条件,(−310)面和(−3−10)面是最容易在(−201)面产生滑移裂纹的晶面,通过进一步的分析,发现划痕中的裂纹扩展方向与[010]向的夹角约为57°~62°,与理论值58°较为接近,说明在(−201)面纳米划痕中发现裂纹是由(−3−10)面产生扩展的,但需要说明的是取向裂纹只在划痕单侧产生主要与划痕过程中压头偏转与压头斜棱的应力集中相关,该内容将在下文进行具体讨论.另外,在划痕边缘发现多个方向的滑移带,这是由于单晶氧化镓(−201)面具有特殊的原子排布,该部分内容在我们前期工作中有详细讨论[22],本文不再赘述.

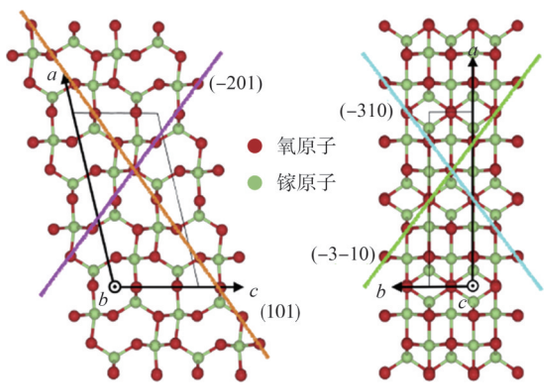
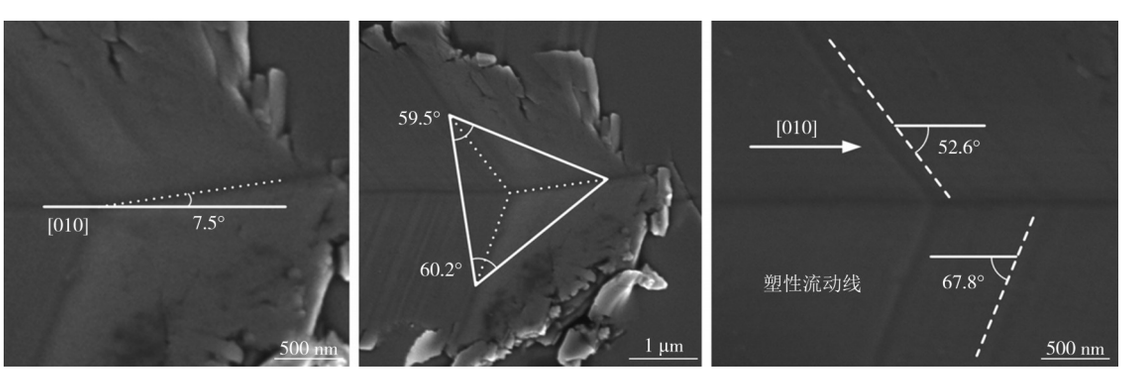


图7 氧化镓单晶密排晶面位置关系[23]

Fig.7 Position relationship of closely arranged crystal planes in monocrystalline gallium oxide[23]

图8为纳米划痕末段玻氏压头位置和塑性流动线.由图8(a)可知,划痕过程并未严格按照棱朝前进行,压头前棱与划痕方向[010]向存在7.5°的夹角.需要说明的是,试验中使用的玻氏压头尖端形状为正三棱锥,因此反映到划痕上的形貌应该是正三角形,结合划痕槽内的塑性流动线和前棱痕迹进一步地将划痕末段的划痕形貌通过连线补充完整.由图8(b)可知,组成的图形约为正三角形,这说明划痕槽内塑性流动线的形成受到划痕过程中压头划动姿态的影响.在压头划擦材料的过程中,施加到压头上的法向力会在接触表面上产生切向力并在压头前端不断累积,并随法向载荷和切入深度的增加而增加,该过程加剧了压头前端材料的塑性变形.随着压头的持续深入,势能不断被储存并以动能的形式被释



(a)玻氏压头偏转角度 (b)压头在划痕末端的位置 (c)划痕槽内塑性流动线

图8 纳米划痕末段玻氏压头位置和塑性流动线

Fig.8 Position of the Berkovich indenter and the plastic flow line at the end section of nanoscratch groove

放,该过程将会导致压头产生周期性的滑动现象[25],该机制导致了划痕内的塑性流动线.另外,在纳米划痕过程中由于压头的前棱无法实现理想的完全朝前,因此两侧的斜棱与划痕方向也会存在一定角度,该角度同样会反映到划痕过程中,如图8(c)中槽内塑性流动线所示,在本文中分别为52.6°和67.8°,与图8(b)中的压头位置是一致的,这也进一步证明了划痕槽内塑性流动线的形成机制与玻氏压头相关.

结合上文进行分析,由于压头前棱存在一定角度的偏转,导致划痕两侧的材料去除特征有所差异.为了进一步分析划痕过程,通过有限元方法建立划痕过程中压头前棱偏转和未偏转2种有限元模型并对划痕过程中的应力分布进行仿真.纳米划痕过程中压头未偏转时的应力分布如图9所示,由图9可知,无论在划痕表面还是在划痕亚表面,压头两侧的应力呈现对称分布.纳米划痕过程中压头偏转时的应力分布如图10所示,由图10可知,当压头前棱存在7.5°偏转时,虽然压头两侧与材料均有接触,但压头偏转侧的表面及亚表面应力分布明显大于另一侧,同时压头接触面上的应力分布也有显著差异,偏转侧的压头接触面由于承担了更多的材料去除,所以表现出更大的应力值.对于氧化镓单晶而言,由于其具有对称性较差的单斜结构,所以应力分布的差异导致划痕两侧呈现不同的材料变形特征,具体表现为沿(-3-10)面扩展的裂纹率先被诱导产生于压头偏斜侧,伴随着能量的不断累积与释放以及压头偏斜侧的应力集中,裂纹开始反复出现,如图3(c)、图4(c)和图5(d)所示.而划痕另一侧由于受到的应力较小,通过不断累积后多方向的滑移带率先被激活,如图5(c)和图6(c)所示,直到划痕末段在压头前棱应力集中的作用下产生了沿[132]向的裂纹,如图6(d)所示.

综上所述,在变切深纳米划痕过程中,随着压入载荷的不断增加,破碎坑、裂纹、塑性流动线以及多方向滑移带均被发现且在划痕前段就出现了材料破碎现象,说明氧化镓单晶在划痕过程中极易产生损伤,损伤行为较单晶硅[26]、碳化硅[27]以及氮化镓[28]等有明显的不同.

2.2　磨削表面材料去除特征

为了探究氧化镓单晶在不同磨削条件下材料去除特征,使用不同粒度的金刚石砂轮进行磨削试验.SD600、SD1500及SD5000砂轮磨削氧化镓单晶表面形貌分别如图11、图12及图13所示.当使用SD600砂轮进行磨削时,发现大量裂纹及不规则的破碎坑

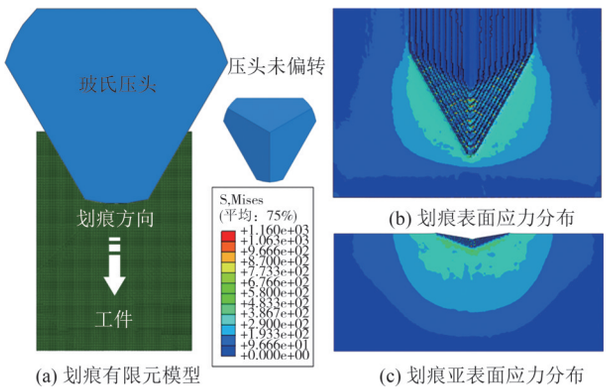


图9　纳米划痕过程中压头未偏转时的应力分布

Fig.9　Stress distribution in the nanoscratching when the indenter is not deflected

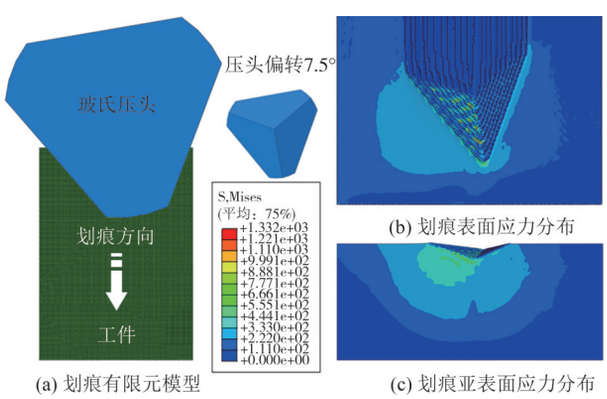
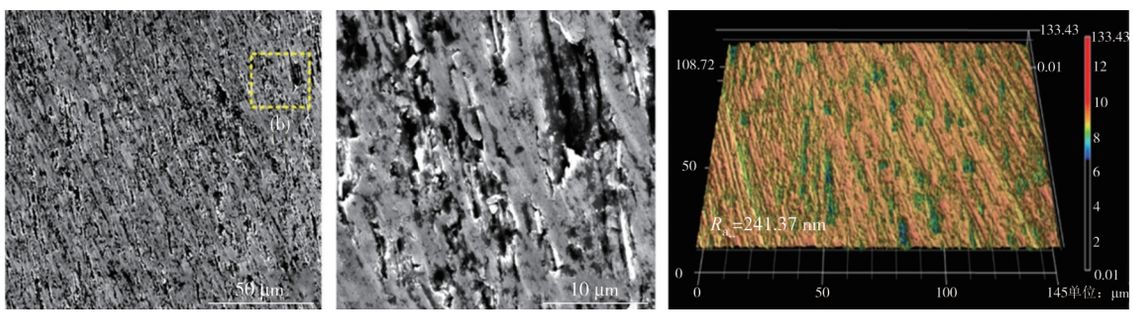


图10　纳米划痕过程中压头偏转时的应力分布

Fig.10　Stress distribution in the nanoscratching when the indenter is deflected

分布在磨削表面,几乎不存在连续表面,如图11(a)和图11(b)所示,表现出明显的脆性去除特征,脆性断裂主导了此时的材料去除.由如图11(c)可知,该磨削表面存在大量裂纹沿同一方向扩展且与磨纹方向存在一定角度,说明这些裂纹的扩展存在明显的取向性,此时磨削表面粗糙度R_a为241.37 nm.SD1500砂轮磨削表面形貌如图12(a)所示,此时磨削表面的不规则破碎现象明显减少,虽然依然能够观察到深划痕、裂纹等表面损伤,但该磨削表面不再完全由脆性断裂主导[29],如图12(b)所示,能够清楚地观察到开始出现材料塑性流动痕迹,表明此时的磨削表面开始由完全脆性去除逐渐转变为部分塑性去除.在磨削工艺参数保持一致的前提下,由于磨粒粒径的减小,磨粒切削深度随之减小,所以表面磨纹深度也逐渐减小且磨纹密度增大,此时磨削表面粗糙度R_a相较于SD600砂轮的磨削表面有明显下降,为58.13 nm.但与SD600砂轮磨削表面相似的是该表面存在的裂纹也表现出明显的取向性,如图12(b)所示.使用SD5000砂轮的

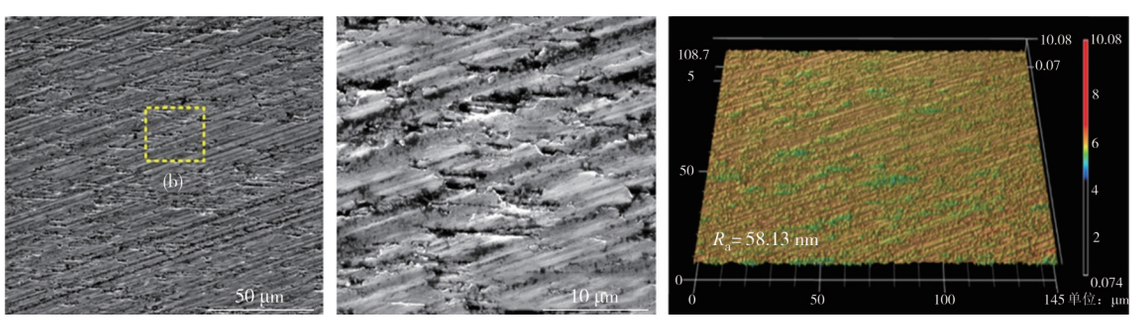
磨削表面形貌如图13(a)所示.可以发现表面不存在任何破碎、裂纹等损伤,表现为完全塑性去除表面.选取局部区域进行放大观察,如图13(b)所示,能够观察到该表面只存在均匀分布的浅磨纹,磨削表面质量最好,其三维表面形貌如图13(c)所示,同样可以发现整个磨削表面材料去除较为均匀,未观察到类似于SD600和SD1500砂轮磨削表面具有的取向裂纹,此时表面粗糙度R_a为2.06 nm,远小于前两者.



(a)SD600砂轮磨削表面 (b)磨削表面局部放大 (c)磨削表面粗糙度

图11 SD600砂轮磨削氧化镓单晶表面形貌

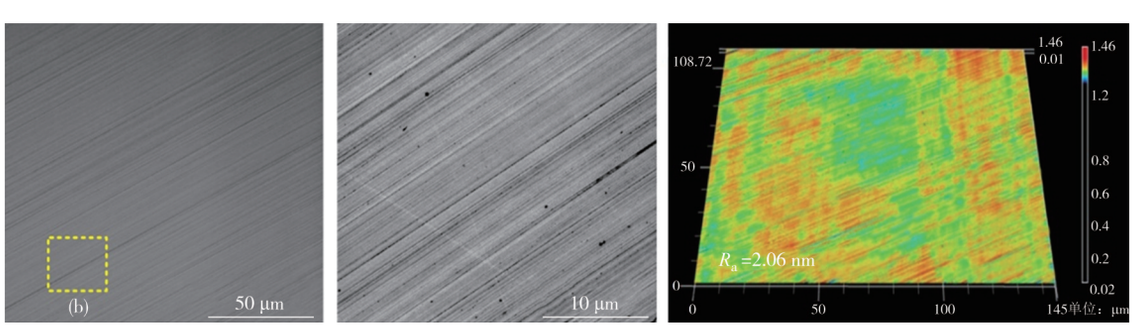
Fig.11 Surface morphology of monocrystalline gallium oxide ground by SD600 grinding wheel



(a)SD1500砂轮磨削表面 (b)磨削表面局部放大 (c)磨削表面粗糙度

图12 SD1500砂轮磨削氧化镓单晶表面形貌

Fig.12 Surface morphology of monocrystalline gallium oxide ground by SD1500 grinding wheel



(a)SD5000砂轮磨削表面 (b)磨削表面局部放大 (c)磨削表面粗糙度

图13 SD5000砂轮磨削氧化镓单晶表面形貌

Fig.13 Surface morphology of monocrystalline gallium oxide ground by SD5000 grinding wheel

综上所述,随着磨粒粒径减小,氧化镓单晶的磨削表面逐渐由全脆性表面转变为部分塑性表面,最后实现全塑性去除表面,磨削表面形貌表现为大量的破碎坑和取向裂纹等表面损伤逐渐过渡为均匀分布的浅磨纹,并且表面粗糙度显著降低,说明采用细粒度砂轮对氧化镓单晶进行磨削能够有效地抑制表面损伤,从而实现高质量的磨削加工.

当磨削过程中氧化镓单晶的表面存在脆性断裂时,磨削表面存在大量的破碎坑以及具有取向的裂纹,即使是使用SD1500砂轮进行磨削时,这种现象依然存在,这与传统的半导体材料单晶硅等的磨削特征具有显著的不同,这说明氧化镓单晶在加工过程中极易发生磨削损伤,与变切深纳米划痕试验结果是一致的.结合纳米划痕的试验结果,不难分析

出当氧化镓单晶处于脆性磨削状态时,磨粒的切削作用和多方向滑移带的相互交错将主导材料去除,在这个过程中,由于滑移带之间剧烈的相互作用,大量材料将以崩碎切屑的形式被去除,并留下大量不规则的破碎坑[27],同时,受到磨削过程中复杂应力的影响,沿(-3-10)面扩展的裂纹也可能会扩展至磨削表面形成取向裂纹,如图 11 所示.随着砂轮粒径和磨粒切深的减小,滑移带的交错作用逐渐减弱,此时磨削表面的不规则破碎坑明显减少,但此时依然受到沿(-3-10)面扩展裂纹的影响,磨削表面的裂纹依然表现出明显的取向性,如图 12 所示,此时磨削表面属于部分塑性去除.随着磨粒粒径和磨粒切深的进一步减小,磨削表面处于完全塑性去除,此时磨削表面观察不到明显的损伤,如图 13 所示.

2.3　磨削亚表面损伤演化规律

使用TEM对SD600、SD1500及SD5000砂轮磨削亚表面进行观测,通过选区电子衍射(Selected Area Electron Diffraction, SAED)判断氧化镓单晶基体的晶体质量.图 14 为SD600砂轮磨削氧化镓单晶亚表面损伤,由图 14 右下角SAED可知,SAED表现为明亮的、排列有序的衍射斑点,说明氧化镓单晶质量较好,所以观察到的亚表面损伤均由磨削工艺导致[30-31].由图 14 可知,亚表面损伤较为剧烈,近磨削

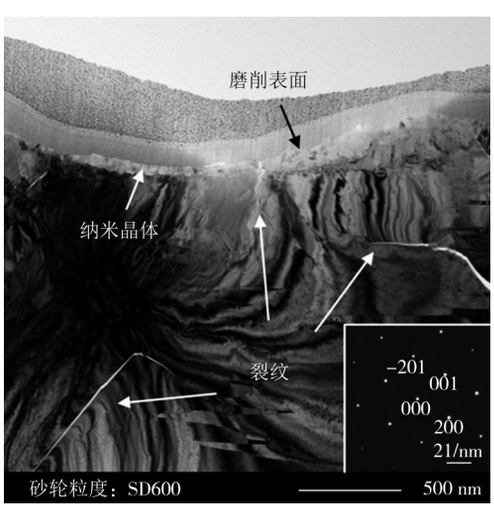


图 14　SD600砂轮磨削氧化镓单晶亚表面损伤

Fig.14　Subsurface damage of monocrystalline gallium oxide ground by SD600 grinding wheel

表面存在厚度不均匀的纳米晶体;另外在表面和亚表面均发现了裂纹,随着磨削加工的持续进行,亚表面的裂纹扩展至磨削表面导致氧化镓单晶的脆性断裂.SD1500砂轮磨削氧化镓单晶亚表面损伤如图 15 所示,可以发现,亚表面的损伤行为较SD600磨削亚表面有了明显减小,选区内未观察到明显的裂纹,近磨削表面依然能观察到纳米晶体,同时还能观察到大量平行分布的滑移带由纳米晶体层底部向基体扩展.

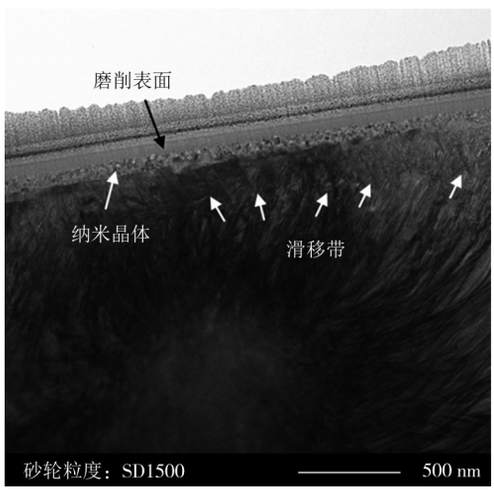


图 15　SD1500砂轮磨削氧化镓单晶亚表面损伤

Fig.15　Subsurface damage of monocrystalline gallium oxide ground by SD1500 grinding wheel

图 16 为SD5000砂轮磨削氧化镓单晶亚表面损伤.由图 16 可知,亚表面损伤深度较前两者有所降低,近磨削表面区域的纳米晶层依然存在,对虚线框的部分进行高分辨透射电子显微镜(High Resolution Transmission Electron Microscopy, HRTEM)分析可以发现,在远离磨削表面的区域存在层错现象.综上所述,随着磨粒粒径的减小,氧化镓单晶的磨削亚表面损伤深度也在逐渐减小.磨削过程中的损伤演化规

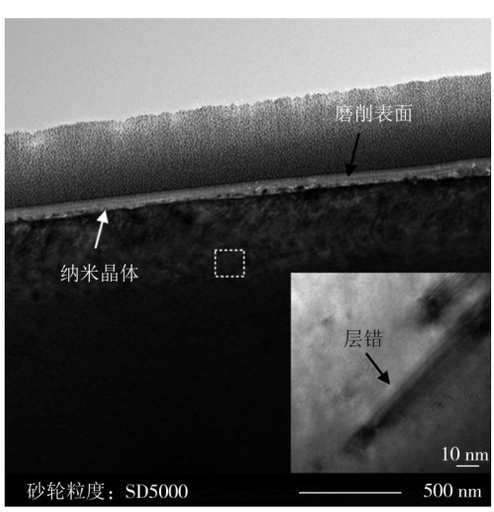


图 16　SD5000砂轮磨削氧化镓单晶亚表面损伤

Fig.16　Subsurface damage of monocrystalline gallium oxide ground by SD5000 grinding wheel

律表现为:脆性域磨削阶段的裂纹和纳米晶体,脆-塑转变阶段的滑移带和纳米晶体,塑性域磨削阶段的层错和纳米晶体.

3 结 论

为了探究氧化镓单晶磨削表面材料去除机理和亚表面损伤演化规律,通过变切深纳米划痕试验和磨削试验进行了系统研究,结合透射电子显微镜分析了磨削亚表面变形特征和损伤演化,结论如下:

1)通过纳米划痕试验发现氧化镓单晶在材料去除过程中极易发生损伤,与单晶硅、碳化硅及氮化镓等半导体材料有明显的不同,沿晶向[112]、[1-12]及[132]等扩展的滑移带交错作用导致磨削表面产生不规则破碎坑,划痕过程中具有明显取向的裂纹受到单晶氧化镓(-3-10)滑移面的严重影响.

2)通过磨削试验发现随着砂轮粒径的减小,磨削表面表现出不同的形貌特征,使用SD600砂轮进行磨削时,磨削表面存在大量破碎坑及取向裂纹,整体表现为脆性去除,表面粗糙度 R_a=241.37 nm. SD1500砂轮磨削表面的破碎坑明显减少但取向裂纹依然存在,表现为部分塑性去除,表面粗糙度 R_a=58.13 nm.使用SD5000砂轮得到的磨削表面表现为完全塑性去除,表面无明显的损伤,表面粗糙度 R_a=2.06 nm.

3)在氧化镓单晶的磨削过程中,随着磨粒粒径的减小,氧化镓单晶的损伤深度逐渐降低,磨削过程的损伤演化规律表现为脆性域磨削阶段的纳米晶体和裂纹,由脆转塑磨削阶段的纳米晶体和滑移带以及完全塑性域磨削阶段的纳米晶体和层错.

参考文献

[1] 郭东明,康仁科. 硅片的超精密磨削理论与技术[M]. 北京:电子工业出版社,2019: 39-40.
GUO D M, KANG R K. Theory and technology of ultraprecision grinding for silicon wafer [M]. Beijing: Publishing House of Electronics Industry, 2019: 39-40. (in Chinese)

[2] PEARTON S J, YANG J C, CARY P H, et al. A review of Ga_2O_3 materials, processing, and devices[J]. Applied Physics Reviews, 2018, 5(1): 11301.

[3] 郝跃. 宽禁带与超宽禁带半导体器件新进展[J]. 科技导报,2019,37(3): 58-61.
HAO Y. New progress in wide and ultra-wide bandgap semiconductor devices[J]. Science & Technology Review, 2019, 37(3): 58-61. (in Chinese)

[4] TSAO J Y, CHOWDHURY S, HOLLIS M A, et al. Ultrawide-bandgap semiconductors: research opportunities and challenges [J]. Advanced Electronic Materials, 2018, 4(1): 1600501.

[5] ZHOU H, ZHANG J C, ZHANG C F, et al. A review of the most recent progresses of state-of-art gallium oxide power devices[J]. Journal of Semiconductors, 2019, 40(1): 011803.

[6] HIGASHIWAKI M, SASAKI K, MURAKAMI H, et al. Recent progress in Ga_2O_3 power devices[J]. Semiconductor Science and Technology, 2016, 31(3): 034001.

[7] PAVESI M, FABBRI F, BOSCHI F, et al. ε-Ga_2O_3 epilayers as a material for solar-blind UV photodetectors [J]. Materials Chemistry and Physics, 2018, 205: 502-507.

[8] GUO D Y, WU Z P, LI P G, et al. Fabrication of β-Ga_2O_3 thin films and solar-blind photodetectors by laser MBE technology[J]. Optical Materials Express, 2014, 4(5): 1067.

[9] YAMAGUCHI H, WATANABE S, YAMAOKA Y, et al. Mechanical properties and dislocation dynamics in β-Ga_2O_3[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2022, 61(4): 045506.

[10] HOU T, ZHANG W Y, MU W X, et al. The anisotropy dependence of deformation mechanism of cleavage planes in β-Ga_2O_3 single crystal[J]. Materials Science in Semiconductor Processing, 2023, 158: 107357.

[11] 高尚, 李洪钢, 康仁科, 等. 新一代半导体材料氧化镓单晶的制备方法及其超精密加工技术研究进展[J]. 机械工程学报, 2021, 57(9): 213-232.
GAO S, LI H G, KANG R K, et al. Recent advance in preparation and ultra-precision machining of new generation semiconductor material of β-Ga_2O_3 single crystals[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2021, 57(9): 213-232. (in Chinese)

[12] 龚凯. 单晶氧化镓研抛加工技术研究[D]. 镇江:江苏大学, 2018.
GONG K. Research on single crystal osmium oxide lapping and polishing processing technology [D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2018. (in Chinese)

[13] 龚凯,周海,黄传锦,等. 新型研磨垫对单晶氧化镓研磨的实验研究[J]. 现代制造工程,2019(5):13-17.
GONG K, ZHOU H, HUANG C J, et al. Experimental research on lapping of single crystal gallium oxide with new type lapping pad[J]. Modern Manufacturing Engineering, 2019(5): 13-17. (in Chinese)

[14] GAO S, WU Y Q, KANG R K, et al. Nanogrinding induced surface and deformation mechanism of single crystal β-Ga_2O_3[J]. Materials Science in Semiconductor Processing, 2018, 79: 165-170.

[15] 黄传锦, 周海, 朱永伟, 等. 研磨液在氧化镓晶体研磨中的作用[J]. 硅酸盐学报, 2019, 47(1): 43-47.
HUANG C J, ZHOU H, ZHU Y W, et al. Effect of lapping fluid on β-Ga_2O_3 crystal lapping process[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2019, 47(1): 43-47. (in Chinese)

[16] HOSHIKAWA K, KOBAYASHI T, MATSUKI Y, et al. 2-inch

diameter (100) β-Ga_2O_3 crystal growth by the vertical Bridgman technique in a resistance heating furnace in ambient air [J]. Journal of Crystal Growth, 2020, 545: 125724.

[17] HOSHIKAWA K, KOBAYASHI T, OHBA E, et al. 50 mm diameter Sn-doped (001) β-Ga_2O_3 crystal growth using the vertical Bridgeman technique in ambient air[J]. Journal of Crystal Growth, 2020, 546: 125778.

[18] BLEVINS J D, STEVENS K, LINDSEY A, et al. Development of large diameter semi-insulating gallium oxide (Ga_2O_3) substrates[J]. IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing, 2019, 32(4): 466-472.

[19] LEE T, JEONG H, LEE S, et al. Effect of the lapping platen groove density on the characteristics of microabrasive-based lapping[J]. Micromachines, 2020, 11(8): 775-787.

[20] 高尚, 康仁科, 何宜伟, 等. 一种基于控制力的氧化镓防解理加工方法:110640565A[P]. 2020-01-03.
GAO S, KANG R K, HE Y W, et al. A control force based method for gallium oxide anti-cleavage processing: 110640565A [P]. 2020-01-03. (in Chinese)

[21] 高尚, 康仁科, 董志刚, 等. 一种易解理半导体晶体的加工方法:110640552A[P]. 2020-11-06.
GAO S, KANG R K, DONG Z G, et al. A processing method for easily cleavable semiconductor crystals: 110640552A[P]. 2020-11-06. (in Chinese)

[22] GAO S, YANG X, CHENG J, et al. Deformation and fracture behaviors of monocrystalline β-Ga_2O_3 characterized using indentation method and first-principles calculations[J]. Materials Characterization, 2023, 200:112920.

[23] YAMAGUCHI H, KURAMATA A, MASUI T. Slip system analysis and X-ray topographic study on β-Ga_2O_3 [J]. Superlattices and Microstructures, 2016, 99:99-103.

[24] YAMAGUCHI H, KURAMATA A. Stacking faults in β-Ga_2O_3 crystals observed by X-ray topography [J]. Journal of Applied Crystallography, 2018, 51(5):1372-1377.

[25] HUANG L, ZHANG Z H, ZHAO Y H, et al. Scratch-induced deformation in fine-and ultrafine-grained bulk alumina [J]. Scripta Materialia, 2010, 63(5):528-531.

[26] WU Y. Deformation mechanisms of semiconductor materials under nanoscratching and nanogrinding[D]. Brisbane: The University of Queensland, 2010.

[27] MENG B B, ZHANG F H, LI Z P. Deformation and removal characteristics in nanoscratching of 6H-SiC with Berkovich indenter [J]. Materials Science in Semiconductor Processing, 2015, 31:160-165.

[28] LI C, PIAO Y C, MENG B B, et al. Anisotropy dependence of material removal and deformation mechanisms during nanoscratch of gallium nitride single crystals on (0001) plane [J]. Applied Surface Science, 2022, 578:152028.

[29] 白福厚, 廖燕玲, 轩闯, 等. 基于Bi_2O_3-B_2O_3体系的陶瓷结合剂金刚石砂轮制备及其对单晶硅的磨削性能[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2023, 43(4): 432-439.
BAI F H, LIAO Y L, XUAN C, et al. Preparation of vitrified bond diamond wheel based on Bi_2O_3-B_2O_3 glass system and its grinding performance on monocrystalline silicon [J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2023, 43(4): 432-439. (in Chinese)

[30] YANG X, KANG R K, GAO S, et al. Subsurface damage pattern and formation mechanism of monocrystalline β-Ga_2O_3 in grinding process [J]. Frontiers of Mechanical Engineering, 2022, 17(2): 21-31.

[31] 黄水泉, 高尚, 黄传真, 等. 脆性材料磨粒加工的纳米尺度去除机理[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2022, 42(3):257-267.
HUANG S Q, GAO S, HUANG C Z, et al. Nanoscale removal mechanisms in abrasive machining of brittle solids[J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2022, 42(3):257-267. (in Chinese)