

DOI: 10.19951/j.cnki.1672-9331.20220114001

文章编号: 1672-9331(2023)06-0119-09

引用格式: 唐昆, 梁杰, 张先源, 等. 单晶 GaN 纳米力学性能与切削特性试验研究[J]. 长沙理工大学学报(自然科学版), 2023, 20(6): 119-127.

Citation: TANG Kun, LIANG Jie, ZHANG Xianyuan, et al. Experimental study on nano-mechanical properties and cutting characteristics of single crystal GaN[J]. J Changsha Univ Sci Tech (Nat Sci), 2023, 20(6): 119-127.

# 单晶 GaN 纳米力学性能与切削特性试验研究

唐昆, 梁杰, 张先源, 欧旺平, 张墨客

(长沙理工大学 机械装备高性能智能制造关键技术湖南省重点实验室, 湖南 长沙 410114)

**摘要:**【目的】研究单晶 GaN 微纳米量级下的力学性能与切削特性, 为微纳制造提供理论基础和数据支撑, 也为半导体硬脆材料的超精密加工提供技术依据。【方法】通过纳米压入和变载、恒载纳米刻划试验, 研究单晶 GaN 的纳米力学性能, 分析其在变载纳米刻划过程中的材料去除机制, 探讨恒载刻划参数对材料表面切削特性的影响。【结果】单晶 GaN 的硬度和弹性模量的均值分别为 6.06、92.90 GPa, 弹性回复率和弹性能回复率均随压入载荷的增加而降低; 材料弹塑性转变与脆塑性转变的临界载荷分别约为 390、1 200 mN; 切削力与摩擦系数均随刻划速度、法向载荷的增加而增大。【结论】在 390~1 200 mN 法向载荷加载范围内, 单晶 GaN 能够被塑性域去除, 减少刻划过程中的脆性断裂损伤, 提高加工表面的质量。

**关键词:** 单晶 GaN; 纳米压入; 纳米刻划; 力学性能; 切削特性

**中图分类号:** TM23

**文献标志码:** A

## 0 引言

随着人们对各类新型光电器件的功率密度、工作效率、耐高温、耐高电压及耐高频等性能要求的提高, 第三代半导体材料单晶 GaN 以其禁带宽度大、饱和电子漂移速度快、临界击穿电场大、化学性质稳定等优点, 在军事与民用光电通信、电子信息等领域均得到了广泛应用<sup>[1]</sup>。在上述领域的应用中, 单晶 GaN 器件需具备超光滑表面, 其切削加工中的材料去除量应控制在微纳米尺度内<sup>[2]</sup>。传统切割、研磨和抛光等加工工序与微纳米尺度切削加工在加工原理上差异较大, 受尺度效应影响, 宏观切削加工机理不再适用于微纳米尺度的切削加工<sup>[3]</sup>。因此, 有必要开展单晶 GaN 材料在微纳米量级下的力学性能与切削特性的试验研究, 为超精密加工提供理论基础和数据支持。

目前, 国内外研究人员采用纳米压痕与划痕

技术, 通过分子动力学模拟对单晶 GaN 的纳米力学性能与切削特性展开了研究。KAVOURAS 等<sup>[4]</sup>采用阴极发光成像和光学显微镜, 分别研究了压痕引起的塑性变形和断裂序列, 结果表明, 极性 GaN 比非极性 GaN 更硬, 而在低负载条件下, 前者更早出现突进 (pop-in) 不连续现象。HUANG 等<sup>[5]</sup>研究了非极性单晶 GaN 的弹塑性力学变形行为, 结果表明, (0001) 晶面的单晶 GaN 不易发生塑性变形, 且具有较高的硬度和杨氏模量。GUO 等<sup>[6]</sup>采用球形金刚石压头开展了单晶 GaN 纳米刻划试验, 并对比研究了其 Ga 面和 N 面的纳米摩擦学性能, 发现样品 Ga 面的弹性模量略比 N 面的高, 且样品的 Ga 面表现出了更强的耐磨性。JIANG 等<sup>[7]</sup>根据划痕表面最大拉应力的分布, 分析了试验条件下径向裂纹的形核和初始扩展角, 结果表明, 径向裂纹的扩展加剧了 GaN 的脆性剥落, 也增大了径向裂纹初始扩展角。LEE 等<sup>[8]</sup>通过拉曼光谱仪的检测, 发现单晶 GaN 表现出了较强的各向异性, 符合纤锌矿晶体的拉曼偏

收稿日期: 2022-01-14; 修回日期: 2022-05-12; 接受日期: 2022-05-20

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51405034、51605045、51875050); 湖南省教育厅科学研究项目 (19B011); 湖南省高新技术产业科技创新引领计划项目 (2022GK4027)

通信作者: 唐昆 (1980—) (ORCID: 0000-0002-6651-240X), 男, 副教授, 主要从事超精密加工及热压成形方面的研究。

E-mail: tangkun@csust.edu.cn

振选择规律。QIAN等<sup>[9]</sup>通过纳米压痕的分子动力学模拟研究了辐照对单晶 GaN 塑性变形机制的影响,结果表明,在未被辐照时,GaN 表现出了各向异性的力学响应,随着辐照量的增大,其变形机制由原子的塑性滑移转变为局部重组。GUO等<sup>[10]</sup>采用三维分子动力学模拟研究了温度对单晶 GaN 纳米压痕变形行为和力学性能的影响,结果表明,主滑移系统中位错的形核和扩展促进了 GaN 晶体的塑性变形。

本研究采用纳米压痕仪与原子力显微镜,对单晶 GaN 的(100)晶面进行纳米压入与刻划试验;分析材料的载荷-位移曲线,硬度及弹性模量与压入深度的关系,弹性变形回复以及样品表面的形貌特征等;探讨变载纳米刻划过程中的划痕形貌、材料去除与变形情况等,以及恒载刻划参数(刻划速度与法向载荷)对材料表面切削特性的影响。本研究中微纳米力学压入与刻划试验的开展,为单晶 GaN 的超精密加工与微纳制造提供了技术依据,具有一定的工程意义与实际应用价值。

## 1 纳米压入与刻划

### 1.1 纳米压入过程

图1~2分别为纳米压入的载荷-位移曲线与样品表面压痕示意图<sup>[11]</sup>。图中, $h$ 为压痕深度; $h_{\max}$ 为最大压痕深度; $P$ 为法向压力载荷; $P_{\max}$ 为最大法向压力载荷; $S$ 为接触刚度,可由卸载曲线顶部的斜率得到; $h_c$ 为压痕接触深度; $h_f$ 为完全卸载后的压痕深度。

本研究采用 Oliver-Pharr 方法计算材料的硬度和弹性模量。先用测量得到的载荷-位移曲线分析压头在加载、卸载过程中载荷和压入位移的关系;再用载荷-位移曲线计算材料的硬度和弹性模量。材料的弹性模量  $E$  和硬度  $H$  的计算公式为<sup>[12]</sup>:

$$H = \frac{P}{A} \quad (1)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (3)$$

式(1)~(3)中: $A$ 为对应的接触面积; $E_r$ 为当量弹性模量; $E$ 为被测材料的弹性模量; $E_i$ 为压头材料的弹性模量; $\nu_i$ 为压头材料的泊松比; $\nu$ 为被测材料的泊松比; $\beta$ 为与压头形状相关的参数; $S$ 为接触刚度。

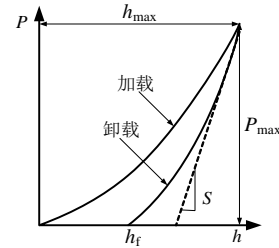


图1 纳米压入的载荷-位移曲线

Fig. 1 Load-displacement curve of nanoindentation

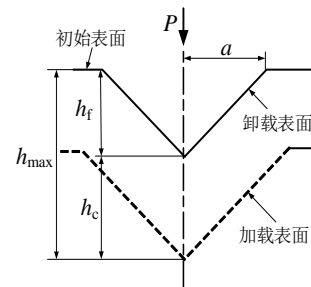


图2 样品表面压痕示意图

Fig. 2 Indentation diagram

在纳米压入的卸载过程中,材料会产生弹性回复及能量释放。其中,回复量  $\varepsilon$  与弹性回复率  $\delta$  分别采用下式计算<sup>[13]</sup>:

$$\varepsilon = h_{\max} - h_f \quad (4)$$

$$\delta = \frac{\varepsilon}{h_{\max}} \quad (5)$$

因压入载荷的作用,能量在压入过程中会发生变化。压入过程中产生的总能量为<sup>[14]</sup>:

$$E_{\text{total}} = \int_0^{h_{\max}} P(h)dh \quad (6)$$

式中: $P(h)$ 为法向压力载荷函数。

弹性能为<sup>[14]</sup>:

$$E_{\text{elast}} = \int_{h_f}^{h_{\max}} P(h)dh \quad (7)$$

由于材料会发生弹塑性转变,在发生塑性变形时,材料储存了塑性能,其表达式为<sup>[14]</sup>:

$$E_{\text{plast}} = E_{\text{total}} - E_{\text{elast}} \quad (8)$$

由于塑性能反映的是材料内部储存的能量大小,而弹性能反映的是材料弹性回复能力的大小,故可用弹性能回复率来描述材料弹性回复

能力<sup>[14]</sup>:

$$\eta = \frac{E_{\text{elast}}}{E_{\text{total}}} \quad (9)$$

## 1.2 变载纳米刻划过程

变载纳米刻划试验可研究硬脆材料在不同切削厚度下的材料去除情况,以及微纳米尺度下切削力的变化情况。变载纳米刻划过程如图3所示<sup>[15]</sup>。

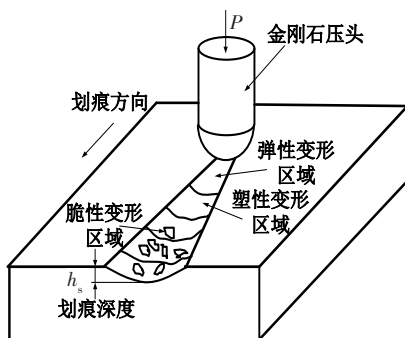


图3 变载纳米刻划过程

Fig. 3 Nanoscratching process of variable load

当金刚石压头所受法向压力载荷 $P$ 按一定的加载率增大时,其刻划深度也随之加深,不同的切削距离对应不同的刻划深度,且可直观地确定材料所处的阶段是弹塑性变形、塑性去除还是脆性去除阶段<sup>[15]</sup>。上述3个阶段的特征为:在弹塑性变形阶段,载荷 $P$ 由0逐渐增大,刻划表面的材料碎屑不明显或呈粉末状;在塑性去除阶段,载荷 $P$ 继续增大,划入深度也继续加深,刻划表面光滑,材料碎屑呈细小的颗粒状;在脆性去除阶段,载荷 $P$ 与刻划深度 $h_s$ 超过临界值,表面出现裂纹,碎屑呈大块状颗粒,刻划表面破坏严重。

## 1.3 恒载纳米刻划过程

恒载纳米刻划常用于研究加工参数对刻划过程的影响,其刻划深度由施加的法向载荷决定,施加的载荷越大,刻划深度越深。恒定载荷纳米刻划过程如图4所示<sup>[15]</sup>,图中 $T$ 为切向载荷。

当金刚石压头受到的法向压力载荷 $P$ 大于材料变形前所能承受的载荷时,材料表面会出现一定的塑性变形<sup>[16]</sup>。当载荷 $P$ 小于临界载荷、刻划深度 $h_s$ 小于临界深度时,压头会在材料表面造成沟槽状划痕,沟槽内表面光滑;而当载荷 $P$ 大于临界载荷、刻划深度 $h_s$ 也大于临界深度时,沟槽内表面会遭到严重破坏。

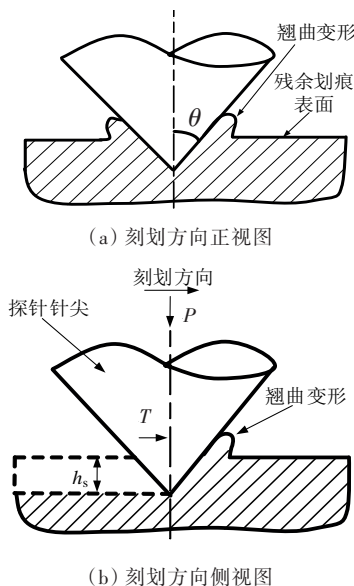


图4 恒载纳米刻划模型

Fig. 4 Nano scratching model of constant load

## 2 纳米压入与刻划试验

### 2.1 试样制备

在一个多温区的热壁反应系统内制备单晶 GaN。首先,将金属 Ga 置于 850 °C 的温度区, HCl 气体从其上方通过, Ga 和 HCl 反应生成 GaCl<sub>3</sub>; 然后,将 GaCl<sub>3</sub> 置于衬底温度为 1 000~1 100 °C 的外延衬底,并与 NH<sub>3</sub> 反应生成 GaN 单晶。

试验选用晶面为(100)的单晶 GaN 作为样品,尺寸为 5.00 mm×5.00 mm×0.35 mm。先对(100)晶面进行抛光,使其表面粗糙度小于 10 nm,并将样品固定于碳化硅基底之上,基底尺寸为 20.00 mm×10.00 mm×0.30 mm。然后,采用超声波清洗装置,用丙酮、无水乙醇、5%HF 溶液等对试验样品表面进行清洗,去除试样表面的氧化物和污渍。最后,将清洗完成的样品置于烤箱中烘干备用。

### 2.2 试验设备

本研究采用 Nano indenter 6200 纳米压痕仪开展纳米压入与刻划试验。压头总位移≥1.5 mm,最大压痕深度≥500 μm,位移分辨率≤0.01 nm,载荷分辨率为 50 nN,定位精度为 1 μm。试验采用 Dimension 3100 原子力显微镜观测试样表面的微观形貌,其 z 方向的分辨率≤0.05 nm,采用型号为 TESCAN MIRA3 的扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)观测试样表面的微观

形貌。

### 2.3 试验方案

本研究采用的试验方案与步骤如下:

1) 纳米压入试验:采用纳米压痕仪连续加载模式,即在同一点重复加载、卸载。加载和卸载的时间均为15 s,载荷保持时间为5 s,以消除加载过程中材料因内应力而产生的蠕变影响。载荷的变化范围为0.5~5.0 mN。

2) 纳米刻划试验:包括变载和恒载刻划,试验参数见表1。首先,进行变载刻划试验,加载速率为100 mN/s。为确保试验的准确性,相邻划痕之间相隔500  $\mu\text{m}$ ,并以相同的参数刻划3条。然后,进行不同参数下的恒载刻划试验,共刻划9条,划痕间距为500  $\mu\text{m}$ 。

3) 在纳米压入与刻划试验结束后,采用原子力显微镜对单晶 GaN 样品的表面形貌进行观测。

表1 纳米刻划试验参数

Table 1 Nanoscratching experimental parameters

试验	载荷/mN	速度/( $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	刻划距离/ $\mu\text{m}$
变载刻划	0~2 000	15	300
恒载刻划	100、200、300	5、15、25	30

## 3 纳米压入试验结果与分析

### 3.1 载荷-位移曲线

图5所示为单晶 GaN 在不同载荷条件下纳米压入的载荷-位移曲线。从图5可以看出,随着压入载荷的增大,最大压入位移也随之增加。在卸载过程中,卸载曲线没有回复到初始位置,而是产生了一定的残余压深,这说明在卸载时材料发生了塑性变形。

当压入载荷增大到1 mN时,在载荷保持阶

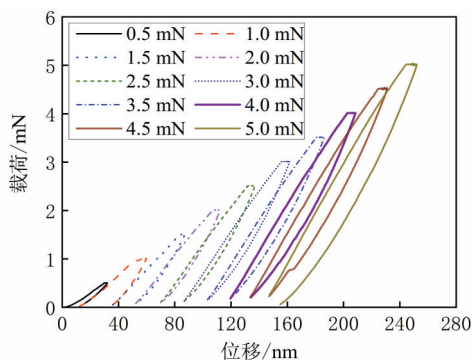


图5 载荷-位移曲线

Fig. 5 Load-displacement curve of nanoindentation

段,压入位移继续增加,表现出明显的蠕变特征<sup>[17]</sup>;当压入载荷为4.5 mN时,最大压入位移为231.23 nm,在卸载过程中,载荷-位移曲线出现了压入位移突然减小的不连续现象,即突退现象<sup>[4]</sup>。

### 3.2 硬度、弹性模量

图6所示为硬度、弹性模量与压入载荷之间的关系。从图6可以看出,当压入载荷为0.5~5.0 mN时,材料硬度与弹性模量均随压入载荷的增大而减小。表2为单晶 GaN 纳米压入试验结果。

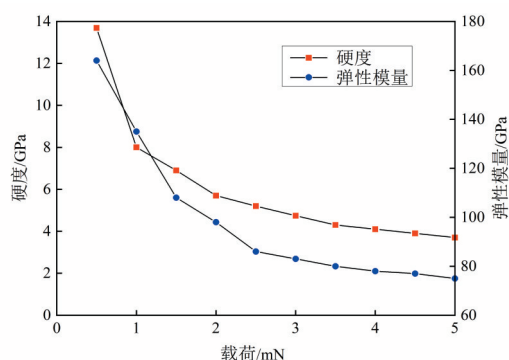


图6 硬度、弹性模量与载荷的关系

Fig. 6 Relationship among hardness, elastic modulus and loads

表2 单晶 GaN 纳米压入试验结果

Table 2 Nanoindentation experimental results of single crystal GaN

残余压入位移/nm	最大压入位移/nm	压入载荷/mN	弹性模量/GPa	硬度/GPa
3.37	32.25	0.5	164	13.69
24.88	59.94	1.0	145	8.07
44.95	87.26	1.5	108	6.96
45.10	112.30	2.0	100	5.73
63.56	137.19	2.5	86	5.20
77.19	161.79	3.0	76	4.74
80.29	186.42	3.5	69	4.32
84.27	208.57	4.0	66	4.14
103.78	231.23	4.5	59	3.97
102.44	252.36	5.0	56	3.74

由表2中的试验数据可知,当压入载荷与最大压入位移分别为0.5 mN与32.25 nm时,测点的硬度为13.69 GPa;而当压入载荷与最大压入位移分别为3.0 mN与161.79 nm时,测点的硬度下降至4.74 GPa,下降幅度较大。随着压入载荷的继续增加,硬度和弹性模量的下降幅度逐渐减小,最后逐渐趋于稳定。



### 3.3 弹性回复

图7所示为单晶 GaN 的弹性回复性能与载荷之间的关系。从图7(a)可以看出,回复量随载荷的增大而增大,弹性回复率则随载荷的增大而减小。当压入载荷为 0.5 mN 时,金刚石压头的压入位移较小,弹性回复率约为 0.89,材料的变形主要为弹性变形;而当载荷为 4.5 mN 时,弹性回复率下降至 0.50 左右。如图7(b)所示,随着载荷的增加,弹性能逐渐增大,而弹性能回复率则逐渐减小。

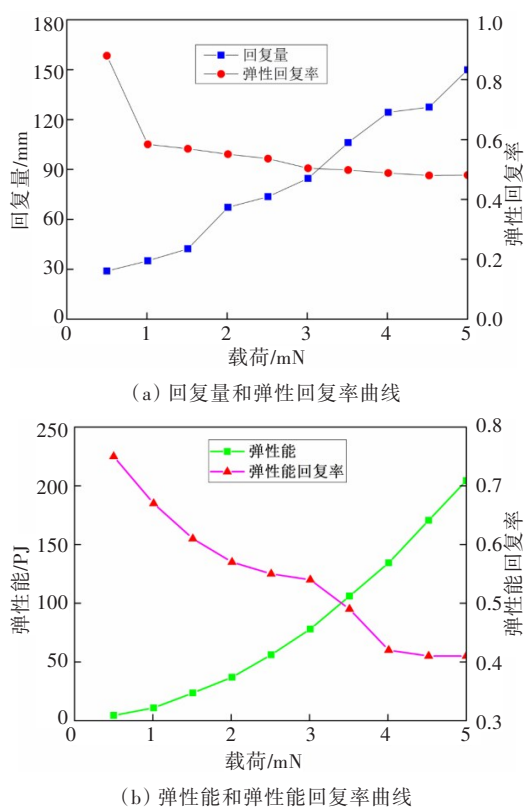


图7 弹性回复性能与载荷的关系

Fig. 7 Relationship between elastic recovery performance and loads

### 3.4 表面形貌

图8所示为不同压入载荷下 Berkovich 压头的压痕形貌图。从图8可以看出,不同压入载荷下的压痕形貌都与压头形状一致,呈三棱锥形,且载荷越大压痕形貌越明显。随着压入载荷的增大,材料因受压头挤压,产生了向上的塑性流动,且在压痕边缘不断堆积,以致出现凸起现象。

当压入载荷为 1.0 和 3.0 mN 时,由于压头在压入过程中产生的应力比较均匀,因而所形成的压痕的表面凸起较一致;但当压入载荷为 5.0 mN 时,与压入载荷为 1.0 和 3.0 mN 时相比,压痕内部形貌的不均匀性增大,塑性流动线更多。这与压入载

荷为 4.5 mN 时,在卸载阶段出现突退现象、材料发生弹塑性转变的情况相符。

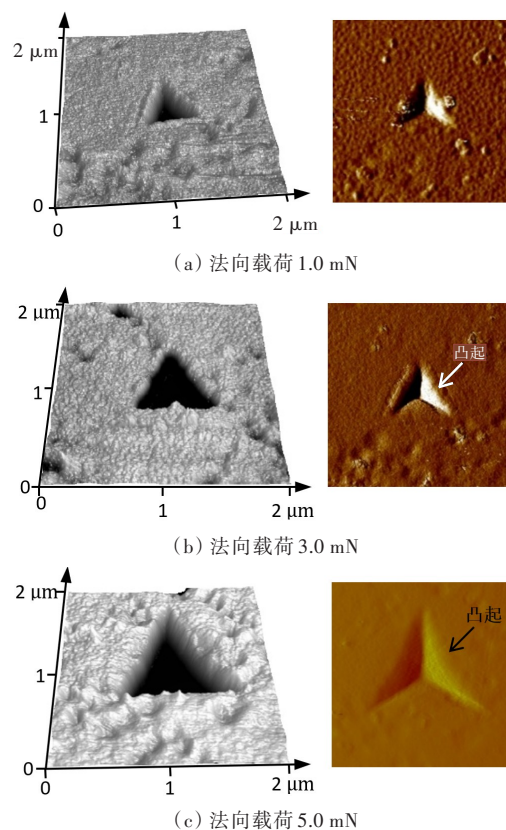


图8 样品表面形貌

Fig. 8 Sample surface morphology

## 4 纳米刻划试验结果与分析

### 4.1 变载刻划试验结果

图9~10分别为单晶 GaN 在 0~2 000 mN 载荷下变载刻划过程中各阶段的微观形貌,以及载荷、位移与刻划深度之间的关系。根据裂纹扩展情况,可将图9所示的划痕形貌分为 I、II、III 3 个阶段,即弹性变形阶段、塑性变形阶段和脆性转变阶段。图10所示的位移与深度曲线也对应 I、II、III 3 个阶段,且随着位移的增加,刻划深度呈不断增大趋势。

I 阶段因载荷较小,材料产生弹性变形,导致刻划形貌不明显,属于弹性变形阶段;当载荷继续增大到约 390 mN 时,II 阶段曲线出现明显波动,刻划两边产生无径向裂纹,刻划沟槽光滑平整,因而属于塑性变形阶段,弹塑性转变的临界载荷约为 390 mN;当载荷持续增大到约 1 200 mN 时,III 阶段曲线波动剧烈,沟槽两侧边缘出现微裂纹与

径向裂纹(图11),且裂纹与刻划约成 $45^\circ$ 角对称分布,因而属于脆性转变阶段,脆塑性转变的临界载荷约为1 200 mN。

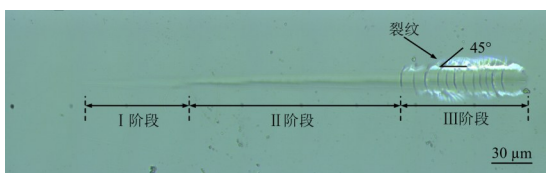


图9 样品变载刻划的表面形貌

Fig. 9 Surface morphology of variable load

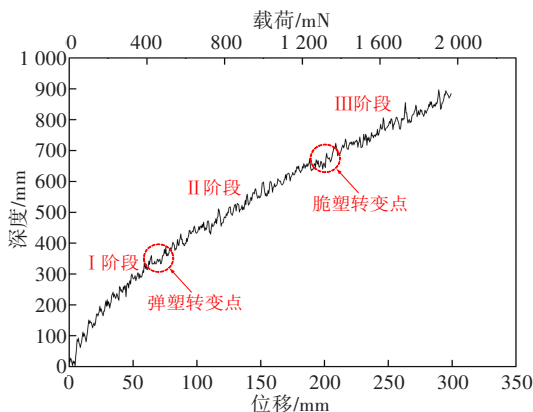


图10 载荷、位移与刻划深度的关系

Fig. 10 Relationship among load, displacement and scratching depth

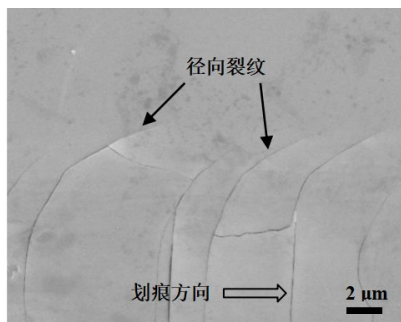


图11 划痕脆性去除区域微观形貌

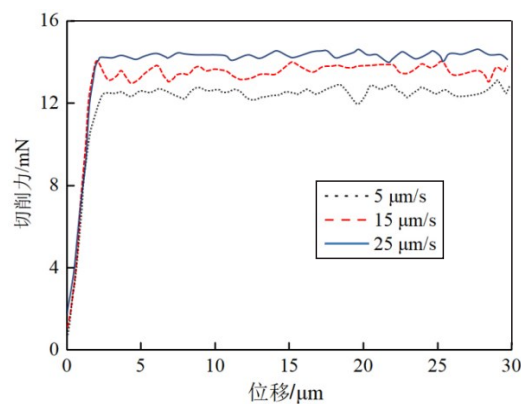
Fig. 11 Micromorphology of scratch brittle removal area

#### 4.2 恒载刻划中刻划速度的影响

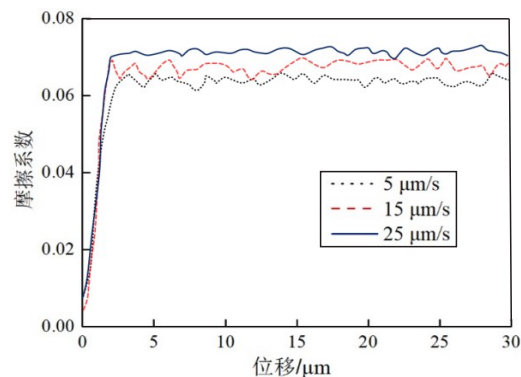
为研究刻划速度对刻划试验结果的影响,分别以5、15和25  $\mu\text{m/s}$ 的速度刻划3条划痕,恒定刻划载荷取为200 mN,刻划长度取为30  $\mu\text{m}$ 。

图12所示为不同刻划速度下切削力和摩擦系数在刻划过程中随位移的变化曲线。从图12可以看出,在刻划初始,切削力与摩擦系数急剧增大。这是因为在刻划过程中,刻划速度较快,材料来不及向两边运动而不断堆积在压头前方,刻划速度越快,压头前方堆积的材料越多,从而导致切削力与摩擦系数增大。随着刻划的继续进行,切削力

在一定范围内平稳波动。刻划速度5、15和25  $\mu\text{m/s}$ 对应的平均切削力分别为12.01、13.22和13.98 mN。刻划速度越大,切削力也越大,但变化幅度不大。平均摩擦系数的变化与平均切削力的变化基本一致,变化范围很小,3种刻划速度对应的平均摩擦系数分别为0.061、0.066和0.071。



(a) 切削力-位移曲线



(b) 摩擦系数-位移曲线

图12 不同刻划速度下切削力、摩擦系数与位移的关系

Fig. 12 Relationship among cutting force, friction coefficient and displacement under different speeds

#### 4.3 恒载刻划中法向载荷的影响

为研究法向载荷对恒载刻划结果的影响,分别以100、200和300 mN的法向载荷刻划3条划痕,恒定刻划速度取为15  $\mu\text{m/s}$ ,刻划长度取为30  $\mu\text{m}$ 。图13所示为不同法向载荷下切削力和摩擦系数在刻划过程中随位移的变化曲线。从图13可以看出,当法向载荷为100、200和300 mN时,对应的平均切削力分别为4.26、13.21和22.52 mN,对应的平均摩擦系数分别为0.042、0.066和0.075。随着法向载荷的增大,对应的切削力随之增大,但切削力的波动幅度却在减小。由于最大法向载荷为300 mN,小于4.1节试验得到的390 mN的弹塑性转变临界点,故刻划过程处于弹性变形阶段。在法向载荷从100 mN增大至200 mN的过程中,平

均摩擦系数增加了 0.024;而在法向载荷从 200 mN 增大至 300 mN 的过程中,平均摩擦系数只增加了 0.009,变化幅度有所变小。

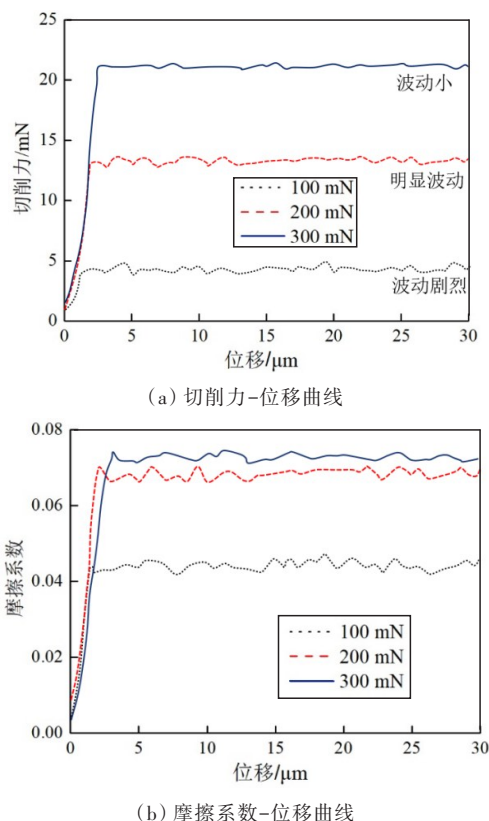


图13 不同载荷下切削力、摩擦系数与位移的关系

Fig. 13 Relation among cutting force, friction coefficient and displacement under different loads

## 5 讨论

1) 纳米压入试验。当压入载荷为 4.5 mN 时,载荷-位移曲线出现了突退现象,表明单晶 GaN 的内部结构开始发生变化。这可能是由于内部结构发生了相变。突退点代表材料弹塑性转变的临界点。单晶 GaN 在纳米压入过程中存在明显的尺寸效应,即材料硬度、弹性模量随压痕位移的增大而减小。这是因为当压入载荷较小时,对应的压入深度较浅,压头只作用在晶体表层,材料硬度和弹性模量主要依赖于晶体上表层应变的分布,而压头的压入会在材料表层产生硬化作用,这就使材料表层的硬度和弹性模量偏大。当进一步增大压入载荷时,表层的残余应力和硬化作用对压头的影响减小,材料深层的残余应力随之减小,且压头做的功转化成了变形能,故所测得的硬度和弹性模量有所减小,并最终趋于稳定。弹性回复的试

验结果说明,单晶 GaN 的内部结构发生了变化,变形方式开始由弹性变形向塑性变形转变<sup>[18]</sup>;随着压入载荷的增加,能量形式由弹性能向塑性能转变,材料变形也由弹性变形向塑性变形转变。

2) 纳米刻划试验。根据变载刻划试验结果推测,当法向载荷为 390~1 200 mN 时,单晶 GaN 能够去除塑性域,减少刻划过程中的脆性断裂损伤,提高加工表面质量。恒载刻划试验结果表明,当位移大于 2  $\mu\text{m}$  时,刻划速度对切削过程影响不大。切削力随位移的变化趋势表明:在弹性变形阶段,材料的原子晶格未遭到很大破坏,原子键的结合与断开不会造成能量的大量产生或散失,而能量的梯度对应着切削力,因此上述过程不会引起切削力的大幅波动<sup>[19]</sup>。摩擦系数随位移的变化趋势表明:接触应力是影响摩擦系数大小的关键因素,在刻划过程中法向载荷越大则刻划深度越大,此时压头的外形与尺寸起着决定性的作用。压头的顶角较大使得产生的接触应力的变化幅度减小,故摩擦系数的变化幅度随之减小<sup>[20]</sup>。在本研究恒载刻划试验条件下,切削力和摩擦系数曲线说明法向载荷对单晶 GaN 的切削过程影响较大。

## 6 结论

1) 在纳米压入试验中,采用 Oliver-Pharr 方法计算获得的单晶 GaN(100)晶面的硬度和弹性模量的平均值分别为 6.06 和 92.90 GPa。

2) 在纳米压入试验中,单晶 GaN(100)晶面的弹性回复率和弹性能回复率均随法向压入载荷的增加而降低;当法向载荷增大到 4.5 mN 时,载荷-位移曲线的卸载阶段出现了突退现象,表明发生了弹塑性转变。

3) 在变载刻划试验中,单晶 GaN(100)晶面的材料去除依次经历了弹性变形、塑性去除和脆性去除 3 个阶段;弹塑性转变的临界载荷约为 390 mN,脆塑性转变的临界载荷约为 1 200 mN。

4) 在恒载刻划试验中,单晶 GaN(100)晶面在刻划速度分别为 5、15 和 25  $\mu\text{m}/\text{s}$  时,所对应的平均切削力分别为 12.01、13.22 和 13.98 mN,平均摩擦系数分别为 0.061、0.066 和 0.071。随着刻划速度的增大,切削力与摩擦系数都有所增大,但增加幅度较小。

5) 在恒载刻划试验中,单晶 GaN(100)晶面在



法向载荷分别为100、200和300 mN时,所对应的平均切削力分别为4.26、13.21和22.52 mN,平均摩擦系数分别为0.042、0.066和0.075。切削力与摩擦系数均随法向载荷的增大而增大,但前者的波动幅度与后者的变化幅度都随载荷的增大而减小。

### [参考文献]

- [1] 姜元希,刘南柳,张法碧,等.氮化镓单晶衬底制备技术发展及展望[J].人工晶体学报,2020,49(11):2038-2045. DOI: 10.16553/j.cnki.issn1000-985x.2020.11.002.  
JIANG Yuanxi, LIU Nanliu, ZHANG Fabi, et al. Development and trends of GaN single crystal substrate fabrication technology[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2020, 49(11): 2038-2045. DOI: 10.16553/j.cnki.issn1000-985x.2020.11.002.
- [2] 唐昆,易香怀,李典雨,等.SiCp/Al复合材料超疏水功能表面的性能及制备[J].长沙理工大学学报(自然科学版),2021,18(3):87-96. DOI: 10.19951/j.cnki.csldgxbzkb.2021.03.011.  
TANG Kun, YI Xianghuai, LI Dianyu, et al. Performance and preparation for superhydrophobic functional surfaces of SiCp/Al composite materials[J]. Journal of Changsha University of Science & Technology (Natural Science), 2021, 18(3):87-96. DOI: 10.19951/j.cnki.csldgxbzkb.2021.03.011.
- [3] 李琛,张飞虎,张宣,等.硬脆单晶材料塑性域去除机理研究进展[J].机械工程学,2019,55(3):181-190. DOI:10.3901/JME.2019.03.181.  
LI Chen, ZHANG Feihu, ZHANG Xuan, et al. Research progress of ductile removal mechanism for hard-brittle single crystal materials[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2019, 55(3): 181-190. DOI: 10.3901/JME.2019.03.181.
- [4] KAVOURAS P, RATSCHINSKI I, DIMITRAKOPULOS G P, et al. Deformation and fracture in (0001) and (10-10) GaN single crystals[J]. Materials Science and Technology, 2018, 34(13): 1531-1538. DOI: 10.1080/02670836.2018.1460041.
- [5] HUANG J, XU K, FAN Y M, et al. Nanoscale anisotropic plastic deformation in single crystal GaN[J]. Nanoscale Research Letters, 2012, 7(1): 150. DOI: 10.1186/1556-276x-7-150.
- [6] GUO J, QIU C J. Nanotribological properties of Ga- and N-faced bulk gallium nitride surfaces determined by nanoscratch experiments[J]. Materials, 2019, 12(17): 2653. DOI:10.3390/ma12172653.
- [7] JIANG Q Q, ZHANG L, YANG C F. Research on material removal mechanism and radial cracks during scribing single crystal gallium nitride[J]. Ceramics International, 2021, 47(1): 15155-15164. DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.02.074.
- [8] LEE T, KIM J H, CHOI Y J, et al. Polarized Raman studies of single GaN nanowire and GaN/AlN heteronanowire structures[J]. Thin Solid Films, 2019, 671: 147-151. DOI: 10.1016/j.tsf.2018.12.043.
- [9] QIAN Y, SHANG F L, WAN Q, et al. The mechanism of plastic deformation in intact and irradiated GaN during indentation: a molecular dynamics study[J]. Computational Materials Science, 2018, 149: 230-242. DOI: 10.1016/j.commatsci.2018.03.041.
- [10] GUO J, CHEN J J, WANG Y Q. Temperature effect on mechanical response of c-plane monocrystalline gallium nitride in nanoindentation: a molecular dynamics study[J]. Ceramics International, 2020, 46(8): 12686-12694. DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.02.035.
- [11] TEREITYEV D, XIAO X Z, DUBINKO A, et al. Dislocation-mediated strain hardening in tungsten: thermo-mechanical plasticity theory and experimental validation[J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2015, 85: 1-15. DOI: 10.1016/j.jmps.2015.08.015.
- [12] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. Journal of Materials Research, 1992, 7(6): 1564-1583. DOI: 10.1557/jmr.1992.1564.
- [13] 张高峰,谢国广,王志刚,等.工程陶瓷超声振动辅助下的预压应力压痕试验[J].中国表面工程,2019,32(3): 154-161. DOI: 10.11933/j.issn.1007-9289.20190130001.  
ZHANG Gaofeng, XIE Guoguang, WANG Zhigang, et al. Compressive prestress indentation experiments of engineering ceramic under ultrasonic vibration[J]. China Surface Engineering, 2019, 32(3): 154-161. DOI: 10.11933/j.issn.1007-9289.20190130001.
- [14] GÜCLÜ N, LEMEN K, UZUN O, et al. Work of indentation approach for investigation of mechanical properties of YBCO bulk superconductor at cryogenic temperatures[J]. Physica C Superconductivity, 2005, 433: 115-122. DOI: 10.1016/j.physc.2005.10.009.
- [15] 王栋,冯平法,张承龙,等.KDP晶体各向异性对划痕特性影响的实验研究[J].人工晶体学报,2012,41(3): 568-572. DOI: 10.16553/j.cnki.issn1000-985x.2012.03.034.  
WANG Dong, FENG Pingfa, ZHANG Chenglong, et al. Experimental research on the influence of the KDP crystal anisotropy on scratch characteristics[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2012, 41(3): 568-572. DOI: 10.16553/j.cnki.issn1000-985x.2012.03.034.
- [16] LIU Y R, YANG X J, YANG C M. Experimental research on mechanical characteristics in the process of nanoscale sliding contact[J]. Applied Mechanics & Materials, 2013, 2212(275-277): 1769-1774. DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.02.074.



- 10.4028/www.scientific.net/AMM.275-277.1769.
- [17] 尚可,赵志勇,侯红亮.基于纳米压痕测试的超细晶  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$  陶瓷室温蠕变特性[J].精密成形工程, 2014, 6 (5): 59-63. DOI: 10.3969/j. issn. 1674-6457.2014.05.010.
- SHANG Ke, ZHAO Zhiyong, HOU Hongliang. Room temperature creep property of ultrafine-grained  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$  composites based on nanoindentation technology [J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2014, 6 (5):59-63.DOI:10.3969/j.issn.1674-6457.2014.05.010.
- [18] VIAT A, GUILLONNEAU G, FOUVRY S, et al. Brittle to ductile transition of tribomaterial in relation to wear response at high temperatures [J]. Wear, 2017, 392-393:60-68.DOI:10.1016/j.wear.2017.09.015.
- [19] 罗良,杨晓京.基于纳米划痕仪的单晶锗多次刻划力学特性试验[J].中国有色金属学报,2019,29(10):2341-2347.DOI:10.19476/j.ysxb.1004.0609.2019.10.15.
- LUO Liang, YANG Xiaojing. Mechanical properties experiment of monocrystalline germanium with multiple scratches based on nano scratch instrument [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29 (10) : 2341-2347. DOI: 10.19476/j. ysb. 1004.0609.2019.10. 15.
- [20] LI C, ZHANG F H, WU Y Q, et al. Influence of strain rate effect on material removal and deformation mechanism based on ductile nanoscratch tests of  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  single crystal [J]. Ceramics International, 2018, 44 (17) : 21486-21498. DOI: 10.1016/j. ceramint. 2018. 08.210.

## Experimental study on nano-mechanical properties and cutting characteristics of single crystal GaN

TANG Kun, LIANG Jie, ZHANG Xianyuan, OU Wangping, ZHANG Moke

(Hunan Provincial Key Laboratory of Intelligent Manufacturing Technology for High-Performance Mechanical Equipment, Changsha University of Science & Technology, Changsha 410114, China)

**Abstract:** [Purposes] This paper aims to study the mechanical properties and cutting characteristics of single crystal GaN at the micro-nano scale, which provides theoretical basis and data support for its micro-nano fabrication, and also offers a technical basis for ultra-precision processing of semiconductor hard and brittle materials. [Methods] The mechanical properties of single crystal GaN were studied by nanoindentation. The process of material removal and influence of constant load scratch parameters on the cutting characteristics were also analyzed by nano-scratch test under variable and constant load respectively. [Findings] The average hardness and elastic modulus of single crystal GaN were 6.06 and 92.90 GPa, respectively, and the elastic recovery rate and elastic energy recovery rate decreased with the increasing of pressing load. The critical loads of elastic-plastic transition and brittle-plastic transition were about 390 and 1 200 mN, respectively. The cutting force and friction coefficient increased with the increasing of cutting speed and normal load. [Conclusions] In the normal loading range of 390~1 200 mN, the ductile removal of single crystal GaN can be achieved. The reduction of brittle fracture damage in the process of scratching and improvement of machined surface quality also can be obtained.

**Key words:** single crystal GaN; nanoindentation; nano-scratch; mechanical property; cutting characteristic

**Manuscript received:** 2022-01-14; **revised:** 2022-05-12; **accepted:** 2022-05-20

**Foundation item:** Projects (51405034, 51605045, 51875050) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (19B011) supported by Scientific Research Program of Hunan Education Department; Project (2022GK4027) supported by High-Tech Industry Science and Technology Innovation Leading Program of Hunan Province

**Corresponding author:** TANG Kun (1980—) (ORCID: 0000-0002-6651-240X), male, associate professor, research interest: ultra-precision machining and hot pressing. E-mail: tangkun@csust.edu.cn

(责任编辑:石月珍;校对:刘平;英文编辑:彭卓寅)