

## 压痕诱发GaAs单晶的塑性变形

李井润<sup>1</sup>, 李志成<sup>2</sup>, 徐永波<sup>2</sup>

(1. 电子科技大学中山学院 广东 中山 528403; 2. 中国科学院金属研究所, 沈阳材料科学国家(联合)实验室 沈阳 110016)

**【摘要】**利用透射电子显微镜对压痕诱发GaAs中的塑性变形结构进行了研究。结果表明,压痕周围产生了由长臂位错和短臂位错组成的非均匀分布的玫瑰型位错组态和二次对称分布的孪晶结构。利用电子衍射技术对位错类型进行了分析。结果表明位错形态与Frank-Read位错的形核、运动和相互作用有关,而孪生过程与形变过程中扩展位错的产生与运动密切相关。

**关键词** GaAs单晶; 压痕; 位错与孪晶; 电子显微镜

中图分类号 TN304.2 文献标识码 A

## Indentation-Induced Deformation in GaAs Single Crystal

Li Jingrun<sup>1</sup>, Li Zhicheng<sup>2</sup>, Xu Yongbo<sup>2</sup>

(1. Zhongshan College, UEST of China Guangdong Zhongshan 528403;

2. Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research The Chinese Academy of Science Shenyang 110016)

**Abstract** Deformation structure induced by indentation in GaAs single crystal has been studied using transmission electron microscopy. The result shows that resettle-like asymmetric dislocations, which consist of elongated-arm dislocations and short-arm ones, and twofold symmetrical twins occurs around indentation. The dislocation configuration formed by the nucleation, movement and interaction of the Frank-Read sources on six slipping planes of the GaAs crystal, and is closely related to the various mobility of the *a* and *b* dislocations in GaAs crystal. The formation of the twins is closely related to the stacking\_faults.

**Key words** GaAs single crystal; indentation; dislocation and twin; electron microscopy

以砷化镓为代表的III-V族化合物半导体具有高度迁移率和比硅更优异的光电子等性能。国内外关于这类材料的研究和应用一直是热门课题。当用在激光和电子集成技术等方面时,材料的缺陷(如位错、层错等)对其性能有极大的影响。压痕技术正是一种研究材料微塑性变形简单有效的手段,许多科研工作者已把这种技术应用在砷化镓塑性行为的研究中<sup>[1-4]</sup>。实验条件(比如载荷大小、加载速率、环境温度和压痕对角线的取向等)不同,塑性变形行为可能不同。虽然<110>取向更有利于观察材料的塑性行为,但在关于压痕诱发砷化镓塑性行为的报道中,除文献[5]对<110>取向的材料进行了研究报道外,几乎都是关于<001>取向材料的塑性文献。而文献[5]并未提出压痕诱发砷化镓中存在长臂位错和短臂位错的现象。本文将介绍在对<110>取向砷化镓的塑性变形研究中观察的压痕周围不对称的玫瑰形分布位错组态和二次对称分布的孪晶结构,同时对其形成机理进行分析。

### 1 实验方法

实验选用约1 mm厚的[110]取向砷化镓单晶材料。样品制备时,用超声切割机截取直径为3 mm的小圆片,

收稿日期: 2003-05-02

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(59971069)

作者简介: 李井润(1964-),男,硕士,讲师,主要从事应用光学,材料疲劳与断裂方面的研究。

机械减薄和抛光到大约0.5 mm放入30%溴甲醇溶液中进行化学抛光20 s,目的是消除机械抛光引起的表面应力。用Vickers硬度计在抛光表面制成40 μm×40 μm阵列的压痕。最大加载载荷为0.049 N,保持时间均为5 s。然后,从无压痕面机械减薄至50 μm,再用Gatan挖坑仪挖坑约30 μm。最后用离子减薄方法从挖坑面进行单面减薄。当样品刚好穿孔时,对双面进行5 min小角度薄化以清除样品表面的污染。样品观察在JEM-2000FXII透射电子显微镜(TEM)下进行,电镜的工作电压为200 kV。

## 2 实验结果与分析讨论

图1是0.049 N载荷引发压痕周围形成的一种典型的变形组态,显示非均匀分布的玫瑰型位错组态。位错组态由四组长臂位错(以L示)和四组短臂位错(以S示)组成,并呈二次对称分布。其中,组成玫瑰型短臂的位错属散射式滑移系,它们已从压痕中心滑移到压痕外,位错的迹线投影分别平行于 $[\bar{1}12]$ 或 $[1\bar{1}2]$ ,属**b**型位错。组成长臂的位错,其直线部分均平行于(111)或(11 $\bar{1}$ )面上的 $[1\bar{1}0]$ 方向,属**a**型位错。图2为压痕顶角附近的一种位错形态的TEM明场像和这一部位沿 $[110]$ 取向的选区电子衍射谱(SAED)。从中可以看出三组不同方向排列的位错,它们的投影分别与 $[1\bar{1}0]$ ,  $[\bar{1}1\bar{2}]$ 和 $[1\bar{1}2]$ 晶向平行。其中, $[1\bar{1}0]$ 方向的位错为长臂位错的一部分;另两组位错的投影分别平行于 $[\bar{1}1\bar{2}]$ 和 $[1\bar{1}2]$ ,由它们组成短臂位错。表1给出了不同双束衍射条件下的观察结果。根据 $g \cdot b=0$ 位错消失判据,可以得出短臂位错的Burgers矢量为 $b=1/2[110]$ ,为混合型位错;长臂位错的Burgers矢量为 $b=1/2[1\bar{1}0]$ ,是纯螺型位错。

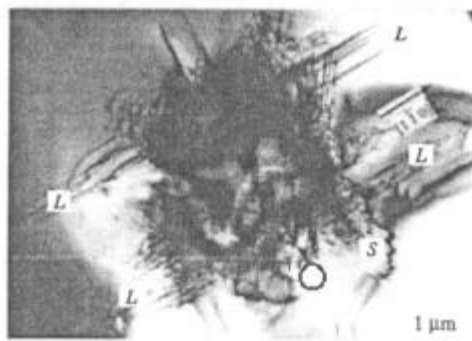


图1 0.049N载荷引发压痕周围形成的一种典型的位错

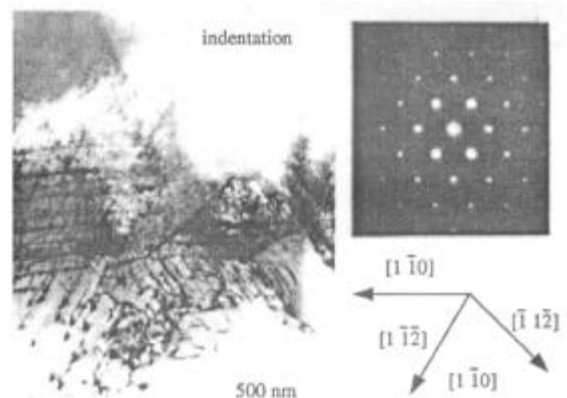


图2 压痕顶角附近的一组位错组态

表1 位错衍射分析结果

$g$	$b(\pm 1/2)$						位错可见与否(位错线方向)		
	$[110]$	$[1\bar{1}0]$	$[101]$	$[10\bar{1}]$	$[011]$	$[01\bar{1}]$	$[1\bar{1}0]$	$[\bar{1}1\bar{2}]$	$[1\bar{1}2]$
$1\bar{1}\bar{1}$	0	1	0	1	-1	0	可见	不见	不见
004	0	0	2	-2	2	-2	不见	半不见	不见
$1\bar{1}\bar{3}$	0	1	-1	2	-2	1	半不见	可见	不见
$\bar{2}20$	0	2	1	1	-1	-1	可见	不见	不见

短臂位错起源于晶体的内部深层而非在试样表面形核,这些位错的形成与压痕下倾斜滑移系中产生的位错的相互作用密切相关<sup>[6,7]</sup>。由此可推断这些位错的形成是Frank-Read源的形核与位错增殖的结果。它们的形成可用图3a所示的位错发展过程简单描述出来。图3b所示为在两个倾斜相交的 $\{111\}$ 面上的契形位错的不同部分交互作用的运动方式。在滑移面上分别存在Frank-Read源,如位错源BC和C'A,它们分别在各自的滑移面滑移运动。当位错源BC和C'A运动成半环行时,相互临近部分因位错方向相反而发生吸引导致位错消失而形成一个带有弯曲环的位错。当位错弯曲部分滑移到试样表面外时,则留下两个直线位错。同时,由于**a**型位错(图3b所示)具有比**b**型位错(图3a所示)更大的运动速度<sup>[1-6]</sup>,因而形成了比短臂位错更长的长臂位错。

从图1看到除以上观察分析的位错结构外,在紧靠压痕处还有一个直线型的缺陷,并在压痕周围呈二次对称分布,图中圆圈所示位置即为它们一个交结点。观察结果表明,裂纹常在交结处萌生<sup>[8]</sup>。图4为图1中圆圈所示位置的一个选区电子衍射谱。这是典型的孪晶衍射斑点,即沿{111}存在多余的衍射斑点。这些多余斑点正好处在 $1/3\{111\}$ 位置,说明其孪晶面为{111}、孪晶方向为 $\langle 112 \rangle$ 。为了更好地了解这种孪晶的结构和形成机理,对这种区域进行了高分辨电子显微镜观察。

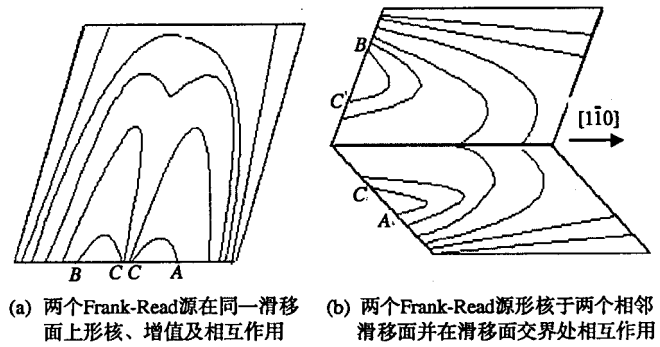


图3 两个Frank-Read源的形核位错增殖示意图

图5是这种孪晶的一个典型的HREM观察结果。可以看出,图1中的每一条直线其实是由许多微孪晶组成,每个孪晶面是一个堆垛层错面。这表明孪晶的形成与层错的产生密切相关。

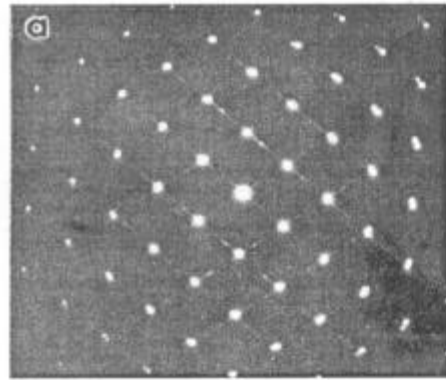


图4 图1中圆圈位置的选区电子衍射谱

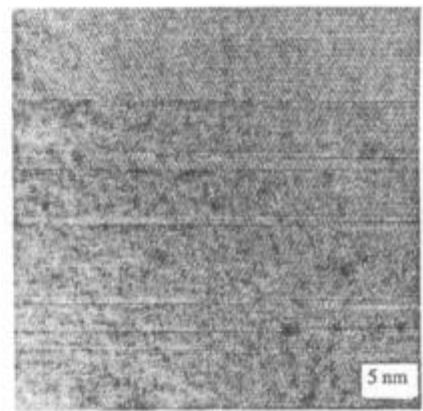


图5孪晶的HREM观察结果

关于这种孪晶的形成,可以简单地描述为晶体以{111}为孪晶面、沿 $\langle 112 \rangle$ 方向发生剪切变形而形成。这是一种常规的形变方式。本文不作更多阐述,而将对沿孪晶面产生的层错进行具体分析。文献[9, 10]中曾有几种关于这种层错的形成模型,如极杆机制(Pole Mechanism)和Frank-Read源模型等。这些模型似乎都很难解释本实验中观察到的现象:压痕附近形成二次对称的孪晶以及微裂纹在孪晶交割处萌生。通过分析本实验中观察的结果,本文提出以下层错形成模型,正如文献[6]所指出,在压痕的作用下,有可能存在沿不同方向的剪切分应力并驱动位错的滑移和分解反应。因此,可能存在如下的位错分解

$$CD \rightarrow Cb + bD \tag{1}$$

$$DB \rightarrow Dg + gB \tag{2}$$

这样,形成两个扩展层错。假定不全位错在各自的滑移面上滑移并在滑移面的交割处相遇,通过位错反应即可形成Lomer-Cottrell位错锁

$$bD + Dg \rightarrow bg \tag{3}$$

在塑性变形过程中,许多类似位错分解将按反应式(1)和(2)不断的重复进行,不全位错不断的形成并塞积于Lomer-Cottrell位错锁前。这样,堆垛层错的宽度随塞积位错的增多而增大,最终形成由堆垛层错为孪晶界。这种孪生过程伴随的层错形成并不全位错塞积于Lomer-Cottrell位错锁也能很好地解释裂纹在孪晶交割处萌生的现象。即位错的塞积导致局部的应力集中而引发裂纹萌生。

### 3 结论

(110)取向砷化镓单晶经压痕作用后,在压痕周围产生非均匀分布的玫瑰型位错组态和二次对称分布的孪晶结构。组成位错组态的短臂位错的Burgers矢量为 $b=1/2[110]$ ,属混合型位错,长臂位错的Burgers矢量为 $b=1/2[1\bar{1}0]$ ,属纯螺型位错。这种位错组态由晶体中六个滑移面上的Frank-Read源的形核、运动及相互作用

而成，其中，短臂位错是由运动速率小的**b**型位错形核、运动而形成，长臂位错是运动速率较大的**a**型位错组成。孪晶在压痕附近呈二次对称分布，孪生过程与形变过程中扩展层错的产生密切相关。组成层错的不全位错塞积于Lomer-Cottrell位错锁导致局部应力集中而引发裂纹萌生。

本工作所用GaAs样品由中国科学院半导体研究所陆大成研究员提供，特此致谢。

#### 参 考 文 献

- [1] Gerthsen D, Ponce F A, Anedron G B. Hing-resolution transmission electron microscopy of 60 degrees dislocations in Si-GaAs[J]. *Phil Mag A*, 1989, 59(5): 1 045-1 058
- [2] Rabier J, Boivin P. Dislocation mobilities and low-temperature macroscopic plasticity of III-V-Compound semiconductors[J]. *Phil Mag A*, 1990, 61 (4): 673-683
- [3] Pirouz P. On twinning and polymorphic transformations in compound semiconductors[J]. *Scripta Metall Mater*, 1989, 23(3): 401-406
- [4] Siethoff H, Volkl J, Gerthsen D, *et al.* The lower yield-point of INP and GaAs[J]. *Phys Stat Solidi A*, 1987,101 (1): 13-18
- [5] Ning X J, Perez T, Pirouz P. Indentation induced dislocations and microtwins GaSb and GaAs[J]. *Phil Mag A*, 1995, 72(4): 837-859
- [6] Levade C, Vanderschaeve G. Rosette microstructure in indented (001) GaAs single crystals and the alpha/beta asymmetry[J]. *Phys Stat Solidi A*, 1999, 171(1): 83-88
- [7] Hirsch P B, Pirouz P, Roberts S G, *et al.* Inedttation plasticity and polarity of hardness on (111) faces of GaAs[J]. *Phil Mag B*, 1985, 52(3): 759-784
- [8] Li Z C, Liu L, He L L, *et al.* Shear-activated indentation crack in GaAs single crystal[J]. *J Mater Res*, 2001, 16(10): 2 845-2 849
- [9] Mahajan S, Wernick J H, Chin G Y, *et al.* Plastic-deformation of V3SI Single-crystals at elevated temperatures[J]. *Phys Lett*, 1978, 33(11): 972-974
- [10] Lefbvre A, Androussi Y, Vanderschaeve G. A TEM Investigation of the dislocation rosettes around Vickers indentotions in GaAs[J]. *Phys Stat Solidi A*, 1987, 99(2): 405-412

编辑 王 燕

-----  
(上接第18页)

## 4 结 束 语

微带滤波器制作成本低，使用方便。利用ADS仿真工具设计微带滤波器，能缩短设计周期，且设计出的滤波器性能较好。ADS的模型仿真结果能较好地与实际相符。上面介绍的滤波器设计方法简便，实用性强，适合工程应用。

#### 参 考 文 献

- [1] 吴世杰. 微带抽头线交指滤波器的设计[J]. *无线电通信技术*, 1992, 18, (1): 39-44
- [2] Hong J S, Lancaster M J. Couplings of microstrip square open-loop resonators for cross-coupled planar mcrowave filters[J]. *IEEE Trans.Microwave Theory Tech.*, 1996, 44 (12): 2 099-2 109
- [3] Brady D. The design, fabrication and measurement of microstrip filter and coupler circuits[J]. *High Frequency Electronics*, 2002, (4): 22-26
- [4] Hong Jia-sheng, Lancaster M J. *Microstrip filters for RF/microwave applications*[M]. New York: John Wiley&Sons.Inc., 2001. 29-160

编辑 王 燕