

# 压痕诱发 GaAs 塑性变形区的层错结构 \*

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

(1. 中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室 2. 中山学院)

**摘 要** 用电子显微镜研究了压痕诱发砷化镓单晶中的塑性变形. 结果表明, 在压痕周围除了产生玫瑰型分布的位错组态和二次对称的孪晶结构外, 还形成了层错. 层错有两种类型: 一种由两个具有不同 Burgers 矢量的不全位错组成, 另一种则由具有相同 Burgers 矢量的不全位错组成.

**关键词** 无机非金属材料, 砷化镓单晶, 压痕, 塑性变形, 层错, 电子显微镜

**分类号** TB321

**文章编号** 1005-3093(2003)04-0359-06

## Stacking-fault structure induced by indentation in GaAs

LI Jingrun<sup>1,2\*\*</sup> LI Zhicheng<sup>1</sup> LIU Lu<sup>1</sup> XU Yongbo<sup>1</sup>

(1. Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

2. Department of Electronics, Zhongshan College, Guangdong Zhongshan)

\* Supported by National Natural Science Foundation of China No.59971059 and special Funds for the Major State Basic Research Project No.G19990650. Manuscript received January 10, 2003; in revised form April 11, 2003.

\*\* To whom correspondence should be addressed, Tel:(024)23971761, E-mail:ybxu@imr.ac.cn

**ABSTRACT** Plastic deformation induced by indentation in a GaAs single crystal was investigated using electron microscopy in the present experiment. The results show that the formation of stacking-faults is the main result of the plastic deformation in this kind of materials besides the formation of the rosette-like dislocations and twofold-symmetrical twins. There are two types of stacking-faults occurred around the indentation: one is composed of two partial dislocations with different Burgers vectors, and the other only consists of one kind of partial dislocations. A model for the formation of the stacking-faults is discussed.

**KEY WORDS** inorganic non-metallic materials, GaAs single crystal, indentation, plastic deformation, stacking-fault, electron microscopy

自 1952 年发现砷化镓以来, 国内外关于这类材料的研究和应用一直是热门课题. 当用在发光二极管(LED)和激光器等装置中时, 砷化镓中的缺陷(如空位、位错和层错等)对其性能有极大的影响. 因此, 砷化镓的低温塑性变形就成为理论与工程研究的重要课题<sup>[1~3]</sup>, 许多科研工作者把微压痕技术应用于砷化镓塑性行为的研究中<sup>[4~8]</sup>. 现有研究的共同结果是在压痕周围产生不对称的玫瑰形位错分布. 这种位错分布主要是具有不同运动速度的  $\alpha$  和  $\beta$  位错<sup>[9]</sup>. Lefebvre 等<sup>[10]</sup>认为长臂位错是运动速度较大的  $\alpha$  全位错组成, 短臂位错由低运动速度的、可分解的  $\beta$

\* 国家自然科学基金资助项目 No.59971059 和国家重点研究发展规划资助项目 No.G19990650.

2003 年 1 月 10 日收到初稿; 2003 年 4 月 11 日收到修改稿.

本文联系人: 徐永波, 研究员, 沈阳市 110016, 中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室

位错形成. 当砷化镓单晶经过压缩或压痕后, 也产生位错和层错. 在不同实验条件下塑性变形的行为也可能不同, 因此提出了不同的变形机制. 本文分析在变形砷化镓中观测到的位错和层错结构.

## 1 实 验 方 法

实验用材料为厚度约 1 mm 的  $[110]$  取向的砷化镓单晶. 用超声切割机截取直径为 3 mm 的小圆片, 并机械减薄和抛光到大约 0.5 mm; 然后将其放入浓度为 30% 的溴甲醇溶液中进行化学抛光 20 s, 以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  $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$  阵列的压痕, 最大加载载荷为 0.147 N, 保持时间均为 5 s. 然后, 将无压痕面机械减薄至  $50\ \mu\text{m}$ , 再用 Gatan 挖坑仪挖坑约  $30\ \mu\text{m}$ . 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. 用 JEM-2000FXII 透射电镜 (TEM) 观察样品, 电镜的工作电压为 200 kV.

## 2 结 果 与 讨 论

在图 1 中可以看到六个密排原子面 (滑移面):  $(1\bar{1}\bar{1})$ ,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ,  $(\bar{1}11)$  和  $(\bar{1}\bar{1}1)$  等密排面 (图 1a) 和  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  和  $(\bar{1}\bar{1}1)$  密排面 (图 1b).

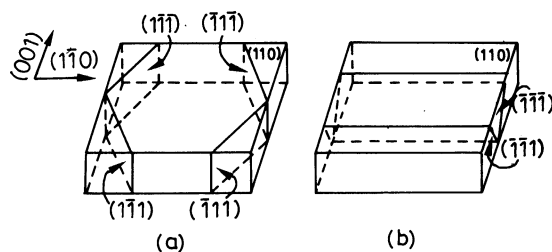


图 1  $[110]$  取向晶体薄膜中存在的几种可能的滑移面

Fig.1 Schematic geometry of the closely stacked planes in  $(110)$ -orientated specimen: (a) four  $\{111\}$  planes  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)$  and  $(\bar{1}\bar{1}1)$ ; (b) two  $\{111\}$  planes:  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  and  $(\bar{1}\bar{1}1)$

在压痕作用下, 砷化镓单晶的典型变形是在压痕周围非均匀分布的玫瑰型位错组态. 在 0.049 N 载荷引发压痕周围显示出非均匀分布的玫瑰型位错和二次对称分布的孪晶结构 (图 2). 作者对这种位错组态和孪晶结构作了具体分析<sup>[11]</sup>. 当以更大载荷 (0.147 N) 作用时, 材料严重损伤, 此时, 很难得到具有完整压痕形貌的 TEM 试样薄区. 与小载荷 (0.049 N) 压痕的变形方式相似, 0.147 N 载荷压痕也同样产生非均匀分布的位错组态和二次对称分布的孪晶结构. 此外, 堆垛层错 (文献中也常把这类结构称为孪晶) 是 0.147 N 载荷压痕变形的另一种重要结果. 图 3a 给出了 0.147 N 载荷压痕附近的一个 TEM 明场像以及  $[110]$  方向入射的选区电子衍射谱. 可以看出, 除了位错以外, 还产生较多的堆垛层错 ( $SF_1$ ). 层错条纹迹线与  $[2\bar{2}0]$  方向平行. 对照压痕中心位置 (图中右上角标以 “indentation”) 和图 1b, 可以看出层错面应该处于  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  或  $(\bar{1}\bar{1}1)$  上. 分析层错中的不全位错进行电子衍射分析 (表 1), 可以得到组成层错的不全位错的 Burgers 矢量分别为  $b_1 = \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  和  $b_2 = \frac{1}{6}[\bar{2}\bar{1}1]$ .

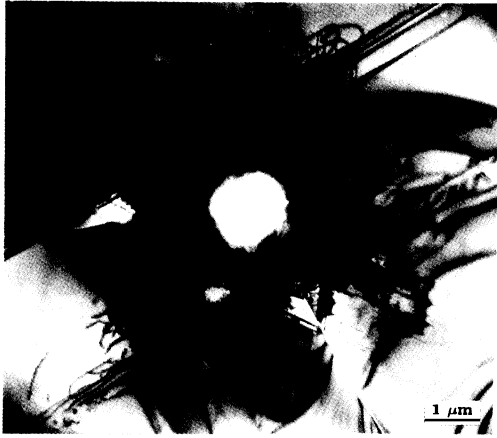


图 2 0.049 N 载荷引发压痕周围形成的一种典型的变形组态

Fig.2 A typical deformation configuration induced by 0.049 N-load indentation

观察压痕周围塑性变形区, 可发现另一种层错形态 ( $SF_2$ ) (图 3b). 可以看出, 层错是由许多平行排列的不全位错组成. 衍射分析表明, 这些不全位错具有相同的 Burgers 矢量, 即  $b = \frac{1}{6} [\bar{1}2\bar{1}]$ . 这类层错的分布与图 3a 中的结果不同, 层错条纹在 (110) 面上的投影与  $[1\bar{1}0]$  方向垂直. 压痕附近各种缺陷的分布具有二次对称性, 图 3c 示意出右半部分的分布, 其中  $Ta$  为孪晶分布,  $Tb$  和  $Tc$  分别为  $SF_1$  和  $SF_2$  层错. 可以采用 Pirouz<sup>[4]</sup> 提出的 Frank-Read 源模型解释图 3a 中层错的结构, 这种层错形态可归结为不全位错运动的结果. 在  $\{111\}$  平面 (如 C 平面: (1) 存在一个 Burgers 矢量为  $b = AB = XY = \frac{1}{2} [1\bar{1}0]$  的位错产生的六角位错环 (图 4a). 在大的压痕剪切应力作用下, 沿螺旋型位错方向, 即  $[1\bar{1}0]$  方向, 位错 AB 作为 Frank-Read 源分解为两个  $30^\circ$  不全位错  $\delta B$  和  $A\delta$ . 由

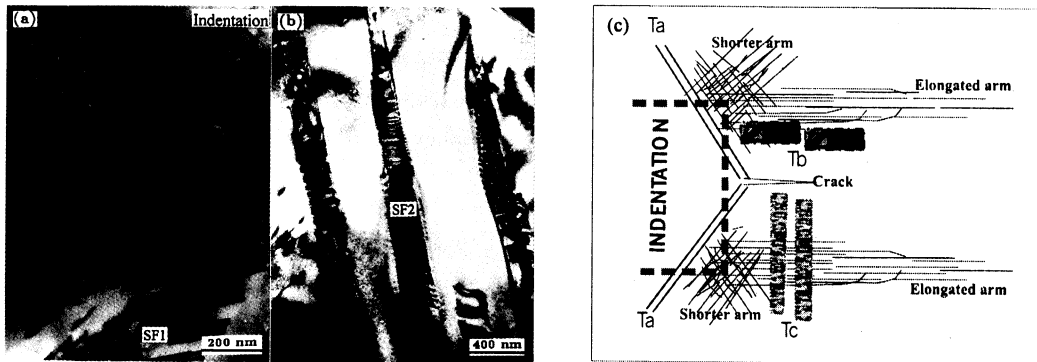


图 3 0.147 N 载荷压痕附近的层错观察结果

Fig.3 TEM observations of the stacking-faults near the 0.147 N-load indentation (a) two kinds of partial dislocations  $b = \frac{1}{6} [1\bar{1}\bar{2}]$  and  $\frac{1}{6} [\bar{1}2\bar{1}]$ , (b) only one type of partial dislocation  $b = \frac{1}{6} [\bar{1}2\bar{1}]$ , (c) a schematic geometry of the distribution in which the defects occurred around the indentation

于沿各滑移系和 Burgers 矢量的最大剪切应力分布的复杂性, 在压痕周围有几个滑移系可以被激活. 当位错环在 C 平面上扩展时, 螺旋型分量可能在某区域到达 XY, 使得螺旋型位错 AB 能够交滑移到 D 面上, 并分解成不全位错  $\delta B$  和  $A\delta$ . 在 GaAs 晶体中  $\alpha$  和  $\beta$  全位错具有不同的运动速度,  $\alpha$  和  $\beta$  不全位错也具有不同的运动速度<sup>[12]</sup>. 因此, 形成层错的结构形态主要是由两种不全位错的运动速度决定. 当两种不全位错的运动速度比较接近时, 它们的运动将形成不稳定的半

表 1 不全位错衍射分析结果  
Table 1 Analysis of the partial dislocations

g	b(1/6)						Observation results		
	(111)		(11 $\bar{1}$ )				Forerunner dislocation	Following dislocation	Fault stripe
	$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[2\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}2\bar{1}]$	$[2\bar{1}1]$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[\bar{1}21]$			
$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	0	0	0	-1/3	2/3	-1/3	visible	visible	visible
$\bar{1}\bar{1}1$	2/3	-1/3	-1/3	0	2/3	0	invisible	non-visible	non-visible
$\bar{2}20$	2/3	-1/3	-1/3	-1/3	2/3	-1/3	visible	non-visible	non-visible
$\bar{1}13$	-1/3	2/3	-1/3	1	-1	0	non-visible	visible	non-visible

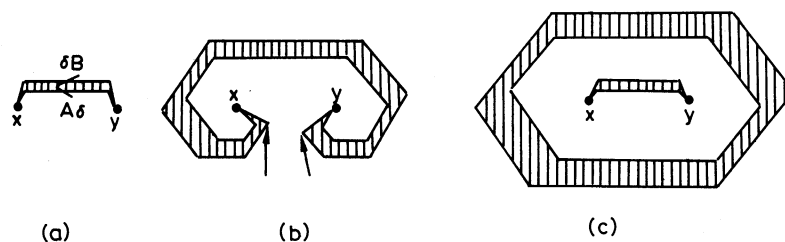


图 4 SF<sub>1</sub> 型层错形成过程示意图

Fig.4 Schematic diagrams for the formation of SF<sub>1</sub> stacking-fault: (a)  $AB \rightarrow \delta B + \delta A$ ; (b) Both partials reach the unstable semicircular configuration; (c) a dissociated loop forms and the dislocations repeat the (a) process

环形位错 (图 4b). 箭头所指部分由于位错线方向相反而吸引抵消, 最终形成由两个不全位错组成的位错环. 如此连续、重复的反应即可形成如图 3a 所观察的具有两种不全位错的 SF<sub>1</sub> 型层错 (图 4c).

当尾随位错的运动速度比领先位错小得多时, 领先位错形成不稳定的半位错环而尾随位错并没有明显的运动 (图 5). 当位错运动到如图 5d 所示位置时, 领先位错  $\delta B$  则位于尾随位错 ( $A\delta$ ) 的后部. 领先位错  $\delta B$  在大切应力作用下可能发生分解反应  $\delta B \rightarrow \delta A + AB$ , 由于  $A\delta$  和  $\delta A$  相互吸引而消失留下螺型位错  $AB$ . 在形变过程中, 还可能发生第二次分解反应  $AB \rightarrow \delta B + A\delta$ .

这样多次循环的进行即产生由同一种不全位错组成的 SF<sub>2</sub> 型层错 (图 3b). Pirouz<sup>[4]</sup> 提出, 位错环由两个不全位错  $A\delta$  和  $\delta B$  组成. 当位错反应进行到如图 5c 所示位置后, 不全位错  $\delta B$  分解产生一个在 C 平面上的不全位错  $\gamma B: \delta B \rightarrow \delta\gamma + \gamma B$ . Shochley 不全位错  $\gamma B$  滑移到相交的 D 平面, 然后再进行分解:  $\gamma B \rightarrow \gamma\delta + \delta B$ . 同时, 尾随位错  $A\delta$  发生反应:  $A\delta + \delta\gamma \rightarrow A\gamma$  和  $A\gamma + \gamma\delta \rightarrow A\delta$ . 这样, 领先位错  $\delta B$  和尾随位错  $A\delta$  在 D 平面上就调整到了正确的位置. 如此重复图 5a→5d 以及上述反应过程即可形成如图 3b 所示的由同一 Burgers 矢量不全位错组成的 SF<sub>2</sub> 型层错.

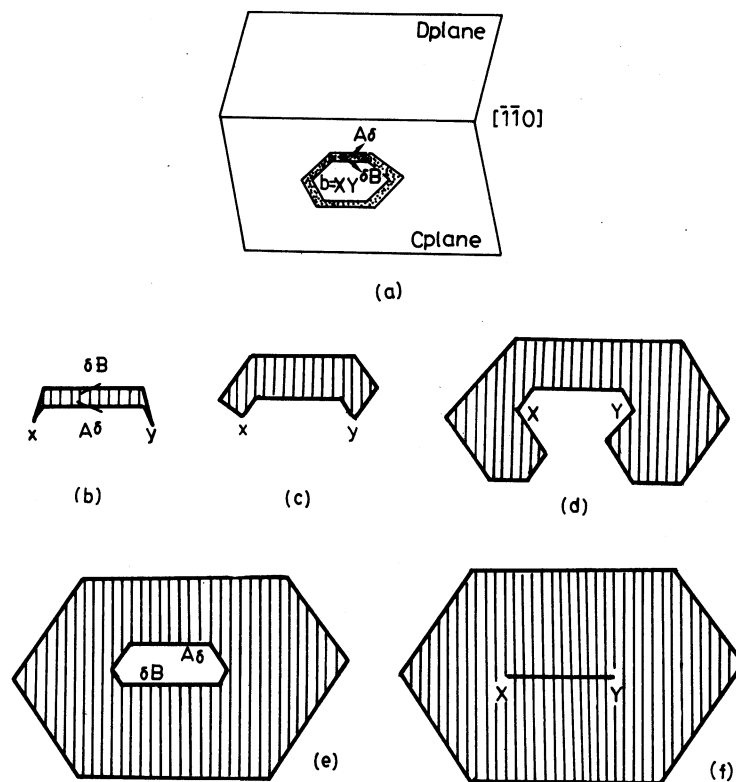


图 5 SF<sub>2</sub> 型层错形成过程示意图

**Fig.5** Schematic diagrams for the formation of SF<sub>2</sub> stacking-fault: (a) A hexagonal loop of a dissociated dislocation AB lying on C plane; (a)→(d) AB→ $\delta B$ +A $\delta$ , leading dislocation  $\delta B$  has formed a faulted loop while the trailing one A $\delta$  has not reached the unstable semicircular configuration (c); (e)  $\delta B$ → $\delta A$ +AB, then A $\delta$  and  $\delta A$  attract and vanish and screw dislocation AB leaves, then repeat the processes from (a) to (d)

### 3 结 论

压痕诱发砷化镓单晶中的塑性变形, 在压痕周围除了产生玫瑰型分布的位错组态和二次对称的孪晶结构外, 还形成了层错. 一种由两个具有不同 Burgers 矢量的不全位错组成, 另一种则由相同 Burgers 矢量的不全位错组成, 是由于先导位错的运动速度比尾随位错的大并在相邻滑移面上发生交滑移和位错反应的结果.

感谢中国科学院半导体研究所陆大成研究员提供 GaAs 样品.

## 参 考 文 献

- 1 T.Suzuki, T.Yasutomi, T.Tokuoka, I.Yonenago, Plastic deformation of GaAs at low temperatures, *Phil.Mag.A*, **79**, 2637(1999)
- 2 M.Tanaka, B.Jouffrey, Dissociated dislocations in GaAs observed in HREM, *Phil.Mag.A*, **50**, 733(1984)
- 3 D.Gerthsen, F.A.Ponce, G.B.Anderson, High-resolution transmission electron microscopy of 60° dislocations in Si-GaAs, *Phil.Mag.A*, **59**, 1045(1989)
- 4 P.Pirouz, Deformation mode in silicon, slip or twinning, *Scripta Metall.*, **21**, 1563(1987)
- 5 H.R.Hoche, J.Schreiber, Anitropic deformation behavior of GaAs, *Phys.Stat.Solidi a*, **86**, 229(1984)
- 6 E.L.Bourhis, G.Patriarche, Transimission electron microscopy observations of low load indents in GaAs, *Phil.Mag.Lett.*, **79**, 805(1999)
- 7 P.B.Hirsch, P.Pirouz, S.G.Roberts, P.D.Warren, Indentation plasticity and polarity of hardness on {111} faces of GaAs, *Phil.Mag.B*, **52**, 759(1985)
- 8 R.E.Hanneman, J.H.Westbrook, Effects of adsorption on the indentation deformation of non-metallic solids, *Phil.Mag.*, **18**, 73(1968)
- 9 P.D.Warren, P.Pirouz, G.Roberts, Simultaneous observation of  $\alpha$ - and  $\beta$ -dislocation mevement and their effect on the fracture behavior of GaAs, *Phil.Mag.A*, **50**, L23(1984)
- 10 A.Lefebvre, Y.Androussi, G.Vanderschaeve, A TEM investigation of the dislocation rosettes around Vickers indentation in GaAs, *Phys.Stat.Solidi a*, **99**, 405(1987)
- 11 LI Zhicheng(李志成), Ph.D Dissertation, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences (2002)
- 12 X.J.Ning, T.Perez, P.Pirouz, Indentation-induced dislocations and microtwins in GaSb and GaAs, *Phil.Mag.A*, **72**, 837(1995)