

压痕诱发 GaAs 单晶中的位错组态^{*}

李井润¹, 李志成², 徐永波²

(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, 辽宁 沈阳 110016)

摘 要: 利用透射电子显微镜对压痕诱发 GaAs 中的位错组态进行了研究。结果表明, 压痕周围产生了玫瑰型不对称的位错组态和二次对称分布的孪晶结构。这种位错组态是由晶体中六个滑移面上的形核、运动及相互作用而成。它们与材料中不同运动速度的 α 、 β 位错密切相关。

关键词: GaAs; 压痕; 位错; 电子显微镜

中图分类号: TN304.23 **文献标识码:** A **文章编号:** 0529-6579(2004)02-0043-03

以砷化镓为代表的 III—V 族化合物半导体具有高的迁移率和比硅更优异的光电子等性能, 为新材料和器件的设计与功能的选择提供了新的、更为宽广的前景。国内外关于这类材料的研究和应用一直是热门课题。当它们应用在激光和电子集成技术等方面时, 材料中的缺陷(如位错、层错等)对其性能有极大的影响。因此, 砷化镓中的低温塑性变形就成为理论和工程研究的关键课题^[1,2]。压痕技术正是一种研究材料塑性变形常用的、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^[3,4]。由于不同实验条件(比如载荷大小、加载速率、环境温度和压痕对角线的取向等), 塑性变形行为可能不同。同时, 对不同条件下的变形行为也提出了不同的变形机制。在关于压痕诱发砷化镓塑性行为的报道中, 除 Ning 等^[5]对 $[110]$ 取向的材料进行了报道外, 几乎都是关于 $[001]$ 取向材料的塑性行为的报道文献。但 Ning 等人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。

本文报道作者在对砷化镓的塑性变形研究过程中观察到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, 并对其形成机理进行了分析。

1 实验方法

实验选用约 1 mm 厚 $[110]$ 的取向半导体砷化镓单晶。样品制备时, 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 $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ 阵列的压痕, 最大加载荷为 0.049 N, 保持时间均为 5 s。然后, 从无压痕面机械减薄至 $50\ \mu\text{m}$, 再用 Gatan 挖坑机械挖坑约 $30\ \mu\text{m}$ 。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。样品观察在 JEM-2000 FX II 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位错形态, 显示出不对称的玫瑰型位错分布。这种位错组态由四组长臂位错(以 L 标示)和四组短臂位错(以 S 标示)组成。图 2 给出了 $(\bar{1}10)$ 晶体薄膜中存在的几种可能的滑面几何示意图。在这种取向的晶体中可以看到 6 个密排原子面(滑移面); 图 2a 中有 $(11\bar{1})$, (111) , $(\bar{1}\bar{1}1)$ 和 $(\bar{1}11)$ 等密排原子面, 图 2b 中存在 $(11\bar{1})$ 和 $(\bar{1}11)$ 密排原子面。如果位错在图 2a 中的滑移面上滑移, 位错中心处在 Ga 原子面上, 这种位错被定义为 β 位错; 而在图 2b 中的滑移面上滑移的位错, 其中心处在 As 原子面上, 这种位错被定义为 α 位错。 α 位错具有比 β 位错更大的运动速度^[3-5]。这种玫瑰形位错的形成主要是由于不同运动速度的 α 位错和 β 位错, 其中 α 位错运动速度较快而形成长臂位错, β 位错运动速度较慢而形成短臂位错。

* 收稿日期: 2003-07-16

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(59971069); 国家重点基础研究基金资助项目(G19990650)

作者简介: 李井润(1964年生), 男, 讲师; E-mail: jingrunli@tom.com

这些位错的迹线投影分别平行于 $[112]$ 或 $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 。

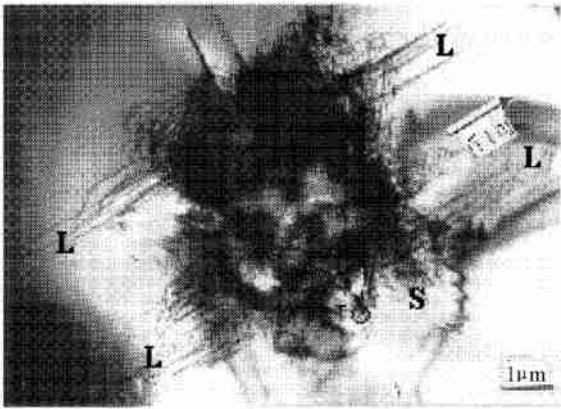


图 1 压痕诱发 GaAs 单晶中典型的位错形态
Fig. 1 typical deformation configuration induced by indentation in GaAs single crystal

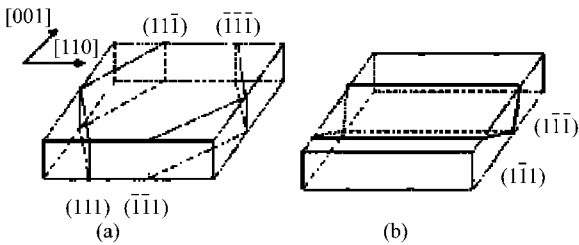


图 2 $[\bar{1}10]$ 晶体薄膜中存在的
几种可能的滑移面示意图

Fig. 2 Schematic geometry of the closely stacked planes in $(\bar{1}10)$ orientation specimen
(a) four planes $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, (111) , $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ and $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$;
(b) two planes $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ and (111)

组成玫瑰型短臂的位错属于散射式滑移面系，它们已经从压痕中心滑移到压痕外。这些位错是在如图 2a 所示的滑移面上进行滑移，属于 β 型位错。

图 3 为压痕塑性区中的一种位错形态的 TEM 明场像和这一部位沿取向的选区电子衍射谱 (SAED)。压痕中心并未在图中显示出来，以“indentation”示意它们的位置。图中可以看出，沿着 $[\bar{1}10]$ 方向有许多半环形位错和长直的位错。它们均在如图 2b 所示的 $(1\bar{1}\bar{1})$ 或 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 滑移面上进行滑移，属于 α 位错。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 $b = 1/2 [\bar{1}10]$ ，为混合型位错；长臂位错的 Burgers 矢量为 $b = 1/2 [110]$ ，是纯螺型位错。

Levade 等^[6] 提出，短臂位错起源于晶体的内部深层而不是在试样表面形核。Roberts 等^[7] 也指出，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。基于相关文献报道及本研

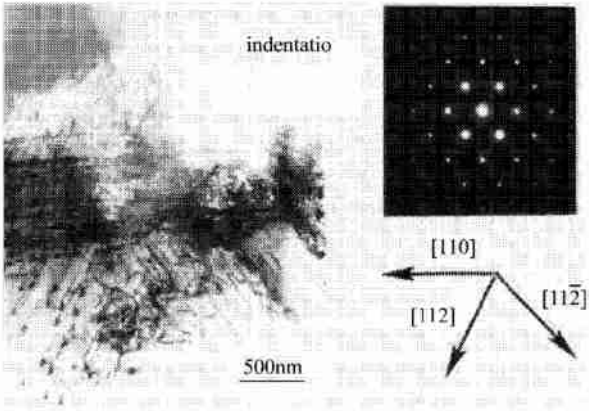


图 3 压痕顶角附近的一组位错形态。

Fig. 3 A group of dislocations around an indentation

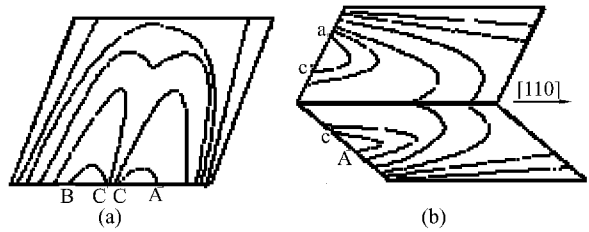


图 4 两个 Frank-Read 源的形核与位错增殖示意图

Fig. 4 Initiation and multiplication of two Frank-Read sources
(a) 位错源在图 2 (a) 中的一个滑移面上运动与增殖形成短臂位错；
(b) 位错源在相互倾斜的两个滑移面上运动与增殖形成长臂位错

究，作者认为，这些位错的形成是 Frank-Read 源的核与位错增殖的结果。它们的形成可用图 4 (a) 所示的位错发展过程简单描述出来，两个 Frank-Read 源在图 2 (a) 中所示的其中一个滑移面形成与运动。Lefebvre 等^[8] 也指出，在硅和砷化镓中，压痕引发的全位错是在两个倾斜相交的 $\{111\}$ 面上的楔形位错的不同部分交互作用的运动方式。在作者的实验中，发现长臂位错处在倾斜的 $\{111\}$ 滑移面上，而且它们的 Burgers 矢量与位错臂方向 $\langle 110 \rangle$ 平行，如图 3 所示。在压痕内或压痕边沿，由于极大的变形而产生了高密度的位错。由此提出图 4b 所示的位错运动方式。在两个相互倾斜的 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 和 (111) 滑移面上分别存在 Frank-Read 源，如位错源 BC 和 C'A。它们的滑移运动最终也导致异向位错的吸引并消失。同时，由于这种位错属于 α 位错，具有比 β 型位错更大的运动速度^[3-5]，所以形成了比短臂位错更长的长臂位错。

从图 1 中还可以看到在紧靠压痕处还有一中直线型的缺陷，并在压痕周围呈二次对称分布，如图

1 圆圈所示位置即为它们的一个交结点。经观察发现，裂纹常在交结处萌生^[9]。从 SAED 可知，这是典型的孪晶衍射斑点，图 1 中的每一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。文献中曾几种关于这种层错的形成模型，如极杆机制^[10]和 Frank-Read 源模型等^[8]，但这些模型似乎很难解释本实验中观察到的现象：压痕周围形成二次对称的孪晶及裂纹在孪晶交结处萌生。结合本实验结果，我们提出如下层错形成模型：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，不全位错在各自的滑移面上滑移并在滑移面的交结处相遇，通过位错反应形成 Lomer-Cottrell 位错锁。位错分解反应不断的重复进行，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。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，在压痕周围产生不对称分布的玫瑰型位错组态和二次对称的孪晶结构。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，是由运动速率小的 β 型位错形核、运动而形成；长臂位错的 Burgers 矢量为 $b = 1/2 [110]$ ，属纯螺型位错，是由运动速率较大的 α 型位错组成。孪晶在压痕附近呈二次对称分布。组成层错的不全位错塞积于 Lomer-Cottrell 位错锁前导致局部应力集中而引发裂纹萌生。

参考文献：

[1] SUZUKI T, YASUTOMI T, TOKUOKA T, et al. Plastic

deformation of GaAs at low temperatures[J] . PHIL MAG A, 1999, 79(11): 2637—2654.
[2] SUZUKI T, YASUTOMI T, TOKUOKA T, et al. Plasticity of III-V compounds at low temperatures[J] . Phys Stat Solidi A, 1999, 171(1): 47—52.
[3] GERITSEN D, PONCE F A, ANEDRSON G B. High-resolution transmission electron microscopy of 60 degrees dislocations in Si-GaAs[J] . Phil Mag A, 1989, 59(5): 1045—1058.
[4] 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.
[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. Indentation plasticity and polarity of hardness on (111) faces of GaAs [J] . Phil Mag B, 1985, 52(3): 759—784.
[8] LEBVRE A, ANDROUSSI Y, VANDERSCHAEVE G. A TEM Investigation of the dislocation rosettes around Vickers indentations in GaAs[J] . Phys Stat Solidi A, 1987, 99(2): 405—412.
[9] 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): 2845—2849.
[10] 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.

Indentation Induced Dislocations in GaAs Single Crystal

LI Jing run¹, LI Zhi cheng², XU Yong bo²

- (1. Zhongshan College, University of Electronic Science and Technology of Chinam, Guangdong Zhongshan 528403, China;
- 2. Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Science, Shenyang 110016, China)

Abstract: Dislocations induced by indentation in GaAs single crystal have been studied with using transmission electron microscopy. The results show that resettle like asymmetric dislocations occurred around indentation. The dislocation net is formed by the nucleation and movement of the dislocations on the six slipping planes, and is closely related to the various moving of the α and β dislocations in GaAs crystal.

Key words: GaAs; indentation; dislocation; electron microscopy