

## 压痕诱导单晶 GaAs 非晶相变\*

李志成<sup>1)</sup> 单智伟<sup>1)</sup> 吴亚桥<sup>1)</sup> 贺连龙<sup>2)</sup> 徐永波<sup>1,2)</sup>

1) 中国科学院金属研究所材料疲劳与断裂国家重点实验室, 沈阳 110015

2) 中国科学院金属研究所固体原子像开放研究实验室, 沈阳 110015

**摘要** 利用高分辨电子显微镜观察了 (100)GaAs 单晶 Vickers 压痕诱发的形变行为. 结果表明, 这种材料在 Vickers 硬度计载荷的作用下产生许多孪晶和堆垛层错, 导致发生晶格扭曲, 最终诱发晶体的非晶转变. 孪晶、层错和晶格扭曲很可能是压痕诱发 GaAs 非晶转变过程中经历的变形阶段.

**关键词** 压痕, GaAs 单晶, 非晶转变

**中图分类号** TG115.21

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2000)04-0337-04

## AMORPHIZATION INDUCED BY INDENTATION IN SINGLE CRYSTAL GaAs

LI Zhicheng<sup>1)</sup>, SHAN Zhiwei<sup>1)</sup>, WU Yaqiao<sup>1)</sup>, HE Lianlong<sup>2)</sup>, XU Yongbo<sup>1,2)</sup>

1) State Key Laboratory for Fatigue and Fracture of Materials, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015

2) Laboratory of Atomic Imaging of Solids, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015

Correspondent: LI Zhicheng, Tel: (024)23843531-55324, Fax: (024)23891320, E-mail: zhchli@imr.ac.cn  
Manuscript received 2000-01-19, in revised form 2000-01-26

**ABSTRACT** The deformation behavior induced by Vickers indentation on (100) gallium arsenide single crystal has been investigated with high resolution electron microscopy. The results show that lots of microtwins, stacking-faults and heavy-distorted lattices were formed in indentation, and a crystalline-to-amorphous transition induced during indentation has been observed. It is possible that microtwins, stacking-faults and lattice-distortion is a middle process through which GaAs transforms from crystalline to amorphism.

**KEY WORDS** indentation, GaAs single crystal, amorphization

自 Clarke 等人首次利用压痕方法发现高压诱导单晶 Si 的非晶相变以来, 利用透射电子显微镜或高分辨电子显微镜观察单晶 Si 非晶化现象的报道越来越多<sup>[1-7]</sup>. 也有不少科研工作者利用压痕方法对单晶 GaAs 进行过研究<sup>[8-10]</sup>, 主要研究了压痕附近的位错、孪晶、层错以及微裂纹形成与扩展等. 利用压痕方法制取 GaAs 电镜薄膜时, 由于材料太脆, 给试样减薄带来很大困难, 在减薄过程中往往会把压痕中心减薄掉, 电镜观察时总是看见压痕位置成了空洞而未能观察到压痕中心的形态. 有人把经过退火后的有压痕的 GaAs 样品制成电镜薄膜<sup>[11,12]</sup>, 但

所观察的细节已非压痕直接引起的变形行为, 并且很可能已失掉了不少主要信息. 因此, 至今尚未有关于压痕诱导单晶 GaAs 非晶化现象的报道.

本文作者在实验过程中虽也没能观察到完整的 GaAs 压痕薄区, 但在压痕的剩余部分观察到了压痕诱导晶体的非晶化现象. 同时观察到在非晶区与基体的过渡区域存在许多孪晶、位错和堆垛层错, 晶格发生了严重的畸变和扭曲. 由此提出单晶 GaAs 在压痕中的非晶化相变与孪晶、层错和晶体扭曲有关.

### 1 实验方法

实验选用半导体 GaAs (100) 面单晶材料. 用超声切割机从中切取直径为 3 mm 圆柱后机械减薄至 300  $\mu\text{m}$  厚, 单面抛光后用 Vickers 硬度计在抛光面上制取显微压痕. 制取压痕时, 使压头的对角线分别与 [011] 和 [0 $\bar{1}$ 1] 方向平行 (如图 1 所示,  $P$  所示方向为加载方向), 压力

\* 国家自然科学基金项目 5997109 和国家重点基础研究项目 G19990650 资助

收到初稿日期: 2000-01-19, 收到修改稿日期: 2000-01-26

作者简介: 李志成, 男, 1969 年生, 博士生

为 0.049 N, 在压力峰值处保持时间为 5 s. 减薄时, 先对有压痕面的背面机械减薄至 50  $\mu\text{m}$  左右, 再用 Gatan 挖坑机挖至约 10  $\mu\text{m}$ , 最后用离子减薄方法作最终减薄. 当样品减薄出小洞后, 用小角度双面离子减薄 5 min 以清除表面污染物. 样品制备均在室温下进行. 在 JEM-2010 高分辨电子显微镜下观察样品.

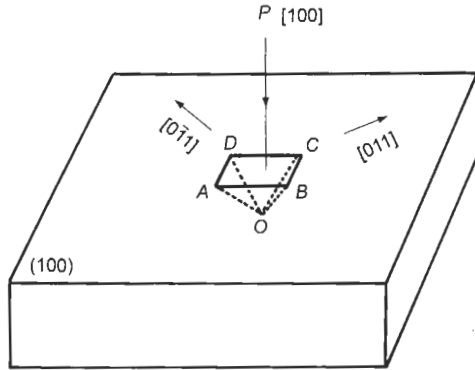


图 1 [100] 方向压痕方位示意图

Fig.1 Schematic view of [100] indentation

## 2 实验结果与分析

在实验过程中观察到利用压痕方法制备的透射电镜样品, 其压痕中心往往被减薄掉而变成小孔洞. 图 2a 是其中一个压痕的明场像, 黑线方框内为压痕区, 其中心在减薄时被减薄掉而只剩下边缘部分. 图中标有字母 A 的区域是 Vickers 硬度计压头一棱边所对应的位置, 即图 1 所示压痕中 OA 所在位置. 这一区域的选区电子衍射花样如图 2b. 从电子衍射花样中可以知道, 衍射斑点已经伸长和弯曲. 进一步分析得出, 这个选区电子衍射花样中存在较强的两套入射方向为 (110) 的衍射斑, 它们之间有一个约为  $18^\circ$  的旋转角, 并在其中一套中可以看出含有孪晶

衍射斑. 由此可以推测, 在压痕的形成过程中单晶 GaAs 的压痕侧面由原来的 (100) 面向 {110} 面旋转, 并产生了晶格变形.

对这一区域进行的高分辨电子显微镜观察见图 3. 从中可以看出, Vickers 硬度计的高压力作用使晶格发生畸变, 在硬度计压头棱边对应的位置畸变最严重, 棱的两边逐渐减弱. 分析高分辨像的晶格条纹, 得出这一区域的面间距为 0.327 nm. 在具有点阵像区域中能分辨出存在夹角为  $70.6^\circ$  的两个面, 证明这是 [110] 入射方向的高分辨像, 故可以确定这两个面分别为  $(\bar{1}11)$  和  $(\bar{1}1\bar{1})$ . 上、下两侧的原子列存在  $18^\circ$  左右的角度偏差. 以上均与图 2b 中电子衍射谱的分析结果相符. 在这个区域中, 可以看到许多大小不一的孪晶 (箭头所指处为初始化孪晶, T 为较大的孪晶) 和堆垛层错 (标注为 S).

在图 3 右半部分 (即图 1 中的 OA 边靠近压痕中心 O 位置) 的小区域中, 可以观察到非晶区 (用 a 标示) 的存在. 图 4a 为图 3 中中间靠左一小区域的放大像. 从中可以看见存在较多的孪晶, 在孪晶内或孪晶之间有时也能观察到位错或层错. 孪晶、层错的交互作用也可使晶格曲折 (如图中双箭头所示), 并可能诱发晶体逐渐向非晶相转变. 图 4b 为图 3 右侧一小区域的放大像. 从图可以看出, 晶体已逐渐向非晶体转变. 在非晶区中仍能看见纳米大小的晶粒和小的原子列, 以及保持孪晶状态的原子.

在基体与非晶的过渡区域观察到了变形孪晶与堆垛层错, 表明 GaAs 在制备压痕过程中发生了塑性变形, 而且孪晶与层错是产生塑性变形的方式之一. 即使在非晶区域, 也能观察到二维的晶格条纹和少许的孪晶形态, 并且在非晶区的边界处存在层错或层错与孪晶交互作用形成的晶格扭曲, 说明非晶化过程是一个连续转变的过程, 而不是基体直接变成非晶. 在非晶化转变过程中, 位错、孪晶和层错起了主要作用.

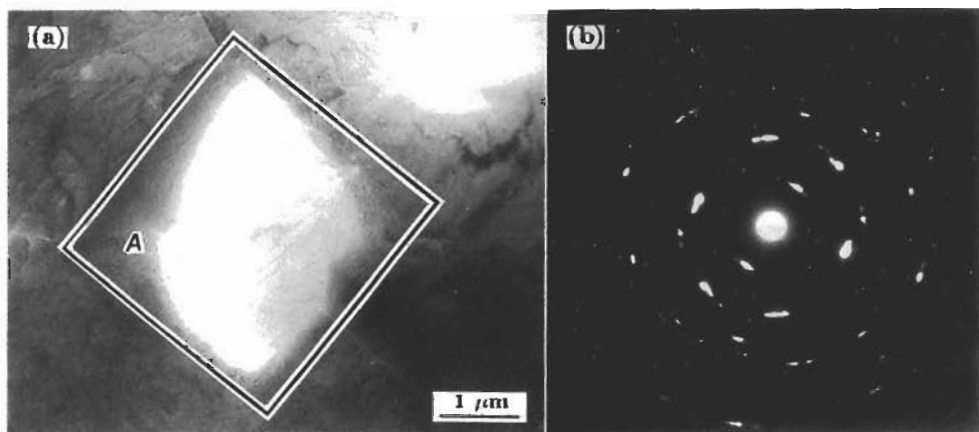


图 2 GaAs 中压痕的显微像

Fig.2 The topograph of indentation in GaAs

(a) bright field image of a perforated indentation (b) SAED patterns of A-region

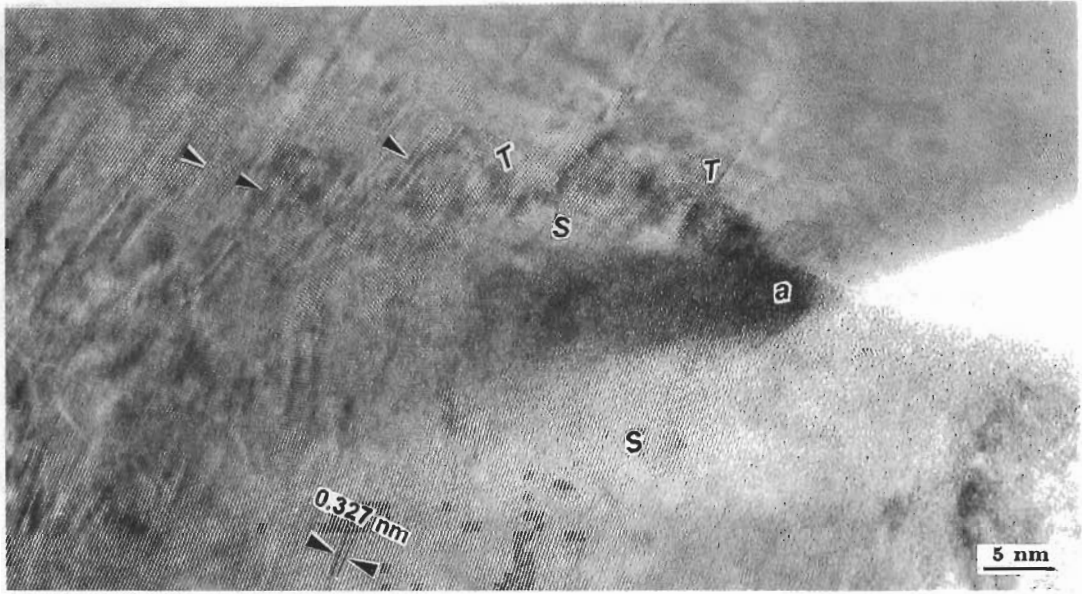


图 3 图 2a 中压痕内 A 区域的高分辨电子显微像

Fig.3 HREM image of zone marked 'A' in Fig.2a, showing deformation behavior and amorphization induced by indentation

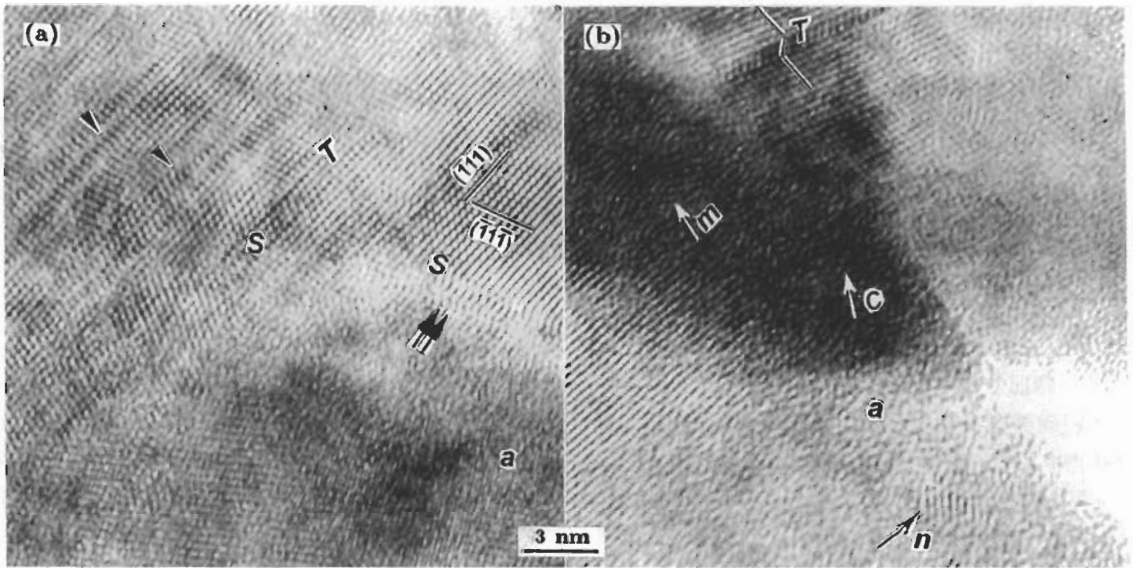


图 4 图 3 中两个不同区域放大的高分辨像

Fig.4 Magnified HREM images of two parts in Fig.3

(a) showing deformation twins and stacking-faults beside  $\alpha$ -region

(b) the microtwin (m), cluster (c) and nano-crystal (n) in  $\alpha$ -region showing the continuous transformation from crystalline to amorphism

在实验过程中, 本文作者未能观察到压痕中心的细节, 主要对压头的一个棱边的作用区进行了观察. 在这一区域中, 由于棱锥压头底部至顶部过渡的不同部位 (即沿图 1 中  $A \rightarrow O$  方向) 对材料的作用程度不同, 故能够清楚地观察到晶格畸变到向非晶转变的过程. 可以看到, 靠近底部或在棱旁边产生的孪晶或层错, 以及它们之间的相

互作用; 也可以看到, 越往顶部变形越严重, 以至晶格弯曲扭折, 最终向非晶转变.

### 3 结论

(1) 在 Vickers 硬度计载荷的作用下, GaAs 的压痕内发生了塑性变形, 同时有变形孪晶和堆垛层错形成.

(2) 在压痕作用诱发下 GaAs 可以发生非晶相变, 孪晶、层错的存在及它们之间的相互作用和晶格扭曲很可能是 GaAs 非晶转变过程中经历的变形阶段.

#### 参考文献

- [1] Clarke D R, Kroll M C, Kirchner P D, Cook R F. *Phys Rev Lett*, 1988; 60: 2156
- [2] Page T F, Oliver W C, McHargue C J. *J Mater Res*, 1992; 7: 450
- [3] Callahan D L, Morris J C. *J Mater Res*, 1992; 7: 1614
- [4] Suzuki T, Ohmura T. *Philos Mag*, 1996; 74A: 1073
- [5] Lucazeau G, Abello L. *J Mater Res*, 1997; 12: 2262
- [6] Wu Y Q, Xu Y B. *J Mater Res*, 1999; 14: 682
- [7] Wu Y Q, Yang X Y, Xu Y B. *Acta Mater*, 1999; 8: 48
- [8] Lefebvre A, Vanderschaeve G. *Phys Status Solidi*, 1988; 107a: 647
- [9] Bourhis E L. *Philos Mag Lett*, 1999; 79: 805
- [10] Lefebvre A, Androussi Y, Vanderschaeve G. *Phys Status Solidi*, 1987; 99a: 405
- [11] Hirsch P B, Pirouz P, Roberts S D, Warren P D. *Philos Mag*, 1985; 52B: 759
- [12] Hoche H R, Schreiber J. *Phys Status Solidi*, 1984; 86a: 229