

[文章编号] 1004-0609(2001)05-0815-04

单晶硅裂纹尖端的位错发射行为^①

张 琼¹, 周海芳²

(1. 福州大学 材料学院, 福州 350002; 2. 福州大学 电子系, 福州 350002)

[摘 要] 利用透射电镜原位观察了单晶硅压痕裂纹尖端位错及位错偶沿滑移面的发射行为。考察了滑移面取向、外荷对发射位错及塑性区的影响。结果表明: 在 I 型载荷作用下, 滑移面与裂纹面夹角要影响从裂纹尖端发射的位错数量及塑性区。发射出的位错可沿最大切应力方向改变运动方向或交换滑移面运动。实验观察的位错宽度平均值为 22.0 nm, 与 Peierls 位错框架模型计算的 23.6 nm 相近。

[关键词] 位错发射; TEM 观察; 塑性区

[中图分类号] TG 112.077

[文献标识码] A

位错的存在和运动是裂纹尖端塑性变形的根本原因, 并决定着裂纹扩展的韧脆性行为。对裂纹尖端位错行为的研究倍受学者们关注^[1~3]。有关塑性材料的裂纹尖端位错行为的研究已有较多的报道^[4, 5], 对脆性材料的裂纹尖端的研究却报道较少, 而对脆性材料而言, 要深入分析其断裂行为, 这一研究不可或缺。透射电镜能直观给出裂纹尖端微观信息, 是观察研究裂纹尖端塑变及位错行为极有用的工具。目前有关的研究多采用透射电镜的动态加载跟踪观察法, 但对脆性材料却往往很难捕捉到裂纹尖端的微观信息。钱才富^[6]用计算机模拟了单晶材料位错与位错偶沿单一滑移系从裂纹尖端发射的问题。本文作者则力图通过实验直接观察裂纹尖端的位错发射的滑移系、位错数量等, 进而研究位错在裂纹尖端的行为及影响因素。

单晶硅是典型的脆性材料, 由共价键组成, 具有良好的晶格结构及抵抗位错运动的本质晶格阻力和明确的韧脆转化温度, 以此作为研究材料, 将对了解脆性材料的脆裂本质有很大的参考价值^[7, 8]。本实验的脆性材料选用单晶硅, 采用显微压痕法。即用显微压痕在单晶硅试样上预制好裂纹, 因压痕在其作用区(弹、塑性区)内诱发了复杂的裂纹, 引起局部断裂, 此法可作为研究此类材料裂纹萌生和扩展行为的有效方法之一^[9, 10]。

1 实验

选取 3 mm × 4 mm 的单晶硅试样若干, 保持

[001] 晶面, 减薄至 0.5 mm 厚, 分别用 0.5 N 和 0.25 N 荷重(保荷 15 s), 在数字式 HD-100 型维氏显微镜硬度计上用锥形压头加载, 预制压痕。压痕在其接触区内将引起材料的永久变形, 还将产生如表面径向、环向及中位裂纹, 并在压痕周围的材料残留应力场。计算表明, 该力以 I 型张开方式出现, 在卸载的后周期推动着裂纹向前扩展。压痕排布为: 纵向间距 0.15 mm, 横向间距 0.2 mm。采用 GL-6900 离子减薄仪, 样品台倾斜 10°, 工作电压 6 kV, 电流 0.2 mA, 将单晶硅减薄至穿孔透亮。尔后在日本电子公司的 JEOL-2000EX 透射电子显微镜下观察拍照, 加速电压为 160 kV。

2 实验结果

在透射电镜上很容易观察到裂纹或缺口尖端区域的形貌。裂纹尖端前沿发射的位错按照 Peierls 连续位错模型分布于前缘的滑移面上, 并塞积于前方。图 1((a)~(c))为样品在不同倾转角度下拍摄的裂纹附近区域的位错的形态。

很明显单晶硅具有不止一个滑移体系, 位错滑移可沿与裂纹面相近的滑移面的方向扩展, 也可沿与其相交某角度的方向扩展。但由最大切应力方向决定的滑移系上滑移带较长, 发射位错数较多。通过测算可得出不同方向上滑移带平均宽度与位错数(见表 1)。

由于位错滑移经常偏离最大切应力方向, 故位错只得择优改变或交替改变滑移发射面, 形成阶梯

① [收稿日期] 2000-10-27; [修订日期] 2001-04-02

[作者简介] 张 琼(1943-), 女, 副教授。

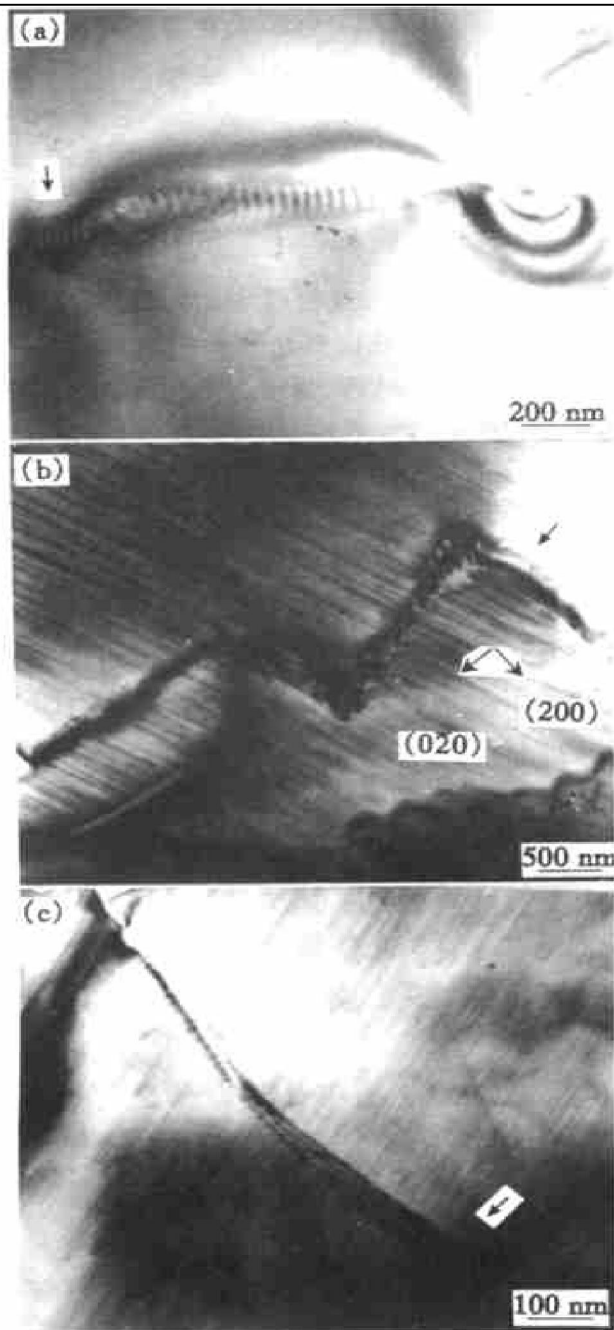


图 1 连续发射位错带 ($F = 0.5 \text{ N}$)

Fig. 1 Continuously emitting dislocations ($F = 0.5 \text{ N}$)

(a) $-\varphi = 0^\circ$; (b) $-\varphi = 30^\circ$; (c) $-\varphi = 45^\circ$

表 1 不同方向上的滑移面宽度 L 与位错数 N

Table 1 Width of slip bands and dislocation number in various directions

Load /N	0°		30°		45°	
	L/nm	N	L/nm	N	L/nm	N
0.5	1 050	20	1 150	23	720	30
0.25	1 000					

状位错发射带(图 1, 图 2)。图 3 所示为不断改变滑移方向的位错。

裂纹尖端发射的位错增殖与运动过程会发生分

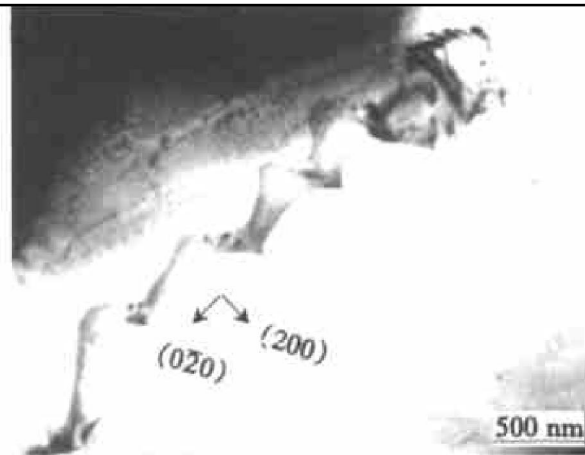


图 2 连续发射位错带 ($F = 0.25 \text{ N}$)

Fig. 2 Continuously emitting dislocation ($F = 0.25 \text{ N}$)



图 3 位错的滑移运动

Fig. 3 Slip of dislocation

解、合并。有的会扩展成相互平行的多位错列, 如图 1(c) 所示, 有的最终汇合成单列, 如图 1(a) 所示。

在裂纹尖端的附近区域还可观察到堆垛层错及相距甚远的不全位错(见图 1(c))。

随外载增加, 裂纹尖端发射位错数略有增加, 塑性区也有所扩大。但远不及滑移面方向的影响大。

观察到的位错偶是处在裂纹面上沿最大剪切应力方向。它穿过裂纹面分布在其两侧狭窄的区域内。位错偶发射后裂纹尖端的塑性变形有所增加(图 4)。

3 分析与讨论

遵照 1992 年 Roce 提出的“Peierls 位错框架”模型, 位错造成 Burgers 向量是按点阵力平衡方式分布于滑移面上, 裂纹尖端的位错从裂纹尖端延伸的

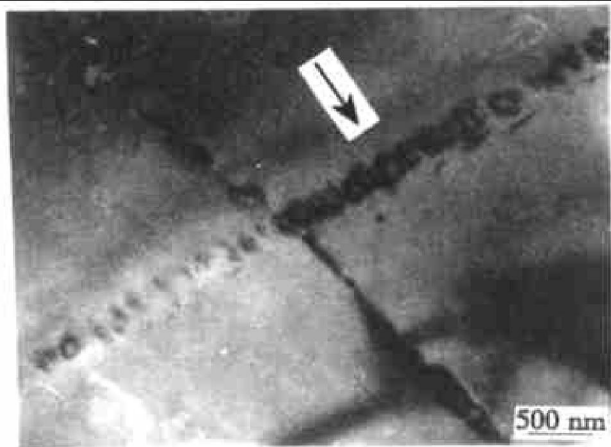


图 4 位错偶发射

Fig. 4 Dipole dislocation emitting

滑移面上逐渐滑开, 其上应力连续。因此可计算出滑移带延伸长度及发射完整位错所需的应力场因子 K_I 值。根据 Rice 的估计, Peierls 框架位错宽度 $R = 0.0628Eb^2/[(1-\nu^2)\gamma_{us}]^{[11]}$ 。式中, 硅的失稳堆积能 $\gamma_{us} = 0.16Eb$, $\nu = 0.3$ 代入得 $R \approx 0.436b$, $|b_{100}| = a$, $a_{Si} = 5.43 \text{ \AA}$ 则 $R_{Si(100)} \approx 23.6 \text{ nm}$, 与实验观察的位错平均值 22 nm 相近。已发射的位错因同号相斥, 对将发射的位错要施加一背应力。随着位错不断发射和增加, 该背应力(位错约束)越来越大, 将抑制裂纹尖端的位错再发射, (使其达到稳定分布陈列)。该已发射位错同时还受到后面发射位错群的斥力作用, 两者应平衡。即 n 个位错列上距列头第 m 个位错所受平衡力为

$$\mu b^2/2\pi \cdot m \cdot \frac{\mu b}{4\pi\sigma_a} = (n-m)\sigma_a \cdot b^{[12]}$$

并可算出第 m 个位错距列头距离: $X_m = nm \cdot \mu b / [(n-m)\pi\sigma_a]$ 。 μ 为剪切模量, σ_a 为外应力, 可见距列头越远, m 数越大, X_m 越大, 位错间距越大, 裂纹尖端发射的位错应塞积在列头。

裂纹尖端能发射位错需满足两个条件: 位错形核后所受的滑移力大于晶格摩擦力 τ_f ; 裂纹尖端有效应力场强度因子 K 大于临界应力强度因子 K_c 。只要满足了这两个条件, 位错便沿最大切应力滑移面顺次发出。硅的晶格摩擦力 $\tau_f \cdot b = 0.1\mu b/2\pi(1-\nu)$, 式中 μ 为剪切模量, ν 波桑比。硅的 $\tau_{f100} \approx 1.35 \text{ GPa}$, 是 $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ 3 个方向滑移中最小的。若作用在位错上滑移力 τ 大于 $\tau_f \cdot b$, 位错将沿该滑移力方向运动直至小于 $\tau_f \cdot b$ 为止。显然, $0.25, 0.5 \text{ N}$ 压头荷重产生的切应力是满足上述条件的。

随着位错从裂纹尖端不断发射, 裂纹尖端的 I 型有效应力强度因子 K_{IC} 不断降低, 由位错产生的

有效 K_{IC} (绝对值) 却随之增加, 位错则转向 K_{IC} 增加的 II 型滑移面或不断交换着滑移面发射。

Burgers 矢量大的位错分解为小 Burgers 矢量的扩展位错, 仅需较小的能量, 故层错是降低能量发射位错的一种形式, 可使滑移变得更为容易, 滑移量也随之增加, 但交滑移变得困难。

裂纹尖端发射的位错, 在向前运动的过程中, 因互相吸引和排斥总要运动到低能组态。位错偶便是由异号位错组成并与滑移面相交形成的一种稳定组态。

单晶硅裂纹尖端的位错发射类似于裂纹尖端原子混沌运动。它一方面受外力和位错间象力作用, 另一方面产生滑移塑变区, 松弛了裂纹尖端应力场, 屏蔽外力对裂纹尖端作用, 使裂纹尖端解理开裂变得困难, 也使室温下单晶硅得以韧化。

4 结论

1) 单晶硅显示多个滑移系, 裂纹尖端位错可沿不同方向发射与滑移运动, 但沿最大切应力方向的数量最多, 滑移带最长。不同的滑移方向和最大切应力方向的配置将影响发射运动过程和最终的位错组态, 因此最常见的是交换滑移面的滑移。

2) 在裂纹尖端区域观察到位错的分解和组并, 裂纹尖端发射的位错在随后运动中总是力图降低内能, 由大的柏氏矢量分解成小的柏氏矢量或以位错偶形式发射, 这便是其中两种主要形式。

3) 单晶硅裂纹尖端的位错发射类似于裂纹尖端原子混沌运动, 它使裂纹尖端解理开裂变得困难, 也使室温下单晶硅得以韧化。

[REFERENCES]

- [1] Hsia K J, Argon A S. Experimental study of the mechanisms of brittle to ductile transition of cleavage fracture in Si single crystals [J]. Materials Science and Engineering, 1997, A176: 111- 119.
- [2] CHEN Ming-wei(陈明伟), LIN Dong-liang(林栋梁), CHEN Da(陈 达), et al. TiAl 合金 PST 晶体断裂过程 TEM 原位观察 [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1997, 7(3): 67- 69
- [3] Stefan Johansson, Jan-ake Schweitz. Contact damage in single-crystalline silicon investigated by cross-sectional transmission electron microscopy [J]. J Am Ceram Soc, 1988, 71(8): 617- 623.
- [4] Tohgo K, Otsuku A, GAO H W, et al. Behavior of duc-

- tile crack initiation from a crack under mixed mode loading [J]. J Soc Met Sci Japan, 1990(39): 1089– 1095
- [5] ZHOU Kun(周 昆), LI Yun-qing(李云卿). Al-Zr-Mg-Cu 合金金属疲劳行为位错结构演变 [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1997, 7(4): 79– 80.
- [6] QIAN Cai-fu(钱才富). 位错和位错偶沿单一滑移系从裂纹尖端的发射 [J]. Acta Metallurgica Sinica(金属学报), 1999(5): 546– 550.
- [7] CAI Chuan-rong(蔡传荣), ZHANG Qiong(张 琼). 单晶硅硬度压痕裂纹的特征 [J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society(电子显微学报), 1996, 15(6): 562– 565.
- [8] XIE Shu-yin(谢书银), WAN Guan-liang(万关良), LI Li-ben(李立本), et al. 硅片高温工艺与塑性形变 [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1998, 8(2): 291– 294.
- [9] WU Ya-qiao(吴亚桥), XU Yong-bo(徐永波). 压痕诱发单晶硅非晶化相变的透射电镜观察 [J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society(电子显微学报), 1998(5): 533– 536.
- [10] ZHANG Qiong(张 琼), CAI Chuan-rong(蔡传荣), ZHOU Hai-fang(周海芳), et al. 单晶硅脆性微裂纹的透射电镜观察 [J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society(电子显微学报), 2000(4): 509– 510.
- [11] YANG Wei(杨 卫). Microscopic and Macroscopic Fracture Mechanics(宏微观断裂力学) [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1995. 240– 241.
- [12] IKUHARA Y C, SUZUKI T, NARUSE M, et al. TEM direct observation of the crack propagation in ceramics [J]. JEOL NEWS, 1992, 30E(1): 5– 8.

Dislocation emitting behavior from crack tips in single silicon

ZHANG Qiong¹, ZHOU Hai-fang²

(1. College of Materials, Fuzhou University, Fuzhou 350002, P. R. China;

2. Department of Electron, Fuzhou University, Fuzhou 350002, P. R. China)

[Abstract] Dislocation emissions on the slip plane from crack tips in silicon were observed through transmission electron microscopy. The effects of the slip plane orientation and load on dislocation emission or plastic zone have been investigated. The results show that the angle between slip plane and crack plane has an effect on dislocation structure and plastic zone under the I mode load, and the direction of the movement of dislocation emission may change along the direction of the maximum shear stress, or move in zigzag on different slip planes alternatively. The experimental average 22.0 nm of dislocation width approximates to 23.6 nm calculated by Peierls dislocation model.

[Key words] dislocation emission; behavior; plastic zone

(编辑 朱忠国)