

PROCEEDINGS OF C-MRS



'96中国材料研讨会

功 能 材 料

Functional Materials

中国材料研究学会

C-MRS

I — 1

化学工业出版社

'96 中国材料研讨会论文集

I

新型功能材料

Advanced Functional Materials

1

光、电材料及智能材料

中国材料研究学会 (C-MRS)

化学工业出版社

• 北京 •

(京)新登字039号

图书在版编目(CIP)数据

功能材料=Functional Materials/中国材料研究学会组织编写.-北京: 化学工业出版社, 1997.9
('96中国材料研讨会论文集; 第1卷)
ISBN 7-5025-1974-2

I. 功… II. 中… III. ①功能材料-研究-文集 IV. TB39-53

中国版本图书馆CIP数据核字(97)第12878号

功能材料

中国材料研究学会(C-MRS)

责任编辑: 夏叶清 徐蔓

封面设计: 于兵

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码100029)

新华书店北京发行所经销

中国文联印刷厂印刷装订

*

开本 787×1092毫米 1/16 印张 43.75 字数 109.2千字

1997年11月第1版 1997年11月北京第1次印刷

印数: 1—600

ISBN 7-5025-1972-6/TQ·985

定 价: 240.00 元

版权所有 盗印必究

如该书有缺页、倒页、脱页者, 请与本社发行部调换。

前　　言

本书是中国材料研究学会（C-MRS）组织编写的《'96中国材料研讨会会议论文集》之一。“中国材料研讨会”是中国材料研究学会组织的最重要的学术年会，一般每逢双年举行大型、跨学科的系列会议，规模为1000人左右。“'96中国材料研讨会”于1996年11月17日至21日在北京召开。参加会议的有来自高等院校、科研院所、工矿企业及有关领导机关的材料科学家、工程师、企业家及研究生共1000余人。研讨会期间还成功地举办了“第一届中韩双边新材料研讨会”及“材料微观分析和特殊条件下的力学测试新技术讲座”。会议共收到论文1300余篇，有11位国内外著名科学家和部门领导在大会上作了综合报告，其余论文分24个分会进行宣讲和墙报展示交流。24个分会名称为：

- | | |
|-------------------------------|------------------|
| 1. 半导体材料与外延膜（中韩双边） | 13. 高聚物基及金属基复合材料 |
| 2. 磁性材料（中韩双边） | 14. 新型陶瓷及陶瓷基复合材料 |
| 3. 材料的表面与界面（中韩双边） | 15. 新型建材 |
| 4. 光学与光电子材料 | 16. 核材料 |
| 5. 人工晶体 | 17. 材料疲劳与断裂 |
| 6. 超导材料 | 18. 材料腐蚀与防护 |
| 7. 智能材料及结构（与中国航空学会新材料专业委员会联办） | 19. 环境材料 |
| 8. 纳米材料 | 20. 材料设计 |
| 9. 金刚石膜及相关材料 | 21. 材料制备与加工新技术 |
| 10. 生物材料（医用） | 22. 材料与体育 |
| 11. 天然生物材料与仿生材料 | 23. 材料艺术与考古 |
| 12. 功能性有机高分子材料 | 24. 材料科学前沿 |

本次大会的论文涉及面广，内容新颖，学术水平高，反映了我国（及韩国）在新材料研究与工程应用方面的最新成果。所有论文均按照规定的评审程序和正式的出版要求进行了审查和统一排版。最终收集在本论文集中的论文共1073篇，分三卷，七个分册。

第一卷为新型功能材料（含三个分册），第二卷为材料设计与加工（含两个分册）；第三卷为生物及环境材料（含两个分册）。本三卷论文集为1995年出版的《'94秋季中国材料研讨会会议论文集》四卷（十个分册）之继续。

本书对从事材料开发和研究的科学工作者、工程技术人员、大专院校师生以及有关领导机关的人员均有重要的参考价值。

为了提高本论文集的出版质量，对全书共1000篇论文进行了统一排版。作者有几千人，遍布于全国各省市近200个单位和韩国的十几个单位。由于与诸多作者联系不便，正式排版后未能请作者本人作最终校对，是为遗憾，请各界同仁鉴谅并予以指正。考虑到材料科学和应用技术的发展日新月异，今后将继续定期召开类似研讨会，并将会议交流论文汇集成册，正式出版，祈望材料界有关人士予以大力支持。

'96中国材料研讨会论文集编辑委员会

顾问 师昌绪 严东生

主任 李恒德

副主任 韩雅芳 李成功 钟家湘 侯静泳

委员(以姓氏笔划为序)

丁培道	于 翘	王天民	王中光	王占国
王崇愚	王震西	方俊人	孔梅影	石力开
石永康	卢 柯	冯 端	吕反修	刘伯操
朱道本	严东生	李家治	李最雄	沈荣熹
沈德忠	吴荫顺	吴维芟	周本濂	周克崧
周邦新	周寿增	周 廉	杨大智	杨 桂
张立德	张国定	张振亚	林彰达	洪友士
欧阳世翕	闻立时	徐恒昌	徐惠彬	袁冠森
俞耀庭	顾秉林	顾觉生	饶 渤	黄尚廉
郭景坤	崔福斋	屠海令	曾汉民	蒋民华

Hyun M. Jang (韩国) Seung-Ki Joo (韩国)

Teasuk Jang (韩国)

统编 侯静泳



内 容 提 要

《功能材料》卷包含的内容主要有：光学、光电子材料，智能材料，人工晶体，超导材料，金刚石膜及相关材料，半导体材料，磁性材料，纳米材料及材料的表面与界面问题等。其中讨论了纳米硅、多孔硅等半导体材料的发光机理，发光现象的稳定性和可靠性，子点激光器材料的研制，激光及上转换晶体的研究；形状记忆合金，压电材料，机敏凝胶，电流变体；闪烁晶体，新型激光晶体；柔性金属基带上YBCO厚膜的制备，高、低温超导材料，磁通钉扎，超导薄膜等；纳米材料的制备方法，如采用碳纳米管制备碳化硅纳米晶须、低温固相热解法和冲击波法制备纳米材料等，纳米晶复合第四代稀土永磁合金的实验研究，纳米微粒的表面修饰；金刚石膜的生长及机理研究，类金刚石膜的制备、性能及应用；新型半导体材料和外延膜，量子点的制备及其结构与光学特性，纳米晶交换耦合复合永磁材料，超磁致伸缩材料，巨磁阻材料，新型稀土化合物永磁材料及高性能NdFeB系永磁材料；材料表和界面的分析技术，离子束增强沉积技术，表面层结构与性能研究等。

'96 中国材料研讨会论文集分卷及各分册名称

第Ⅰ卷 功能材料 Functional Materials

第一分册 光、电材料与智能材料

第二分册 低维材料

第三分册 Semiconductor and Magnetic Materials & Surface and Interface of Materials

第Ⅱ卷 材料设计与加工 Materials Design and Processing

第一分册 材料设计、制备、加工新技术

第二分册 高性能复合材料

第Ⅲ卷 生物及环境材料 Biomaterials and Ecomaterials

第一分册 生物、仿生材料与高分子材料

第二分册 环境材料

ISBN 7-5025-1974-2



9 787502 519742 >

定价：240.00元

(I-1: 80.00元; I-2: 75.00元; I-3: 85.00元)

ISBN 7-5025-1974-2/TQ · 987

SYMPHOSIA
PROCEEDINGS OF C-MRS

目 录

第一部分 光学与光电子材料

立方 GaN 的低温生长 顾彪 徐茵 秦福文等.....	3
稳定的多孔硅的绿光发射 李旦振 陈光增等.....	7
多孔硅的光致发光与氧化特性 陈光增 李旦振 郑茜频.....	9
碳注入硅基底的结构研究 高义华 张泽.....	12
ZnCdSe/ZnSe 单量子阱的光学性质 张希清.....	15
LiAlO ₂ 蓝-绿光衬底材料制备 周永宗 黄智宪 陆民华等.....	19
GaN 外延生长用衬底材料 LiAlO ₂ 和 LiGaO ₂ 的化学处理及晶体中缺陷的初步观察 徐科 徐军 周永宗等.....	22
SiC 纳米粉光致发光的研究 杨修春 张孝彬 韩高荣等.....	27
在 5A 沸石中制备 Se ₈ 环团簇和 I ₂ 分子团簇 林兆军 王占国 陈伟等.....	32
溶胶-凝胶法制备 CuInSe ₂ 薄膜研究 杨静 马鸿文 周惟公等.....	36
GeAl 合金团簇及其组装膜的结构和光学性质 缪炳有 袁晓利 刘峰奇等.....	40
纳米 GaAs-SiO ₂ 镶嵌复合薄膜的结构及发光特性 石旺舟 林揆训 林璇英等.....	45
新型光电子功能材料八烷氧 2,3-萘酞菁金属配合物的合成和性质研究 杨素苓 刘尔生 陈耐生等.....	48
铬离子掺杂钇铝石榴石晶体 陈伟 徐军 钟鹤裕等.....	53
Nd ³⁺ 激活的氟化物玻璃光纤 奇关宏 余尧楚 刘创新等.....	57
高数值孔径氟化物盐玻璃光纤的研制 李毛和 胡和方 林凤英.....	61
ZBLAN 玻璃中 Yb ³⁺ -Ho ³⁺ 近红外到可见区的上转换发光 祁长鸿 刘创新 林凤英等.....	65
掺钕钨酸钾钆 (NdKGW) 上转换发光材料的制备及性能研究 武少华 臧竞存 任燕莉等.....	69
大尺寸高温氧化物激光晶体研制 周永宗 邓佩珍 乔景文等.....	73
热丝法制备纳米晶硅薄膜结构及沉积机制的研究 郭晓旭 陈国 朱美芳等.....	76
晶粒尺寸分布对氢化纳米晶硅薄膜喇曼散射谱的影响 许怀哲 朱美芳 韩一琴等.....	82
纳米锗颗粒镶嵌氧化硅薄膜的光致多峰发光特性研究 许怀哲 朱美芳 韩一琴等.....	87
镶嵌在氧化硅薄膜中纳米晶硅的可见光荧光谱与发光机制的研究 朱美芳 陈国 许怀哲 等.....	92
掺 Mn ²⁺ 离子纳米非晶 SiO ₂ 发光研究 李小毛 牟季美 姚连增等.....	97
纳米 Ge-SiO ₂ 镶嵌薄膜的双光子吸收和饱和吸收效应 岳兰平 何怡贞.....	101
三维取向多晶体 Si 薄膜 狄国庆 内田德幸 长谷川诚一	106

多孔二氧化硅的超临界干燥制备及其发光特性的研究	叶正茂 熊四辈 刘治国等	111
非晶硅光敏材料的高电阻率化研究	杜新华	115
高速生长非晶硅氢合金薄膜的沉积机理研究	林璇英 林揆训 余云鹏等	120
Nd_2O_3/Al_2O_3 纳米复合体的吸收光谱	姚连增 卞季美 蔡维理等	124
辉光放电基团的质谱探测	姚若河 林璇英 林揆训等	128
可溶性聚对苯乙炔共聚物的合成及性质	王建营 李银奎 刘军等	131
掺 Er 和掺 Yb-Er 氟锆酸盐玻璃上转换发光的研究	林凤英 胡和方 邵长鸿	135
Dy^{3+} 和 Al^{3+} 掺杂的纳米 SiO_2 的强黄绿发光	李远红 卞季美 叶长辉	139
C ⁺ 注入单晶 Si(100)形成晶态 SiC 薄层的研究	王玉霞 张军红 郭震等	142

第二部分 人工晶体

新型非线性光学晶体 $CsLiB_6O_{10}$ 的生长	王晓青 王文勇 马笑衍等	151
一种生长水溶性晶体的新方法——加入法	韩效溪 许实 陆宏弟等	153
溶剂极性对 OHM 晶体生长的影响	关铁堂 林树坤 苏文悦等	156
激光下巴基管的相变	张继红 魏秉庆 梁吉等	159
无机闪烁晶体研究发展动态	陈刚 任绍霞 郑燕宁	163
较重离子注入 $KNbO_3$ 晶体形成光波导的若干问题研究	李琰 夏宗璜 沈定予等	169
$Li_2B_4O_7$ 晶体开裂及其机理研究	徐家跃 范世 张光宇等	174
$K_2ZnCl_4:Nd^{3+}$ 单晶生长、结构及光谱	刘燕行 臧竞存 郑大威等	178
氟化铈闪烁晶体的闪烁性能	陈刚 任绍霞 张春生等	182
大体积 BaF_2 晶体的性能与应用研究	任绍霞 张凤银 郑燕宁等	187
$CsI(Tl)$ 晶体中黑色包裹物的去除	郑燕宁 任绍霞 张凤银	191
LBO 大单晶宏观缺陷的产生和消除	张光宇 徐家跃 孙仁英等	195
生长气氛对 $CsI(Tl)$ 晶体闪烁性能的影响	郑燕宁 任绍霞 张凤银等	199
关于 β -BBO 晶体的提拉法生长条件的探讨	翟宁 姚树印 左方明	203
高效率 2.1mmCTH:YAG 激光晶体的生长	杨浔 王永国 吴树成等	206
$CsI(Tl)$ 闪烁晶体生长的研究	张凤银 任绍霞 郑燕宁等	208

第三部分 超导材料

柔性高 J_c -YBCO 涂层膜复合导体	张宏 龚尚敏 毛应俊	213
PMP 法 YBCO 超导体 $YBa_2Cu_3O_x$ 相的形成动力学和晶体缺陷		
王克光 周廉 张平祥		219
YBa_2Cu_3O 及 Y 位元素替代超导体的 ac 损耗	王金星 邓江宁 杨超伟	224
氧化物超导体的应力效应研究	唐本政 李焕杏 唐永柏等	229

高温超导永磁体的应力效应 丘 明 韩 翘 林良真等.....	233
熔融慢冷生长硼 YBCO 超导体的显微结构分析 杨万民 周 廉 汪京荣等.....	238
MTG-YBCO 高温超导材料的扩散连接研究 郭和平 方洪渊 刘会杰等.....	241
FLUX 方法制备 Nd ₂ Ba ₂ Cu ₃ O ₇ 晶体 龚尚敏 时东陆 周贵恩.....	245
YBCO 超导材料水蒸气腐蚀动力学及其防护研究 单玉桥 樊占国 杜金红等.....	249
新型 Sr 基 123 相化合物的合成研究 陈祖耀 罗红梅 韩屹等.....	253
关于 Ti-1223 超导体成材的研究 彭荻田.....	257
BiPbSrCaCuO 粉末制备和使用过程的物理化学及 2223 相组织形成机理 毛传斌 周 廉.....	264
(Bi,Pb) ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x 银包套带材面内及面外耗散比较 许国阳 孙玉平 姜柳笛等.....	270
Sr 基 Hg 系超导体的合成及性质研究 钱逸泰 唐凯斌 徐孝文等.....	274
(Bi,Pb) ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x 银包套带材的弱连接耗散与 Hall 效应研究 姜柳笛 孙玉平 许国阳等	279
新型 Cd 基 1222 型层状铜氧化物的合成 罗红梅 陈祖耀 钱逸泰等.....	283
Bi-2223/Ag 多芯带材的显微组织及其性能研究 段镇忠 吴隧华 郑会玲等.....	287
B(2223) 电流引线的制备工艺分析 付雪奎 周贻茹 华佩文.....	291
银包套工艺中织构硬化及其对退火过程中织构的影响 张成 汤洪 阳宗全等	294
高温超导磁体制备技术研究 滕鑫康 郑会玲 段镇忠等.....	298
喷雾热解法在银基带上制备铊膜的探索 林蔚 吴裕生 彭秋云等.....	301
Bi ₂ Sr _{2-x} La _x CuO ₆ 超导薄膜生长机制的 AFM 研究 杨海涛 陶宏杰 张鹰子等.....	304
高温超导体薄膜研究的进展 赵柏儒.....	308
YBCO 多层薄膜的制备及结构研究 古宏伟 马 平 杨 坚等	313
PMP YBCO 的元素替代和磁通钉扎 冯 勇 周 廉	317
YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} 外延薄膜的临界电流密度与温度以及磁场的关系 王智河 方 军 李可斌等.....	323
金属衬底上高 J _c MOCVD-YBCO 膜的研究 周锷猷 袁美萍 龚尚敏等.....	327
PVD 对靶磁控溅射在轧制 Ag 基带上镀制 YBCO 织构薄膜 索红莉 翟乐恒 周美玲 等.....	331
静态沉积 MOCVD-YBCO/Ag 膜(带)的组织结构与超导性能 程彬吉 谢义元 陈继平 等.....	336
低温超导交流磁体实验研究 雷沅忠 林良真 王银顺.....	340
NbTi 超导材料研究进展 吴晓祖.....	344
NbTi/Cu 复合超导材料剩余电阻比(RRR)测试国际标准制定的进展 华崇远.....	348
YBCO(123) 超导方晶畴生长层和对角线的形成及晶体生长速率 张翠萍 杨万民 汪京荣 等.....	353
通过铌、钛扩散反应形成超导体的探索 云 咏 周 农 吴建东等.....	357

Y(123)体系的局域电子结构与相变研究 张金仓 尚家香 李喜贵等	361
YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} 外延薄膜的钉扎势 $U_{eff}(J)$ 和 $U_{eff}(H)$ 关系 王智河 李可斌 方军等	365
氧处理温度对控氧熔融生长的 NdBa ₂ Cu ₃ O _y 超导电性的影响 蔡传兵 龚尚敏 孙越等	369
Sm-123 相籽晶材料的制备 于泽铭 周廉 张平祥等	375
钇系高温超导体化学组分的高精度分析 熊晓梅 杜泽华	378
光辐照 YBa ₂ Cu ₃ O _{6+x} 体系缺陷浓度特性研究 程国生 尚家香 李喜贵等	382
热处理制度对 Bi-2223/Ag 带材性能的影响 吴燧华 郑会玲 熊寿高等	386
超导体密度和银/超比在多芯 Bi 系带材加工中的变化研究 郑会玲 吴燧华 段镇忠 等	390
Bi-2223/Ag 超导复合带最终轧制前的最佳 2223 相含量 李成山 美正平 张平样等	394
定向织构 Bi-2223 制备及微结构 付宝全 王天成 牟慧玲等	398
汞系超导材料成材工艺的初步探索 林蔚 张永锋 方俊人等	402
极细芯工频 NbTi 超导线的制备及性能 杜社军 吴晓祖 周桂香等	404
Nb-Cu 复合材料的机械强度与导电性能 周农 周廉 吴晓祖等	407
NbTi 超导合金材料高于 6T 场强的载流能力 周农 周廉 吴晓祖等	410
压缩处理对 Bi2223/Ag 超导带的粉芯组织影响的研究 林好转 王祖唐	413

第四部分 智能材料及结构

智能材料系统的研究与发展 杨大智 魏中国	419
形状记忆合金伪弹性、恢复力及滞后行为的研究 徐惠彬 宫声凯 刘福顺等	423
粉冶法制取 NiAlMn 高温形状记忆合金 邹岷 刘民治 戴受惠等	427
燃烧合成 TiNi 形状记忆合金的组织与结构分析 李勃 储成林 王世栋等	430
Ti ₅₁ Ni _{49-x} Pd _x 高温形状记忆合金的相变及微观分析 徐惠彬 宫声凯 蒋成保等	434
形状记忆合金在约束状态下力学行为的研究 刘福顺 成胜 刘岩等	439
热循环对 Cu-Zn-Al 形状记忆合金马氏体相变的影响 陈岗 李吉学 滕风恩等	443
析出相对 Cu-Zn-Al 合金双程记忆效应稳定性的影响 刘明 张修睦 刘民治等	446
Ti ₄₀ Ni ₄₀ Nb ₂₀ 共晶合金力学行为及相变 杨俊 Otsuka K. Ueki T.	452
热、机械处理对 Ti-49.8at%Ni 合金非线性超弹性的影响 黄兵民 蔡伟 赵蔚等	456
形状记忆合金的应力-应变-温度关系 刘淑红 杜彦良	461
形状记忆合金复合式“自适应”摩擦表面研究 徐久军 张会臣 王刚等	465
压电致动器用高性能 PMN-PZT 三元系材料的研究 苏建华 徐永利 陈汴琨等	469
掺杂元素对PMN-PZT三元系材料温度稳定性能的影响 苏建华 田蔚 陈汴琨等	473
智能结构中的形状记忆合金性能研究 王征 吴建生 吴晓东等	476
压电机敏材料的非线性特性研究 唐凤 黄尚廉	480

氢对 $Ni_{25}Ti_{50}Cu_{25}$ 记忆合金马氏体相变的影响 崔立山 李树盛 蔡镜仑等	484
NiTi 丝拉伸的物理模型及数值模拟 霍永忠 祖小涛 陈远富等	488
NiTi 合金回复应力与伪弹应力关系的计算机仿真 李树盛 崔立山 蔡镜仑等	493
形状记忆合金薄膜的研究 吴建生 吴晓东 王征	497
Pt/SrBi ₂ Ta ₂ O ₉ /Pt 薄膜的铁电特性研究 杨平雄 郑立荣 倪如山等	503
RF 磁控溅射方法研究 AlN 薄膜的取向生长 赵永年 王波 高春晓等	507
$Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ 铁电薄膜及其在 Si 衬底上形成的纳米多层结构 王新荣 范守善 李群庆等	509
电流变体灵巧窗透射率变化特性 陈艾 朱卓娅 吴孟强等	513
电流变液的电性能和电导机理的研究 官建国 袁润章 谢洪泉	517
磁流变乳液粘度的各向异性实验研究 金德江 黄俊 姜德生等	522
活性剂和磁化率对磁流变体(MR)的链状结构的影响 王峰 李云瑞 王立忠	626
定向凝固 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_{1.95}$ 超磁致伸缩合金微观结构的研究 蒋成保 宫声凯 徐惠彬等	530
低温烧结电致伸缩材料 孙清池 王裕斌 江忠等	534
铁磁工质磁致冷循环设计要点 戴闻 高政祥	537
固相材料的微观性质对电流变效应的影响 杨娟 唐膺 韩高荣	541
智能微反应器-结构、特性与纳粒制备 成国祥 沈锋 姚康德	545
由溶胶-凝胶合成的非晶 $Al_2O_3:Eu^{+3}$ 李吉学 陈岗 史延慧	549
明胶凝胶机械-电转换性能的研究 杨贤金 王玉芬 赵乃勤等	552
硫化铅纳米微晶组装玻璃材料的合成及表征 向卫东 杨大智 翁文剑等	556
智能材料中的特种光纤的研制 关铁梁 宁鼎	559
用于智能结构分布应变场测量的光纤光栅波分复用技术 江毅 辜长明 陈伟民等	562
复合材料固化监测的统计模传感机理 张博明 冷劲松 杜善义等	565
酶传感器和光化学传感器的材料特性及其应用 黄俊 赵宏声 吴宿松等	568
双向形状记忆 NiTi 合金弹簧的研究 祖小涛 陈远富 霍永忠等	573
形状记忆合金驱动的机械手研究 成胜 刘福顺 宫声凯等	576
自适应复合材料结构的研究 熊克 陶宝祺	581
$Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ 颗粒增强 Al 基复合材料的相变及界面反应 石萍 崔立山 陈非瑕等	586
铝基复合材料阻尼行为的研究 裴政 郭洪光 郝昱民等	591
泡沫铝的低频阻尼性能 刘长松 韩福生 朱震刚	595
CFRC 的应力-电阻压敏规律的研究 毛起 陈品华 赵斌元等	599
碳纤维水泥机敏材料电阻率稳定性的研究 毛起 陈品华 李卓球等	602
壳聚糖/聚乙烯醇互穿聚合物网络膜的 pH 刺激响应性 孙多先 刘廷斌 李同年	605
机敏土建结构国内外研究现状 赵廷超 陈伟民 黄尚廉	610
智能材料在飞机结构上的新近应用研究 陈亚莉	614

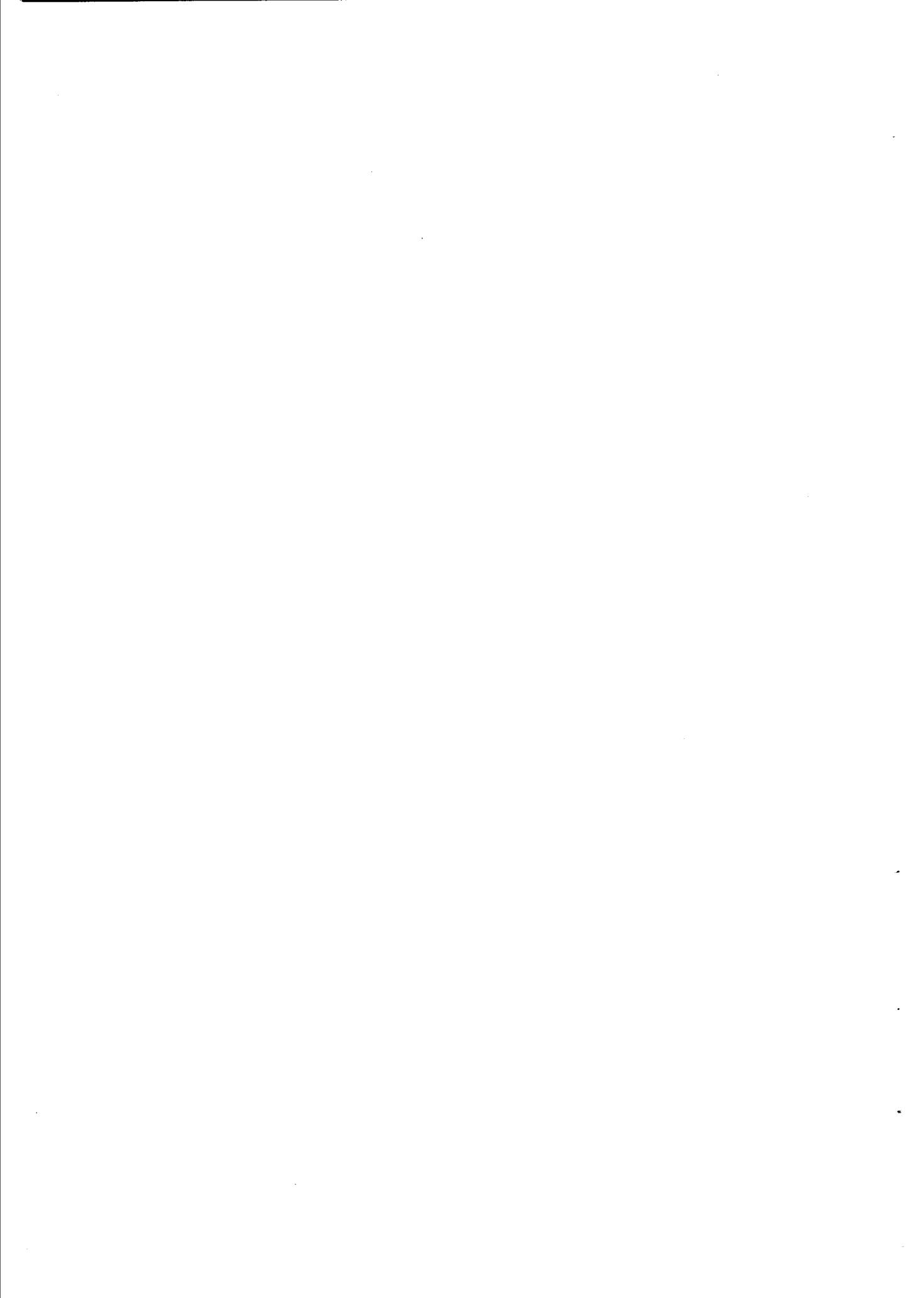
铁道和交通工程结构自诊断与自适应系统研究 何思龙 祖小涛 霍永忠等	618
形状记忆合金增强钢筋混凝土自诊断与自适应智能结构系统的研究 何思龙 黄先应 陈孟诗等	622
一种光纤机敏桥面铺装结构的实验研究 赵廷超 陈伟民 黄尚廉等	626
压电陶瓷驱动结构的力学和性能分析 万建国 朱纪军 陶宝祺等	630
考虑粘结层影响的诱导应变执行器机敏梁点力模型 雷跃明 唐凤 殷学刚等	636
柔性智能梁结构的非线性主动控制的建模与分析 殷学纲	641
PZT在机敏结构振动主动控制中的应用研究 唐凤 黄尚廉 殷学刚等	645
自适应桁架结构振动主动控制技术及实验研究 朱晓锦 刘果 陈勇等	650
于NiTi形状记忆合金的振动主动控制研究 王吉军 崔立山 杨大智等	654
形状记忆合金的主动控振研究 霍永忠 K.-H.Hoffmann	660
金属与非金属阻尼材料的复合阻尼效果研究 芦笙 瞿润舟 楼宏青等	665
形状记忆合金阻尼特性及形状记忆合金 刘玉东 王刚 崔立山等	668
电-机阻抗设模技术及其应用 田莳 苏建华 徐永利	672
压电减振智能结构中布片位置的优化设计 陈勇 陶宝祺 刘果	676
自动均载传力件的调节特性分析 杜彦良 赵维刚 朱信群等	681
螺旋桨用高阻尼合金降噪效果试验研究 王海龙 吕秀芬 刘和法等	687

第一部分

光学与光电子材料

主编：蒋民华 王占国

本部分共有文章 35 篇。包含的内容主要有：纳米硅、多孔硅等半导体材料的发光机理，发光现象的稳定性和可靠性，量子点激光器材料的研制，激光及上转换晶体的研究，光纤通讯与会传能光纤材料的制备、测试和应用，新型 MO 源的制备与应用及其杂质的分析，可见半导体（红、绿和蓝光）材料的制备、评价和应用，C_aN 基半导体蓝—绿光衬底材料的研究，其他新型半导体光电子（含纳米、团簇等）材料的探索及研究等。



立方 GaN 的低温生长*

顾 虹 徐 英 秦福文 丛吉远 张砚臣 孙 捷

大连理工大学电磁工程系 大连 116023

摘要 本文介绍了用 ECR-PAMOCVD 方法在 ESPD 装置上外延生长出纯立方晶 GaN 的实验结果, 所用衬底为(001)GaAs, 生长温度 $\leqslant 600^{\circ}\text{C}$, 工作气压约 $4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 。GaN 外延层的 XRD(002) 衍射峰的 $2\theta=40^{\circ}$, $\Delta(2\theta)=35$, 晶格常数 $a=0.45\text{nm}$, 双晶衍射结果表明晶体结构为单晶; 透射电镜的选区衍射花样表明: 在界面上, 是以 5 个 GaN 晶格对 4 个 GaAs 晶格的比例准确而整齐地排列的。霍尔测量所得背景载流子浓度为 $5 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 霍尔迁移率为 $10\text{cm}^2 \cdot \text{V} \cdot \text{s}$ 。所以晶质尚待进一步改善。文章还简要讨论了立方 GaN 的低温生长工艺。

引 言

高亮度(1cd)长寿命(10^4 小时)双异质结 GaN 基蓝光发光二级管(LED)的研制成功^[1]与批量生产, 大大激发了人们对 GaN 基蓝-绿光激光二极管(LD)及立方 GaN 的研究兴趣。因为它不仅对光通讯、提高光存储密度有重大价值, 而且对海底通讯与空间防卫等军事领域还具有更为重要的意义。但是, 作为亚稳态的立方 GaN, 尤其是在 GaAs 衬底上生长立方 GaN, 一般只能在小于 800°C 的较低温度下获得^[2,3]。因而, 如何在低温条件下提供高活化氮源与表面活化能就成了低温生长立方 GaN 的关键。如所周知, 冷等离子体正是这样一种在低温下工作的高活性粒子源, 因此, 近五年来, 国际上约十个研究组, 均是在分子束外延(MBE, 例如^[2])与金属有机化学气相沉积(MOCVD, 例如^[3])中采用等离子体辅助的办法生长出立方 GaN 的。他们达到的、标志立方 GaN 研究水平的、几个主要参数是: X 射线衍射(XRD)测得的(002)衍射峰的半高全宽(FWHM) $\Delta(2\theta)=33$, 背景载流子浓度 $n \approx 4 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 迁移率 $\mu \approx 20\text{cm}^2\text{V} \cdot \text{s}$, 外延层生长速率 $R=0.3 \mu \text{m/h}$ 。他们主要研究了立方 GaN 的生长工艺及其对 GaN 晶质生长速率的影响。

本文将按装置与实验、测试结果、讨论与结论分节顺序介绍: 1) 生长立方 GaN 所采用的 ECR 半导体加工装置(ESPD)及其 ECR 微波等离子体源的主要特性, 及立方 GaN 低温生长工艺过程; 2) 对生长所得 GaN 膜的测试结果与分析; 3) 讨论几个工艺参数对生长立方晶 GaN 的影响。

装置与实验

在各种各样的等离子体源中, 腔耦合磁多极电子回旋共振(ECR)微波等离子体源被称为

*国家自然科学基金资助项目。

是适合于半导体加工的“Advanced”(优秀)源型^[1]。它能在很宽的运行参数范围内高效率产生大面积均匀的、高电离度、高电子温度、低离子温度、稳定纯净的等离子体,用它可继续完成微电子加工的后续工艺(如刻蚀、光集成等)。我们在1993年研制成功了这种ECR等离子体源——“MEP”,其等离子体参数详见文献^[5],在距源15cm处可产生直径12cm的均匀等离子体,其电子温度 $T_e=2 \sim 11\text{eV}$,离子温度 $<2\text{eV}$,等离子体电位 $\phi \sim 25\text{V}$ 。而且进一步研究电子能量分布的结果表明,5~10eV能量的高能电子成份含量高,因而,更有利于产生大量的活性粒子。利用MEP,我们又建成了一台可以不破坏真空进行装样、换样,样品架可作二维运动的,并且对基片实施加热与温控的多功能ECR半导体加工装置——“ESPD”。除常用诊断外,装置上还配有对参加反应的有关活性粒子进行实时监测的光谱测量系统。

在近一年中,我们采用(001)GaAs为衬底,在ESPD上进行ECR等离子体辅助(PA)MOCVD低温生长立方GaN的实验。在~600℃及~ $4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 的条件下,用三甲基镓(TM)为Ga源,用氮气通过200~400W的ECR微波放电提供活性氮源,生长出了立方晶GaN。其生长工艺过程为:首先对化学清洗好的GaAs衬底在几百度恒温下用氢等离子体清洗掉表面的氧化层。继而用氮等离子体氮化。生长期,对化学活性相差较大的N₂与TMG分别活化,N₂送入放电室经ECR微波放电直接活化,TMG由氢气做载气经邻近衬底的特制送气环送入反应室,在衬底上热解并作远距离活化。先在450~500℃下生长一层~20nm的缓冲层;然后升温至~600℃恒温生长外延膜,直到关断TMG气路。样品降温初始阶段,仍保持其它工艺参数恒定,维持氮放电等离子体数分钟。降温至室温后,即可得到平滑光亮透明的GaN外延膜。

测 试 结 果

用X射线衍射(XRD,含双晶衍射),透射电镜(TEM),X射线光电子谱(XPS),霍尔测量,扫描电镜(SEM)等对外延膜进行测试的主要结果示于图1~图3中。由图1所示GaN外延膜的XRD衍射曲线可以看到,除(001)GaAs衬底峰外,仅有一个立方GaN的(002)衍射峰,其2倍衍射角 $2\theta=40^\circ$,其FWHM $\Delta(2\theta)=35$,其晶格常数 $a=0.451\text{nm}$,由图1的衍射曲线上看不到其它杂峰,可以认为所生长的是纯立方GaN。图2给出了在 25° , 100° 宽角度范围内X射线双晶衍射的结果,由曲线可知生长的立方GaN确为单晶,但品质尚不够理想,另外(002)衍射峰的强度也较弱,这是由于所测样品上的GaN外延膜比较薄所致。

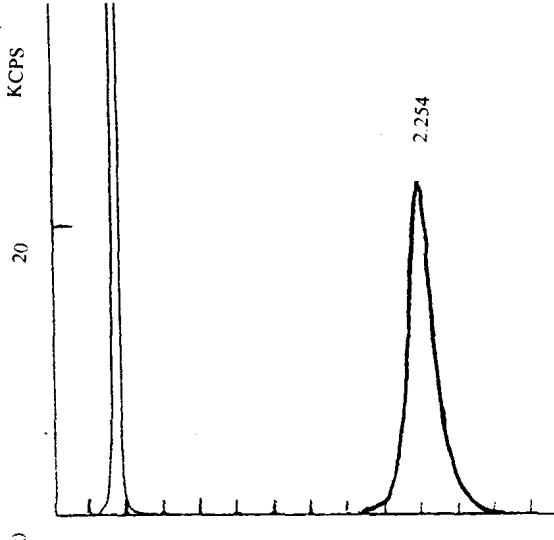


图1 GaN/GaAs的XRD衍射曲线
GaN(002)衍射峰的 $2\theta=40^\circ$, $\Delta(2\theta)=35$

图3为一幅在透射电镜上获得的选区电子衍射花样照片。所用TEM的型号为EM-430,电子束能量为200KeV,样品是沿GaN晶体的(110)面平行于GaN的生长方向-C轴)切片制备

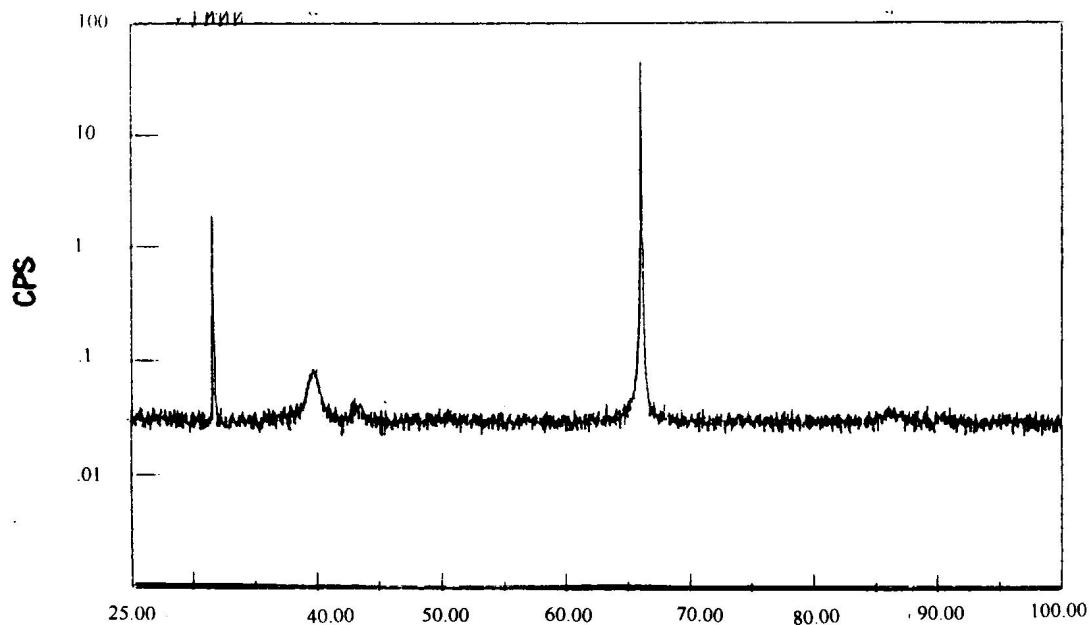


图 2 GaN/GaAs 的 XRD 双晶衍射曲线, GaN(002) 衍射峰的 $2\theta = 39.8^\circ$

而成的, 入射电子束选区于 GaN 与 GaAs 界面附近, 所以照片上同时显现有由 GaN 与 GaAs 形成的两组衍射斑点。因是倒易晶格显示, 所以晶格常数较小的 GaN, 形成的一圈圈斑点距原点较远, 而由 GaAs 形成的一圈圈斑点距原点较近。由图可以看到, 衍射斑点的排列十分整齐规则, 表明晶体生长质量较好, GaN 是按 C 轴取向生长的。另外, 仔细测量各衍射斑点的间距, 可以推测晶格排列是 5 个 GaN 晶格生长于 4 个 GaAs 晶格之上。因为, $a_{\text{GaAs}}=0.5633\text{nm}$, $a_{\text{GaN}}=0.45\text{nm}$, 所以这与理论预言的 $a_{\text{GaAs}}/a_{\text{GaN}}=4/5$ 十分吻合。由图还可以看到, GaN 的衍射斑点沿方位向略有拉长, 这是由于 GaN 中还存在少量堆叠缺陷所致。此结果与文献^[6]相符。

对外延膜进行 XPS 分析及用 Ar⁺软刻蚀处理(约 3nm)后再进行 XPS 分析的结果表明软刻蚀处理前后 Ga, N, O 所占组份比分别为 1 : 1.1 : 1.4 及 1 : 0.5 : 0.3, Ga3d 键能分别为 19.9eV 与 19.4eV, 此值与文献给出的 GaN 键能 19.7eV 是符合的。另外, 处理前氧组分较高主要是吸附氧, 处理后导致氮组份减少是由于 Ar⁺轰击溅射损失引起的。

此外, 由膜厚测量可以推算出生长速率为 0.1~0.3μm/h, 由霍尔测量测得背景载流子浓度为 $\sim 5 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 迁移率为 $\sim 10\text{cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ 。

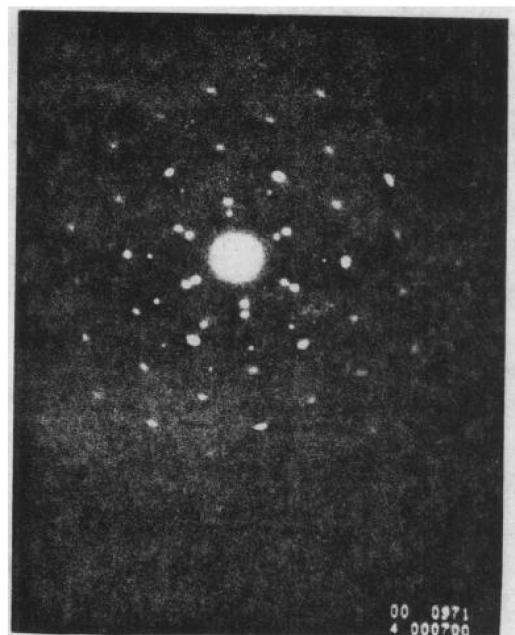


图 3 GaN/GaAs 界面附近的 TEM SAED 花样