

大剂量 Mn 离子注入 GaAs 的性质*

宋书林¹ 陈诺夫^{1,2} 柴春林¹ 尹志岗¹ 杨少延¹ 刘志凯¹

(1 中国科学院半导体所 半导体材料科学重点实验室, 北京 100083)

(2 中国科学院力学研究所 国家微重力实验室, 北京 100080)

摘要: 在室温条件下在半绝缘性 GaAs 衬底上进行了大剂量 Mn 离子的低能注入, 并进行了不同条件的退火. 借助于 X 射线衍射(XRD)和高分辨 X 射线衍射(HR-XRD)进行了结构分析, 经过退火后生成的新相衍射峰增多, 根据衬底(004)峰摇摆曲线分析结果退火后更多的 Mn 离子进入晶格. 运用原子力显微镜分析了样品的表面, 发现退火后突起的起伏度增加. 磁性分析表明, 退火样品的磁化强度增大.

关键词: 低能注入; 砷化镓; X 射线衍射; 梯度磁强计

PACC: 2550B; 7310; 7450

中图分类号: TN304.7

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2005)S0-0024-04

1 引言

磁性材料和半导体材料都是现代信息行业最为重要的两种材料, 两者一直没有很好结合起来的主要原因在于后者大多是非磁性的. 为了利用半导体中电子的自旋, 研究者通过以下两种方式进行了探索: 其一, 通过在半导体材料中引入磁性过渡族离子或稀土离子, 部分地替代半导体中的非磁性离子, 形成稀磁半导体/半导体的异质结构^[1~3]; 另外一种方式是制备磁体-半导体的混杂结构^[4~6].

GaAs 材料具有独特的能带结构、优良的光学和电学性质, 基于 GaAs 材料的稀磁半导体的铁磁性转变温度却没有很大的提高^[7~9]. 因而, 开展磁体-半导体混杂结构的研究将会为利用半导体中电子的自旋提供新的研究内容.

2 材料制备

选用半绝缘 GaAs(100)单晶片做衬底, 在注入前经过清洗和腐蚀^[10], 来除去衬底表面的污物、重金属离子和氧化物, 再通过机械手送入真空室(真空度 $<1 \times 10^{-6}$ Pa). 离子由 Bernas 源电离产生, 经过加速电压引出通过质量分析器得到所需的 Mn^{+} 离

子, 再减速到 $1000eV^{[11]}$. 室温条件下注入离子剂量约为 $7.5 \times 10^{17} cm^{-2}$, 离子束流大小为 $100 \sim 130 \mu A$. 注入过程结束后降低能量在衬底表面沉积一层 Mn 的薄层, 起到阻挡里面的 Mn 和 As 外扩散的作用.

样品取出后切成 $1cm \times 1cm$ 的小块进行了不同条件的退火, 本文重点介绍在 $800^{\circ}C$ 高温条件下经过 60min 退火的性质研究.

3 测试与分析

运用 X 射线衍射(XRD)分析了样品的结构特点; 通过高分辨率 X 射线衍射(HR-XRD)研究了 GaAs 衬底(004)峰的变化; 结合原子力显微镜(AFM)分析了样品表面退火前后的形貌特点; 借助于交变梯度磁强计(AGM), 分析了样品退火前后的磁性变化.

3.1 结构分析

结构分析采用日本理学(Rigaku)公司转靶 X 射线衍射仪, 设备型号为 D/max-2400, 使用的波长为 $Cu K\alpha(\lambda = 0.154056nm)$, 扫描范围是 $10^{\circ} \sim 80^{\circ}$, 采用 $\theta-2\theta$ 联动扫描模式, 步长为 $2\theta = 0.02^{\circ}$. 分析结果如图 1 所示, 未退火样品中除了 GaAs 衬底的

* 国家自然科学基金(批准号: 60176001, 60206007), 国家重点基础研究发展计划(批准号: G20000365, G2002CB311905)资助项目

(002)和(004)峰,还存在新相 Ga_5Mn_8 的(441)衍射峰,以及在接近 20° 处存在一个明显的突起. 如图 2 所示,样品经过退火后 Ga_5Mn_8 的(441)衍射峰消失,出现了 Ga_5Mn_8 相的(300), (330)和(510)衍射峰,以及 MnO 的(100)衍射峰. 通过对比可以看出经过退火后出现了新的衍射峰,并且退火前 GaAs 衬底的(002)衍射峰比较宽,但经过退火后其强度明显减弱. Mn 注入样品中所引起结构的微小变化,以及经过退火所引起结构的改变仍需要进一步分析.

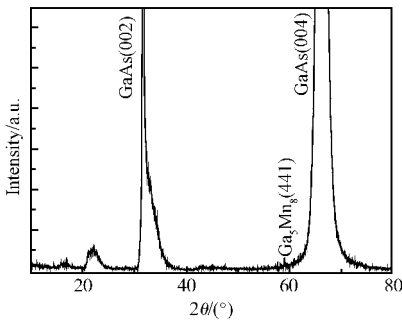


图 1 未经退火样品 X 射线衍射图

Fig. 1 X-ray diffraction of as-implanted sample

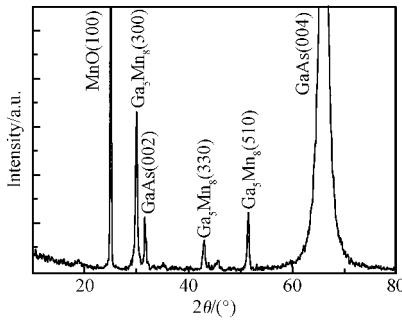


图 2 经 800°C 退火样品 X 射线衍射图

Fig. 2 X-ray diffraction of annealed sample

运用高分辨 X 射线衍射仪 (HR-XRD) 可以进一步分析元素注入后,晶格常数的变化特点. 借助于 Philips X'pert-MRD(materials research diffractometer)设备对样品的(004)峰采用 ω - 2θ 扫描模式进行了分析. 同未注入的 GaAs 衬底相比,注入后的(004)峰摇摆曲线的半高宽明显增加,如图 3 和图 4 所示,经过退火后其宽度从 $21.6''$ 增加到 $79.2''$. 从注入后(004)峰摇摆曲线形状特点分析,存在两个峰的叠加,这可能是由于 Mn 离子的注入深度比较浅,经过退火后注入离子进入晶格导致半高宽的增加,同时又与衬底峰相叠加.

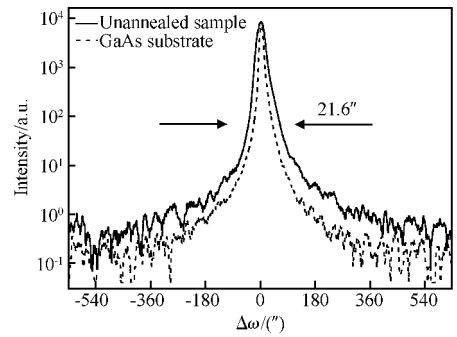


图 3 未退火样品(004)峰摇摆曲线

Fig. 3 GaAs (004) X-ray rocking curves comparison between as-implanted sample and GaAs substrate

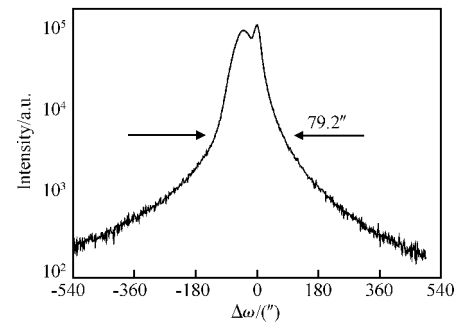


图 4 800°C 退火样品(004)峰摇摆曲线

Fig. 4 GaAs (004) X-ray rocking curve of 800°C annealed sample

3.2 形貌分析

运用原子力显微镜 (AFM) 对样品的表面形貌进行分析的优点是这种手段本身集非破坏性扫描、简便的样品制备和固定以及光学成像于一体. 对每个样品的扫描区域的大小为 $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$, 由图 5 和图 6 可以看出未退火样品的表面与退火后样品的表面相比粗糙度差别非常大,两者无法用同一标尺进行对比. 由于样品表面通过沉积了一层 Mn 来减少退火过程中元素的外扩散,所以表面所观察到的突起一方面与沉积层有关,同时退火所生成的新相也会改变表面的粗糙度.

3.3 磁性分析

用高灵敏度的 Model 2900 MicroMag™ 交变梯度磁强计 (AGM), 在室温条件下对样品的磁化强度进行了测量. 如图 7 所示, 未经过退火的样品在室温条件下显示了铁磁性, 说明在所选择的实验条件已经生成了室温条件下具有铁磁性的新相. 从图 8 中

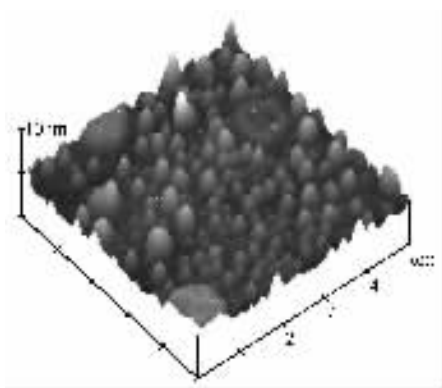


图 5 未退火样品表面形貌图

Fig. 5 AFM image of as-implanted sample

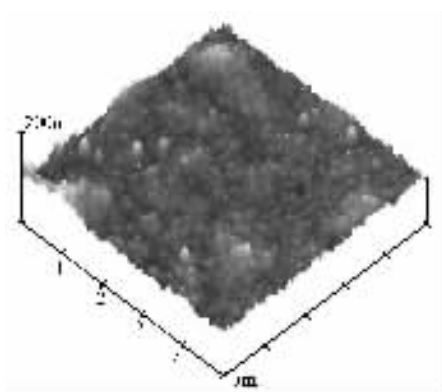


图 6 经 800 °C 退火样品表面形貌图

Fig. 6 AFM image of 800 °C annealed sample

可以看出样品的饱和磁化强度经过退火后增加,其饱和磁化强度 2.6×10^{-6} emu 要大于未退火样品的磁化强度 5.0×10^{-7} emu,退火后样品的矫顽力也随之增加.结合前面的分析结果,可以说明经过高温退火生成了更多的铁磁性 Mn-Ga 二元化合物使得饱和磁化强度增大.

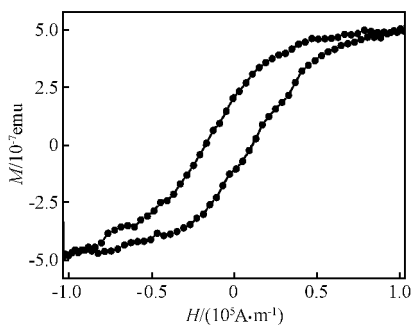


图 7 未退火样品室温条件铁磁性分析结果

Fig. 7 Magnetization of as-implanted sample

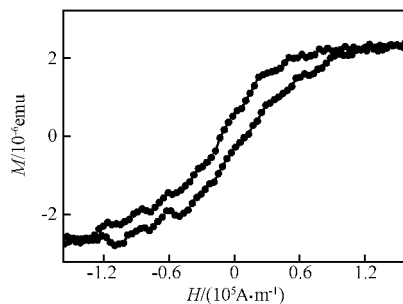


图 8 经 800 °C 退火样品磁性分析结果

Fig. 8 Magnetization of 800 °C annealed sample

4 结论

运用不同的分析手段,对室温条件在 GaAs 衬底上进行大剂量 Mn 离子低能注入得到的样品进行了分析.经过退火后,生成新相的衍射峰增多,并且 Mn 离子进入晶格后引起了晶格的膨胀.通过对比发现,样品表面的突起经过退火后明显起伏度增加.磁性分析表明,样品的磁化强度也随新相的增大而增强.

参考文献

- [1] Sadowski J, Domagala J Z. Influence of defects on the lattice constant of GaMnAs. *Phys Rev B*, 2004, 69: 075206
- [2] Boselli M A, Loureiro da Silva L, Da Cunha Lima I C, et al. Magnetic interaction between GaMnAs layers via spin-polarized quasi-two-dimensional hole gas; Monte Carlo simulation. *J Appl Phys*, 2003, 93: 6790
- [3] Liu X, Sasaki Y, Furdyna J K. Enhancement of magnetic coercivity and ferromagnetic transition temperature by proximity effects in the GaMnAs-ZnMnSe multilayer system. *Appl Phys Lett*, 2001, 79: 2414
- [4] Boeck J D, Oesterholt R, Van Esch A, et al. Nanometer-scale magnetic MnAs particles in GaAs grown by molecular beam epitaxy. *Appl Phys Lett*, 1996, 68: 2744
- [5] Shi J, Kikkawa J M, Proksch R, et al. Assembly of submicron ferromagnets in GaAs semiconductors. *Nature*, 1995, 377: 707
- [6] Shi J, Kikkawa J M, Awschalom D D, et al. Magnetic properties and imaging of Mn-implanted GaAs semiconductors. *J Appl Phys*, 1996, 79: 5296
- [7] Hayashi T, Hashimoto Y, Katsumoto S, et al. Effect of low-temperature annealing on transport and magnetism of diluted magnetic semiconductor (Ga, Mn) As. *Appl Phys Lett*, 2001, 78: 1691
- [8] Potashnik S J, Ku K C, Chun S H, et al. Effects of annealing time on defect-controlled ferromagnetism in $\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x\text{As}$. *Ap-*

- pl Phys Lett, 2001, 79: 1495
- [9] Yu K M, Walukiewicz W, Wojtowicz T, et al. Effect of the location of Mn sites in ferromagnetic $\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x\text{As}$ on its Curie temperature. Phys Rev B, 2002, 65: 201303
- [10] Song Shulin, Chen Nuofu, Zhou Jianping, et al. (Ga, Gd, As) film growth on GaAs substrate by low energy ion beam deposit. J Cryst Growth, 2004, 260: 451
- [11] Qin F G, Wang X M, Liu Z K, et al. Construction and applications of a dual mass-selected low-energy ion beam system. Rev Sci Instrum, 1991, 62: 2322

High Dose Mn Implanted GaAs*

Song Shulin¹, Chen Nuofu^{1,2}, Chai Chunlin¹, Yin Zhigang¹, Yang Shaoyan¹, and Liu Zhikai¹

(1 *Key Laboratory of Semiconductor Materials Science, Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083, China*)

(2 *National Microgravity Laboratory of Chinese Academy of Sciences, Institute of Mechanics, Beijing 100080, China*)

Abstract: High dose Mn ions are implanted into semi-insulating GaAs substrate at room temperature by low energy ion beam deposit technique. All the samples are annealed at different conditions. There are more new phase peaks formed after high temperature annealing. It is shown that the FWHM of (004) peak broadens from rocking curve results so more Mn ions entered crystal lattice. From the comparison of two samples' AFM images, the roughness of the sample surface increases after annealing. Magnetization increases after annealing from AGM results.

Key words: low-energy implantation; GaAs; X-ray diffraction; alternating gradient magnetometer

PACC: 2550B; 7310; 7450

Article ID: 0253-4177(2005)S0-0024-04

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Nos. 60176001, 60206007) and the State Key Development Program for Basic Research of China (Nos. G20000365, G2002CB311905)