

GaAs 中子嬗变掺杂热退火 效 应 的 沟 道 分 析

郑胜男 阎建华 王豫生 李跃鑫

(中国原子能科学研究院)

谢 葆 珍

(中国科学院高能物理研究所)

莫 培 根

(中国科学院上海冶金研究所)

1985年7月6日收到

本文利用 $1.5\text{MeV}\text{He}^+$ 离子的卢瑟福背散射沟道效应技术，直接观察了 GaAs 中子嬗变掺杂样品的辐射损伤和不同退火条件下晶格损伤的恢复情况，并通过沟道分析的结果与霍尔法测定的电学参数的比较，对样品的退火效应进行了研究。

一、引言

GaAs 半导体材料与硅材料相比，由于具有禁带宽度大和电子迁移率高的特点，使得它的工作温度高，开关性能好，对研制专门的高频器件和高速集成电路有重要意义。然而这种半导体是由两种原子构成，一般常规水平法、液相或汽相外延生长法制备的掺杂 GaAs 材料，化合物成分很难做到理想配比，掺杂剂更难控制在晶体内达到均匀分布。一种新的掺杂方法，即中子嬗变掺杂 (NTD) 对引入均匀分布的掺杂剂是很有效^[1-4]。

中子嬗变掺杂与常规掺杂在原理上有本质不同^[1]。常规掺杂法是从外部将杂质引入晶体，中子嬗变掺杂靠晶体元素本身的同位素经过核反应变为掺杂元素。如 GaAs 包含有 Ga^{69} 、 Ga^{71} 及 As^{75} 等稳定同位素，在热中子作用下，这三种同位素将发生嬗变：晶格上部分 Ga 和 As 原子被激活为放射性核素，经过 β 衰变以后，分别变成 Ge 和 Se 的稳定同位素，作为晶体的杂质原子。在表 1 给出 Ga 和 As 有关的核数据。

GaAs 晶体在反应堆中受热中子辐照，一方面在嬗变掺杂的同时，放出高能 β 和 γ 射线，使生成的 Ge 和 Se 原子被反冲到晶格的间隙中去，失去施主作用，对载流子没有贡献；另一方面这些高能射线，尤其是堆内快中子同晶格原子发生碰撞，使晶格原子被反冲移位，形成间隙原子和空位对。这些初级反冲原子得到的动能远远超过移位阈能，会继续不断地与晶格原子发生级联碰撞，产生更多的缺陷^[5]。这些空位和间隙原子缺陷可以移动，还可以重迭；在它们之间或者与杂质原子之间的相互作用下，可以构成复杂的损伤群，引

表1 Ga 和 As 同位素的有关核数据^[2]

稳 定 同 位 素	Ga ⁶⁹	Ga ⁷¹	As ⁷⁵
单位体积的同位素 ($10^{22}/\text{厘米}^3$)	1.322	0.881	2.213
热中子俘获截面 σ_1 (靶)*	1.68 ± 0.07	4.86 ± 0.28	4.3
共振积分截面 I_1 (靶)	15.6 ± 1.5	31.2 ± 1.9	60 ± 4
放射性核素	Ga ⁷⁰	Ga ⁷²	As ⁷⁶
β 衰变半衰期 $T_{1/2}$	21.1(分)	14.1(小时)	26.3(小时)
衰变后稳定同位素	Ga ⁷⁰	Ga ⁷²	Sc ⁷⁴

* 靶=截面单位(10^{-24}厘米^2)

起严重的晶体结构紊乱，即所谓辐射损伤。

沟道效应可以分析晶体缺陷。当一束高度准直的带电粒子轰击样品时，如果入射束和低指数组轴的夹角小于沟道临界角，那末，入射粒子由于受到晶轴上晶格原子库仑屏蔽势的排斥作用，而发生一连串关联的小角度散射。这种小角关联散射使晶轴对入射粒子起导向作用，从而使人射粒子与晶格原子之间的近距离作用事件如背散射产额大大下降；当晶体结构发生紊乱，存在着的大量位移原子成为入射离子的散射中心时，背散射产额就会大大增加。因此，背散射产额的变化，可以反映晶格损伤的程度或者恢复的情况。

1982 年莫培根和李跃鑫等人对中子嬗变掺杂 GaAs 在电学性能方面作了初步研究^[6]。继这之后，本工作采用了这批样品，利用 $1.5\text{MeV}^4\text{He}^+$ 离子束作了沟道效应实验，直接观察分析了 GaAs 晶体辐照损伤及不同温度下晶体的恢复情况，并与他们测试的电学性能变化作了对比。

二、实 验

实验样品为水平法生长的未掺杂 GaAs 单晶。样品放在原子能所轻水堆中照射 22 小时，热中子积分通量为 3×10^{18} 中子/ 厘米^2 。热中子对快中子通量的比值为 20，辐照温度大约为 40°C 。估计嬗变掺杂浓度为 $5 \times 10^{17}/\text{厘米}^3$ 。待样品冷却，其放射性强度衰变到允许剂量水平以下，方可使用。冷却后的晶体，按 $\langle 100 \rangle$ 定向切片，厚约 0.6 毫米，经研磨抛光后，在氢气气氛下进行等时 30 分钟不同温度 $400 \sim 800^\circ\text{C}$ 的热处理。试样退火时，表面用纯石英覆盖。

背散射沟道效应分析是利用静电加速器的 1.5MeV 的 $^4\text{He}^+$ 束作为入射束，束流能散度小于 0.3%，晶体固定在三维转角的测角器上，转角定向精度为 0.02° 。束流通过两个相距 2 米的 $\phi 1$ 准直孔入射到靶室，靶点直径约为 1 毫米，打到靶上的束流角散度小于 0.03° 。为防止样品被碳沾污，在束流管道和靶室内部装有液氮冷阱，靶室真空度为 10^{-6} 托。散射角取 165° ，用金硅面叠型探测器测量背散射粒子能谱，整个探测器系统（包括前置放大器及主放大器等线路）的能量分辨率约为 20keV 。为抑制二次电子发射，在靶前的抑制环上加有负 600 伏的电压，由靶上引出入射束到束流积分仪测量束流大小和积分电荷量，为达到一定的统计精度， He^+ 的积分电荷数为 5—10 微库。

三、结果和讨论

利用逐步逼近法^[7], 对 GaAs <100> 晶轴定向, 找出相应的方位角, 测量了 GaAs 中子辐照未退火及 400—800℃, 30 分钟退火后样品的沟道定向谱和随机谱, 如图 1 所示。图 2 是在距晶体表面 2000 Å 处剩余损伤的归一化产额和退火温度的关系。为比较起见, 引用了文献^[8] 的电学参数, 图 3 表示 400~800℃, 30 分钟退火的电阻率和退火温度关系。

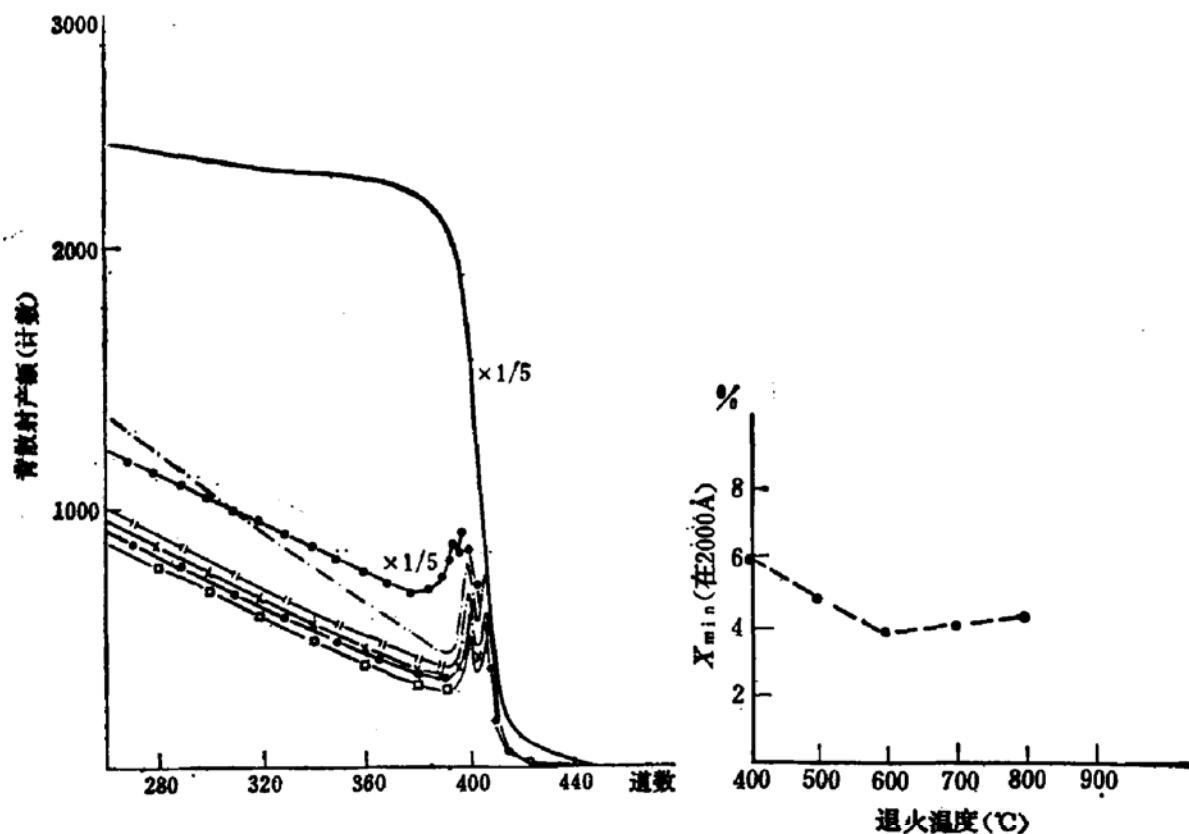


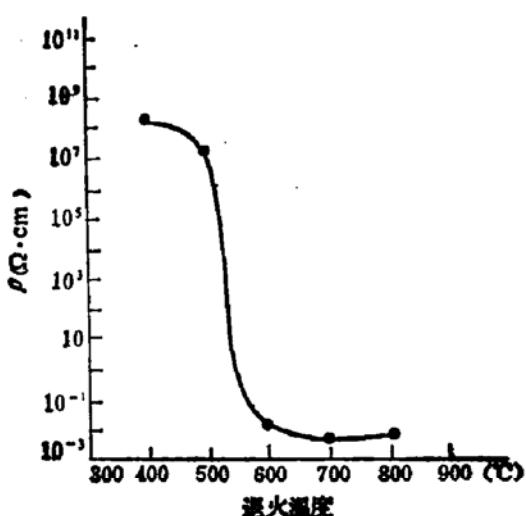
图 1 GaAs 中子辐照未退火及 400—800℃, 30 分钟退火样品的沟道定向谱和随机谱

图 2 中子嬗变掺杂(NTD)GaAs 在距表面 2000 Å 深处剩余损伤的归一化产额与退火温度的关系

——随机谱 -·- 400℃ -○- 辐照未退火 -+-- 500℃
 —×— 800℃ -●— 700℃ -○— 600℃

在中子积分通量为 3×10^{18} 中子/厘米², 辐照后未退火时, 从背散射损伤谱图 1 可以看出, 晶格紊乱程度接近 40%, 电学参数测不出。我们认为, 由于中子辐射损伤, 嬗变掺杂的 Ge 和 Se 原子被反冲处于晶格间隙位, 不起施主杂质作用; 同时产生的大量缺陷和缺陷团, 它们大都具有受主性质, 使电子俘获中心增多, 对原始材料起补偿作用, 以致载流子浓度很低, 电阻率很高, 此时电学参数难以测出。这些分析与实验结果是一致的。

在热处理下, 退火温度在 400—500℃, 背散射沟道法测得的剩余损伤在 6~5%; 此时霍耳法已能测出电阻率在 10^8 — $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 之间; 在 500℃, 导电类型开始从 P 型转变为 n 型, 但载流子浓度, 可能是由于存在部分混合导电, 未能测出。这些都说明样品的晶格完整性得到很大恢复。当退火温度升到 600℃ 时, 图 2 所示的剩余损伤已小于 4%; 图 3 所示测得的电阻率已达到最小值 ($10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$); 载流子浓度已能测出, 其值为 $\sim 1 \times 10^{17}/$

图3 NTD GaAs 退火30分钟电阻率 ρ 与退火温度的关系

cm^3 , 电子迁移率增大亦能测出。此时晶体结构已基本恢复, 辐射产生的缺陷也大都消除, 杂质原子被激活增多, 散射中心减少, 因此载流子浓度和电子迁移率都有很大增加, 随着退火温度增高到700—800℃, 霍耳法测量的电阻率已趋于稳定值; 剩余损伤略有增加。究其原因可能与GaAs表面在高温发生热分解有关, 使晶体结构完整性能略变坏。文献^[4]曾提到As原子在650℃以上温度要蒸发, 退火温度在700℃和超过700℃, 必须用保护膜包裹, 即在样品表面沉积或涂上一层薄膜进行保护, 其中以 Si_3N_4 膜为最好。在现有实验条件退火时, 未用保护膜包装样品, 仅用纯石英片覆盖, 看来可能这种办法保护不严, 效果不理想, 以致700℃以上退火的损伤恢复不如600℃好。

Young等人^[8-9]认为热中子引起晶体辐射损伤可以在400℃恢复, 而快中子引起的缺陷, 需要超过400℃退火, 嬗变原子在600—700℃, 经1—2小时退火, 大部分具有电活性。当快中子剂量超过 5×10^{18} 中子/厘米²时, 就必须利用750℃退火才可以消除损伤。在本实验中, 快中子剂量为 2×10^{17} 中子/厘米²时, 情况基本类似, 所得到的损伤恢复与退火温度关系, 基本上与文献^[8-9]报道的结果相一致。

四、结 论

沟道背散射技术作为直接观察分析中子嬗变掺杂GaAs的辐照损伤和退火效应是一种准确、可靠的手段, 它为探索辐照损伤机制, 找寻最佳退火条件和改进退火工艺都可提供有力的依据。实验发现: 在600℃退火, 晶格恢复已取得较好的效果, 若要再提高退火温度, 进一步完善退火性能, 就必须选择合适的保护膜或维持一定的砷分压保护样品, 防止发生表面热分解。

| 参 考 文 献

- [1] J. W. Cleland, *Phys. Rev.*, 78, 814(1950).
- [2] M. A. Vesaghi, *Phys. Rev.*, B25, 5436(1982).

- [3] J. E. Mueller, M. Kellner, H. Kniepkamp, E. W. Hass and G. Fischer, *J. Appl. Phys.*, **51**, 3178 (1980).
- [4] K. Kuriyama, M. Yahagi, K. Iwamura, Y. Kim and C. Kim, *J. Appl. Phys.*, **54**, 673(1983).
- [5] P. J. Giaron and J. M. Meese, Neutron Transmutation Doping in Semiconductors, edited by J. M. Meese, Plenum press, New York and London (1979) p6, p233.
- [6] 莫培根, 李寿春, 李跃鑫, 高集金, 李石岭, 半导体学报, **5**, 562(1984).
- [7] 王豫生, 阎建华, 郑胜男(原子能研究所); 殷士端, 张敬平, 顾诠(半导体研究所); 谢葆珍, 刘士杰(高能物理所), 核技术(待发表).
- [8] R. T. Young, J. W. Cleland, R. F. Wood and M. M. Abraham, *J. Appl. Phys.*, **49**, 4752(1978),
- [9] L. W. Aukerman, P. W. Davis, R. D. Graft and T. S. Shilliday, *J. Appl. Phys.*, **34**, 3590(1963)

Channeling Analysis of Thermal Annealing Effects of Neutron Transmutation Doped GaAs

Zheng Shengnan, Yan Jianhua, Wang Yusheng, Li Xuexin

(Institute of Atomic Energy, Beijing)

Xie Baozhen

(Institute of High Energy Physics, Academia Sinica)

Mo Peigen

(Shanghai Institute of Metallurgy, Academia Sinica)

Abstract

The radiation damage and the crystalline recovery under the various annealing conditions in the neutron transmutation doped GaAs specimens have been directly observed by means of 1.5 MeV He⁺ ion Rutherford backscattering-channeling analysis technique, and compared with the electrical parameters measured by Hall effect. The thermal annealing effects are discussed.