

# 稀土 Er 离子注入 InP 的退火及发光特性\*

章蓓 陈孔军 王舒民 丁晓民 虞丽生

(北京大学物理系 北京 100871)

郑婉华 徐俊英

李仪

(集成光电子学联合实验室 北京 100083) (中国科学院长春物理所 长春 130021)

**摘要** 利用离子注入法,以  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  和  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$  的剂量对 InP 进行稀土元素 Er 的掺杂,采用了两种未加淀积膜覆盖的退火方式,在 10K 下均观测到 InP 中  $\text{Er}^{3+}$  1.54 $\mu\text{m}$  特征光致发光峰。光致发光 (PL) 和反射式高能电子衍射给出发光强度和晶格恢复程度与退火条件的依赖关系,结果表明  $\text{Er}^{3+}$  在 InP 中的光激活性在很大程度上取决于 InP 晶格的恢复。

**PACC:** 6170T, 8140T, 7855, 6114H

## 1 引言

掺稀土的半导体自八十年代以来已成为国际上应用物理研究的热点之一。半导体中稀土原子的 4f 未充满壳层间的跃迁可导致强而锐的光致发光,光致发光峰波长主要取决于稀土离子并不依赖于温度及其所在的基质,而  $\text{Er}^{3+}$  的 1.54 $\mu\text{m}$  特征发光峰<sup>[1]</sup>恰好与石英光纤的传输窗口相对应,因而非常引人注目。最近 Isshiki<sup>[2]</sup> 等在 Er 注入 InP 中观测到 1.54 $\mu\text{m}$  的室温电致发光,使掺 Er 的 InP 发光倍受关注。在 Er 注入 InP 的发光研究中,退火一直是关键之一, Pomrenke<sup>[3]</sup>、曹望和<sup>[4]</sup>等用  $\text{Si}_3\text{N}_4$  淀积膜保护的退火, Rochaix<sup>[5]</sup>、和 Favenne<sup>[6]</sup> 分别用无淀积膜覆盖的快速和炉退火研究了发光与退火的关系。但他们选取的 Er 离子注入剂量较小,均在  $5 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  以下,更高剂量的 Er 注入掺杂的 InP 特性尚待进一步研究。本文报道注入剂量为  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  和  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$  在未加淀积膜覆盖的炉退火情况下通过光致发光和反射式高能电子衍射研究 Er 注入 InP 中  $\text{Er}^{3+}$  发光特性和晶格恢复与退火方式、退火温度和时间关系。

## 2 实验

在室温下以两种条件将 Er 离子注入到电子浓度为  $1 \times 10^{16}/\text{cm}^3$  的高纯 InP(100) 单

\* 本工作得到国家教委博士点基金,集成光电子学联合实验室和北京市中关村地区测试中心的资助  
本文 1992 年 8 月 27 日收到,修改稿 1992 年 11 月 3 日收到

晶片中,其中注入能量和剂量分别为  $150\text{keV}$  下  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  和  $350\text{keV}$  下  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ . 根据计算机模拟程序 TRIM<sup>[7]</sup> 估算, InP 中相应的 Er 峰值浓度均高于  $1 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ .

InP 中因 Er 离子注入引入的晶格损伤需经过热处理来消除,但又要防止热处理时样品中 P 的挥发造成新的热缺陷. 实验中采用了两种未加淀积膜覆盖的炉退火方式. 一种是“面对面”开管炉退火(简称 FFA),即在样品上加以盖片(GaAs 或 InP 单晶片),在流动的高纯  $\text{H}_2$  保护气氛下在普通的管式炉内退火. 另一种是安瓿闭管退火(简称 APA),即将待退火样品与少量红磷同时封闭到抽真空的石英安瓿中,在  $600^\circ\text{C}$  下恒温退火 20 小时. 经两种方式退火后,样品表面均保持光亮的镜面.

实验中用反射式高能电子束衍射(RHEED)研究了 Er 注入 InP 样品退火后的晶格恢复情况. 用低温光致发光法研究了退火后 Er 注入 InP 样品的  $\text{Er}^{3+}$  发光,光致发光测量在 10K 低温下进行,以 Ar 离子激光器的  $514.5$  和  $488.0\text{nm}$  线激发,通过 WDG30 光栅单色仪由液氮冷却的 Ge 探测器探测光致发光讯号.

### 3 结果和讨论

图 1 给出了典型的 Er 注入 InP 经安瓿退火后  $\text{Er}^{3+}$  的 10K 低温光致发光谱. 发光峰值波长为  $1.537\mu\text{m}$ ,  $\text{Er}^{3+}$  主峰的位置与 Favennec<sup>[6]</sup> 和 Rochaix<sup>[5]</sup> 等的结果一致,证实这正是  $\text{Er}^{3+}$  中第一激发态  $^4\text{I}_{13/2}$  和基态  $^4\text{I}_{15/2}$  间的跃迁. 同时,在长波方向  $1.545\mu\text{m}$  和  $1.580\mu\text{m}$  处还伴有二个强度较弱的次峰. 实验中用两种条件注入经不同方式和参数退火的 InP 样品的  $\text{Er}^{3+}$  光致发光谱均显示类似的形状和结构. 图 1 的光致发光谱与液

相外延掺  $\text{Er}^{3+}$  和热扩散掺  $\text{Er}^{3+}$  的 InP 所反映的 Td 对称的精细发光结构不完全吻合,说明离子注入的光致发光结构更为复杂,很可能与样品中残留的晶格缺陷有关.

图 2 给出  $\text{Er}^{3+}$   $1.54\mu\text{m}$  发光峰强度随注入条件,退火方式及温度的变化关系. 其中曲线 a 和 b 分别对应两种注入样品用“面对面”(FFA)方式恒温退火 10 分钟后的  $\text{Er}^{3+}$  发光相对强度随温度的变化;数据 c 和 d 则分别对应于高、低剂量注入 InP 样品经安瓿(APA)退火后的结果. 由图可见:(1)安瓿退火效果明显优于各种温度的“面对面”退火.(2)无论用哪种方式退火,注入条件为  $350\text{keV}$  下  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$  剂量样品的发光强度普遍高于  $150\text{keV}$  下  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  的样品.(3)面对面退火时,  $600^\circ\text{C}$  至  $800^\circ\text{C}$  退火后均可观测到  $\text{Er}^{3+}$  的发光峰,两种注入样品的最强发光峰均出现在  $750^\circ\text{C}$  退火之后.

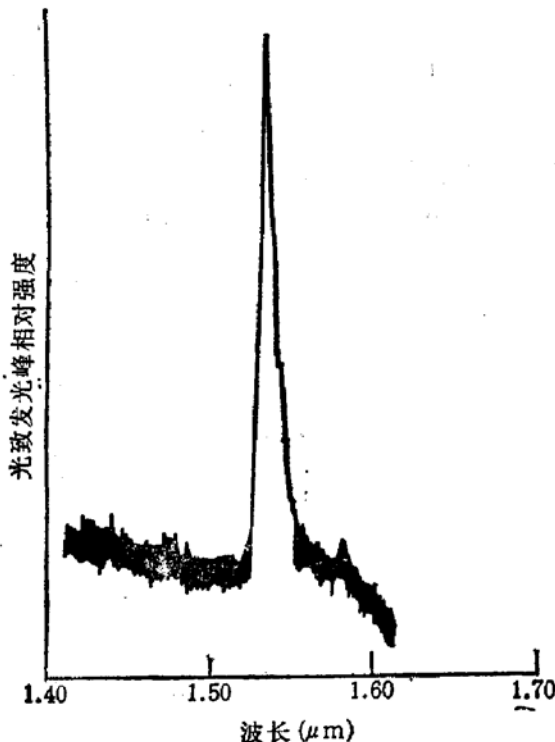


图 1 Er 注入 ( $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ ) InP 中  $\text{Er}^{3+}$  的 10K 光致发光谱

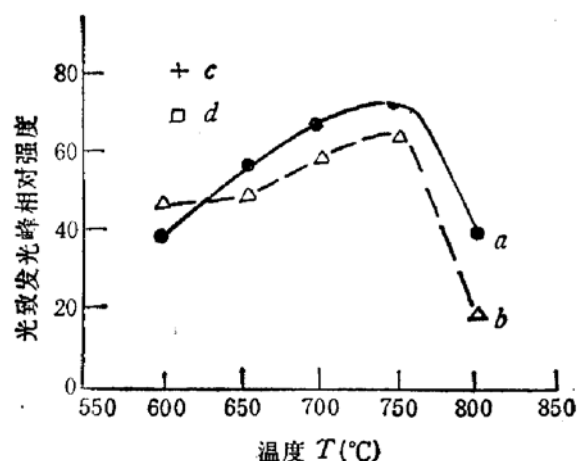


图2 InP 中  $\text{Er}^{3+}$  PL 峰相对强度和退火方式及温度的关系

- a) (●) InP (Er): 350keV,  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ ; “FFA”, 10min  
 b) (▲) InP (Er): 150keV,  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ ; “FFA”, 10min  
 c) (+) InP (Er): 350keV,  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ ; “APA”, 20h  
 d) (□) InP (Er): 150keV,  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ ; “APA”, 20h

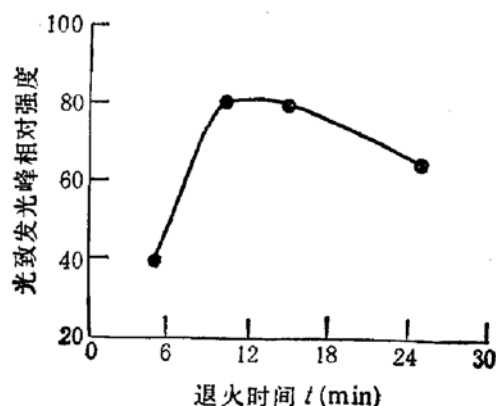


图3 Er 注入 InP 中  $\text{Er}^{3+}$  PL 相对强度与 700 °C FFA 退火时间关系

退火温度继续增加,  $\text{Er}^{3+}$  峰强度明显下降, 很可能由表面 P 挥发严重, 引入新的缺陷所致。值得指出, 曹望和<sup>[4]</sup>对  $5 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  Er 注入的 InP 用  $\text{Si}_3\text{N}_4$  保护得到 750 °C 最佳退火温度, 与我们的结果一致, Favennec<sup>[6]</sup> 在  $10^{14}/\text{cm}^2$  Er 注入 InP 中无淀积膜退火时 700 °C 最好, 而 Pomrenke<sup>[3]</sup> 在  $\text{Si}_3\text{N}_4$  保护的  $5 \times 10^{13}/\text{cm}^2$  Er 注入 InP 退火中得到 550—650 °C 的最佳温度, 显然 InP 最佳退火温度是随着 Er 注入的剂量的加大引起的晶格损伤的增加而上升的。图 3 是 700 °C FFA 退火条件下, 退火时间与  $\text{Er}^{3+}$  发光强度的关系, 可见 10 分至 15 分钟可得最佳效果。用 RHEED 对安瓿退火和 FFA 600 °C 至 750 °C 退火样品研究表明, 两种 Er 注入未退火 InP 表面均已非晶化, 经 600 °C 面对面退火后, 表面即得到很大程度的晶化, 随着退火温度增高至 750 °C, 晶化程度更好。在 P 气氛下长时间安瓿退火的样品的晶格恢复得最好, RHEED 图象中出现晶格点阵与衍射斑点组成的多晶环, 但实验中所有退火样品仍不同程度残留有非晶结构, 有待进一步优化退火条件。

综上所述, 在剂量高达  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  和  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$  Er 注入的 InP 中通过两种未加淀积保护膜的退火方式, 在 600 °C 至 800 °C 范围内均一致地观测到 10K 下  $\text{Er}^{3+}$  1.54  $\mu\text{m}$  的发光峰。发光强度和晶格恢复与退火条件依赖关系的实验表明, Er 注入 InP 样品中  $\text{Er}^{3+}$  的光激活性很大程度上取决于 InP 晶格的恢复。

**致谢** 作者与中国科学院长春物理所曹望和进行了有益的讨论, 在此一并致以深切的谢意。

### 参 考 文 献

- [1] H. Ennen *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1983, 43: 943.  
 [2] H. Isshiki *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1991, 58: 484.  
 [3] G.S. Pomrenke *et al.*, J. Appl. Phys., 1986, 59: 601.

- [4] 曹望和等, 中国稀土学报, 1991, 9: 126.
- [5] C. Rochaix *et al.*, Jap. J. Appl. Phys., 1988, 27: L2348.
- [6] P. N. Favennec *et al.*, Electron. Lett., 1987, 23: 684.
- [7] Transportation of Ions in Matters, TRIM'88.
- [8] F. Bantien *et al.*, J. Appl. Phys., 1987, 61: 2803.
- [9] Xinwei Zhao *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1989, 54: 712.

## Photoluminescence and Thermal Annealing of Rare-Earth Element Er Implanted InP

Zhang Bei, Chen Kongjun, Wang Shumin, Ding Xiaomin, Yu Lisheng

(Department of Physics, Peking University, Beijing 100871)

Zheng Wanhua and Xu Junying

(National Laboratory of Integrated Opto-electronics, Beijing 100083)

Li Yi

(Changchun Institute of Physics, The Chinese Academy of Sciences, Changchun 130021)

**Abstract** A Characteristic 1.54 $\mu\text{m}$  emission of rare-earth  $\text{Er}^{3+}$  in the erbium implanted InP has been observed through 10K photoluminescence. The InP samples were implanted by Er with dosages of  $7 \times 10^{14}/\text{cm}^2$  and  $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ . They were then annealed by two different kinds of thermal treatments without any passivation deposited-film on the surfaces. The effects of thermal annealing on  $\text{Er}^{3+}$  emission intensity were investigated by photoluminescence (PL) at a temperature of 10K and reflective high-energy electron diffraction (RHEED). The results show that the optical activity of  $\text{Er}^{3+}$  in the implanted InP is to a great degree dependent on the recovery of the implanted damage in InP.

**PACC:** 6170T, 8140T, 7855, 6114H