

$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 俄歇灵敏度因子的测定

陈 维 德 崔 玉 德

中国科学院半导体研究所和表面物理国家重点实验室, 北京 100083

1993年7月12日收到

利用 PHI610 俄歇谱仪测定了 Al, Ga 和 As 的俄歇灵敏度因子。对 6 种不同 x 值的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 样品进行俄歇定量分析。结果与 X 射线双晶衍射测量值非常一致。结果表明, 利用自身谱仪测定的俄歇灵敏度因子进行的定量分析结果, 与目前通常使用的手册或内标法提供的元素相对灵敏度因子的定量分析结果相比, 测量精度得到大大提高。

PACC: 7920F; 6855

一、引 言

$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 是一种非常重要的 III-V 族化合物半导体材料。在高速数字和光电器件中所用的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 层对 Al 的组分都有特殊的要求。因此, 在 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 中, Al 的组分的精确测定受到广泛的重视。

在 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的俄歇定量分析中, 俄歇灵敏度因子是一个非常重要的参数。灵敏度因子的选择直接影响到定量分析的结果。在灵敏度因子测定中, 最为简便的方法是直接采用手册提供的元素相对灵敏度因子^[1]。但手册提供的元素相对灵敏度因子大多是在 PHI545 俄歇谱仪上测定。由于相对俄歇峰比与很多因素有关, 因此, 它们并不适用所有的俄歇谱仪。如 PHI595 俄歇谱仪上测的相对灵敏度因子与手册提供的数据就有很大差别^[2]。因此, 除 PHI545 俄歇谱仪外, 其他的谱仪应用手册提供的相对灵敏度因子进行的俄歇定量分析往往会带来较大的误差。一般利用手册提供的元素相对灵敏度因子确定元素的原子浓度, 其误差可高达 (30—50)%。目前, 国内外学者普遍采用以砷为参考元素的内标法测定元素的相对灵敏度因子^[3-7], 可使俄歇定量分析精度提高 1—3 倍, 但与 X 射线双晶衍射测量值的相对偏差仍可高达 14.7%^[4]。虽然基体效应修正和离子溅射效应修正的引入使分析精度得到改善, 但基体效应修正因子和离子溅射效应修正因子的理论计算十分繁杂, 不便于常规应用。本文利用进行俄歇定量测量的谱仪本身测定俄歇灵敏度因子, 并将它应用于定量分析计算, 使俄歇定量分析的测量精度得到大大提高。

二、实 验

俄歇灵敏度因子的测定和 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的俄歇电子能谱定量分析是在 PHI610 扫描俄歇微探针上完成的。分析室本底真空度为 $2.7 \times 10^{-9}\text{Pa}$, 电子枪电压为 3kV, 电子束

与样品表面法线夹角为 45° , 束流为 $1\mu\text{A}$, 溅射氦离子能量为 2.0keV , 扫描面积为 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$.

灵敏度因子与 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 定量分析测试条件相同. Al 标样纯度为 99.999% , Ag 标样纯度为 99.99% , GaAs(100) 经解理后裸露出新鲜表面. 利用 Ar^+ 溅射去除标样表面残留的 O, C 沾污. 记录微分谱, 测定 Al LMM (68eV), Al KLL (1396eV), Ga LMM (1070eV) 和 As LMM (1228eV) 与 Ag MNN (351eV) 的相对俄歇谱比. 定量分析所用的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 样品用分子束外延方法在 GaAs(100) 衬底上生长. 共有 6 个不同 x 值的样品. x 值是利用 Rigaku SLX-IAL 超晶格测量装置测定的. 测角精度为 0.01s , 可以精确地测定外延层的晶格常数. 对 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 组分的测量精度高于 1% .

三、实验结果与讨论

1. 俄歇灵敏度因子

定义元素的俄歇灵敏度因子为在同一测量条件下元素的俄歇峰峰强度与纯 Ag 标样的俄歇峰峰强度之比. Al 的俄歇峰峰强度分别取低能峰 Al_1LMM (68eV) 和高能峰 Al_2KLL (1396eV). GaLMM (1070eV) 和 As LMM (1228eV) 俄歇峰峰强度从 GaAs (100) 的解理面获得. Al, Ga 和 As 的相对俄歇灵敏度因子比值如表 1 所示. 为了比较, 文献中的元素相对灵敏度因子比值也列在表 1 中. 从表 1 可以看到, 手册的灵敏度因子比值^[4]与本文实际测定的谱仪灵敏度因子比值有较大不同. 这可能是由下面几个原因

表 1 电子束能量为 3keV , Al, Ga, As 俄歇灵敏度因子比值

文 献	$\frac{S_{\text{Ga}}}{S_{\text{As}}}$	$\frac{S_{\text{Al}_1}}{S_{\text{As}}}$	$\frac{S_{\text{Al}_2}}{S_{\text{As}}}$	$\frac{S_{\text{Ga}}}{S_{\text{Al}_1}}$	$\frac{S_{\text{Ga}}}{S_{\text{Al}_2}}$
本文	1.66	2.00	0.64	0.83	2.60
[1]	1.625	2.88	0.563	0.565	2.89
[3]	1.681		0.475		3.53
[4] _L	1.592	2.63	0.616	0.605	2.58
[4] _E	1.643		0.478		3.44
[5]	1.84	2.16	0.50	0.95	3.66

文献[4]下标 L 和 E 分别表示 LAS2000 和 EDN-1 谱仪.

引起. 1) 两者的实验条件不同: 手册的灵敏度因子是在 PHI545 俄歇谱仪上测定的, 而我们在 PHI610 俄歇谱仪上测定. 不同的谱仪和实验参数测出的灵敏度因子可能不同. 即使是同一样品, 在不同的谱仪和实验条件下测出的相对灵敏度因子比值之间也有较大的差别^[2,4]. 2) 手册中 Ga 和 As 的俄歇灵敏度因子分别在 GaP 和 InAs 基体中测定. 若从影响基体效应的几个主要因素来看, 如基体的平均原子序数和原子体密度, GaP 和 InAs 都与 GaAs 或 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 有较大差别. 因此, 基体效应的影响必须考虑. 而在我们的测定中, Ga, As 信号是从同一 GaAs 基体中获得的. GaAs 是 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 三元体系中 $x=0$ 时的一种化合物. 从我们的基体效应修正因子的计算中发现, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的基体效应的组分关系很弱. 因此, 采用 GaAs 作为 Ga, As 灵敏度

因子的测量基体比采用 GaP 和 InAs 更合理, 所测的俄歇灵敏度因子更符合实际。3) 在我们的灵敏度因子定义中直接采用元素标样与 Ag 标样的俄歇强度之比, 这也是造成差别的一个原因。4) 在我们的灵敏度因子测定中采用 Ar^+ 溅射清洁基体材料表面, 所得的灵敏度因子实际上包含离子溅射效应的影响, 它的作用在下一节中将进一步讨论。从表 1 中还可以看到, 不同作者与不同谱仪测的相对灵敏度因子比值之间有较大差别。即使同一样品, 在不同的谱仪上测量的相对灵敏度因子比值也有较大差别。但可以注意到, 对于 $S_{\text{Ga}}/S_{\text{As}}$, 本文与文献[3], [4]_E 很接近; 对于 $S_{\text{Al}_1}/S_{\text{As}}$ 和 $S_{\text{Ga}}/S_{\text{Al}_1}$, 与文献[5] 很接近; 对于 $S_{\text{Al}_2}/S_{\text{As}}$ 和 $S_{\text{Ga}}/S_{\text{Al}_2}$, 与文献[4]_L 很接近。究竟哪一种灵敏度因子更合理, 更有效, 最好的办法是通过具体样品的定量分析结果来验证。定量结果与某种公认的测量技术的结果相对偏差越小, 其对应的俄歇灵敏度因子越可靠和适用。

2. $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的俄歇定量分析

为了验证本文测定的谱仪灵敏度因子的有效性。利用分子束外延技术在 GaAs(100) 衬底上外延生长 6 个不同 x 值的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 样品。定量分析采用如下计算公式:

$$C_{\text{Al}} = \frac{I_{\text{Al}_1}/S_{\text{Al}_1}}{I_{\text{Al}_1}/S_{\text{Al}_1} + I_{\text{Ga}}/S_{\text{Ga}} + I_{\text{As}}/S_{\text{As}}}, \quad (1)$$

式中 I_X 和 S_X 分别表示元素 X 的俄歇峰峰高和本文测定的俄歇灵敏度因子。 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 三元体系中 Al 的原子百分浓度定量分析结果如表 2 所示。取高能峰的 Al_2 俄歇灵敏度进行计算。因为低能峰的 Al_1 多多少少会受到低能 Ga 和 As 峰的干扰, 有的会导致较大误差。为了比较, 利用手册提供的元素相对灵敏度因子进行的俄歇定量分析结果和 X 射线双晶衍射的测量结果也列在表 2 中。X 射线双晶衍射测量是在 SLX-1AL 超晶格测

表 2 用不同方法测得的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 中 x 值的比较

样品序号	本文俄歇灵敏度因子定量能谱俄歇电子	X 射线双晶衍射分析	PHI 手册俄歇灵敏度因子定量俄歇电子能谱
1	0.33	0.33	0.36
2	0.36	0.35	0.40
3	0.42	0.41	0.46
4	0.49	0.50	0.53
5	0.69	0.65	0.74
6	0.76	0.76	0.82

量装置上进行的。对 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, x 值的测量精度高于 1%。从表 2 可以看到, 利用本文俄歇灵敏度因子进行俄歇定量分析结果与 X 射线双晶衍射测量结果非常一致。对于 6 个不同 x 值的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 样品, 平均相对偏差只为 2%。据了解, 这么小的平均相对偏差, 在文献中尚未见报道。这表明, 利用本文测定的俄歇灵敏度因子进行定量分析, 可以获得令人十分满意的结果。

利用内标法测得的元素相对灵敏度因子进行的俄歇定量分析结果与 X 射线双晶衍射结果相对偏差还是较大。造成偏差的原因往往归结于基体效应和离子溅射效应的影响, 所以不得不进行复杂的基体效应修正和离子溅射效应的修正。我们的计算结果表明, 对

于 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 三元化合物, 相对元素基体修正因子均接近于 1, 而且组分关系很弱, 至多为 0.1%。因此, 主要的定量误差归因于离子溅射效应。由于对离子溅射的物理机制的认识还很不够, 所以对离子溅射效应的理论修正仍然令人不满意。目前, 大多学者不得不采用实验修正, 即将俄歇定量分析结果与某一较可靠的实验技术, 如 X 射线双晶衍射、电子探针或光致发光等结果相比较后, 确定元素 A 相对于元素 B 的溅射修正因子。

在我们的定量分析中, 采用 GaAs, 而不是 GaP 和 InP 来确定 Ga 和 As 的俄歇灵敏度因子。正如上一节所讨论, 其基体效应的影响完全可以忽略。在灵敏度因子测定中所测的俄歇信号是在 Ar^+ 溅射清洁的基体标样中取得的, 所以谱仪灵敏度因子在很大程度上包含了离子溅射效应的影响。因此, 在本定量分析中未再进行基体效应和离子溅射效应的修正。从而使本定量分析方法比采用内标法或手册给出的灵敏度因子加基体效应和离子溅射效应修正的方法要大大简化和便于实际应用。

四、结 论

利用纯 Al 和 GaAs 作为标样, 在 PHI610 俄歇微探针上直接测定了元素 Al, Ga 和 As 的俄歇灵敏度因子。将测得的灵敏度因子用于 6 种不同 x 值的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的俄歇定量分析, 其结果与 X 射线双晶衍射的测量值非常一致。它表明, 利用自身谱仪直接测定的元素灵敏度因子进行俄歇定量分析与目前通常使用的手册灵敏度因子或内标法灵敏度因子的定量结果相比, 分析精度可以得到大大提高。

- [1] L. E. Davis, N. C. MacDonald, P. M. Palmberg, G. E. Rlach and R. E. Werber, *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*, 2nd ed., Physical Electronic, Minnesota (1976).
- [2] D. R. Baer and M. T. Thomas, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A4** (1986), 1545.
- [3] J. R. Arthur and J. J. Lepore, *J. Vac. Sci. Technol.*, **14** (1977), 919.
- [4] 高培德、章纯思、毕联训, *真空科学与技术*, **4**(1984), 166.
- [5] W. D. Chen, H. Bender, A. Demesmaeker, W. Vandervorst and H. E. Maes, *Surf. Interf. Anal.*, **12** (1988), 156.
- [6] W. D. Chen Y. D. Cui, *J. Vac. Sci. Technol.*, 待发表.
- [7] 陈维德、崔玉德, *半导体学报*, 待发表.

DETERMINATION OF $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ AUGER SENSITIVITY FACTORS

CHEN WEI-DE CUI YU-DE

Institute of Semiconductors and State Key Laboratory of Surface

Physics, Academia Sinica, Beijing 100083

(Received 12 July 1993)

ABSTRACT

$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ Auger sensitivity factors have been determined by using PHI 610 scanning Auger microprobe with pure elemental standards Al, Ag and matrix GaAs. The quantitative results of $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ measured by the present method are in very good agreement with that by X-ray double crystal measurement. It is shown that by using sensitivity factors obtained from the self-instrument, the accuracy of the quantitative AES analysis can be considerably improved compared with that using elemental relative sensitivity factors given by the PHI handbook or internal standard method.

PACC: 7920F; 6855