

活動報告

材料別分科会電子材料グループ、第1回測定データの比較について

鈴木 峰晴・荻原 俊弥*・中村 誠**

NTT境界領域研究所 材料分析センター 〒243-01 神奈川県厚木市森の里若宮 3-1
 * (株) ジャパンエナジー分析センター 〒335 埼玉県戸田市新曽南 3-17-35
 **富士通 (株) 川崎工場 プロセス開発部 〒211 神奈川県川崎市中原区上小田中 1015

電子材料グループでは、平成7年1月～7月に第1回測定を行った。対象試料はSi, SiO₂, Si₃N₄, GaAs, InGaAs, AlGaAsの6種類である。測定されたスペクトルを十分に眺めることは、試料処理、測定条件等における問題点を明らかにし、解決方法をさぐる意味で重要である。そこで、当グループに所属する22機関の方々に平成7年8月～9月の間でスペクトルの比較検討を依頼した。そのうち、AESスペクトルについては10機関、XPSスペクトルでは8機関より比較結果を受け取った。ここでは、比較結果を6つの項目に分けて集約を行った。なお、詳細な比較検討は今後の活動にゆずらせていただく。

AESスペクトルを比較した結果について

(結果のまとめ：荻原)

1. 試料処理について

- (1) スパッタリング前後のスペクトルがあれば、ダメージや表面の汚染、酸化の様子などがわかると思う。選択スパッタリングの影響を把握するためにも、最表面とスパッタリング後の両者のスペクトルが必要である。
- (2) Arスパッタリングでは試料表面のダメージが大きいので、化学エッチングした表面の測定を行ったらよいと思う。

2. ファイル (変換, パラメータ記入を含む)

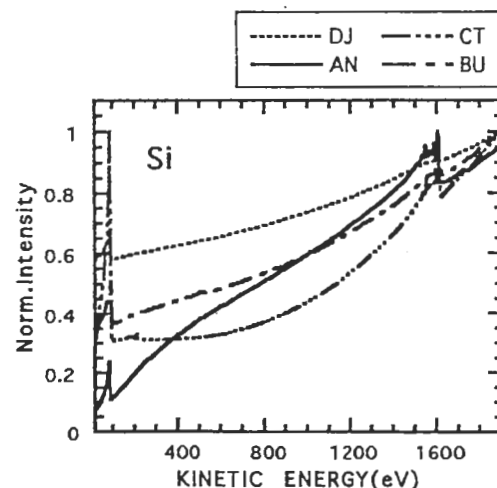
- (1) AASEAEファイルは、ディスプレイ出力の際にスペクトルの自動表示ができない。
- (2) COMPRO変換で、FRRと指定してもFATになってしまう。
- (3) データシートは、重複記入が多い。

3. エネルギー (軸) について

- (1) SiO₂についてSiLVV, SiKLL, OKLLのKinetic Energyを比較した結果、Kinetic Energyのばらつきは±1eVの範囲である。
- (2) GaAsについて、高エネルギーのピーク位置はよく一致している。

4. ピーク形状について

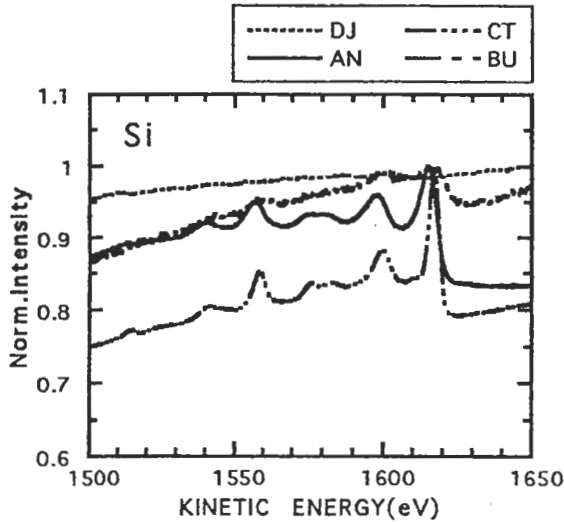
- (1) 装置によって二次電子ピーク近傍の低エネルギー側のスペクトル形状が大きく異なる。
- (2) ピーク強度が弱いいためか、SiKLLの形状が異なる。SiKLLのピークを比較するために、電子線加速電圧：10kVのデータを取得するのがよいのでは？
- (3) SiO₂のSiLVVピークでは、還元による金属ピークの存在が認められる。
- (4) バックグラウンドの形状が異なる。スペクトル全体として上に凸のものとして下に凸のものがある。要因：装置特性、電子線加速電圧、照射電流



- (5) エネルギー分解能が機関毎に異なっている。また、その値が不明である。

5. 強度 (軸) について

- (1) S/Nが他に比べて極端に悪い機関がある。
S/Nの基準を設けた方がよい。



- (2) 微分強度比は、メーカー毎に分類されるようである。

機関	装置	GaAs		InGaAs			AlGaAs		
		Ga	As	In	Ga	As	Al	Ga	As
AN	PHI-670	1	0.7	2.2	1	1.5	0.2	1	1
AT	PHI-660	1	0.6	2.6	1	1.1	0.2	1	0.9
AS	PHI-660			2.6	1	1.1	0.2	1	0.9
BU	JAMP-30			4.6	1	1.9	0.3	1	0.9
AU	JAMP-30	1	0.7	4.1	1	1.2	0.2	1	0.8
DJ	JAMP-7100			4	1	1.3			
AL	JAMP-7800	1	0.7	2.70	1	1.6			

6. その他

各機関毎に装置はメーカーの推奨する方法にて調整する必要がありますが、その方法について手順や内容を明確にしてほしい。

XPSスペクトルを比較した結果について
(結果のまとめ：中村)

1. 試料処理について

- (1) Arイオンスパッタによる表面クリーニングを行った機関が多い (一部薬液洗浄を行った機関有) がクリーニングの程度に機関間の差が見られた (酸素や炭素の残量に違いが有)。
(2) Arイオンスパッタは、表面構造を破壊するため、Arイオンスパッタ条件等の規定が必要と思われる。(データベースとしては、この条件だとこのくらい壊れると言うのも良いかも・・・) また、表面クリーニングに用いたArが検出された試料があった。

2. ファイル (変換, パラメータ記入を含む)

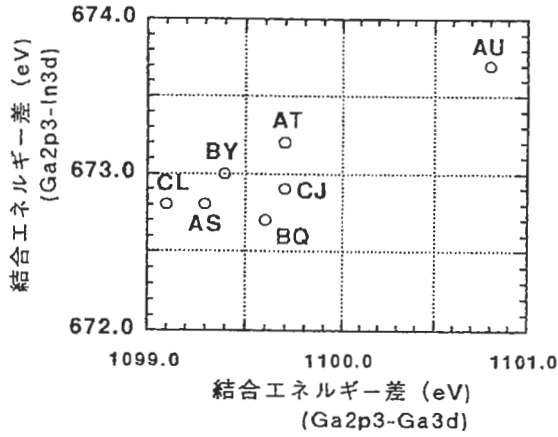
- (1) COMPROでデータ表示を行う際に、正常に表示されない場合があった。
(COMPROのデータ変換の問題?)
また、カーソルが移動できないファイルが存在する事を指摘してくれた機関、線源の違うスペクトルを重ね書きすると運動エネルギー表示になることを指摘してくれた機関があった。
(2) X線励起のAESスペクトルを表示する際に単位(K.E. or B.E.)と数値がばらばらになる機関が存在する。(COMPROの問題?)
(3) 測定パラメータを記入する様式が各人ばらばらで何らかの統一が必要である。
また、できればパラメータ記入時の入力省略が必要かと思われる。(機関名, 測定者, 測定装置, コメント等)

3. エネルギー (軸) について

同一試料の配付にも関わらず、各機関から提出されるピークエネルギー値がかなりばらばらについている。原因は、(1)エネルギーキャリブレーション(2)帯電のいずれかに有るとと思われる。帯電の補正法については、検討していく必要がある(せっかくエネルギー軸の校正ができてピーク位置が不確かでは、データベースとして適切でない)。

機関間のピークエネルギーを比較した

結果を図に示す。ここでは帯電の効果を無視するためにInGaAsの各ピークをGa2P3からの結合エネルギー差で示している。

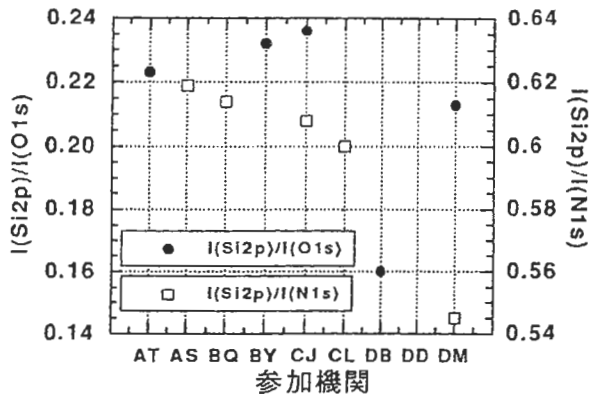


4. ピーク形状について

ピークの形状は、(1)測定装置のエネルギー分解能、(2)Arイオンスパッタによるダメージ等を反映しているので、細かく触れている機関は少ない。分解能補正がなされないかぎり詳細の議論はできない。

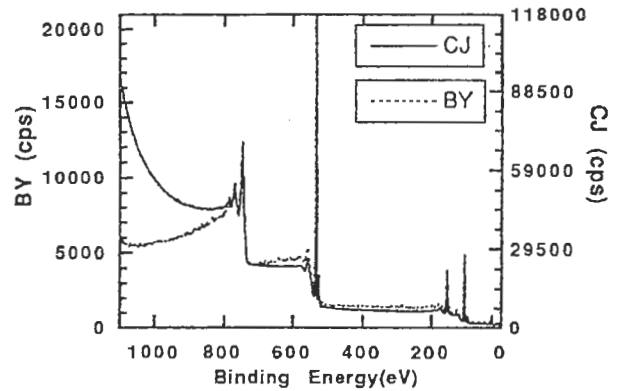
5. 強度 (軸) について

強度軸を議論している例は非常に少ない。SiO2とSiNに関してO1sおよびN1sに対するSi2pの強度比を求めた結果を機関間で比較した結果を図に示す。



6. その他

低運動エネルギー (高結合エネルギー) 側のバックグラウンドが、機関間で大きく異なるスペクトルが存在している。パスエネルギーの違いが原因と思われるが、詳細は不明。



7. まとめ

半導体プロセスに用いられている基本材料をXPSで測定した結果、ピーク位置の違いを指摘してくれた機関が多かった。ピーク位置の違いの原因については、(1)測定装置のエネルギーキャリブレーション、(2)帯電が考えられる。

前者については、材料別分科会の幹事会のミニラウンドロビンの結果を待つ事によって概ねの決着がつくと思われる (当面は、各人がCu2p3/2とCu3pを用いて装置メーカー指定の方法でエネルギーキャリブレーションを行うしか無いと思う)。

後者については、フェルミレベルを基準の0eVとするXPSでは、電子材料分科会固有の問題があり、半導体材料 (例えば、Si) のフェルミレベルは、ドーパント量 (活性化度) に応じて禁制帯 (バンドギャップ) 内を移動する。実際Siの禁制帯幅は、1.1eVで、基板導電型の違いによってバンドギャップ内をフェルミレベルが移動する。このため、p型かn型かで、Si2pのピーク位置は、0.9eV程度シフトする。半導体材料の帯電補正の問題は、電子材料分科会で、検討していかなければならない。

共通項目

- (1) データシートの記入項目の重複を避けるようにしてほしい。
- (2) S/N, 分解能に基準を設けたほうがよいと思う。
- (3) Arスパッタリングなどの表面クリーニングに, 規定(基準)を設けたほうがよいと考える。
- (4) 各機関毎に装置はメーカーの推奨する方法にて調整する必要がありますが, その方法について手順や内容を明確にしてほしい。

Brief Summary of Spectral Data Taken by Electronics Materials Group

Mineharu SUZUKI, Toshiya OGIWARA*,
Makoto NAKAMURA**

NTT Interdisciplinary Research Laboratories
3-1, Morinosato, Wakamiya, Atsugi-shi,
Kanagawa 243-01

*Japan Energy Analytical Research Center
Co., Ltd.

3-17-35, Niizo-Minami, Toda-shi,
Saitama 335

**Material Department, Process Development
Division, Fujitsu Ltd.

1015, Kamikodanaka, Nakahara-ku,
Kawasaki-shi, Kanagawa 211

In order to clarify and solve problems in AES and XPS measurements of a variety of electronics materials, the Electronics Materials Group (EMG) has measured six samples (Si, SiO₂, SiN, GaAs, InGaAs, AlGaAs) in the first half of 1995. The EMG members have investigated the collected spectra to make clear problems for sample treatments and data acquisition conditions et al. from August to October in this year. Here we summarize the comments from the members on the several points: (1) sample pre-treatments, (2) converted files for COMPRO3.1, (3) energy scale, (4) peak shape, (5) intensity scale, and (6) others. The EMG will discuss them in more detail and investigate correct techniques to take accurate analytical data.

Additionally, the collected spectral data will be provided to the database of SASJ on the IMNet (Inter-Ministry Computer Network System) in future.