

AlGaAs スペクトルの比較

(電子材料第1回材料XPS測定)

野々上 寛*, 材料別分科会電子材料グループ

*三洋電機(株) ニューマテリアル研究所 〒573 大阪府枚方市走谷 1-18-13

材料別分科会電子材料グループで測定を行った試料のうち、AlGaAsのXPS測定結果について考察を行った。測定は各機関が最良と考える方法を用いることとし、装置校正、スパッタ等の表面処理は、機関に一任している。9機関から集まった測定データを基に、エネルギー軸、結合エネルギー値、光電子ピーク半値幅、光電子ピーク強度について比較を行った。その結果、エネルギー軸は、エネルギー差が大きいほど機関間のずれが大きくなる傾向であった。結合エネルギー値は、Ga3dピークのずれが特に大きく、機関間で最大5.3eVの差があった。光電子ピーク半値幅は、モノクロメータを用いていると思われる機関以外は大差はなかった。光電子ピーク強度に関しては、同一装置は傾向が似ていた。同一試料を測定したにもかかわらず、機関により異なったデータが出ており、問題点が抽出できた。今後、真のデータを求めるための、測定の標準化に向けた活動が重要になる。

1.はじめに

材料別分科会電子材料グループの内9機関が測定を行ったAlGaAsのXPS測定結果について考察を行った。測定にあたっては、装置校正に関する推奨手順書を配布はしているが、強制はしていない。また、スパッタ等の表面クリーニングは、機関に一任している。また、装置も、機関毎に異なるため、それらがデータにどのように影響するのを中心に、エネルギー軸、結合エネルギー値、光電子ピーク半値幅、光電子ピーク強度について比較を行った。各機関の装置、測定条件を表1に示す。

Table 1 Instrument and Analytical Conditions

Institute	Instrument	X-ray source	Work function(eV)	Pass energy(eV)
DD	S*-ESCA750	Mg-K α	3.8	75
DB	S*-ESCA850	Mg-K α	unknown	unknown
CJ	PHI-5400	Mg-K α	4.46	17.9
CL	VG-LAB2	Mg-K α	4.5	20
BY	VG-LAB2	Mg-K α	4.5	20
AT	VG-LAB2	Mg-K α	4.5	20
BQ	VG-LAB2	Al-K α	4.5	55.077
DM	SSI-2703	Al-K α	4.0	20
AU	PHI-5600	Al-K α	4.23	23.5

S*---Shimadzu

2.データの比較

データ比較のための処理として、Compro上で、Ga2p、Ga3d、As3d、Al2p、Al2s各ピークの高さ強度、半値幅、エネルギー値を求めた。バックグラウンドの引きかたについては、エネルギー幅等のルールは設けず、目視で最良と思われる2点を選んで直線で処理した。尚、スムージング処理は行っていない。

各データの処理結果を表2に示す。

2-1.エネルギー軸

エネルギー軸のリニアリティについて考察するために、ピークのエネルギー差を利用した。Ga2p、Ga3d、As3d、Al2p、Al2sの内、もっとも低エネルギー側のGa3dピークエネルギーと他のピークエネルギーとの差を求め、平均値からのずれを調べた。もちろん、平均値は真値ではないが、評価の基準として用いるぶんには問題ないと考えた。結果を図1に示す。

Table 2 Result of photoelectron peak analysis

Institute	*	Ga2p	Ga3d	As3d	Al2p	Al2s
DD	A	46703	14369	20589	2153	1513
	B	1117.9	19.1	41.5	74	119.1
	C	1.8	1.3	1.6	1.9	1.6
DB	A	55736	2689	2931	2512	1854
	B	1121.4	22.1	43.9	76.6	121.5
	C	2.2	1.4	1.5	1.8	1.1
CJ	A	62113	23274	31855	4437	2899
	B	1119.1	20.9	42.6	75.1	120.3
	C	1.6	1.3	1.5	1.3	1.8
CL	A	36203	2826	4381	1069	641
	B	1120.2	22.7	44.6	77.1	122
	C	1.7	1.4	1.6	1.6	1.4
BY	A	22627	2869	3779	487	267
	B	1117.2	19.2	41.1	73.6	118.8
	C	1.6	1.5	1.6	1.3	2.4
AT	A	40037	7835	11620	1150	1166
	B	1131.4	33.3	55.2	87.7	133
	C	1.6	1.4	1.6	1.4	1.5
BQ	A	105136	8386	12499	3008	4660
	B	1117.8	19.9	41.9	75	120
	C	1.9	1.5	1.7	2.6	2.2
DM	A	10958	8834	12134	2450	4651
	B	1116.1	18.4	40.3	73.6	118.5
	C	1.5	1.2	1.5	2.1	2.3
AU	A	10424	10726	9616	4632	2600
	B	1118.5	19.6	41.35	73.99	119
	C	1.2	0.9	1.35	1	1.1

*A; peak height (count) B; Binding Energy (eV)

C; Full width of half maximum (eV)

最もエネルギー差の大きい Ga2p-Ga3d では、測定機関間で 1.8eV のずれがあった。

最もエネルギー差の小さい As3d-Ga3d では、測定機関間でのずれは、0.7eV であった。また、Al2p-Ga3d、Al2s-Ga3d もほぼ同様のずれであった。本試料は、結合エネルギー値にして 200eV-1000eV に該当する光電子ピークがなかったため、断言はできないが、エネルギー差が大きいほど測定機関間のずれが大きくなる傾向があると考えられる。

装置、X線源との相関は認められないことから、これは単に校正の問題であると思われる。特に高エネルギーピークを解析に用いる場合はエネルギー軸のリニアリティーチェックが重要である。

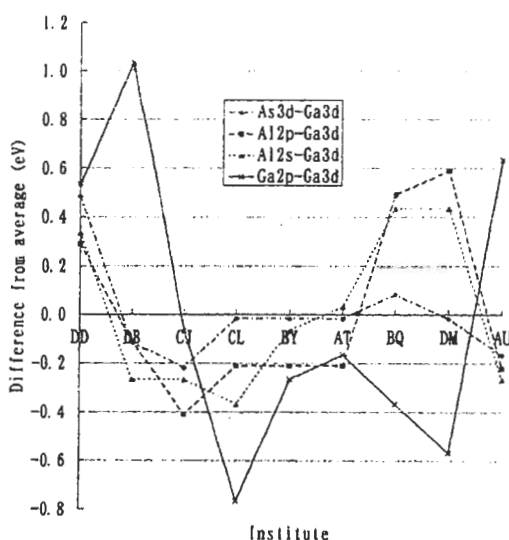


Fig 1. Comparison of energy scale

2-2. 結合エネルギー値

エネルギー軸のずれについて考察するために、ピークのエネルギー値を利用した。

機関 AT は、他の機関との差が著しかったので、本評価には含めていない。Ga3d、As3d、Al2p、Al2s、Ga2p の各ピークエネルギーと、各機関平均からのずれを求めた。結果を図 2 に示す。

最もエネルギー値の大きい Ga2p では、測定機関間で 5.3eV のずれがあった。最もエネルギー値の小さい Ga3d と As3d では、測定機関間でのずれは、4.3eV であった。また、エネルギー値が中間の Al2p、Al2s では、測定機関間でのずれは、3.5eV であった。Ga3d、As3d、Al2p、Al2s はいずれも低エネルギー領域(20-120eV)であり、Ga2p のみ高エネルギー(1120eV)であることから、本結果だけではずれとエネルギーとの相関については不明である。

各機関の各ピークの平均値からのずれ幅は、これほど大きくはなく、最大でも 1.3eV であった。これは、2-1

でも述べた、リニアリティーに関連していると考えられる。

X線源が Mg の機関は高エネルギー側に、Al の機関は低エネルギー側にずれる傾向があることから、チャージアップとの関連があるかもしれない。

それにしても、0.1eV のケミカルシフトを議論する XPS において、測定機関間で、エネルギー軸が、3-5eV もずれているのは問題であり、装置の仕事関数、チャージアップ補正等を含めたエネルギー校正の標準化が望まれる。

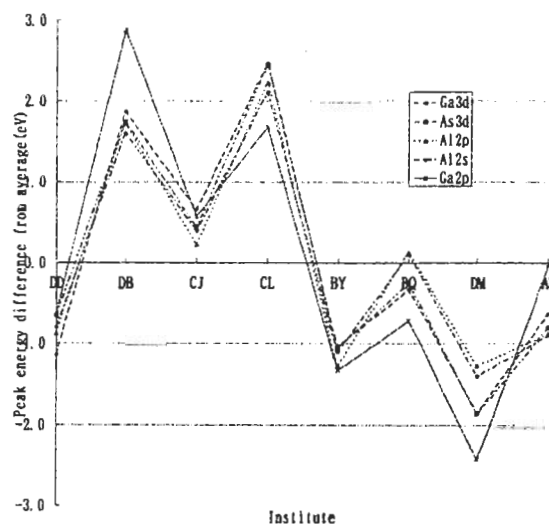


Fig 2. Comparison of peak energy

2-3. 半値幅

各機関の平均値からのずれを図 3 に示す。

平均値は、Ga3d が 1.3eV、As3d が 1.6eV、その他が 1.7eV であった。しかし、その振れ幅は、As3d の 0.4eV から Al2p の 1.6eV と特に Al のピークに機関間の差が目立つ。これは、Al のピークが小さく、S/N 比が悪いこと、大きなバックグラウンドに乗っていることが原因と考えられる。

機関 AU の半値幅が特に小さいのは、Al モノクロ X 線源を用いたためと想像される。同じ Al モノクロ X 線源を用いたと考えられる機関 DM も平均よりは小さい。ただし、AU よりは大きいのは、バスエネルギーが大きいからであると思われる。

他に AlX 線源を使用した機関は、BQ であるが、これは、MgX 線源を使用した機関よりも大きい傾向である。これは、ノンモノクロであると考えられる。

MgX 線源を使用した機関は、比較的そろっている。この程度のエネルギー幅になると、バスエネルギーはあまりきいてこないようである。

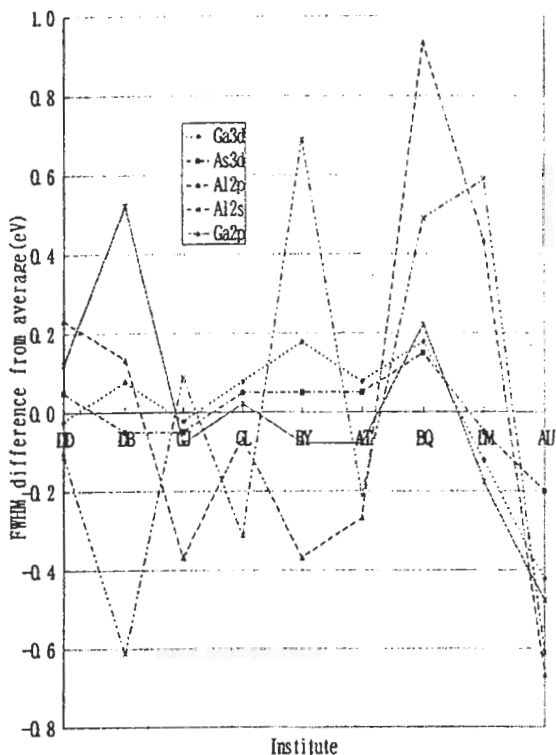


Fig 3. Comparison of FWHM

2.4. ピーク強度

ピーク強度の比較には、ピーク高さを用いた。規格化するため、Ga2p ピークを1として各ピークの高さ比を算出し、図4に示した。

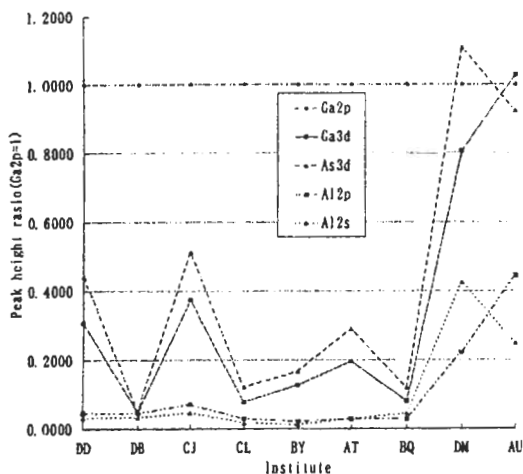


Fig 4. Comparison of peak height

ここでも、機関DM、AUが特異的であり、Ga3d、As3dのピークがかなり大きい。これが、X線源によるものなのか、その他に原因があるのかはわからない。測定者が、小さいピークのS/N比を向上させるために、ピークによって測定時間を変える等の操作を行い、COMPRO変換

時に cps にならなかった可能性も考えられる。

同じ装置である機関CL、BY、BQの値が比較的そろっており、装置の分光器特性が各ピーク強度にそのまま影響していることは間違いないと言える。しかし、同じ装置でも、ATの値はかなりずれている。

装置間で、ピーク強度の比からそのまま定量の評価を行うことが不可能であることはもちろんだが、同じ装置でも分光器特性に違いがあるのは当然であり、定量を行う際には、標準で校正するなど、細心の注意が必要である。

3. おわりに

今回、9機関で測定した結果を、簡単に数値化できる部分に絞って比較した。かなり大雑把な比較だが、問題点は抽出できたと思う。当初、同じ試料を測定したにもかかわらず、機関によりこれほど異なる結果が出たことに、少々戸惑いを感じた。しかし、データをまとめ終わった今は、これらが今後の表面分析標準化に有効な指針になるであろうとの確信を持った。

Comparison of the spectrum data of AlGaAs

Hiroshi NONOUE*, Electronics Materials Group

*Sanyo Electric Co., Ltd

1-18-13, Hashiridani, Hirakata-shi, Osaka 573

We have investigated the XPS data of AlGaAs measured by Electronics Materials Group. The data acquisition conditions, instrument calibration, and sample pre-treatment were entrusted to each member. The data collected by 9 members were compared for energy scale, peak energy, Full Width of Half Maximum, and peak height. As a result of the energy scale comparison, the larger the energy difference, the larger was the difference between each institute. As for peak energy, the difference of the Ga3d peak was particularly large, and the maximum difference between institutes was 5.3eV. As for the FWHM of the photoelectron peak, there were no differences except for the data obtained by monochromator. A similar tendency in peak height between the same instruments was found.

In spite of measuring the same sample, different data were collected by each institute, and we could extract a number of problems. In the future, action to standardize measurements in order to obtain correct data will be important.