

# 岛津高能 Ag 靶在 GaN 半导体材料表征中的应用

XPS-004

**摘要：**本文分别采用单色 Al 靶、单色 Ag 靶、双阳极 Mg 靶作为 X 射线源表征 GaN 半导体材料，可以得到三种靶材时的各元素精细谱结果，单色 Ag 靶作为激发源时可以使 Ga LMM 俄歇峰与 N 1s 主峰有效分离，得到准确的化学态分析结果。

**关键词：**高能 Ag 靶 双阳极 Mg 靶 单色 Al 靶 XPS 化学态分析

近年来，以碳化硅 (SiC)、氮化镓 (GaN)、氧化锌 (ZnO)、氮化铝 (AlN) 等为代表的第三代半导体材料越来越受到研究者的关注。其中，作为第三代半导体材料的典型代表，GaN 具有六角纤锌矿结构，是一种具备禁带宽度大、热导率高、耐高温、抗辐射、耐酸碱、高强度和高硬度等优良特性的半导体材料，因此在制作短波长发光器件、光电探测器以及高温、高频、大功率电子器件领域有着广泛的应用。

制备高质量的 GaN 体单晶材料和薄膜单晶材料，是研究开发高性能氮化物发光器件、电子器件的重要前提。由于 GaN 的熔点高，因此很难采用熔融的液体 GaN 制备，

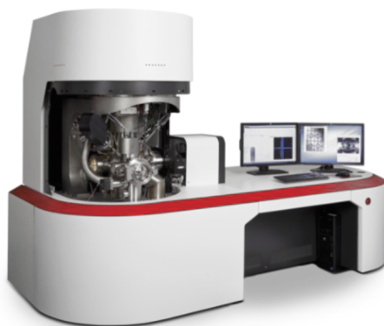
即便采用了高温、高压技术，也只能得到针状或者小尺寸的片状 GaN 晶体。目前关于生长大尺寸 GaN 单晶材料的研究依然在展开，目前已经可以在一些特定的沉底材料上外延生长得到质量较好的 GaN 外延层，大大推动了该体系的应用。然而在该材料进行 XPS 测试表征时，往往会出现 Ga LMM 俄歇峰严重干扰 N 1s 峰，影响 N 元素分析的情况，导致较难得到准确的结果。

本文采用的是以 Si 片作为基底制备得到的微米级别的 GaN 薄层，采用 XPS 技术对该材料进行表征，分别采用三种靶材进行测试，对比测试结果并验证材料结构。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津光电子能谱仪 (Axis Supra)



### 1.2 分析条件

激发源：单色 Al 靶 (Al K $\alpha$ , 1486.6 eV)  
单色 Ag 靶 (Ag L $\alpha$ , 2984.2 eV)  
双阳极 Mg 靶 (Mg K $\alpha$ , 1253.6 eV)

X 射线高压：15 kV

停留时间 (Dwell time) : 200 ms

通能：全谱 160 eV, 精细谱 40 eV

分析区域：Hybrid (磁透镜开启)

slot 模式 (700\*300  $\mu$ m)

扫描速度：全谱 1 eV, 窄谱 0.1 eV

### 1.3 样品及处理

样品性状：无色透明片状固体。将片状样品直接用 3 M 双面绝缘胶带将样品贴于样品条上即可，如下图所示，可以直接在预抽室进行分析位置及采集方法的设定。

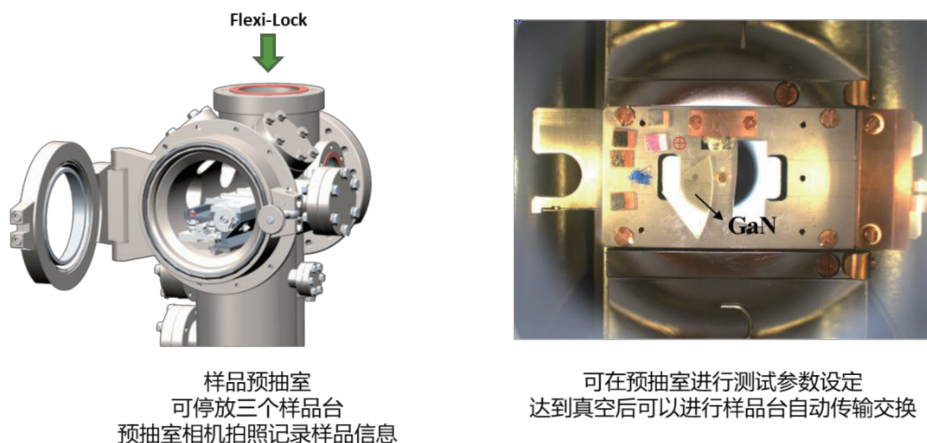


图1 样品状态图

## 结果与讨论

### 2.1 单色 Al 靶测试结果：

通过 XPS 全谱结果可以判断表面元素种类，进行初步定性分析。对该材料进行全谱扫描，见图 2，结合 Al 靶测试下的 Ga 元素标准图谱，Ga LMM 峰分布于 380 eV~620 eV 之间，因此对于 GaN 材料，会存在 Ga LMM 俄歇峰与 N 1s 主峰 (~400 eV) 互相干扰的问题，结合样品信息及标准谱库，初步推测材料表面主要含有碳元素 (C 1s)、氧元素 (O 1s)、镓元素 (Ga 2p、Ga 3d) 以及氮元素 (N 1s)，未观察到基底硅元素，说明 GaN 层有较好的致密度。

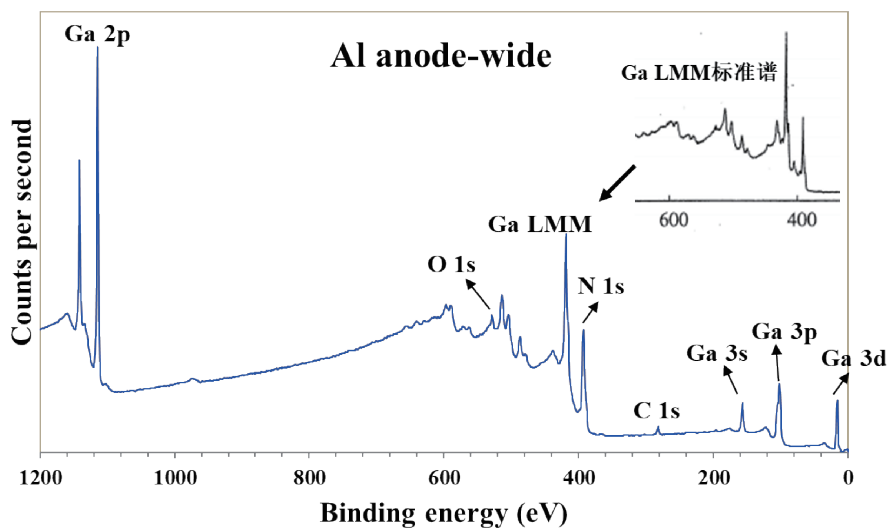


图2 全谱扫描结果-Al靶

进一步对关心的 Ga 元素及 N 元素采集精细谱数据分析，见下图 3，可以看到 Ga 元素的 Ga LMM 俄歇峰会严重干扰到 N 1s 谱峰的分析，由峰形可以判断 N 元素的存在，但无法判断 N 元素的化学态信息。

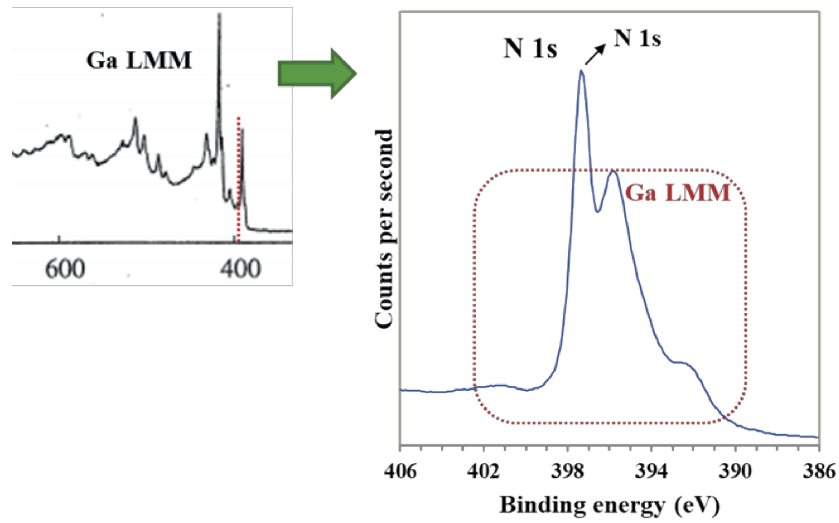


图3 元素精细谱扫描结果

由下图 4 中 Ga 3d 的测试结果可以判断 Ga 元素主要以 Ga-O 与 Ga-N 的化学态存在（0°时为初始状态，随着转动角度变大，采集的为更表层的信息），其中 Ga-O 的来源推测是样品暴露空气后表面会有少量吸附氧物种的存在。进一步通过角分辨 XPS 进行验证，转动角度越大，采集信息更靠近表层，发现 Ga 3d 峰形不对称性增大，Ga-O 化学态的占比呈现增大趋势。

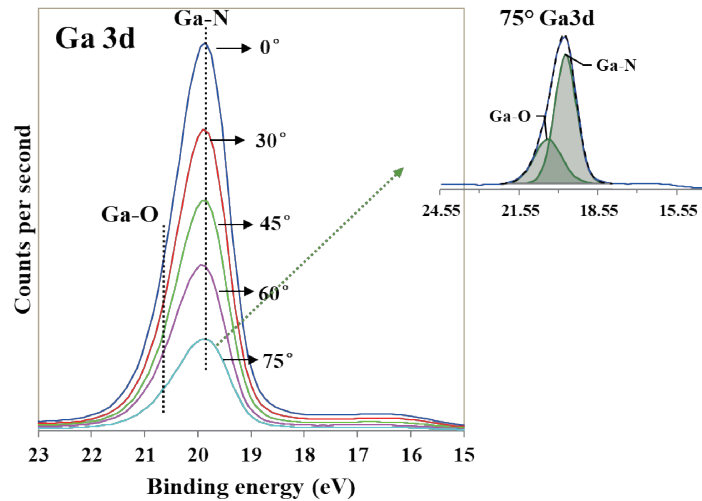


图4 Ga 3d精细谱的角分辨测试结果

## 2.2 双阳极 Mg 靶:

采用双阳极 Mg 靶作为激发源，对该材料进行全谱扫描，见图 5，图中左上角同时给出了 Mg 靶时的 Ga 元素标准谱图中的 Ga LMM 部分，与单色 Al 靶时结果对比，Ga LMM 俄歇峰移向低结合能区域，分布于 100 eV~430 eV 区间内，各元素特征轨道峰（1s, 2p, 3d 等）峰位基本不变。对比上图 3 与下图 6 给出的 N 1s 精细谱扫描结果可知，采用双阳极 Mg 靶时，Ga LMM 俄歇峰对 N 1s 的干扰减弱，可以直接判定 N 元素的存在，但依然不能够由 N 1s 峰的不对称性直接推断其含有多个化学态存在。由 Ga 3d 测试结果可以判断 Ga 由 Ga-O 与 Ga-N 两种化学态组成。

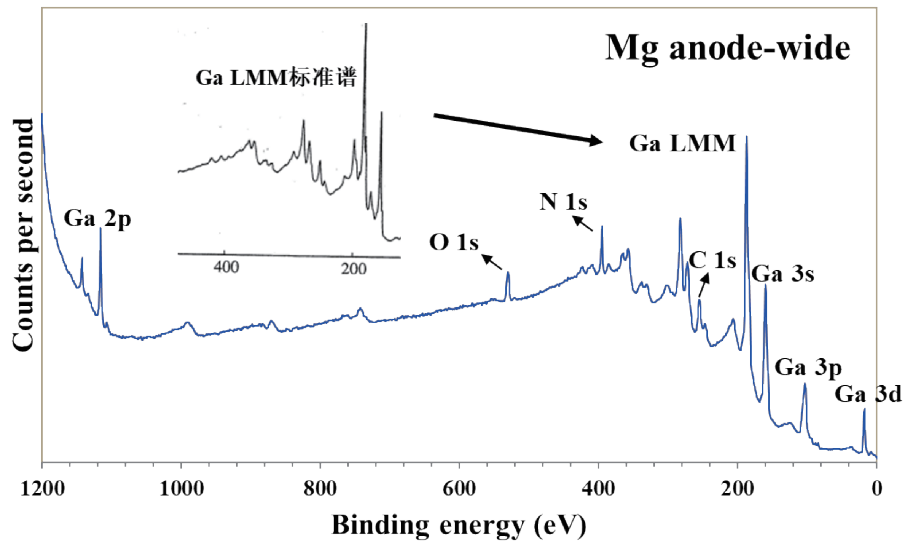


图5 全谱扫描结果-Mg靶

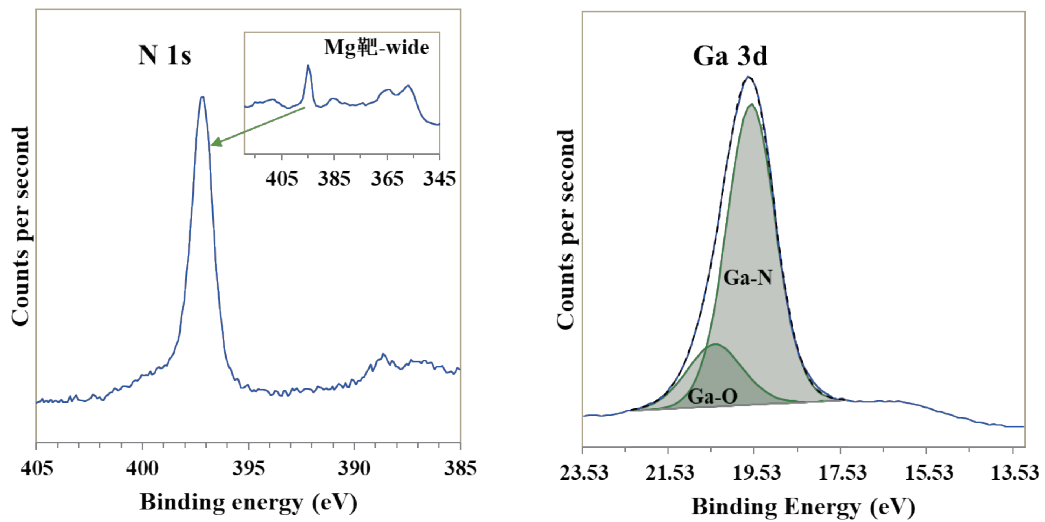


图6 精细谱扫描结果-Mg靶

### 2.3 单色 Ag 靶:

岛津高能 Ag 靶具有的能量为 2984.2 eV，因此可以将元素的俄歇峰移至更高结合能范围，因此在解决区分俄歇峰与主峰重叠问题上具有一定的优势。于此我们可以对三种不同靶材得到的全谱扫描结果进行对比，见图 7，当采用 Ag 靶作为激发源时，Ga LMM 移向高结合能区域（1800 eV~2130 eV），因此消除了 Ga LMM 对于低结合能区域其他元素主峰的干扰。

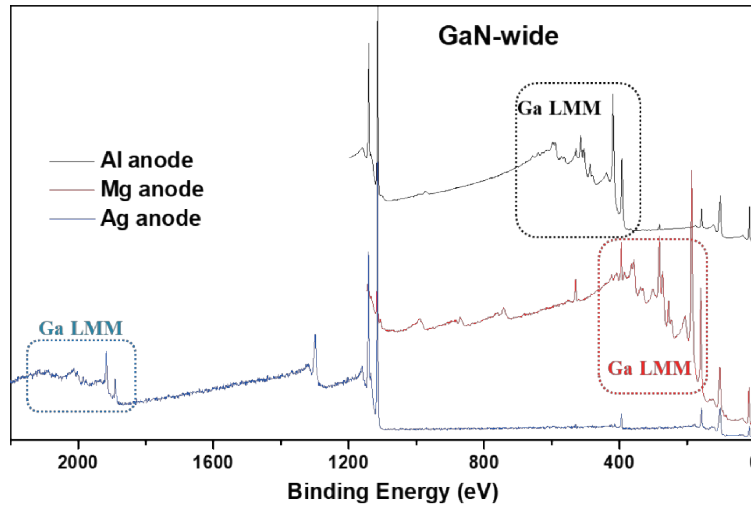


图7 不同靶材时的全谱扫描结果

图8给出了Ag靶时的全谱扫描结果，并将低结合能区域谱图进行放大，Ga LMM与N 1s彻底分离，可以直接由~400 eV处的峰判定N元素的存在。进一步对N 1s与Ga 3d进行精细谱扫描，见图9，N元素主要以GaN的化学态形式存在，Ga元素同样以Ga-N与Ga-O的化学态存在，高能Ag靶能够检测更深层次的信息，可以由Ga 3d谱图结果进行峰面积比计算，与其他两种靶材测试结果对比，Ga-O的相对占比略有降低，同时证明Ga-O主要存在于表层。

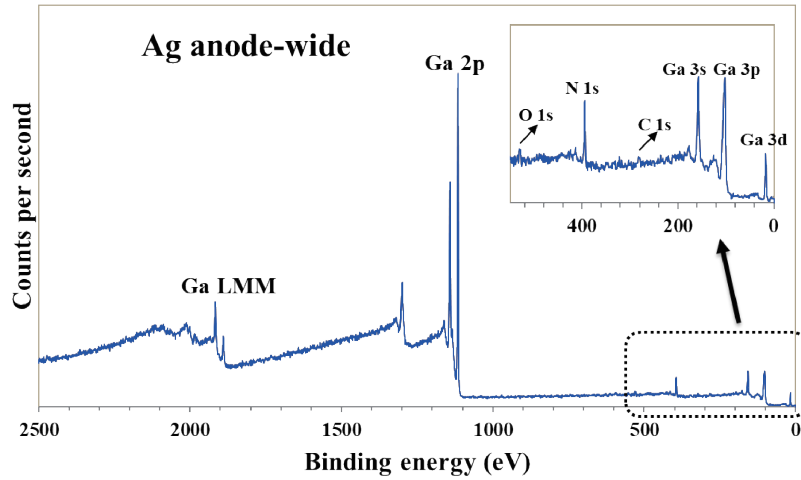


图8 全谱扫描结果-Ag靶

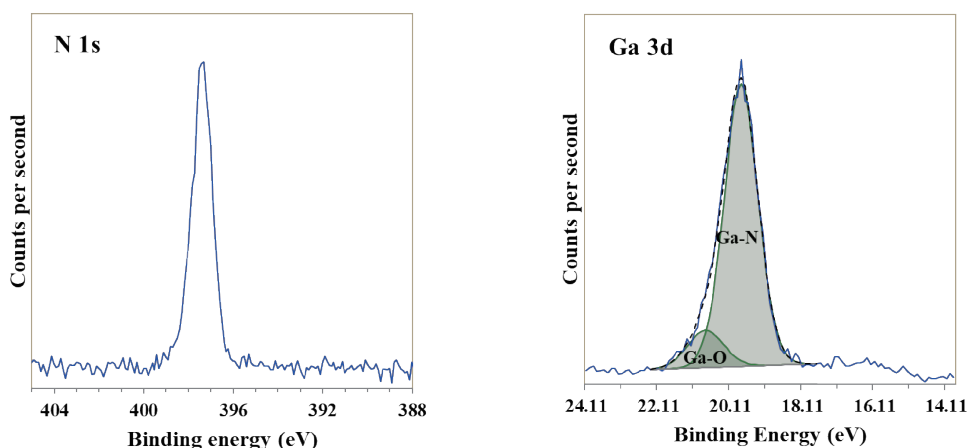


图9 精细谱扫描结果-Ag靶

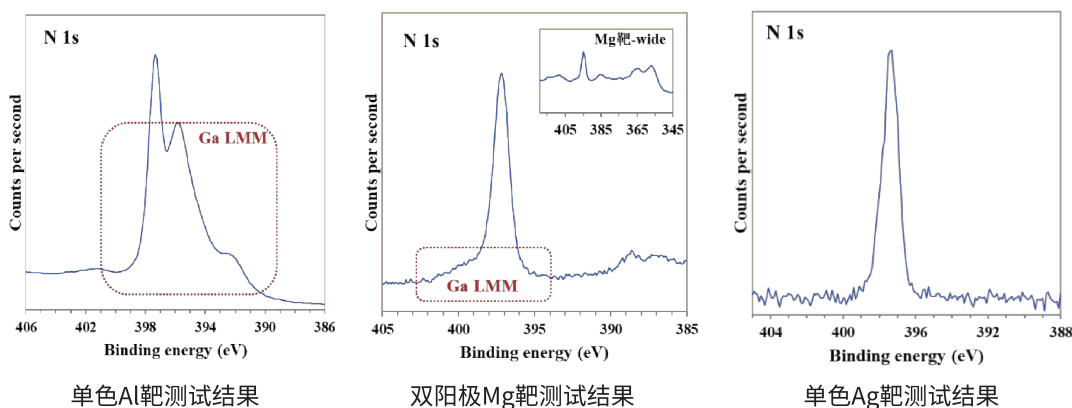


图10 不同靶材时N 1s测试结果对比

上图 10 给出了不同靶材时的 N 1s 测试结果，可以从图中看到显著的差异，在使用单色 Al 靶时，Ga LMM 对 N 1s 的干扰最为严重，而换为双阳极 Mg 靶时该干扰并不能完全消除，当采用高能 Ag 靶时，则可以得到完全分离的 N 1s 结果。

## ■ 结论

本文采用 XPS 技术成功完成了 GaN 半导体材料的表征，采用三种不同的靶材分别进行测试，可以得到不同 Ga LMM 与 N 1s 分离程度的测试结果。当采用岛津高能 Ag 靶作为激发源时，Ga LMM 与 N 1s 完全分离，基于此可以准确判定元素的化学态信息，对于该类材料的表征测试具有可拓展性。岛津高能单色 Ag 靶与单色 Al 靶共用一个单色器，成本较低，且具备多个靶点，并处于同一靶面，因此仅通过软件即可实现切换，操作简单。可达 600 W 高功率的 X 射线源能够最大补偿高能靶引起的信号降低问题，对于采用高能靶的测试提供了有力保障。