

使用 REELS 测定带隙以及评价氢含量

01-00635-CN

二股佑允

特点描述

- ◆ 通过 REELS 可以计算半导体的光学带隙。
- ◆ 可对最表面的氢含量进行估算。

■ 引言

X 射线光电子能谱 (XPS) 是一种对样品表面约 10 nm 的深度范围内进行元素定性、定量以及分析化学结合状态的表面分析方法。XPS 是一种有效的材料表面分析方法, 广泛应用于半导体和电池等材料的研发领域。另一方面, 由于 XPS 无法检测出氢, 因此需要分析表面上的羟基时, 仅使用 XPS 可能难以完成评价。例如, 表面的羟基对硅晶圆镜面之间的键合会产生很大影响¹⁾。由于 XPS 难以明确判别硅的氧化物和氢氧化物, 因此同时使用其他可评价氢含量的表面分析方法, 从多角度评价样品是很重要的。

反射式电子能量损失谱 (REELS) 作为一种可分析化学状态和电子结构的表面分析方法而备受瞩目。其可以实现 XPS 难以检测的氢, 并可与 XPS 共用探测器, 因此近年来成为 XPS 的装置选配件。

本报告将介绍使用 XPS 的选配件 REELS 分析半导体和有机高分子材料的事例。

■ 电子能量损失谱 (EELS) 的原理

向样品照射电子后, 一部分样品的表面会因相互作用而失去一部分能量, 发生非弹性散射。根据这一能量损失的过程评价化学状态的方法即称为电子能量损失谱 (EELS)。EELS 根据用途分为若干种类, 其中包括测定样品表面反射电子的反射 EELS (REELS)。使用反射电子的能量损失光谱, 可以评价带隙等表面的电子状态, 测量大多数表面分析方法难以检测的氢。此外, 与 XPS 一样, 可以准确地测定绝缘物。XPS 装置采用 AXIS Supra。装置图片如图 1 所示。AXIS Supra 是一款高端 XPS 装置, 可配备多种分析选配件。本次使用装配选配件之一的 REELS, 进行了 SiO₂ 和带 ITO 薄膜玻璃材料的带隙评价, 以及有机高分子材料 (PET、PTFE) 的氢含量相对评价。



图 1 AXIS Supra 的装置全貌

■ 使用 REELS 进行带隙评价

对 SiO₂ (氧化膜厚度: 50 nm) 及带 ITO 薄膜玻璃 (膜厚度: 50 nm) 进行了带隙评价。带隙是表示材料价电子带和导带之间能量差的数值, 是一种表示半导体等材料特性的重要参数。在 MOSFET 等开关元件当中, 带隙大小对其高电压耐久性等性能有着较大影响。因此, 准确测定、评价材料带隙极其重要。

REELS 测定条件如表 1 所示。通过 REELS 获得的 SiO₂ 光谱如图 2 及图 3 所示。带 ITO 薄膜玻璃的光谱如图 4 及图 5 所示。如图 3 及图 5 所示, REELS 可根据开始发生反射电子非弹性散射的能量值计算带隙。经该方法计算, 各样品的带隙值分别为 ITO 薄膜约 3.2eV, SiO₂ 约 8.9eV。该值与文献值几乎相同²⁾³⁾。

表 1 REELS 的测定条件

AXIS Supra	
电子枪型号	肖特基场发射
电子加速电压	1000 V
通过能量 [eV]	20

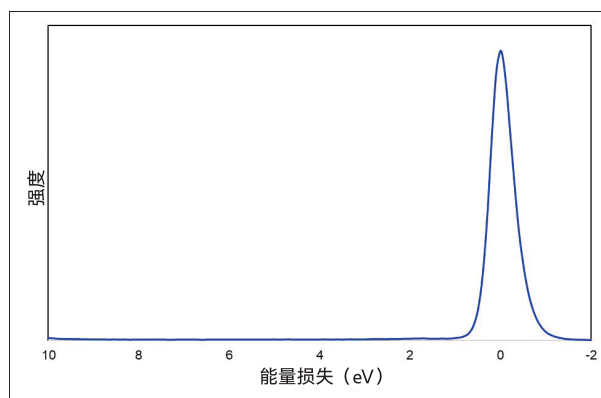


图 2 SiO₂ 的 REELS 光谱

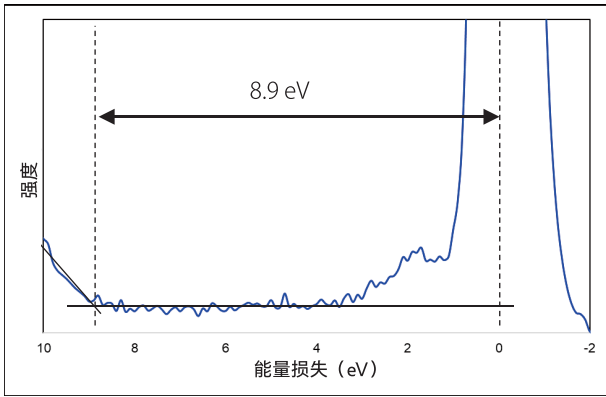


图3 SiO₂的REELS光谱(背景附近放大)

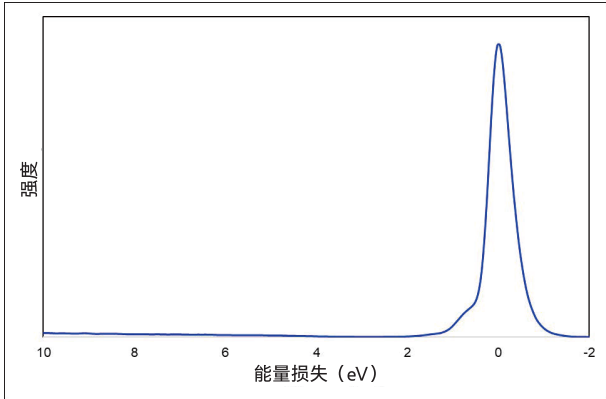


图4 带ITO薄膜玻璃的REELS光谱

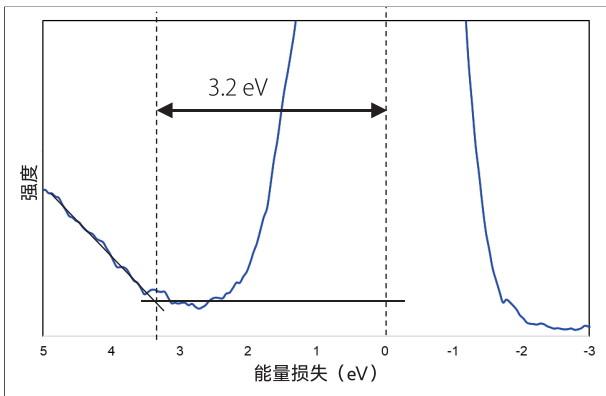


图5 带ITO薄膜玻璃的REELS光谱(背景附近放大)

■ 有机薄膜材料中氢含量的评价

REELS 光谱中可以观察到因氢原子反弹效应而在 1~2eV 附近出现的氢谱峰。根据该谱峰可以对氢含量进行相对评价。例如, PET 和 PTFE 薄膜材料的 REELS 光谱如图 6 及图 7 所示。从图 7 可知, 分子中包含碳氢键的 PET 在 1~2eV 附近可看到氢谱峰。因此, 使用 REELS 进行分析可测定其他方法难以测定的氢。

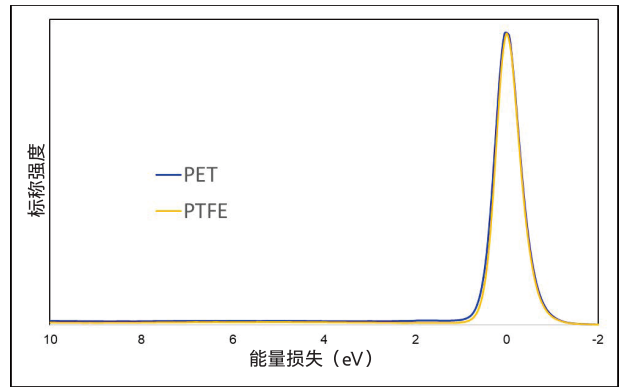


图6 PET、PTFE的REELS光谱

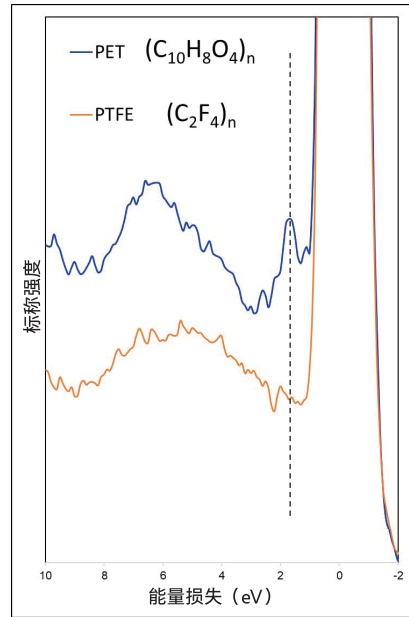


图7 PET、PTFE的REELS光谱(背景附近放大)

■ 结论

利用作为 XPS 装置选配件配备的 REELS, 分析了半导体和有机薄膜材料。使用 REELS 可以评价 XPS 难以评价的带隙并测定氢元素。

< 参考文献 >

- 1) 阿部孝夫, 三谷清, 中里泰章 ULSI 的贴合 SOI 技术应用物理第 63 卷第 11 号 pp.1080-1092(1994)
- 2) T.H. DiStefano and D.E. Eastman: "The band edge of amorphous SiO₂ by photoinjection and photoconductivity measurements" Solid State Communications Volume 9 pp.2259-2261(1971)
- 3) V. Arivazhagan and S. Rajesh: "Influence of In/Sn ratio on nanocrystalline indium tin oxide thin films by spray pyrolysis method" Archives of Physics Research, pp.19-25(2011)

岛津应用云



AXIS Supra 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2023 年 9 月