

# 电子能谱仪中金属硅化物的原位制备装置

季明荣 吴建新

(中国科学技术大学结构成分分析中心)

## 摘 要

本文介绍了在电子能谱仪中为原位制备金属硅化物样品而设计和安装的高温电子束加热装置和石英振子膜厚测量装置,着重介绍了它们的基本原理、结构和使用性能,并以 Pd/Si 系统为例作了简要说明。

为了用电子能谱技术对金属/半导体界面进行研究,必须在能谱仪的超高真空系统中原位制备样品,并在原子层或者亚原子层量级上对金属层的厚度进行测量和控制。为此,我们在 VG Scientific 制造的 ESCALAB-MK-II 电子能谱仪的样品制备室(其真空度约为  $5 \times 10^{-10}$  mbar) 中,自行设计和安装了电子束加热装置和石英晶体膜厚测量装置,获得了较好的效果。

### 一、电子束加热装置

在进行金属/硅界面的研究中,通常以单晶硅作为衬底。硅片在大气中经过常规方法清洗吹干后送入能谱仪样品制备室中。对硅衬底进行氩离子溅射,同时用 X 射线光电子谱 (XPS) 检查表面,待表面上的 C, O 等污染完全清除后停止溅射,然后再作高温退火以恢复其表面结构。由于能谱仪原电阻加热系统最高温度过低(仅  $600^{\circ}\text{C}$ ),我们在能谱仪样品制备室内,自制安装了电子束加热系统及温度测量装置(图 1)。

将 Si 片固定在金属(Ni)样品台上,样品台加 800 V 高压(可调)。对加热钨丝通以电流,以发射热电子。电子在电场作用下轰击到样品和样品台上,使之加热。根据所需温度的高低,调节电流的大小,并由 Pt-Rh/Pt 热偶监控。加热钨丝的位置应比样品面低,以防止电子直接轰击样品表面而引起损伤。

实验证明,当加热温度超过  $800^{\circ}\text{C}$  时,只要

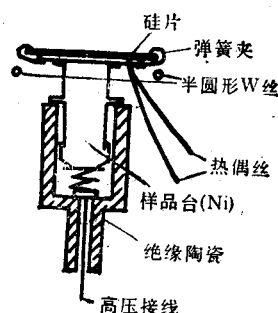


图 1 电子束加热及测温装置

加热约 5 min, 溅射时注入 Si 中的 Ar 就能被完全赶出。但为了获得稳定的  $(7 \times 7)$  表面,通常将样品 Si 在  $1000^{\circ}\text{C}$  下加热 3 min。电子束加热速度快,可以防止退火过程中表面被重新污染。

### 二、石英振子膜厚测量仪

石英振子膜厚测量仪是一种极灵敏的膜厚测量装置。蒸镀时,石英振子表面沉积了金属原子,使石英振子质量发生变化,从而引起石英振子的频率发生变化,根据频率变化的大小和所蒸镀的金属的密度,可算出沉积在石英振子上金属镀层的厚度。

我们在能谱仪样品制备室中设计、安装的石英振子膜厚测量仪如图 2 所示。

在石英振子的正面(向着蒸发源的一面)与背面分别蒸上一层如图 2 所示的 Au(或 Al) 作为电极。振子的原有频率为 5—6 MHz。振子与样品表面离蒸发源的距离相等,这样石英振

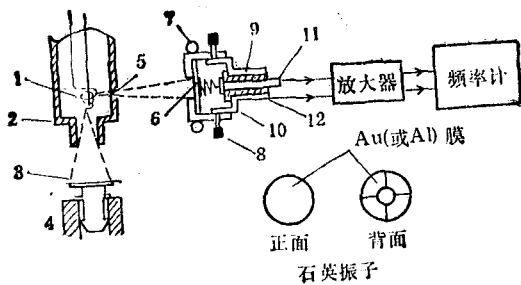


图2 蒸镀及石英振子测厚装置

- 1.蒸发源; 2.屏蔽罩; 3.样品 Si; 4.样品座; 5.侧窗; 6.石英片; 7.水冷管; 8.固定螺丝; 9.绝缘陶瓷; 10.压紧弹簧; 11, 12.电极

子所测得的膜厚即可代表样品表面所沉积的金属厚度。在蒸发源的屏蔽罩上,在对准石英振子的一面开一侧窗,以便使蒸发的金属原子能到达石英振子上。石英振子的电振动信号经放大器放大后,输入数字频率计测量信号频率,频率计的读数精度应优于1Hz。为了减小蒸发时的热效应对石英振子频率的影响,振子应置于离蒸发源适当远的地方,并对振子施以水冷却,这样才能使读数准确。

实验证明,对较重的金属元素来说,石英振子的频率每下降1Hz,沉积在样品上的金属只有零点几个原子单层。图3是Si(111)上蒸发了不同厚度的Pd的紫外光电子能谱(UPS)图。由图3可以看出,在清洁的Si(111)的谱图中,

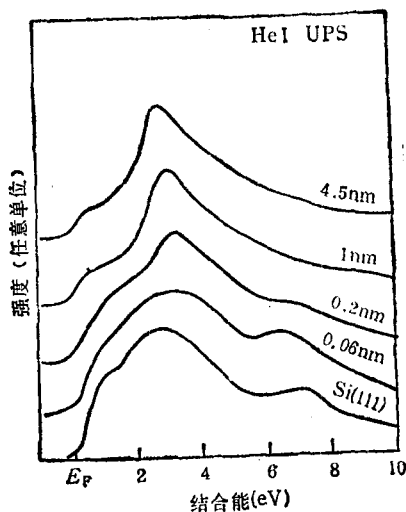


图3 Si(111)上沉积不同厚度的Pd的UPS谱

在费米面以下约1eV处,有Si(111)表面态尖峰。当Pd的镀层厚度达0.2nm时,此表面态基本消失。硅表面每蒸镀~0.02nm的Pd,与其相应的石英振子的频率变化为1Hz。该频率变化与金属镀层厚度的对应关系是用透射电镜横截面方法标定过的,即先制备一个具有较厚金属镀层的锐界面样品(测得其相应的石英振子频率的变化量为 $\Delta H$ ),然后用电镜测定其表面镀层的厚度 $\Delta L$ ,从而可以标定出每1Hz的频率变化所对应的该金属镀层的厚度( $\Delta L/\Delta H$ ),并可根据不同金属的密度比,计算其它金属相应的频率与厚度的变化关系。

## 1989年第2期《物理》内容预告

离子代换对高 $T_c$ 氧化物超导材料的影响(都有为);

基于神经网络模型的光学计算(羊国光);

敏感材料和固态传感器的发展(关定华);

分子电子学与离子团束(ICB)薄膜新技术(汤海鹏等);

浑屯运动形成模式的探讨(江中岳);

不可逆卡诺热机的最大功率(李继坤);

高温超导电性的应用(李东旗等);

测量微弱光吸收的新技术——光热偏转谱术(韩大星等);

正电子湮没技术在GaAs研究中的应用(唐超群);

$Y_3Ga_5O_{12}:\text{Cr}^{3+}$ 激光晶体的色散测量(李运奎);

用消光式椭圆偏振仪测薄膜的椭圆偏振光谱(张淑芝);

用单个场效应管观测NMR和ESR信号(陈越民等);

一种新型的传感器——磁共振成像表面线圈研制(韩跃等);

中子小角散射讲座第二讲:中子小角散射装置及实验技术(张志友);

星系的大尺度流动(邹振隆);

宇宙真空量子涨落、宇宙弦及宇宙不均匀性的起源(方励之);

分子速度分布律的实验验证(沈慧君等);

丁铎尔及其物理学著作传入中国(王锦光等)。