
**Analyse chimique des surfaces — Profilage
d'épaisseur par bombardement —
Optimisation à l'aide de systèmes mono- ou
multicouches comme matériaux de
référence**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Surface chemical analysis — Sputter depth profiling — Optimization using
layered systems as reference materials*
(standards.iteh.ai)

ISO 14606:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14606:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2004

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Symboles et termes abrégés	2
4 Paramètres de réglage pour le profil en profondeur par pulvérisation	2
5 Résolution en profondeur à une interface idéalement abrupte pour les profils en profondeur par pulvérisation	5
6 Procédures pour l'optimisation des réglages des paramètres	6

Annexes

A Facteurs influençant la résolution en profondeur	10
A.1 Généralités	10
A.2 Paramètres de pulvérisation	10
A.3 Paramètres de mesure	10
A.4 Considérations expérimentales	11
B Systèmes monocouches typiques comme matériaux de référence.....	12
C Systèmes multicouches typiques utilisés comme matériaux de référence.....	13
D Utilisations de systèmes multicouches	14
D.1 Vitesses relatives de pulvérisation	14
D.2 Dépendance de la résolution en profondeur	14
D.3 Dérive du courant du faisceau d'ions	14
Bibliographie.....	15

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 14606 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 4, *Profilage d'épaisseur*.

Les annexes A, B, C et D de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ISO 14606:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

Introduction

Les matériaux de référence sont utiles pour l'optimisation de la résolution en profondeur de procédés de profilage par pulvérisation dans des matériaux tels que des plaquettes de silicium, des dispositifs multicouches (par exemple des lasers à double hétérojonction de type AlGaAs, des transistors à haute mobilité électronique) et de l'acier galvanisé et recouvert d'un alliage destiné aux carrosseries de voiture résistant à la corrosion.

Les applications spécifiques de la présente Norme internationale sont les suivantes.

- a) Les systèmes mono- et multicouches sur un substrat comme matériaux de référence sont utiles pour l'optimisation de la résolution en profondeur en fonction des paramètres de l'instrument en spectroscopie des électrons Auger, en spectroscopie de photoélectrons par rayons X et en spectrométrie de masse des ions secondaires.
- b) Ces systèmes sont utiles pour illustrer les effets de la régularité du cratère formé par la pulvérisation, l'inclinaison du fond du cratère, la dérive de l'échantillon, la dérive des conditions de pulvérisation (par exemple de la densité de courant du faisceau d'ions) sur la résolution en profondeur.
- c) Ces systèmes sont utiles pour illustrer les effets de la rugosité de la surface induite par la pulvérisation et du mixage atomique induit par la pulvérisation sur la résolution en profondeur.
- d) Ces systèmes sont utiles aux fournisseurs et aux utilisateurs d'instruments pour évaluer la performance des instruments.
- e) La présente Norme internationale est temporaire et topique, et peut être employée pour une base de développement futur de profil en profondeur par pulvérisation.

Une liste de Guides ISO liés à la présente Norme internationale est donnée dans la Bibliographie^{[1][2][3][4][5]}.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14606:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

Analyse chimique des surfaces — Profilage d'épaisseur par bombardement — Optimisation à l'aide de systèmes mono- ou multicouches comme matériaux de référence

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des lignes directrices sur l'optimisation des paramètres de profilage en profondeur par pulvérisation à l'aide de matériaux mono- et multicouches de référence appropriés afin d'atteindre une résolution en profondeur optimale en fonction des paramètres de l'instrument en spectroscopie des électrons Auger, en spectroscopie de photoélectrons par rayons X et en spectrométrie de masse des ions secondaires.

La présente Norme internationale n'est pas prévue pour couvrir l'utilisation de systèmes multicouches spéciaux tels que des couches dopées delta.

2 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

NOTE Les termes utilisés dans la présente Norme internationale suivent fondamentalement l'ASTM E 673-97^[6]. Les définitions des termes utilisés sont à modifier pour être conformes à ceux qui sont développés par l'ISO/TC 201/SC 1, *Terminologie*.

[ISO 14606:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000)

2.1 <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

surface d'analyse

zone bidimensionnelle de la surface de l'échantillon mesurée dans le plan de cette surface d'où est détectée la totalité du signal ou un pourcentage spécifié de ce signal

2.2

angle d'incidence

angle entre le faisceau incident et la normale à une surface locale ou moyenne

2.3

effet de bord du cratère

signaux provenant du bord du cratère qui prennent souvent leur origine dans des profondeurs plus superficielles que la zone centrale du cratère formé au cours du profil en profondeur

2.4

résolution en profondeur

gamme de profondeur sur laquelle l'intensité d'un signal augmente ou diminue d'une quantité spécifiée lors du profil d'une interface idéalement abrupte entre deux milieux

NOTE Par convention, une mesure de la résolution en profondeur est souvent prise comme étant la distance sur laquelle l'intensité du signal varie de 16 % à 84 % de sa variation totale entre les valeurs plateau respectives des deux milieux^[7].

2.5

surface réduite par fenêtrage

surface définie à l'intérieur d'une surface plus large, à partir de laquelle le signal peut être obtenu

2.6

profil en profondeur 3D

représentation à trois dimensions de la distribution spatiale d'une espèce élémentaire ou moléculaire particulière (indiquée par les ions ou électrons secondaires émis) en fonction de la profondeur ou du matériau éliminé par pulvérisation

2.7

zone de plateau

zone dans laquelle le signal demeure constant ou ne présente aucune variation significative au cours de la durée de la pulvérisation

2.8

intensité du signal

intensité d'un signal mesuré au niveau de la sortie d'un spectromètre ou après un procédé défini

NOTE Des exemples d'intensité du signal sont la hauteur du pic située au-dessus du bruit de fond ou les hauteurs pic-à-pic en AES ou les surfaces des pics en XPS.

2.9

profil en profondeur par pulvérisation

le profil de composition en profondeur est obtenu lorsque la composition de la surface est mesurée pendant que le matériau est éliminé par pulvérisation

2.10

vitesse de pulvérisation

quotient de la quantité de matériau éliminé par un bombardement de particules, par unité de temps

NOTE La vitesse peut être mesurée sous la forme d'une vitesse, d'une masse par unité d'aire et par unité de temps, ou sous la forme de toute autre mesure de quantité par unité de temps.

ISO 14606:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

3 Symboles et termes abrégés

Δz résolution en profondeur

I intensité du signal

\bar{z} vitesse de pulvérisation

AES spectroscopie des électrons Auger

SEM microscopie électronique à balayage

SIMS spectrométrie de masse des ions secondaire

XPS spectroscopie de photoélectrons par rayons X

4 Paramètres de réglage pour le profil en profondeur par pulvérisation

4.1 Généralités

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les paramètres typiques permettant de sonder la structure et de pulvérisation pour le profil en profondeur par pulvérisation en AES, en XPS et en SIMS sont donnés dans le Tableau 1 et le Tableau 2. Ces paramètres représentent une gamme qui couvre de nombreux différents types d'instrumentation. Les conditions recommandées pour un instrument particulier peuvent être disponibles auprès des fabricants de l'instrument respectif et optimisées par l'expérimentation de l'instrument en laboratoire en utilisant les informations comprises dans la présente Norme internationale.

Tableau 1 — Paramètre typiques permettant de sonder la structure pour le profil en profondeur par pulvérisation

	AES	XPS	SIMS
Espèces permettant de sonder la structure	Électrons	Photons: Mg K α , Al K α	Primary ions: Cs ⁺ , O ⁻ , O ₂ ⁺ , Ga ⁺
Énergie	1 keV à 25 keV	1,253 keV, 1,486 keV	0,1 keV à 25 keV
Courant ou puissance	1 nA à 10 ³ nA (chambre d'ionisation de Faraday)	1 W à 10 ⁴ W (puissance de la source)	1 nA à 10 ⁴ nA (chambre d'ionisation de Faraday)
Angle d'incidence	0° ≤ θ < 90°	0° ≤ θ < 90°	0° ≤ θ < 90°
Espèces analysées	Électrons Auger en eV (énergie inétique)	Photoélectrons en eV (énergie cinétique ou de liaison)	Ions secondaires en AMU (masse ou masse/charge)
Gamme d'énergie	0 keV à 3 keV	0 keV à 1,5 keV	0 keV à 0,125 keV
Angle d'émission	0° ≤ θ ≤ 90°	0° ≤ θ ≤ 90°	0° ≤ θ ≤ 90°
Surface d'analyse	10 ⁻⁸ mm ² à 10 ⁻² mm ²	10 ⁻⁴ mm ² à 10 mm ²	10 ⁻⁶ mm ² à 10 ⁻² mm ²

Tableau 2 — Paramètres typiques de pulvérisation pour le profil en profondeur par pulvérisation

	Paramètres typique de fonctionnement	Remarques
Espèces ioniques	Ar ⁺ , Kr ⁺ , Xe ⁺ , O ⁻ , O ₂ ⁺ , Ga ⁺ , Cs ⁺	Ions gazeux inertes ou réactifs ou ions métalliques
Énergie ionique	0,1 keV à 25 keV	
Courant du faisceau d'ions	1 nA à 10 ⁴ nA	Chambre d'ionisation de Faraday
Angle d'incidence	0° ≤ θ < 90°	
Surface pulvérisée	10 ⁻² mm ² à 10 ² mm ²	Balayage trame du faisceau d'ions focalisé

NOTE Les paramètres du canon à ions et les conditions de vide peuvent également affecter la résolution en profondeur. Par exemple, la pression de gaz dans la source ionique peut varier pendant l'analyse.

4.2 Spectroscopie des électrons Auger

Les paramètres importants pour une mesure du profil en profondeur d'un système mono- ou multicouche de type A/B/A/B/... par AES avec une pulvérisation par faisceau d'ions sont les suivants^[8].

- a) **Paramètres de sonde** (importants pour l'analyse): l'énergie des électrons, le courant du faisceau d'électrons, l'angle d'incidence, la surface d'analyse (c'est-à-dire le diamètre du faisceau ou la surface balayée par ce faisceau).
- b) **Paramètres de pulvérisation** (importants pour la résolution en profondeur): la nature et l'énergie des ions primaires, le courant du faisceau d'ions primaires^[9], l'angle d'incidence, la surface pulvérisée ou balayée. L'échantillon est soit fixe, soit animé d'un mouvement de rotation.
- c) **Paramètres de mesure:**
 - 1) Énergies cinétiques des électrons Auger provenant des éléments de la sur-couche ainsi que du substrat, ou des éléments A et B (important à la fois pour l'analyse et pour la résolution en profondeur).

- 2) Mode direct, $N(E)$ ou $EN(E)$, ou mode différentiel, $dN(E)/dE$ ou $dEN(E)/dE$ (important pour l'analyse)¹⁾.

NOTE Habituellement avec la pulvérisation d'ions, les données peuvent être recueillies en mode alternatif ou en mode continu. Si le mode continu est employé, il est préférable de s'assurer que les signaux des électrons Auger induits par ionisation sont négligeables. Le problème des électrons Auger induits par le bombardement ionique semble seulement significatif pour des pics d'électrons Auger inférieurs à 100 eV^{[10][11]}.

4.3 Spectroscopie de photoélectrons par rayons X

Les paramètres importants pour une mesure de profil en profondeur d'un système mono- ou multicouche de type A/B/A/B/... par XPS avec une pulvérisation d'ions sont les suivants.

- a) **Paramètres de sonde** (importants pour l'analyse): l'énergie des photons (source de rayons X), la puissance de la source de rayons X (c'est-à-dire la tension et le courant), l'angle d'incidence, la surface d'analyse (c'est-à-dire le diamètre du faisceau ou la zone sélectionnée).
- b) **Paramètres de pulvérisation** (importants pour la résolution en profondeur): la nature et l'énergie des ions primaires, le courant du faisceau d'ions, l'angle d'incidence, la surface pulvérisée ou balayée. L'échantillon est soit fixe, soit animé d'un mouvement de rotation.
- c) **Paramètres de mesure** (importants pour l'analyse et la résolution en profondeur):
- 1) Énergies cinétiques des photoélectrons et/ou les énergies de liaison électroniques respectives des éléments de la surcouche ainsi que du substrat ou des deux éléments A et B.
 - 2) Surface de mesure pour la zone sélectionnée XPS.

NOTE Habituellement, les mesures des intensités du signal XPS et la pulvérisation ionique se font séquentiellement.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62f2b5b5-3e1d-4d35-816b-6f12309d1ef1/iso-14606-2000>

4.4 Spectrométrie de masse des ions secondaires

Les paramètres importants pour la mesure de profil en profondeur d'un système mono- ou multicouche de type A/B/A/B/... en SIMS sont les suivants.

- a) **Paramètres de sonde et de pulvérisation simultanée** (importants pour l'analyse et la résolution en profondeur): la nature et l'énergie des ions primaires, le courant du faisceau d'ions primaires, l'angle d'incidence, la surface d'analyse (c'est-à-dire la surface réduite par fenêtrage), la surface bombardée. L'échantillon est soit fixe, soit animé d'un mouvement de rotation.

NOTE 1 Dans certains systèmes SIMS l'énergie du faisceau est donnée pour le potentiel de la source de l'échantillon par rapport à la terre, mais le potentiel de l'échantillon n'est pas à la terre. L'énergie de l'impact tient compte du potentiel de l'échantillon.

NOTE 2 Certains instruments de SIMS à temps de vol utilisent des faisceaux doubles. Dans ce cas, tous les paramètres pour chaque faisceau peuvent être notés.

1) $N(E)$, $EN(E)$, $dN(E)/dE$ et $dEN(E)/dE$ se rapportent à différents types de spectres Auger où l'intensité des électrons Auger, N est tracée en fonction de l'énergie cinétique de l'électron, E .

Dans les spectres $N(E)$, les intensités du signal sont mesurées comme étant les hauteurs des pics Auger au-dessus du bruit de fond.

Dans les spectres $dEN(E)/dE$, les intensités du signal sont mesurées comme étant les hauteurs pic-à-pic des signaux Auger ou les spectres différentiels de $N(E)$.

Avec certains types d'analyseur (par exemple, l'analyseur à miroir cylindrique), les intensités des électrons Auger sont présentées dans des formats $EN(E)$ et $dEN(E)/dE$, dans lesquels le spectre se rapproche de E fois le spectre réel.

b) **Paramètres de mesure** (importants pour l'analyse et la résolution en profondeur).

- 1) Espèces ioniques secondaires positives ou négatives (atomiques ou moléculaires) des éléments de la surcouche ainsi que du substrat ou des deux éléments A et B.
- 2) Réglages des fenêtrages (c'est-à-dire, électronique, optique, etc.).

NOTE 3 Habituellement, les intensités du signal des ions secondaires sont mesurées en fonction de la durée de pulvérisation en mode continu pendant la pulvérisation avec les ions primaires. Dans certains instruments de SIMS un mode alterné (fenêtrage d'ions primaires) est employé quand deux différents faisceaux d'ions sont utilisés pour la pulvérisation et l'analyse.

5 Résolution en profondeur à une interface idéalement abrupte pour les profils en profondeur par pulvérisation

5.1 Mesure de la résolution en profondeur

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la mesure de la résolution en profondeur Δz des profils en profondeur par pulvérisation d'un système mono- ou multicouche de type A/B/A/B/... est définie comme suit^{[7][12][13]}.

NOTE 1 La définition de la résolution en profondeur Δz dans cette clause s'applique seulement pour l'optimisation des paramètres de réglage pour le profil en profondeur. Les définitions et les procédures de mesure de la résolution en profondeur seront décrites dans les Normes internationales qui seront développées dans le futur par l'ISO/TC 201/SC 1 et SC 4, respectivement.

NOTE 2 Pour la technique SIMS, où les effets de matrice sont sensiblement différents entre les deux couches, Δz peut toujours être employé pour l'optimisation mais peut ne pas être représentatif de la résolution en profondeur réelle de la composition chimique sous-jacente.

5.2 Vitesse de pulvérisation moyenne \bar{z}_{av}

\bar{z}_{av} est donné par l'expression suivante:

$$\bar{z}_{av} = z_{tot}/t_{tot} \quad (1)$$

où

z_{tot} est la profondeur totale d'une simple surcouche ou d'un système multicouche sur un substrat;

t_{tot} est la durée de pulvérisation totale nécessaire pour pulvériser depuis la surface supérieure jusqu'à l'interface surcouche/substrat à laquelle l'intensité du signal de l'élément ne représente plus que 50 % de sa valeur dans la surcouche adjacente sur le substrat.

5.3 Résolution en profondeur Δz

Δz est donné par l'expression suivante:

$$\Delta z = \bar{z}_{av} \times \Delta t \quad (2)$$

où Δt est l'intervalle de temps de pulvérisation dans lequel les intensités de signal varient de 16 % à 84 % (ou 84 % à 16 %) de l'intensité correspondant à 100 % de chaque surcouche et le substrat pour un système monocouche, ou de chacune des couches adjacentes d'un système multicouche.

La mesure de Δt est applicable seulement où des zones de plateau ont été obtenues pour à la fois les intensités maximales et minimales (voir Figure 1).