
**Analyse chimique des surfaces —
Profilage en profondeur — Mesurage
de la vitesse de pulvérisation: méthode
par empreinte de grille au moyen
d'un profilomètre à stylet mécanique**

*Surface chemical analysis — Depth profiling — Measurement of
sputtering rate, mesh-replica method using a mechanical stylus
profilometer*

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO/TR 22335:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>



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/TR 22335:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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 du 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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Symboles et abréviations	2
4 Principe	2
5 Mode opératoire	2
5.1 Création du motif répétitif	2
5.2 Mesurage de la profondeur du cratère de pulvérisation à l'aide d'un profilomètre à stylet mécanique	8
5.3 Estimation de la vitesse de pulvérisation	11
6 Résumé des résultats de l'essai interlaboratoires	11
Annexe A (informative) Géométrie de la surface de l'échantillon et du canon à ions	12
Annexe B (informative) Motifs répétitifs en fonction de la taille de l'ouverture de maille	15
Bibliographie	18

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>
 ISO/TR 22335:2007

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

Exceptionnellement, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique par exemple), il peut décider, à la majorité simple de ses membres, de publier un Rapport technique. Les Rapports techniques sont de nature purement informative et ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document 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.

L'ISO/TR 22335 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 4, *Profilage d'épaisseur*.

Introduction

Le présent Rapport technique traite de la détermination expérimentale des vitesses de pulvérisation d'ions pour le profilage en profondeur par spectroscopie des électrons Auger (AES) et spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS), lorsque la pulvérisation d'ions est réalisée sur une surface comprise entre 0,4 mm² et 3,0 mm². Pour le présent Rapport technique, un motif répétitif est d'abord formé sur un échantillon de surface par pulvérisation d'ions à travers un maillage de taille adaptée, au contact de l'échantillon. La vitesse de pulvérisation d'ions est déterminée par le quotient de la profondeur pulvérisée, mesurée par profilomètre à stylet mécanique, sur la durée de pulvérisation, en supposant une vitesse de pulvérisation constante. Le présent Rapport technique fournit une méthode pour convertir en profondeur la durée de pulvérisation d'ions dans un profil en profondeur.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TR 22335:2007](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 22335:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>

Analyse chimique des surfaces — Profilage en profondeur — Mesurage de la vitesse de pulvérisation: méthode par empreinte de grille au moyen d'un profilomètre à stylet mécanique

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique décrit une méthode de détermination des vitesses de pulvérisation d'ions pour les mesurages de profil en profondeur par spectroscopie des électrons Auger (AES) et spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS), lorsque l'échantillon subit une pulvérisation d'ions sur une surface comprise entre 0,4 mm² et 3,0 mm². Le présent Rapport technique n'est applicable qu'à un matériau latéralement homogène en volume ou à un matériau monocouche pour lequel la vitesse de pulvérisation est déterminée à partir de la profondeur pulvérisée, mesurée par un profilomètre à stylet mécanique, et de la durée de pulvérisation.

Une méthode est fournie pour convertir la durée de pulvérisation d'ions en profondeur pulvérisée dans un profil en profondeur, en supposant une vitesse de pulvérisation constante. La méthode n'a pas été conçue, ni testée, pour être utilisée avec un microscope en champ proche. Elle n'est pas applicable lorsque la surface pulvérisée est inférieure à 0,4 mm² ou lorsque la rugosité induite par la pulvérisation est significative en comparaison de la profondeur pulvérisée à mesurer.

[ISO/TR 22335:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

durée de pulvérisation

durée pendant laquelle la surface de l'échantillon est bombardée d'ions

2.2

profondeur pulvérisée

distance (perpendiculaire à la surface) entre la surface d'origine et la surface analysée de l'échantillon, après enlèvement d'une quantité mesurable de matière résultant d'un profil en profondeur par pulvérisation

[ISO 18115:2001] ^[1]

2.3

vitesse de pulvérisation

quotient de la profondeur pulvérisée par la durée de pulvérisation

2.4

maillage

maillage électroformé, généralement d'un diamètre total de 3 mm, constitué d'une série d'ouvertures de maille

NOTE Il est recommandé d'utiliser un maillage de 75 lignes par pouce. ^[2]

3 Symboles et abréviations

d	profondeur pulvérisée
t	durée de pulvérisation
R	vitesse de pulvérisation d'ions
R_{ref}	vitesse de pulvérisation mesurée pour un matériau de référence
R_{rel}	vitesse de pulvérisation relative du matériau étudié par rapport au matériau de référence
R_1	vitesse de pulvérisation mesurée pour le matériau 1 étudié
AES	spectroscopie des électrons Auger
SAM	microscopie à balayage Auger
XPS	spectroscopie de photoélectrons par rayons X

4 Principe

Le présent mode opératoire de mesure des vitesses de pulvérisation est divisé en deux parties:

- la préparation de l'échantillon avec le maillage suivie de la pulvérisation d'ions pour former le motif répétitif;
- le mesurage de la profondeur pulvérisée.

La vitesse de pulvérisation R résultante est calculée à partir du mesurage d'une profondeur pulvérisée d après une durée t à l'aide de l'Équation (1):

$$R = d/t \quad (1)$$

5 Mode opératoire

5.1 Création du motif répétitif

5.1.1 Généralités

Pour former le motif répétitif, il est nécessaire de prendre un échantillon adapté, de placer une grille sur sa surface et de faire subir une pulvérisation d'ions à l'échantillon avec la grille. Ces étapes sont détaillées ci-après.

NOTE Bien que divers matériaux de grille puissent être utilisés, la grille la plus couramment employée est faite de cuivre, matériau facile à se procurer et peu cher. Aucun essai n'a été réalisé sur d'autres matériaux de grille, mais il est très probable que ceux-ci se comportent de manière similaire. De même, de nombreux matériaux d'échantillons peuvent être utilisés avec cette technique, mais le SiO₂ est employé à titre d'exemple.

5.1.2 Préparation de la surface de l'échantillon

Ce mode opératoire nécessite à la fois une surface d'échantillon plane (à quelques micromètres près), pour assurer un bon contact avec le maillage, et une vitesse de pulvérisation moyenne constante sur la surface à analyser au spectroscope. La planéité de l'échantillon peut être déterminée par la méthode du profil, à l'aide d'un profilomètre à stylet mécanique (dont la capacité à effectuer des mesures de l'ordre de 100 nm est attestée), si la rugosité et l'ondulation superficielles initiales de l'échantillon sont incertaines. Si de petites

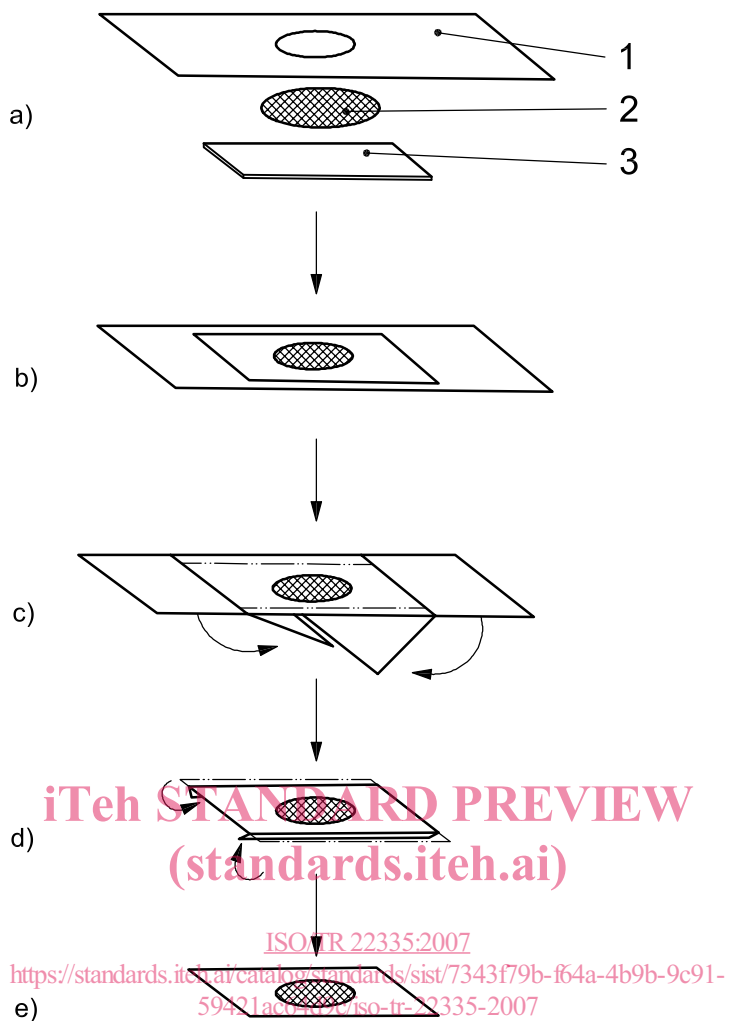
particules sont présentes à la surface de l'échantillon, il convient de les enlever par une méthode adéquate, telle que l'utilisation d'un jet de gaz inerte, car les zones non uniformément pulvérisées peuvent engendrer des mesures de profondeur erronées. L'uniformité de la vitesse de pulvérisation d'ions dans l'ouverture de maille sera un facteur déterminant pour la répétabilité des mesures. La trace du profilomètre révélera la forme du cratère de pulvérisation.

Il est reconnu que la pulvérisation d'ions induit une rugosité de la surface sur de nombreux échantillons polycristallins et que cette rugosité peut être réduite par la rotation de l'échantillon pendant la pulvérisation d'ions [3]. La rotation peut réduire les incertitudes provenant de la réduction de la vitesse de pulvérisation se produisant à mesure que la rugosité se développe, particulièrement lors du profil de profondeurs significatives dans les matériaux polycristallins [4]. La méthode de l'empreinte de grille peut être employée avec la rotation de l'échantillon. Dans ce cas, il est important d'aligner la position analysée avec le centre de rotation, de sorte que les oscillations de l'axe de rotation ne dépassent pas 10 % de l'ouverture de maille.

5.1.3 Modes opératoires de montage de la grille sur l'échantillon

5.1.3.1 La grille est montée sur l'échantillon par l'une des méthodes suivantes ou équivalentes. Il est important de ne pas contaminer la surface de l'échantillon avec des particules de poussière pendant ces modes opératoires. Utiliser, par exemple, des gants antipoussière dans une salle blanche.

- a) Un mode opératoire d'emballage de l'échantillon [5] peut être utilisé pour maintenir la grille en place contre l'échantillon (voir Figure 1). Cette méthode n'est pas recommandée pour les échantillons qui doivent être montés verticalement, puisque la feuille peut ne pas presser la grille sur l'échantillon et il peut y avoir glissement. Le maillage est d'abord placé entre l'échantillon et une mince feuille métallique, telle qu'une feuille d'aluminium, percée d'un trou de taille inférieure à la zone occupée par le maillage. Il est important d'aligner correctement la grille et le trou de la feuille d'aluminium. Il convient que le sandwich obtenu après emballage assure de bons contacts électriques et mécaniques. Si l'échantillon à analyser est plus petit qu'une ouverture de maille, un alignement adéquat peut être obtenu en déplaçant la grille et en utilisant un microscope optique. Il est recommandé d'inspecter l'échantillon emballé avec un microscope optique pour s'assurer que le contact entre la surface de l'échantillon, la grille et la feuille d'emballage est bon. Il est recommandé d'utiliser une feuille souple d'un autre matériau que l'aluminium lorsque l'échantillon contient de l'aluminium ou que ce matériau présente un intérêt pour l'étude en question. De même, il est recommandé d'utiliser d'autres matériaux pour la grille si l'échantillon contient du cuivre.



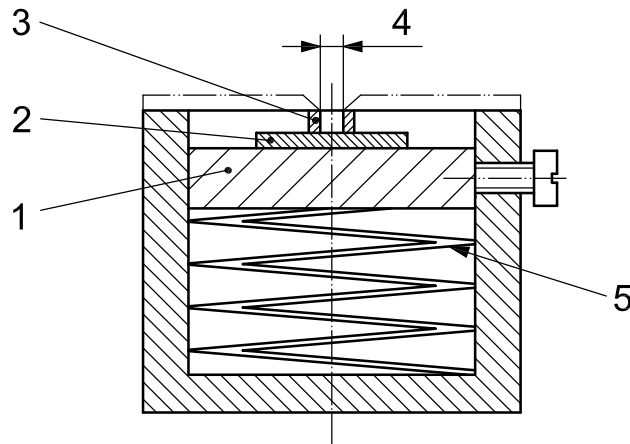
Légende

- 1 feuille
- 2 grille
- 3 échantillon

NOTE Le trou de la feuille est bien centré et placé sur la grille. Finalement, la feuille est pliée et l'on obtient un sandwich, conformément à la Référence [5].

Figure 1 — Exemple d'emballage d'un échantillon et de sa grille avec la grille placée sur l'échantillon puis couverte par la feuille

- b) Un simple support d'échantillon à ressort comme celui de la Figure 2 peut aussi s'avérer pratique. Ce support d'échantillon maintient doucement la grille entre une ouverture fixe et l'échantillon supporté par une plaque de base. De cette manière, de bons contacts électriques et mécaniques sont réalisés. Le chanfrein et la finesse de l'arête de l'ouverture fixe doivent prendre en compte la possibilité de migration de matière sur la surface de l'échantillon. Ce support peut être employé pour des échantillons montés verticalement.



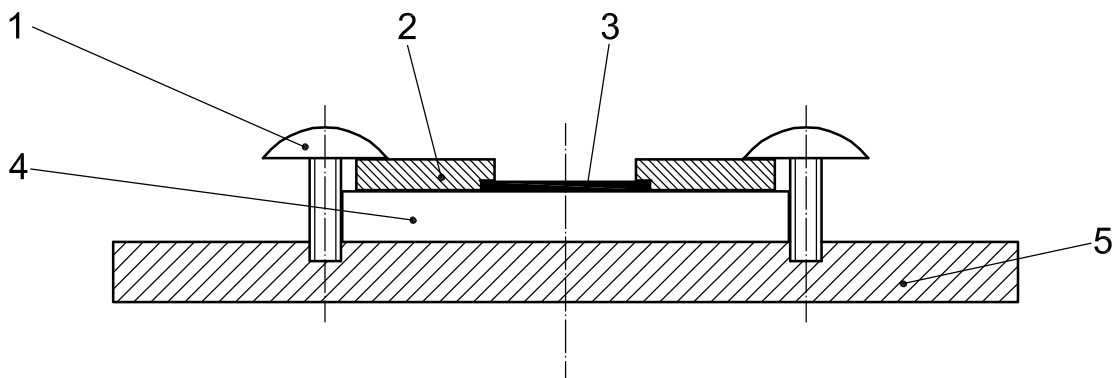
Légende

- 1 base de soutien cylindrique
- 2 échantillon
- 3 grille de 3 mm (noter que l'épaisseur de la grille est très exagérée dans le dessin)
- 4 ouverture de 2,5 mm
- 5 ressort

Figure 2 — Vue en coupe du support d'échantillon à ressort [2]

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7343f79b-f64a-4b9b-9c91-59421ac64d9c/iso-tr-22335-2007>

- c) Un simple support d'échantillon à vis peut aussi s'avérer pratique (voir Figure 3). Ce support d'échantillon applique un masque sur la grille et sur l'échantillon supporté par une plaque de base (support). L'arête du masque doit être conçue pour réduire l'aire d'ions pulvérisés et la possibilité de migration de matière du masque sur la surface de l'échantillon.



Légende

- 1 vis
- 2 masque
- 3 grille
- 4 échantillon
- 5 support

Figure 3 — Vue en coupe du support d'échantillon à vis