
**Analyse chimique des surfaces —
Spectrométrie de masse des ions
secondaires — Méthode pour
l'étalonnage de la profondeur pour
le silicium à l'aide de matériaux de
référence à couches delta multiples**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Surface chemical analysis — Secondary-ion mass spectrometry —
Method for depth calibration for silicon using multiple delta-layer
reference materials*

ISO 23812:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-0b80a5305ab8/iso-23812-2009>



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 23812:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-0b80a5305ab8/iso-23812-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et termes abrégés	1
5 Exigences relatives aux matériaux de référence à couches delta multiples	3
6 Modes opératoires de mesurage	3
7 Modes opératoires d'étalonnage	4
7.1 Principe d'étalonnage	4
7.2 Détermination de la vitesse de pulvérisation pour un matériau de référence	5
7.3 Étalonnage de l'échelle de profondeur pour un échantillon pour essai	7
7.4 Incertitude de la profondeur étalonnée	8
8 Expression des résultats	9
8.1 Étalonnage dans les mêmes conditions de pulvérisation que le matériau de référence	9
8.2 Étalonnage utilisant une vitesse de pulvérisation différente de celle utilisée pour l'échantillon pour essai	9
8.3 Étalonnage de la concentration	9
9 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Parcours projeté de l'ion d'oxygène dans le silicium	10
Annexe B (informative) Estimations des décalages de pic dus au mixage d'atomes	11
Annexe C (informative) Estimations du décalage de pic dû à la coalescence du pic	14
Annexe D (informative) Dérivation de l'incertitude	17
Bibliographie	19

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.

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 23812 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 6, *Spectrométrie de masse des ions secondaires*.

ISO 23812:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-0b80a5305ab8/iso-23812-2009>

Introduction

La spectrométrie de masse des ions secondaires (SIMS) est une méthode puissante de mesurage du profil en profondeur d'atomes dopants dans le silicium. Toutefois, dans la région à proximité de la surface (< 50 nm) les comportements transitoires des rendements ioniques secondaires et de la vitesse de pulvérisation ont une incidence importante sur la forme du profil ^[1], rendant ainsi difficile l'obtention de profils réels. Cela est dû à l'accumulation d'espèces ioniques primaires implantées, oxygène ou césium, qui sont essentielles pour améliorer les rendements ioniques secondaires. Au niveau de la surface d'origine, la pulvérisation de l'échantillon se produit pour une faible concentration d'espèces ioniques primaires, puis, avec la poursuite de la pulvérisation, les espèces ioniques primaires sont incorporées sur la surface pour être pulvérisées avec les atomes à étudier, donnant lieu à une variation de la vitesse de pulvérisation. En raison de la variation de la vitesse de pulvérisation dans cette zone de non-équilibre, il se produit un décalage notable des profils SIMS de faible profondeur si l'étalonnage de la profondeur se fait à une vitesse de pulvérisation uniforme.

Pour étalonner l'échelle de profondeur dans une région aussi peu profonde, il est essentiel d'évaluer avec précision l'ampleur du décalage du profil mentionné ci-dessus. Dans la présente Norme internationale, des couches delta multiples sont utilisées comme matériau de référence pour l'étalonnage de l'échelle de profondeur proche de la surface mais au-delà de la zone de non-équilibre, et les modes opératoires d'étalonnage de l'échelle de profondeur sont décrits.

Le domaine d'application de la présente Norme internationale diffère de celui de l'ISO 20341. L'ISO 20341 spécifie des modes opératoires permettant d'estimer les paramètres de résolution en profondeur lors du profilage en profondeur SIMS à l'aide de matériaux de référence à couches delta multiples, alors que la présente Norme internationale spécifie un mode opératoire d'étalonnage de l'échelle de profondeur dans une région de faible profondeur.

ISO 23812:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-0b80a5305ab8/iso-23812-2009>

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

ISO 23812:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-0b80a5305ab8/iso-23812-2009>

Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie de masse des ions secondaires — Méthode pour l'étalonnage de la profondeur pour le silicium à l'aide de matériaux de référence à couches delta multiples

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire permettant l'étalonnage de l'échelle de profondeur dans une région de faible profondeur, inférieure à 50 nm, lors du profilage en profondeur SIMS à l'aide de matériaux de référence à couches delta multiples.

1.2 La présente Norme internationale ne s'applique pas à la région transitoire superficielle où la vitesse de pulvérisation n'est pas en régime permanent.

1.3 La présente Norme internationale s'applique au silicium monocristallin, au silicium polycristallin et au silicium amorphe.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 18115, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*

ISO 20341, *Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie de masse des ions secondaires — Méthode d'estimation des paramètres de résolution en profondeur à l'aide de matériaux de référence multicouches minces*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115 s'appliquent.

4 Symboles et termes abrégés

a	ordonnée à l'origine de la droite de régression
b	pente de la droite de régression
c	facteur supplémentaire de pente de la droite de régression
$I(z)$	intensité ionique à la profondeur z
k	facteur de correction pour la densité du courant des ions primaires
l	nombre de couches delta utilisées pour l'analyse de régression
L_s	distance du décalage

$L_s(p)$	distance du décalage en fonction de la définition de la position du pic de la couche delta (voir 7.2.1)
m	nombre maximal de couches delta utilisé pour la détermination de la vitesse de pulvérisation en régime permanent
n	nombre minimal de couches delta pour lequel la vitesse de pulvérisation en régime permanent est atteinte
r	vitesse de pulvérisation
r_i	vitesse moyenne de pulvérisation de la i ème couche de silicium
r_s	vitesse de pulvérisation en régime permanent
s_0	incertitude-type de la profondeur théorique sans s_{RM} et s_c
s_1	incertitude-type de la profondeur, y compris s_{RM}
s_2	incertitude-type de la profondeur, y compris s_{RM} et s_k
s_b	incertitude-type de b
s_c	incertitude-type de c
s_k	incertitude-type de k
s_{RM}	incertitude-type de la profondeur des couches dans le matériau de référence
s_t	incertitude-type du temps de pulvérisation, t
$s_{\bar{t}}$	incertitude-type de $\bar{t}$
$T(m - n - 1, \alpha)$	valeur critique obtenue à partir du tableau de la loi de t de Student à $100\alpha\%$ pour $(m - n - 1)$ degrés de liberté
t	temps de pulvérisation
$\bar{t}$	temps moyen de pulvérisation des couches delta
t_f	temps de pulvérisation nécessaire à la formation du cratère
t_i	temps de pulvérisation mesuré requis pour atteindre la i ème couche delta du profil intensité ionique par rapport au temps de pulvérisation
$\hat{t}_i$	temps théorique de la i ème couche delta
z	épaisseur pulvérisée
$\bar{z}$	profondeur moyenne des couches delta
$\hat{z}$	profondeur théorique
z_{ai}	position minimale dans la vallée entre le $(i - 1)$ ème et le i ème profil delta
z_{bi}	position minimale dans la vallée entre le i ème et le $(i + 1)$ ème profil delta
z_c	position du centroïde
z_d	position d'origine de la couche delta
z_f	profondeur du cratère
z_i	profondeur de la i ème couche delta
$\langle z_i \rangle$	centroïde du i ème profil de la couche delta
z_{LM}	position du maximum local
z_{PC}	position du centre du pic

Δt_i	temps de pulvérisation de la i ème couche delta
Δz_i	épaisseur de la i ème couche delta
SIMS	spectrométrie de masse des ions secondaires

5 Exigences relatives aux matériaux de référence à couches delta multiples

5.1 Les critères donnés en 5.2 à 5.8 sont appropriés aux couches delta utilisées comme matériaux de référence.

5.2 Le signal de la matrice renfermant les couches delta ne doit pas varier au cours du profilage en profondeur par SIMS de sorte qu'aucune variation ne se produise due aux effets éventuels de matrice SIMS ou à la variation de la vitesse de pulvérisation au niveau des couches delta. Des intensités ioniques secondaires constants des éléments de la matrice à travers les couches delta sont indicatives d'une matrice constante.

5.3 La régularité des profondeurs des couches delta sous la surface dans l'échantillon doit être comparable à la précision requise pour l'étalonnage de la profondeur ou meilleure.

5.4 L'épaisseur de chaque couche delta dopée doit être suffisamment inférieure au parcours projeté des ions primaires (voir l'Annexe A pour des exemples d'ions O_2^+) de sorte qu'une légère variation de l'épaisseur n'affecte pas la forme du profil.

5.5 L'espacement entre les couches delta adjacentes doit être suffisamment grand pour que le rapport pic/vallée des profils des couches delta adjacentes soit de 10 ou plus.

5.6 Pour confirmer qu'une vitesse de pulvérisation en régime permanent est atteinte dans la région delta dopée, le matériau de référence doit contenir au moins trois couches delta.

5.7 L'épaisseur, la position et la rugosité de l'interface des couches delta doivent être déterminées par microscopie électronique à transmission en coupe transversale, par réflectivité à rayons X de l'incidence rasante, par spectrométrie de diffusion des ions d'énergie moyenne, ou par d'autres méthodes appropriées.

5.8 L'épaisseur de la couche d'oxyde superficielle doit être comparable avec la couche d'oxyde naturelle présente sur la surface de silicium cristallin. L'épaisseur de l'oxyde doit être déterminée par une méthode de mesurage valide.

6 Modes opératoires de mesurage

6.1 Pour un étalonnage précis de l'échelle de profondeur, les matériaux de référence à couches delta multiples doivent être mesurés avec des échantillons pour essai utilisant la même énergie et le même angle d'incidence des ions primaires. Une fois la vitesse de pulvérisation, le facteur de correction de la profondeur et la distance de décalage (voir 7.2.3) déterminés pour un ensemble spécifique de conditions de bombardement ionique (c'est-à-dire l'énergie, l'angle d'incidence, le courant ionique et la zone de balayage), les valeurs prédéterminées peuvent être utilisées pour la détermination de l'échelle de profondeur. Il convient de noter que l'échelle de profondeur peut présenter un écart dû à une reproductibilité limitée de la vitesse de pulvérisation (voir 6.5).

6.2 Pour l'ajustement et l'optimisation des réglages du spectromètre de masse des ions secondaires, les conditions d'analyse telles que l'énergie ionique, l'espèce ionique, le courant ionique, la polarité des ions secondaires, la zone de balayage des ions primaires, la zone analysée, la stabilité du courant des ions primaires, l'introduction des échantillons et les ions secondaires détectés doivent être réglées conformément aux instructions du fabricant ou à un mode opératoire interne documenté.

6.3 Le profil en profondeur SIMS de matériaux de référence à couches delta multiples doit être mesuré de la surface jusqu'à proximité de l'interface entre les couches delta multiples et le substrat, ou jusqu'à une profondeur décrite dans les instructions fournies avec les matériaux de référence. Toutefois, si l'intensité des ions secondaires varie en raison d'une rugosité superficielle induite par bombardement ionique avant que la profondeur précitée ne soit atteinte, le profilage en profondeur doit se terminer avant que la rugosité superficielle n'apparaisse.

6.4 Les conditions de mesurage, par exemple l'intensité des ions primaires et la zone de balayage, doivent être déterminées de sorte qu'il y ait plus de 20 points de mesurage pour une couche delta.

6.5 Lors de l'établissement de la reproductibilité, le profil en profondeur SIMS d'un matériau de référence à couches delta multiples doit être mesuré trois fois et la répétabilité du profil doit être vérifiée. Le temps de parcours jusqu'à chaque position des couches delta doit être reproduit avec la précision analytique requise. Si les formes du profil SIMS du matériau de référence à couches delta multiples ne sont pas reproductibles, la performance de l'instrument doit être vérifiée concernant des facteurs tels que la dérive du courant des ions primaires et l'uniformité du balayage.

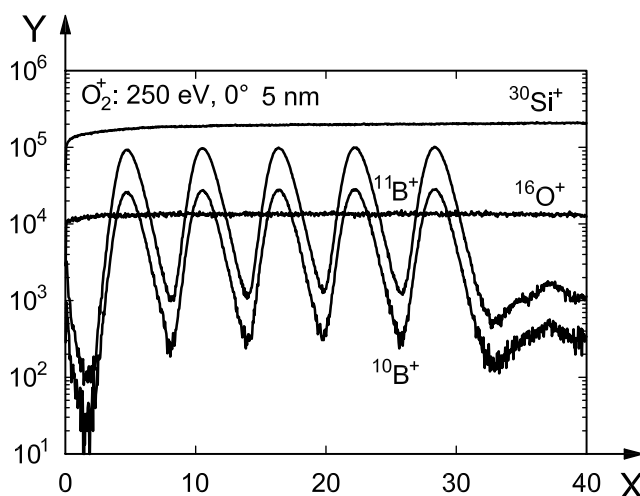
6.6 Le profil en profondeur SIMS d'échantillons pour essai doit être déterminé en utilisant les mêmes conditions de mesurage que pour les matériaux de référence à couches delta multiples. Si nécessaire, la densité du courant des ions primaires peut être modifiée en faisant varier le courant des ions primaires et/ou la zone de balayage des ions primaires.

7 Modes opératoires d'étalonnage

7.1 Principe d'étalonnage

7.1.1 La présente Norme internationale donne des équations permettant l'étalonnage de l'échelle de profondeur en prenant en compte la variation de la vitesse de pulvérisation dans la zone de non-équilibre lors de l'étape initiale de pulvérisation. <http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-0b80a5305ab8/iso-23812-2009>

7.1.2 Le profilage d'épaisseur par pulvérisation provoque une modification de la forme de la couche delta, comme indiqué à la Figure 1, et le décalage de la position du pic du delta même après l'établissement de l'équilibre de la vitesse de pulvérisation. L'Annexe B et l'Annexe C donnent respectivement des estimations des décalages de pic dus au mixage d'atomes et à la coalescence des pics.



Légende

X profondeur, en nm

Y intensité ionique, en coups/s

Figure 1 — Profil en profondeur SIMS de couches delta bore dans le silicium [2]

7.2 Détermination de la vitesse de pulvérisation pour un matériau de référence

7.2.1 Les positions des couches delta dans le matériau de référence doivent être déterminées dans le profil mesuré pour l'intensité ionique en fonction du temps de pulvérisation. La position peut être déterminée par l'une des quatre méthodes générant des distances de décalage différentes. Choisir la méthode la plus compatible avec le type de données mesurées dans l'échantillon de travail.

- a) La position peut être déterminée sous forme du maximum local dans un profil de couche delta.
- b) La position peut être déterminée sous forme du centre de la largeur totale à mi-hauteur de chaque profil de couche delta.
- c) La position peut être déterminée sous forme du centroïde $\langle z_i \rangle$ pour la i ème couche delta à l'aide de l'équation suivante:

$$\langle z_i \rangle = \frac{\sum_{z_{ai}}^{z_{bi}} z I(z)}{\sum_{z_{ai}}^{z_{bi}} I(z)} \quad (1)$$

où z_{ai} et z_{bi} sont les minima dans les vallées entre les $(i - 1)$ ème et i ème profils delta et entre les i ème et $(i + 1)$ ème profils delta, respectivement, et $I(z)$ est l'intensité ionique à z .

- d) La position peut être déterminée sous forme de z_0 dans l'Équation C.1 (voir l'Annexe C) pour chaque pic de delta en suivant les modes opératoires décrits dans l'ISO 20341.

Dans les cas a) et b), il est souhaitable d'employer une procédure de lissage convenable en prenant en compte les fluctuations statistiques.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d79aaf00-1f54-4baf-9720-333333333333/iso-23812-2009>

NOTE 1 Ces positions peuvent se décaler par rapport à la position d'origine du delta dû au mixage d'atomes et la direction du décalage dépend de l'implantation relative par effet de recul des atomes de l'analyte et de la matrice. L'ampleur du décalage est fonction de l'énergie des ions primaires et de l'angle d'incidence. Pour réduire le décalage, une énergie des ions primaires et un angle d'incidence appropriés sont choisis. Dans l'hypothèse où l'effet du mixage d'atomes est identique pour les atomes de la matrice et les atomes de l'analyte, des estimations du décalage de pic dû au mixage d'atomes sont possibles, comme indiqué dans l'Annexe B. Le cas du bore dans le silicium peut être traité comme un cas simple.

NOTE 2 La non-linéarité en fonction de l'énergie du décalage du maximum des couches delta est deux fois plus forte que pour le décalage du centroïde [3]. Lorsque la coalescence de pics adjacents est négligeable (voir Note 1 en 7.2.3), et que l'effet du mixage atomique est identique pour les atomes de la matrice et les atomes de l'analyte, le centroïde représente presque la position d'origine du delta.

7.2.2 Le temps de pulvérisation requis pour atteindre la i ème couche delta depuis la surface est défini comme t_i (voir Figure 2). La différence entre des positions adjacentes, $\Delta t_i (= t_i - t_{i-1})$, indique le temps requis pour pulvériser la i ème couche de silicium à partir de la surface, où $t_0 = 0$. La profondeur correspondante est désignée z_i et l'épaisseur de la i ème couche de silicium est $\Delta z_i (= z_i - z_{i-1})$. La vitesse moyenne de pulvérisation de la i ème couche est donnée par:

$$r_i = \frac{\Delta z_i}{\Delta t_i} \quad (2)$$

En raison du comportement transitoire du rendement ionique, la détermination des positions de la première ou des deux premières couches delta peut ne pas être possible. Dans un tel cas, l'étalonnage de la profondeur doit être réalisé en utilisant des couches delta dont les positions peuvent être déterminées. Pour la région de profondeur inférieure à la première couche delta détectable, la profondeur pulvérisée doit être déterminée par approximation en utilisant la vitesse moyenne de pulvérisation de la surface jusqu'à la première couche delta détectable.