
**Analyse chimique des surfaces —
Spectrométrie de masse des ions
secondaires — Dosage des atomes de
bore dans le silicium à l'aide de
matériaux dopés uniformément**

*Surface chemical analysis — Secondary-ion mass spectrometry —
Determination of boron atomic concentration in silicon using uniformly
doped materials*
(standards.iteh.ai)

[ISO 14237:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-67306f61e9e0/iso-14237-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-67306f61e9e0/iso-14237-2010>



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 14237:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-67306f61e9e0/iso-14237-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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 Principe	1
4 Matériaux de référence	1
4.1 Matériau de référence primaire	1
4.2 Matériaux de référence secondaires	2
5 Appareillage	2
6 Échantillon	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Réglage du spectromètre de masse d'ions secondaires	3
7.2 Optimisation des réglages du spectromètre de masse d'ions secondaires	3
7.3 Introduction de l'échantillon	3
7.4 Ions détectés	4
7.5 Étalonnage	4
7.6 Mesurage de l'échantillon	6
8 Expression des résultats	7
8.1 Méthode de calcul	7
8.2 Fidélité	8
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Détermination de la densité de porteurs dans une tranche de silicium	9
Annexe B (informative) Rapport isotopique du bore mesuré par SIMS	11
Annexe C (normative) Modes opératoires pour l'évaluation du bon fonctionnement de l'appareillage	14
Annexe D (informative) Rapport statistique de l'essai interlaboratoires	16
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 14237 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 6, *Spectrométrie de masse des ions secondaires*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14237:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique. La révision concerne, en particulier, le remplacement de l'ancienne Annexe D relative aux modes opératoires de profilage d'épaisseur du matériau de référence normalisé MRN NIST 2137 par des références à l'ISO 17560 et à l'ISO 18114.

Introduction

La présente Norme internationale a été préparée pour la détermination par spectrométrie de masse des ions secondaires (SIMS) des concentrations atomiques de bore dans des tranches de silicium dopées uniformément.

L'analyse SIMS nécessite des matériaux de référence afin de procéder à des analyses quantitatives. Les matériaux de référence certifiés ne sont disponibles que pour un nombre limité de combinaisons matrice-impureté et ils sont également très coûteux. L'analyse SIMS consomme inévitablement ces matériaux de référence à chaque mesurage. Par conséquent, les matériaux de référence secondaires qui peuvent être préparés par chaque laboratoire et étalonnés en utilisant un matériau de référence certifié sont utiles pour les analyses quotidiennes.

La présente Norme internationale décrit un mode opératoire normalisé pour l'analyse quantitative du bore dans le silicium monocristallin au moyen de matériaux de référence secondaires étalonnés par un matériau de référence certifié à bore implanté.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14237:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-67306f61e9e0/iso-14237-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-67306f61e9e0/iso-14237-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14237:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-67306fe1e9e0/iso-14237-2010>

Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie de masse des ions secondaires — Dosage des atomes de bore dans le silicium à l'aide de matériaux dopés uniformément

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de spectrométrie de masse des ions secondaires pour la détermination de la concentration atomique de bore dans le silicium monocristallin au moyen de matériaux dopés uniformément, étalonnés par un matériau de référence certifié à bore implanté. Cette méthode est applicable au bore dopé uniformément dans la gamme de concentrations de 1×10^{16} atomes/cm³ à 1×10^{20} atomes/cm³.

2 Références normatives

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 17560, *Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie de masse des ions secondaires — Dosage du bore dans le silicium par profilage d'épaisseur* [ISO 14237:2010](https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-142372010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-142372010)

ISO 18114, *Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie de masse des ions secondaires — Détermination des facteurs de sensibilité relative à l'aide de matériaux de référence à ions implantés*

3 Principe

Un faisceau d'ions oxygène ou d'ions césium est balayé sur la surface de l'échantillon et les ions secondaires bore et silicium émis sont analysés en masse et détectés.

Les matériaux de référence secondaires dopés uniformément sont étalonnés à l'aide d'un matériau de référence primaire à ions implantés et sont utilisés comme matériaux de référence d'analyse.

4 Matériaux de référence

4.1 Matériau de référence primaire

Un matériau de référence primaire est utilisé pour la détermination de la concentration atomique de bore des matériaux de référence secondaires. Le matériau de référence primaire doit être un matériau de référence certifié (MRC) de silicium à bore implanté.

NOTE Au moment de la publication de la présente Norme internationale, le matériau de référence normalisé NIST 2137 (appelé ci-après MRN NIST) était le seul MRC de bore dans du silicium à ions implantés.

4.2 Matériaux de référence secondaires

4.2.1 Les matériaux de référence secondaires sont utilisés pour la détermination des concentrations atomiques de bore dans des échantillons. Au moins un matériau de référence dopé au bore et un matériau de référence non dopé au bore doivent être utilisés pour l'analyse quotidienne. Il est recommandé d'utiliser deux autres niveaux de dopage au bore différents pour confirmer le bon fonctionnement de l'appareil (voir Annexe C).

4.2.2 Les matériaux de référence secondaires (appelés ci-après MR massifs) doivent être des tranches de silicium monocristallin ou des tranches de silicium épitaxial ayant une couche épitaxiale d'environ 100 µm d'épaisseur et doivent être dopés uniformément à l'isotope naturel du bore.

4.2.3 Des tranches dopées au bore ayant des concentrations atomiques de bore entre 1×10^{16} atomes/cm³ et 1×10^{20} atomes/cm³ doivent être obtenues. Il est recommandé d'utiliser trois niveaux de dopage indiqués dans le Tableau 1. Lorsqu'un seul niveau est utilisé, il convient de choisir le niveau MR-B ou MR-C. Une tranche non dopée au bore doit être obtenue pour la vérification du fond continu.

Des tranches ayant de faibles gradients de concentration de bore doivent être choisies. Le gradient de concentration de bore doit être inférieur à 5 % par cm.

NOTE Les concentrations atomiques approximatives de bore peuvent être déterminées en tant que densités de porteurs à partir de la résistivité des tranches. Les modes opératoires de mesurage de la résistivité et le mode opératoire de conversion entre la résistivité et la densité de porteurs sont présentés à l'Annexe A.

Tableau 1 — Matériaux de référence massifs

Nom	Niveau de dopage au bore atomes/cm ³	
MR-A	faible	1×10^{16} à 1×10^{17}
MR-B	moyen	5×10^{17} à 5×10^{18}
MR-C	élevé	1×10^{19} à 1×10^{20}
MR-BG	nul	$< 1 \times 10^{14}$

4.2.4 Le rapport isotopique de ¹¹B à ¹⁰B dans le MR massif choisi en 4.2.3 doit être déterminé par l'une des méthodes suivantes.

- a) Le rapport isotopique doit être évalué par un instrument de SIMS à secteur magnétique détectant les ions BSi⁻. À cet effet, le mode opératoire de mesurage spécifié en 7.5.2 doit être utilisé.
- b) Il doit être supposé que le MR massif a la composition isotopique naturelle nominale acceptée de 19,9 pourcent atomique de ¹⁰B et 80,1 pourcent atomique de ¹¹B, c'est-à-dire que le rapport des atomes de ¹¹B aux atomes de ¹⁰B est de 4,025. Le rapport isotopique du bore dans un matériau spécifique peut toutefois avoir un écart de ± 5 % par rapport au rapport isotopique naturel.

NOTE L'analyse SIMS mesurera en général un rapport isotopique dévié suivant le type d'instrument et les ions détectés. L'écart est plus faible entre ¹⁰B²⁸Si⁻ et ¹¹B²⁸Si⁻ qu'entre ¹⁰B⁺ et ¹¹B⁺ dans un spectromètre de masse à secteur magnétique (voir Annexe B).

5 Appareillage

Un appareil de spectrométrie de masse des ions secondaires équipé d'une source d'ions oxygène et/ou d'une source d'ions césium doit être utilisé.

Lorsqu'il est nécessaire de confirmer le bon fonctionnement de l'appareil, les modes opératoires spécifiés à l'Annexe C doivent être mis en œuvre. Les modes opératoires pour la linéarité du mesurage spécifiés en C.6 peuvent être remplacés par des modes opératoires internes consignés par écrit.

6 Échantillon

L'échantillon analysé doit avoir une surface polie miroir. L'échantillon doit être découpé à des dimensions adaptées à l'analyse et être dégraissé et lavé, si nécessaire.

7 Mode opératoire

7.1 Réglage du spectromètre de masse d'ions secondaires

En cas d'utilisation d'un faisceau d'ions oxygène, voir le Tableau 2. En cas d'utilisation d'un faisceau d'ions césium, voir le Tableau 3. Les autres conditions qui ne sont pas présentées ici doivent être établies conformément aux instructions du fabricant ou à un mode opératoire interne consigné par écrit.

Tableau 2 — Conditions de mesurage pour le faisceau d'ions oxygène

Élément	Caractéristique
Espèce ionique primaire	O ₂ ⁺
Polarité des ions secondaires	Positive
Aire analysée	> 100 µm ²
Zone balayée par les ions primaires	4 fois supérieure ou plus à l'aire analysée

Tableau 3 — Conditions de mesurage pour le faisceau d'ions césium

Élément	Caractéristique
Espèce ionique primaire	Cs ⁺
Polarité des ions secondaires	Négative
Aire analysée	> 100 µm ²
Zone balayée par les ions primaires	4 fois supérieure ou plus à l'aire analysée

7.2 Optimisation des réglages du spectromètre de masse d'ions secondaires

7.2.1 Régler les paramètres requis pour l'instrument et aligner l'optique ionique conformément aux instructions du fabricant ou à un mode opératoire interne consigné par écrit.

7.2.2 Assurer la stabilité du courant d'ions primaires et du spectromètre de masse conformément aux instructions du fabricant ou à un mode opératoire interne consigné par écrit.

7.3 Introduction de l'échantillon

Juste avant d'introduire les échantillons dans le sas d'introduction du spectromètre de masse d'ions secondaires, enlever les particules de poussière des surfaces avec une bombe dépoussiérante. Après l'introduction des échantillons dans la chambre d'analyse, l'analyse ne doit pas être démarrée avant le retour de la pression à la valeur normale recommandée par le fabricant ou par un mode opératoire interne consigné par écrit.

Les gaz résiduels présents dans la chambre d'analyse peuvent produire un signal de fond continu ¹⁰B²⁸Si¹H⁻ qui interfère dans la détection des ions ¹¹B²⁸Si⁻, il convient donc de veiller à obtenir une meilleure condition de vide lorsqu'un faisceau d'ions césium est utilisé.

7.4 Ions détectés

7.4.1 Lorsqu'un faisceau d'ions oxygène est utilisé, $^{10}\text{B}^+$ et $^{11}\text{B}^+$ doivent tous deux être détectés en tant qu'espèces ioniques secondaires de bore. Lorsqu'un faisceau d'ions césium est utilisé, $^{10}\text{B}^{28}\text{Si}^-$ et $^{11}\text{B}^{28}\text{Si}^-$ doivent tous deux être détectés en tant qu'espèces ioniques secondaires de bore.

7.4.2 L'espèce ionique de silicium qui a une intensité ionique appropriée doit être détectée conformément aux instructions du fabricant ou à un mode opératoire interne consigné par écrit.

Si l'instrument est équipé d'un mode de détection par électromètre, il est recommandé de sélectionner $^{28}\text{Si}^+$ comme ion de référence de B^+ en utilisant l'électromètre. Pour le mode de détection par comptage d'impulsions, il convient que l'intensité des ions silicium soit inférieure à 1×10^5 coups/s. Pour la détection de BSi^- , il est préférable de prendre Si_2^- comme ion de référence.

7.5 Étalonnage

7.5.1 Mode opératoire de mesurage pour le MRC

7.5.1.1 Le profil en profondeur du bore (^{10}B ou ^{11}B) dans le MRC doit être mesuré en utilisant les mêmes conditions que celles pour les MR massifs le même jour que les mesurages des MR massifs conformément aux modes opératoires spécifiés dans l'ISO 17560. Calculer le rapport d'intensité ionique moyen intégré du MRC, A^{imp} , conformément aux modes opératoires spécifiés dans l'ISO 18114.

7.5.1.2 Le facteur de sensibilité relative du MRC doit être obtenu à partir de la formule suivante:

$$\text{RSF}^{\text{imp}} = \frac{\Phi}{A^{\text{imp}}}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

[ISO 14237:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ab972bc-c32f-4ac3-ac30-0750621e0450/iso-14237-2010)

RSF^{imp} est le facteur de sensibilité relative isotopique obtenu à partir du MRC;

Φ est la dose de bore (^{10}B ou ^{11}B) implanté du MRC.

7.5.2 Mode opératoire de mesurage pour les MR massifs

7.5.2.1 Effectuer les mesurages à partir de la zone centrale de la fenêtre du porte-échantillon. Lorsque l'intensité des ions bore du MR massif est élevée, des précautions doivent être prises pour ne pas saturer le détecteur. Si l'intensité des ions bore est supérieure à 1×10^5 coups/s, l'intensité des ions primaires doit être réduite.

7.5.2.2 Mesurer les profils en profondeur du bore et du silicium pour tous les MR massifs. Commencer l'échantillonnage des données décrit ci-dessous après que toutes les contaminations de surface ont été enlevées et que les intensités des ions secondaires ont atteint des valeurs stationnaires, mais terminer l'échantillonnage avant qu'un changement d'intensité des ions secondaires survienne du fait de la rugosité de surface induite par le bombardement d'ions.

7.5.2.3 Mesurer les intensités des ions secondaires bore et silicium pour un minimum de 10 cycles alternativement, pendant au moins 1 s pour chaque isotope de bore par cycle, à la même position d'analyse. Répéter ce mode opératoire trois fois à des positions différentes sur la même surface d'échantillon. Mesurer ensuite un autre échantillon.

Si la variation de l'intensité des ions silicium pour un point de mesurage est inférieure à la valeur garantie par le fabricant ou jugée acceptable par les modes opératoires internes consignés par écrit, elle peut être considérée comme constante. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire de mesurer l'intensité des ions silicium cycle après cycle. Elle peut être mesurée pour un seul cycle pour chaque position d'analyse.

7.5.2.4 Utiliser l'intensité détectée des ions secondaires de bore dans le MR-BG comme le niveau du fond continu de l'analyse.

7.5.2.5 Déterminer les rapports d'intensité ionique du bore sur le silicium pour chaque MR massif pour chaque mesurage cycle après cycle à une position de mesurage, puis calculer une valeur moyenne pour tous les cycles de mesurage et moyenner encore la valeur moyenne obtenue pour trois positions de mesurage, à l'aide des formules suivantes.

$$J_{i,j}^{11} = \frac{I_{i,j}^{11}}{I_{i,j}^{Si}}$$

$$J^{11} = \frac{1}{3} \sum_{j=1}^3 \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n J_{i,j}^{11} \right)$$

où

$I_{i,j}^{11}$ et $I_{i,j}^{Si}$ sont l'intensité des ions ^{11}B et l'intensité des ions silicium dans chaque MR, respectivement, au cycle de mesurage i et à la position de mesurage j ;

J^{11} est le rapport d'intensité ionique moyen pour ^{11}B dans chaque MR massif;

n est le nombre total de cycles de mesurage pour chaque MR massif.

Utiliser le même mode opératoire pour déterminer le rapport d'intensité moyen, J^{10} , pour ^{10}B .

7.5.2.6 Utiliser l'un des MR massifs pour déterminer le rapport isotopique expérimental du bore pour l'instrument de SIMS. Du fait qu'il existe une possible interférence des spectres de masse entre $^{10}\text{B}^+$ et $^{30}\text{Si}^{3+}$ qui pourrait être significative pour des échantillons à plus faible concentration atomique de bore, il est recommandé d'utiliser un MR massif qui a une concentration atomique de bore supérieure à 1×10^{17} atomes/cm³ avec un rapport isotopique connu. Calculer le rapport isotopique mesuré en utilisant la formule suivante:

$$\alpha = \frac{J^{11} - J_{\text{BG}}^{11}}{J^{10} - J_{\text{BG}}^{10}}$$

où

α est le rapport isotopique mesuré de ^{11}B sur ^{10}B ;

J_{BG}^{11} et J_{BG}^{10} sont les rapports d'intensité ionique moyens du fond continu pour ^{11}B et ^{10}B , respectivement, dérivés du MR-BG.

Déterminer un facteur de correction pour le rapport isotopique mesuré en utilisant la formule suivante:

$$\delta = \frac{\alpha_0}{\alpha}$$

où α_0 est le rapport isotopique réel dans le MR massif. Si α_0 n'est pas connu, le rapport isotopique naturel, $\alpha_0 = 4,025$ (voir 4.2.4) doit être utilisé.

Utiliser δ pour corriger la discrimination de masse expérimentale entre ^{10}B et ^{11}B .