Analyse de couches ou multicouches par SIMS : interprétation du profil aux interfaces

M. Aucouturier, Ch. Grattepain, A. Tromson-Carli, M. Barbé, G.
Cohen-Solal, Y. Marfaing, F. Chevrier, H. Le Gall, D. Imhoff

► To cite this version:

M. Aucouturier, Ch. Grattepain, A. Tromson-Carli, M. Barbé, G. Cohen-Solal, et al.. Analyse de couches ou multicouches par SIMS : interprétation du profil aux interfaces. Journal de Physique IV Proceedings, 1993, 03 (C7), pp.C7-803-C7-806. 10.1051/jp4:19937127 . jpa-00251746

HAL Id: jpa-00251746

<https://hal.science/jpa-00251746>

Submitted on 1 Jan 1993

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Analyse de couches ou multicouches par SIMS : interprétation du profil aux interfaces

M. AUCOUTURIER⁽¹⁾, Ch. GRATTEPAIN, A. TROMSON-CARLI, M. BARBÉ,
G. COHEN-SOLAL, Y. MARFAING, F. CHEVRIER, H. LE GALL and D. IMHOFF

CNRS, Laboratoires de Meudon-Bellevue, 1 place A. Briand, 92195 Meudon, France

Abstract :

Secondary ion mass spectrometry (SIMS) is a well adapted analytical method for the chemical characterization of concentration profiles in layered or multilayered materials, particularly concerning the more or less abrupt interfaces bounding those layers. It is known that the reliability and accuracy of the interface characterization may be affected by methodological factors, which alter the depth resolution such as: macroscopical or microscopical initial roughness of the substrate and/or of the layers, ion-induced roughening, effects of differential sputtering of the various elements, transitory stage of the primary ion beam implantation, ion beam induced accelerated diffusion, ballistic mixing or segregation; etc... This communication describes several examples of SIMS analysis performed on metal multilayers (Co/Cu) and on epitaxial semiconductor layers (CdTe/GaAs), focussing the interest on the particular analytical problems raised by the initial roughness and the ion induced roughening effect. The interpretation of the measured profiles, the influence of analytical parameters (such as the nature of the primary ion beam, sputtering conditions, detected ion species), and the limitations of profilometry roughness measurements, are discussed. Solutions are proposed in order to improve the depth resolution of interface characterization, including a tentative modelization of roughness effects.

Nous avons voulu montrer la difficulté d'interprétation des profils aux interfaces de deux matériaux de nature différente. Après quelques rappels des nombreux phénomènes qui interviennent aux interfaces, qui risquent de masquer les problèmes de diffusion, nous avons montré l'importance du choix du faisceau primaire et nous nous sommes plus particulièrement penchés sur les problèmes de rugosité, de pulvérisation, d'ionisation.

Choix des échantillons

Nous avons sélectionné deux types d'échantillons :

1°) Des couches de CdTe de quelques microns d'épaisseur épitaxiées sur des substrats de GaAs d'orientation de surface d'épitaxie (h 11) (surface A ou B). Sur ces couches nous avons préalablement réalisé des mesures de rugosité initiale. Cette rugosité est anisotrope; l'orientation cristalline de la surface du substrat induit des figures de croissance dont l'amplitude est liée au type (h11 11) du substrat. Puis nous avons étudié la rugosité induite par le faisceau primaire.

2°) Des multicouches Co/Cu obtenues par pulvérisation par jet d'ions sur des substrats de silicium (100), de MgO (110) et de verre.

L'un des échantillons M₁₁Co-Cu comprend 10 couches alternées de 5 nm de Co et 5 nm de Cu sur un substrat de Si (100). Il nous a servi à montrer l'importance du choix du faisceau primaire.

L'autre échantillon V3M Co-Cu comprend 5 couches déposées sur du verre :

verre/Cu 10 nm/Co 5 nm/Cu 10 nm/Co 5 nm/Cu 20 nm

Ce dernier est destiné à la modélisation des résultats..

---

(1) depuis janvier 1993 au Laboratoire de Métallurgie Structurale, 91405 Orsay, France

Choix des expériences et résultats :

Echantillons CdTe/GaAs(h 11) (surface B) :

La rugosité initiale des surfaces est évaluée au profilomètre.

La méthode est limitée par la dimension de la pointe du profilomètre ($R \approx 5\mu\text{m}$).

La figure (1) exprime la profondeur limite détectable en fonction de la longueur d'onde de la rugosité latérale.

Mesures au P1 sur $T=1, 1, 10$ microns

FIG.1 Courbes donnant les limites du profilomètre en fonction des diverses périodes T de rugosité.

Pour la rugosité induite, compte-tenu de la faible résolution en profondeur du profilomètre, des images ont été réalisées à fort grossissement au MEB (microscope électronique à balayage). Elles ont montré une modification de la rugosité dans les cratères :

- a) Dans le cas des surfaces (211)B la rugosité initiale importante s'estompe (fig.2)
- b) Dans le cas des surfaces (511)B la rugosité initiale, déjà importante dans la direction $\langle 110 \rangle$ est encore aggravée.

Nous envisageons d'utiliser la microscopie à force atomique pour améliorer encore la précision des mesures de rugosité.

Fig. 2 A) couche CdTe/(211)GaAs

B) couche CdTe/(511)GaAs

1) Surface

2) bord de cratère

3) fond de cratère

Modélisation

Sur la figure 3(a,b,c), nous expliquons comment la rugosité agit sur la largeur de l'interface et la forme du profil.

Soit une couche rugueuse déposée sans interdiffusion, sur un substrat lisse(a), suivant l'orientation du faisceau primaire on peut avoir : conservation de la rugosité(b), lissage de la surface(c) ou augmentation de la rugosité. On observe alors une indétermination de la position de l'interface, l'écartement Δp est caractéristique de la présence d'une rugosité. Le signe de la pente dN/dp traduit une tendance au lissage (négatif), à la conservation de la rugosité initiale (nul), à l'aggravation de la rugosité (positif). L'intensité du signal est fonction du caractère ionique des liaisons. La figure 3d montre l'effet de cette exaltation sur la position de l'intersection des profils.

Fig.3 Influence de la rugosité sur la position et la largeur de l'interface.

Echantillons M11 Co-Cu (10 couches alternées de 5nm)

Nous voyons l'importance du choix du faisceau primaire; nous constatons une rapide dégradation de la résolution en profondeur lorsqu'on attaque l'échantillon par ions O_2^+ , même si nous recouvrons l'échantillon d'un flux d'oxygène pour reconstituer la surface. Le meilleur choix reste l'utilisation d'un faisceau primaire d'ions Cs^+ d'énergie 3Kev (Fig.4).

Fig.4 Influence du choix des ions primaires sur la résolution en profondeur.

Lorsque nous formons un cratère d'une profondeur de quelques centaines à quelques milliers d'Angströms sur une largeur de cratère de $100\mu\text{m}$, nous avons en bord de cratère des pentes très faibles et formons ainsi un biseau sur l'échantillon et dévoilons des couches ayant une largeur suffisante pour être regardées au MEB analytique (Fig.5) et en imagerie ionique (Fig.6). Nous voyons l'irrégularité des interfaces entre Co et Cu et la porosité des couches de Cu.

Fig.5 Visualisation au MEB analytique des couches M11CoCu Fig.6 Visualisation à l'analyseur ionique des couches de Co

Echantillons V3M Co-Cu (5 couches alternées) : Modélisation

Fig.7

Fig.8

Fig.9

La figure 7 donne le profil brut intensité en fonction du temps, de l'échantillon.

En tenant compte de la différence de vitesse de pulvérisation et du taux d'ionisation des 2 éléments sur la figure 8 nous transformons l'échelle des temps en échelle de profondeurs, la vitesse de pulvérisation du Cobalt étant 3 fois plus lente que celle du Cuivre;

Sur la figure 9, nous convertissons l'échelle des intensités en échelle des concentrations en supposant que l'intensité maximale du plateau correspond à 100% de Cu, ce maximum n'étant plus atteint dès la seconde couche. L'estimation des 100% de Co a été pris au maximum de l'intensité. Il est impossible de connaître ces 2 phénomènes (pulvérisation et taux d'ionisation) à l'interface Co/Cu. Des mesures sur des alliages plus ou moins dilués seraient nécessaires pour poursuivre cette modélisation.

La pulvérisation varie-t-elle continûment avec la composition ? Y a-t-il exaltation d'un élément par l'autre ? Y a-t-il pulvérisation préférentielle d'un des éléments par rapport à l'autre rendant les interfaces plus rugueuses ?

En conclusion l'analyse ionique par émission secondaire est bien adaptée aux études de couches et multicouches, néanmoins il faut être prudent dans l'interprétation aux interfaces et trouver des échantillons types et des méthodes de caractérisation complémentaires pour confirmer nos résultats.