

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 23.04.92.

30 Priorité : 25.04.91 JP 9552091.

43 Date de la mise à disposition du public de la demande : 30.10.92 Bulletin 92/44.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche : *Le rapport de recherche n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71 Demandeur(s) : HITACHI, LTD — JP et HITACHI Instrument Engineering Co., Ltd — JP.

72 Inventeur(s) : Ikebe Yoshinori, Tamura Hifumi, Sumiya Hiroyuki et Furuki Akemi.

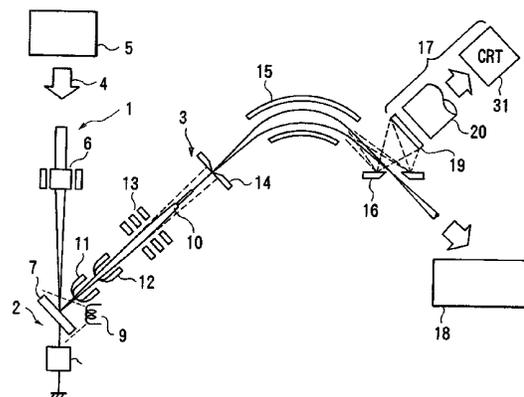
73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : Cabinet Nony et Cie.

54 Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires utilisant un procédé de limitation du champ.

57 Ce dispositif comprend un système optique (1) amène un faisceau d'ions primaires (4) à irradier un échantillon (7), dans une chambre (2), un système (3, 11-13) formant l'image d'ions secondaires émis par l'échantillon lors de son irradiation par le faisceau (4), une fente de sortie (14) laissant passer les ions secondaires émis par une zone déterminée de l'échantillon, un secteur électrique (15) pour séparer, du point de vue énergie, les ions secondaires transmis par la fente, et une fente β (16) laissant passer les ions secondaires d'une énergie prédéterminée, des moyens (31) affichant une image de l'échantillon, dont le champ est limité par la fente (14), et un secteur magnétique (18) pour analyser les ions secondaires transmis par la fente β (16).

Application notamment aux tests d'échantillons de matériaux semiconducteurs ou des matériaux isolants.



La présente invention concerne un dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires (SIMS) et plus particulièrement un dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires utilisant un procédé de limitation du champ, selon lequel seuls des ions produits par une partie de l'échantillon devant être analysé sont introduits dans une partie formant spectromètre de masse du dispositif, qui permet l'acquisition de données d'analyse présentant une haute fiabilité.

Un dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires est un dispositif dans lequel des ions secondaires, émis par une surface d'un échantillon sous l'effet de son irradiation par un faisceau d'ions primaires, pénètrent dans une partie formant spectromètre de masse du dispositif de manière à réaliser une analyse spectrométrique de masse des ions secondaires. Lorsque la surface de l'échantillon est balayée par le faisceau d'ions primaires, les éléments constitutifs de la surface de l'échantillon sont attaqués au fur et à mesure de l'écoulement du temps, ce qui permet une analyse des éléments ou constituants de l'échantillon, dans le sens de la profondeur de ce dernier. Ceci est décrit dans le brevet US N°3 894 233.

Dans le cas où l'échantillon est un conducteur, des charges produites sur une surface de l'échantillon sont dissipées dans l'échantillon conducteur même si la réception et la libération de charges, y compris l'irradiation de la surface de l'échantillon par un faisceau d'ions primaires et l'émission d'ions secondaires et d'électrons secondaires par la surface de l'échantillon, se produisent au niveau de cette surface. Cependant, dans le cas où l'échantillon est un isolant, les charges produites à la surface de l'échantillon y subsistent (ou s'accumulent) et par conséquent la surface de l'échantillon se charge. C'est pourquoi l'énergie d'ions secondaires émis par la surface de l'échantillon varie en fonction des charges qui

s'accumulent sur la surface de l'échantillon. Lorsque de tels ions secondaires sont introduits dans une partie formant spectromètre de masse, la précision de l'analyse spectrométrique de masse des ions secondaires s'en trouve affectée.

Un procédé permettant d'éviter le phénomène de charge à la surface de l'échantillon, qui affecte l'analyse spectrométrique de masse d'ions secondaires, est un procédé de projection d'électrons, décrit dans la demande de brevet japonais JP-B2-54-6912. Lorsqu'une surface d'un échantillon est irradiée par un faisceau d'ions primaires de telle sorte que des ions secondaires et des électrons secondaires sont émis par la surface de l'échantillon, cette surface se charge en général de charges positives. Selon le procédé de projection d'électrons, on irradie la surface de l'échantillon par des électrons de manière à neutraliser les charges positives avec lesquelles, sinon, la surface de l'échantillon est chargée.

Un autre procédé permettant d'éviter le phénomène de charges à la surface d'un échantillon d'isolant est un procédé à conductivité induite par bombardement électronique (EBIC), décrit par Y. Ikebe et consorts Seventh Int. Conference on SIMS, (1989), pp. 891-894. Selon le procédé EBIC, la surface de l'échantillon est irradiée par les électrons, et ce sur la base du même principe que celui du procédé de production d'électrons, pour former une couche électriquement conductrice sur la surface de l'échantillon de manière que des charges s'accumulent sur cette surface soient dissipées dans la couche conductrice.

Les deux procédés mentionnés précédemment sont efficaces dans le cadre du dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires, mais posent les problèmes indiqués ci-après.

Dans le procédé de projection d'électrons, bien que l'on cherche à éviter la charge de la surface d'un

échantillon isolant par irradiation de cette surface par des électrons, il n'est pas possible de neutraliser de façon suffisante la charge accumulée à la surface de l'échantillon. En outre, aucun moyen n'est prévu pour
5 confirmer le degré de neutralisation.

Dans le procédé EBIC, la couche conductrice formée selon ce procédé peut être éliminé au fur et à mesure du déroulement dans le temps de l'analyse de la surface de l'échantillon, pour ce qui concerne les couches devant être
10 analysées dans le sens de la profondeur. De ce fait, un phénomène de charge peut à nouveau se produire à la surface de l'échantillon, ou bien l'état de charge de la surface de l'échantillon peut varier. Aucun moyen n'est prévu pour déterminer quantitativement une telle variation de l'état de
15 charge.

En effet, selon les procédés d'analyse d'isolants mentionnés précédemment et utilisés dans le dispositif SIMS classique, on ne prend pas en considération (1) le fait de prendre des dispositions pour confirmer le fait qu'une
20 charge est évitée, et (2) le fait de prendre des dispositions pour déterminer quantitativement la variation de l'état de charge. C'est pourquoi, lors de l'analyse d'un isolant au moyen de la technique antérieure, il n'est pas possible de déterminer quantitativement l'état de charge,
25 et par conséquent la fiabilité des données acquises est fortement remise en question.

Comme autre technique antérieure, on connaît un dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires, qui utilise un procédé de limitation du champ, décrit par
30 H. Tamura et consorts "DEVELOPMENT OF A NEW FIELD LIMITING METHOD FOR SIMS", SIMS VII, (1989), pp. 903-906. Dans le cas où l'analyse spectrométrique de masse des éléments constitutifs d'une surface d'un échantillon est exécutée au moyen du balayage de la surface de l'échantillon par un
35 faisceau d'ions primaires, moyennant une déviation de ce

faisceau, l'analyse progresse, d'une manière graduelle en fonction du temps, jusqu'à l'élément constitutif d'une couche plus profonde. En général, dans ce cas, les ions secondaires émis à partir du voisinage de la partie marginal
5 d'une région de balayage de la surface de l'échantillon par le faisceau d'ions primaires, proviennent d'une couche moins profonde qu'une couche à partir de laquelle des ions secondaires sont émis à partir du voisinage d'une partie centrale de la région de balayage. C'est pourquoi, la pré-
10 cision de l'analyse des constituants de chaque couche dans le sens de la profondeur de l'échantillon est mauvais. Conformément au procédé de limitation du champ, des ions secondaires émis au niveau de la zone marginale de la région de balayage d'une surface d'un échantillon par un
15 faisceau d'ions primaires sont interceptés, et seuls des ions secondaires émis au niveau de la partie centrale de la zone de balayage sont introduits dans une partie formant spectromètre de masse du dispositif.

Un but de la présente invention consiste à réaliser
20 un dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires(SIMS), qui prévoit de régler quantitativement l'état de charge d'une surface de l'échantillon et de déterminer quantitativement l'état de charge de cette surface.

Ce problème est résolu dans un dispositif de
25 spectrométrie de masse à ions secondaires utilisant un procédé de limitation du champ, caractérisé en ce qu'il comprend:

un système optique pour ions primaires, servant à
30 faire converger des ions primaires émis par une source d'ions en tant que faisceau d'ions primaires pour irradier un échantillon au moyen de ce faisceau;

une chambre à échantillon destinée à loger ledit
échantillon irradié par le faisceau d'ions primaire délivré par ledit système optique pour ions primaires;

35 un système optique pour ions secondaires, compre-

nant un système optique de formation d'images pour former l'image d'ions secondaires émis par ledit échantillon sous l'effet de son irradiation par le faisceau d'ions primaires, une fente de sortie permettant le passage uniquement d'ions secondaires émis par une zone prédéterminée d'émission d'ions secondaires sur ledit échantillon, un secteur électrique pour séparer, du point de vue énergie, des ions secondaires qui ont traversé ladite fente de sortie et une fente β laissant passer ceux des ions secondaires, dont l'énergie a été séparée par ledit secteur électrique et qui possède une énergie prédéterminée;

des moyens d'affichage pour afficher une image de l'échantillon, dont le champ est limité par ladite fente de sortie sur la base d'ions secondaires captés par ladite fente β ; et

un secteur magnétique pour analyser les ions secondaires ayant traversé ladite fente β .

Dans un dispositif SIMS selon la présente invention, un dispositif de contrôle du nombre total d'ions est intercalé entre un secteur électrique et un secteur magnétique d'un système optique pour ions secondaires, et il est prévu des moyens d'observation permettant d'observer directement la déviation de la trajectoire d'ions secondaires produits par le potentiel de charge sur une surface de l'échantillon, sous la forme d'une image à champ limité, moyennant l'utilisation d'un procédé de limitation du champ en combinaison avec le dispositif de contrôle du nombre total des ions.

Le dispositif peut être équipé de moyens de réglage permettant de régler quantitativement la déviation de la trajectoire des ions secondaires moyennant l'utilisation de l'image à champ limité.

Le dispositif peut être équipé d'un moyen pour déterminer quantitativement l'état de charge d'une surface de l'échantillon lors de l'analyse de ce dernier moyennant

l'utilisation de l'image à champ limité.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront de la description donnée ci-après prise en référence aux dessins annexés, sur lesquels:

- 5 - la figure 1A est un schéma montrant l'agencement d'un dispositif SIMS conforme à une forme de réalisation de la présente invention;
- la figure 1B est un schéma montrant les détails d'une partie principale du dispositif représenté sur la
10 figure 1A;
- les figures 1C et 1D sont des diagrammes permettant d'expliquer le principe de la présente invention;
- les figures 2A et 2B sont des graphiques montrant chacun une relation entre une image à champ limité et
15 un profil d'un élément dans le sens de la profondeur;
- les figures 3A à 3C sont des diagrammes permettant d'expliquer le réglage quantitatif du potentiel de charge d'une surface de l'échantillon moyennant
20 l'utilisation d'une image à champ limité et d'un procédé de projection d'électrons;
- les figures 4A à 4D sont des diagrammes montrant la variation d'une image à champ limité lors de l'analyse des éléments constitutifs d'une couche de Al et d'une couche de SiO₂ dans le sens de la profondeur, dans un
25 état dans lequel le phénomène de charge n'est pas empêché;
- la figure 5 représente un profil élémentaire de la couche de Al et de la couche de SiO₂ dans l'état dans lequel le phénomène de charge n'est pas empêché;
- les figures 6A à 6D sont des diagrammes permettant d'expliquer un processus selon lequel le potentiel de charge de surface d'un échantillon contenant une couche de Al et une couche de SiO₂ est neutralisé, moyennant
30 l'observation d'une image à champ limité pour la couche de SiO₂;
- 35 - la figure 7 montre un profil élémentaire de la

couche de Al et de la couche de SiO₂ dans le sens de la profondeur une fois exécuté le réglage du potentiel de charge;

5 - la figure 8 est une coupe transversale partielle permettant d'expliquer un procédé de maintien d'un échantillon dans le cas où ce dernier possède de faibles dimensions;

10 - la figure 9 représente un profil élémentaire d'un échantillon d'isolant formé d'une poudre ou de particules de Al₂O₃; et

15 - la figure 10 est un tableau montrant le résultat de l'estimation de la stabilité de l'intensité des ions secondaires pour l'échantillon d'isolant formé d'une poudre de Al₂O₃.

20 On va maintenant expliquer des formes de réalisation de la présente invention en référence aux dessins annexés.

25 Les figures 1A et 1B représentent un dispositif SIMS conforme à une forme de réalisation de la présente invention, et les figures 1C et 1D sont des diagrammes permettant d'expliquer la relation entre la déviation de la trajectoire d'ions secondaires, provoquée par un phénomène de charge, et une image à champ limité.

30 En référence à la figure 1A, le dispositif SIMS comprend un système optique 1 pour ions primaires, une chambre à échantillon 2 et un système optique 3 pour ions secondaires. Le système optique 1 pour ions primaires est constitué par une source d'ions 5 servant à produire un faisceau d'ions primaires 4, et une électrode de déviation 6 pour réaliser un balayage de trame du faisceau d'ions primaire 4. La chambre à échantillons 2 est constituée par une partie de support pour un échantillon 7, une source 8 d'énergie d'accélération des ions secondaires, et une sortie 9 de projection d'électrons servant à irradier la surface de l'échantillon 7 avec un faisceau d'électrons

35

lorsque l'échantillon 7 est un isolant. Le système optique 3 pour ions secondaires est constitué par une électrode d'extraction 11 servant à extraire des ions secondaires 10, une électrode de post-accélération 12, une lentille de projection 13 servant à focaliser les ions secondaires 10 dans une fente de sortie 14 (qui peut être également désignée sous l'expression fente de limitation du champ), la fente de sortie 14 laissant passer d'une manière limitée les ions secondaires focalisés 10, un secteur électrique 15 servant à séparer, du point de vue des énergies, les ions secondaires, un dispositif 17 de contrôle du nombre total d'ions (désigné ci-après par TIM), permettant d'observer une image de la fente à champ limité (ou image TIM) dans une fente β 16, et un secteur magnétique 18 servant à réaliser la séparation de masse des électrons secondaires.

Le dispositif TIM 17 comprend un scintillateur 19 servant à capter des électrons émis par la fente β 16 sous l'effet de son bombardement par les ions secondaires 10, et un photomultiplicateur 20 servant à détecter un signal délivré par le scintillateur 19. Un signal TIM obtenu est affiché en tant qu'image TIM par un tube cathodique 31.

Comme représenté de façon plus détaillée sur la figure 1B, la chambre à échantillon comprend une partie en forme de grillage 26 agencée de manière à entourer l'échantillon 7. La partie en forme de grillage 26 est raccordée à la source 8 d'énergie d'accélération des ions secondaires et à l'électrode d'extraction 11. La partie 9 de projection d'électrons possède une électrode en forme de filament 28 au niveau d'une partie centrale d'une électrode perforée 27, et un courant de chauffage de l'électrode en forme de filament 28 peut être réglé au moyen d'une source d'énergie 29 d'alimentation du filament. Un potentiel de l'électrode en forme de filament 28 par rapport à l'échantillon 7 peut être réglé au moyen d'une source de tension variable 30.

Un faisceau d'ions primaires balaye la surface de l'échantillon 7 sous l'effet de l'action de l'électrode de déviation 6. Pour que des électrons secondaires émis par la surface de l'échantillon soient focalisés dans la position de la fente de sortie (ou fente de limitation du champ) 14, la partie des ions secondaires émis par la surface de l'échantillon, qui est émise à partir d'une partie approximativement périphérique d'une zone de la surface de l'échantillon balayée par le faisceau d'ions primaires, est interceptée par la fente de sortie 14 ou est empêchée de pénétrer dans le secteur électrique 15. Par conséquent, seule la partie des ions secondaires émis par la surface de l'échantillon, qui est émise par une partie approximativement centrale de la zone de balayage de la surface de l'échantillon par le faisceau d'ions primaires, est introduite dans le secteur électrique 15. Ceci produit un champ limité ou entraîne une limitation du champ.

Le secteur électrique 15 a pour rôle de réaliser la séparation d'énergie des ions secondaires. C'est pourquoi, la partie des ions traversant le secteur électrique 15, qui possède une énergie supérieure ou inférieure à l'énergie prédéterminée, est empêchée par la fente β 16 de pénétrer dans le secteur magnétique 18, comme représenté par la ligne formée de tirets.

Le dispositif 17 de contrôle du nombre total d'ions délivre un signal de détection pour son affichage sur le tube cathodique en synchronisme avec une action de déviation de l'électrode de déviation 6. Sur le tube cathodique est affichée une image de la surface de l'échantillon, dont le champ est limité par la fente de sortie 14, comme représenté dans la partie gauche de la figure 1D. En se référant à l'image représentée, le cadre extérieur 22 de l'image représente la zone de balayage du faisceau d'ions primaires, une partie hachurée représente une partie dans laquelle les ions secondaires sont inter-

ceptés par la fente de sortie 14, et une partie centrale brillante (ou claire) est une région dans laquelle les ions secondaires pénètrent dans une partie formant spectromètre de masse.

5 Comme cela a été mentionné précédemment, l'image d'un diagramme d'émission d'ions secondaires produits par la surface de l'échantillon sous l'effet de son irradiation par un faisceau d'ions primaire est reproduite dans la position de la fente de sortie 14 par la lentille de projection 10 13. Le champ du diagramme d'émission est limité par la fente de sortie (ou fente de limitation du champ) 14 de sorte que des ions secondaires produits par la partie périphérique de la région de balayage dans le faisceau d'ions primaires sont interceptés et que seuls des ions secondaires 15 souhaitables produits par la partie centrale de la région de balayage du faisceau d'ions primaires sont introduits dans la partie formant spectromètre de masse. A cet instant, un champ brillant dans la fente de sortie 14 est observé directement au moyen du tube cathodique 31. Le processus 20 indiqué précédemment est désigné sous l'expression procédé de limitation du champ, associé à un dispositif de comptage du nombre total d'ions (TIM). Par conséquent, on utilise le procédé de limitation du champ en association avec le dispositif TIM pour observer directement la déviation 25 de la trajectoire des électrons secondaires sous l'effet du potentiel de charge de la surface de l'échantillon sous la forme d'une image TIM d'une part pour régler quantitativement le potentiel de charge de la surface de l'échantillon et d'autre part pour contrôler de façon 30 continue l'image TIM lors de l'analyse afin que l'état de charge de la surface de l'échantillon puisse être déterminé quantitativement.

 Dans le cas où le potentiel de charge de la surface de l'échantillon est 0, l'image du diagramme 35 d'émission est reproduite dans la position centrale de la

fente de sortie 14 et par conséquent une partie centrale de la distribution de l'énergie secondaire est transmise par une partie centrale de la fente β 16. C'est pourquoi, une image de la fente de sortie 14 est projetée de façon correspondante telle quelle dans la fente de sortie β 16. Par conséquent, on observe l'image TIM qui possède une forme dans laquelle la partie centrale de la zone de balayage du faisceau d'ions primaires est positionnée dans une partie centrale de l'image. D'autre part, dans le cas où un potentiel de charge est produit sur la surface de l'échantillon, l'image du diagramme d'émission est formée dans une position décalée par rapport à la position centrale de la fente de sortie et par conséquent une partie marginale du diagramme d'émission traverse la fente β . Par conséquent, l'image TIM est observée avec une forme dans laquelle la partie centrale de la zone de balayage du faisceau d'ions primaires est positionnée au niveau d'une partie d'extrémité et d'une partie marginale de l'image. Ainsi, il est possible d'observer la déviation de la trajectoire des ions secondaires due au potentiel de charge de surface de l'échantillon, d'une manière directe et continue à l'aide de l'image TIM.

Dans le dispositif SIMS indiqué précédemment, dans le cas où l'échantillon 7 est un conducteur, le potentiel de charge de la surface de l'échantillon est 0 même si la surface de l'échantillon est irradiée par un faisceau d'ions primaires. Par conséquent, pourvu que la tension de la source 8 d'énergie d'accélération des ions secondaires soit égale à V_a , l'énergie initiale des ions secondaires est eV_a en électrons-volts (eV), et les ions secondaires suivent une trajectoire représentée par la ligne en trait plein sur la figure 1A. D'autre part, dans le cas où l'échantillon 7 est un semiconducteur ou un isolant, la surface de l'échantillon 7 est chargée à un potentiel de charge V_c en volts (V) par irradiation par un faisceau

d'ions primaires, et par conséquent l'énergie initiale des ions secondaires 10 devient $e(V_a+V_c)$ électrons-volts. Par conséquent les ions secondaires suivent une trajectoire déviée telle que représentée par la ligne formée de tirets sur la figure 1A. Compte tenu de cette déviation de la trajectoire des ions secondaires, une distribution d'énergie des ions secondaires dans la fente β 16 est décalée d'une position représentée par une ligne en trait plein, à une position représentée par une ligne formée de tirets (voir la figure 1C). Par conséquent, une image TIM 23 de la zone de balayage 22 du faisceau primaire (affichée sur le tube cathodique) conduit à une image décalée, comme représenté sur le côté droit de la figure 1D.

En effet, dans le cas où le potentiel de charge est 0, seule une partie centrale d'un signal d'ions secondaire est transmise par une partie centrale de la fente β 16 et, à cet instant, une région 24 de réception des ions secondaires (ou image TIM) est positionnée dans une partie centrale de la zone de balayage du faisceau d'ions primaires 4. Cela signifie que seuls des ions secondaires provenant d'une partie centrale d'un cratère 7a formé par corrosion par le faisceau d'ions primaires 4 dans la surface de l'échantillon 7 pénètre dans cette surface. D'autre part, dans le cas où le potentiel de charge est V_c (en volts), une partie en forme de jupe du signal formé par les ions secondaires traverse la fente β 16 et par conséquent l'image TIM est positionnée dans une partie d'extrémité de la région de balayage 22 du faisceau d'ions primaires. Cela signifie que des ions secondaires émanant d'une partie marginale du cratère 7a formé par corrosion sont reçus. A partir de ce qui précède, on peut comprendre que la déviation de la trajectoire des ions secondaires sous l'effet du phénomène de charge peut être observée directement sous la forme de l'image TIM 23.

On va maintenant expliquer l'influence effective

de la déviation de la trajectoire des ions secondaires sur une analyse élémentaire dans le sens de la profondeur en référence aux figures 2A et 2B. Sur ces figures, les abscisses de chaque graphique représentent un temps (ou une
5 profondeur) et les ordonnées représentent l'intensité relative des ions secondaires. Sur chaque graphique, on a également représenté une image à champ limité et un cratère formé par corrosion.

Dans le cas où une image TIM est ajustée comme
10 pour une surface métallique devant être positionnée dans la partie centrale de la zone de balayage et si on analyse ensuite une pastille de GaAs dopé par l'ion ^{28}Si , et possédant une haute résistivité, l'image TIM est décalée vers l'extrémité de droite de la zone de balayage en raison du
15 décalage de l'énergie initiale des ions secondaires, provoqué par une différence de potentiel de contact entre le métal et le GaAs, comme représenté sur la figure 2A, de sorte qu'un profil de AsSi possède un épaulement au niveau d'une partie formant jupe compte tenu d'un effet de bord de cratère. D'autre part, dans le cas où on ajuste une image TIM
20 sur une surface de GaAs et où on effectue ensuite une mesure ou une analyse, le profil de AsSi obtenu ne comporte aucune partie étagée, comme représenté sur la figure 2B, étant donné que seuls des ions secondaires émanant de la
25 partie centrale du cratère ont pénétré. A partir de ce qui précède, on doit comprendre qu'une très faible différence de potentiel de contact a une influence importante sur la déviation de la trajectoire des ions secondaires.

Ci-après, on va expliquer des moyens selon la
30 présente invention pour le réglage quantitatif du potentiel de charges de la surface de l'échantillon moyennant l'utilisation d'un procédé de projection d'électrons, avec observation de l'image TIM. On va donner l'explication concernant les figures 3A à 3C. Un isolant massif AlN est
35 utilisé à titre d'échantillon. Dans le cas où l'énergie

initiale des ions secondaires est passée à une valeur $e(V_a+V_c)$ en électrons-volts compte tenu du potentiel de charge V_c en volts, la distribution de l'énergie des ions secondaires est décalée par rapport à la fente β 16, comme
5 cela est représenté par une ligne formée de tirets sur la figure 3A, et l'image TIM se présente sous la forme d'une petite image à gauche dans la partie inférieure gauche de la zone de balayage 22, comme représenté sur la figure 3B. Si on irradie graduellement la surface de l'échantillon
10 dans un tel état en utilisant un faisceau d'électrons au moyen de la partie 9 de projection d'électrons, moyennant un réglage de la source d'énergie 29 du filament et de la source de tension variable 30, l'image TIM est décalée graduellement en direction de la partie centrale de la région
15 de balayage 22 de sorte qu'une image TIM possédant une luminosité élevée et un contour net apparaît finalement dans la partie centrale de la zone de balayage 22, comme représenté sur la figure 3C. De cette manière, on peut régler quantitativement la déviation de la trajectoire des ions
20 secondaires sous l'effet du potentiel de charge en observant l'image TIM.

On va expliquer maintenant un procédé pour analyser un échantillon d'isolant à couches multiples moyennant l'utilisation d'une technique selon la présente invention,
25 en référence aux figures 4 à 7.

Comme représenté sur la figure 4A, un échantillon 7 utilisé dans la présente forme de réalisation est un échantillon d'isolant à trois couches qui comprend une couche 41 de Al, une couche 42 de SiO_2 et un substrat 43 en
30 Si. Sur la figure 4A, on a représenté trois étapes du procédé en rapport avec l'analyse de l'échantillon. Les figures 4B à 4D montrent des images TIM correspondant aux trois étapes du procédé pour une modification de l'image TIM lors de la mesure d'un profil de Al pour la couche Al
35 et de la couche de SiO_2 dans un état dans lequel le phéno-

mène de charge n'est pas empêché.

Tout d'abord, la mesure d'un profil d'un élément ou un profil du Al dans le sens de la profondeur démarre après qu'une trajectoire d'ions secondaires ait été réglée
5 au moyen d'une image TIM comme pour la couche de Al, qui est un conducteur, comme représenté sur la figure 4B. Lorsqu'un faisceau d'ions primaires 4 se rapproche de la couche 42 de l'isolant SiO_2 au fur et à mesure de la progression de la pulvérisation, une partie centrale de
10 l'image TIM s'assombrit comme représenté sur la figure 4C, sous l'effet de la production d'une charge localisée dans la partie centrale de la surface de l'échantillon. Lorsque le faisceau d'ions primaires 4 atteint la couche d'isolant 42 en SiO_2 , la partie centrale de l'image TIM devient com-
15 plètement sombre, comme représenté sur la figure 4D, ce qui a pour effet que des ions secondaires ne sont pas introduits dans le secteur magnétique 18 et que par conséquent la mesure du profil de Al devient impossible, comme représenté sur la figure 5. Ce qui a été indiqué précédemment
20 montre que la mesure du profil de Al devient impossible en raison de la production d'une charge localisée, même si le potentiel de charge est réglé avant la mesure et qu'un tel état de charge peut être contrôlé d'une manière continue.

Ci-après, on va expliquer un procédé de réglage
25 du potentiel de charge de l'échantillon mentionné précédemment, en se référant aux figures 6A à 6D. Lorsque la couche d'isolant 42 en SiO_2 est irradiée par le faisceau d'ions primaires 4, comme représenté sur la figure 6A, l'image TIM telle que représentée sur la figure 6B est tout d'abord ob-
30 servée. Si, dans un tel état, l'échantillon 7 est irradié graduellement par un faisceau d'électrons par la partie 9 de projection d'électrons, une partie centrale de l'image TIM devient graduellement brillante comme représenté sur la figure 6C. Lorsqu'on augmente graduellement la quantité de
35 rayonnement du faisceau d'électrons ou la quantité

d'électrons projetés, l'image TIM devient entièrement brillante comme représenté sur la figure 6D. Ce qui précède montre que le procédé de projection d'électrons a permis d'obtenir une suppression complète du phénomène de charge.

5 Un profil de Al mesuré dans de telles conditions est affiché de façon stable, comme représenté sur la figure 7, même après que le faisceau d'ions primaires a atteint la couche d'isolant de SiO₂.

Enfin, on va expliquer un exemple de mesure auquel est appliqué la présente invention. Un échantillon
10 utilisé est formé de particules de Al₂O₃ possédant un diamètre non supérieur à quelques microns. La figure 8 montre un procédé de maintien de l'échantillon dans le cas où ce dernier possède de faibles dimensions. On forme une couche
15 52 de In sur un porte-échantillon 51 et on projette des particules 53 de Al₂O₃ sur la couche 52 de In. Ensuite, on fait fusionner la couche 52 de In à l'aide d'un pistolet de soudage ou d'un fer à souder de sorte que les particules 53 de Al₂O₃ sont fixées. On irradie ou on bombarde
20 l'échantillon (ou les particules 53 de Al₂O₃,) soumis à un tel prétraitement, avec un faisceau d'électrons. Ensuite, on forme une couche 54 de conductivité induite par bombardement électronique (EBIC) moyennant l'interposition d'une pellicule mince de la couche 52 de In autour des particules
25 53 de l'échantillon, comme cela ressort à l'évidence de la vue à plus grande échelle représentée sur la figure 8. Dans cet état, le phénomène de charge est complètement supprimé conformément à la technique imaginée selon la présente invention, et on effectue ensuite une mesure. La figure 9
30 montre les profils mesurés de Al, AlO et Al₂. Comme cela est représenté, chaque profil est stable. Le résultat de l'estimation de la stabilité de l'intensité des ions secondaires est confirmé dans un tableau représenté sur la figure 10. Comme on le voit dans ce tableau, la variation de
35 l'énergie des ions secondaires était égale à environ 2 % et

l'écart-type relatif indicatif d'une variation d'intensité des ions est égal à 1 %, c'est-à-dire que l'on a obtenu un résultat satisfaisant.

Comme cela ressort de ce qui précède, conformément à la présente invention, on utilise un procédé de limitation du champ, associé à une image TIM, pour l'analyse d'un isolant, ce qui permet de régler quantitativement le potentiel de charge à la surface d'un échantillon et de permettre une détermination quantitative de l'état de charge. Il en résulte que l'on obtient des données avec une haute fiabilité.

REVENDICATIONS

1. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires utilisant un procédé de limitation du champ, caractérisé en ce qu'il comprend:

- 5 un système optique (1) pour ions primaires, servant à faire converger des ions primaires émis par une source d'ions (5) en tant que faisceau d'ions primaires (4) pour irradier un échantillon (7) au moyen de ce faisceau;
- 10 une chambre à échantillon (2) destinée à loger ledit échantillon irradié par le faisceau d'ions primaires délivré par ledit système optique pour ions primaires;
- 15 un système optique (3) pour ions secondaires, comprenant un système optique de formation d'images (11-13) pour former l'image d'ions secondaires émis par ledit échantillon sous l'effet de son irradiation par le faisceau d'ions primaires, une fente de sortie (14) permettant le passage uniquement d'ions secondaires émis par une zone prédéterminée d'émission d'ions secondaires sur ledit échantillon, un secteur électrique (15) pour séparer, du
- 20 point de vue énergie, les ions secondaires qui ont traversé ladite fente de sortie et une fente β (16) laissant passer ceux des ions secondaires, dont l'énergie a été séparée par ledit secteur électrique et qui possède une énergie prédéterminée;
- 25 des moyens d'affichage (31) pour afficher une image de l'échantillon, dont le champ est limité par ladite fente de sortie sur la base d'ions secondaires captés par ladite fente β ; et
- 30 un secteur magnétique (18) pour analyser les ions secondaires ayant traversé ladite fente β .

2. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit système optique comprend en outre des moyens déviateurs (6) pour balayer une surface dudit échantillon au

35 moyen dudit faisceau d'ions primaires.

3. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon l'une des revendications 1 ou 2, caracté-
rié en ce que lesdits moyens d'affichage comprennent un
dispositif d'affichage (31) à tube cathodique pour afficher
5 l'image de l'échantillon, dont le champ est limité, en syn-
chronisme avec le balayage exécuté par lesdits moyens dé-
viateurs.

4. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon l'une quelconque des revendications 1 à
10 3, caractérisé en ce que ladite chambre à échantillon com-
prend des moyens (9) de projection d'électrons pour proje-
ter des électrons sur ledit échantillon.

5. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon la revendication 4, caractérisé en ce que
15 lesdits moyens de projection d'électrons comprennent un fi-
lament (28) pour émettre des électrons et des moyens
(29,30) pour régler la quantité d'électrons projetés.

6. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon la revendication 5, caractérisé en ce que
20 lesdits moyens de réglage de la quantité d'électrons proje-
tés comprennent des moyens (29) pour régler un courant en-
voyé audit filament.

7. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon la revendication 5, caractérisé en ce que
25 lesdits moyens de réglage de la quantité d'électrons proje-
tés comprennent des moyens (30) pour régler le potentiel
dudit filament par rapport audit échantillon.

8. Dispositif de spectrométrie de masse à ions secondaires selon la revendication 1, caractérisé en ce que
30 lesdits moyens d'affichage comprennent des moyens pour ob-
server ladite image de l'échantillon, dont le champ est li-
mité, pour l'observation d'un état de charge d'une surface
dudit échantillon.

9. Dispositif de spectrométrie de masse à ions
35 secondaires selon la revendication 8, caractérisé en ce que

ladite chambre à échantillon comprend des moyens (9) pour neutraliser l'état de charge de la surface de l'échantillon, tout en observant l'état de charge à l'aide desdits moyens d'affichage.

FIG. 1C

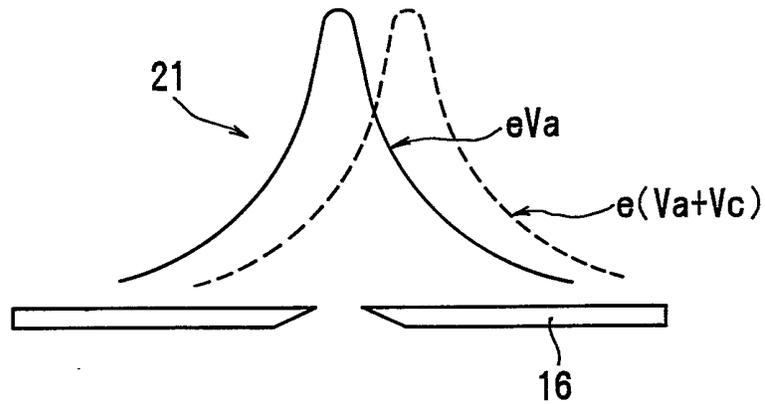


FIG. 1D

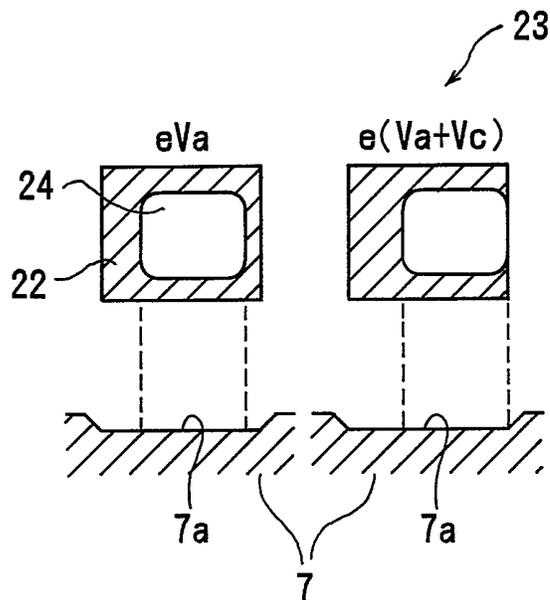


FIG.2A

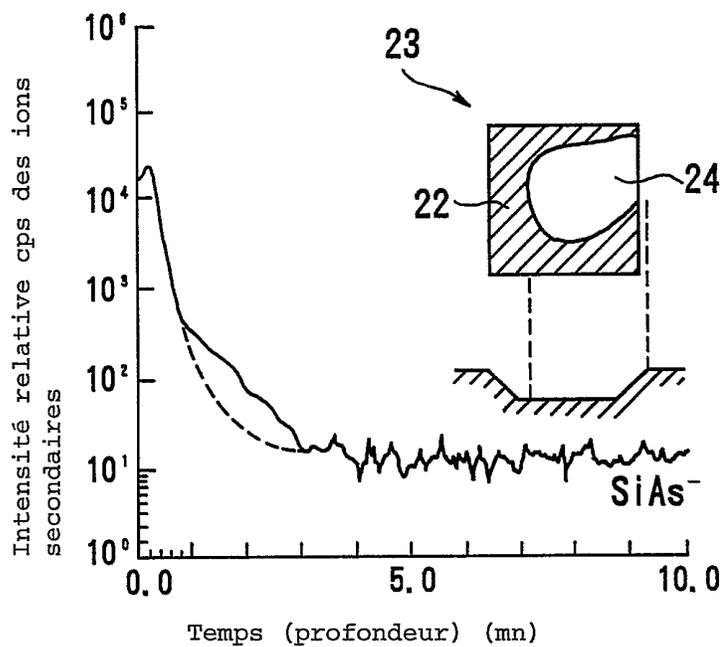


FIG.2B

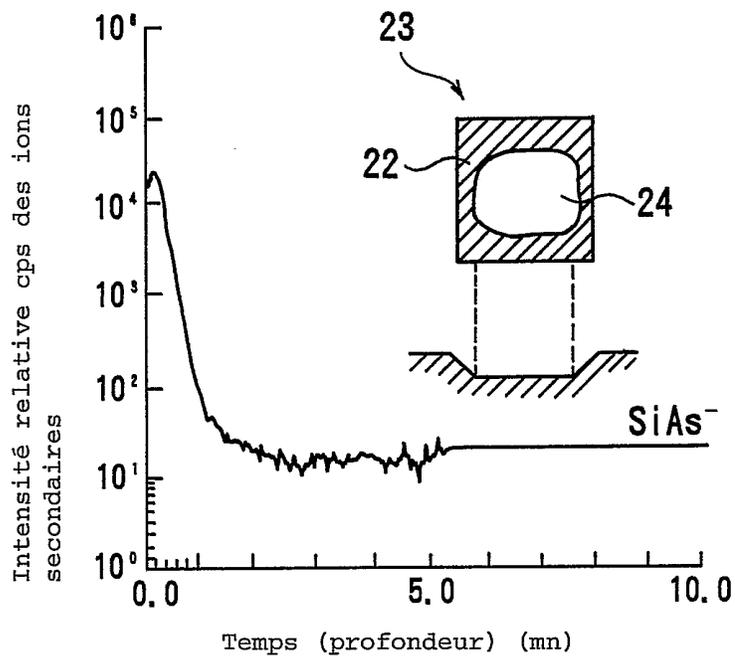


FIG. 3A

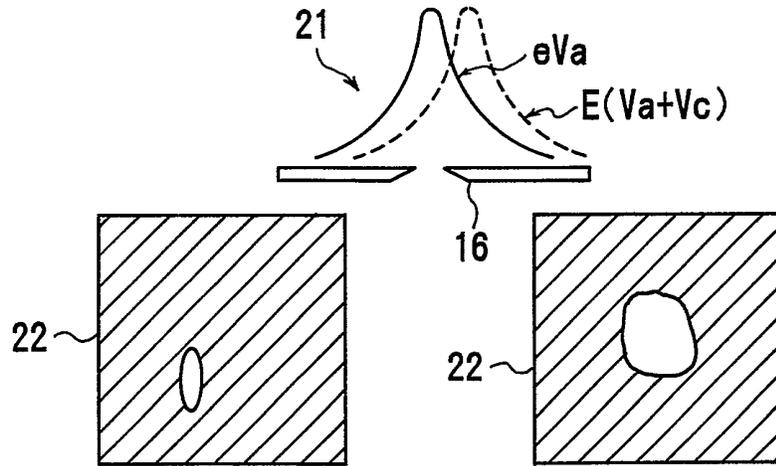


FIG. 3B

FIG. 3C

FIG. 4A

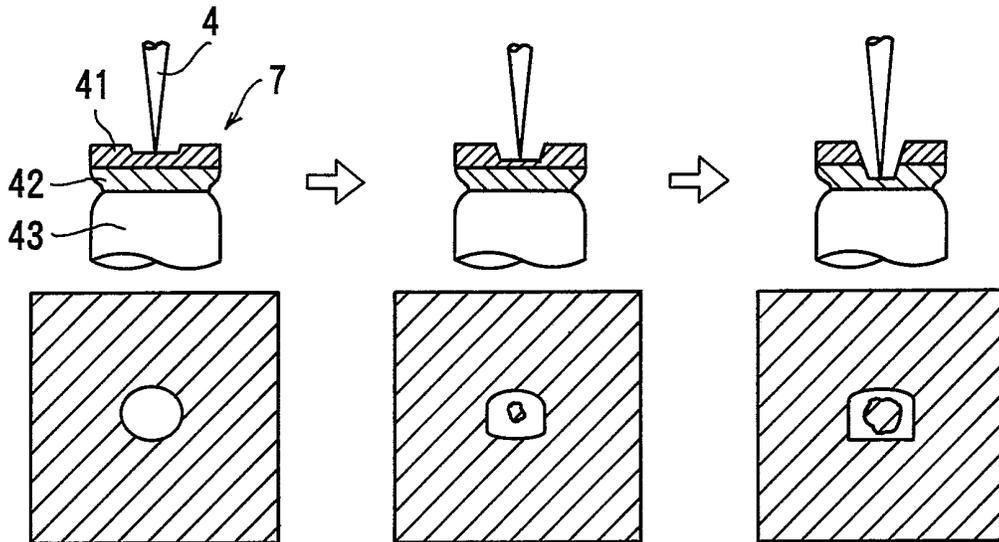


FIG. 4B

FIG. 4C

FIG. 4D

FIG.5

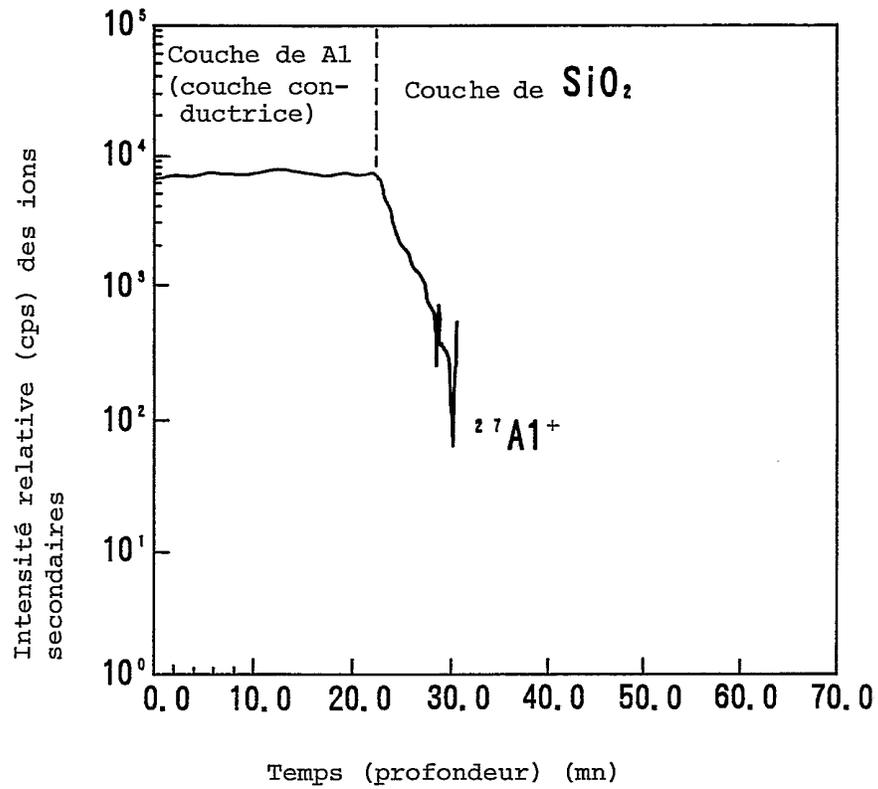


FIG.6A

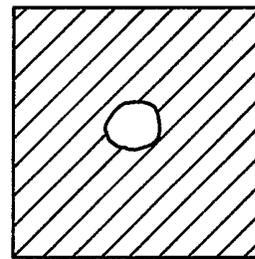
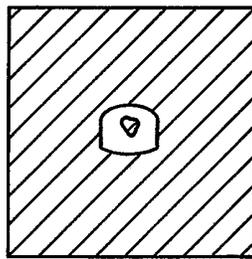
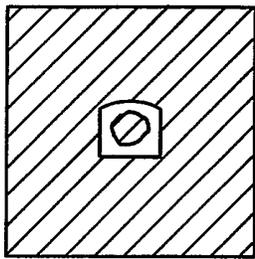
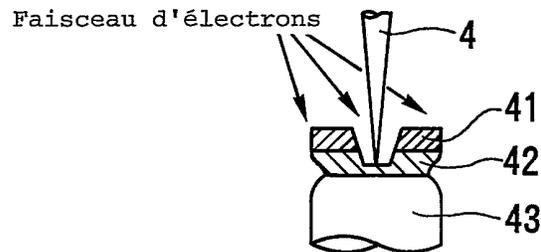


FIG.6B FIG.6C FIG.6D

FIG.7

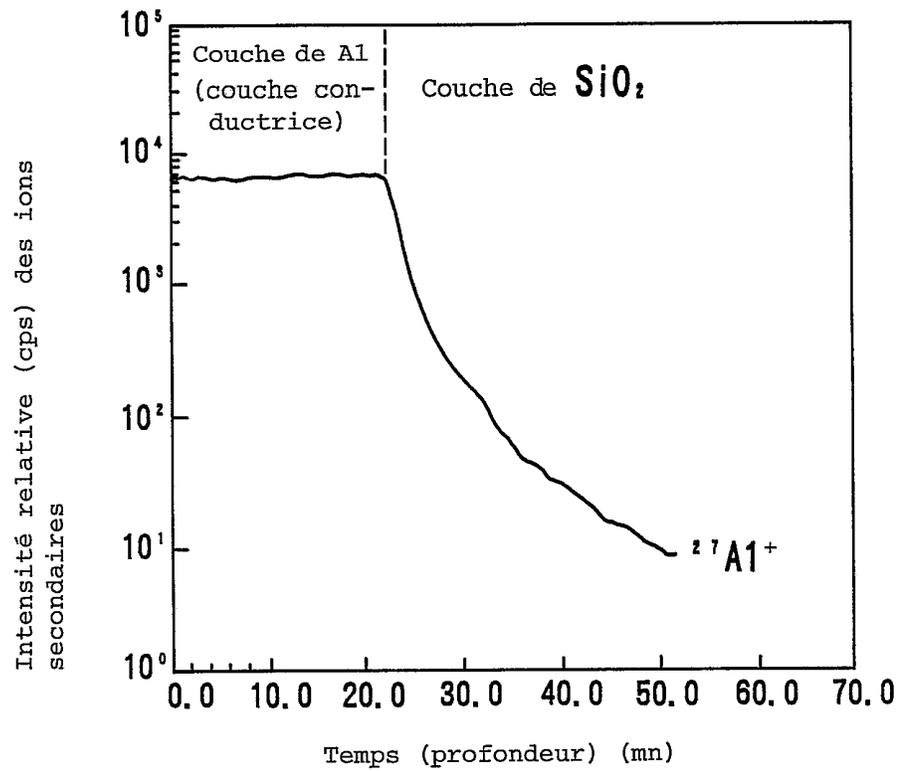


FIG.8

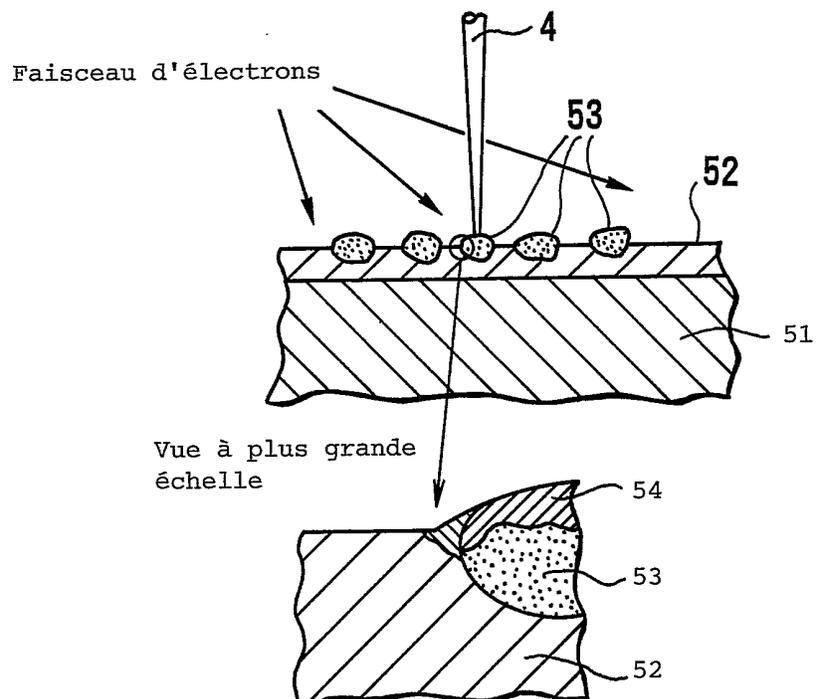


FIG.9

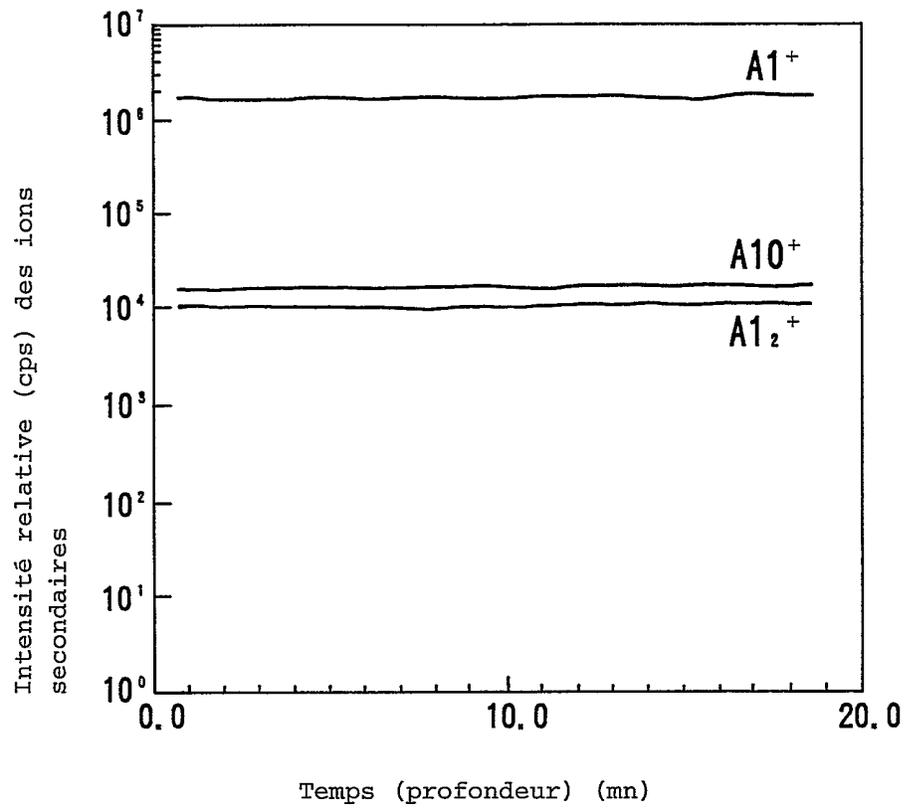


FIG.10

N° du balayage	Temps	$^{27}\text{Al}^+$	$^{27}\text{Al}^{18}\text{O}^+$	$^{27}\text{Al}_2^+$
1	1.2	1717433	15965	10527
2	2.4	1648136	16168	10646
3	3.6	1633626	15991	10651
4	4.8	1613437	15997	10425
5	6.0	159921	15774	10382
6	7.2	1567668	15789	10680
7	8.4	1620029	16452	10462
8	9.6	1643553	15974	10537
9	10.8	1604268	15846	10674
10	12.0	1598260	15675	10721
11	13.2	1584995	15984	10495
12	14.4	1639041	15941	10768
13	15.6	1577951	16263	10710
14	16.8	1578196	16216	10609
15	18.0	1661414	16218	10674
16	19.2	1622540	16135	10587
Moyenne		1600000	16000	10600
Ecart-type		2 %	2 %	1 %
Ecart-type relatif		1 %	1 %	1 %