

1A 20 000 486

50376-  
1999-  
195

N° d'ordre :

# THESE

présentée à  
L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE  
(U.F.R. d'Electronique)  
pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITE LILLE I

Spécialité : ELECTRONIQUE

par

**PHILIPPE LE DUC**

Ingénieur de l'Institut des Sciences de la Matière et du Rayonnement



D

### ÉTUDES DES CONTRAINTES MECANIQUES DANS LES EDIFICES D'INTERCONNEXIONS D'UN PROCÉDE SUBMICRONIQUE

Soutenance le 5 Février 1999, devant la commission d'examen :

Président	:	M. G. SALMER
Rapporteurs	:	M. M. DUPEUX M. B. MERCEY
Directeur de la recherche	:	M. D. COLLARD
Co-responsable de thèse	:	M. V. SENEZ
Examineurs	:	M. M. BRAULT M. H. JAOUEN M. J. LEBAILLY

Cette thèse a été préparée en collaboration avec :

PHILIPS COMPOSANTS ET SEMICONDUCTEURS DE CAEN

et le laboratoire de

L'INSTITUT D'ELECTRONIQUE ET DE MICROELECTRONIQUE DU NORD

DEPARTEMENT ISEN

(IEMN-UMR CNRS 9929)

Lille, France.

---

# REMERCIEMENTS

Ce travail s'est déroulé au sein de l'unité de production Fab 2 de l'entreprise PHILIPS COMPOSANTS ET SEMICONDUCTEURS située à CAEN, et plus particulièrement dans le secteur "Dépôt". Il s'est effectué en collaboration avec le laboratoire IEMN département ISEN du CNRS de Lille.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur G. SALMER qui a accepté la présidence de ce jury.

Messieurs M. DUPEUX et B. MERCEY ont accepté d'être rapporteurs de ma thèse. Je les remercie vivement de leur intérêt pour ce travail.

Je remercie Monsieur D. COLLARD d'avoir accepté d'être mon Directeur de thèse.

Je remercie vivement Monsieur J. LEBAILLY sans qui cette thèse n'aurait pas vu le jour et qui m'a fait l'honneur de participer à mon jury de thèse.

J'exprime toute ma reconnaissance à Monsieur V. SENEZ pour m'avoir conseillé dans la rédaction de ce manuscrit et pour sa participation dans ce jury comme co-responsable de thèse. Sa collaboration à ce travail a été source de beaucoup d'intérêts scientifiques.

J'exprime ma gratitude à Monsieur T. HOFFMANN pour son aide et sa disponibilité. Nos discussions techniques ont été fructueuses et ses compétences dans le domaine de la simulation ont permis d'enrichir cette thèse.

Les trois années de cette thèse passées au sein de Philips Composants ont été très enrichissantes. J'exprime mes plus sincères remerciements à Monsieur M. BRAULT pour m'avoir accueilli au sein de son équipe, pour m'avoir encadré tout au long de ce

---

travail, ainsi que pour avoir été membre de ce jury. Son amitié, son expérience, sa disponibilité et son soutien constant m'ont été précieux.

Je tiens à remercier Monsieur P. THIRIET pour m'avoir accompagné en tant que responsable du secteur "Dépôts" lors de cette dernière année.

J'associe entièrement Messieurs D. DESMORTREUX, S. MOREL et L. PAISANT à la réussite de cette thèse. J'ai pris beaucoup de plaisir à partager ces trois années avec eux. Leur savoir-faire et leur connaissance m'ont permis de mieux comprendre le fonctionnement des équipements de dépôt.

Je tiens à saluer les Métrologues C. FONTAINE et J.L. HUARD pour la réalisation de programmes de mesures.

Enfin, je remercie Messieurs E. TRAVERT et P. ALLET pour avoir été des collaborateurs efficaces à la réalisation des différentes études expérimentales.

Ce travail s'est déroulé dans le cadre d'une Convention CIFRE, cofinancée par l'ANRT et PHILIPS COMPOSANTS ET SEMICONDUCTEURS.

---

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION</b>	9
<b>Chapitre I. CONTRAINTES MECANIQUES : GENERALITES</b>	12
<b>I.1. Les défauts engendrés par les contraintes mécaniques.</b>	
I.1.1. Contraintes supérieures à la résistance mécanique de la couche.	13
I.1.2. Contraintes entraînant un déplacement de matière.	14
I.1.3. Contraintes et passage d'un courant électrique entraînant un déplacement de matière.	18
I.1.4. Recommandations.	19
<b>I.2. Caractérisation de la déformation d'une couche mince.</b>	
I.2.1. Technique de mesure.	21
I.2.2. Principe de mesure.	23
I.2.3. Validité des mesures.	24

---

<b>I.3. Caractérisation de la contrainte plane d'une couche mince.</b>	
I.3.1. Modèle de la "poutre tridimensionnelle".	26
I.3.2. Modèle de la "plaque".	28
I.3.3. Vérification des hypothèses.	29
I.3.4. Modèle de la strate.	31
I.3.5. Contrainte d'un multicouche.	32

<b>I.4. Décomposition de la contrainte mécanique totale.</b>	
I.4.1. Contraintes d'origines intrinsèques.	34
I.4.2. Contraintes d'origines thermiques.	35
I.4.3. Contraintes d'origines extrinsèques.	36

---

<b>Chapitre II.      CONTRAINTES INTRINSEQUES</b>	<b>38</b>
---	-----------

---

<b>II.1. Variation de la contrainte intrinsèque en fonction de la technique de dépôt.</b>	
II.1.1. Couches déposées par pulvérisation cathodique.	39
II.1.2. Couches déposées en phase vapeur assistée par plasma (PECVD).	50
II.1.3. Couches déposées en phase vapeur à pression atmosphérique (APCVD).	58
II.1.4. Couches déposées par pelliculage.	62

<b>II.2. Variation de la contrainte intrinsèque en fonction de l'épaisseur de dépôt.</b>	
II.2.1. Etudes des structures polycristallines en fonction de leur épaisseur.	68
II.2.2. Etudes des structures amorphes en fonction de leur épaisseur.	75
II.2.3. Synthèse et conclusion.	79

---

<b>Chapitre III.      CONTRAINTES THERMIQUES</b>	<b>81</b>
--	-----------

---

<b>III.1. Relation contrainte-déformation en fonction de la température.</b>	
III.1.1. Cas des couches amorphes.	82
III.1.2. Cas des couches polycristallines.	83

---

---

<b>III.2. Extraction du coefficient de dilatation thermique du matériau.</b>	
III.2.1. Variation de la courbure d'un substrat de silicium en fonction de la température.	86
III.2.2. Influence de la variation du coefficient de dilatation thermique du silicium.	89
III.2.3. Linéarité des courbes expérimentales.	91
<b>III.3. Variation des contraintes thermiques pour les couches métalliques.</b>	
III.3.1. Etude de l'évolution de la contrainte thermique des alliages d'aluminium.	93
III.3.2. Etude de l'évolution de la contrainte thermique de l'alliage tungstène-titane.	97
<b>III.4. Variation des contraintes thermiques pour les couches diélectriques.</b>	
III.4.1. Etude de l'évolution de la contrainte thermique des couches d'oxydes.	99
III.4.2. Etude de l'évolution de la contrainte thermique des couches de nitrure.	103
<b>Chapitre IV.     CONSTRAINTES EXTRINSEQUES</b>	<b>107</b>

---

<b>IV.1. Etude des contraintes extrinsèques pour les dépôts métalliques.</b>	
IV.1.1. Etude du comportement de l'aluminium au cours du temps.	108
IV.1.2. Etude du comportement du tungstène titane au cours du temps.	114
<b>IV.2. Etude des contraintes extrinsèques pour les dépôts diélectriques.</b>	
IV.2.1. Modélisation d'absorption / désorption de l'eau.	116
IV.2.2. Etude de l'évolution de la contrainte extrinsèque en fonction du temps des couches C.V.D. après dépôt.	118
IV.2.3. Etude de l'évolution de la contrainte extrinsèque des couches C.V.D. après recuit.	124
IV.2.4. Couches déposées par pelliculage.	132
<b>CONCLUSIONS GENERALES</b>	<b>140</b>
<b>PERSPECTIVES</b>	<b>144</b>
<b>ANNEXE</b>	<b>148</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>153</b>

---

---

# INTRODUCTION

---

Les problèmes liés aux contraintes mécaniques des films ou couches minces que constituent les interconnexions des circuits VLSI (de l'acronyme anglais Very Large Scale Integration) apparaissent assez tôt dans l'histoire des semi-conducteurs en technologie planar et plus particulièrement dans la fabrication de circuits intégrés silicium. Des défauts ont été observés aussi bien dans les couches diélectriques isolantes que dans les interconnexions métalliques conduisant le courant dans les dispositifs. Dans un premier temps, l'agencement et l'organisation interne des circuits ainsi que les techniques de fabrication ont été modifiées pour reléguer les problèmes de contraintes au second ordre.

Mais la réduction de la taille des composants actifs qui a pour objet d'augmenter leur vitesse de fonctionnement, d'accroître leur capacité de traitement et de permettre la miniaturisation des applications, rend de nouveau incontournable la quantification et le suivi des contraintes mécaniques des couches minces. La complexité des structures d'interconnexions provient :

- de l'utilisation de multiples couches de métal rendues nécessaire par le fait de la diminution des espaces disponibles pour faire passer les bandes conductrices entre les composants.
- de l'utilisation de nombreuses couches diélectriques qui ont pour but d'une part d'isoler les couches conductrices entre elles et d'autre part d'assurer une planarisation de l'ensemble.

D'autre part, l'évolution de la technologie silicium entraîne de nouvelles contraintes lors de la réalisation des structures d'interconnexions comme :

- 
- ❑ la diminution de l'épaisseur des zones actives des composants qui limite les budgets thermiques utilisés. Les interconnexions doivent alors être réalisées à basse température.
  - ❑ la réduction du temps des dépôts pour à la fois optimiser les coûts de production et répondre aux changements rapides des technologies de fabrications de semi-conducteurs.

Pour assurer la diversité des caractéristiques physico-chimique des matériaux employés dans les nouveaux procédés, leurs techniques de dépôts associées n'ont cessé d'évoluer. Cette diversité engendre des comportements mécaniques différents qui créent de fortes contraintes. La contrainte mécanique des couches doit être maîtrisée pour permettre de résoudre et d'anticiper les principaux problèmes qui entraînent des défauts de fiabilité en fonctionnement.

Par ailleurs, en production, pour éviter les coûts liés à la présence de défauts sur les circuits intégrés, il est essentiel d'imposer un suivi en ligne efficace. Mais pour piloter un équipement de dépôt au plus juste, il est nécessaire de connaître les limites des procédés, celles de l'équipement et d'en extraire un domaine de faisabilité. Certains paramètres sont directement contrôlables comme l'épaisseur de la couche, l'indice de réfraction, la réflectivité mais d'autres sont plus délicats comme les contraintes mécaniques que subissent les couches. Il est donc nécessaire pour cette dernière catégorie d'avoir une vision claire des causes et des conséquences physiques et électriques sur le procédé.

Le travail présenté dans ce manuscrit a pour but d'identifier les origines physiques des contraintes mécaniques auxquelles sont soumises les couches minces déposées lors de la fabrication des circuits intégrés. Dans ce cadre, une compréhension de la nature et de l'origine des différentes contraintes mécaniques est indispensable, ainsi que la connaissance des principales caractéristiques des matériaux, de la nature de leur interface, et des défauts mécaniques potentiels. L'étude de la contrainte en fonction de la technique de dépôt, de l'épaisseur de la couche, de la stabilité de cette dernière dans le temps ou encore l'étude de la contrainte en fonction de la température permettent d'analyser les variations d'amplitude des contraintes mécaniques. Enfin, l'ensemble des études expérimentales effectuées sur les couches constituant l'interconnexion d'un procédé submicronique utilisé en production forme une base de données complètes et cohérentes qui permet la mise au point d'un outil de simulation.

En premier lieu, nous exposons les différents défauts, liés aux contraintes mécaniques, les plus fréquemment rencontrés dans l'industrie des semi-conducteurs. Cette approche permet de comprendre l'enjeu industriel de cette étude. Pour caractériser la contrainte mécanique, nous présentons ensuite, d'une part la technique de mesure utilisée et d'autre part la méthode de détermination de la contrainte à partir de la déformation d'un substrat. Ce premier chapitre se termine sur la décomposition de la contrainte totale en trois composantes élémentaires (intrinsèque, thermique et

---

extrinsèque) qui constitue l'approche originale de cette thèse. Ensuite, l'ensemble du manuscrit s'articule autour de trois autres chapitres décrivant chacun une de ces composantes élémentaires. Ce travail s'appuie sur un procédé de fabrication de type BICMOS appelé QUBIC qui est décrit brièvement en annexe pour des raisons de confidentialité. Le chapitre II expose tout d'abord l'influence de la technique de dépôt sur l'état de contrainte intrinsèque des couches minces en balayant quatre de ces techniques (pulvérisation cathodique à courant continu (PVD), dépôt en phase vapeur assisté par plasma (PECVD), dépôt en phase vapeur à pression atmosphérique (APCVD), et dépôt par pelliculage). Dans un second temps, le rôle de l'épaisseur de la couche sur son état de contrainte intrinsèque est exposé. Le chapitre III s'attache à décrire l'influence des cycles thermiques autant sur les couches métalliques que diélectriques. Les variations de contraintes observées sont alors en relation directe avec la contribution de la composante thermique de la contrainte totale. Enfin, le quatrième chapitre illustre les effets de l'environnement extérieur sur les couches qui se manifestent par des évolutions de la contrainte totale au cours du temps. Pour conclure nous abordons en terme de perspectives le travail de collaboration entre le centre industriel de Caen et le laboratoire de l'ISEN. L'objectif final est de développer un outil numérique convivial permettant de calculer rapidement la distribution des contraintes mécaniques créées lors du processus de dépôt sur une structure réelle. Cet outil appliqué au besoin de l'industrie doit permettre une nouvelle approche des contraintes mécaniques et ainsi résoudre un grand nombre de problèmes de fiabilité des circuits intégrés. Ce projet est en cours d'achèvement et constitue le travail de thèse de Monsieur Thomas HOFFMANN.

---

## Chapitre I

---

# CONTRAINTES MECANIQUES : GENERALITES

La diminution de la taille des circuits intégrés entraîne avec elle de nouvelles difficultés à surmonter en production, les contraintes mécaniques des couches minces font partie de celles-ci. Elles sont, lors de leur cycle de fabrication, soumises à différentes déformations qui sont à l'origine de nombreux défauts. Pour limiter leur action, il est indispensable de mesurer la déformation que subit chaque couche mince et ainsi contrôler les dérives éventuelles. Par ailleurs, à partir de la déformation et dans certaines conditions, il est possible de déduire à la contrainte mécanique de la couche. Mais les origines de ces contraintes étant multiples, il est indispensable de les classer pour pouvoir mieux cerner les véritables causes et les endiguer.

Nous nous proposons dans ce chapitre de présenter :

- les défauts engendrés par les contraintes mécaniques, les plus fréquemment rencontrés dans l'industrie des semi-conducteurs.
- la technique que nous avons utilisée pour caractériser la déformation d'une couche mince.
- la méthode permettant de déduire la contrainte d'une couche à partir de sa déformation.
- une décomposition de la contrainte mécanique totale en trois composantes distinctes.

---

## **I.1. LES DEFAUTS ENGENDRES PAR LES CONTRAINTES MECANIQUES**

---

L'étude des contraintes mécaniques dans les couches minces prend tout son sens lorsque que l'on évoque les défauts engendrés par ces contraintes dans les circuits. Ces défauts peuvent générer des défaillances sur les produits en fin de fabrication lors des tests électriques sur les PCM (Process Control Modules) ou dans l'application elle-même lors du contrôle sous pointes (CSP). Ces rejets représentent des pertes de rendement pour une unité de production. Mais ces défaillances électriques sont parfois plus critiques lorsqu'elles passent les différentes étapes de contrôles, et se retrouvent chez le client avec une limitation de la durée de vie du dispositif.

Cette section présente les différents défauts les plus fréquemment rencontrés, induits par les contraintes mécaniques, en technologie silicium. Ces défauts sont classés en trois grandes familles suivant que :

- la contrainte est supérieure à la résistance mécanique de la couche.
- la contrainte entraîne un déplacement de matière.
- la contrainte et le passage d'un courant électrique entraînent un déplacement de matière.

La dernière partie regroupe les différentes recommandations dans le choix des matériaux à utiliser pour limiter les risques de dysfonctionnement des circuits.

### **I.1.1. CONTRAINTES SUPERIEURES A LA RESISTANCE MECANIQUE DE LA COUCHE**

La résistance mécanique de la couche comprend d'une part une force de cohérence interne qui s'oppose à la fissuration et d'autre part une force d'adhérence qui s'oppose au décollement de la couche.

#### **I.1.1.1. FISSURATION DE LA COUCHE.**

C'est sans doute la plus évidente et la plus directe conséquence des contraintes mécaniques engendrées dans les matériaux fragiles (Figure A1). Les fissures se produisent localement lorsque la contrainte mécanique du film dépasse l'énergie de cohésion des constituants internes de ce dernier. Cette déchirure engendre une relaxation qui permet au matériau de retrouver une configuration énergétiquement stable.

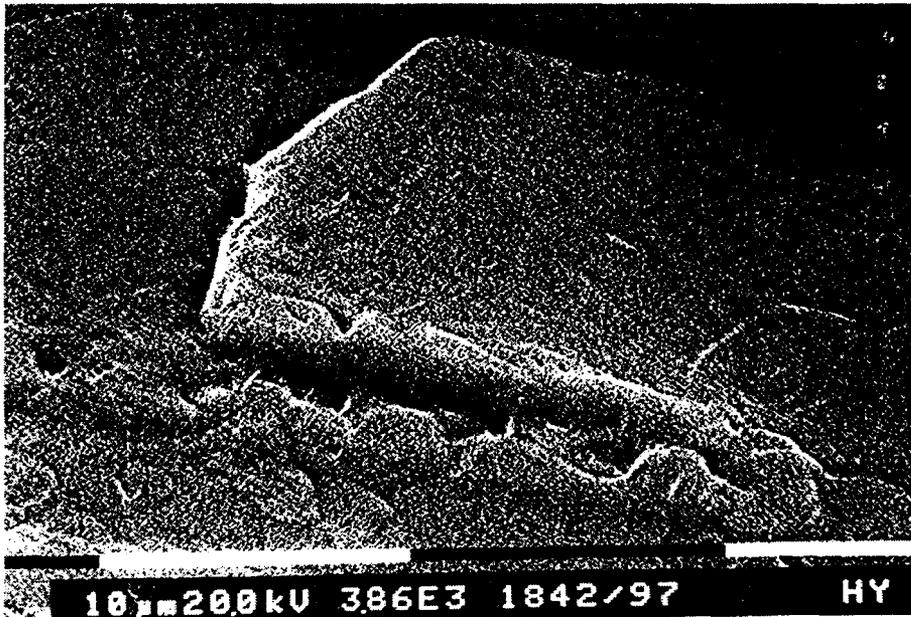


Figure A1 : Fissuration d'une couche oxyde PECVD dopée au phosphore (PSG) sous l'action de la contrainte provoquée par la couche inférieure.

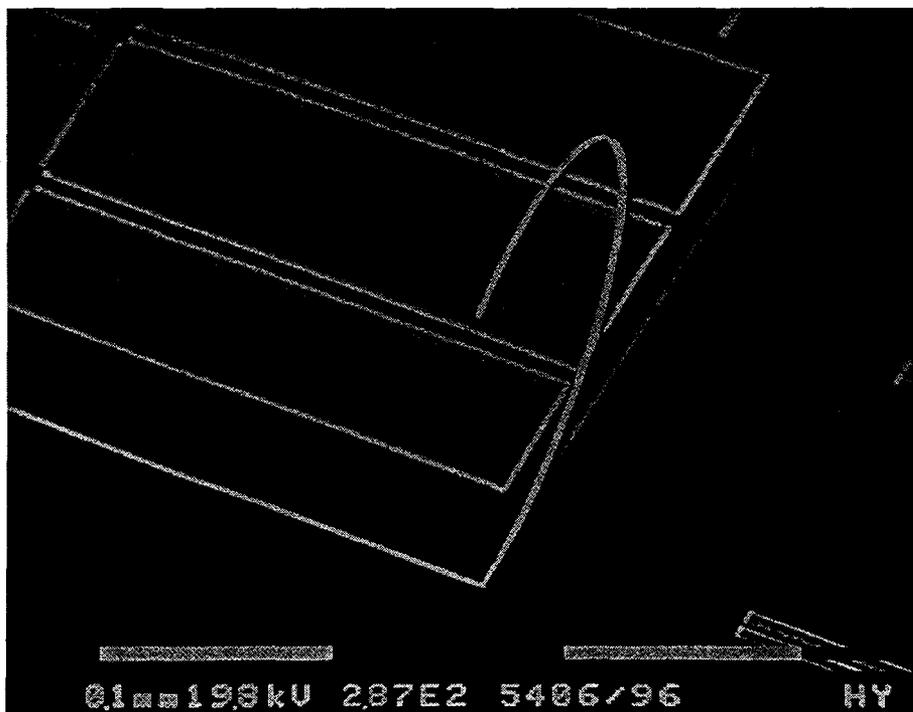


Figure A2 : Photographie MEB montrant le décollement d'une bande d'aluminium provenant d'une faible adhérence de la couche. La forme de la bande décollée est le résultat de la relaxation de la contrainte mécanique.

---

Les fissures se forment aux endroits où la structure est en forte tension. Les couches diélectriques par exemple sont touchées par ce mode de dégradation. Les fortes contraintes compressives peuvent entraîner par contre-réaction sur la couche inférieure une forte contrainte en tension.

### **I.1.1.2. LES DELAMINATIONS**

Les délaminations sont en fait des décollements ou défauts d'adhérence de matériaux isolants ou conducteurs (Figure A2). Une rupture spontanée peut être déclenchée par une contrainte excessive, lorsque l'ensemble des contraintes dépasse la force d'adhérence de la couche sur le substrat. Cela est dû à une relaxation de l'énergie élastique à l'interface entre la couche et le substrat. Des délaminations ponctuelles peuvent aussi apparaître, principalement lorsqu'il y a association d'une forte contrainte localisée entre une ligne métallique et une ligne diélectrique.

## **I.1.2. CONTRAINTES ENTRAINANT UN DEPLACEMENT DE MATIERE.**

### **I.1.2.1. LES CRATERES (VOIDS)**

C'est le plus persistant et peut être le plus redoutable des défauts induits par la présence des contraintes. Les phénomènes de "voids" ou cratères sont assez bien connus et étudiés depuis 1984<sup>1,2</sup>. Leur impact sur la fiabilité des interconnexions dont la taille ne cesse de diminuer leur confèrent encore une place de choix dans les études actuelles.

La création de cratère est principalement due aux mouvements de la matière pour relaxer la contrainte provoquée par les montées et descentes en température. Ce phénomène se produit uniquement dans les matériaux conducteurs où la mobilité des atomes est importante. Pour tenter de comprendre les mécanismes mis en jeu, trois facteurs influents sont décrits :

#### **a) Présence d'une contrainte en tension dans la ligne métallique.**

La contrainte en tension est créée dans la ligne métallique par la contraction du métal lors des différents cycles thermiques. Cette contraction provient de la différence de coefficient de dilatation thermique entre le substrat et le métal. La surface libre du métal peut permettre une relaxation des contraintes par mouvement différentiel. Ce phénomène se produit donc principalement lorsque la couche est encapsulée par un film diélectrique, ne laissant plus de surface libre. La relaxation se produit alors par transport de masse qui dissipe les énergies stockées. Dans le cas d'une couche d'aluminium les atomes constitutifs diffusent aux joints de grains, créant ainsi une sursaturation locale de lacunes; leur regroupement forme des cratères diminuant ainsi l'énergie libre du système.

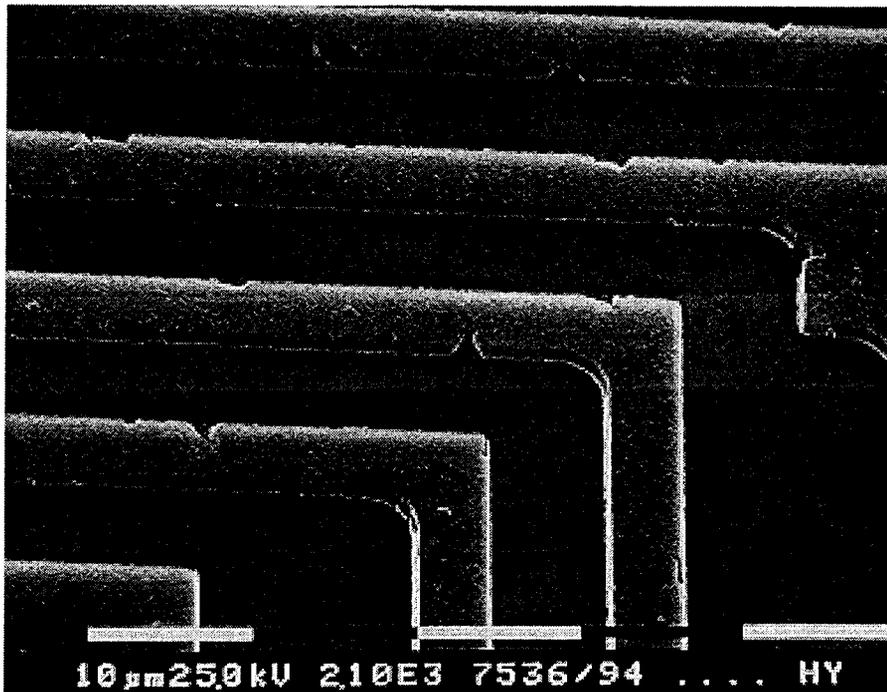


Figure A3 : Les bandes d'aluminium soumises à une forte contrainte compressive, par une couche diélectrique supérieure, se relaxent en créant des trous.



Figure A4 : Le cratère est de l'ordre de 1 μm et correspond à la taille d'un grain.

---

Lors de la nucléation de ces cratères, la largeur de la ligne métallique est un paramètre important. Elle influence la vitesse d'apparition du défaut : plus les lignes métalliques sont fines plus le risque est important. Les lignes métalliques les plus étroites sont de surcroît les plus fortement contraintes puisqu'elles se situent dans les niveaux inférieurs des interconnexions. Des simulations<sup>3</sup> ont permis de déterminer des règles reliant la contrainte seuil en fonction de la longueur  $l_m$  et de la largeur  $b$  de la ligne :

$$\sigma = 4.48f^2 \frac{E}{1-\nu} \frac{b}{l_m} \quad (1)$$

où  $f^2$  et  $\frac{E}{1-\nu}$  sont respectivement le critère de défaillance et le module biaxial de la bande métallique.

D'autres auteurs<sup>4</sup> soulignent plus simplement que la création de cratères a lieu principalement pour des lignes dont la largeur est inférieure à 2  $\mu\text{m}$ .

*⇒ Plus la contrainte interne d'une ligne métallique est en tension plus le risque de création de cratères est important.*

#### **b) Présence d'une couche diélectrique supérieure.**

Une contrainte fortement compressive dans les couches supérieures engendre une contrainte de tension dans la ligne métallique sous-jacente. De nombreux auteurs<sup>5,6</sup> indiquent que la contrainte en tension entraîne la nucléation et la croissance des cratères, ce qui est la principale cause d'ouverture de circuits. Le risque s'amplifie dans le cas de multicouches, lorsque le métal de chaque niveau est confiné entre différentes couches diélectriques possédant des contraintes compressives (PSG, BPSG,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiN}$ ).

On peut noter également que la contrainte compressive des diélectriques est principalement influente sur les lignes d'aluminium larges puisque l'interface entre les deux matériaux est la plus importante.

*⇒ Plus la couche diélectrique supérieure possède une contrainte en compression plus le risque de création de cratères est important.*

#### **c) Présence de défauts à l'interface métal/substrat.**

Pour comprendre ce phénomène, il est utile de s'intéresser de plus près à la nucléation de ces cratères. Les analyses théoriques<sup>7,8</sup> montrent que les contraintes internes ne sont pas suffisantes pour provoquer seule une nucléation homogène.

Les observations expérimentales que nous avons faites, à partir d'images réalisées au microscope électronique à balayage, vont dans ce sens.

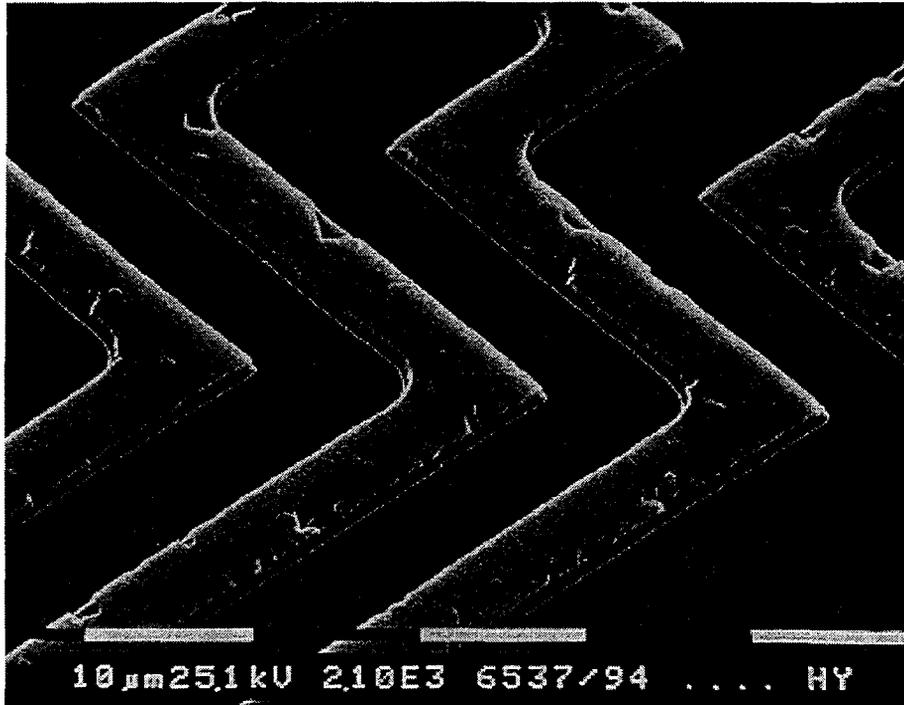


Figure A5 : Les contraintes mécaniques forment des trous que l'on observe sur un réseau de bandes métalliques.

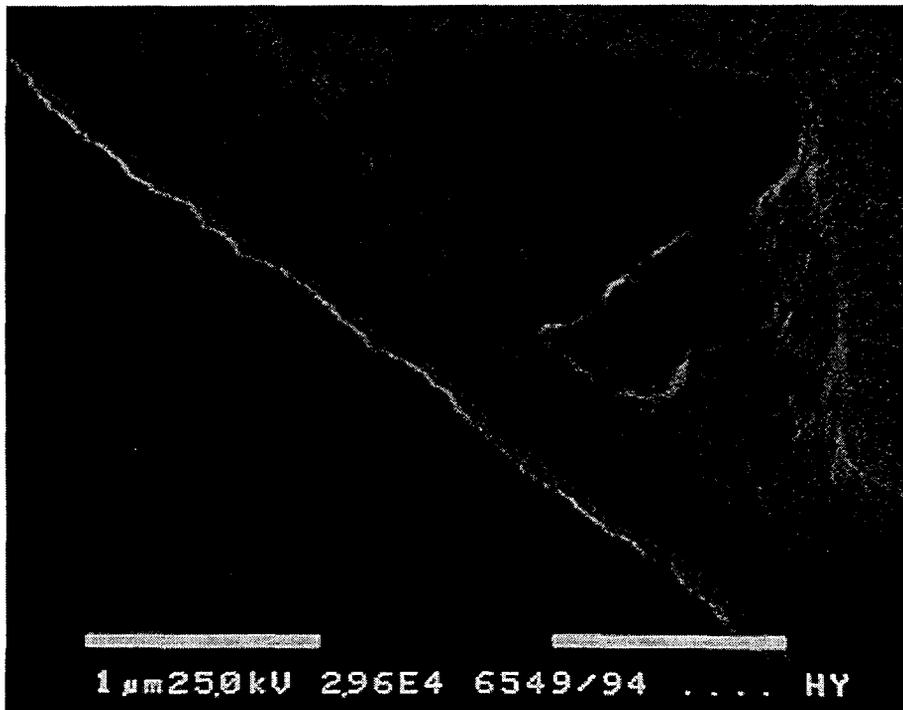


Figure A6 : L'absence de matière n'est présente que sur la couche supérieure. Par ailleurs, un défaut est visible au fond du cratère, qui est certainement le précurseur.

- 
- Les cratères ne se forment jamais à l'intérieur de lignes conductrices. Ils prennent naissance à l'interface substrat/métal et se développent sur les flancs de la ligne d'aluminium (Figure A3 et A4).
  - Leur nombre est relativement petit devant le nombre de joints de grains, il y a donc des sites particuliers qui servent de source de formation.
  - Nous avons observé sur des bâtis métalliques où le dépôt s'effectue en double passe, que la formation de défauts n'est présente que dans la couche supérieure (Figure A5 et A6) ce qui montre que la qualité de l'interface joue un rôle prépondérant.

De plus, dans le cas d'une contrainte mécanique induisant ce type de défaut, il a été montré qu'un lavage avant le dépôt des diélectriques peut les supprimer<sup>9</sup>. Enfin, une analyse<sup>6</sup> plus poussée, par méthode des éléments finis, indique la présence d'une barrière d'énergie à franchir pour obtenir un trou de géométrie stable. Ce dernier n'est réellement observé que dans le cas où il existe une surface préalable favorable.

⇒ *L'existence d'un autre défaut préalable est le facteur déclenchant à la nucléation d'un cratère.*

### **I.1.2.2. LES MONTICULES (HILLOCKS)**

Les monticules ou "hillocks" sont des excroissances, qui apparaissent à la surface du métal, plutôt orientés verticalement. C'est le résultat d'une déformation plastique compressive<sup>10</sup>. Ils sont provoqués d'une part par l'accumulation dans les joints triples d'atomes qui diffusent sous l'action conjointe des contraintes en compression et d'autre part par une forte mobilité des atomes constituant la couche (Figure A7 et A8).

#### **a) Présence d'une contrainte compressive dans la ligne métallique.**

La contrainte compressive est le résultat de variations thermiques lors du procédé de fabrication. Le gradient de lacunes augmente proportionnellement en fonction de la contrainte mécanique du film. L'énergie emmagasinée lors de la déformation compressive de la couche est relaxée par le mouvement des lacunes; qui est rendu possible par l'apport d'énergie fourni par l'élévation de température.

⇒ *Plus la contrainte interne d'une ligne métallique est en compression plus le risque de création de monticules est important.*

#### **b) Présence d'une forte mobilité des atomes d'aluminium.**

Le point de fusion de l'aluminium est relativement bas, de l'ordre de 660°C. La mobilité des lacunes dans la couche est importante pour une couche d'aluminium qui subit un cycle thermique à 400°C (température de dépôt des couches diélectriques). Cette vitesse de diffusion élevée entraîne des phénomènes plastiques de natures



Figure A7 : Formation de monticules observés sur un dépôt d'aluminium effectué à 450°C après un recuit de 45 min à la même température.



Figure A8 : Photographie MEB qui montre que cette excroissance est le prolongement vertical d'un grain d'aluminium.

---

irréversibles. La croissance des monticules résulte d'un mécanisme de diffusion lacunaire<sup>11</sup>, la taille et la forme de ces défauts dépendent du budget thermique que subit la couche métallique après son dépôt. Il faut donc éviter de chauffer une couche d'aluminium au-dessus de sa température de dépôt avant qu'elle ne soit recouverte par une couche diélectrique.

⇒ *Plus la température que subit la couche métallique après dépôt est importante plus le risque de création de monticules est élevé.*

### **c) Présence d'une couche diélectrique supérieure.**

Ce phénomène se produit très facilement lorsque la surface est libre et donc que l'énergie d'interface métal/air est nulle. Si par contre, le film métallique est passivé par une couche d'étanchéité de nitrure par exemple, la création des monticules nécessite une énergie supplémentaire pour s'opposer à l'énergie d'interface. De surcroît si cette couche est compressive la formation du défaut sera encore plus improbable.

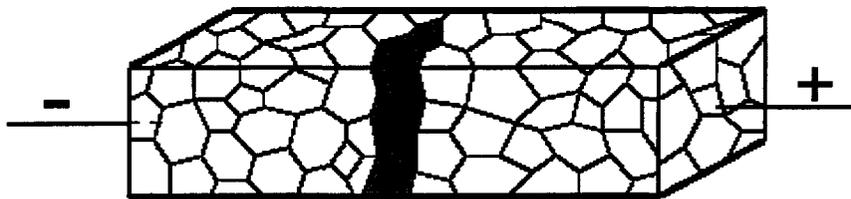
⇒ *Une couche métallique recouverte d'un diélectrique est moins sensible à ce défaut.*

Lorsque les contraintes compressives et la température sont fortes, les monticules en formations peuvent provoquer la délamination des couches diélectriques. Les risques de dysfonctionnement des circuits ne sont pas toujours aussi directs. Généralement, ce type de défauts réduit ou augmente ponctuellement la réflectivité des couches métalliques, ce qui peut avoir des conséquences néfastes en photolithographie. Il se crée alors un amincissement local de l'épaisseur de laque qui entraîne ultérieurement des encoches dans la ligne métallique lors de la gravure. Leur présence réduit de façon certaine la stabilité mécanique des édifices.

La description de la création des "hillocks" et des "voids" met en évidence la complexité des interactions mécaniques dans les multicouches. En fait les influences conjuguées de la contrainte interne du film, de celle imposée par les couches supérieures et l'influence de la température sont autant de paramètres à prendre en compte pour éviter l'apparition de ces défauts. La limitation du budget thermique lors de la fabrication permet de réduire les modifications de structure que subissent les films les uns par rapport aux autres, et ainsi assurer un produit fiable dans le temps.



a) Déplacement de matière lors du passage d'un courant électrique.



b) Création d'un trou dans la ligne métallique après migration des atomes.

Figure A9 : Création d'un trou associé au déplacement de matière lors du passage d'un courant électrique dans une zone possédant une contrainte locale importante.

---

### I.1.3. CONTRAINTES ET PASSAGE D'UN COURANT ELECTRIQUE ENTRAINANT UN DEPLACEMENT DE MATIERE

Un métal soumis à un champ électrique est principalement le siège d'un transport d'électrons. Si la température du métal et la densité de courant qui traverse le conducteur sont suffisamment élevées, un phénomène secondaire de transport d'ions métalliques peut avoir lieu. Gérardin est le premier à avoir observé expérimentalement ce phénomène en 1861 sur un alliage de plomb/étain. Il a reçu le nom d'électromigration. Il se manifeste par l'accumulation de matière du côté de l'anode créant un monticule et par une accumulation de lacunes formant un cratère vers la cathode (Figure A9). Un siècle plus tard, des théories tenant compte à la fois des forces induites par le champ électrique et des forces de frottement, appelées "vent d'électrons", ont été établies<sup>12,13,14</sup>.

De nombreux facteurs interviennent dans le mécanisme d'électromigration comme la forme des lignes conductrices, le matériau utilisé, l'intensité du courant électrique, la température de fonctionnement du dispositif ou encore la contrainte mécanique. Généralement, il est utile de considérer le phénomène d'électromigration en terme d'effet de contraintes. Le transport des atomes sous influence des "vents" d'électrons résulte de l'augmentation de la densité électronique dans les régions possédant une contrainte compressive, et la réduction de cette même densité dans les zones ayant une contrainte en tension. Chaque cratère peut avoir tendance à augmenter de volume et provoquer la rupture de la ligne. Le premier amincissement de la section de la ligne est un phénomène déclenchant, puisque la densité de courant  $J=I/S$  augmente localement. Il est montré que le silicium précipité (nodules) qui se forme dans les alliages aluminium silicium peut rétrécir la section utile dans les lignes étroites et faire croître le phénomène. L'électromigration est donc un mécanisme d'usure dont la vitesse de croissance s'accélère.

En général, la vitesse d'apparition de ce défaut s'accélère quand la densité électronique dans la ligne augmente, quand la température s'élève ou encore lorsque la contrainte mécanique du film devient importante. Hendel<sup>15</sup> va plus loin en reliant le temps de vie moyen (MTF) dû à l'électromigration avec la taille moyenne des grains ( $T_{mg}$ ), leurs distributions et leur orientation cristallographique ( $I_{111}/I_{200}$ ) ainsi que la contrainte de la couche ( $\sigma$ ).

$$MTF \propto \frac{T_{mg}}{\sigma^2} \ln \left[ \frac{I_{111}}{I_{200}} \right]^3 \quad (2)$$

Le temps de vie moyen augmente avec la largeur des grains et avec un rapport important de grains orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$ . La température de dépôt a tendance à augmenter ces deux paramètres, les couches déposées à forte température sont donc moins soumises au phénomène d'électromigration.

⇒ *L'électromigration est un phénomène aggravé par la présence de contrainte mécanique.*

---

#### **I.1.4. RECOMMANDATIONS**

Les défauts décrits dans les sections précédentes mettent en jeu des phénomènes physiques possédant de fortes similitudes. On peut constater que les mécanismes de création de cratères "voids" ou de monticules "hillocks" font intervenir des notions de migration des atomes plus ou moins directement. Tous ces défauts d'apparence distincte sont liés à la présence de contraintes mécaniques. En réduisant ces contraintes, on diminue le risque d'apparition de défauts. Voici quelques recommandations générales permettant d'augmenter la fiabilité des composants.

☐ La contrainte dans les couches recouvrant les lignes métalliques doit être en tension ou avoir une faible valeur compressive pour limiter les effets secondaires dans ces lignes. Cependant, ces couches diélectriques ne doivent pas avoir de contraintes en tension trop fortes, pour éviter des fissurations de la couche. C'est pourquoi il est préférable d'utiliser des lignes passivées possédant une contrainte faiblement compressive. C'est le cas par exemple, des oxyde-nitrures qui ont une plus faible contrainte compressive que les nitrures. De même, le développement de couches de passivation souple ou l'utilisation d'équipements qui par conception génèrent des films faiblement contraints est préférable.

☐ La présence dans les métaux d'éléments en excès par rapport à la limite de solubilité de la phase solide de l'alliage permet de cheviller les grains, ce qui inhibe partiellement la migration aux joints de grains. La création et la croissance de cratères et de monticules, ainsi que les effets de l'électromigration s'en trouvent réduits. L'addition de cuivre (0.5 à 4%) ou de titane (0.1 à 0.5%) dans l'aluminium réduit donc la vitesse de création de défauts. Par contre, la présence de nodules de silicium formés par ségrégation dans les couches conductrices augmente localement les contraintes et peut favoriser la formation de cratères.

☐ Parce que les structures fortement perturbées (fortes topologies) augmentent le niveau moyen des contraintes et donc le risque d'apparition de défauts, les films intermétalliques diélectriques doivent être planarisés. On élimine également par cette planarisation l'amincissement des lignes conductrices lors de leurs croisements (notching effect), diminuant par la même l'électromigration.

☐ L'utilisation de matériaux à haut point de fusion, tel que le tungstène (3410°C) ou le titane (1668°C), comme couche centrale d'un tricouche métallique ou plus simplement comme couche de fondation, se traduit par une diminution de la diffusion des atomes constituant la couche métallique. Les phénomènes d'électromigration dans les contacts et la création de cratères sont donc réduits.

☐ Les cycles de températures sont responsables de nombreuses déformations mécaniques. Tout ce qui permet de limiter le budget thermique total apporte une amélioration. L'utilisation de couches diélectriques mettant en oeuvre des processus qui nécessitent une faible température de dépôt peut contribuer à diminuer les défauts. Mais cette température doit être suffisamment importante pour garantir à la couche une structure interne stable.

---

□ La mise en place de couche d'anti-réflexivité diminue les risques d'amincissement de lignes en diminuant par deux les réflexions parasites des UV sur l'aluminium lors des étapes de photolithographie (notching).

□ L'incorporation d'azote gazeux  $N_2$  à l'interface de la couche peut rendre le film dur et fragile, et influence de façon importante la formation de cratères.

*Remarque : Dans les usines de fabrication les plus récentes, les transferts sont réalisés automatiquement par des systèmes robotisés. La courbure de la plaque de silicium induite par les contraintes mécaniques peut introduire des problèmes de manipulation. Une plaque de silicium de courbure excessive ne sera pas reconnue par les capteurs de position et ne sera pas chargée sur l'équipement. Cette considération purement industrielle est très rarement évoquée. Mais dans les procédés modernes où les plaques sont manipulées plus de 200 fois par des robots, le risque est important et doit être minimisé.*

Dans ce chapitre, nous avons montré les différents défauts rencontrés lors de la fabrication des circuits intégrés. La contrainte mécanique est un paramètre qui doit donc être contrôlée méthodiquement pour éviter certains problèmes ultérieurs. Ce suivi nécessite un moyen de mesure pour quantifier cette contrainte mécanique. Le chapitre suivant décrit la technique de mesure que nous avons utilisé pour caractériser la déformation d'une couche mince.

---

## I.2. CARACTERISATION DE LA DEFORMATION D'UNE COUCHE MINCE.

---

Les contraintes mécaniques d'une couche mince déposée sur un substrat de silicium se manifestent par une déformation microscopique au niveau de leur structure et engendre une flexion macroscopique du substrat. Cette section présente :

- la technique de mesure utilisée pour caractériser la déformation d'une couche mince.
- le principe de la mesure du rayon de courbure.
- la validité des mesures obtenues à l'aide de l'équipement FSM.

### I.2.1. TECHNIQUE DE MESURE.

Il existe différentes méthodes permettant de mesurer l'ampleur des déformations<sup>16,17</sup>. Elles sont basées soit sur la mesure d'une déformation de la maille cristalline, soit sur la mesure du rayon de courbure macroscopique de la plaque.

#### I.2.1.1. MESURE DE LA DEFORMATION DE LA MAILLE CRISTALLINE.

La déformation de la maille cristalline peut être mesurée la spectroscopie micro-Raman<sup>18</sup> ou par la diffraction électronique par faisceau convergent (CBED).

##### a) Mesure par spectroscopie micro-Raman.

Le principe de la spectroscopie micro-Raman est de provoquer, par l'intermédiaire d'un faisceau laser incident, l'oscillation des noyaux des atomes du matériau cristallin étudié. Ces oscillations sont en réalité des phonons qui sont émis sous forme de lumière diffusée dont les fréquences correspondent aux modes de vibration caractéristique du matériau. Par spectroscopie micro-Raman, on mesure donc l'intensité diffusée en fonction de la fréquence de vibration.

Un déplacement de la fréquence d'oscillation maximale ( $\omega$ ) est dû aux effets des contraintes qui déforment le cristal<sup>19</sup>. Dans un cas bien particulier, on peut relier directement<sup>20</sup> la variation de la fréquence  $\Delta\omega$  à la composante en x des contraintes ( $\sigma_{xx}$ ).

$$\Delta\omega = -1.93 \cdot 10^{-9} \sigma_{xx} \quad (3)$$

Ce type d'analyse ne permet pas de mesurer les contraintes individuelles en dehors de la position x. La résolution de la mesure due au faisceau laser est de 1  $\mu\text{m}$ .

---

## **b) Mesure par diffraction électronique par faisceau convergent.**

La Diffraction Electronique par Faisceaux Convergent (CBED) est la technique de diffraction par Microscopie Electronique à Transmission (TEM) la plus ancienne<sup>21,22</sup>. Son originalité se situe dans l'utilisation d'un rayon convergent, permettant d'analyser des structures ou des défauts cristallins de diamètre bien inférieur à 0.1  $\mu\text{m}$ .

Un faisceau d'électrons incident arrive sur les plans réticulaires du matériau en faisant un angle  $\theta$  par rapport à la normale au plan. S'il satisfait certaines conditions (appelées conditions de BRAGG), il est alors diffracté par le plan avec un angle  $\theta$ . Le faisceau diffracté va alors arriver au niveau du plan focal, avec une certaine orientation, laissant la trace d'un point ou d'un disque lumineux. Pour chacun d'entre eux, les indices hkl du plan réticulaire de diffraction peuvent être attribués.

Sous l'effet d'une déformation pour les matériaux cristallins, il existe une modification locale des distances inter-réticulaires  $d_{hkl}$ . En appliquant la loi de BRAGG ( $2 d_{hkl} \sin\theta = \lambda$ ), il est possible d'obtenir la déformation locale, puisque pour une variation de la distance inter-réticulaire est associée une déformation résultante :

$$\varepsilon = (d-d_0) / d_0 \quad (4)$$

L'avantage d'une telle technique réside dans la possibilité de mesurer des variations de déformations à l'intérieur d'un grain. Par contre, cette méthode ne s'applique qu'aux matériaux cristallins, ou sous certaines conditions aux matériaux polycristallins.

Ces deux techniques permettent de mesurer la déformation locale principalement pour des matériaux cristallins. Elle nécessite en plus des équipements complexes ne pouvant pas être utilisés quotidiennement pour un suivi de la contrainte des couches minces. Pour mesurer à la fois la déformation des couches amorphes et cristallines, il est donc nécessaire d'utiliser une autre méthode de mesure.

### **I.2.1.2. MESURE DE LA DEFORMATION MACROSCOPIQUE DU SUBSTRAT.**

Cette technique de mesure fournit la courbure de la plaque. La déformation est en relation directe avec la mesure de la flèche (f) ou du rayon de courbure (R) (Figure A10).

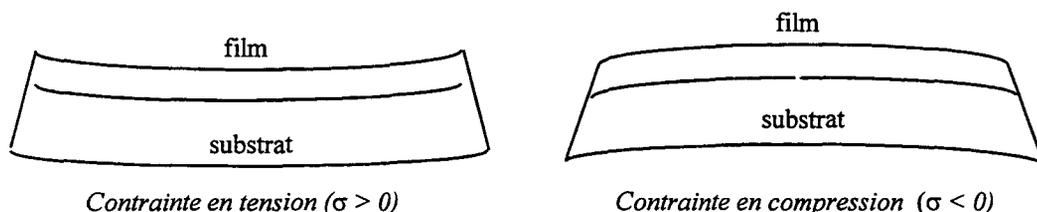


Figure A10 : Etat de contrainte en fonction de la courbure de la plaque.



Figure A11 : Photographie de l'appareil FSM8800 permettant de mesurer la courbure d'une plaque à température ambiante.

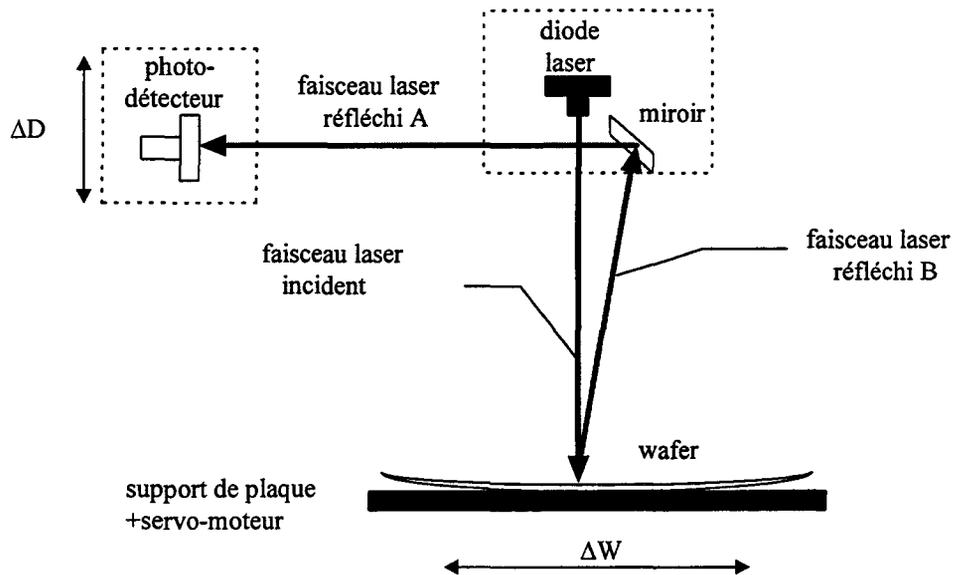


Figure A12 : schéma du dispositif de mesure d'un FSM.

Lorsque la plaque a une flexion concave le film est en tension et inversement lorsque la flexion est convexe le film est en compression. Par convention de signe, le rayon de courbure est considéré positif pour une couche en tension et négatif pour une couche en compression.

On peut utiliser les interférences optiques pour mesurer la planéité et la courbure de la plaque. Mais la technique la plus répandue en production est la détermination du rayon de courbure grâce à l'analyse d'une déviation laser, due à sa simplicité de mise en oeuvre (Figure A11) et due au fait qu'elle s'applique aussi bien aux amorphes qu'aux cristallins. Nous décrivons dans cette section le principe de fonctionnement et la validité de ce type de mesure.

### **I.2.2. PRINCIPE DE MESURE.**

Ce type d'appareil de mesure évalue le rayon de courbure d'une plaque sur laquelle est déposé un film mince. Cette méthode a été mise au point par Sinha<sup>23</sup> et repose sur une technique de déviation du laser (Figure A12). La plaque illuminée par un faisceau laser est translatée et le faisceau réfléchi se trouve déplacé d'une quantité inversement proportionnelle au rayon de courbure R de la plaque :

$$R = 2L \frac{\Delta W}{\Delta D} \quad (5)$$

où L est la distance parcourue par le faisceau réfléchi (A+B), ΔD le déplacement du faisceau réfléchi et ΔW la translation effectuée par la plaque.

Nous avons utilisé un appareil de type FSM8800 (Frontier Semiconductor Measurements). Il capte le faisceau avec deux photodiodes connectées à un ordinateur qui contrôle la translation. La position, du support de la plaque et de la photodiode, est gardée en mémoire par des compteurs binaires, et le mouvement est contrôlé par des signaux envoyés aux convertisseurs<sup>24</sup>. La plaque est balayée le long d'un diamètre complet avec des mesures prises tous les 0,1 mm. Chaque balayage permet de prendre jusqu'à mille mesures entre -55 et +55 mm, pour des plaques de diamètre six pouces (150 mm). Avant chaque mesure une auto-calibration du système permet de rendre la mesure insensible à la réflectivité de la couche ou aux variations de l'environnement.

Pour s'affranchir de la courbure ( $1/R_s$ ) du substrat vierge, une mesure préliminaire permet de prendre en compte sa courbure et sa planéité. Ensuite, après avoir effectué le dépôt, on mesure de nouveau la courbure de l'ensemble ( $1/R_{fs}$ ). Par soustraction des données point à point, on élimine la contribution du silicium et on isole celle du matériau ( $1/R_f$ ) (Figure A13). Le rayon de courbure moyen du matériau à une température  $T_a$  est extrait de cette mesure.

$$\frac{1}{R_f(T_a)} = \frac{1}{R_{fs}(T_a)} - \frac{1}{R_s(T_a)} \quad (6)$$

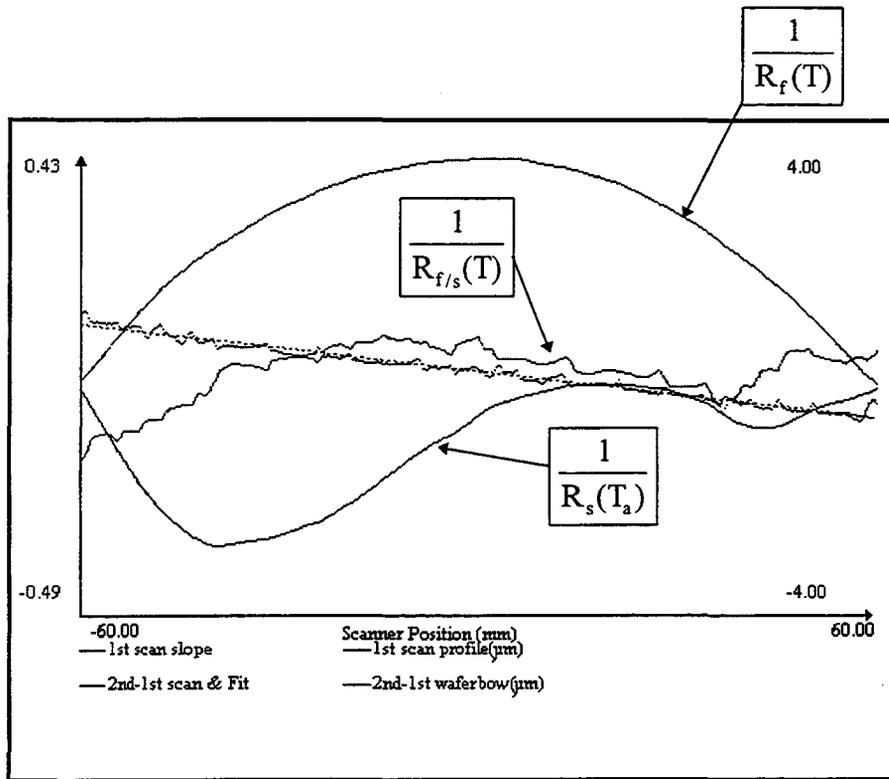


Figure A13 : Allure de la courbure d'acquisition du FSM 500Tc pour une température T donnée. L'axe des abscisses représente le diamètre de mesure et l'axe des ordonnées indique la mesure de la flèche.

Cette technique de mesure permet d'adapter un système de chauffage en face arrière de la plaque. La variation du rayon de courbure peut alors être mesurée systématiquement en fonction de la température. L'équipement utilisé dans ce cas est un FSM 500Tc qui peut atteindre une température maximum de 500°C. Cette limitation de température ne représente pas un obstacle puisque les couches étudiées ne sont jamais soumises à des températures supérieures lors des étapes de production. La vitesse de chauffage sur cet équipement peut varier de 0.1 à 15°C/min, et les cycles thermiques sont effectués sous un balayage d'azote.

De la même façon, la mesure idéale pour connaître la variation de la contrainte d'un matériau serait de mesurer pour chaque température T la courbure du silicium associée et de la soustraire à la courbure de l'ensemble "matériau/silicium".

$$\frac{1}{R_f(T)} = \frac{1}{R_{f/s}(T)} - \frac{1}{R_s(T)} \quad (7)$$

L'équipement de mesure ne permet pas de préenregistrer la courbure du silicium en fonction de la température qui est censée être constante. On utilise donc comme référence une mesure à température ambiante.

$$\frac{1}{R_f(T)} = \frac{1}{R_{f/s}(T)} - \frac{1}{R_s(T_a)} \quad (8)$$

Par ailleurs, la base de donnée du FSM 500Tc permet d'enregistrer la variation de courbure en fonction du temps à température constante. En coupant le balayage d'azote, il est possible d'observer de façon précise l'effet de l'environnement sur la courbure des plaques.

### **I.2.3. VALIDITE DES MESURES.**

#### **I.2.3.1. INFLUENCE DE LA COURBURE DU SUBSTRAT :**

Le modèle de calcul repose sur le fait que la courbure du substrat "vierge" n'influence pas la mesure de la courbure de la couche mince. Il est donc important de vérifier cette hypothèse. Sur des substrats différemment courbés (convexes ou concaves), pour un même matériau déposé dans des conditions identiques aucune différence n'a été obtenue. Cette étude a permis de conclure que l'hypothèse de calcul est vérifiée et que l'état de courbure initial du substrat n'influence pas la mesure.

#### **I.2.3.2. INFLUENCE DE LA GAMME DE COURBURE SUR LA PRECISION DE MESURE.**

La précision de la mesure du rayon de courbure dépend de la gamme utilisée. Une étude de répétabilité sur un ensemble de plaques de références indique, qu'au-delà d'une valeur du rayon de courbure proche de 1000 mètres, la dispersion devient

---

### Evolution de l'incertitude avec le rayon de courbure

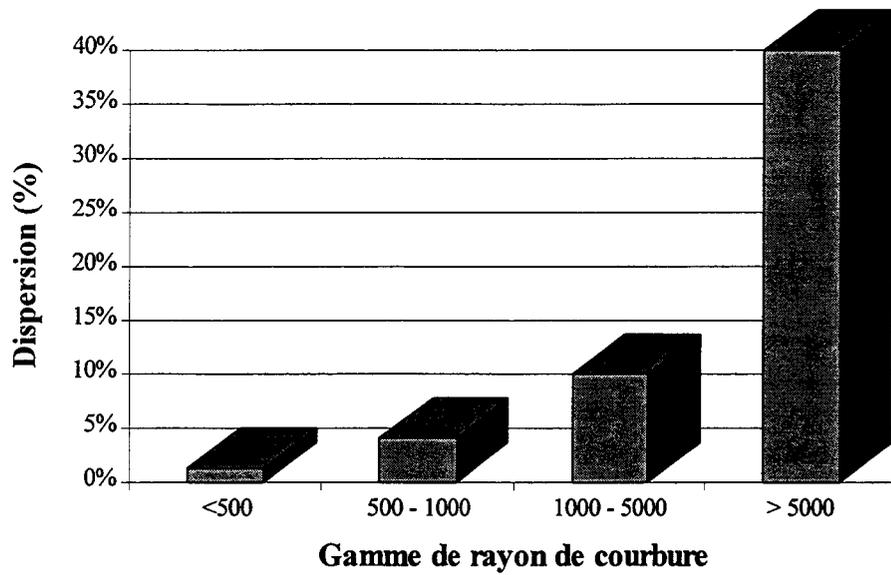


Figure A14 : Répartition de la dispersion en quatre gammes de rayon de courbure. Ces données sont obtenues à partir d'un grand nombre de mesures sur des plaques possédant différentes courbures moyennes qui sont ensuite regroupées en quatre gammes distinctes.

d'abord supérieure à 10% puis au-delà de 5000 atteint des valeurs de 50% (Figure A14). Cette dispersion relative s'explique par le fait que plus la plaque est plane plus il est difficile de déterminer avec précision son rayon de courbure qui tend vers infini.

Pour l'interprétation physique des données, on utilise l'inverse du rayon de courbure c'est à dire la courbure ( $1/R$ ). Si l'on reporte cette fois la valeur moyenne de la courbure, en lui associant une barre d'erreur, en fonction du rayon de courbure moyen (Figure A15), on s'aperçoit que la dispersion reste faible quelque soit le rayon de courbure de la plaque.

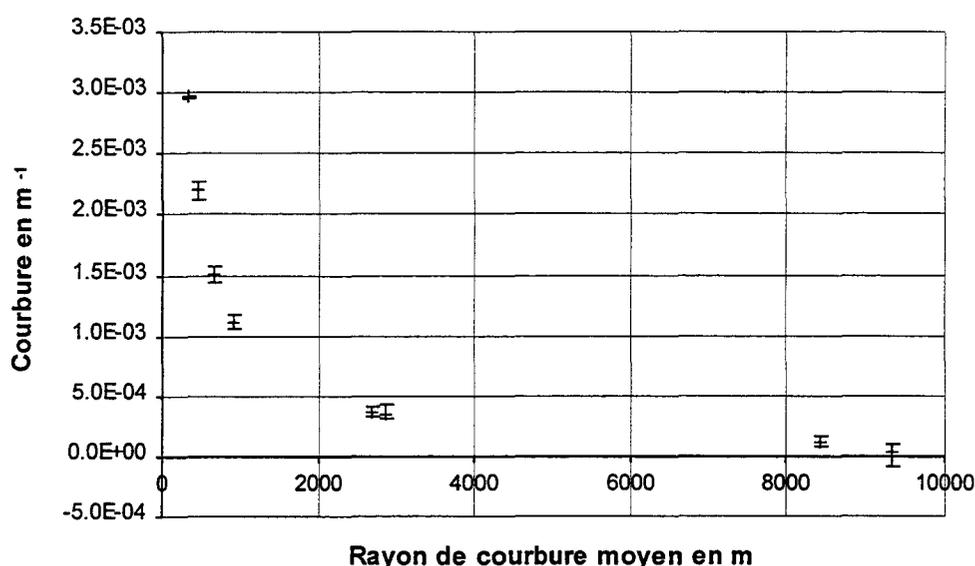


Figure A15 : Evolution de la courbure entachée de sa dispersion en fonction du rayon de courbure de la plaque de silicium. Pour l'ensemble des gammes de rayon de courbure, l'erreur sur la courbure est faible.

La courbure d'une plaque, en prenant comme référence celle du substrat de silicium, permet de représenter l'état de déformation du substrat de silicium et de la couche mince. Dans la section suivante nous présentons la méthode de caractérisation de la contrainte plane d'une couche en fonction de son état de déformation.

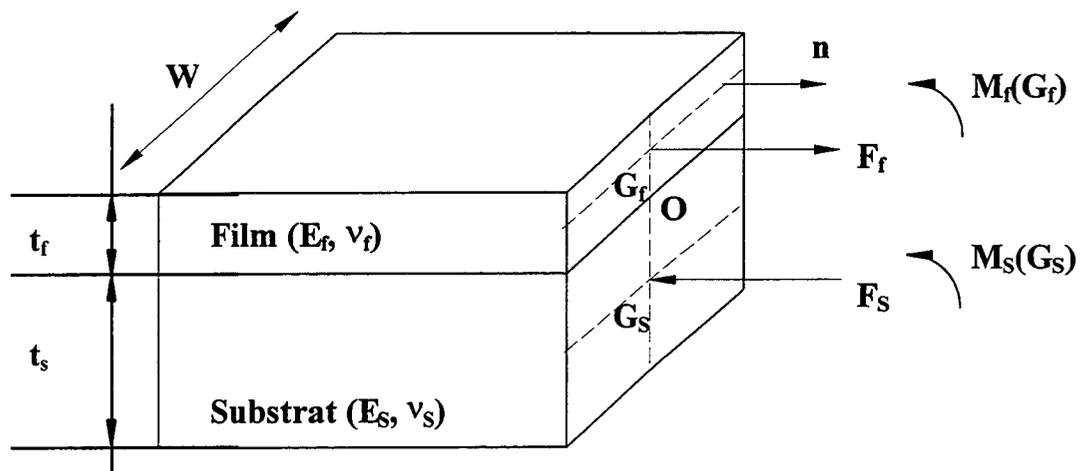


Figure A16 : Représentation d'un bicouche parallélépipédique.

---

### I.3. CARACTERISATION DE LA CONTRAINTE PLANE D'UNE COUCHE MINCE

---

Dans la partie précédente, nous avons montré qu'il était possible de quantifier la déformation en mesurant la courbure de la plaque. Il est intéressant maintenant de déduire à partir de cette courbure, la contrainte appliquée à la couche mince.

Dans le cadre d'une étude mécanique des dépôts effectués par électrolyse, STONEY<sup>25</sup> a mis au point en 1909 un formalisme reliant l'épaisseur du film déposé, la courbure obtenue et la contrainte résiduelle  $\sigma$ . Une soixantaine d'année plus tard Hoffman<sup>26</sup> introduisit la notion de module élastique biaxial et a ainsi étendu la formule de STONEY au cas d'une couche mince déposée sur une plaque. Henein et Wagner<sup>27</sup> ont étudié l'état de contrainte induit par un dépôt sur un substrat.

Nous décrirons ici, le formalisme de STONEY appliqué aux couches minces, en mettant en évidence les différentes hypothèses d'application.

#### I.3.1. MODELE DE LA "POUTRE TRIDIMENSIONNELLE"

Deux couches déposées l'une sur l'autre sont soumises à des forces d'adhérence qui provoquent une répartition complexe d'action et de réaction réciproque. En élasticité pure, ces interactions se traduisent notamment par des gradients de contraintes dans le plan de l'interface (contraintes tangentielles et normales à l'interface), au voisinage des lignes singulières qui suivent les bords du film. Suivant les propriétés mécaniques du film et du substrat, ces effets de bord peuvent être sensibles jusqu'à des distances supérieures à quelques dizaines de fois l'épaisseur du film. Pour des couches dont les dimensions transversales sont très supérieures à l'épaisseur, il est possible d'ignorer ces effets de bord. Alors, l'équilibre statique du système dans cette région centrale se traduit, sur une section plane perpendiculaire, par la présence d'efforts de cohésion auto-équilibrés, dans lesquels les contributions du film et du substrat doivent être distinguées.

Pour les expliciter, on considère le cas simplifié d'un substrat parallélépipédique de largeur  $w$  (Figure A16). Dans une section droite de ce modèle nous définissons les éléments de réduction des torseurs d'efforts de cohésion, où  $F_f$  et  $F_s$  sont les forces résultantes et  $G_f$  et  $G_s$  les moments résultants.

Les forces  $F_f$  et  $F_s$  sont supposées agir uniformément et respectivement sur les sections droites du film et du substrat. Les moments, quant à eux, sont responsables d'une courbure du système bicouche. Les conditions d'équilibre global de la poutre en l'absence d'efforts extérieurs s'expriment par :

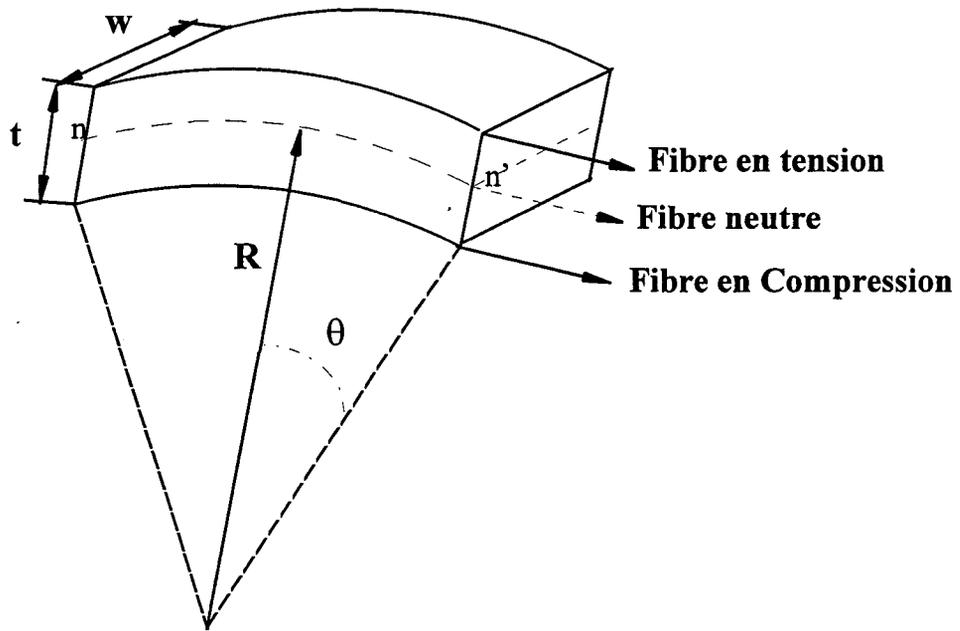


Figure A17 : Représentation d'une poutre symétrique soumise à une flexion pure.

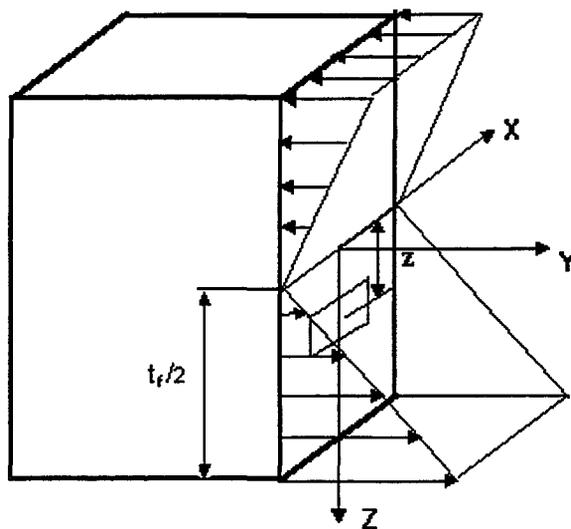


Figure A18 : Section de la poutre. La déformation, dans une fibre quelconque, est proportionnelle à la distance qui la sépare de la fibre neutre.

- La nullité de la résultante générale dans l'ensemble de la section :

$$F_f + F_s = 0 \quad \text{soit} \quad F_f = -F_s \quad (9)$$

- La nullité du moment résultant général calculé en 0, point médian de la ligne interfaciale dans la section :

$$M_f + M_s + F_s \cdot (t_s/2) - F_f(t_f/2) = 0 \quad (10)$$

En combinant les équations (9) et (10), on obtient :

$$(t_f + t_s) \cdot F_f = 2(M_f + M_s) \quad (11)$$

Si on considère maintenant une poutre symétrique homogène soumis à une flexion pure sous l'effet d'un moment  $M$  (Figure A17), la déformation par rotation des sections droites provient uniquement de la contraction ou de l'extension des fibres longitudinales. Elles subissent une tension sur la face convexe tandis que celles de la face concave sont en compression. La ligne  $nn'$  est la trace de la surface dans laquelle les fibres ne subissent pas de déformation pendant la flexion. Cette surface est la surface neutre alors que son intersection avec une section transversale quelconque est appelée axe neutre. L'allongement d'une fibre quelconque est proportionnel à la distance de cette fibre à la surface neutre du système. Il en résulte que la déformation uniaxiale est fonction de la position  $z$  de la fibre par rapport à la fibre neutre qui est à  $t/2$  dans le cas de deux matériaux massifs (Figure A18):

La déformation  $\varepsilon$  d'un élément situé à une distance  $z$  de l'axe neutre s'exprime sous la forme :

$$\varepsilon(z) = \left( \frac{(R \pm z)\theta - R\theta}{R\theta} \right) = \pm \frac{z}{R} \quad (12)$$

Où  $R$  est le rayon de courbure de la fibre neutre,  $\theta$  l'angle de courbure.

Dans le cas d'un système élastique, il est possible en faisant intervenir le module d'élasticité  $E$  (Module d'YOUNG) de relier la déformation et la contrainte par la loi de HOOKE.

$$\sigma(z) = E \cdot \varepsilon(z) \quad (13)$$

Le moment de flexion  $M$  appliqué au centre de symétrie s'exprime par :

$$M = 2 \int_0^{t/2} w \cdot \sigma(z) \cdot z \cdot dz = 2 \int_0^{t/2} E \cdot \frac{z}{R} w \cdot z \cdot dz = E \cdot \frac{t^3 w}{12R} \quad (14)$$

Avec  $w$  largeur du système et  $z$  l'épaisseur à une distance quelconque entre 0 et  $t/2$ .

Ces derniers calculs sont applicables autant pour le film que pour le substrat.

$$M_f = E_f \cdot \frac{t_f^3 w}{12R} \quad (15) \quad \text{et} \quad M_s = E_s \cdot \frac{t_s^3 w}{12R} \quad (16)$$

En remplaçant  $M_f$  et  $M_s$  par leurs expressions (15) et (16) dans l'équation (11), on obtient l'expression de la force appliquée au film :

$$F_f = \frac{1}{t_f + t_s} \cdot \frac{w}{6R} \cdot (E_f \cdot t_f^3 + E_s \cdot t_s^3) \quad (17)$$

La contrainte dans le film est le rapport entre la force exercée sur une section droite et la surface de cette section.

$$\sigma_f = \frac{F_f}{w \cdot t_f} \quad (18)$$

Cette expression combinée à l'expression (17) donne :

$$\sigma_f = \frac{t_s^3}{t_f t_s \left(1 + \frac{t_f}{t_s}\right)} \frac{1}{6R} \left[ E_f \cdot \frac{t_f^3}{t_s^3} + E_s \right] \quad (19)$$

### I.3.2. MODELE DE LA "PLAQUE"

Si on passe d'un modèle de déformation uniaxial (modèle de la poutre) à un modèle biaxial (système film mince / substrat), la déformation devient sphérique et la relation contrainte déformation fait intervenir le coefficient de poisson ( $\nu$ ) qui exprime le rapport entre la déformation longitudinale et la déformation transversale (Figure A19).

Dans le cas d'une déformation biaxiale, la distribution est :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\sigma_{xx}}{E} - \nu \cdot \frac{\sigma_{yy}}{E} \quad (20)$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{\sigma_{yy}}{E} - \nu \cdot \frac{\sigma_{xx}}{E} \quad (21)$$

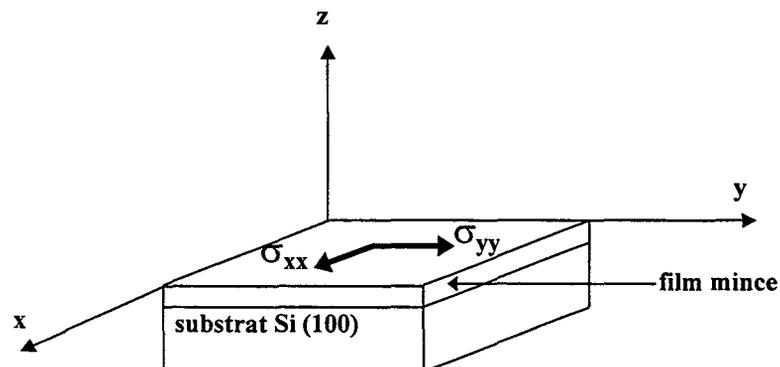


Figure A19 : Représentation de la contrainte biaxiale d'une couche mince.

Comme nous considérons la contrainte comme isotrope dans le plan, il en résulte que les composantes de déformation de cisaillement  $\epsilon_{xz}$  et  $\epsilon_{yz}$  s'annulent suivant l'hypothèse de Kirchhoff<sup>28</sup>. Ainsi les composantes du tenseur de contrainte  $\sigma_{xz}$  et  $\sigma_{yz}$  disparaissent. De même, la composante normale  $\sigma_{zz}$  est nulle car il n'existe pas de force orthogonalement à la surface du substrat. De plus, si nous considérons une distribution de contrainte homogène et isotrope dans le plan (x, y) nous obtenons :

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \sigma_{yy} = \sigma \quad \text{et} \quad \sigma_{xy} = 0 \\ \sigma_{xx} &= \sigma_{yy} = \frac{E}{1-\nu} \cdot \epsilon\end{aligned}\quad (22)$$

En faisant intervenir le module biaxial l'équation (15) devient :

$$\sigma_f = \frac{t_s^3}{t_f t_s \left(1 + \frac{t_f}{t_s}\right)} \frac{1}{6R} \left[ \left( \frac{E_f}{1-\nu_f} \right) \cdot \frac{t_f^3}{t_s^3} + \left( \frac{E_s}{1-\nu_s} \right) \right] \quad (23)$$

Une autre caractéristique des couches minces est que son épaisseur est très inférieure à celle du substrat ( $t_f / t_s \approx 10^{-3}$ ) on peut donc négliger ce rapport et obtenir l'équation finale de STONEY :

$$\boxed{\sigma_f = \frac{1}{6} \frac{E_s}{(1-\nu)_s} \frac{t_s^2}{R} \cdot \frac{1}{t_f}} \quad (24)$$

La contrainte est couramment exprimée en dynes/cm<sup>2</sup> ou en MPa. Etant donnée que les contraintes sont de l'ordre d'une centaine de MPa dans les couches minces, ce qui correspond à plusieurs 10<sup>9</sup> dynes/cm<sup>2</sup>, nous avons choisi d'utiliser le MPa comme unité.

*Remarque : 1 dynes/cm<sup>2</sup> = 0.1 Pa soit 10<sup>7</sup> dynes/cm<sup>2</sup> = 1 MPa*

### **I.3.3. VERIFICATION DES HYPOTHESES**

Les hypothèses permettant d'appliquer cette formule dans le cas de couches minces sont au nombre de huit.

① Un substrat plat :

Une prè-mesure sur le substrat de silicium est réalisée permettant ainsi de s'affranchir de cette hypothèse.

② L'épaisseur du substrat doit être très supérieure à l'épaisseur des films minces :

Dans le procédé Qubic l'ensemble des dépôts atteint une épaisseur maximum de 6.75µm soit 100 fois moins que l'épaisseur du substrat.

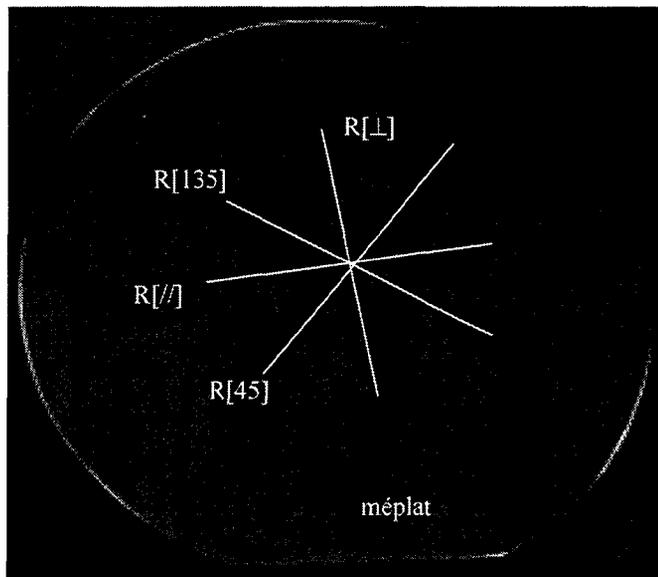


Figure A20 : Mesure de l'isotropie des contraintes dans le plan du substrat.

- ③ Une dimension transversale de la couche très supérieure à son épaisseur :  
L'ensemble des études s'est réalisé sur des plaques de 150 mm de diamètre et de 675  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.
- ④ Une surface de plaque mécaniquement libre :  
Lors de la mesure de la courbure, la plaque est posée sur trois points et ne subit aucune action mécanique.
- ⑤ Une température uniforme :  
Lors des mesures à température ambiante, la plaque possède une température homogène. Nous verrons dans le chapitre III que lors des mesures en température cette hypothèse n'est pas vérifiée.
- ⑥ Un modèle élastique :  
Ce formalisme repose sur l'hypothèse d'un modèle élastique. C'est pourquoi, dans le cas où des déformations plastiques interviendraient, il convient d'être prudent et critique pour ce qui concerne l'ordre de grandeur de la contrainte calculée par la formule de STONEY à partir de la courbure mesurée au FSM.
- ⑦ Des dépôts ayant une épaisseur isotrope uniforme :  
La variation d'épaisseur sur plaque des dépôts dépend de la technique utilisée pour les réaliser, mais on peut considérer que des fluctuations d'épaisseur de l'ordre de 3% ne remettent pas en cause cette hypothèse.
- ⑧ Une contrainte plane isotrope et biaxiale dans le plan du film :  
Cette hypothèse a été vérifiée en effectuant plusieurs fois la mesure de la courbure dans plusieurs directions (0, 45, 90 et 135°) et en comparant les mesures obtenues (Figure A20).  
Les résultats (Tableau I) indiquent que, dans la plage d'erreur autorisée, les rayons de courbure, autant que les contraintes, sont égaux quelle que soit l'orientation de la mesure. On peut donc dire que la contrainte est isotrope et uniforme dans le plan du substrat.  
Les mesures ont été effectuées sur un dépôt de nitrure de silicium de 12000 Å d'épaisseur.

Angle en degrés	Dispersion en %	Contrainte en MPa
0	0,37%	-94,5
45	0,91%	-94,9
90	0,08%	-95,7
135	0,76%	-96,6

Tableau I : Mesure de la contrainte dans quatre directions, et mesure de sa reproductibilité.

### I.3.4. MODELE DE STRATE.

Avant d'étudier le comportement des matériaux cristallins et amorphes, il faut s'interroger sur la signification de la contrainte déduite mathématiquement de la formule de STONEY.

A.Sauter et W.Nix<sup>29</sup> en 1992 ont montré par analyse par éléments finis que la contrainte normale est plus importante à l'interface et évolue en fonction d'une coupe transverse. D'autres auteurs indiquent de la même façon que pour un substrat d'épaisseur infinie, la contrainte est maximale proche de l'interface et décroît rapidement en fonction de l'épaisseur. La présence d'un gradient de contrainte au sein du film, montre que la contrainte déduite de la formule de STONEY représente la contrainte moyenne mais ne permet pas de prédire l'état des contraintes dans l'épaisseur du film et à l'interface. La courbure qui est purement expérimentale donne une meilleure approche de la contrainte maximale de la couche.

Pour décrire le comportement en fonction de l'épaisseur on peut décomposer la couche en n strates d'épaisseur identique ( $e_p$ ) (Figure A21).

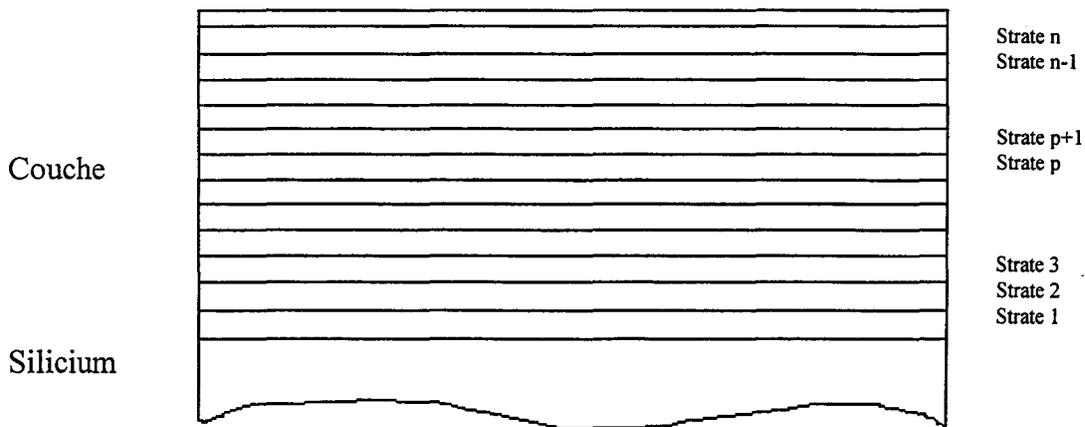


Figure A21 :Représentation simplifiée d'une couche décomposée en n strates.

La contrainte totale ou la contrainte maximale à l'interface ( $\sigma_{\max}$ ) entre le matériau et le substrat est proportionnelle à la somme des contraintes individuelles de chaque strate. Cette grandeur est représentée par la somme des courbures induites par chaque strate :

$$\sigma_{\max} \propto \sum_{p=1}^n \frac{1}{R_p} \quad (25)$$

La contrainte moyenne déterminée par l'équation de STONEY correspond ici à la contrainte totale ramenée en unité d'épaisseur :

$$\sigma_{\text{moy}} \propto \frac{\sum_{p=1}^n \frac{1}{R_p}}{\sum_{p=1}^n e_p} \quad (26)$$

La validité de l'équation de STONEY est réalisée lorsque la couche est homogène donc lorsque la contrainte intrinsèque de chaque élément est identique. Si elle est homogène dans l'épaisseur, elle doit être indépendante mathématiquement de ce paramètre. Lorsque chaque strate apporte une contribution identique, la contrainte totale ou la courbure totale ( $1/R_T$ ) devient alors proportionnelle à l'épaisseur totale ( $e_T$ ).

$$\frac{1}{R_T} = a \cdot e_T \quad (27)$$

La courbure moyenne de la plaque devient de ce fait constante :

$$\sigma_{moy} = \frac{E}{6(1-\nu)} \cdot e_{si}^2 \cdot \frac{1}{R_T \cdot e_T} = cst \quad (28)$$

⇒ La formule de STONEY permet à partir de la mesure de la courbure de déterminer la contrainte moyenne d'une couche.

⇒ La courbure totale mesurée est proportionnelle à la contrainte maximale.

Remarque : La moyenne des contraintes  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  est la pression hydrostatique de la couche.

### I.3.5. CONTRAINTE D'UN MULTICOUCHE.

Dans le cas d'un multicouche, on peut faire l'hypothèse que sa contrainte est la somme des contraintes individuelles de chacune des couches qui le compose affectées de leur épaisseur respective. La formule de STONEY étendue à un multicouche de niveau n permet alors d'écrire<sup>30</sup> :

$$\sigma_e = \sum_{i=1}^{i=n} \sigma_i e_i \quad (29)$$

pour un bicouche  $n=2$  :

$$\sigma_T e_T = \sigma_1 e_1 + \sigma_2 e_2 \quad (30)$$

On peut exprimer l'équation (30) en terme de courbure :

$$\frac{1}{R_T} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (31)$$

*La contrainte mécanique totale, que nous avons défini dans cette section, provient de plusieurs facteurs. Nous nous proposons maintenant de décomposer la contrainte totale ou maximale en une somme de contraintes individuelles.*

---

## I.4. DECOMPOSITION DE LA CONTRAINTE MECANIQUE TOTALE.

---

Le dépôt d'un film mince sur un substrat de silicium provoque l'apparition d'une contrainte mécanique au sein du film et dans le substrat. Plusieurs facteurs contribuent aux développements de ces contraintes dans les couches minces de chaque structure d'interconnexion. La contrainte mécanique possède de nombreuses origines qui peuvent de surcroît interagir entre elles, il est donc difficile de remonter à la cause exacte. Citons quelques-uns de ces facteurs influents :

- Coefficients de dilatations thermiques.
- Recuits thermiques après dépôt.
- Hygrométrie de l'air ambiant.
- Epaisseur de la couche.
- Conditions de dépôts.
- Nature du substrat.
- Porosité.

La contrainte totale possède plusieurs composantes que l'on cherche à identifier.

Une première approche peut consister à extraire la composante dite thermique ( $\sigma_{ther}$ ) qui est due à la différence des coefficients de dilatation entre le substrat et la couche. La contrainte totale devient la somme d'une contrainte thermique et d'une contrainte résiduelle.

$$\sigma_{Totale} = \sigma_{ther} + \sigma_{resi} \quad (32)$$

Cette décomposition n'est pas suffisante si l'on désire connaître les différentes composantes de cette contrainte. La contrainte résiduelle ainsi définie englobe à la fois les contraintes dues aux conditions de dépôt et les variations de contraintes qui peuvent avoir lieu après dépôt. Il est donc souhaitable de la subdiviser en deux composantes distinctes :

- La première est définie comme étant la contrainte du matériau pendant sa fabrication à température de dépôt.
- La seconde représente l'ensemble des variations de contraintes qui ont lieu ultérieurement dans le temps.

$$\sigma_{Totale} = \sigma_{ther} + \sigma_{intr} + \sigma_{extr} \quad (33)$$

Autrement dit, la contrainte totale dépend de la différence de température entre la température de dépôt  $T_0$  et la température  $T$  où est effectuée la mesure de courbure ( $\Delta T$ ), des paramètres machine et de la nature physico-chimique de la couche ( $\Delta PC$ ), et des variations extérieures qui ont lieu entre l'instant  $t_0$  après dépôt et l'instant  $t$  où a lieu la mesure ( $\Delta t$ ).

Par différenciation, on obtient :

$$\Delta\sigma_{\text{Totale}} = \frac{\partial\sigma_{\text{Totale}}}{\partial T} \cdot \Delta T + \frac{\partial\sigma_{\text{Totale}}}{\partial PC} \cdot \Delta PC + \frac{\partial\sigma_{\text{Totale}}}{\partial t} \cdot \Delta t \quad (34)$$

$$\text{avec } \Delta\sigma_{\text{Ther}} = \frac{\partial\sigma_{\text{Totale}}}{\partial T} \cdot \Delta T$$

$$\Delta\sigma_{\text{Intr}} = \frac{\partial\sigma_{\text{Totale}}}{\partial PC} \cdot \Delta PC$$

$$\Delta\sigma_{\text{Extr}} = \frac{\partial\sigma_{\text{Totale}}}{\partial t} \cdot \Delta t$$

Etant donné que la contrainte thermique et la contrainte extrinsèque dépendent de la composition structurale de la couche et donc de la contrainte intrinsèque, pour considérer l'équation (34) valide, il faut fixer la contrainte intrinsèque. On étudie donc les évolutions de contraintes pour un matériau donné, déposé dans des conditions opératoires déterminées. La variation de contrainte intrinsèque  $\Delta\sigma_{\text{intr}}$  est alors constante :

$$\Delta\sigma_{\text{Totale}} = \Delta\sigma_{\text{ther}} + \sigma_{\text{intr}} + \Delta\sigma_{\text{extr}} \quad (35)$$

Si un matériau, par exemple un oxyde, est recuit sous atmosphère d'oxygène à température élevée, la variation de contrainte ne doit pas être classifiée comme une nouvelle contrainte extrinsèque. Les variations que la couche subit sont trop éloignées des conditions de fabrications initiales, il faut considérer le matériau comme un nouveau matériau avec une nouvelle contrainte intrinsèque et une nouvelle évolution en fonction de la température et du temps.

Un matériau est défini en terme de contrainte lorsque l'on connaît :

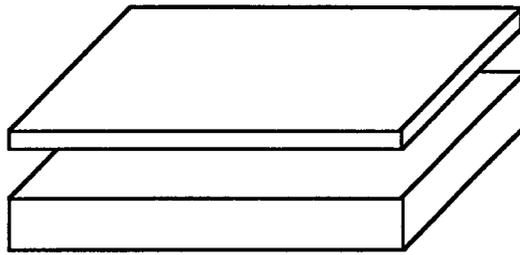
- Sa contrainte intrinsèque.
- L'évolution de sa contrainte en fonction de la température.
- L'évolution de sa contrainte en fonction du temps.

#### **I.4.1. CONTRAINTES D'ORIGINES INTRINSEQUES.**

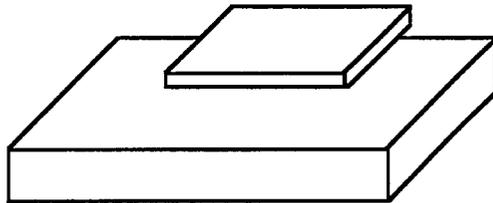
$$\Delta\sigma_{\text{Totale}} = \Delta\sigma_{\text{ther}} + \sigma_{\text{intr}} + \Delta\sigma_{\text{extr}}$$

La contrainte intrinsèque est déterminée à la fin du dépôt au temps  $t_0$  et à la température  $T_0$  de celui-ci. La contrainte intrinsèque caractérise la nature structurale de la couche.

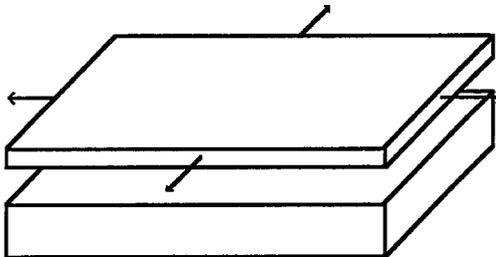
Cette contrainte se développe dans des conditions de non équilibre total. Chaque fois que ces conditions sont telles qu'une nouvelle sous-couche est déposée sans que



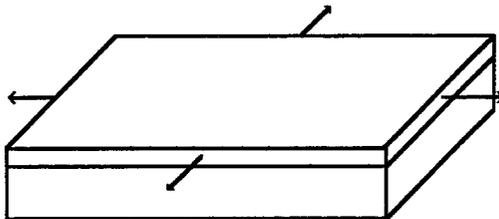
a : Deux couches distinctes



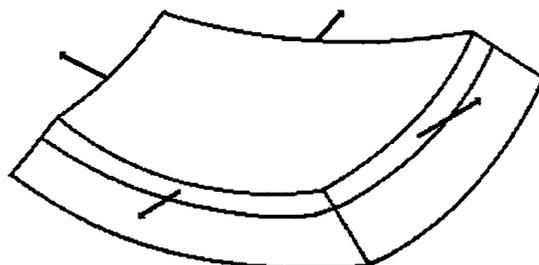
b : Modification de leurs dimensions en fonction de leur coefficient de dilatation.



c : Application d'une force en traction pour ramener les deux couches à la même dimension.



d : Reconstitution du bicouche.



e : La suppression des deux forces va entraîner une déformation.

Figure A22 : Illustrations de l'action tri-dimensionnelle de la température sur un bicouche.

les atomes sous-jacents n'aient eu le temps de diffuser vers leur position d'équilibre, une contrainte dite intrinsèque prend naissance au sein du film. Elle peut se manifester par des forces de traction ou de compression internes, en fonction des conditions de réalisation. Cette contrainte n'est pas modélisable mathématiquement de façon globale, elle dépend des paramètres de la machine. Chaque technique de dépôt engendre ses propres phénomènes physico-chimiques.

Par exemple dans les techniques dites CVD, si les produits gazeux de réactions ne parviennent pas à s'échapper lors du processus de croissance, ils engendrent une contrainte en tension. Il en est de même lorsque ces produits sont désorbés normalement et que les derniers atomes manquent de mobilité pour combler de façon convenable les lacunes restantes.

Pour illustrer la diversité des problèmes que l'on peut rencontrer sans pour autant faire un exposé trop exhaustif, citons le cas des matériaux déposés par technique de pulvérisation cathodique (PVD). Par exemple, si la température du substrat est relativement basse par rapport au point de fusion du matériau et que l'équilibre structural n'est pas atteint, il y a création d'une contrainte intrinsèque.

Les mécanismes liés à ce type de contrainte sont fortement dépendant de la nature du matériau déposé, de la conception de la machine et des conditions opératoires. Le chapitre II est entièrement consacré aux contraintes de types intrinsèques.

#### **I.4.2. CONTRAINTES D'ORIGINES THERMIQUES.**

$$\Delta\sigma_{\text{Totale}} = \Delta\sigma_{\text{ther}} + \sigma_{\text{intr}} + \Delta\sigma_{\text{extr}}$$

La notion physique de contrainte thermique a été identifiée et analysée en détail à partir de la fin des années 60 pour le silicium<sup>29</sup>. Les contraintes thermiques dans les couches minces, déposées sur un substrat de silicium soumis à un chauffage, sont principalement dues à la dilatation différentielle entre le matériau et le substrat. Le substrat de silicium étant au moins 100 fois (675  $\mu\text{m}$  / 7  $\mu\text{m}$ ) plus épais que l'ensemble des autres matériaux qui constituent le circuit, les couches métalliques ou diélectriques luttent contre les changements de dimensions du silicium pendant les différents cycles de température du processus de fabrication. La déformation dans la couche est alors directement fonction de la différence de dilatation thermique entre le silicium ( $\alpha_s$ ) et le film ( $\alpha_f$ ).

$$\varepsilon(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_s(T) - \alpha_f(T)) dT \quad (36)$$

Pour illustrer ce mécanisme, on peut décomposer l'action tri-dimensionnelle de l'effet de la température en cinq étapes (Figure A22). Initialement, le film et le substrat forment un bicouche supposé mécaniquement libre. Chaque couche est considérée comme une entité distincte (Figure A22a). Sous l'action de la température, les

---

dimensions longitudinales et latérales du film et du substrat évoluent proportionnellement à leur propre coefficient de dilatation thermique (Figure A22b). L'application d'une force en traction dans les deux directions x et y de part et d'autre du film amène celui-ci aux mêmes dimensions que le substrat (Figure A22c). A ce stade le bicouche peut être reconstitué (Figure A22d). En supposant une adhérence parfaite entre les deux couches, la suppression des deux forces  $F_{xx}$  et  $F_{yy}$  va entraîner une déformation de l'ensemble. Le substrat et le film voulant chacun reprendre leur forme initiale, des contraintes d'origines thermiques vont naître à l'interface des deux matériaux (Figure A22e).

Dans cette illustration, le film a un coefficient de dilatation thermique supérieur à celui du silicium, il subit une force de compression en chauffant et se trouve sous tension en refroidissant. Le phénomène inverse se produit pour les matériaux ayant un coefficient de dilatation plus faible que celui du silicium.

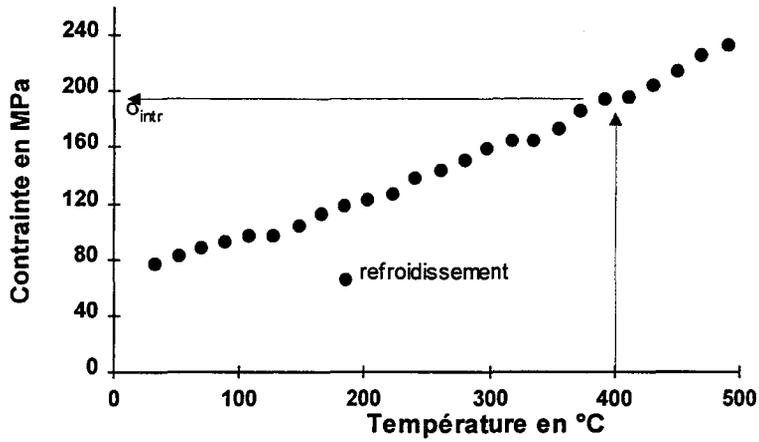
La variation de température ne crée pas seulement des changements de volume par dilatation différentielle mais également par changement de composition structurale, par annihilation des lacunes, des dislocations, des précipités ou encore par changement de phase cristallographique. Tous ces mécanismes conduisent à un changement de volume du film créant des contraintes résiduelles à l'interface film-substrat pouvant engendrer une flexion de l'ensemble. Le chapitre III décrit en détail la contrainte thermique présente dans certaines couches utilisées en production de circuits intégrés.

#### **I.4.3. CONTRAINTES D'ORIGINES EXTRINSEQUES.**

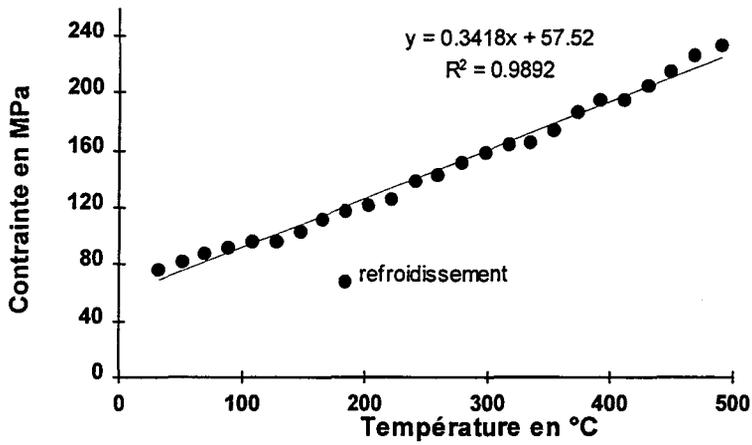
$$\Delta\sigma_{\text{Totale}} = \Delta\sigma_{\text{ther}} + \sigma_{\text{intr}} + \Delta\sigma_{\text{extr}}$$

La contrainte extrinsèque est certainement la plus générale puisqu'elle englobe l'ensemble des paramètres qui constituent après dépôt une modification de structure du film. Il peut s'agir d'une modification de la composition chimique ou de structure de la couche qui entraîne, soit la création de contraintes supplémentaires, soit la relaxation de contraintes existantes.

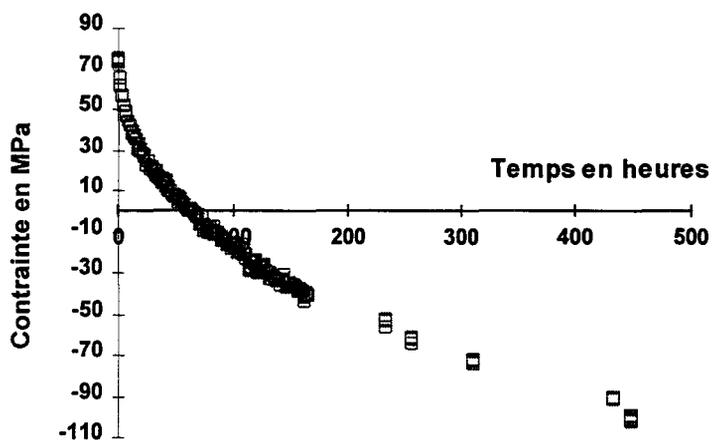
Par exemple, les oxydes dopés au bore et au phosphore déposés par technique CVD absorbent une large quantité d'eau provenant de l'humidité de l'air ambiant. L'absorption d'eau est ici un phénomène externe. Elle tend à développer une contrainte en compression au sein du film. A l'inverse, lors du chauffage, la désorption de l'eau incorporée lors de la phase de dépôt entraîne cette fois une tension dans le film. Les réactions à l'état solide sont normalement associées à un changement de volume qui est à l'origine d'une déformation. Supposons que le film soit libre de toute contrainte, l'absorption d'eau augmente son volume initial d'une valeur  $\Delta V$ . La déformation dans chaque direction linéaire provoque un changement de volume égal à  $1/3 \Delta V/V$ , soit dans la direction x :



a) représentation de la détermination graphique de la contrainte intrinsèque.



b) représentation de la détermination graphique de la contrainte thermique.



c) représentation de la détermination graphique de la contrainte extrinsèque.

Figure A23 : Exemple d'étude expérimentale permettant de déterminer les trois composantes de la contrainte totale pour une couche de BPSG APCVD.

---

$$\varepsilon_{xx} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} = \frac{l_0 - l}{l_0} \quad (37)$$

où  $l_0$  est la longueur initiale et  $l$  la longueur après déformation.

Cette couche n'est pas mécaniquement libre puisqu'elle est solidaire du substrat. Le film ne va donc pas pouvoir se dilater librement. Il en résulte, dans le cas des hypothèses des contraintes planes ou  $\sigma_{xx} = \sigma_{yy}$  et  $\sigma_{zz} = 0$ , un état de compression dans la direction  $x$  :

$$\sigma_{xx} = \frac{E}{1-\nu} \varepsilon_{xx} = -\frac{1}{3} \frac{E}{1-\nu} \frac{\Delta V}{V} \quad (38)$$

Les contraintes d'origines extrinsèques n'apparaissent pas uniquement pour les techniques de dépôts dites chimiques. L'aluminium, déposé par pulvérisation cathodique sur un substrat de silicium, peut également évoluer en fonction du temps, dû entre autre au glissement de dislocation, créant ainsi une modification de la contrainte totale.

Le chapitre IV expose les modifications de contraintes en fonction du temps pour différents matériaux utilisés dans le procédé Qubic.

La contrainte totale peut être subdivisée en trois composantes élémentaires. A partir de mesures expérimentales, il est possible d'identifier l'ensemble de ces composantes :

- le chapitre II décrit en détail les contraintes d'origines intrinsèques. Elles peuvent, pour certains matériaux, être déterminées grâce à une mesure effectuée à la température de dépôt (Figure A23a).
- le chapitre III décrit les contraintes d'origines thermiques. Elles sont déterminées par la variation de contrainte en fonction de la température (Figure A23b).
- le chapitre IV décrit les contraintes d'origines extrinsèques. Elles sont étudiées lors d'un stockage à température ambiante (Figure A23c).

---

## Chapitre II

---

# CONTRAINTES INTRINSEQUES

Les contraintes mécaniques intrinsèques sont directement liées à la nature du matériau et à sa technique de fabrication. Elles se manifestent à chaque fois qu'un état de non équilibre se crée lors du dépôt.

Les contraintes intrinsèques sont caractéristiques d'une couche donnée. Il est intéressant de suivre leurs évolutions à deux titres :

- Leurs dérives, même faibles, indiquent une modification des paramètres de l'équipement.
- Les contraintes intrinsèques importantes peuvent provoquer non seulement des défauts de structures dans la couche, comme un décollement ou une fissure, mais également dégrader la fiabilité des lignes conductrices.

Ce chapitre est composé de deux sections. Dans la section II.1, nous nous intéressons principalement aux différentes techniques utilisées en production pour réaliser les interconnexions afin d'identifier leur influence sur la contrainte intrinsèque. Pour chaque couche mince, nous indiquons les paramètres qui permettent de contrôler la contrainte intrinsèque au sein de la structure. Ensuite, dans la section II.2, nous étudions l'influence de l'épaisseur du film déposé sur le niveau de la contrainte intrinsèque.

---

## II.1. VARIATION DE LA CONTRAINTE INTRINSEQUE EN FONCTION DE LA TECHNIQUE DE DEPOT.

---

La mesure expérimentale de la contrainte intrinsèque est délicate puisqu'elle doit être effectuée pendant la phase de dépôt, pour éviter de prendre en compte la contribution thermique ou extrinsèque. Il est très difficile dans un bâti destiné à la production de réaliser un système permettant une mesure "in situ".

La contribution extrinsèque peut être négligée lorsque l'on mesure la courbure de la plaque juste après dépôt.

Par contre, la contribution thermique ne peut pas être négligée aussi facilement. Il faut utiliser une enceinte régulée en température, où l'on introduit un substrat de silicium recouvert de la couche à analyser que l'on réchauffe à la température de dépôt.

- Pour les matériaux amorphes, en première approximation, on peut dire que la courbure résultante de la plaque à la température de dépôt provient de la contrainte intrinsèque, puisque la déformation d'origine thermique est alors nulle.

$$\sigma_{int} = \sigma_{totale}(T_0, t_0) \quad (39)$$

- Pour les matériaux polycristallins malléables, des modifications de structure peuvent apparaître lors du refroidissement avant la mesure en température. La contrainte à la température de consigne n'est donc pas représentative de la contrainte intrinsèque du film pendant le dépôt. Il n'est donc pas possible de déterminer la contrainte intrinsèque pour ce type de matériaux en dehors d'une véritable mesure "in-situ" lors de la phase de dépôt.

### II.1.1. COUCHES DEPOSEES PAR PULVERISATION CATHODIQUE.

Les techniques permettant de déposer des couches métalliques peuvent être regroupées en deux grandes familles, les techniques par pulvérisation et celles par évaporation. Les techniques par pulvérisation peuvent être effectuées à partir d'une décharge soit continue (DC), soit radiofréquence (H.F.), avec ou sans bombardement ionique de la couche en formation. De la même façon, il existe différentes techniques d'évaporation comme l'évaporation réactive activée (A.R.E.) ou encore assistée par faisceaux d'ions (I.A.D.).

Cette liste n'est pas exhaustive, mais montre qu'il existe de très nombreuses techniques de dépôts métalliques. Nous étudions uniquement dans cette partie la pulvérisation cathodique magnétron à courant continu, c'est la plus simple et la plus répandue en production de circuits intégrés.

En technologie planar du silicium, le matériau le plus employé pour constituer les conducteurs métalliques est l'aluminium. Ce choix se justifie par de nombreuses raisons : sa faible résistivité ( $\rho = 2.7 \mu\Omega.cm$ ), sa compatibilité avec d'autres matériaux et la possibilité de le graver en sec ou en humide. En réalité, on utilise le plus fréquemment un de ses alliages parce qu'il permet d'améliorer les propriétés de l'aluminium pur. Les plus répandus sont les alliages d'aluminium à base de cuivre (AlCu) et à base de silicium (AlSi). L'incorporation de cuivre dans la structure permet d'augmenter la résistance à l'électromigration et l'incorporation de silicium élimine dans les contacts les risques de migration de l'aluminium à travers le silicium épitaxié (spiking). Mais d'autres métaux sont utilisés pour constituer le réseau électrique des circuits comme le tungstène titane WTi (barrière de diffusion), le platine Pt (diode schottky), le nitrure de titane (couche d'anti-réflexion). Dans ce chapitre, nous nous intéressons plus particulièrement à l'alliage tungstène titane (WTi 15%), à l'alliage aluminium cuivre (Al Cu 4%), et à l'alliage aluminium silicium cuivre (Al Si 1% Cu 0.04%).

### II.1.1.1. PRESENTATION DE L'EQUIPEMENT.

La pulvérisation cathodique sous décharge continue est le terme employé pour décrire le mécanisme d'arrachement d'atomes sur une cible (cathode), sous l'effet de la collision de particules énergétiques, qui vont ensuite se déposer sur un substrat (anode). La figure B1 montre le schéma de principe.

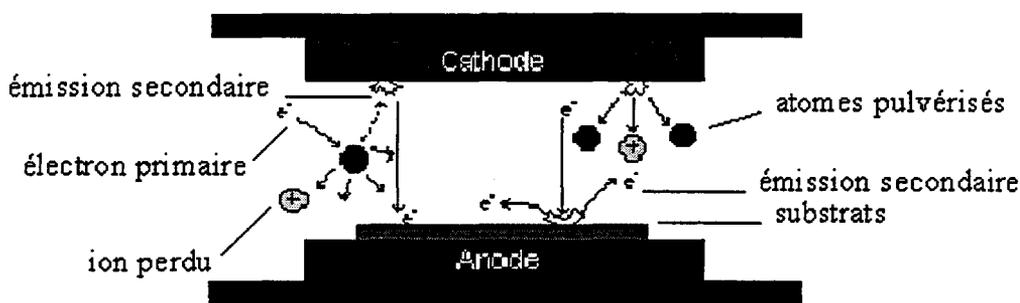


Figure B1 : Représentation schématique du mécanisme de pulvérisation cathodique.

Tout d'abord, le matériau qui doit être déposé sur le substrat se présente sous la forme d'un matériau massif que l'on nomme cible. Elle est positionnée à la cathode.

Ensuite, il faut créer des projectiles positifs. Après avoir fait le vide, on introduit un gaz neutre de haute pureté (Argon dans notre cas) et on applique la tension continue (DC). Une décharge électrique se produit et crée un plasma d'argon. Les ions  $Ar^+$  générés se trouvent accélérés par la différence de potentiel et viennent bombarder la cible. Pendant ce temps, les électrons se déplacent vers l'anode et entretiennent le plasma. Pour que la décharge électrique à basse pression ( $10^{-3}$  Torr) soit entretenue entre la cathode et l'anode, il faut que le plasma soit une source suffisante d'ions et

---

d'électrons. On utilise un aimant rotatif au niveau de la cathode pour confiner les électrons au voisinage de la cible, dans le but de limiter l'échauffement du substrat.

Finalement, le substrat doit être chauffé pour que les atomes arrachés de la cible viennent sur la surface de la plaque et se trouvent adsorbés. Ensuite, ils réagissent entre eux et la structure croît.

Cependant, pour réaliser des couches de bonnes qualités, il faut éviter l'introduction d'impuretés dans la couche et le dégazage des écrans de protections pendant la phase de dépôt. Il est donc nécessaire d'effectuer des vides poussés de l'ordre de  $10^{-8}$  à  $10^{-9}$  Torr dans la chambre avant la création du plasma. Ceci est réalisé par des pompes à vide de types cryo-sorptions. Le contrôle du niveau de vide fait partie intégrante de ce type d'équipement.

### II.1.1.2. INFLUENCE DES CONDITIONS DE DEPOT SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

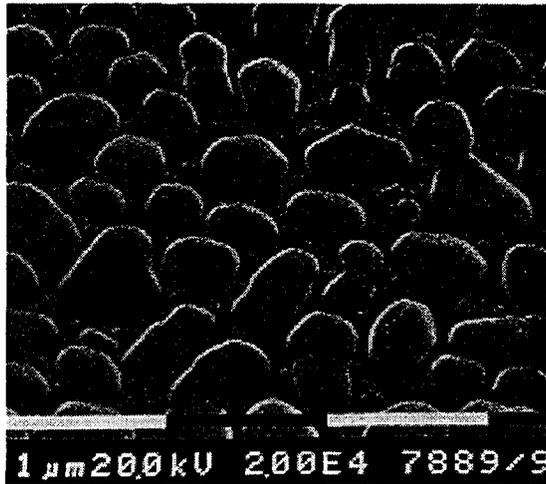
Les couches minces déposées par pulvérisation cathodique présentent des contraintes internes. Elles sont dues à l'accumulation de forces atomiques réparties dans le volume de la couche et provenant d'atomes qui sont hors de leur position d'équilibre. A la différence des couches diélectriques amorphes, les couches métalliques ont une structure polycristalline. La taille des grains et la présence de joints de grains modifient les caractéristiques mécaniques de ces couches minces. Les conditions de formation et de croissance déterminent les propriétés mécaniques de la couche mince. Autrement dit, leur contrainte intrinsèque dépend de leur microstructure et particulièrement de leur interface.

Lors de la création d'un film mince, il existe trois étapes : la nucléation, la formation de l'interface et la croissance de la couche<sup>31, 32</sup>. Il est en général difficile de distinguer clairement les frontières de chacune de ces étapes ; lors de la croissance de la couche, des atomes peuvent diffuser le long des joints de grains et pénétrer profondément dans la structure jusqu'à l'interface.

A ce stade, il est intéressant de décrire la formation de l'interface, en illustrant nos propos de photographies obtenues en microscopie électronique à balayage (Figure B2). On prend ici comme exemple une couche d'AlCu déposée sur un substrat de plan (100) à une température de 450°C sous une pression de 10 mtorr et avec une puissance de 10 kW.

- Lorsque les atomes provenant de la cible rencontrent la surface du substrat, ils lui transfèrent leur énergie cinétique. Ces atomes sont alors faiblement liés au réseau du substrat, on peut donc parler de nucléides thermodynamiquement instables. Ils peuvent être soit désorbés par évaporation, soit rétro-pulvérisés, soit piégés momentanément dans un site à basse énergie.

- Les atomes piégés diffusent sur la surface et échangent de l'énergie avec leur réseau. L'apport de matière supplémentaire ou l'association de deux nucléides va permettre d'abaisser l'énergie surfacique de l'ensemble et tendre vers un état stable.



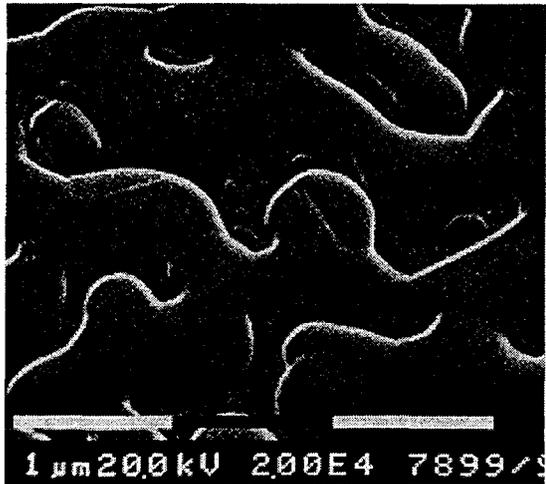
B2a 3.9s



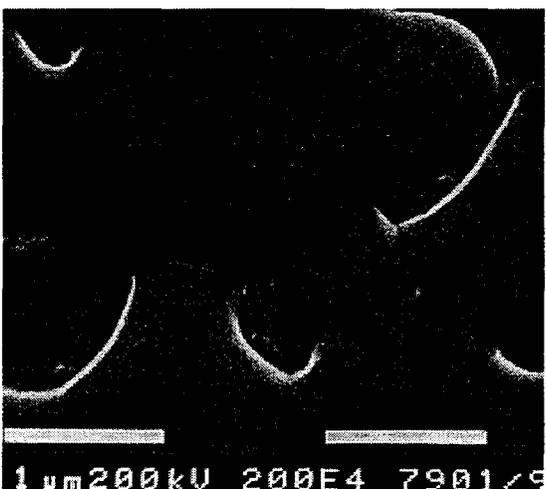
B2b 5.1s



B2c 6.3s



B2d 7.5s



B2e 12.2s



B2f 17.0s

Figure B2 : Photographies représentant l'aspect granulaire de la couche en formation en fonction du temps de dépôt pour une couche d'aluminium cuivre.

---

- Une fois le seuil de nucléation franchi, rapidement la phase de croissance démarre, mais la couche dans son ensemble ne possède pas encore de cohérence structurale, elle est constituée d'un ensemble de petits grains non joints, nommés "îlots"(Figure B2a).

- Au fur et à mesure que le temps de dépôt s'accroît, les îlots grossissent en nombre et en taille. La vitesse de croissance est certes tridimensionnelle mais à ce stade sa composante latérale est supérieure à sa composante normale. Cela se traduit par une croissance latérale des grains plus rapide que l'augmentation de leur épaisseur. On rentre alors dans une phase dite de coalescence où les îlots commencent à s'agglomérer (Figure B2b, c).

- Ce phénomène se poursuit jusqu'à atteindre une phase dite de "canal" (Figure B2d, e). La coalescence du matériau devient presque totale, il ne reste bientôt plus que quelques trous (Figure B2f). La structure de la couche passe du type continu à un type poreux.

- Lorsque tous les trous sont comblés, la couche d'interface continue est complète. La croissance massique peut commencer.

La composition structurale de la couche et plus particulièrement de son interface ainsi que son mode de fabrication sont à l'origine des contraintes intrinsèques. La microstructure du film mince est directement reliée à la mobilité des atomes qui arrivent sur le substrat et plus spécifiquement à leur énergie. Elle détermine à la fois la nature de la contrainte (en traction ou en compression), et son intensité. Cette mobilité dépend d'une part de la température du substrat et d'autre part de l'énergie des atomes incidents. Ces deux paramètres sont contrôlés sur un équipement de pulvérisation cathodique à courant continu.

- La température est appliquée sur la face arrière du substrat à l'aide d'une station de chauffage. L'efficacité du transfert de chaleur est améliorée par l'arrivée d'un gaz chaud sur sa face arrière.

- L'énergie des atomes incidents dépend à la fois de la pression dans la chambre, et de la puissance appliquée entre l'anode et la cathode.

Les paramètres qui influencent la structure de la couche, influencent également son état de contrainte interne. Ces paramètres sont :

- La température de dépôt.
- La pression dans la chambre de dépôt.
- La puissance de pulvérisation.

Remarque : Il existe d'autres facteurs qui influencent les contraintes intrinsèques des couches métalliques comme la forme de la cathode, l'énergie de polarisation secondaire, l'orientation cristallographique du substrat ou encore le rapport de masse entre les atomes constituant la cible et le gaz de pulvérisation. Nous aborderons uniquement dans cette section l'influence des paramètres contrôlables pour

---

un équipement de pulvérisation cathodique à courant continu possédant une configuration déterminée sans tension de polarisation secondaire.

**a) Température de dépôt.**

La température de dépôt ( $T$ ) joue un rôle prédominant dans la croissance de la couche et donc sur son état de contrainte. Par exemple, le phénomène de coalescence est accéléré par l'augmentation de la température.

Par contre, pour comparer les matériaux entre eux, il est nécessaire de faire intervenir la température de fusion ( $T_m$ ), qui est caractéristique du matériau considéré. Une couche d'aluminium déposée à  $450^\circ\text{C}$  ayant un point de fusion à  $660^\circ\text{C}$  ( $T/T_m = 0.68$ ) n'a pas les mêmes caractéristiques cristallines qu'une couche tungstène titane déposée à la même température dont les points de fusion sont respectivement  $1943^\circ\text{K}$  et  $3680^\circ\text{K}$  ( $T/T_m = 0.16$ ). Il faut donc prendre en compte le rapport entre la température de dépôt et la température de fusion caractéristique du matériau considéré.

L'influence du rapport  $T/T_m$  sur la structure interne de la couche est clairement montrée par MOVCHAN et DEMCHISHIN<sup>33</sup>. Ils sont les premiers en 1969 à avoir classé les microstructures des couches minces déposées par évaporation en fonction du rapport  $T/T_m$ . Un peu plus tard THORNTON<sup>34</sup> étend ce modèle aux couches déposées par pulvérisation. Il a montré que quatre zones peuvent être distinguées en fonction du rapport  $T/T_m$  (Figure B3).

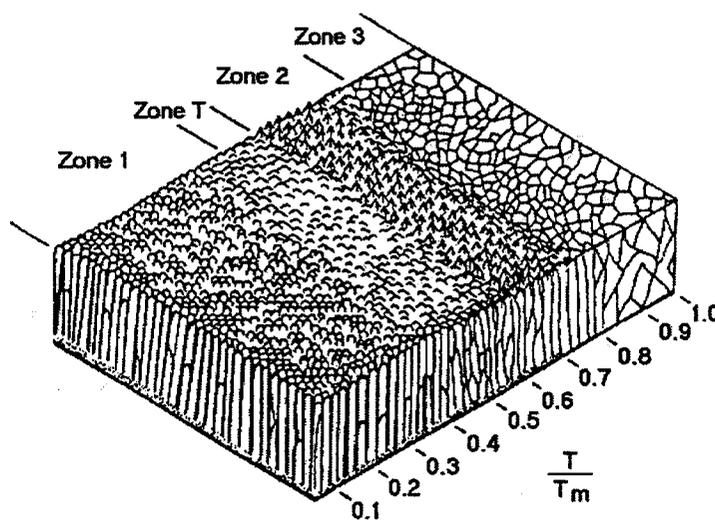


Figure B3 : Diagramme de Zone de THORNTON : Les couches déposées par pulvérisation ont une structure appartenant à l'une de ces quatre zones en fonction du rapport  $T/T_m$ .

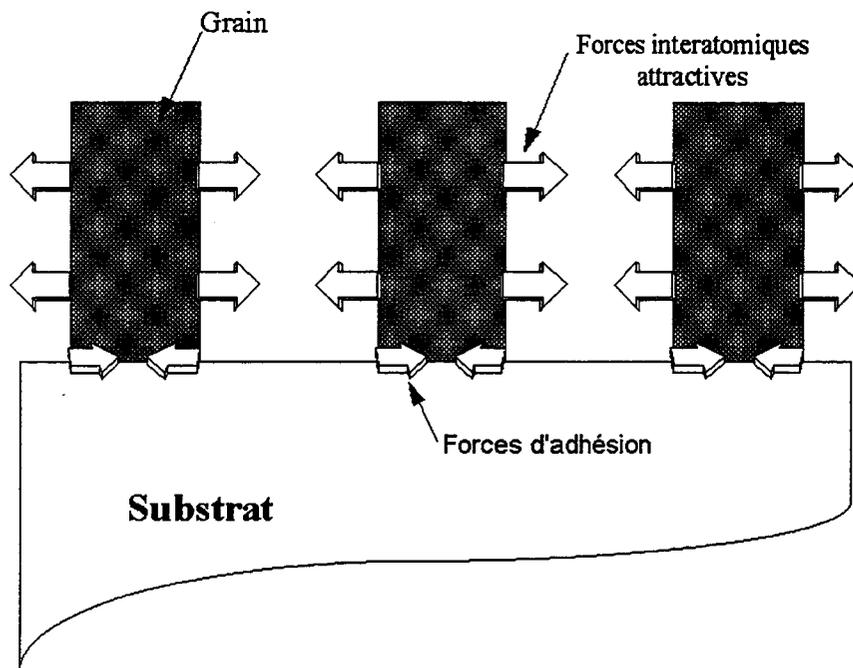


Figure B4 : Schéma descriptif du modèle de relaxation des grains. La tension est due aux forces interatomiques attractives.

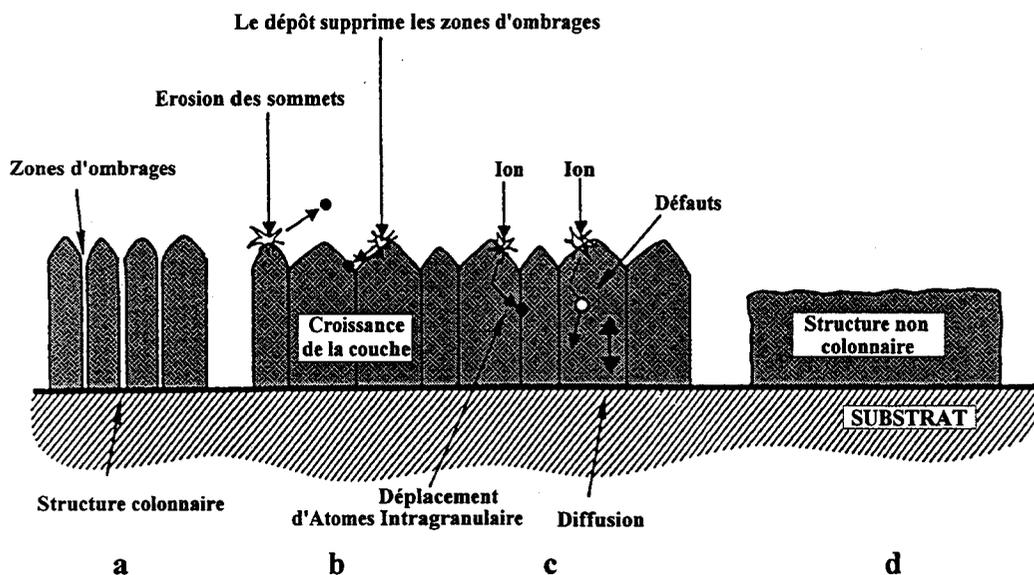


Figure B5 : Schéma descriptif du modèle de densification par bombardement de particules neutres. De a à d, on passe d'une structure colonnaire poreuse à une structure dense.

---

$T/T_m < 0.3$  (zone I et zone T) :

La zone I est constituée par une structure de type colonnaire avec des cristaux dont le diamètre va en diminuant dans l'épaisseur de la couche et présentent des sommets en formes de dômes. Les joints entre cristaux sont peu solides et présentent de nombreux espaces vides. A l'intérieur des fibres poreuses colonnaires, la structure intrinsèque peut être polycristalline ou amorphe. De telles structures apparaissent lorsque la mobilité des atomes précurseurs sur la surface du substrat est lente, ce qui entraîne une adhérence des atomes incidents proche de leur lieu d'impact. Les atomes n'ont pas une mobilité suffisante pour annuler les effets d'ombrage. Les couches appartenant à cette zone possèdent des contraintes en tension. Les mécanismes mis en jeu peuvent être décrits par un modèle de relaxation des grains commenté par Finegan and Hoffman<sup>35,36</sup> (Figure B4). Lorsque la couche croît (nucléation, croissance) des forces attractives entre les grains contigus se créent, mais elles sont contrebalancées par les forces d'adhérence des grains sur la surface : une contrainte en tension prend alors naissance dans le film. Ce modèle va plus loin en reliant les contraintes à la fois à la taille des grains  $\theta$  et à la distance de relaxation  $\Delta$ .

$$\sigma = \frac{E}{(1-\nu)} \frac{\Delta}{\theta} \quad (40)$$

Ce modèle prédit une relation inversement proportionnelle entre la taille des grains et la contrainte en tension du film.

La zone T est une zone dite de transition. Les structures sont constituées d'une "forêt dense de grains fibreux", mal définis mais avec peu d'espaces libres. C'est en effet une structure de type I avec des petits cristaux difficiles à différencier, et avec des joints suffisamment denses pour donner à la couche des propriétés mécaniques convenables. La contrainte en tension dans cette zone diminue et sous l'effet de densification, par bombardement de particules neutres énergétiques, peut devenir compressive. Ce modèle appelé "Atomic Peening Model" a été proposé par D'Heurle en 1970<sup>37</sup> (Figure B5).

$0.3 < T/T_m < 0.5$  (zone II)

Cette structure est formée de grains colonnaires séparés par des joints intercrystallins denses. La dimension des grains augmente avec le rapport  $T/T_m$ . On trouve ce genre de structure lorsque la croissance est dominée par la diffusion superficielle. Cette diffusion permet une réorganisation de la structure en surface.

$0.5 < T/T_m$  (zone III)

La structure de la zone III provient d'une diffusion massive de la couche. Elle est formée de grains équiaux et la structure colonnaire disparaît totalement. La réorganisation volumique de la structure limite les contraintes intrinsèques.

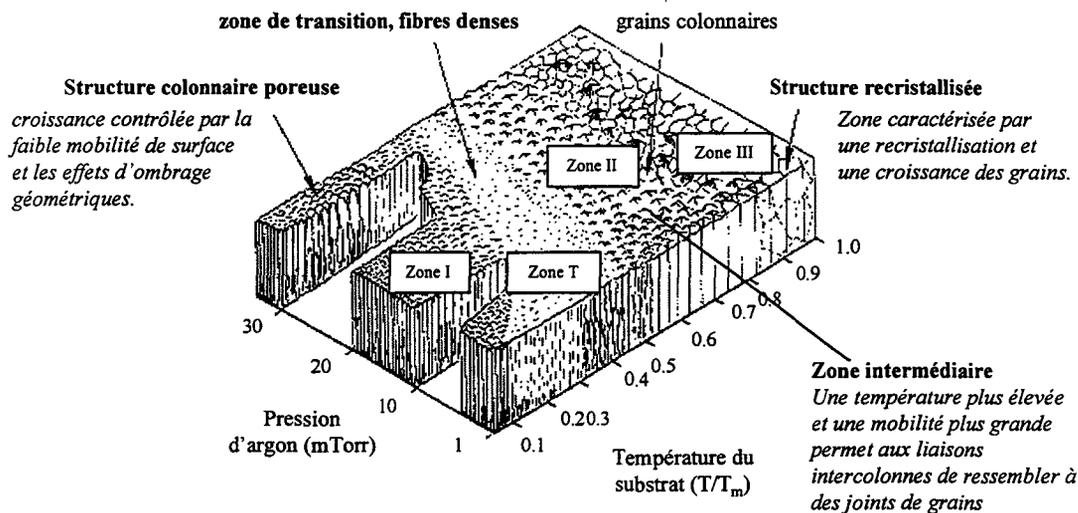


Figure B6 : Diagramme de zone complet de THORNTON.

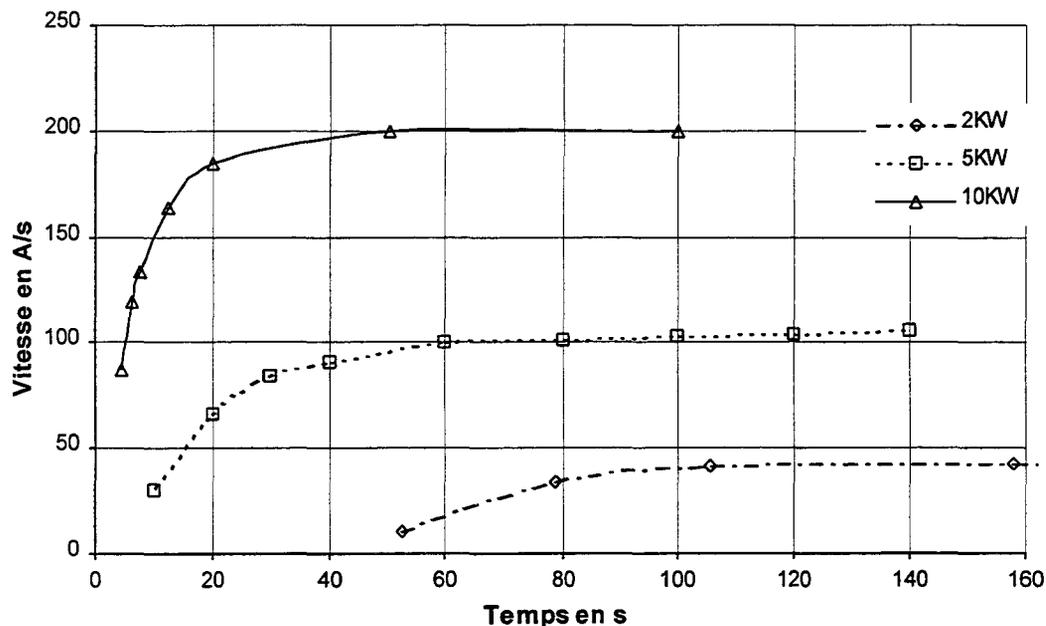


Figure B7: Evolution de la vitesse de dépôt en fonction du temps pour différentes puissances dans le cas d'une couche d'aluminium déposée à une température de 450°C sous une pression de 10 mtorr.

---

⇨ Le rapport  $T/T_m$  d'un matériau influence l'état cristallographique de la couche. Cet état est en relation directe avec son état de contrainte intrinsèque.

### **b) Pression dans la chambre de dépôt.**

La pression de travail est contrôlée par le débit d'argon injecté dans la chambre et par le débit de pompage. La quantité d'argon dans le plasma va conditionner le nombre de chocs secondaires avec les atomes métalliques incidents et la quantité d'argon incorporée dans la couche.

#### Influence du nombre de chocs secondaires :

La limite entre la zone I et la zone T est fonction de la pression dans la chambre. Le diagramme de zone complet de THORNTON (Figure B6) prend en compte la pression d'argon comme axe supplémentaire.

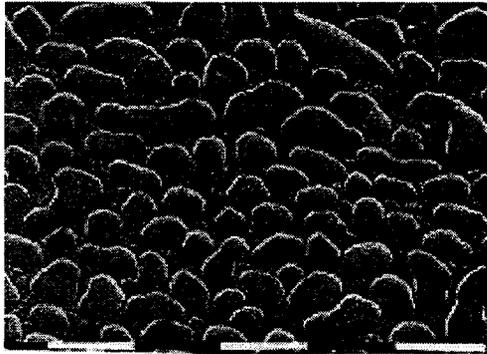
L'augmentation de la pression de travail va avoir pour conséquence l'augmentation des chocs entre les atomes métalliques arrachés à la cible et les atomes d'argon constituant le plasma. Le libre parcours moyen des atomes métalliques est faible. Ceci entraîne d'une part une diminution du flux des particules métalliques incidentes, et une diminution de leur énergie. D'autre part le flux de particules possède une composante oblique plus importante. Ces deux facteurs ont tendance à diminuer la mobilité des atomes et donc à favoriser la création d'une structure colonnaire poreuse (Figure B4). La zone I décrite précédemment s'étend pour des fortes pressions d'argon.

Au contraire, à basse pression le libre parcours moyen est important. Les effets de dispersion d'énergie des atomes incidents sont limités. Ils viennent frapper la cible avec une plus forte énergie à puissance égale. Ce bombardement a pour effet de supprimer le développement des structures colonnaires en érodant les sommets et par conséquent de limiter les effets d'ombrages (Figure B5a). De plus, des effets en profondeur prennent naissance, les atomes se trouvent déplacés de leur position d'équilibre à travers une série de collisions primaires et secondaires, produisant une distorsion volumique (Figure B5b). Pour les faibles températures ( $T/T_m < 0.25$ ) le transport de masse et la mobilité des défauts sont insuffisants pour compenser ces distorsions. La zone T s'étend pour des faibles pressions d'argon.

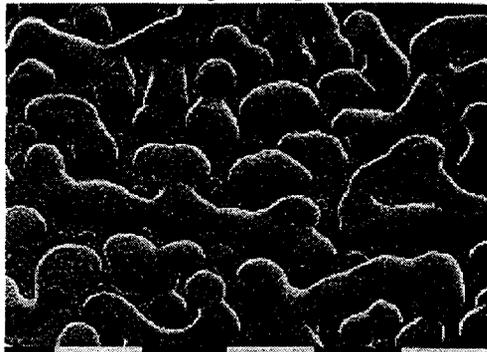
#### Influence de la quantité d'argon incorporée dans la couche.

La pression d'argon dans l'enceinte de la chambre possède un lien direct avec la quantité d'argon piégée dans la structure. Mais la concordance entre le nombre d'atomes d'argon dans la couche et le niveau de contrainte n'est pas clairement montrée<sup>38</sup>. Par contre, plus la pression d'argon est importante plus la pression partielle des autres gaz augmente, ces gaz peuvent être réactifs et modifier la structure chimique de la couche. Pour limiter l'incorporation de gaz réactifs, on utilise un vide poussé de l'ordre de  $10^{-8}$  à  $10^{-9}$  Torr dans l'enceinte avant la phase de dépôt. Ce qui permet d'évacuer la plupart des gaz, comme l'azote, l'hydrogène, ou l'oxygène qui pourraient être piégés dans les écrans de protection.

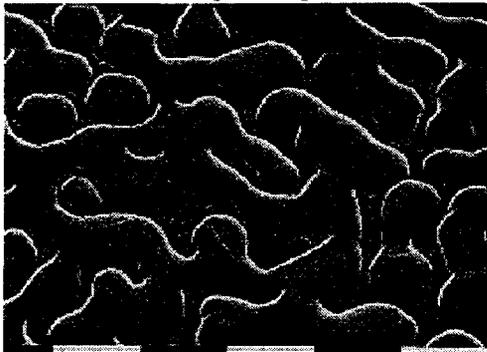
B8a 10 KW



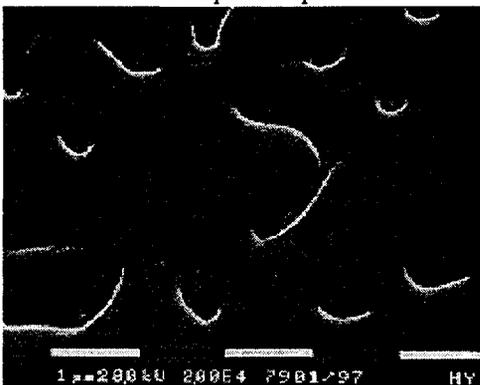
a1 Temps de dépôt : 4.6s



a2 Temps de dépôt : 6.3s

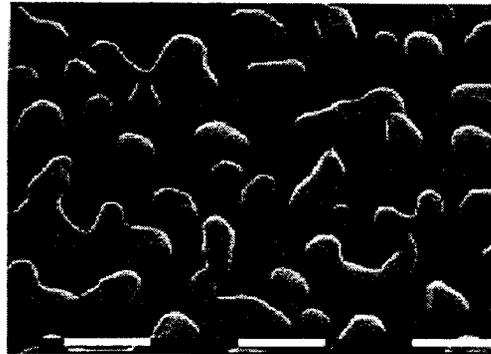


a3 Temps de dépôt : 7.5s

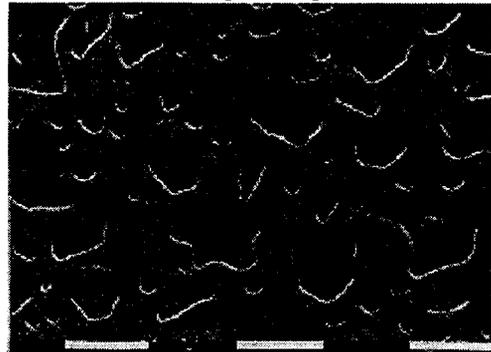


a4 Temps de dépôt : 12.2s

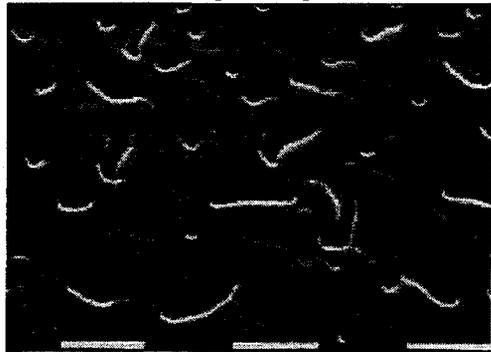
B8b 2 KW



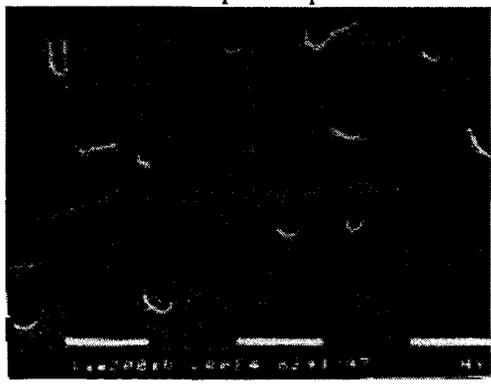
b1 Temps de dépôt : 14s



b2 Temps de dépôt : 21s



b3 Temps de dépôt : 28s



b4 Temps de dépôt : 42s

Figure B8 : Comparaison de la constitution de l'interface de deux couches d'aluminium cuivre déposées respectivement à 2 kW et 10 kW.

---

⇒ La pression d'argon modifie la densité de la couche et influe de ce fait sur la contrainte intrinsèque. Plus la pression est faible, dans la zone I ou T, plus la structure est dense et possède une contrainte en compression.

### **c) Puissance de pulvérisation.**

La puissance de pulvérisation appliquée entre l'anode et la cathode influence à la fois le nombre d'atomes arrachés de la cible et l'énergie des atomes arrivant sur le substrat.

#### **Influence du nombre d'atomes arrachés.**

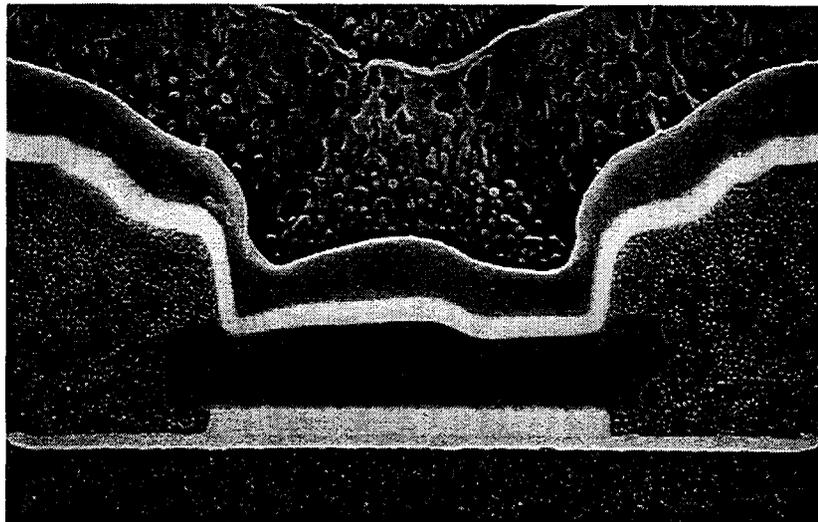
Il s'avère que la vitesse de dépôt dépend étroitement du nombre d'atomes arrachés (Figure B7). Le temps de stabilisation est très différent entre les trois puissances. Cette différence ne provient pas du temps d'amorçage du plasma qui est très similaire dans tous les cas, mais de la désorption des atomes précurseurs. Ces atomes qui arrivent sur la surface du substrat sont thermiquement instables. Dans le cas d'une faible puissance, la mobilité des atomes incidents est importante et la probabilité d'être évaporés également. La constitution de la couche d'interface est donc plus longue dans le cas des faibles puissances. On peut observer sur la planche de photographies MEB que pour les dépôts effectués respectivement à 10 kW et 2 kW (Figures B8a et B8b), à une température de 450 °C et une pression de 10 mTorr, que la cinétique de création de l'interface de ces deux couches est très différente. Ces photographies montrent que le nombre d'îlots est plus faible dans le cas d'une puissance de 2 kW et qu'ils commencent à se regrouper plus rapidement qu'à 10 kW. Ce qui confirme d'une part que lorsque l'énergie cinétique des atomes incidents est plus faible, le nombre d'atomes désorbés est plus important. D'autre part que la croissance latérale des îlots dépend essentiellement de la mobilité des atomes à la surface de la plaque, qui est favorisée par l'utilisation d'une faible puissance.

Par ailleurs, on peut dire que le nombre d'atomes arrachés à la cible et la vitesse stabilisée, sont directement proportionnels à la puissance de pulvérisation. Ce qui signifie cette fois, que la croissance verticale des îlots dépend du nombre d'espèces incidentes qui arrivent.

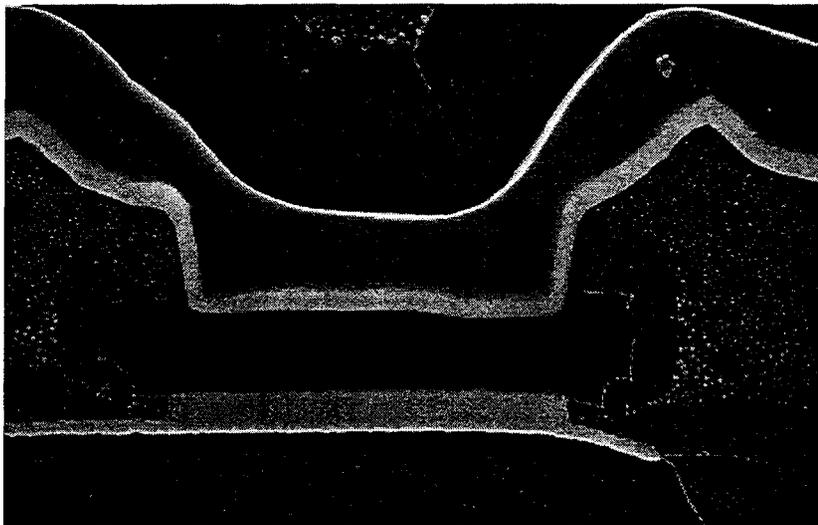
#### **Influence de l'énergie des atomes incidents.**

L'énergie des atomes incidents est en relation avec la puissance utilisée. Une augmentation d'énergie va avoir pour effet de rendre le bombardement des atomes incidents plus efficace. Les structures colonnaires vont être érodées (Atomic Peening Model) et par conséquent leurs contraintes internes devenir plus compressives.

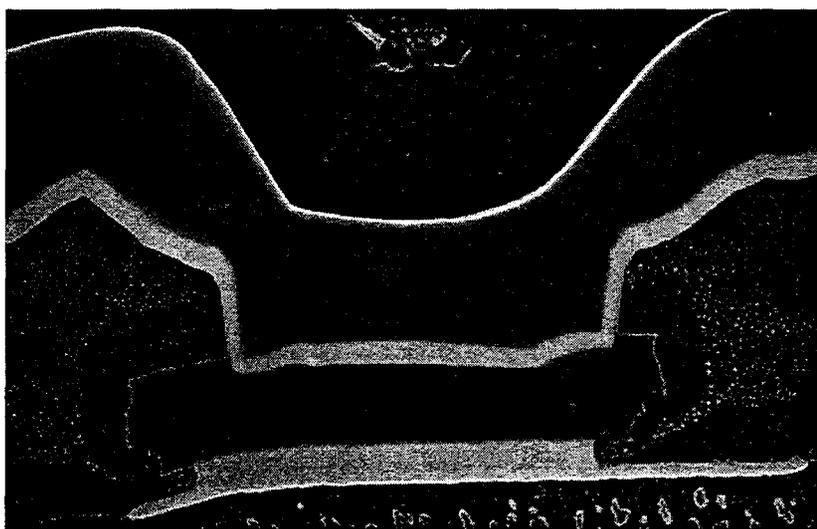
⇒ Pour les matériaux colonnaires et poreux ( $T/T_m < 0.3$ ), la puissance et la pression contrôlent la contrainte de la couche, et l'influence de la pression diminue en fonction de l'augmentation du rapport  $T/T_m$ .



B9a : Couche d'adhérence.



B9b : Couche dite de "couverture de marche".



B9c : Couche à forte vitesse de dépôt.

Figure B9 : Représentation des différentes étapes pour obtenir une couche conforme.

---

### II.1.1.3. INFLUENCE DE LA NATURE DU MATERIAU SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

#### Alliage binaire d'aluminium cuivre.

Cet alliage binaire aluminium cuivre est une solution solide constituée de 1% de cuivre dans la matrice de l'aluminium. Cela signifie que la structure de l'aluminium n'est pas modifiée par la présence de cuivre, elle conserve sa structure CFC. Les alliages déposés à 450 °C appartiennent à la zone III du diagramme de THORNTON.

En production, les couches d'aluminium doivent répondre à certains critères, comme la possibilité de couvrir de façon conforme un contact, en d'autres termes posséder une bonne couverture de marche, tout en conservant une bonne adhérence avec le substrat et avec la plus faible occupation machine possible.

Pour répondre à ce cahier des charges, le dépôt de l'alliage d'aluminium cuivre dans le procédé Qubic est réalisé en trois étapes :

- La première de 1500 Å environ doit permettre une bonne adhérence et une nucléation homogène. Elle est donc obtenue par un dépôt à faible température (50°C) et à forte puissance (10 KW) pour limiter les diffusions de surface qui réduiraient l'accrochage des atomes incidents. Mais cette couche possède une médiocre couverture de marche (Figure B9a).

- Une fois la couche d'accrochage obtenue, pour adoucir le relief, on dépose une couche de 1000 Å obtenue à faible puissance (2 kW) et à température élevée (450°C). Contrairement à la première couche, on favorise cette fois la diffusion latérale des atomes pour garantir une bonne couverture de la topologie (Figure B9b).

- Si on utilise l'étape précédente pour finir l'ensemble de la couche le résultat est satisfaisant d'un point de vue physico-chimique mais très coûteux en temps, puisque sa vitesse de dépôt est faible (36 Å/s). Une fois les caractéristiques de la couche assurées, il est préférable de déposer le reste de la couche avec une vitesse de dépôt élevée. On utilise donc une puissance de 10 kW combinée avec une température de 450°C (Figure B9c).

Pour les matériaux à  $T/T_m$  élevé, la contrainte intrinsèque ne pose pas de réel problème à condition qu'aucune pollution ne perturbe le dépôt. En effet, les joints de grains sont très faiblement marqués et des recristallisations internes ont lieu dans l'épaisseur. Les contraintes intrinsèques sont négligeables par rapport aux contraintes thermiques.

Par ailleurs, la contrainte intrinsèque de cet alliage déposé en trois étapes sous une pression de 10 mtorr est difficilement mesurable du fait de la difficulté de connaître la température exacte représentative de son état de contrainte intrinsèque. Flinn<sup>39</sup> considère que la température où la courbe passe par zéro ( $T_{\sigma=0}$ ) est la température effective de dépôt. Dans son cas, le dépôt est réalisé à température ambiante et en évoquant un échauffement du plasma, il arrive à une température

---

d'environ 90°C, proche de  $T_{\sigma=0}$  expérimentale. Dans notre cas, cette température est de 185°C, et demeure relativement éloignée de la température de consigne (450°C). En fait, dans l'équipement utilisé (M.R.C. Eclipse Mark2), la plaque subit un cycle thermique après son dépôt dans les autres chambres du bâti. Lors de ce cycle, la plaque est maintenue à un palier de 220°C. Alors, des réarrangements internes se produisent et modifient les propriétés intrinsèques du film.

Cet alliage d'aluminium est utilisé pour sa faculté à limiter les phénomènes d'électromigrations mais entraîne une autre difficulté qui est sa miscibilité dans le silicium; c'est à dire que le silicium pénètre dans la matrice d'aluminium par diffusion, tandis que l'aluminium se déplace vers le silicium. Ce phénomène est bien connu puisqu'il peut être responsable d'un effet de pointe qui provoque des courts-circuits par exemple entre l'émetteur et la base d'un transistor bipolaire. Pour s'affranchir de ce phénomène d'interface, on peut soit introduire une couche dite "tampon" qui sert de barrière de diffusion comme le tungstène titane soit utiliser un alliage saturé en silicium.

#### Alliage ternaire d'aluminium silicium cuivre.

On peut utiliser des alliages d'aluminium à base de silicium pour éviter les problèmes de diffusion du silicium dans l'aluminium, par la pré-saturation de la couche d'aluminium en silicium. On obtient une solution solide d'aluminium contenant 1% de silicium. Du cuivre peut être incorporé dans la structure, mais pour éviter les phénomènes de ségrégation des grains de cuivre ou de silicium aux joints intercrystallins, qui sont très difficilement gravables, la quantité de cuivre est restreinte. Dans certains procédés BICMOS, l'alliage ternaire d'aluminium composé de 1% de silicium et de 0.04% de cuivre est utilisé. La présence de cuivre est trop faible pour lutter efficacement contre les problèmes d'électromigration, de sorte que cet alliage est utilisé dans les procédés à faibles risques et ne possédant pas de barrière de diffusion.

La couche étudiée est réalisée à 10 kW et 10 mtorr en deux étapes, la première à froid (50°C) pour réaliser la couche d'accrochage et la seconde à 450°C. Etant donné que le rapport  $T/T_m$  de cet alliage est similaire à celui de l'alliage binaire précédent, on peut considérer que leur contrainte intrinsèque est équivalente.

#### Alliage binaire de tungstène titane

Une couche de tungstène pure constitue une barrière de diffusion de qualité, elle possède une miscibilité faible avec le silicium. On lui rajoute du titane pour augmenter son adhérence sur l'oxyde et pour la protéger de la corrosion par formation d'un oxyde de titane superficiel. La couche de WTi est souvent employée comme barrière de diffusion. Pour qu'elle soit efficace, cette couche doit être exposée à l'oxygène de l'air pour s'oxyder. La cible utilisée est composée de 15 % en poids de titane, mais le pourcentage présent dans la couche n'est que de 10 %. Cela provient du fait que le titane est plus léger que le tungstène et qu'il se trouve plus facilement dévié de sa trajectoire lors des chocs avec les atomes d'argon. A l'inverse, les écrans de

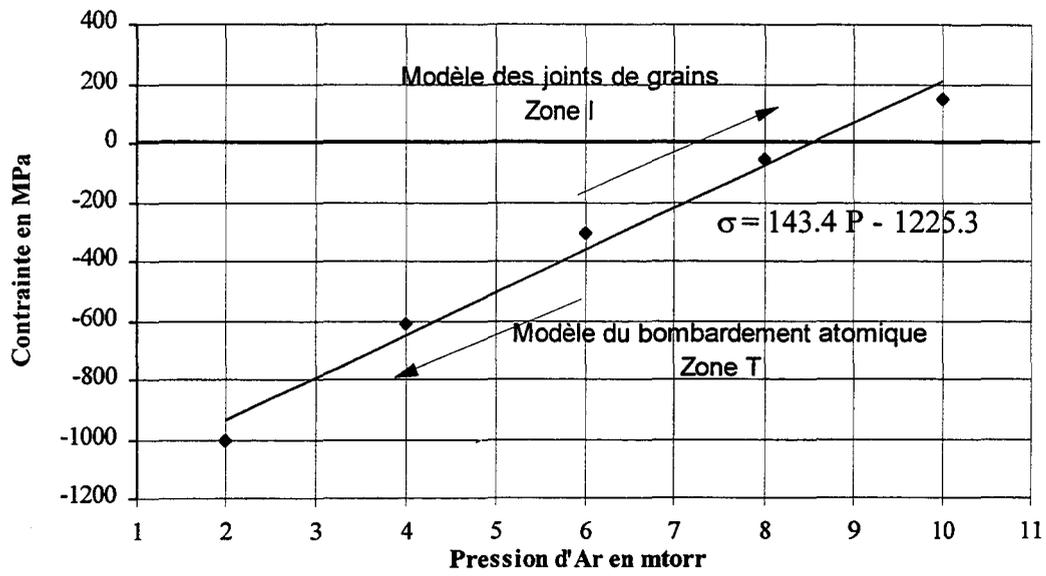


Figure B10 : Evolution de la contrainte en fonction de la pression d'argon d'une couche de WTi déposée à une température de 50 °C sous une puissance de 2 kW.

---

protection sont plus riches en titane que la cible d'origine. Par ailleurs, le titane a une masse molaire 3.8 fois plus faible que le tungstène, les 10 % en poids correspondent donc à 30 % en mole.

Dans notre cas, l'alliage est déposé à une température de 50°C, à une puissance de 2 kW et sous une pression de 4 mTorr. Pour une épaisseur de 1000 Å, la contrainte intrinsèque compressive mesurée est de l'ordre de -500 MPa. Cet alliage est constitué de deux matériaux à point de fusion élevé. Il est de 1943 °C pour le titane et atteint 3680 °C pour le tungstène, son rapport  $T/T_m$  est inférieur à 0,25. Cet état compressif ne peut pas s'expliquer pour une structure colonnaire poreuse de la zone I, cette couche appartient obligatoirement à la zone de transition T.

Pour comprendre l'état compressif de la couche de WTi utilisée dans le procédé Qubic, une étude en fonction de la pression d'argon a été menée (Figure B10).

A puissance constante, la pression d'argon modifie l'énergie des atomes métalliques incidents en augmentant ou en diminuant les effets de collisions dans le plasma. La figure B10 montre qu'en fonction de la pression d'argon la contrainte évolue. Au faible pression le mécanisme de bombardement (Atomic Peening Model) est prépondérant et à faible pression c'est le mécanisme de relaxation. La couche de WTi déposée dans le procédé Qubic à 4 mTorr possède une contrainte intrinsèque compressive. Cette couche appartient de ce fait à la zone T. La structure granulaire de cette couche est extrêmement fine, les grains ont une taille inférieure à 50 Å. Une telle structure s'apparente plus à un amorphe qu'à un polycristallin.

Le choix d'une contrainte compressive pour une couche de WTi s'explique par le fait que dans le cas de matériau possédant une forte réactivité à l'air, cet état de contrainte garantit au matériau une plus forte densité et donc une plus faible capacité d'absorption.

Comme nous l'avons vu dans cette partie, pour former des lignes conductrices, on utilise en général de l'aluminium ou l'un de ses alliages. Son point de fusion bas à 660°C va limiter le budget thermique de fabrication des dépôts diélectriques. En général, il faut mettre en oeuvre des techniques de dépôts CVD (Chemical Vapor Deposition) ne dépassant pas 500°C. De plus, la miniaturisation des composants actifs et des circuits implique une augmentation du nombre de niveaux de métallisation. Cette architecture oblige le plus souvent à planariser chaque niveau d'interconnexion. Les trois sections suivantes présentent les différentes techniques et les différents matériaux utilisés pour réaliser les interconnexions dans le procédé QUBIC et les contraintes mécaniques intrinsèques associées.

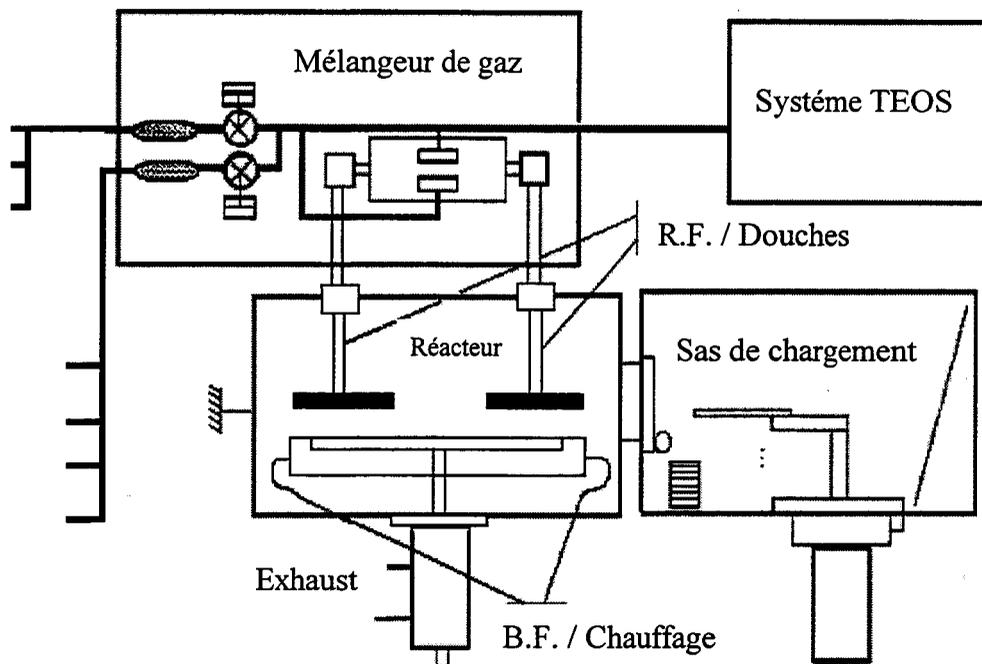


Figure B11a : Représentation schématique d'un réacteur Concept One Novellus utilisant une source de haute (13.56 MHz) et basse (250 kHz) fréquence.

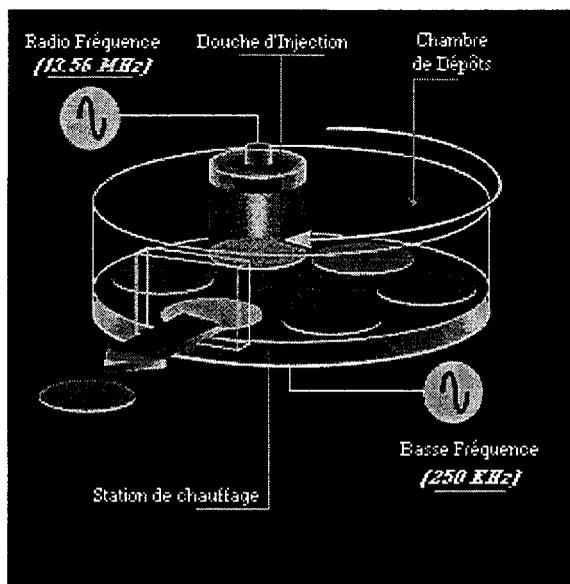


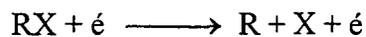
Figure B11b : Représentation schématique de la chambre de dépôt d'un réacteur Concept One Novellus utilisant une source de haute (13.56 MHz) et basse (250 kHz) fréquence.

---

## II.1.2. COUCHES DEPOSEES EN PHASE VAPEUR ASSISTEE PAR PLASMA (PECVD).

### II.1.2.1. PRESENTATION DE L'EQUIPEMENT.

Les techniques de dépôts assistés par plasma sont fréquemment utilisées pour effectuer les couches intermétalliques. Leur principal avantage par rapport aux autres techniques CVD est la possibilité de déposer des couches à des températures relativement basses. En effet, l'utilisation d'un plasma permet la décomposition des produits chimiques normalement stables et non réactifs à des températures de l'ordre de 400°C. Le mécanisme principal de dissociation est dû aux collisions avec les électrons énergétiques du plasma :



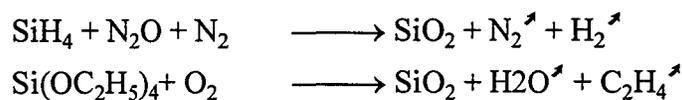
Bien que la dissociation soit une réaction en phase gazeuse, les liaisons chimiques et la désorption des sous-produits de réactions restent des phénomènes de surface thermiquement activés.

La figure B11 décrit schématiquement un réacteur PECVD. Les plaques, dans ce type d'équipement, sont introduites par un sas de chargement, et sont produites en continu. Le chauffage à 400 °C des plaques s'effectue sur leur face arrière. Les gaz sont injectés par l'intermédiaire de sept douches dans la chambre de dépôt, après avoir été mélangés préalablement. Les gaz injectés sont ionisés à une pression d'environ 2 torr à l'aide d'une radio fréquence (R.F) de 13.56 MHz induite par l'intermédiaire des douches d'injections. L'énergie de la radio fréquence est comprise entre 0 et 1000 W. La réaction chimique se produit à la surface de la plaque et les produits de réaction sont aspirés vers l'extérieur. La couche complète est constituée de sept sous-couches.

Il est possible avec ce type d'équipement selon les sources gazeuses choisies de déposer des oxydes dopés (Phosphosilicate glass PSG) ou non dopés (SiO<sub>2</sub>), des nitrures (SiN<sub>x</sub>H<sub>y</sub>), ou encore des oxynitrures (SiON). Par ailleurs, les oxydes peuvent être réalisés à partir de différentes sources comme le silane (SiH<sub>4</sub>) ou le Tétra-Ethyl-Ortho-Silane (Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> ou TEOS).

Les transformations chimiques (non équilibrées) les plus utilisées sont décrites ci-dessous :

Oxyde non dopé :

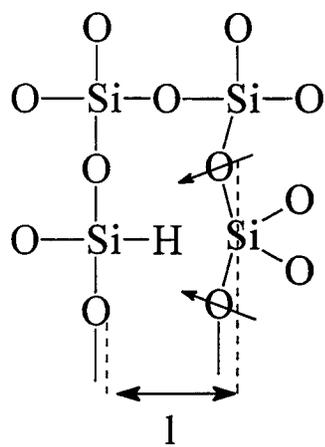


Oxyde dopé au phosphore :



Nitruire :

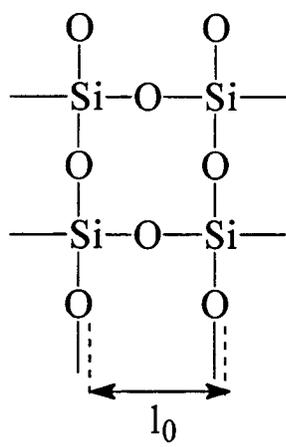




B12a

$$l < l_0$$

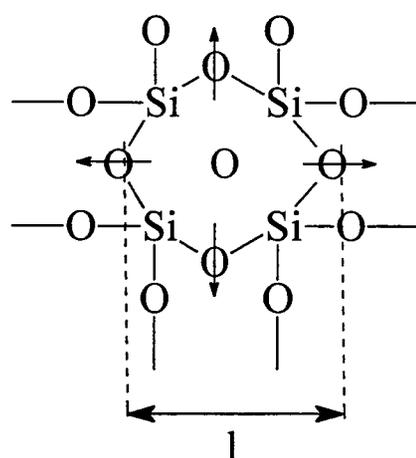
La contrainte est en tension



$$\sigma = -E/(1-\nu)(l-l_0)/l_0$$

$$l > l_0$$

La contrainte est en compression



B12b

Figure B12 : Représentation schématique de la présence d'un Si-H et de l'incorporation d'oxygène en interstitiel.

---

Oxynitruire :



Plus récemment les équipementiers (Novellus dans notre cas) ont intégré dans leur système de production un générateur de basse fréquence (B.F.) de quelques centaines de kilo Watt. La puissance de ce générateur varie de 0 à 1000 W, et elle est appliquée sur la station de chauffage. En jouant sur cette puissance, on contrôle l'énergie des ions qui viennent frapper la couche en formation, et donc influencer la densité et la stoechiométrie. La contrainte intrinsèque de la couche se trouve alors modifiée. L'utilisation de basse fréquence, en complément de celle de 13,56 MHz, permet un contrôle de cette contrainte par un mécanisme de bombardement ionique "in situ" sur le film<sup>40</sup>. On définit alors le pourcentage de basse fréquence (% B.F.) comme étant le rapport entre la puissance de la basse fréquence ( $P_{\text{B.F.}}$ ) sur la somme totale de la fréquence utilisée ( $P_{\text{B.F.}} + P_{\text{R.F.}}$ ) :

$$\% \cdot \text{B.F.} = \frac{P_{\text{B.F.}}}{P_{\text{B.F.}} + P_{\text{R.F.}}} \quad (41)$$

#### II.1.2.2. INFLUENCE DES CONDITIONS DE DEPOT SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

Les paramètres machines tels que la taille de l'enceinte, la pression de travail dans l'enceinte, la température des plaques, la puissance de la radiofréquence et les débits de gaz influencent l'état de contrainte intrinsèque de la couche<sup>41</sup>. On peut indiquer, par exemple, que les faibles températures vont favoriser les réactions incomplètes, où la quantité de produit de réaction va induire une modification de la contrainte intrinsèque. Il serait alors intéressant d'étudier l'influence de l'ensemble de ces paramètres, mais en réalité ces différents paramètres au lieu d'être utilisés pour contrôler directement cette contrainte, servent à fixer d'autres propriétés, telles que l'uniformité, l'indice de réfraction, la vitesse de gravure et la vitesse de dépôt des films. Seule, la puissance de polarisation basse fréquence détermine l'état de contrainte intrinsèque des couches PECVD sans modifier les autres caractéristiques.

La puissance de polarisation basse fréquence contrôle le bombardement ionique "in-situ". Son influence sur la contrainte peut s'expliquer par trois phénomènes :

□ Il est presque impossible de déposer des matériaux purs. Comme la température des substrats est relativement faible, les produits résiduels de réactions sont difficilement évacués et se trouvent piégés dans le film. L'incorporation d'hydrogène est le principal problème et modifie la contrainte. Ce bombardement augmente la densité de la couche en favorisant l'évacuation des sous-produits de réactions qui peuvent se trouver piégés dans le film<sup>42</sup>.

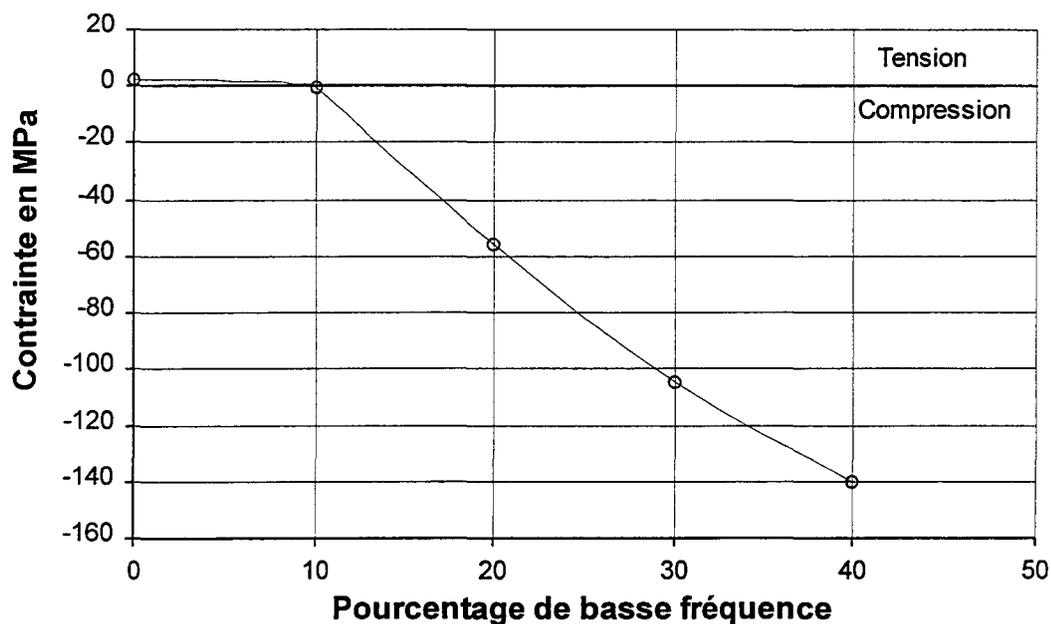


Figure B13 : Evolution de la contrainte en fonction du pourcentage de puissance de basse fréquence utilisé pour déposer une couche d'oxyde.

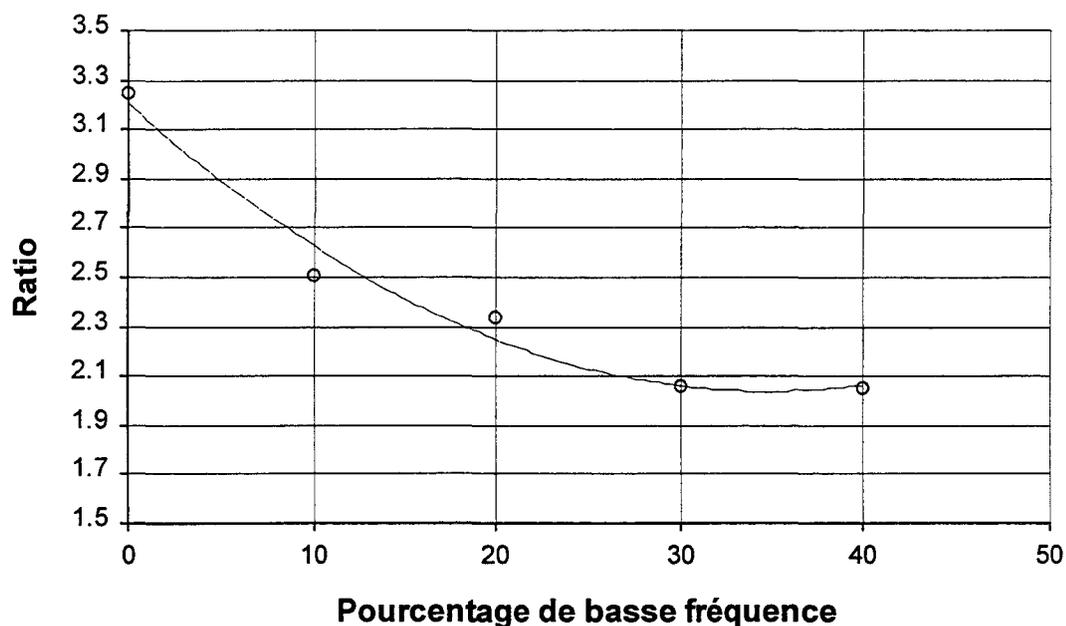


Figure B14 : Evolution du rapport de gravure (vitesse de gravure de l'oxyde PECVD par rapport à la vitesse de gravure d'un oxyde thermique de référence) en fonction du pourcentage de puissance de basse fréquence utilisé pour déposer une couche d'oxyde.

---

□ La présence de liaisons Si-H dans la couche entraîne une mauvaise cohérence locale de la matière. La figure B12a montre que le réseau tend à diminuer son volume libre, la déformation est positive, une faible densité structurale et une contrainte en tension en résultent. Le bombardement favorise la destruction des liaisons Si-H qui peuvent se créer dans la structure et facilite leur évacuation.

□ Le bombardement provoque également l'implantation d'atomes de silicium et d'oxygène en site interstitiel, ce qui entraîne une dilatation de la couche formée. De ce fait, localement le volume libre augmente, la déformation est négative (Figure B12b). L'utilisation de la basse fréquence rend une contrainte intrinsèque plus compressive.

Pour illustrer l'effet du bombardement "in-situ" une étude a été réalisée sur des oxydes PECVD d'indice de réfraction 1.5.

- La Figure B13 montre l'effet de la basse fréquence (250 kHz) sur la contrainte de la couche juste après dépôt. Avec certaines précautions expérimentales, on peut négliger les contraintes extrinsèques dues à l'absorption de l'humidité et relier directement la variation observée avec celle de la contrainte intrinsèque de la couche. Le dépôt effectué sans basse fréquence présente une contrainte légèrement en tension. Dès que le pourcentage de puissance de 250 kHz atteint 10% de la puissance totale, elle devient faiblement compressive et par la suite augmente plus brutalement en fonction de son pourcentage.

⇒ *L'augmentation de la puissance du signal basse fréquence lors du dépôt crée une couche plus compressive.*

- La mesure de la vitesse de gravure chimique de ces mêmes échantillons permet de mettre en évidence de façon simple leur densité et en quelque sorte leur imperméabilité. Pour éviter toutes les erreurs dues à la variation chimique du bain lui-même, il est préférable d'étudier la variation du rapport de gravure (rapport entre la vitesse de gravure de l'oxyde PECVD et d'un oxyde thermique). La courbe B14 montre que plus le rapport entre la basse puissance et la radiofréquence est élevé, plus la vitesse de gravure est faible. Cela signifie que la couche devient moins perméable aux agents chimiques de gravure.

⇒ *L'augmentation de la puissance du signal basse fréquence lors du dépôt crée une couche plus dense.*

En résumé, les expériences précédentes montrent que l'état de contrainte intrinsèque des couches PECVD juste après dépôt dépend étroitement de la puissance de polarisation basse fréquence utilisée. La puissance à 13.56 MHz permet de contrôler la densité d'ions<sup>43</sup> et la puissance à 250 kHz l'intensité du bombardement. L'effet de la basse fréquence est de réduire la quantité de Si-H contenue dans la couche. Cette polarisation est fréquemment utilisée pour contrôler les contraintes des couches de nitrure, plus rarement pour les oxydes qui présentent une contrainte intrinsèque plus faible par nature.

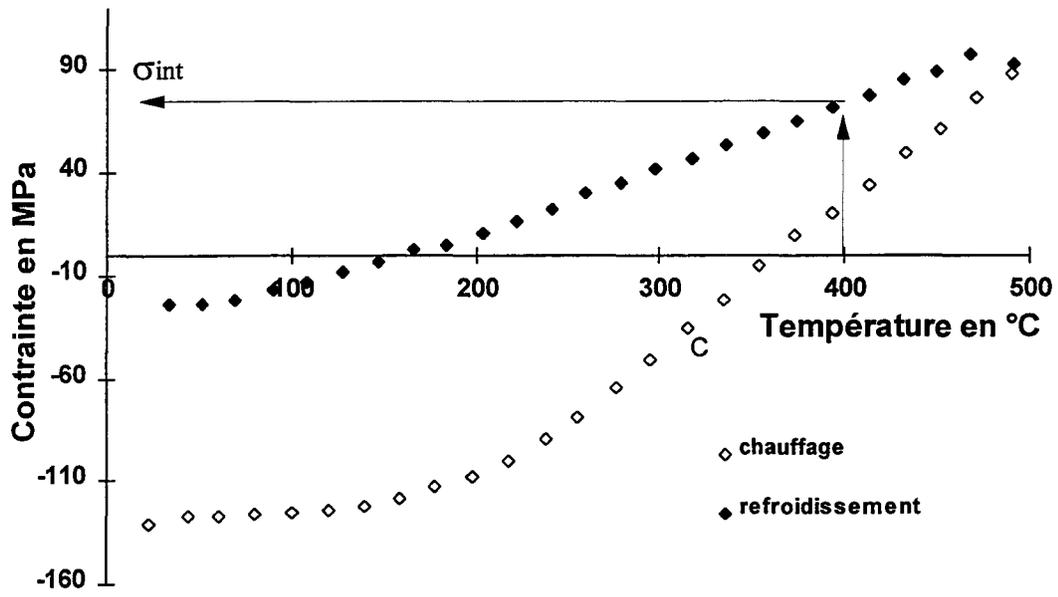


Figure B15 : Exemple d'extraction de la contrainte intrinsèque à partir de l'évolution de la contrainte totale en fonction de la température.

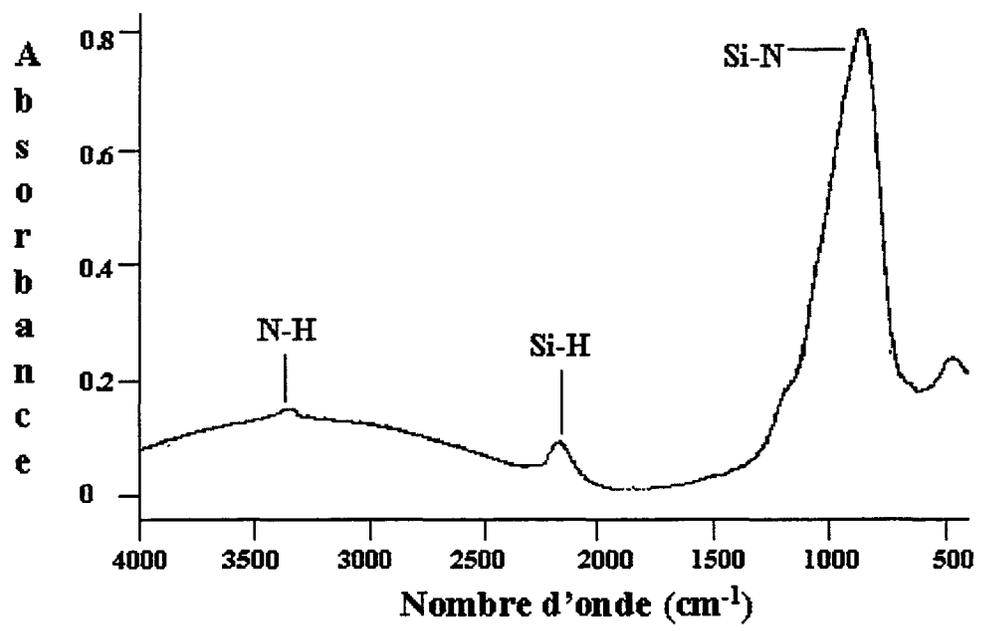


Figure B16 : Spectres infrarouges d'une couche de nitrure déposée par PECVD.

### II.1.2.3. INFLUENCE DE LA NATURE DU MATERIAU SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

Pour chaque type de matériau déposé dans le procédé QUBIC, nous avons déterminé sa contrainte intrinsèque grâce à une mesure de courbure effectuée par le FSM500TC. Pour s'affranchir des contraintes extrinsèques, cette mesure est déterminée expérimentalement à la température de dépôt sur une courbe ne présentant pas ou plus de variations dues à l'absorption ou à la désorption (Figure B15). Cette mesure n'est représentative que dans l'hypothèse où la montée en température, dans l'équipement de mesure, ne transforme pas de façon radicale la structure de la couche. Dans notre cas la température maximum est limitée à 500°C.

#### Contrainte intrinsèque des nitrures

Le résultat de la réaction entre l'ammoniac (NH<sub>3</sub>) et le silane (SiH<sub>4</sub>) n'est pas une structure stoechiométrique parfaite de type Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> mais plutôt une composition de SiN avec 10 à 30% d'hydrogène d'où l'écriture SiN(H) ou SiN<sub>x</sub>H<sub>y</sub>.



Le spectre FTIR d'une couche (Figure B16) de nitrure montre la présence de liaisons Si-N mais également de liaisons Si-H et N-H. Les principaux problèmes de fiabilité pour le nitrure proviennent essentiellement de sa composition en hydrogène. Bien entendu, cette composition dépend du type de réaction chimique utilisé. Par exemple, à partir de l'azote (N<sub>2</sub>) la couche contient moins d'hydrogène mais la vitesse de réaction devient trop lente.

La concentration en hydrogène détermine entre autres le niveau de contrainte de la couche. L'utilisation de basse fréquence va favoriser son élimination. Si on compare deux couches de nitrure de même épaisseur avec ou sans basse fréquence (Figure B17), on s'aperçoit que sous l'effet du bombardement ionique, le pic Si-N augmente, alors que celui du Si-H diminue. Le nombre de liaisons N-H reste quant à lui constant. Cela peut s'expliquer par le fait que le bombardement des ions détruit les liaisons Si-H et les liaisons N-H. Cela permet aux atomes de silicium et d'azote de réagir entre eux pour former de nouvelles liaisons Si-N (Figure B18). Enfin l'hydrogène libéré peut être alors piégé par les atomes d'azote et créer de nouvelles liaisons N-H.

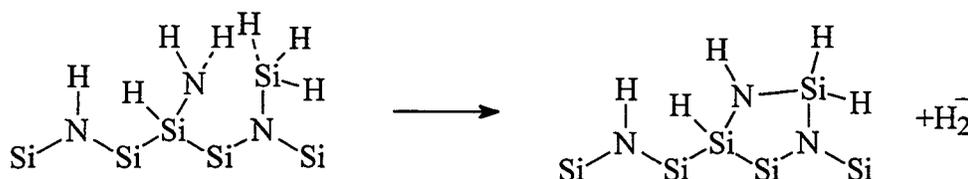


Figure B18 : Elimination de liaisons hydrogène par réaction chimique. Le bombardement ionique favorise ce type de réaction.

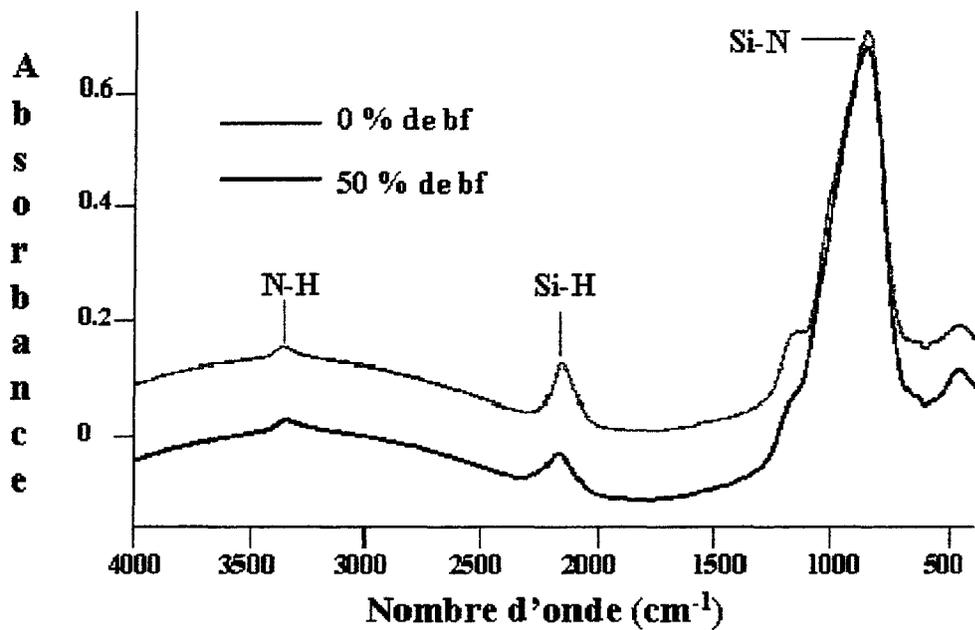


Figure B17 : Spectres infrarouges de deux couches de nitrure PECVD déposées respectivement sans et avec 50% de basse fréquence. Les spectres sont décalés en abscisse pour pouvoir les distinguer.

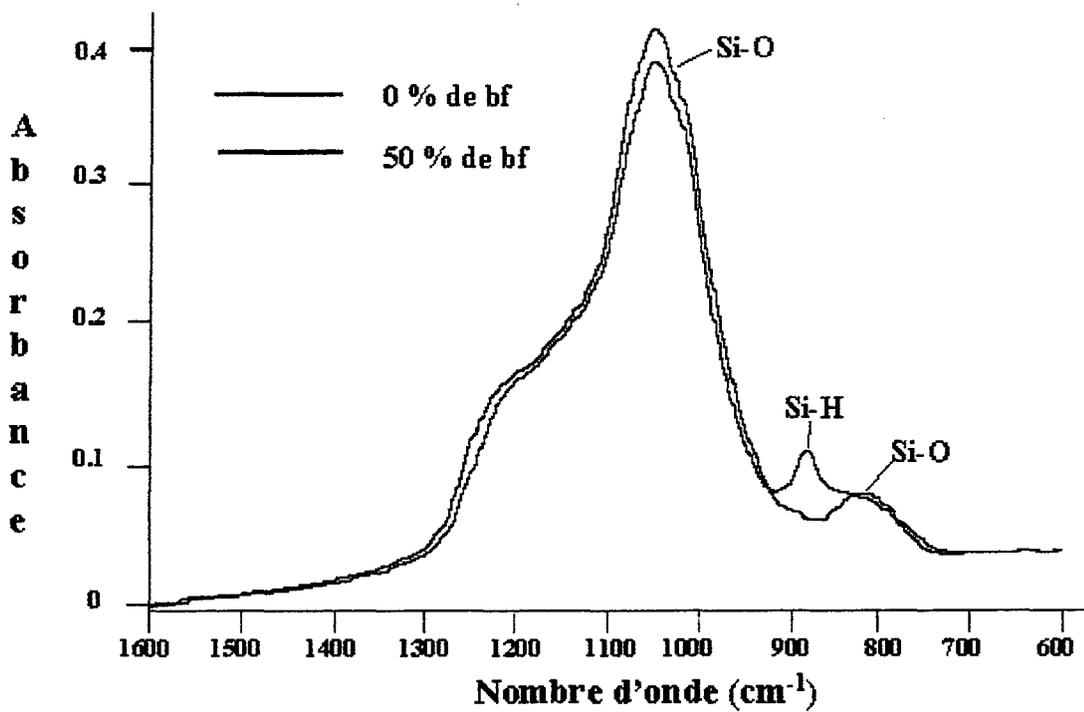


Figure B19 : Spectres infrarouges de deux couches d'oxyde PECVD déposées respectivement sans et avec 50% de basse fréquence.

Ce type de réaction se fait naturellement lors du dépôt mais se trouve favorisée par l'apport d'énergie thermique et par le bombardement ionique<sup>41</sup>.

La concentration d'hydrogène influence la structure du nitrure en intervenant sur les angles des liaisons et les distances interatomiques<sup>44</sup>. En d'autres termes, plus la couche contient d'hydrogène plus elle se trouve en tension. Par exemple, la contrainte d'une couche de 8000 Å déposée sans basse fréquence est de 550 MPa (tension) alors qu'une couche de même épaisseur déposée avec 50% de basse fréquence est de -80 MPa (compression).

A un niveau de basse fréquence donné, la contrainte de la couche va être influencée par les débits de SiH<sub>4</sub> et par la pression de travail. Cela s'explique encore une fois par le fait que plus la pression ou le débit de SiH<sub>4</sub> est important plus la couche incorpore de l'hydrogène et moins la contrainte est compressive.

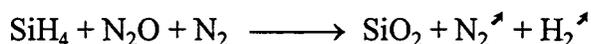
Pour conclure, la couche de 8000 Å de nitrure (Procédé QUBIC), réalisée dans les conditions citées dans le tableau II, possède une contrainte intrinsèque de -33 MPa.

Température	400 °C	SiH <sub>4</sub>	290 sccm
Pression	2.7 torr	NH <sub>3</sub>	1900 sccm
RF (13.56 MHz)	360 W	N <sub>2</sub>	1000 sccm
Bf (250 kHz)	440 W		

Tableau II : Conditions de dépôt utilisées pour réaliser la couche de nitrure en PECVD dans le procédé QUBIC.

### Contrainte intrinsèque des oxydes

Bien qu'on leur attribue le plus souvent la formule SiO<sub>2</sub>, il s'agit de dépôts dont la formule est SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>H<sub>z</sub>. De la même façon que pour le nitrure, la présence d'hydrogène et d'azote dans la structure d'oxyde résulte d'une réaction incomplète. Pour obtenir une structure stoechiométrique, on pourrait utiliser une réaction à partir du silane (SiH<sub>4</sub>) et de l'oxygène (O<sub>2</sub>) mais cela provoque des nucléations en phase homogène, et donc des particules. Les meilleurs résultats sont obtenus à partir de silane et de protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O).



La basse fréquence a pour effet d'éliminer les liaisons Si-H. La courbe B19 montre l'analyse infrarouge d'une couche réalisée avec un pourcentage de 0% et de 50% de basse fréquence par rapport à la puissance totale, on constate dans le second cas, la disparition du pic à 930 cm<sup>-1</sup> caractéristique de la liaison Si-H.

⇔ *La contrainte des couches d'oxydes est liée à la présence d'impuretés au sein du film.*

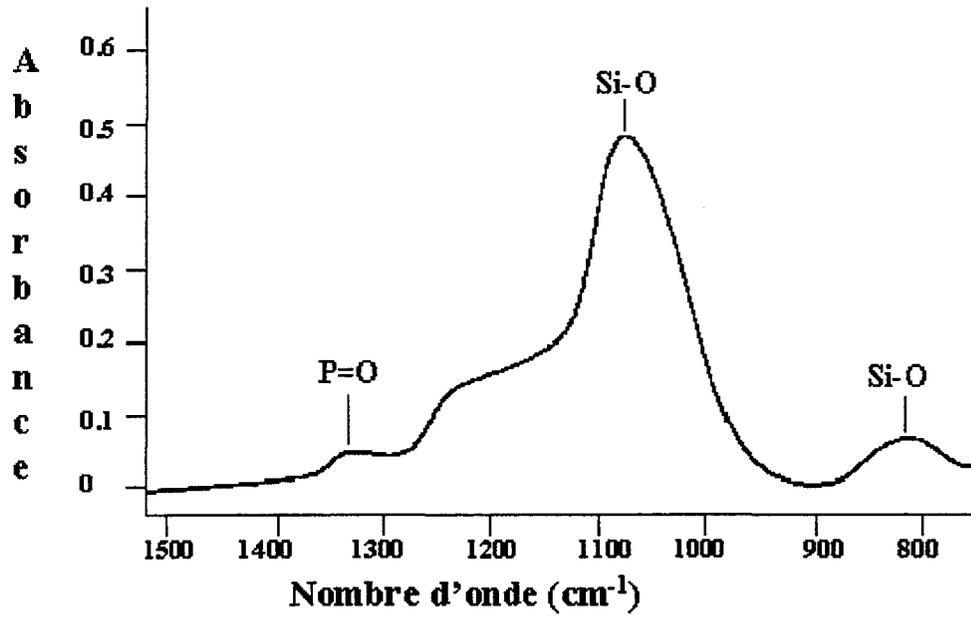


Figure B20 : Spectre infrarouge d'une couche d'oxyde dopée à 4% en poids de phosphore.

Le débit de SiH<sub>4</sub> influence, à un niveau de basse fréquence donné, la contrainte de la couche. Plus le débit est important, plus la contrainte compressive se réduit. Ce qui s'explique par le fait que la couche incorpore plus d'hydrogène. De même la puissance de la radio fréquence va modifier le nombre de radicaux formés et donc plus la puissance est importante plus la contrainte est compressive.

Pour conclure, la couche de 3000 Å d'oxyde (Procédé QUBIC), réalisée dans les conditions citées dans le tableau III, possède une contrainte intrinsèque de -26 MPa.

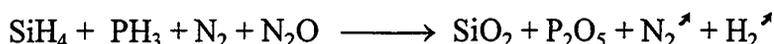
Température	400°C	SiH <sub>4</sub>	210 sccm
Pression	2.2 torr	N <sub>2</sub> O	3150 sccm
RF (13.56 Mhz)	700 W	N <sub>2</sub>	3000 sccm
Bf (250 KHz)	300 W		

Tableau III: Conditions de dépôt utilisées pour réaliser la couche d'oxyde PECVD non dopée en QUBIC.

#### Contrainte intrinsèque des oxydes dopés au phosphore.

L'influence de la basse fréquence sur les oxydes dopés au phosphore est similaire à celle des oxydes non dopés. Nous regardons donc dans ce paragraphe uniquement l'influence du phosphore sur l'état de la contrainte.

En incorporant un dopage au phosphore dans un oxyde en formation, on obtient un phosphosilicate glass (PSG). Le dopage est contrôlé en ajustant le rapport entre le débit de phosphine (PH<sub>3</sub>) et le débit de silane. La structure obtenue est de type (SiO<sub>2</sub>)<sub>x</sub>(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)<sub>1-x</sub>.



La présence de phosphore dans la structure se caractérise en infra-rouge par la vibration de la liaison P=O à 1330 cm<sup>-1</sup> (Figure B20). Le phosphore réagit avec l'oxygène pour constituer des structures de type P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (P<sub>4</sub>O<sub>10</sub>). La substitution du silicium tétravalent par un phosphore pentavalent (Figure B21) crée un oxygène non liant.

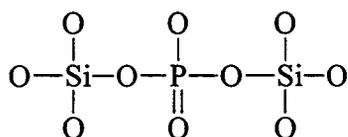
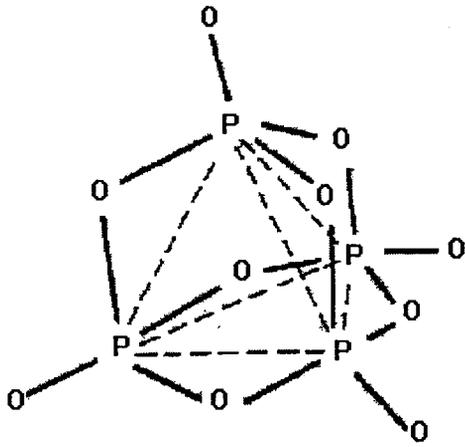
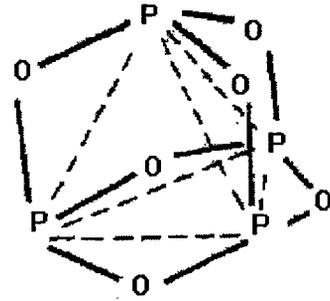


Figure B21 : Forme développée de la structure de l'oxyde après substitution d'un silicium par un phosphore.



B22a



B22b

Figure B22 : Représentation des molécules P<sub>4</sub>O<sub>10</sub> (B22a) et P<sub>4</sub>O<sub>6</sub> (B22b) que forment le phosphore et l'oxygène lorsqu'ils réagissent ensemble.

L'introduction de dopants dans la structure change les propriétés rhéologiques de l'oxyde :

- L'addition de phosphore, pour les oxydes CVD, a tendance à réduire la présence de liaison Si-OH au sein du film d'où une structure généralement plus dense<sup>43</sup>. Mais dans les couches PECVD déposées avec un pourcentage de basse fréquence adapté, la quantité de ces molécules est faible. Le phosphore joue un rôle minoritaire dans l'élimination des molécules Si-OH. L'état compressif des couches d'oxyde dopées PECVD proviennent du bombardement ionique "in-situ".

- Le phosphore réagit avec l'oxygène pour constituer un oxyde  $P_4O_{10}$  ( $2 P_2O_5$ ) (Figure B22a) ou un oxyde  $P_4O_6$  ( $2 P_2O_3$ ) (Figure B22b) si il y a manque d'oxygène. Ces molécules volumineuses déforment le "réseau local" amorphe. A l'échelle macroscopique, cette déformation se traduit par une contrainte en tension, réduisant la densité de la couche ainsi que son état de compression<sup>45</sup>.

En résumé, plus le dopage au phosphore est important, moins la couche est compressive et elle peut même être en tension. L'intérêt de ce type de couche réside dans leur faculté à piéger les ions alcalins mobiles (sodium, potassium) et à fluer à plus faible température que les oxydes non dopés.

Pour un oxyde PSG dopé à 4% en poids réalisé dans les conditions citées dans le tableau IV, la contrainte intrinsèque de la couche de 6000 Å d'épaisseur est de 64 MPa en tension.

Température	400 °C	SiH <sub>4</sub>	200 sccm
Pression	2.2 torr	N <sub>2</sub> O	10000 sccm
RF (13.56 MHz)	500 W	PH <sub>3</sub> dilué N <sub>2</sub>	700 sccm
Bf (250 kHz)	500 W		

Tableau IV: Conditions de dépôt utilisées pour réaliser la couche d'oxyde PECVD dopé à 4% en phosphore en QUBIC.

### Contrainte intrinsèque des couches de passivation

La passivation est la dernière couche déposée lors de la fabrication du circuit intégré. Cette couche doit préserver les circuits des influences électriques, chimiques et physiques de l'environnement extérieur. Elle doit également protéger le circuit des risques mécaniques liés au rodage et au sciage, à l'assemblage et à l'encapsulation. Les qualités demandées à une couche de passivation sont principalement :

- l'isolation électrique parfaite.
- l'imperméabilité à l'humidité et aux impuretés.

- la faible contrainte mécanique.
- la température de dépôt inférieure à 450°C.

Cette passivation dans le procédé QUBIC est composée d'une couche d'oxyde dopé au phosphore recouverte d'une couche de nitrure PECVD. La première est employée pour ces propriétés de piégeage et sa bonne résistance à la fissuration, la seconde pour son opacité au rayon ultra violet, son imperméabilité aux ions sodium et à l'humidité ambiante.

Pour obtenir la contrainte ou la courbure de la couche de passivation, on peut appliquer la formule de STONEY étendue à un multicouche. L'équation (31) devient dans notre cas :

$$\frac{1}{R_{\text{Nitrure/PSG/Si}}} = \frac{1}{R_{\text{Nitrure/Si}}} + \frac{1}{R_{\text{PSG/Si}}} \quad (42)$$

Pour vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé plusieurs essais en alternant les dépôts d'oxyde et de nitrure. La comparaison des résultats théoriques obtenus en appliquant l'équation (42) avec la courbure expérimentale mesurée sur le F.S.M. permet de conclure que l'étude individuelle de chaque couche suffit pour comprendre le comportement de la couche de passivation (Tableau IV).

	Courbure en mm <sup>-1</sup>				
Couche n°1 sur silicium	-4.51	-5.12	-2.58	-2.17	-2.57
Couche n°2 sur la couche n°1	-4.93	-2.41	-2.13	-2.68	-2.24
Bicouche théorique	-9.44	-7.53	-4.71	-4.84	-4.81
Bicouche expérimentale	-9.38	-7.66	-4.93	-4.93	-4.89
Différence en %	0.6	1.7	4.7	1.8	1.7

 dépôt nitrure

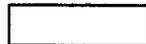
 dépôt oxyde

Tableau IV : Comparaison entre les courbures théoriques en appliquant la formule de Stoney et les mesures expérimentales pour des couches de passivations constituées de 8000 Å de nitrure et 5000 Å d'oxyde.

profil WJ

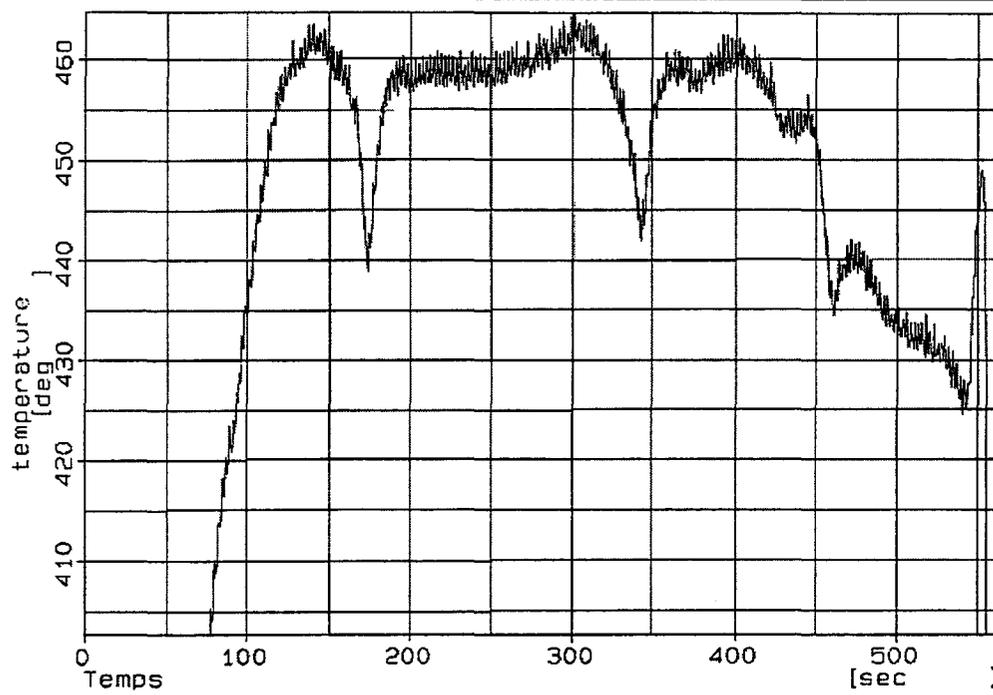


Figure B24: Profil thermique que subit une plaque.

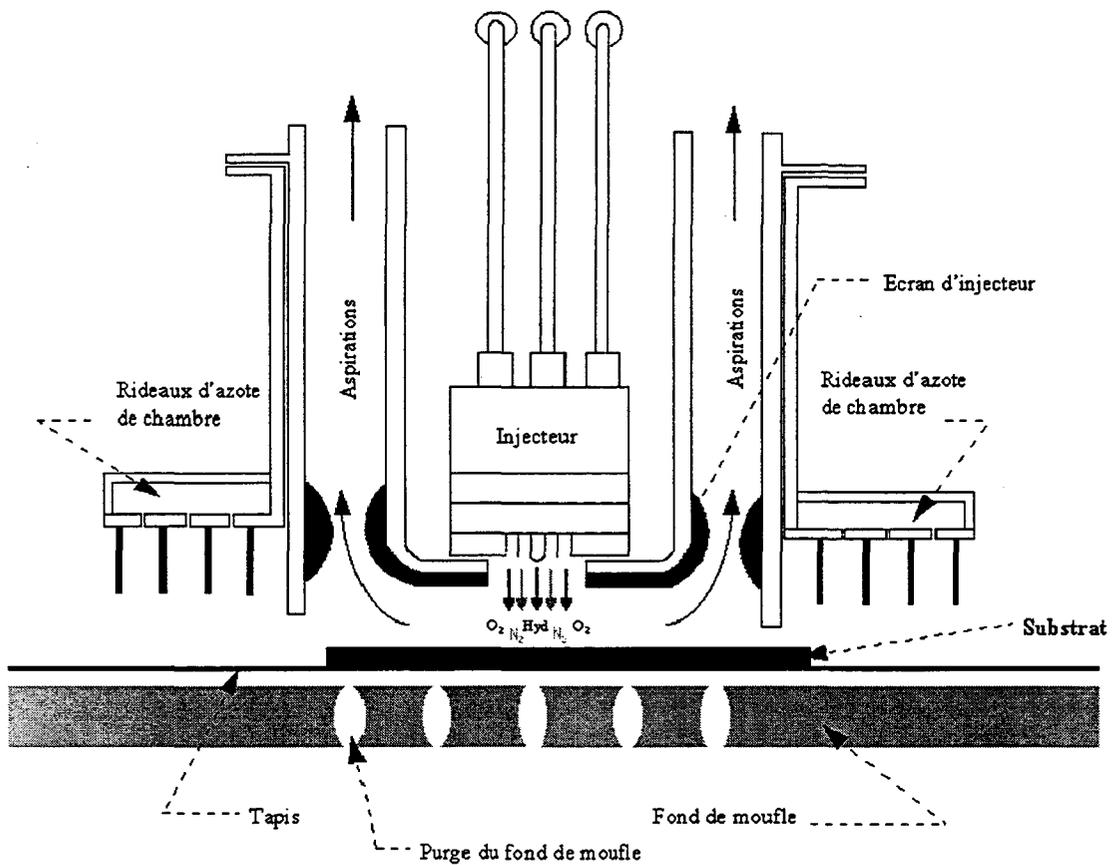


Figure B25 : Schéma en coupe d'un injecteur.

## II.1.3. COUCHES DEPOSEES EN PHASE VAPEUR A PRESSION ATMOSPHERIQUE (APCVD).

### II.1.3.1. PRESENTATION DE L'EQUIPEMENT.

Les fours APCVD (Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition) permettent de réaliser des dépôts chimiques à pression atmosphérique. Les réacteurs continus à injections, comme la Watkins Johnson 999, permettent d'améliorer la qualité de la couverture de marche et de l'uniformité des dépôts APCVD (Figure B23).

Pendant la phase de dépôt, les plaques sont placées sur un tapis animé d'un mouvement de translation continu, et passent successivement sous trois injecteurs. Le système de chauffage est placé en face arrière des plaques, et un profil de température (Figure B24) est ainsi appliqué à la plaque. Les gaz sont injectés verticalement au-dessous de chaque plaque, et de l'azote est envoyé dans la chambre de façon à créer des écrans de protection pour éviter une pollution des parois chaudes de la chambre par les gaz de réaction. La conception des injecteurs (Figure B25) permet de séparer les gaz réactifs jusqu'à leur contact au niveau de la plaque, et d'éviter ainsi les réactions en phase homogène. La distance entre la tête de l'injecteur et les plaques est un facteur influent (25 mm). Une distance trop grande favorise les réactions en phase homogène et une distance trop faible entraîne une réduction sensible de la vitesse de dépôt. La vitesse de défilement de la courroie détermine le temps de séjour des plaques sous les injecteurs et donc l'épaisseur du dépôt.

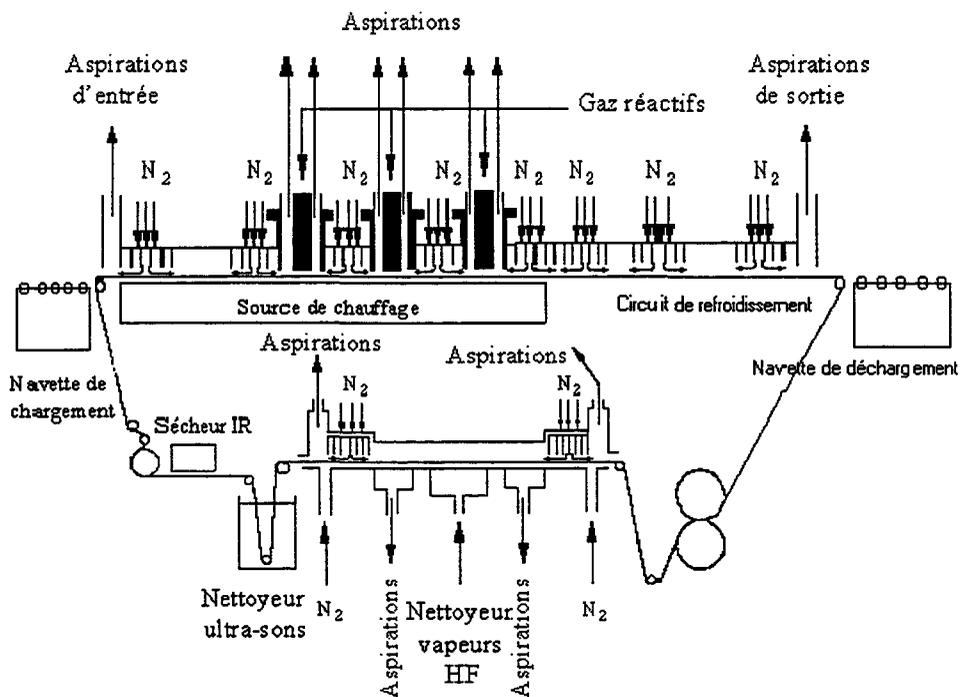


Figure B23 : Schéma en coupe du principe général de la Watkins Johnson 999.

Dans ce type de réacteur la vitesse de dépôt est rapide et se trouve limitée par le transport des gaz réactifs. A la différence des techniques CVD assistées par plasma, ici la transformation chimique est due uniquement aux propriétés des gaz et à l'apport énergétique du système de chauffage. Les hydrures utilisés sont le silane ( $\text{SiH}_4$ ), le diborane ( $\text{B}_2\text{H}_6$ ) et la phosphine ( $\text{PH}_3$ ). Ils réagissent avec l'oxygène pour former soit des oxydes dopés au phosphore (PSG), ou au bore (BSG), soit des matériaux dopés à la fois au bore et au phosphore (BPSG). La phosphine et le diborane sont dilués dans un gaz neutre porteur pour éviter les réactions homogènes et les particules.



La vitesse de ces réactions avec l'oxygène dépend de l'hydruire considéré. On peut juste noter que le  $\text{B}_2\text{H}_6$  est le plus réactif d'entre eux et a tendance à inhiber les deux autres réactions.

Si on s'intéresse plus particulièrement à une couche d'oxyde BPSG, elle est constituée d'une structure dont la matrice principale  $\text{SiO}_2$  est modifiée par la présence de molécules de  $\text{P}_2\text{O}_5$  et de  $\text{B}_2\text{O}_3$ . Cette couche<sup>46</sup> n'est pas composée d'un mélange de  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  et  $\text{SiO}_2$  mais a plutôt une composition chimique de type  $(\text{SiO}_2)_{1-x-y}(\text{P}_2\text{O}_5)_x(\text{B}_2\text{O}_3)_y$ . La forme pentavalente du phosphore et trivalente du bore s'incorpore dans la structure en donnant (Figure B26) :



Figure B26 : Formes développées trivalente du bore et pentavalente du phosphore.

La faible température du substrat (entre 430 et 450°C) ne permet pas lors de la réaction chimique sur la surface de la plaque de dégazer toutes les espèces résiduelles de réactions. Elles empêchent localement la croissance du film en retardant l'apport de nouvelles espèces réactives. La structure se trouve dans l'obligation d'augmenter la taille des liaisons chimiques pour croître. De plus, il peut apparaître des microcavités qui augmentent la porosité du matériau<sup>47,48</sup>. C'est pourquoi la contrainte intrinsèque des couches APCVD déposées sur une plaque de silicium se trouve le plus souvent en tension.

### II.1.3.2. INFLUENCE DES CONDITIONS DE DEPOT SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

Contrairement aux techniques assistées par plasma, il n'existe pas un paramètre équivalent à la basse fréquence qui permet de contrôler la contrainte intrinsèque des couches. La vitesse de tapis, les débits de gaz, et la température peuvent influencer sur l'état de contrainte.

- La vitesse du tapis contrôle le temps de dépôt et donc l'épaisseur. Elle n'a pas d'influence directe sur la contrainte mécanique des couches.
- Les débits de gaz affectent l'état de contrainte.
  - L'oxygène en excès par rapport aux hydrures risque de s'adsorber sur la surface de plaque et d'empêcher les hydrures d'être adsorbés à leur tour et de réagir chimiquement. Cela retarde localement la croissance de la couche (Figure B27a) et provoque une contrainte en tension (Figure B27b).

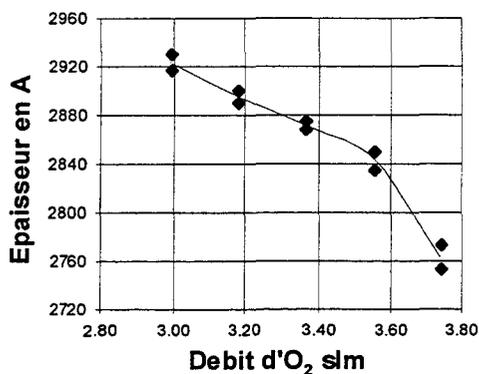


Figure B27a

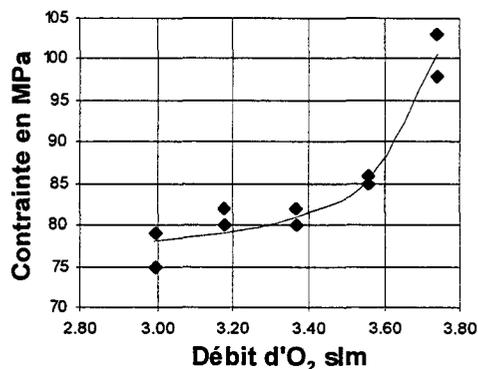


Figure B27b

Figure B27 : Influence du débit d'oxygène sur la contrainte.

- Le rapport de débit entre la phosphine et le silane permet de contrôler le dopage de la couche mais modifie également sa contrainte intrinsèque. La présence de phosphore diminue les contraintes en tension<sup>49</sup>, et limite les risques de fissurations.

- La température doit être suffisamment élevée pour permettre une réaction hétérogène de bonne qualité. On peut noter que plus la température est importante, plus les réactions de surfaces sont efficaces et plus la vitesse de dépôt est élevée. Ainsi, la désorption des produits de réactions est elle-même plus rapide. En conséquence, la contrainte devient plus compressive avec l'augmentation de la température.

---

### II.1.3.3. INFLUENCE DE LA NATURE DU MATERIAU SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

Les oxydes APCVD peuvent être utilisés comme couche de passivation ou encore comme couches isolantes, mais leur faible densité est leur principal inconvénient. Ils ont la faculté de se gorger d'une grande quantité d'humidité qu'ils dégagent lors des montées en température. Mais pour certaines applications, comme la planarisation, une forte densité n'est pas recherchée. Les couches de BPSG (BoroPhospho Silicate Glass) sont utilisées pour leur qualité de fluage à basse température, de manière à planariser les surfaces accidentées. Le dopage au bore et au phosphore permet d'abaisser la température de fluage. Ce dopage provoque la déformation et la transformation du "réseau" amorphe. La structure est alors moins dense. L'énergie thermique nécessaire pour déplacer les structures tétraédriques de l'oxyde est donc plus faible, d'où la possibilité d'une déformation visqueuse ou d'un glissement moléculaire, qui entraîne à l'échelle macroscopique un fluage. La couche se trouve densifiée ultérieurement lors du recuit dans un four sous atmosphère d'oxygène.

L'oxyde utilisé dans le procédé QUBIC est dopé à 2.2% en poids de bore et à 5.7% en poids de phosphore, pour lui donner d'une part une faible viscosité et d'autre part une vitesse de gravure proche de celle de l'oxyde thermique après recuit.

On peut remarquer ici que les dopages en bore et en phosphore sont presque identiques puisque le dopage en mole de  $B_2O_3$  est de 6.6% et celui de  $P_2O_5$  est de 6.0%.

Le recuit vers 900°C permet d'une part de faire fluer la couche et d'autre part de la densifier. La vitesse de gravure dans une solution de fluorure d'ammonium et d'acide fluorhydrique (7:1) est supérieure à 3000 Å/min. et devient après recuit de 1000 Å/min.

La contrainte intrinsèque d'une couche de 3000 Å, déposée dans les conditions citées dans le tableau V, est de l'ordre de 210 MPa.

Température	430 °C	$PH_3$	0.115 slpm
$O_2$	3.397 slpm	$B_2H_6$	0.060 slpm
$SiH_4$	0.032 slpm		

Tableau V: Conditions de dépôt utilisées pour réaliser la couche d'oxyde APCVD dopée à 2.2% en poids de bore et 5.7% en poids de phosphore en QUBIC.

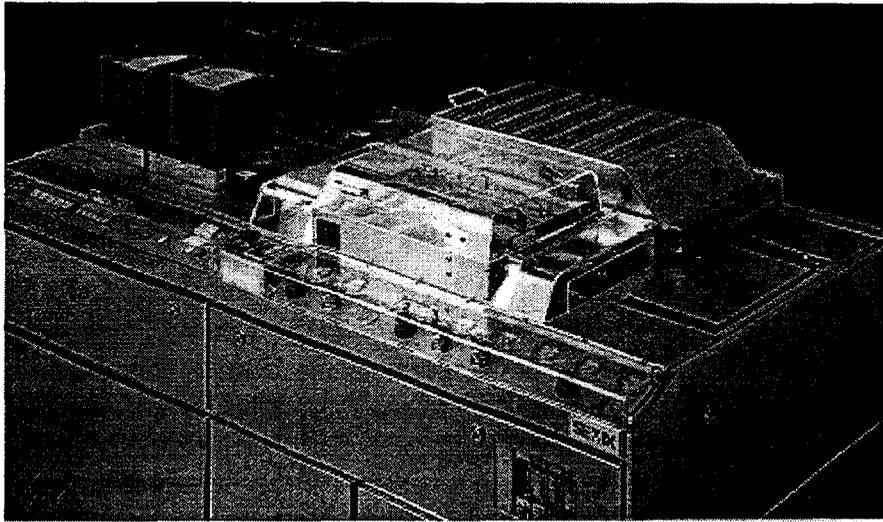


Figure B28a : Photographie d'un équipement de pelliculage de SOG.

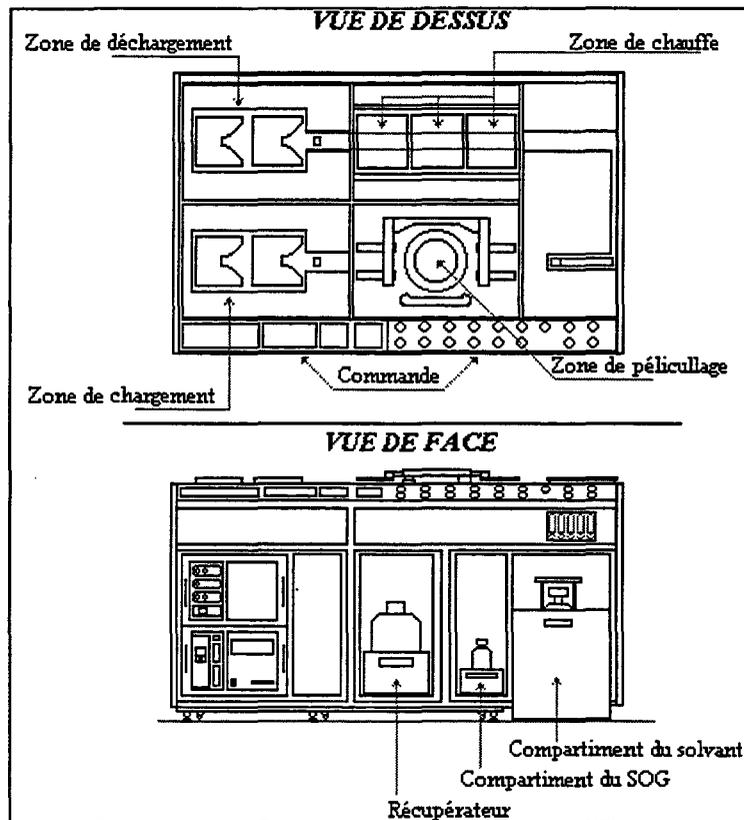


Figure B28b : Représentation schématique d'un équipement de pelliculage de SOG.

---

## **II.1.4. COUCHES DEPOSEES PAR PELLICULAGE.**

Il existe de nombreux matériaux associés à une technologie particulière qui permettent de réaliser une planarisation des couches diélectriques. Une des techniques les plus fréquemment utilisées est le pelliculage d'une couche de "spin on glass" (SOG). Le SOG n'est pas un produit unique mais il représente le nom générique d'une famille de matériaux composés d'une ossature silicium-oxygène liée à différents groupements. Il se présente sous forme liquide, dilué dans des solvants à base d'alcool (éthanol, propanol) et d'acétone. Si ces groupements sont inorganiques, comme le silicium, l'oxygène ou les hydroxyles (OH), alors ils sont appelés silicates. Si par contre, ces groupements sont organiques comme les méthyles (CH<sub>3</sub>), les éthyles (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) ou les phényles (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>), alors ce sont des siloxanes. De plus, ils peuvent être dopés avec du phosphore.

### **II.1.4.1. PRESENTATION DE L'EQUIPEMENT.**

Les équipements utilisés sont très semblables dans leur conception aux machines de pelliculage de laques photosensibles (Figure B28). Le SOG est conditionné dans des bouteilles qui sont maintenues avant utilisation entre -1 et 4°C. Une fois le liquide à température ambiante, il est tout d'abord pelliculé et étalé uniformément par rotation sur la plaque de silicium. Sur une plaque présentant du relief, le liquide va combler les trous et donc planariser localement la surface (Cf. annexe). Après la phase de pelliculage, on chauffe la couche progressivement sur trois stations chauffantes de 100 °C, 200 °C et 300 °C. Cette étape sert à évaporer les solvants et l'eau contenus dans le liquide, ainsi la polymérisation de la structure peut se produire. Par la suite, on recuit cette couche dans un four aux alentours de 450°C pendant une heure pour densifier la structure et la stabiliser dans le temps. La température maximum que subit la plaque doit être contrôlée en production pour éviter tous les risques liés aux contraintes thermiques.

Une des principales difficultés à maîtriser en production est la création de particules provenant de la cristallisation du SOG dans les lignes de pelliculage. Cela nécessite un nettoyage de ces lignes à l'aide d'alcool entre chaque bouteille. De plus, pour éviter l'évaporation du solvant dans la bouteille, on utilise un flaconnage de petit volume que l'on renouvelle fréquemment.

### **II.1.4.2. INFLUENCE DES CONDITIONS DE DEPOT SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.**

Les équipements de pelliculage de SOG sont assez simples dans leur conception mais pour obtenir une couche de bonne qualité, il faut maîtriser l'ensemble des paramètres. Ces principaux paramètres sont :

---

□ L'épaisseur déposée sur un substrat de silicium vierge qui est influencée par la vitesse de rotation mais dépend essentiellement de la viscosité du matériau.

□ La quantité de produit pelliculé qui doit être suffisamment importante pour obtenir une bonne planarisation. Il faut combler l'ensemble des reliefs présents sur la plaque de silicium. Cependant, des sur-épaisseurs peuvent créer des gradients de contraintes et fragiliser la couche.

□ Le cycle thermique que subit le SOG qui doit être progressif pour éviter d'évaporer brutalement l'ensemble des composés. Un dégazage trop rapide provoque des faiblesses locales dans la structure et peut favoriser la fissuration de la couche. De même si la dernière station de chauffage possède une température trop importante, le refroidissement à température ambiante peut provoquer un choc thermique pour la couche et la fragiliser. Pour obtenir un film de bonne densité, le dépôt doit être recuit tout d'abord par une série de stations permettant un profil progressif 100°C / 200°C / 300°C pour évaporer d'abord le solvant puis l'humidité. La structure est densifiée ultérieurement dans un four à 450°C.

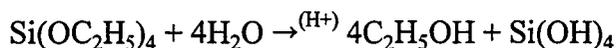
□ L'environnement ambiant de l'équipement doit être contrôlé pour éviter toute contamination. En particulier l'hygrométrie peut diminuer l'adhérence de la couche et provoquer un décollement de celle-ci. La présence d'eau peut entraîner des réactions chimiques et dégrader l'intégrité de la couche.

Ces paramètres doivent être optimisés pour limiter les contraintes supplémentaires, mais aucun de ces paramètres ne contrôlent réellement la contrainte intrinsèque. Celle-ci est fixée par la composition du produit utilisé.

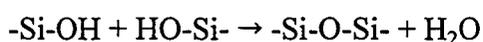
#### II.1.4.3. INFLUENCE DE LA NATURE DU MATERIAU SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE.

##### Contrainte intrinsèque des silicates :

Les silicates ne contiennent pas de groupements organiques. Ils sont obtenus à partir de l'hydrolyse d'un matériau organique comme le Tetra Ethyle Ortho Silane (TEOS).



En pratique, le degré d'hydrolyse donne différents produits intermédiaires comme  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3\text{OH}$ ,  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2(\text{OH})_2$ . Après pelliculage, un cycle de recuit le transforme en polymère de  $\text{SiO}_2$  en trois dimensions avec essentiellement un atome de silicium pour quatre atomes d'oxygène.



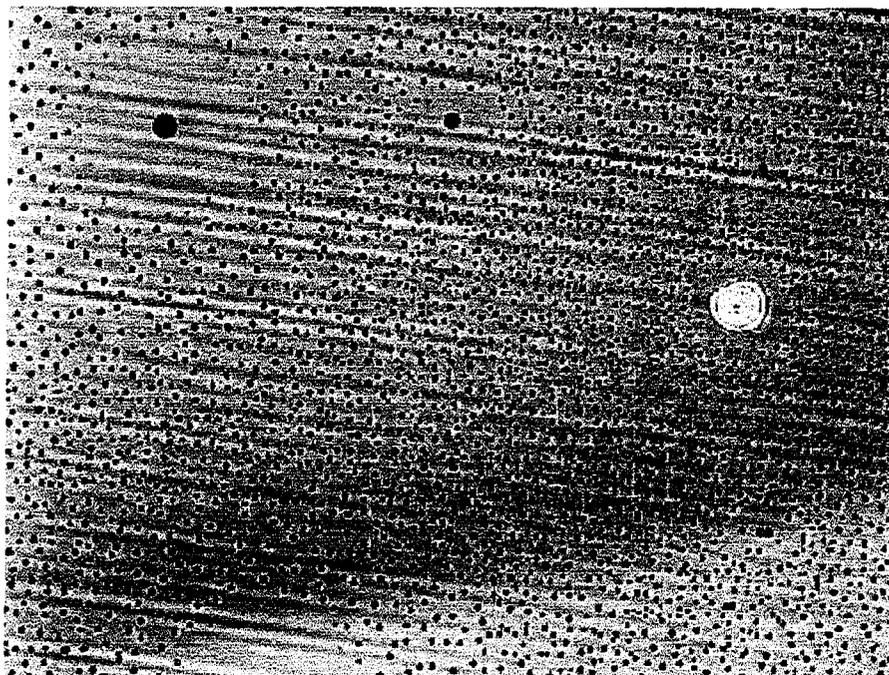


Figure B31a : Photographie au microscope (\*100) d'une couche de silicate après absorption d'eau. La couche s'est transformée et a créé de l'acide phosphorique qui se manifeste sous forme de multiples tâches.

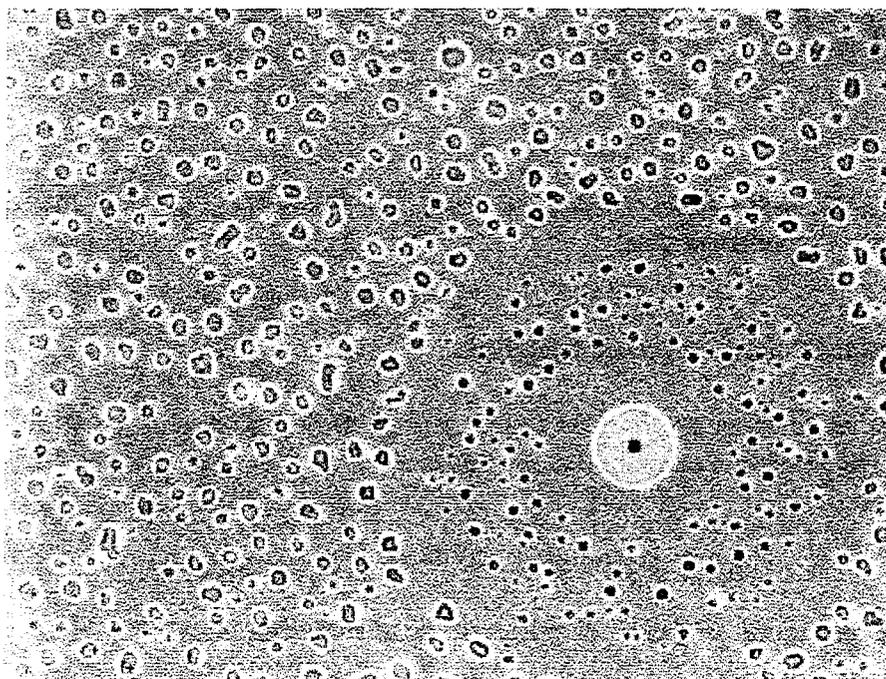


Figure B31b : Photographie au microscope (\*500) montre que les tâches ont tendance à se regrouper pour former des amas plus volumineux.

A partir d'un produit pur et avec des précautions prises lors de la préparation, les silicates sont libres d'impuretés métalliques et de contaminants sodium. Les principales contaminations des couches recuites à basse température sont les composés résiduels organiques comme les groupements ( $\text{OC}_2\text{H}_5$ ) et les groupements hydroxyles ( $\text{OH}$ ). Le diagramme du réseau après un recuit à  $450^\circ\text{C}$  est présenté figure B29.

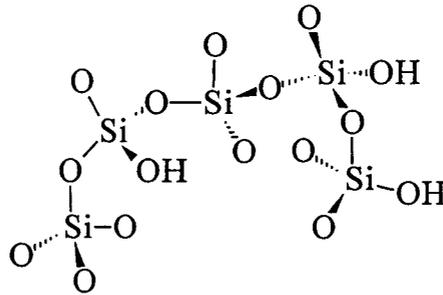


Figure B29 : Représentation schématique de la structure d'un silicate après un recuit à  $450^\circ\text{C}$ .

Les silicates ont un fort niveau de contrainte intrinsèque en tension. La perte d'eau lors des étapes de recuit entraîne une perte d'épaisseur de l'ordre de 20%. Cette modification structurale introduit des contraintes en tension élevées qui proviennent de la structure poreuse du matériau polymérisé. La viscosité des silicates étant peu importante, l'épaisseur obtenue lors de son étalement est donc relativement faible entre  $500 \text{ \AA}$  et  $1500 \text{ \AA}$ . Pour planariser des reliefs profonds, il est nécessaire de pelliculer la couche en plusieurs fois, en dégazant les solvants et l'eau entre chaque couche. Le dopage au phosphore permet de réduire la contrainte en modifiant la structure du réseau Si-O (Figure B30). Mais en contre partie, dans une structure poreuse, le phosphore peut réagir rapidement avec l'eau et créer par réaction chimique de l'acide phosphorique (Figures B31a et B31b).

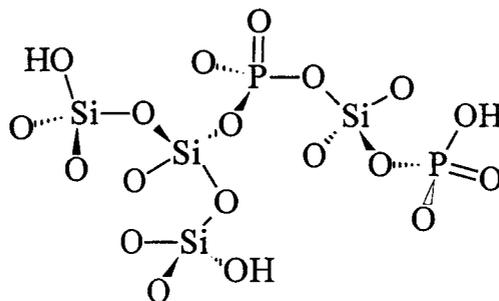
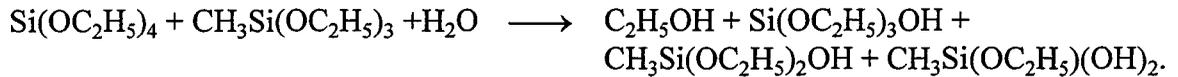


Figure B30 : Représentation schématique de la structure d'un silicate dopé au phosphore.

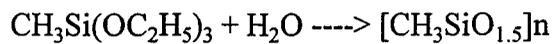
---

### Contrainte intrinsèque des siloxanes

Différents groupements organiques peuvent être attachés à l'ossature Si-O pour modifier les propriétés intrinsèques du matériau. Les plus fréquemment utilisés sont les méthyles (-CH<sub>3</sub>), les éthyles (-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) ou les phényl (-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Le produit est obtenu par hydrolyse de groupements méthyles avec une faible quantité de composants de bases (TEOS) :



Quand la plupart des molécules de Si ont leur groupement organique, la réaction peut se décrire comme étant :



La représentation schématique est montrée figure B32.

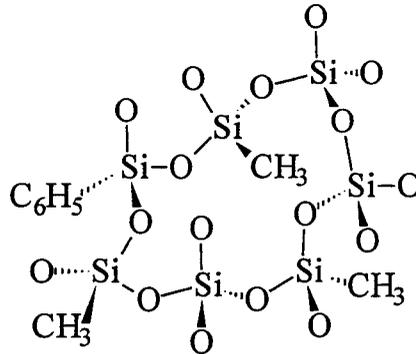


Figure B32 : Représentation schématique de la structure d'un siloxane.

La sélection du type de groupement organique et leur quantité est optimisée en fonction des qualités demandées au produit. L'addition de groupements carbonés permet de diminuer la contrainte intrinsèque des films, les particules et la quantité d'eau incorporée. Donc pour limiter la contrainte, il faudrait avoir des structures possédant un fort taux de composés carbonés mais par ailleurs la couche perd sa faculté d'adhérence. De façon similaire aux silicates, les siloxanes peuvent être dopés avec du phosphore. Possédant une contrainte plus faible que les silicates, les siloxanes ont l'avantage de pouvoir être pelliculés en couche plus épaisse.

Ces siloxanes paraissent à première vue mieux adaptés à la planarisation mais leur principal inconvénient est leur faible stabilité dans le temps et leur probabilité de décomposition thermique élevée. Toutes les agressions sur la structure carbonée des silicates vont détériorer leur intégrité. Par exemple les plasmas d'oxygène ou les températures trop élevées détruisent cette structure, ce qui augmente la porosité du matériau. Par la suite, cette porosité élevée entraîne une augmentation de l'absorption d'humidité et débouche sur la fissuration de la couche. Ces matériaux posent des problèmes de fiabilité.

---

Dans le procédé QUBIC, on a choisi d'effectuer une planarisation sans "etch-back". La couche de SOG est ainsi conservée pour servir d'isolant permanent dans une structure d'interconnexion. Etant donné la faible stabilité thermique des siloxanes, on a choisi d'utiliser un phosphosilicate dopé à 4% en phosphore, qui a l'avantage de posséder une contrainte en tension plus faible que les silicates non dopés. La viscosité du SOG utilisé, le P114A, étant peu importante, l'épaisseur obtenue est relativement faible, autour de 1200 Å. Un dépôt plus épais de 2460 Å est réalisé en superposant deux couches l'une sur l'autre.

La contrainte intrinsèque est difficilement mesurable puisqu'il n'y a pas de température de dépôt proprement dite, mais deux phases de chauffage distinctes. On peut considérer que la couche est entièrement polymérisée et stabilisée après le recuit dans le four à 450°C. La contrainte intrinsèque d'une couche de silicate (P114A) d'épaisseur de 2400 Å est de l'ordre de 525 MPa en tension.

---

## II.2. VARIATION DE LA CONTRAINTE INTRINSEQUE EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR DE DÉPÔT.

---

Il est souvent admis que la déformation engendrée par un film mince, déposé sur une plaque de silicium, est soit directement proportionnelle à son épaisseur soit indépendante dans une gamme considérée. Mais en réalité, en fonction des matériaux utilisés, de nombreux phénomènes peuvent intervenir. Ils proviennent entre autres de la relaxation de certaines contraintes dans le volume du matériau. En fait, la contrainte intrinsèque ne varie pas linéairement en fonction de l'épaisseur du film mais dépend principalement des réactions de surface qui ont lieu lors de la croissance de la couche d'interface. Cette partie permet de comprendre le lien entre l'épaisseur d'un film mince et sa contrainte intrinsèque. Cette étude ne distingue pas, comme dans la section précédente, les matériaux métalliques et diélectriques. L'évolution en fonction de l'épaisseur dépend plus de la nature cristalline ou amorphe du matériau.

Les mesures expérimentales du rayon de courbure en fonction de l'épaisseur de dépôt sont obtenues à l'aide d'un FSM8800. Elles sont réalisées, à température ambiante, immédiatement après le dépôt, afin d'éliminer la contribution extrinsèque. Seule une analyse in-situ peut nous affranchir de la contribution thermique. Il en résulte que les mesures effectuées juste après dépôt sont représentatives à la fois de la contrainte intrinsèque et de la contrainte thermique (43).

$$\sigma_{\text{expérimentale}} = \sigma_{\text{intrinsèque}} + \sigma_{\text{thermique}} \quad \sigma_{\text{extrinsèque}} = 0 \quad (43)$$

La contrainte thermique dépend de trois facteurs : du matériau ( $E_M/(1-\nu_M)$ ), de la différence entre la température de dépôt et la température de mesure ( $\Delta T$ ) et de la différence de coefficient de dilatation thermique entre le matériau et le substrat ( $\Delta\alpha$ ). Pour pouvoir assurer que les variations de contraintes expérimentales sont dues uniquement à la contribution intrinsèque, il faut que ces trois facteurs soient constants en fonction de l'épaisseur. Le matériau étant identique et déposé à la même température,  $E_M/(1-\nu_M)$  et  $\Delta T$  sont constants quelle que soit l'épaisseur de la couche considérée. En ce qui concerne  $\Delta\alpha$ , il faut distinguer d'une part les couches continues et homogènes et d'autre part les couches de très faibles épaisseurs constituées d'un ensemble de petits îlots. Dans le premier cas, on peut supposer que le coefficient de dilatation de la couche mince ne varie, ni en fonction de l'épaisseur, ni de la densité. Mais pour les couches inhomogènes, cette considération est macroscopiquement fautive mais microscopiquement correcte. Prenons comme exemple une couche métallique :

- Si on considère comme entité élémentaire "la couche", avec un écartement des îlots suffisamment important, quelles que soient les variations de températures, l'évolution de la longueur de l'ensemble est nulle. On peut donc considérer que le coefficient de dilatation thermique de la couche est également nul.

- Maintenant si on prend comme entité élémentaire "les îlots", ils sont constitués d'un alliage métallique qui possède un coefficient de dilatation donné, donc quel que soit l'écartement de ces îlots, le coefficient du matériau est constant.

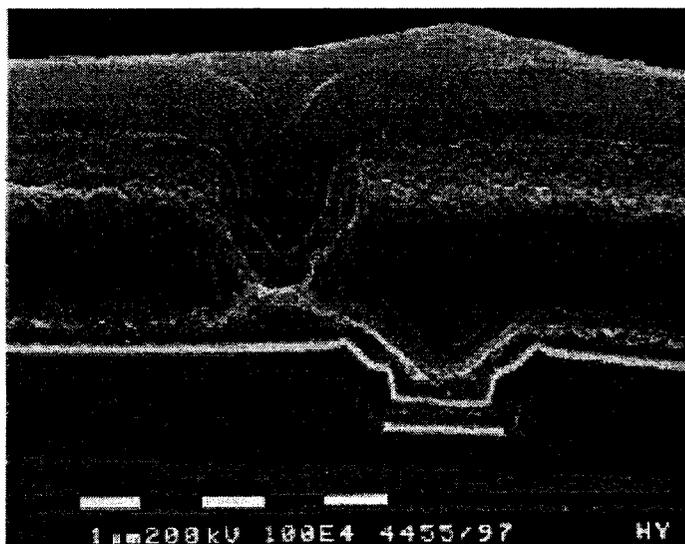
En terme de contrainte, chaque îlot en se dilatant induit une force dans le substrat à l'interface qui est proportionnelle à son coefficient de dilatation thermique. La somme de ces forces provoque une déformation du substrat. La contrainte provoquée par cette déformation dépend directement du coefficient de dilatation thermique. On peut donc prendre comme hypothèse générale qu'un matériau déposé en film mince possède un coefficient de dilatation thermique déterminé quelle que soit son épaisseur même dans le cas d'une couche inhomogène.

$$\Delta\sigma_{\text{expérimentale}} = \Delta\sigma_{\text{intrinsèque}} \quad \Delta\sigma_{\text{thermique}} = 0$$

Toutes les évolutions de contraintes de la couche en fonction de l'épaisseur, pour une variation thermique constante, sont d'origines intrinsèques. L'étude des variations de contraintes en fonction de l'épaisseur peut être reliée directement aux modifications de la contrainte intrinsèque.

### **II.2.1. ETUDES DES STRUCTURES POLYCRISTALLINES EN FONCTION DE LEUR EPAISSEUR.**

Nous aborderons dans cette partie l'étude d'un seul matériau, un alliage d'aluminium binaire (AlCu). Dans le procédé QUBIC, trois dépôts d'un alliage d'AlCu sont déposés à différentes épaisseurs (4300 Å, 6750 Å, 18000 Å) pour constituer les niveaux de connexions des composants (Figure B33). Il est alors intéressant de connaître la relation qui relie l'épaisseur de ce matériau et la contrainte qu'il engendre.



IN3 18000 Å

IN2 6750 Å

IN1 4300 Å

Figure B33 : Photo MEB représentant les trois niveaux métalliques dans l'empilement du procédé QUBIC.

Avant toute chose, on ne peut aborder une étude des couches métalliques et de ses alliages de cuivre sans évoquer la miscibilité de ces couches avec le substrat de silicium (Cf. chapitre III.1.1.1). La variation de volume  $\Delta V$  engendrée par ce phénomène entraîne la création d'une contrainte parasite. Cette contrainte provient d'une réaction chimique dont la déformation à l'interface entre les deux couches peut s'exprimer de la façon suivante :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} \quad (44)$$

$$\sigma_{xx} = -\frac{E}{1-\nu} \varepsilon_{xx} = -\frac{1}{3} \frac{E}{1-\nu} \frac{\Delta V}{V} \quad (45)$$

Pour étudier indépendamment l'influence de l'épaisseur sur la contrainte intrinsèque, il faut s'affranchir de ce phénomène d'interface. En fait, pour notre étude, cette miscibilité locale entre les couches est certainement négligeable. Mais nous avons tout de même utilisé cette barrière de WTi oxydée pour deux raisons majeures :

- L'interface est le lieu privilégié des processus de contraintes provoquées lors de la création de la couche.
- Dans le procédé QUBIC mis en production, cette barrière est introduite. L'étude de cet empilement permet de se rapprocher de la réalité.

### II.2.1.1. ETUDE DE L'ALLIAGE D'ALUMINIUM CUIVRE DEPOSE SUR UN SUBSTRAT DE SILICIUM RECOUVERT DE TUNGSTENE TITANE.

L'étude de l'influence de l'épaisseur de l'alliage AlCu déposé sur la contrainte sera menée dans un premier temps sur un substrat de silicium de 675  $\mu\text{m}$  d'épaisseur orienté suivant le plan cristallographique (100) sur lequel on a déposé 1000  $\text{\AA}$  de tungstène titane.

Nous avons déposé sur dix échantillons une couche d'AlCu d'épaisseur variable allant de 500  $\text{\AA}$  à 16000  $\text{\AA}$ . Le dépôt a été effectué à une température de 450°C avec une puissance de 10 KW sous une pression de 10 mTorr.

La barrière de WTi engendre avec le silicium une contrainte mécanique compressive d'environ 460 MPa en moyenne, déduite de la mesure du rayon de courbure associé variant de -250 à -300 m.

La courbe en pointillé de la figure B28 montre l'évolution de la courbure du trilame Si/WTi/AlCu mesuré au FSM8800. En supposant que la couche de WTi ne soit pas modifiée lors du dépôt d'AlCu et que les contraintes mises en jeu soient purement élastiques, il est possible d'extraire de ces données expérimentales la contribution de la couche d'AlCu. Dans ce cas, la contrainte d'un multicouche est la somme des contraintes individuelles affectées de leur épaisseur  $e$  (Cf. équation (30) p32).

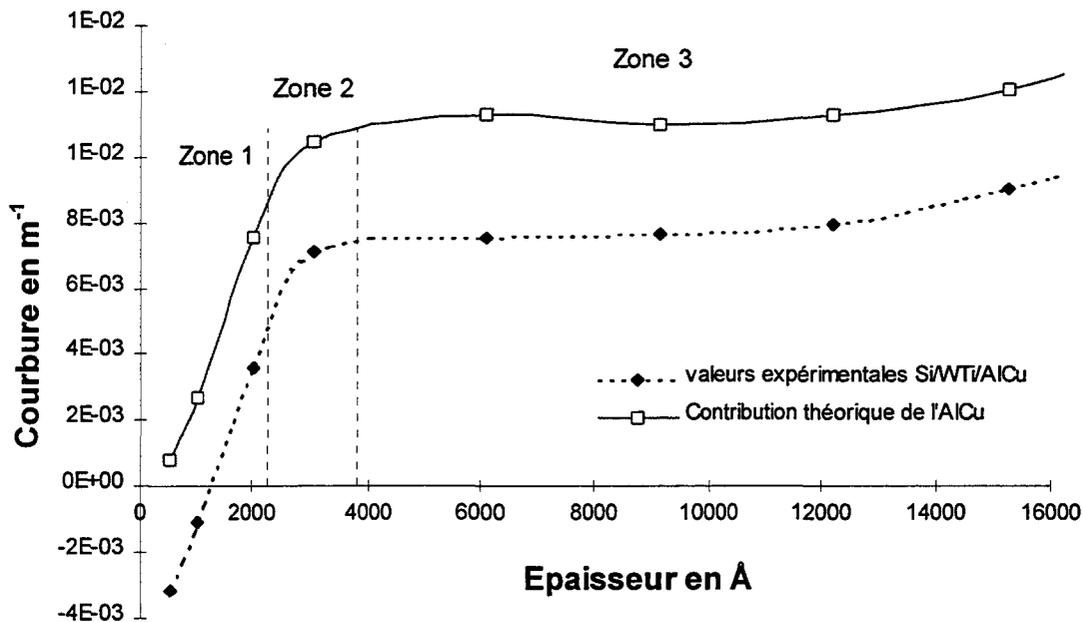


Figure B34: Influence de l'épaisseur d'une couche d'AlCu sur son rayon de courbure. La courbe en trait continu a été réalisée sur un substrat de silicium recouvert d'une couche de 1000 Å de WTi. La contribution théorique du dépôt d'AlCu seul est représentée en pointillé.

*Remarque : La contrainte du WTi, après passage dans le bâti métallique dans les conditions thermiques du programme de dépôt d'AlCu, est identique à sa contrainte juste après dépôt.*

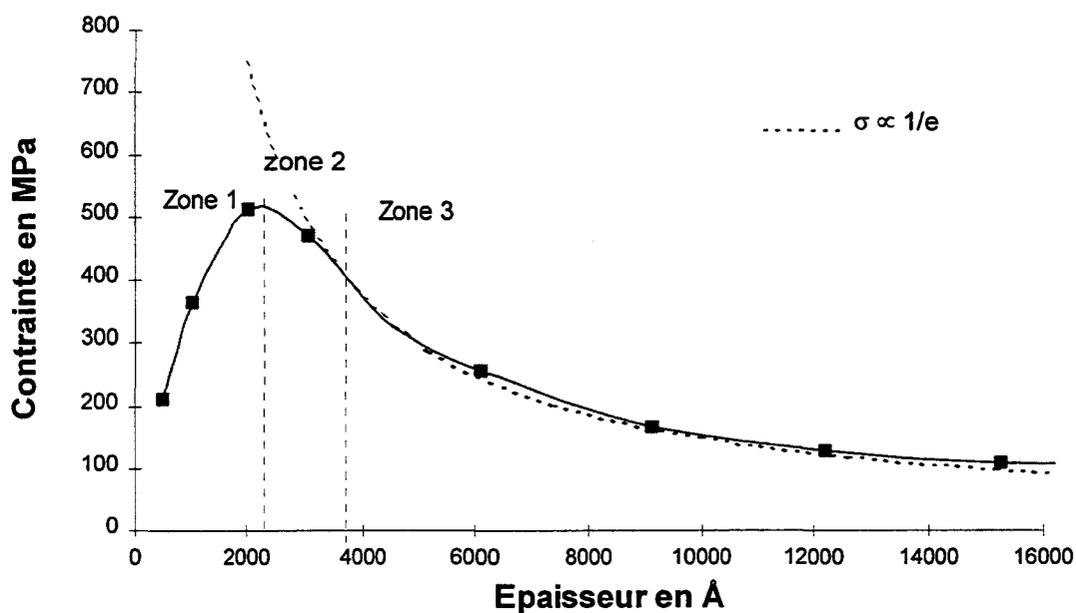


Figure B35 : Influence de l'épaisseur d'une couche d'AlCu sur la contrainte sur un substrat de silicium recouvert de WTi.

---

La courbe en trait continu de la figure B34 représente la contribution de la couche d'AlCu déterminée mathématiquement en appliquant l'équation (30) aux données expérimentales, sachant que le rayon de courbure  $R_{\text{WTi/Si}}$  est déterminé préalablement. La courbe B35 représente uniquement la contrainte moyenne de la couche d'AlCu en appliquant la formule de STONEY à partir du rayon de courbure pré-défini. L'évolution de la contrainte moyenne prise séparément ne permet pas de tirer des conclusions sur l'évolution du comportement du film. La courbure est la seule à représenter l'évolution expérimentale, car elle ne nécessite aucune hypothèse. La courbe B35 fait apparaître trois domaines distincts.

### **Zone 1) Dépôts d'AlCu d'épaisseur inférieure à 2250 Å**

Dans cette partie, l'analyse de la figure B34 montre que : la courbure du tri-couche représentée par la courbe en pointillé passe d'une zone négative à une zone positive. La première est due à la contrainte compressive imposée par la couche de WTi, et la seconde provient du film d'AlCu.

Il apparaît normal que l'ensemble du multicouche subit la courbure induite par la couche de WTi pour des faibles épaisseurs d'AlCu. Mais, par la suite, pour des épaisseurs supérieures, la courbure de l'ensemble tend à devenir concave à partir d'une épaisseur d'AlCu de 1300 Å. Cela traduit, d'un point de vue des contraintes, une plus forte influence de l'alliage d'aluminium cuivre par rapport à l'alliage de tungstène titane. L'influence de ces deux alliages se compense complètement pour une épaisseur très similaire.

Sur la figure B36, nous avons superposé l'évolution de la courbure de la couche en fonction de son épaisseur aux photographies MEB représentant l'état granulaire à la surface de la couche. Cette représentation permet d'expliquer les variations observées sur les figures B34 et B35. Pour de très faibles épaisseurs, le matériau n'a pas encore la cohérence structurale suffisante pour imposer au substrat ces caractéristiques physiques, d'où une courbure très faible. La présence d'espaces entre les grains permet une relaxation partielle des contraintes; mais l'épaisseur n'étant pas suffisante pour réorganiser les déformations restantes, cette fine couche est le siège de contraintes résiduelles. Petit à petit, sa cohérence se renforce avec l'augmentation d'épaisseur, le matériau résiste de plus en plus aux sollicitations du silicium plus massif et la courbure de l'ensemble augmente en fonction de l'épaisseur, entraînant une diminution du rayon de courbure. De façon similaire, le changement de signe du rayon de courbure peut s'expliquer par une influence croissante de la couche d'AlCu sur celle du WTi en fonction de l'augmentation de sa cohésion structurale.

Dans ce domaine, la courbure varie linéairement en fonction de l'épaisseur, la couche est le siège de déformation élastique. Par régression linéaire on obtient :

$$1/R = 3.4 \cdot 10^{-6} * e_f \quad (46)$$

où  $1/R$  est la courbure en  $m^{-1}$  et  $e_f$  l'épaisseur du film en Å.

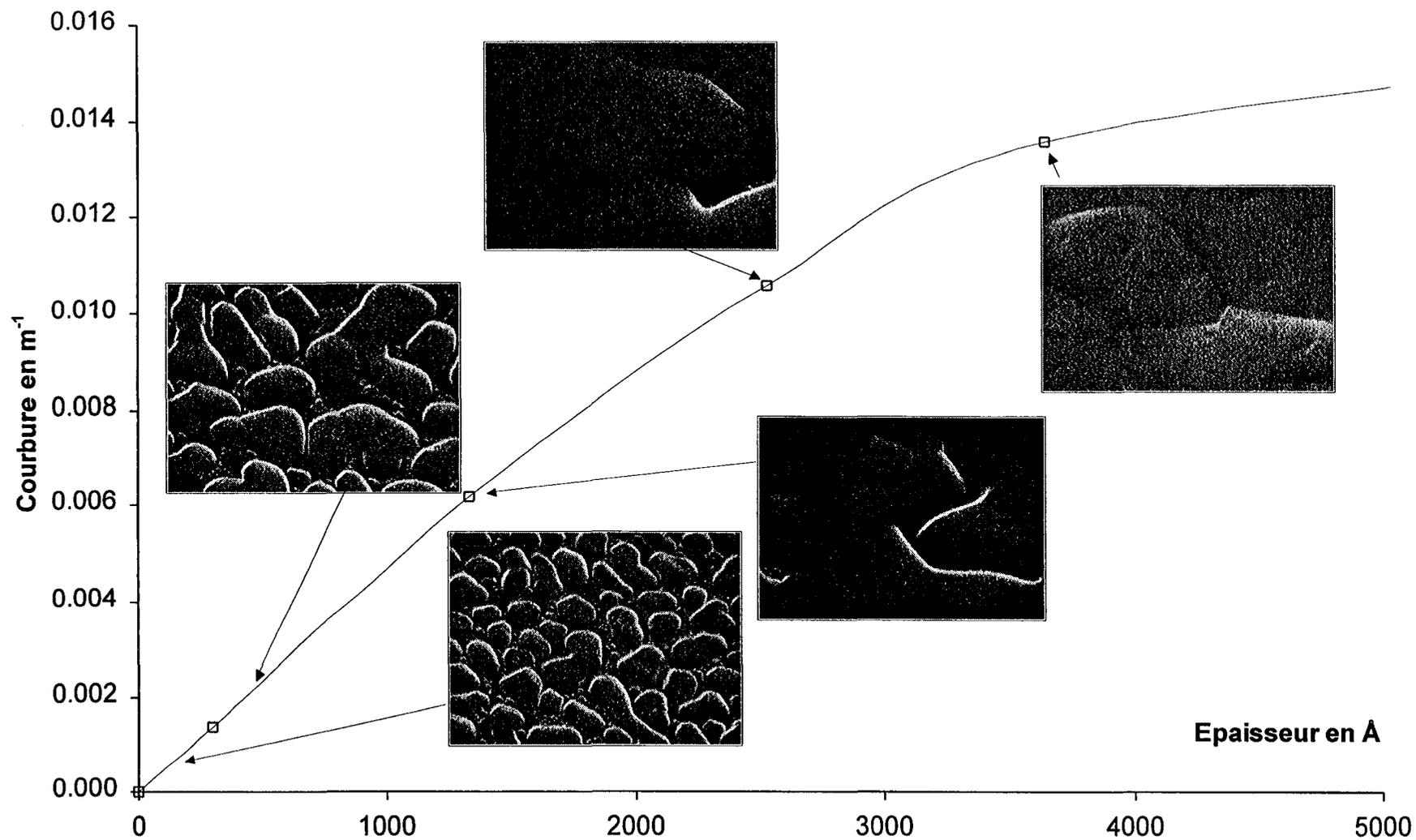


Figure B36 : Superposition de l'évolution de la courbure de la couche en fonction de son épaisseur aux photographies MEB représentant l'état granulaire surfacique de la couche.

---

## **Zone 2) Dépôts d'AlCu d'épaisseur comprise entre 2250 et 3200 Å.**

La contrainte moyenne atteint son niveau maximal pour une épaisseur de 2250 Å. A cette épaisseur la couche d'aluminium a acquis la densité structurale d'un film homogène, la couche d'interface est entièrement constituée.

Pour des épaisseurs d'AlCu supérieures, la variation de courbure décroît en intensité, autrement dit le film a atteint une épaisseur limite et donc une déformation limite. Ce domaine correspond à une zone intermédiaire entre un comportement de type "élastique" et de type "plastique". Lorsque le matériau ne peut plus emmagasiner les déformations, il déclenche des mécanismes de relaxation. Dans notre cas, des relaxations en volume prennent naissance dans la couche. Ce type de phénomène peut se produire car la température de dépôt (450°C) est proche du point de fusion du matériau (660°C), il existe donc une activation thermique importante. Par ailleurs l'aluminium est un matériau réputé peu élastique, il est souvent considéré dans son état massif comme un matériau malléable et plastique.

## **Zone 3) Dépôts d'AlCu d'épaisseur comprise entre 3200 et 12000 Å.**

La relaxation massive est pleinement déclenchée, et la courbure n'évolue plus en fonction de l'épaisseur. Sur la figure B35, nous observons que la contrainte dans la couche d'AlCu, après 3200 Å d'épaisseur, décroît sous forme  $y = a/x$  soit  $\sigma_{xxf} = a/e_f$ . La courbure de l'échantillon est constante pour des épaisseurs supérieures à 3200 Å (Figure B34). La formule de STONEY qui moyenne les contraintes mécaniques sur l'ensemble de la couche, rend compte d'une diminution de la contrainte moyenne. Tout se passe comme si les nouvelles strates n'introduisent aucune contrainte supplémentaire, chaque nouvelle sous-couche possède alors une contrainte nulle. Cela entraîne une décroissance hyperbolique de la contrainte moyenne puisque la déformation se répartit dans une plus grande épaisseur. En réalité, la relaxation est volumique et les couches n-1 sont modifiées par les strates n, le modèle de strate n'est donc pas valide pour ce type de matériau.

Dans ce troisième domaine, la couche est formée et elle est constituée de grains liés entre eux par des joints définis. Cette couche appartient à la zone III (Cf. Chapitre III.1.1 p.44). La taille des grains va croître en fonction de l'épaisseur déposée (Figure B37). D'un point de vue structurale, une diffusion massive prend naissance et les atomes réajustent leur position à l'intérieur du réseau.

On peut expliquer ce mécanisme de "réarrangement-croissance", par le fait que les grains qui se développent dans la couche croissent aux dépens de leur entourage en se servant d'une part de l'énergie thermique du chauffage et d'autre part de la force motrice contenue dans l'énergie interfaciale de leurs grains et des contraintes locales<sup>50</sup>. Le métal tend à minimiser son énergie en se rapprochant de son état le plus stable "le monocristal". Pour comprendre le processus, considérons un modèle simplifié de grains dans un plan, leur équilibre statique est réalisé pour des grains de formes hexagonales, tels qu'aux points triples les joints font entre eux des angles de 120°, de façon à équilibrer les trois forces interfaciales (Figure B38).

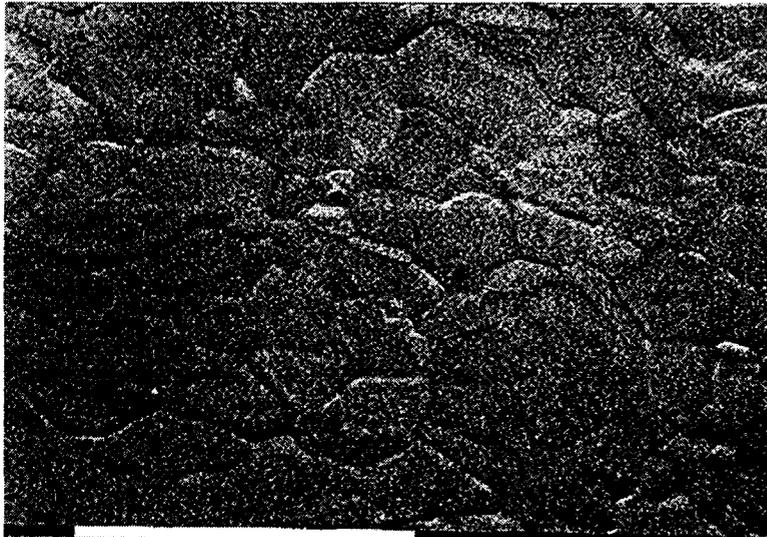
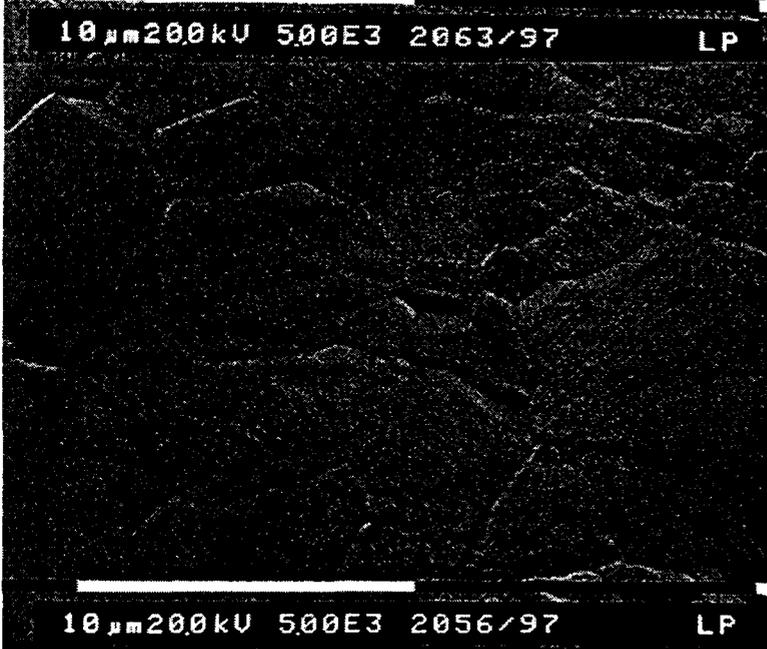
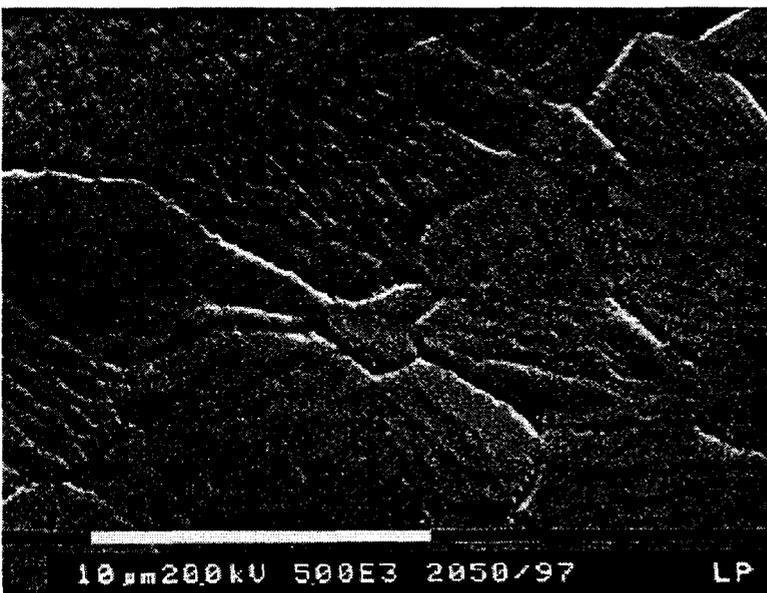


Figure B37 : Evolution de la taille des grains de l'alliage d'aluminium cuivre en fonction de l'épaisseur de dépôt.

IN1 4300 Å d'AlCu



IN2 6750 Å d'AlCu



IN3 18000 Å d'AlCu

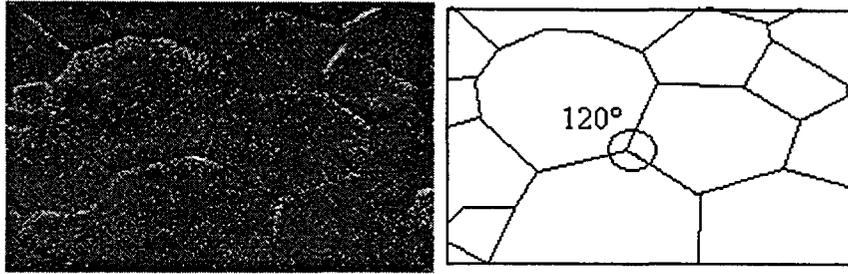


Figure B38 : Représentation de la forme des grains aux joints triples.

Après la cristallisation primaire, le métal est constitué de grains de tailles et de formes très diverses. Aux points triples, les joints veulent former la configuration la plus stable avec des angles de  $120^\circ$  (Figure B39a), ce qui provoque une courbure de ces joints (Figure B39b). Mais, ceci accroît leur longueur : l'énergie interfaciale ne peut être réduite, que par le mouvement des points triples indiqués sur la figure B39b. Ce processus conduit à la disparition des grains ayant moins de six côtés, et à la croissance des autres (Figure B39c).

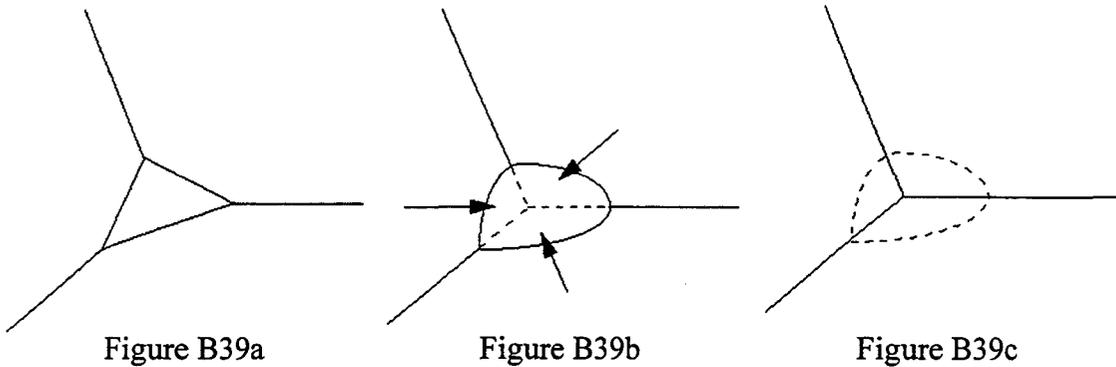


Figure B39: Mécanisme de croissance des grains par réarrangement aux joints triples.

Cette croissance continue des grains peut être relayée par une croissance discontinue, lorsque certains grains atteignent une taille critique (Figure B40), leur énergie interfaciale va leur permettre de "dévorer" les grains qui les entourent.

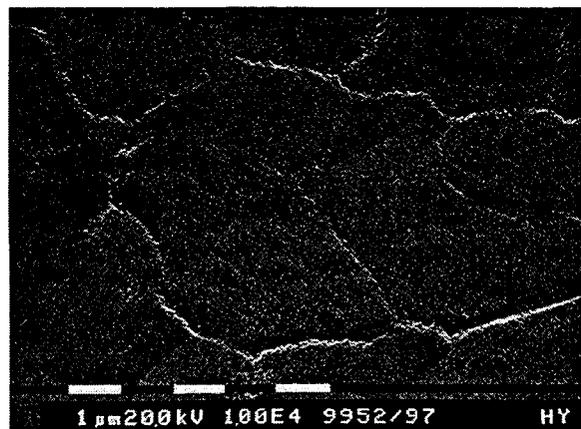


Figure B40 : Représentation d'une croissance discontinue.

D'un point de vue des contraintes, le mécanisme de "réarrangement-croissance" permet de relaxer les contraintes en utilisant cette énergie pour faire croître les grains de la couche.

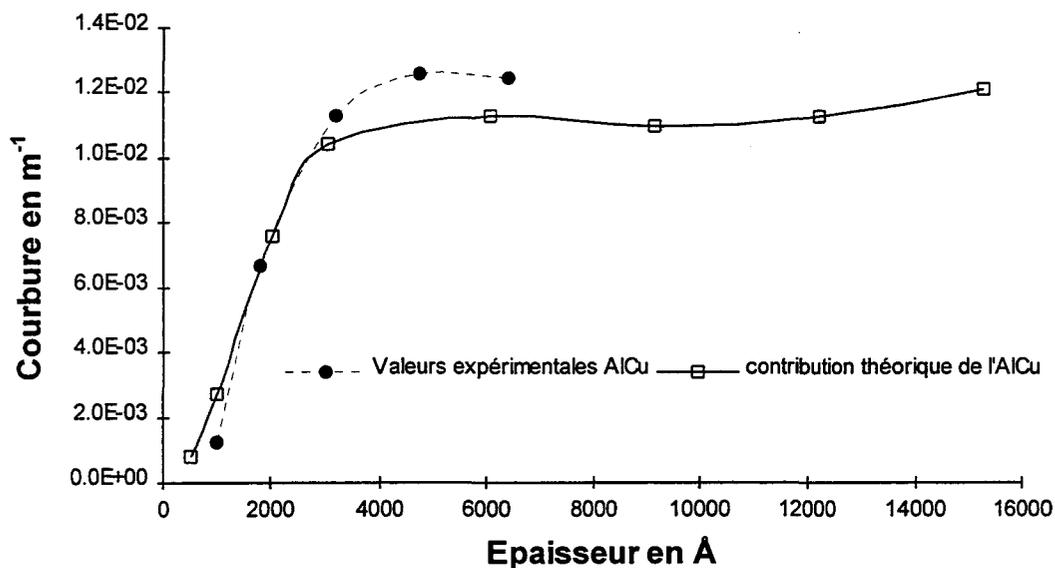


Figure B41 : Superposition de la courbure de l'alliage d'aluminium cuivre en fonction de son épaisseur obtenue d'une part sur un substrat de Si (100) et d'autre part sur un substrat Si/WTi.

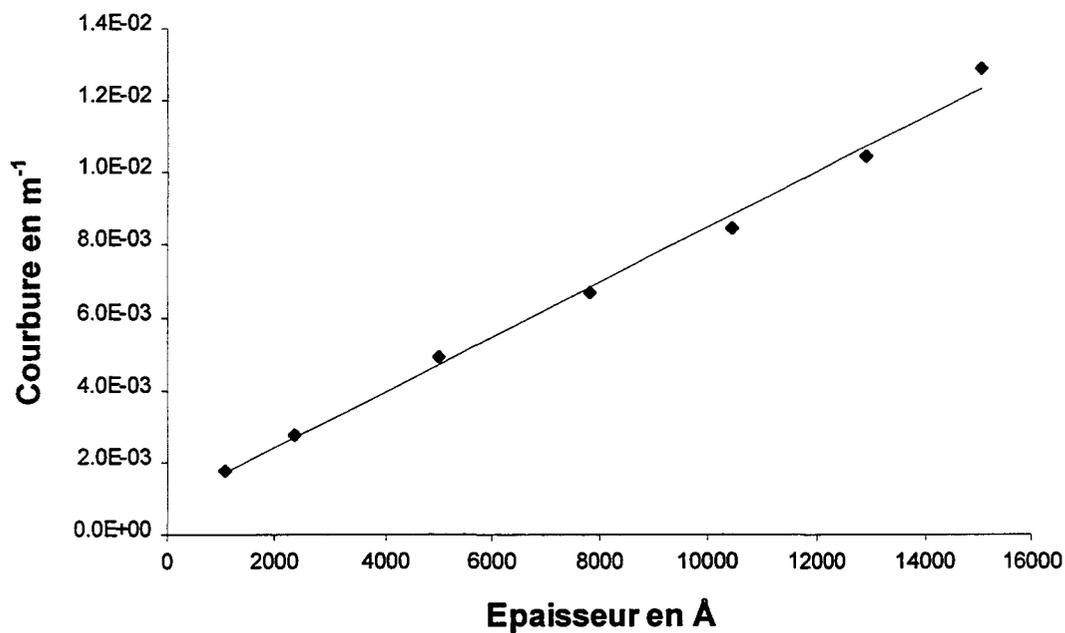


Figure B42 : Evolution de la courbure d'une couche d'aluminium cuivre en fonction de son épaisseur restante après dépôt. La couche mesure au départ 1500  $\text{\AA}$ . On observe que la courbure décroît linéairement en fonction de l'épaisseur.

## II.2.1.2. ETUDE DE L'ALLIAGE D'ALUMINIUM CUIVRE DEPOSE SUR UN SUBSTRAT DE SILICIUM.

L'analyse expérimentale précédente repose sur l'hypothèse que la contrainte d'un multicouche est la somme des contraintes individuelles. Pour confirmer et compléter l'analyse, une étude en fonction de l'épaisseur des couches d'AlCu sans barrière de WTi a été menée. Les conditions expérimentales sont identiques à celles décrites précédemment. Nous supposons ici que les contraintes engendrées, par la variation de volume induit par la diffusion à l'interface entre l'aluminium et le silicium, sont négligeables devant les autres contraintes.

Les résultats expérimentaux précédents sont confirmés (Figure B41). La courbure se stabilise pour des épaisseurs de l'ordre de 3500 Å. L'équation 30, permettant de soustraire, du rayon de courbure général, la contribution d'une couche unique, semble être validée dans ce cas par la superposition presque parfaite de la contrainte expérimentale et de la contrainte théorique.

De même, pour confirmer la réorganisation structurale volumique de l'ensemble de la couche, nous avons étudié l'évolution de la courbure en fonction de l'épaisseur restante après gravure. L'épaisseur de dépôt initiale est de 15000 Å. La mesure de courbure s'effectue après une gravure de 15 secondes dans un bain de gravure d'acide orthophosphorique. A chaque étape une épaisseur de l'ordre de 2500 Å est retirée.

La courbe B42 montre que l'évolution est purement linéaire. Il y a une parfaite proportionnalité entre la courbure et l'épaisseur. La structure se réorganise en volume pour atteindre une structure possédant une contrainte intrinsèque uniforme dans l'épaisseur.

La superposition de la courbe en fonction de l'épaisseur déposée et celle en fonction de l'épaisseur gravée, montre la présence d'une hystérésis (Figure B43). Par analogie avec une courbe de traction sur les matériaux massifs, on peut dire que vers 3000 Å le matériau atteint sa limite élastique.

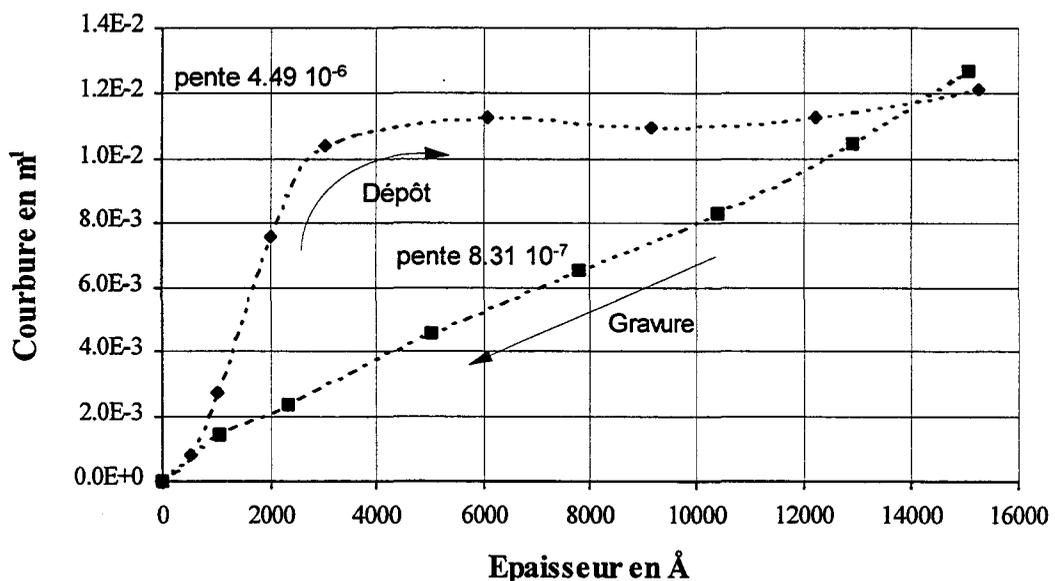


Figure B43 : Evolution de la courbure en fonction de l'épaisseur de dépôt.

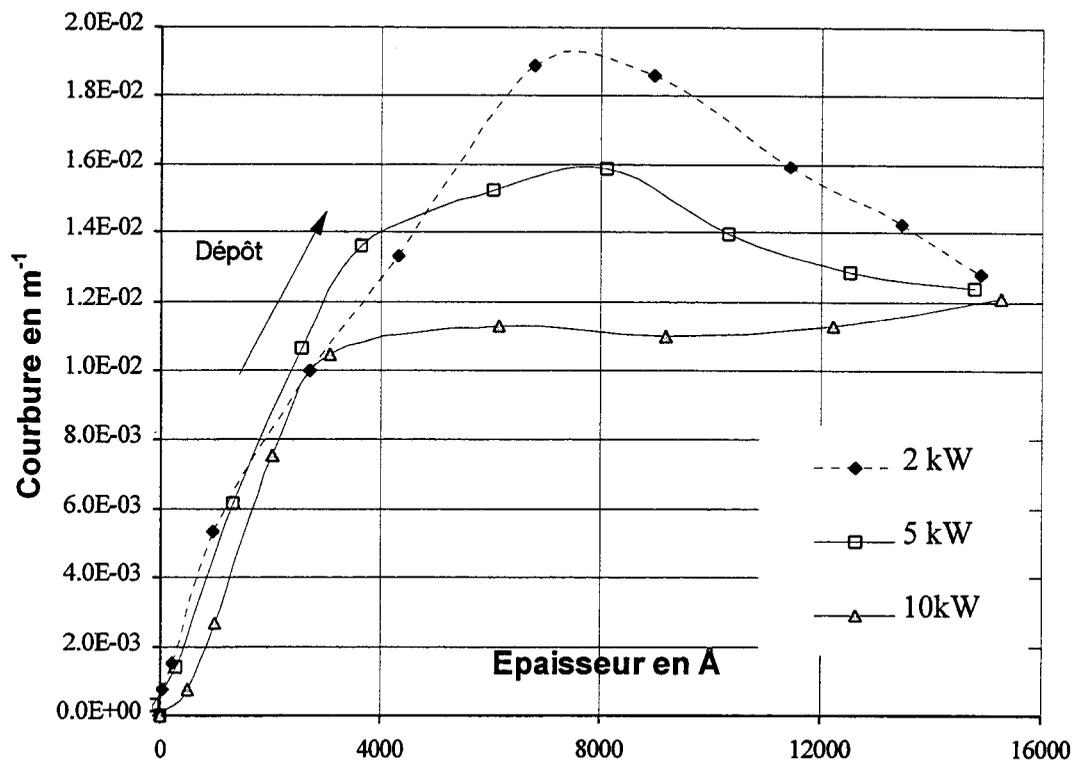


Figure B44 : Evolution de la courbure d'une couche d'aluminium cuivre en fonction de son épaisseur et de la puissance de dépôt utilisée.

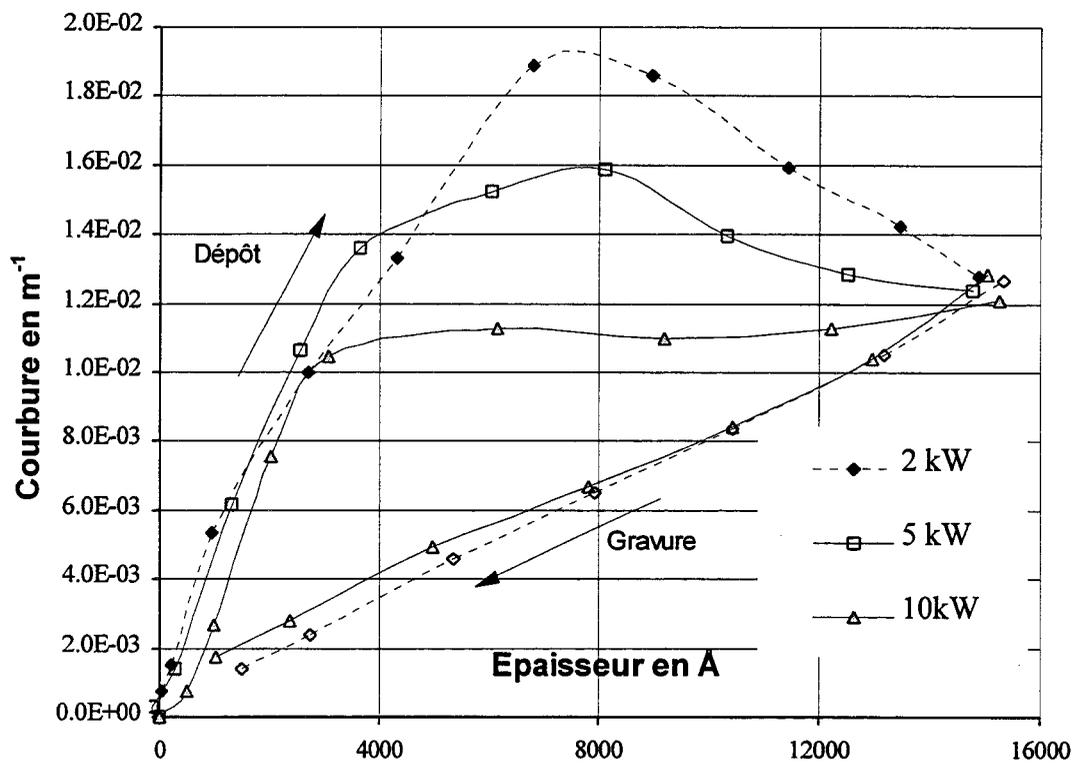


Figure B45 : Evolution de la courbure d'une couche d'aluminium cuivre en fonction de son épaisseur et de la puissance de dépôt utilisée après dépôt et après gravure.

---

### II.2.1.3. EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR POUR DIFFÉRENTES PUISSANCES DE DÉPÔT.

La description précédente de l'influence de la contrainte en fonction de l'épaisseur de dépôt est représentative d'une couche d'aluminium cuivre déposée à 10 kW. Étant donné que les couches minces d'aluminium ont une structure polycristalline tridimensionnelle, la taille et la forme des grains induisent des comportements mécaniques différents. Par ailleurs la morphologie est liée aux paramètres de dépôts, il est donc intéressant d'étudier la relation entre la limite élastique et la puissance utilisée pour réaliser la couche.

La figure B44 représente l'évolution de la courbure en fonction de l'épaisseur pour des couches d'aluminium cuivre déposées avec une puissance de 2, 5 et 10 KW. On peut remarquer que quelle que soit la puissance utilisée, la pente caractérisant le comportement élastique de l'alliage reste quasiment inchangée.

Par contre, la limite élastique est différente pour les trois couches : plus la puissance est faible, plus l'épaisseur de transition est élevée donc la structure peut emmagasiner plus de déformations sans déclencher un mécanisme de relaxation. La mobilité de surface des atomes étant fonction de la puissance, l'origine de cette différence provient de la composition structurale de la couche. Avec des atomes mobiles, la structure est plus stable. La limite exacte est difficilement quantifiable puisqu'il existe une zone de transition. On peut toutefois donner un ordre de grandeur de 3500 Å pour 10 kW, 4000 Å pour 5 kW et 6500 Å pour 2 kW.

La relaxation est plus marquée pour les couches ayant emmagasinées plus de déformations. Elle entraîne une modification structurale qui tend à donner un état de contrainte similaire pour les trois puissances. Vers 15000 Å la courbure des trois couches est semblable, elles possèdent alors une contrainte identique. Elle est répartie uniformément dans la couche puisque la courbure évolue linéairement en fonction de l'épaisseur gravée. (Figure B45).

Ces études permettent de tirer plusieurs conclusions :

- On peut dire qu'il existe, à faible épaisseur, pour les alliages d'aluminium cuivre, une relation directe entre la nature granulaire de la couche et leur état de contrainte totale après dépôt.
- Il existe une épaisseur au-delà de laquelle la contrainte se relaxe. Cette épaisseur est directement dépendante de la puissance de dépôt utilisée. La relaxation des contraintes aboutit à une réorganisation volumique qui influence l'ensemble de l'épaisseur.
- La contrainte dans la couche est homogène, il n'existe pas de gradient de contrainte intrinsèque dans le film à l'exception de l'interface.
- L'équation 30 est vérifiée sur un bicouche constitué de WTi et d'AlCu. La connaissance d'une contrainte globale permet donc de revenir aux éléments la constituant. Mais inversement, les données recueillies sur les contraintes des couches élémentaires permettent d'estimer les niveaux de contraintes des empilements plus complexes.

## II.2.2. ETUDES DES STRUCTURES AMORPHES EN FONCTION DE LEUR EPAISSEUR.

L'ensemble des diélectriques comme les oxydes ou les nitrures possède une structure de type amorphe. Mais il existe également des matériaux métalliques déposés dans certaines conditions qui ont une structure très proche de celle des amorphes. Le WTi fait partie de cette catégorie lorsqu'il est déposé à basse température ( $T/T_m < 0.3$ ). Dans ce type de structure, les réorganisations internes sont très rares puisqu'il n'existe pas d'énergie intergranulaire ni de dislocations permettant d'activer un mécanisme de relaxation des contraintes. Ce chapitre traite du comportement des contraintes en fonction de l'épaisseur pour le WTi, les oxydes et les nitrures.

### II.2.2.1. ETUDE DES CONTRAINTES EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR D'UN ALLIAGE DE TUNGSTENE TITANE.

Le WTi est utilisé comme barrière de diffusion dans la plupart des procédés. Il est déposé en couche variant de 200 à 2000 Å. L'étude de son comportement aux fortes épaisseurs ( $>1\mu\text{m}$ ) ne revêt pas le même intérêt que l'alliage d'aluminium dont l'épaisseur couvre une gamme plus importante en production. Mais étant donné son appartenance à la zone T du diagramme de THORNTON (Cf. figure B6 p.45) l'étude de son comportement à ces épaisseurs peut permettre de mieux comprendre la relation qui existe entre sa structure amorphe et l'évolution de sa contrainte en fonction de son épaisseur.

Nous avons effectué une étude d'un alliage de WTi déposé à 50°C, sous une pression de 4 mTorr et avec une puissance de 2 kW. Intéressons-nous tout d'abord à l'évolution de la courbure en fonction de l'épaisseur (Figure B46).

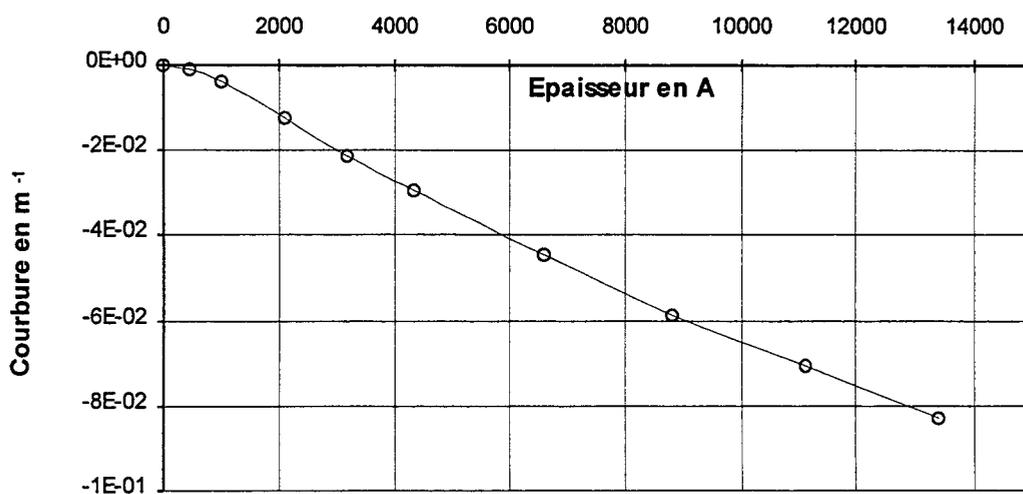


Figure B46 : Evolution de la courbure en fonction de l'épaisseur de dépôt de la couche de WTi.

Cette courbe peut être scindée en deux domaines distincts :

- Jusqu'à environ 700 Å la courbure augmente progressivement en fonction de l'épaisseur, sans relation linéaire entre les deux. Cela provient du fait qu'au départ la couche est en construction et qu'elle ne possède pas une cohésion interne suffisante pour s'opposer à la déformation du substrat. Au fur et à mesure sa cohérence se renforce et la courbure s'accroît. La taille des grains étant trop petite (< 20 Å), il n'est pas possible de relier expérimentalement cette évolution et la taille des grains observée au MEB comme dans le cas de l'aluminium.
- Au-delà de 700 Å la structure colonnaire du WTi est devenue une couche uniforme, possédant une densité interne cohérente. A partir de cette épaisseur, on peut dire que chaque nouvelle couche ou strate entraîne une courbure équivalente à la précédente. L'intensité de la courbure ( $1/R$ ) devient alors directement proportionnelle à l'épaisseur ( $e_f$ ). Par régression linéaire, on obtient :

$$1/R = -6.2 \cdot 10^{-6} e_f - 1.9 \cdot 10^{-3} \quad (47)$$

où  $1/R$  est la courbure en  $m^{-1}$  et  $e_f$  l'épaisseur du film en Å.

Ce phénomène se poursuit jusqu'à des épaisseurs de 15000 Å où la courbure devient importante.

En appliquant la formule de STONEY, on extrait de ces données la contrainte moyenne dans le film de WTi. La courbe B47 représente l'évolution de cette contrainte en fonction de l'épaisseur. Pour vérifier la reproductibilité du phénomène cette expérience a été effectuée deux fois.

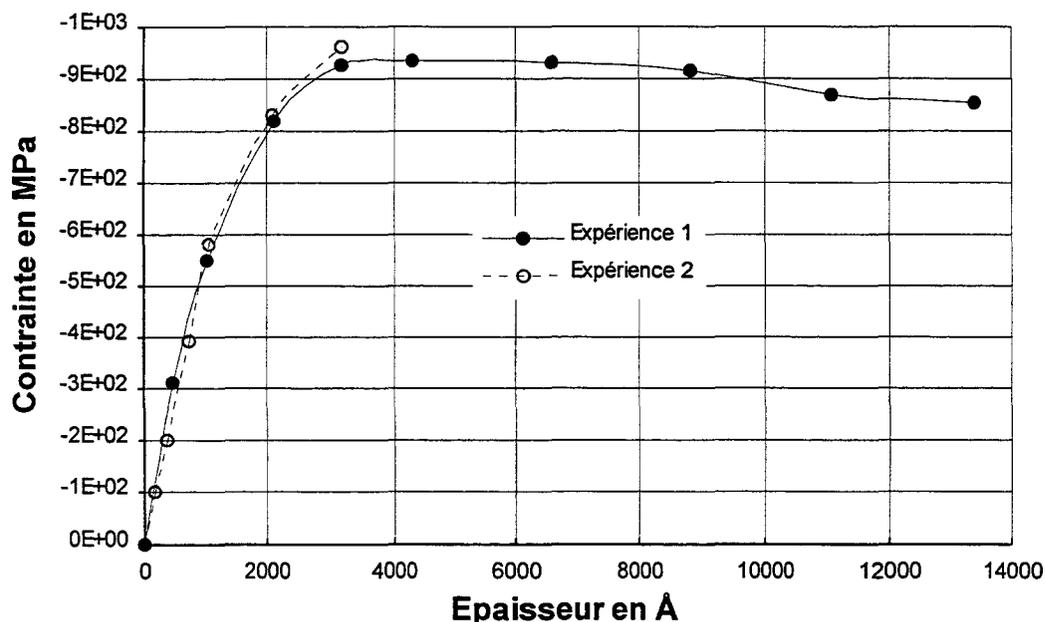


Figure B47 : Evolution de la contrainte d'une couche de WTi en fonction de l'épaisseur. La contrainte est déduite de la courbure en appliquant la formule de STONEY.

---

Les données expérimentales 1 et 2 étant similaires, les variations de contrainte en fonction de l'épaisseur sont reproductibles, caractéristiques de la couche et des conditions de dépôts.

Le modèle de strate permet d'expliquer d'une part l'évolution de la contrainte totale représentée par la courbure (Figure B46) et d'autre part l'évolution de la contrainte moyenne (Figure B47). Deux effets sont présents :

① La non linéarité observée sur la courbe B46 entre 0 et 700 Å provient d'un gradient de contrainte à l'interface. Chaque strate possède alors une contrainte supérieure à la précédente. Cette hypothèse est vérifiée par l'augmentation de la contrainte moyenne du film (Figure B47) dans cette gamme d'épaisseur.

② A partir de 700 Å, l'évolution linéaire de la courbure indique que chaque strate amène à l'ensemble une contribution constante. Cela provoque deux types d'évolution de contrainte moyenne :

- Dans un premier temps, la contrainte moyenne continue à augmenter. Cela provient du fait qu'il faut une certaine épaisseur pour compenser entièrement les contraintes plus faibles des 700 premiers Angströms. Dans notre cas cette épaisseur est de 3300 Å.

- A partir de 3300 Å, la contribution des 700 premiers angströms devient négligeable et la contrainte moyenne se stabilise autour de -900 MPa, puisque chaque strate possède une contrainte égale.

La contrainte maximale du film est donc directement proportionnelle à son épaisseur. La structure ne peut pas relaxer les contraintes car il n'existe pas de mécanisme de relaxation interne comme dans le cas des structures cristallines. Pour une contrainte compressive, la contrainte maximale sera atteinte lorsque la force de compression deviendra supérieure à la force d'adhérence entre le tungstène titane et le substrat de silicium. A cette épaisseur un phénomène de délamination sera déclenché et permettra de relaxer de façon externe les contraintes emmagasinées.

Les variations de contraintes en fonction de l'épaisseur peuvent être étendues à l'ensemble des couches métalliques appartenant à la zone T du diagramme de THORNTON et possédant des grains très fins (< 50 Å).

*En conclusion, on constate que d'une part le WTi a un comportement général semblable à celui des couches amorphes diélectriques (Cf. chapitre III.2.2.2.). D'autre part, pour les épaisseurs inférieures à 2000 Å, qui est la gamme utilisée en production, il est préférable d'utiliser des couches d'épaisseurs supérieures à la couche de stabilisation ou d'interface, qui est dans nos conditions de dépôt d'environ 700 Å. Cela permet de garantir une fiabilité de la couche dans le temps. Pour des couches d'épaisseur inférieure à 700 Å, il est recommandé d'adapter les conditions de dépôts pour abaisser l'épaisseur de la couche uniforme. On peut, par exemple, diminuer la puissance de pulvérisation pour augmenter la mobilité des atomes et surtout diminuer la pression d'argon pour favoriser les phénomènes de densification par bombardement.*

### II.2.2.2. ETUDES DES CONTRAINTES EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR DES COUCHES DIELECTRIQUES.

L'épaisseur des couches diélectriques utilisées dans les procédés est fixée d'une part pour les intermétalliques en fonction de la constante diélectrique du matériau mais également pour minimiser la topographie lors de l'ouverture des vias et d'autre part pour les couches de passivation en fonction du niveau de protection souhaité. L'étude de la contrainte mécanique en fonction de l'épaisseur de la couche pose à ce titre un grand intérêt. Lorsque l'on doit choisir l'épaisseur d'une couche intermétallique ou de passivation, il est important de prendre ce paramètre en compte, puisque des contraintes trop élevées peuvent à la fois créer des défauts dans la couche et par réaction provoquer des contraintes supplémentaires dans les couches métalliques (Cf. chapitre I).

Les diélectriques sont très nombreux et peuvent être obtenus de manière très diverse. En ce qui concerne les dépôts par pelliculage comme le SOG, l'épaisseur est principalement fixée par la viscosité du matériau et elle est choisie en fonction de la topologie du procédé. Dans cette partie, nous regarderons uniquement l'évolution des contraintes dans les couches de nitrure et d'oxyde déposées par PECVD. Les observations réalisées peuvent être étendues à l'ensemble des techniques CVD.

#### ETUDE D'UN OXYDE ET D'UN NITRURE PECVD.

L'évolution du comportement mécanique de l'oxyde et du nitrure en fonction de l'épaisseur étant très similaire, nous avons regroupé leur analyse. Les variations de contraintes en fonction de l'épaisseur peuvent être décrites de la même manière que dans le cas du WTi (Figure B48).

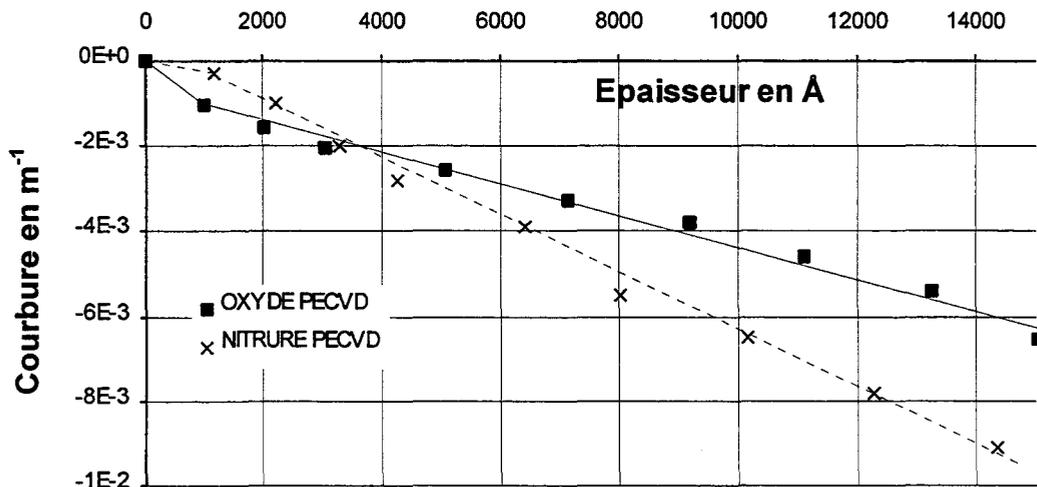


Figure B48 : Evolution de la courbure en fonction de l'épaisseur pour une couche d'oxyde et une couche de nitrure déposées par PECVD.

---

La relation entre l'épaisseur et la contrainte est linéaire au-delà de la couche d'interface :

$$\text{pour l'oxyde} \quad 1/R = -3.6.10^{-7}.e_f - 7.3.10^{-4} \quad (48)$$

$$\text{pour le nitrure} \quad 1/R = -6.7.10^{-7}.e_f + 2.94.10^{-4} \quad (49)$$

où  $1/R$  est la courbure en  $m^{-1}$  et  $e_f$  l'épaisseur du film en Å.

Il existe une couche "d'interface" de l'ordre de 1000 Å dans les deux cas, elle provient d'une part de la réaction directe entre l'oxygène ou l'ammoniaque sur le substrat et d'autre part de l'influence du réseau cristallin du silicium sur l'agencement de la couche. Certains auteurs<sup>46,51,52</sup> indiquent que pour les oxydes thermiques, l'organisation des tétraèdres  $SiO_4$  à l'interface est également modifiée et qu'il existe donc aussi une couche d'interface. Les couches diélectriques déposées sont presque toujours supérieures à cette épaisseur. Pour connaître la contrainte maximale de la couche il suffit donc d'appliquer directement les équations (48) et (49).

*Nous voyons ici qu'il est dangereux en production d'analyser uniquement la contrainte moyenne déduite de la formule de STONEY. Au-dessus de 4000 Å, la contrainte moyenne reste constante mais la contrainte maximum qui est à l'origine des défauts ne cesse d'augmenter. Les couches diélectriques doivent donc être choisies les moins épaisses possibles pour limiter les contraintes.*

*Le comportement des couches d'oxyde et de nitrure est semblable à celui du WTi, elles peuvent être reliées à la zone I ou T du modèle de THORNTON.*

### **II.2.3. SYNTHÈSE ET CONCLUSION.**

Les couches métalliques d'aluminium (AlCu, et AlSiCu), déposées avec un rapport T/Tm supérieur à 0.5 appartiennent à la zone III du diagramme de THORNTON. Dans cette zone les couches métalliques possèdent en fonction des conditions opératoires une couche d'interface de "nucléation-croissance" plus ou moins importante. Chaque strate possède alors une contrainte intrinsèque égale à la précédente. Lorsque la couche est homogène et a atteint sa "limite d'élasticité", la structure se réorganise en volume et un phénomène de relaxation se déclenche. Il est d'abord progressif et ensuite total, la contrainte de chaque strate n-1 est alors modifiée par la strate n. Dans le cas des couches à très fortes mobilités la réorganisation volumique peut provoquer une décroissance de la contrainte totale. Mais la contrainte intrinsèque reste constante dans l'épaisseur, il n'existe donc pas de gradient intrinsèque sauf peut être localisé à l'interface sur quelques centaines d'angströms.

Les matériaux de la zone I et T comme le WTi ne présentent pas de réorganisation volumique ou surfacique, et chaque strate apporte une contribution égale et non nulle à l'ensemble de la couche. Il existe comme dans le cas des matériaux de la zone III une couche d'interface. Bien que le diagramme de THORNTON s'applique au dépôt par pulvérisation cathodique, on peut l'étendre aux diélectriques qui ont un comportement en épaisseur identique au cas du WTi.

La zone II est une zone intermédiaire, où la matière peut relaxer certaines contraintes par une réorganisation surfacique. On peut supposer par effet de continuité du modèle que le comportement des matériaux appartenant à cette zone sera lui-même intermédiaire.

La relation entre le modèle de strate et le modèle de THORNTON permet de synthétiser l'ensemble des résultats obtenus sur l'influence de l'épaisseur sur la contrainte intrinsèque.

Le tableau VI synthétise l'ensemble des résultats expérimentaux lors de l'étude sur la composante intrinsèque de la contrainte totale.

Matériau	Technique de dépôt	Epaisseur. en Å	Température. en °C	Pression. en torr	$\sigma_{int}$ MPa	Z.T	Courbure en m en fonction de l'épaisseur en Å
AlCu	PVD	/	450	0.01	/	III	/
AlSiCu	PVD	/	450	0.01	/	III	/
WTi	PVD	1000	50	0.004	-500	T	$-6.2 \cdot 10^{-5} e_f - 1.9 \cdot 10^{-5}$
Si3N4	PECVD	8000	400	2.7	-33	T	$-3.6 \cdot 10^{-7} e_f - 7.3 \cdot 10^{-4}$
SiO2	PECVD	3000	400	2.2	-26	T	$-6.7 \cdot 10^{-7} e_f + 2.94 \cdot 10^{-4}$
PSG	PECVD	6000	400	2.2	60	I	/
BPSG	APCVD	3000	430	atmos	210	I	/
Silicate	Pelliculage	2400	450	atmos	540	I	/

Tableau VI : Résultats expérimentaux de la contrainte intrinsèque ( $\sigma_{int}$ ) et de la courbure en fonction de l'épaisseur obtenue sur les couches du procédé QUBIC. De plus, ce tableau indique la zone de THORNTON (Z.T) auxquelles les matériaux appartiennent.

---

## Chapitre III

---

# CONTRAINTES THERMIQUES

Chaque matériau possède un coefficient de dilatation thermique donné qui dépend de sa structure interne et de la nature de ces liaisons inter-atomiques. Les contraintes d'origines thermiques prennent naissance à l'interface de deux matériaux possédant un coefficient de dilatation différent (bilame). Dans un processus de fabrication de circuits intégrés, chaque couche va subir après son dépôt de nombreux cycles thermiques. Les montées et descentes en température peuvent être de différentes origines :

- Dépôt d'une couche supérieure.
- Recuit général (alliage).
- Recuit de densification (ex : SOG).
- Recuit de fluage (ex : BPSG).

A chaque cycle, des forces se créent dans la couche mince, elles peuvent occasionner soit des déformations réversibles ou soit des déformations irréversibles comme dans le cas d'une fissuration. La connaissance de l'évolution des contraintes en fonction de la température permet de prendre en compte les risques de fiabilités entraînés par chaque cycle thermique.

Dans ce chapitre, nous nous proposons d'observer le comportement de différents matériaux amorphes et cristallins sur un substrat de silicium (100) en fonction de la température. Les observations sont réalisées à partir de données expérimentales recueillies sur un FSM500TC permettant de mesurer la contrainte en fonction de la température (Section I.2.). Dans le dernier paragraphe, nous discuterons de la méthode d'extraction du coefficient de dilatation thermique du matériau considéré, à partir des données expérimentales.

---

### III.1. RELATION CONTRAINTE-DEFORMATION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.

---

Certains matériaux ont un comportement purement élastique dans une gamme donnée de température, c'est entre autres le cas des matériaux amorphes (Cf section III.3.). Mais lorsque la structure possède un point de fusion faible, des phénomènes plastiques peuvent se produire à faible température. C'est le cas de certaines couches polycristallines comme l'aluminium.

#### III.1.1. CAS DES COUCHES AMORPHES.

Les amorphes possèdent une limite élastique (contrainte minimale pour produire une déformation irréversible) plus élevée :

- que les monocristaux puisqu'il n'existe pas de plan de glissement.
- que les polycristaux puisqu'il n'existe pas de joint de grains.

La contrainte que subissent les amorphes doit être importante pour déclencher une déformation macroscopique. On peut donc considérer que ces matériaux ont un comportement purement élastique dans une large gamme de contrainte.

Lorsque le comportement d'un matériau est purement élastique en fonction de la température, le signe et l'amplitude de la contrainte thermique  $\sigma_{Ther}$  sont directement liés à la différence de coefficient thermique des couches utilisées et à la différence de température. La déformation d'origine thermique peut s'exprimer mathématiquement par :

$$\varepsilon(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_s(T) - \alpha_f(T)) dT \quad (50)$$

Où  $\alpha_s$  et  $\alpha_f$  sont les coefficients de dilatation thermique du substrat et du film. T la température étudiée et  $T_0$  la température initiale où le film et le substrat sont dans un état libre de contrainte. On peut simplifier cette équation en posant par hypothèse que les coefficients de dilatation sont indépendants de la température :

$$\varepsilon(T) = (\alpha_s - \alpha_f) (T - T_0) \quad (51)$$

Si l'on se place dans le cas d'un film homogène ayant un comportement élastique isotrope, en utilisant la loi de Hooke, on peut alors exprimer la contrainte plane.

$$\sigma_{Ther} = \frac{E_f}{1 - \nu_f} (\alpha_s - \alpha_f) (T - T_0) \quad (52)$$

où  $E_f$  et  $\nu_f$  sont respectivement le module de YOUNG et le coefficient de POISSON du film. Leurs variations en fonction de la température sont négligées dans cette équation.  $\frac{E_f}{1-\nu_f}$  représente le module biaxial du film.

Dans ce cas simple, la nature de la déformation et de la contrainte dépend uniquement du signe de  $\alpha_s - \alpha_f$  et de  $T - T_0$  (Figure C1).

$\alpha_s - \alpha_f < 0$ $T - T_0 < 0$ contrainte positive <b>Tension</b>	$\alpha_s - \alpha_f > 0$ $T - T_0 < 0$ contrainte négative <b>Compression</b>
contrainte négative <b>compression</b> $\alpha_s - \alpha_f < 0$ $T - T_0 > 0$	contrainte positive <b>Tension</b> $\alpha_s - \alpha_f > 0$ $T - T_0 > 0$

Figure C1 : Etat de contrainte des couches minces en fonction du signe de  $\alpha_s - \alpha_f$  et de  $T - T_0$ .

### **III.1.2. CAS DES COUCHES POLYCRISTALLINES.**

Les polycristaux possèdent une limite élastique plus élevée que les monocristaux mais plus faible que les amorphes. Il se produit donc des phénomènes irréversibles dans la structure du matériau pour des contraintes relativement faibles. Pour comprendre le comportement des couches minces en dehors d'un comportement purement élastique lors de l'élévation de la température, il est intéressant de faire le parallèle avec les essais classiques de traction pour les matériaux massifs.

#### **III.1.2.1. MATERIAUX POLYCRISTALLINS MASSIFS.**

Pour un matériau massif, il existe deux principaux types de relations entre la force de traction appliquée à une éprouvette et la déformation qu'elle subit suivant que le matériau soit "malléable" ou non (Figure C2).

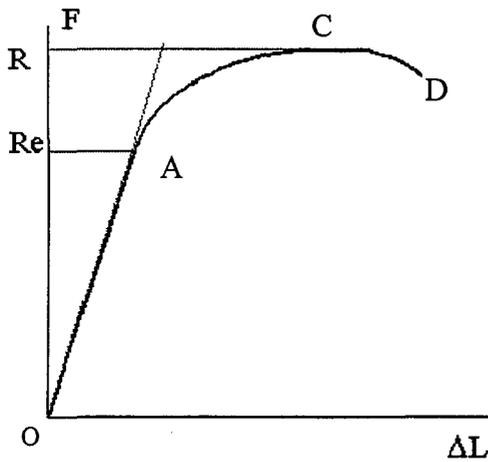


Figure C2a : Essai de traction classique sans palier.

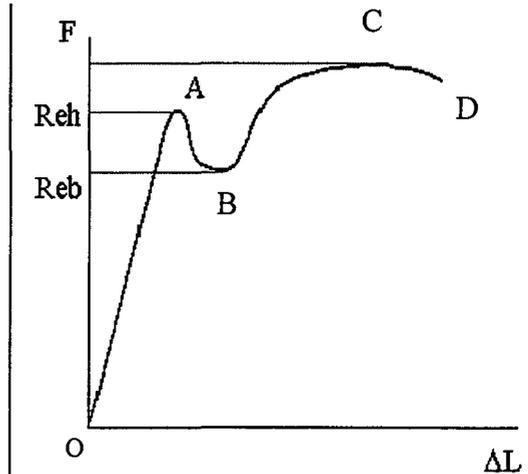


Figure C2b : Essai de traction classique avec palier.

Sur le diagramme C2a, on peut distinguer trois phases successives :

- entre les points O et A, une phase élastique où la déformation est réversible, linéaire et indépendante du temps. La limite de cette phase est atteinte lorsque la charge appliquée dépasse la limite d'élasticité ( $R_e$ ).
- entre les points A à C, une déformation permanente homogène de l'éprouvette, appelée aussi déformation plastique répartie, se manifeste.
- entre les points C et D, au-delà de la limite de rupture ( $R$ ), la déformation plastique est localisée dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la phase dite de striction. On aboutit à la rupture en C.

Sur le diagramme C2b, on peut observer une phase supplémentaire pour les matériaux malléables :

- Cette phase comprise entre les points A et B, débute lorsque la charge appliquée dépasse la limite d'élasticité supérieure ( $R_{eh}$ ). Ce palier correspond à une déformation hétérogène de l'éprouvette, c'est à dire à la naissance d'une petite zone déformée localement, qui se propage ensuite à l'éprouvette. La charge va remonter quand toute l'éprouvette sera déformée de façon homogène. On définit alors une limite d'élasticité inférieure ( $R_{eb}$ ) pour les matériaux malléables.

Le diagramme "effort-allongement" peut être ramené à un diagramme "contrainte-déformation". La contrainte  $\sigma$  correspond à la charge rapportée à la section instantanée et l'allongement peut être remplacé par la déformation  $\varepsilon$  rationnelle :

$$\sigma = \frac{F}{S} \qquad \varepsilon = Ln\left(\frac{L}{L_0}\right) \qquad (53)$$

### III.1.2.2. COMPARAISON ENTRE LES MATERIAUX MASSIFS ET LES COUCHES MINCES.

Le diagramme "contrainte-température", de la figure C3a dans le cas des films minces, peut être transformé en un diagramme "contrainte-déformation" (Figure C3b). La variation de température induit dans la plaque, par la dilatation différentielle, une déformation. La température est donc proportionnelle à cette déformation. En quelque sorte tout se passe comme si on imposait, dans le cas d'un échantillon massif, une déformation en mesurant la contrainte induite. Il est donc possible de comparer un diagramme "effort-allongement" d'un matériau massif avec un diagramme "contrainte-température" d'une couche mince.

Pour comprendre l'analogie, prenons comme exemple une courbe de "contrainte-température" pour une couche d'aluminium lors du chauffage (Figure C3a). En inversant l'axe des ordonnées (Figure C3b), on voit clairement le rapprochement de comportement avec les matériaux massifs. Il permettra de fixer les bases des explications ultérieures.

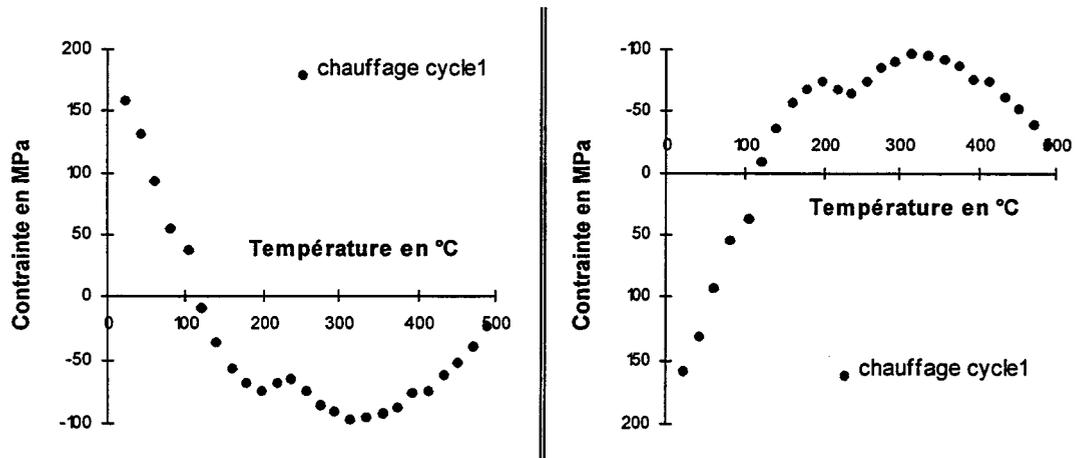


Figure C3 : a : Courbe de "contrainte-température" pour une couche d'aluminium lors du chauffage. b : En inversant l'axe des ordonnées.

*Remarque : Le calcul de la contrainte, à partir de la mesure du rayon de courbure pour les couches minces, suppose pour appliquer l'équation de STONEY, que la déformation soit élastique (Cf. section I.3.). Dans le cas d'un comportement plastique, il serait donc préférable de tracer la courbure, purement expérimentale. Mais pour une certaine cohérence dans les axes choisis, nous avons conservé la contrainte en ordonnée en sachant que d'après la relation de STONEY la courbure et la contrainte sont proportionnelles (Equation (54)).*

$$C_{st} = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot \frac{e_s^2}{e_f} \quad (54)$$

*Les changements de pente ne se trouvent pas modifiés. Il est donc possible de déterminer les domaines plastique et élastique, sans toutefois pouvoir quantifier les dérivées des phases plastiques.*

---

## III.2. EXTRACTION DU COEFFICIENT DE DILATATION THERMIQUE DU MATERIAU.

---

La connaissance précise du coefficient de dilatation thermique de chaque matériau ainsi que de son module biaxial permet de remonter à la contrainte thermique qu'il subit lorsqu'il est en contact avec une couche de nature différente. Cette détermination est importante pour comprendre les mécanismes de contraintes dans les édifices multicouches.

La méthode la plus répandue pour extraire ce paramètre est la détermination expérimentale de la pente de la contrainte en fonction de la température dans une zone de comportement purement élastique. Mais pour déterminer ce coefficient de dilatation thermique du matériau ( $\alpha_f$ ) à partir de cette pente, il faut connaître à la fois le coefficient de dilatation du silicium ( $\alpha_s$ ) et le module biaxial du matériau qui dépend à la fois du module d'Young ( $E_f$ ) et du coefficient de Poisson ( $\nu_f$ ).

$$\alpha_f = \alpha_s - \frac{d\sigma_{Totale}}{dT} \cdot \frac{1-\nu_f}{E_f} \quad (55)$$

Dans ce chapitre, nous allons vérifier l'application de cette méthode, et citer les précautions expérimentales qu'elle impose.

### III.2.1. VARIATION DE LA COURBURE D'UN SUBSTRAT DE SILICIUM EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.

La première hypothèse expérimentale est de considérer que la courbure du substrat vierge ne varie pas en fonction de la température. Etant donné que le substrat est constitué uniquement de silicium, et qu'il est mécaniquement libre dans l'équipement de mesure, sa dilatation thermique ne doit provoquer aucune courbure de la plaque.

Pour vérifier cette hypothèse, la courbure d'un substrat de silicium (100), est mesurée en fonction de la température par rapport à une référence dite miroir possédant une courbure nulle. Le résultat montre que la courbure du substrat évolue en fonction de la température (Figure C5).

Cette déformation provient d'un manque d'uniformité de chauffage dans l'épaisseur du substrat. Le substrat étant chauffé par sa face arrière, avec une élévation de la température relativement rapide 15°C/min, un gradient transverse se crée dans son épaisseur (Figure C4).

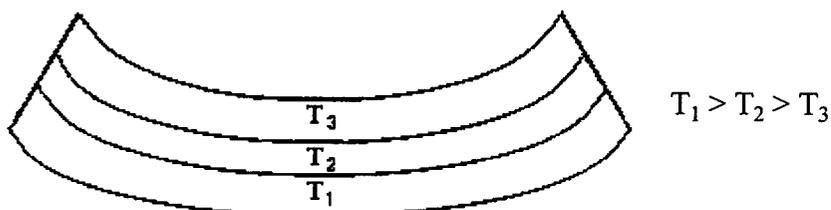


Figure C4 : Représentation schématique du gradient de température transverse qui prend naissance dans le substrat de silicium.

Cette différence de température entraîne à son tour un gradient de dilatation provoquant une déformation du substrat. Une régression linéaire des données expérimentales donne les résultats suivants :

$$\frac{1}{R_s(T)} = 0.307 \cdot 10^{-5} \cdot T - 1803 \cdot 10^{-5} \quad (56)$$

On peut remarquer que la variation de la courbure n'est pas parfaitement linéaire. Une régression polynomiale de second degré s'accorde mieux avec les données expérimentales.

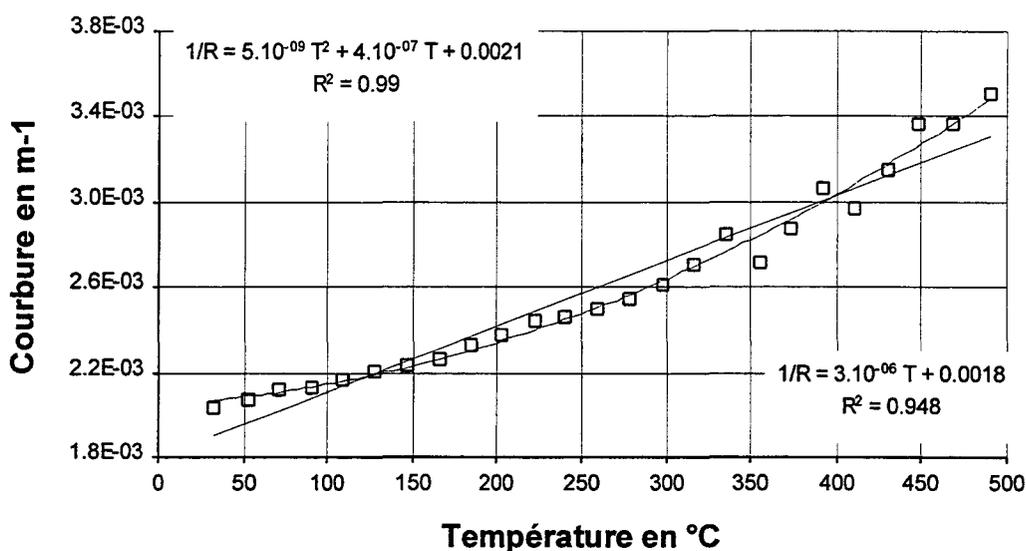


Figure C5 : Evolution de la courbure du silicium en fonction de la température.

Si on effectue les mesures de la courbure d'un matériau en fonction de la température ( $1/R_f(T)$ ) en prenant comme référence fixe la courbure du substrat à température ambiante ( $1/R_s(T_a)$ ), on commet une première erreur sur la pente.

$$\frac{1}{R_f(T)} = \frac{1}{R_{f/s}(T)} - \frac{1}{R_s(T_a)} \quad (57)$$

Pour s'affranchir de ce phénomène, il faut donc pré-enregistrer la mesure de la courbure du substrat de silicium en fonction de la température ( $1/R_s(T)$ ) par rapport à

une référence nulle ( $1/R_{ref}$ ) et la soustraire point par point à la mesure de la courbure du bicouche (Film/Substrat) par rapport à cette même référence.

$$\frac{1}{R_{fc}(T)} = \left( \frac{1}{R_{f/s}(T)} - \frac{1}{R_{ref}} \right) - \left( \frac{1}{R_s(T)} - \frac{1}{R_{ref}} \right) \quad (58)$$

Par exemple, prenons le cas d'une couche d'oxyde PECVD dopée au phosphore (PSG) d'épaisseur 6000 Å (Figure C6).

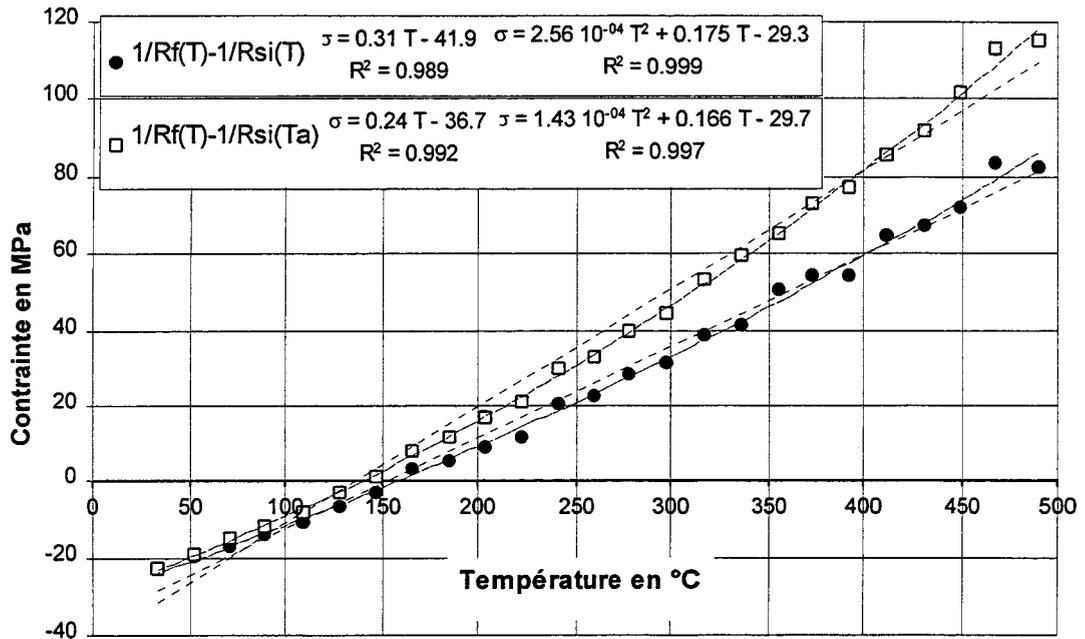


Figure C6 : Comparaison entre l'évolution expérimentale d'une couche d'oxyde PECVD dopée et son évolution corrigée du gradient de déformation du substrat.

En considérant l'absence de gradient de déformation dans le substrat lors du chauffage, on obtient par régression linéaire une équation de type :

$$\sigma(T) = 0.31 \cdot T - 41.9 \quad (59)$$

Maintenant en utilisant l'équation (58) pour déterminer la courbure et en injectant cette valeur dans l'équation de STONEY, l'évolution corrigée de la contrainte devient égale à :

$$\sigma(T) = 0.24 \cdot T - 36.7 \quad (60)$$

Lorsqu'on néglige le gradient thermique dans le substrat, on surestime la pente de  $0.07 \text{ MPa}^\circ\text{C}^{-1}$  soit une erreur de 22%.

De la même manière que précédemment, une équation polynomiale du second degré rend mieux compte de l'évolution de la contrainte. Cela provient certainement du fait que le coefficient de dilatation du silicium varie en fonction de la température.

### III.2.2. INFLUENCE DE LA VARIATION DU COEFFICIENT DE DILATATION THERMIQUE DU SILICIUM

Le silicium est le matériau de base le plus utilisé dans l'industrie des semi-conducteurs. Dans les études de contraintes, son coefficient de dilatation a été déterminé par de nombreux auteurs. Le tableau VII récapitule un certain nombre de valeurs utilisées dans la littérature comme coefficient de dilatation pour le silicium de plan cristallographique (100) à une température de 25°C :

Références bibliographiques	Coefficient de dilatation du silicium	Module biaxial E/(1-ν)
53	$4.2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	260 GPa
54, 55,56,57	$2.6 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	180.5 GPa
58	$4 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	
59	$2.5 \text{ à } 4.5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	
60	$3.2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	180 GPa
61	$3 \cdot 10^{-6} + 1.24 \cdot 10^{-9} \cdot T$	236 GPa
62	$2.5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	181 GPa

Tableau VII : Coefficient de dilatation pour le silicium de plan cristallographique (100) à une température de 25°C.

Le tableau ci-dessus montre que tous ces auteurs n'utilisent pas toujours la même valeur. Il est donc délicat de considérer ce coefficient comme une valeur constante à température ambiante.

Dans l'équation 52 nous supposons que le coefficient de dilatation du silicium est constant en fonction de la température. Mais en fait dans la gamme de mesure utilisée (25°C à 500°C) cette hypothèse ne peut pas être considérée comme valide.

Considérons que le coefficient de dilatation du silicium est fonction de la température, on l'exprime alors :

$$\alpha_{si} = \alpha_{si}(0) + \alpha_{si}(k) \cdot T \quad (61)$$

L'équation 52 devient alors :

$$\sigma_{ther} = \frac{E_f}{1-\nu_f} \cdot \int_{T_0}^T [(\alpha_{si}(0) + \alpha_{si}(k) \cdot T) - \alpha_f] \cdot dT \quad (62)$$

$$\sigma_{ther} = \frac{E_f}{1-\nu_f} \cdot (\alpha_{si}(0) - \alpha_f)(T - T_0) + \frac{E_f}{1-\nu_f} \cdot \alpha_{si}(k) \cdot \left( \frac{T^2 - T_0^2}{2} \right) \quad (63)$$

L'écart de linéarité de l'évolution des contraintes en fonction de la température vient du terme de second degré. Afin de déterminer les coefficients  $\alpha_{\text{si}}(0)$  et  $\alpha_{\text{si}}(k)$  de notre substrat de silicium, nous avons utilisé comme référence l'évolution de la contrainte du PSG corrigée des variations thermiques (Cf. paragraphe III.4.1.). L'évolution de cette contrainte est modélisable mathématiquement par une équation polynomiale de second degré. En supposant que le coefficient de dilatation thermique du matériau et son module biaxial sont connus et indépendants de la température (module biaxial 80 GPa et coefficient thermique  $0.6 \cdot 10^{-6}$ ), on identifie les modules de degrés similaires avec l'équation (63).

$$\alpha_{\text{si}}(0) = 2.7 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad \alpha_{\text{si}}(k) = 3.5 \cdot 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2} \quad (64)$$

Ces valeurs sont conformes par rapport aux données disponibles dans la littérature<sup>63, 64</sup>.

L'utilisation d'une méthode de régression linéaire, pour extraire le coefficient du film, nécessite au préalable de soustraire le facteur de second degré aux données expérimentales.

Si l'on corrige cette fois l'évolution du PSG, en prenant en compte la variation du coefficient de dilatation thermique du substrat en fonction de la température, on obtient cette fois la courbe en trait plein de la figure C7.

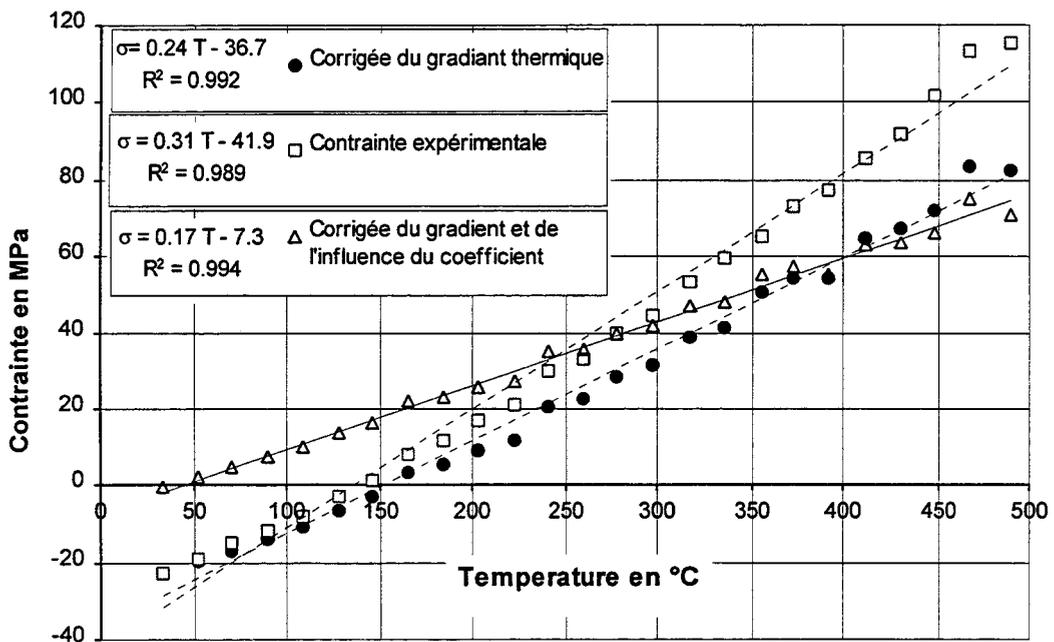


Figure C7 : Influence sur les valeurs expérimentales de la correction due au gradient thermique et de la variation du coefficient de dilatation du silicium en fonction de la température.

---

L'évolution de la courbe est totalement modifiée, la pente devient égale à  $0.17 \text{ MPa } ^\circ\text{C}^{-1}$ . De la même manière que précédemment, si on néglige l'évolution du coefficient de dilatation thermique du silicium, on surestime la pente de 29%.

En considérant maintenant que le coefficient de dilatation de l'oxyde PSG est connu et constant en fonction de la température, le coefficient de dilatation du silicium extrait mathématiquement des différentes pentes est :

- pour la courbe non modifiée de  $4.5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ .
- pour la courbe corrigée de l'influence du gradient thermique du substrat de  $3.6 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ .
- pour la courbe corrigée à la fois du gradient et de son évolution en fonction de la température de  $2.7 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ .

Ces valeurs sont très différentes l'une des autres. Mais L'ensemble de ces valeurs est malgré tout compris dans la gamme des données reportées entre autres par HU<sup>59</sup> dans le tableau VII. Il semble que les difficultés de mesures proviennent de la multitude des précautions expérimentales nécessaires pour représenter parfaitement l'évolution en fonction de la température.

### **III.2.3. LINEARITE DES COURBES EXPERIMENTALES**

On peut supposer que les variations de contraintes thermiques soient purement élastiques dans la gamme de température étudiée. Pour un matériau comme le PSG, on s'attend donc à une relation purement linéaire.

L'écart par rapport à ce comportement linéaire provient :

- du gradient de température transverse qui surestime la pente (de 22% dans le cas du PSG).
- de la variation du coefficient de dilatation thermique du silicium en fonction de la température. Un terme du second degré provoque une erreur importante aux fortes températures (soit une erreur de 29% dans notre exemple).
- de la variation du coefficient de dilatation thermique de la couche mince en fonction de la température. Nous ne l'avons pas mis en évidence mais il est peu probable que ce paramètre soit constant dans une gamme de 25°C à 400°C.

Nous avons préféré ne pas extraire les coefficients de dilatation à partir des pentes expérimentales pour plusieurs raisons :

- L'évolution de courbure du substrat est un paramètre important, et nous n'avons pas pré-mesuré l'ensemble de nos substrats avant d'effectuer les mesures. Il faut utiliser une vitesse de chauffage très faible pour

---

homogénéiser la température dans un substrat et aussi éliminer cette influence parasite.

- Nous ne possédons pas d'équipement permettant de connaître avec précision le module biaxial et le coefficient de POISSON de chacune de nos couches.
- La moindre modification de la pente peut entraîner un calcul totalement différent. La figure C8 illustre parfaitement l'influence de la pente sur la détermination du coefficient de dilatation du matériau.

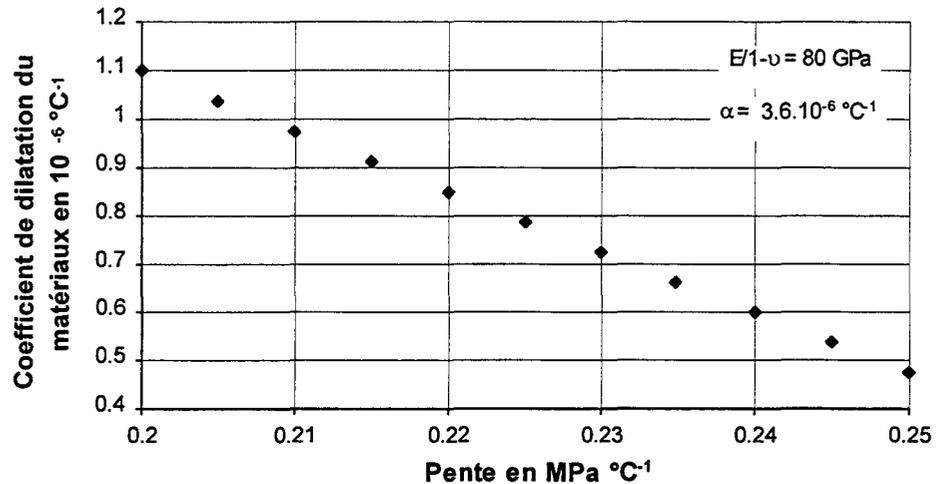


Figure C8 : Influence de la pente sur la détermination du coefficient de dilatation thermique du matériau.

Le coefficient du matériau ainsi que son module biaxial peuvent être déterminés expérimentalement par une méthode graphique<sup>65</sup> en utilisant deux substrats de natures différentes. Mais là encore, on doit supposer que les coefficients de dilatations thermiques des deux substrats soient connus et qu'ils soient indépendants de la température.

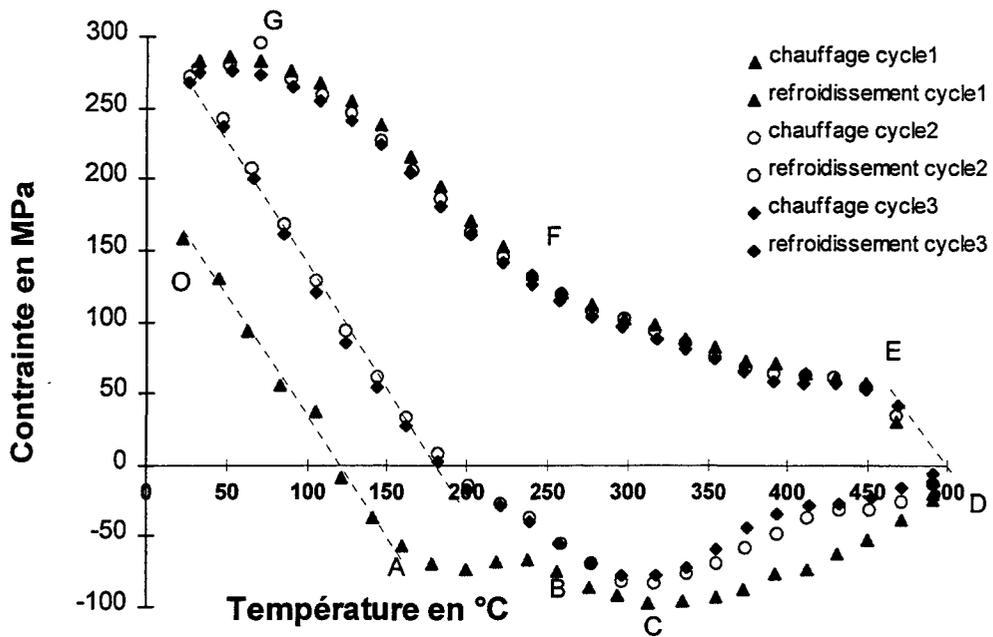


Figure C9 : Evolution de la contrainte d'un alliage d'aluminium cuivre (1%) en fonction de la température de recuit.

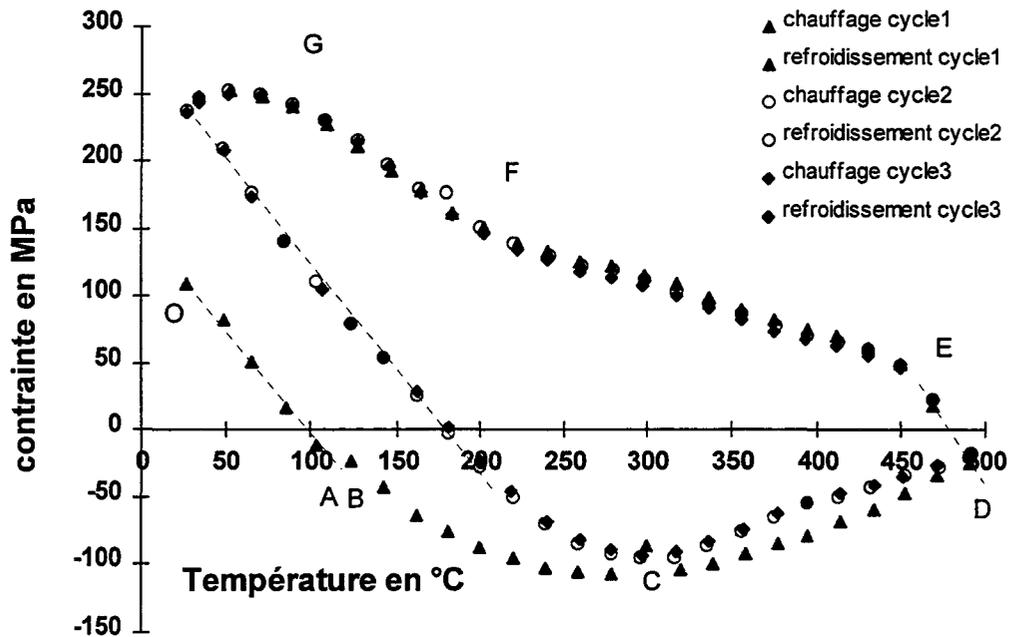


Figure C10 : Evolution de la contrainte d'un alliage d'aluminium silicium (1%) cuivre (0.04%) en fonction de la température de recuit.

---

### III.3. VARIATION DES CONTRAINTES THERMIQUES POUR LES COUCHES METALLIQUES.

---

Dans cette partie nous regardons l'évolution de la contrainte en fonction de la température pour des alliages d'aluminium et de tungstène titane.

#### III.3.1. ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE THERMIQUE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM.

Les couches d'aluminium sont polycristallines par nature. L'orientation principale, la taille des grains et leurs distributions dépendent de la méthode et des conditions de dépôt. Pour décrire le comportement général des alliages d'aluminium déposés par pulvérisation, nous nous sommes concentrés sur un alliage aluminium cuivre à 1% de cuivre (Figure C9). L'évolution des contraintes en fonction de la température pour les alliages d'aluminium fait intervenir des régimes élastique et plastique. La courbe expérimentale enregistrée lors du premier cycle thermique peut être découpée en sept régions distinctes. Nous donnons une explication sur l'allure de l'ensemble de ces régions en reliant nos observations expérimentales avec celles de Filmn<sup>29,31</sup>. Chaque changement de pente correspond à une modification de microstructure ou de comportement du film.

Il existe des différences de comportement en fonction de l'alliage d'aluminium considéré. Pour montrer ces différences, dans chacune de ces régions, nous citons *en italique* le comportement d'un alliage d'aluminium silicium 1% cuivre 0.04% (Figure C10).

Par analogie avec les figures C2a et C2b, on constate que l'AlCu se comporte comme un matériau malléable alors que l'AlSiCu se comporte comme un matériau plus dur (Cf section III.1).

#### Lors du premier chauffage

##### 1) Comportement élastique (O à A)

La première région correspond à un comportement élastique observé dans la plupart des matériaux. La contrainte dans cette zone est réversible. Elle peut être modélisable grâce à la loi de Hooke appliquée aux couches :

$$\sigma_{\text{Totale}} = \frac{E_f}{1-\nu_f} (\alpha_s - \alpha_f) \cdot (T - T_0) + \sigma_{\text{int}} \quad (65)$$

où  $T_0$  est la température ambiante et  $T$  la température de chauffage considérée.

$$\frac{d\sigma_{\text{Totale}}}{dT} = \frac{E_f}{1-\nu_f} \cdot (\alpha_s - \alpha_f) \quad (66)$$

---

La décroissance de la courbe C9 lors du premier chauffage ( $\sigma = -1.67 T + 200$ ) s'explique par le fait que le coefficient de dilatation de l'aluminium est supérieur à celui du silicium. La pente de la région élastique du premier cycle est identique à celle du second ( $-1.67 \text{ M Pa } ^\circ\text{C}^{-1}$ ), ce qui confirme que l'équation 66 est représentative du comportement élastique du matériau. D'autres auteurs<sup>66, 67</sup> trouvent une pente pour l'aluminium proche de  $-2.3 \text{ M Pa } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Cette différence s'explique en partie par la présence du cuivre dans notre cas.

De plus, lorsque la courbe passe par zéro, cela signifie que la variation de contrainte thermique est égale à la contrainte intrinsèque au signe près. Étant donnée qu'il est difficile de connaître avec précision le coefficient de dilatation thermique de cet alliage ainsi que celui du substrat de silicium, il n'est pas possible de remonter à la contrainte intrinsèque.

*Le comportement élastique se manifeste de façon équivalente dans le cas de L'AlSiCu. La pente est de  $-1.36 \text{ MPA } ^\circ\text{C}^{-1}$  (Figure C10).*

## 2) Région de recristallisation et croissance de grains (A à B).

Cette zone apparaît lorsque la contrainte a dépassé la limite élastique supérieure ( $\sigma_{eh}$ ). Dans cette zone les déformations sont hétérogènes, trois phénomènes peuvent se manifester :

- Une annihilation et un réarrangement des dislocations du matériau. Ce mécanisme ne provoque pas de modification des grains de départ.
- Une recristallisation des grains. Elle commence avec la formation de dislocations libres non contraintes qui croissent dans la matrice déformée. La force principale qui provoque la recristallisation est l'énergie emmagasinée pendant la déformation plastique mais dépend localement du pourcentage de déformation, de la température, de la pureté, et de la taille des grains.
- Une croissance des grains. Elle intervient lorsque la recristallisation est complète et correspond à une croissance continue des grains recristallisés.

Comme dans le cas des matériaux massifs, ces phénomènes se manifestent principalement aux zones de fortes déformations où la contrainte intrinsèque est importante. Après cette relaxation localisée, les phénomènes décrits précédemment se répartissent à l'ensemble de la couche sous l'effet de l'augmentation générale de la déformation provoquée par le chauffage.

Cette seconde région présente une réduction de la déformation correspondant à un adoucissement du film. Cet adoucissement est le résultat de la recristallisation et de la croissance des grains qui a pour effet d'éliminer les dommages occasionnés lors du dépôt. Pendant le second cycle thermique cette région est imperceptible puisque les dommages ont déjà été éliminés lors du premier cycle. Par ailleurs, la taille des grains tend à augmenter lors des recuits mais elle atteint rapidement un niveau de saturation. Cette recristallisation entraîne une modification irréversible des contraintes intrinsèques du film qui aboutit à une diminution de la contrainte totale.

---

*Aucun phénomène de réarrangement ne semble se produire dans le cas de l'AlSiCu même lors du premier cycle thermique. D'autres études montrent que ces alliages peuvent présenter également un adoucissement<sup>66,38</sup>. Cette différence ne provient donc pas de la présence ou non de cuivre dans la structure, mais bien des déformations intrinsèques.*

### 3) Région de transition élastique et plastique (B à C)

Cette troisième région montre une modification graduelle de la pente. Dans les matériaux malléables tel que l'aluminium, la limite entre les deux comportements n'est pas franche, et une légère déformation permanente peut avoir lieu, pour des faibles contraintes. Cette région est un domaine de transition élastique/plastique.

*Cette région est identique dans le cas de l'AlSiCu.*

### 4) Comportement plastique (C à D)

La contrainte n'augmente plus en fonction de la température. Cette région se manifeste après que la contrainte ait dépassé la limite d'élasticité inférieure ( $\sigma_{el}$ ) lors du premier cycle ou plus simplement la limite d'élasticité du matériau ( $\sigma_e$ ). La déformation totale  $\varepsilon_T$  est alors la somme d'une composante élastique  $\varepsilon_e$  et d'une composante plastique  $\varepsilon_p$  :

$$\varepsilon_T = \varepsilon_p + \varepsilon_e \quad (67)$$

Cette limite est approximativement à la moitié du point de fusion de l'aluminium (300°C). Ce phénomène est connu comme un adoucissement thermique, les phénomènes de fluage "haute température" peuvent être activés. La limite d'élasticité décroît lorsque la température augmente, alors la structure évolue en fonction de la température. Cette phase compressive est la plus favorable aux mouvements atomiques et donc à la création de trous ("voids") et de monticules ("hillock").

La contrainte tend à forte température (500°C) vers une contrainte nulle.

*La limite d'élasticité de l'AlSiCu est atteinte pour la même température que dans le cas de l'AlCu. Ce qui montre que le phénomène se produit au 1/2 point de fusion.*

### **Lors du premier refroidissement**

### 5) comportement élastique (D à E).

Premièrement, la contrainte diminue et devient en tension. Elle évolue de manière élastique tant que la limite d'élasticité en tension n'est pas dépassée. La pente ( $-2.17 \text{ Mpa } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) est légèrement différente de celle obtenue lors du chauffage,

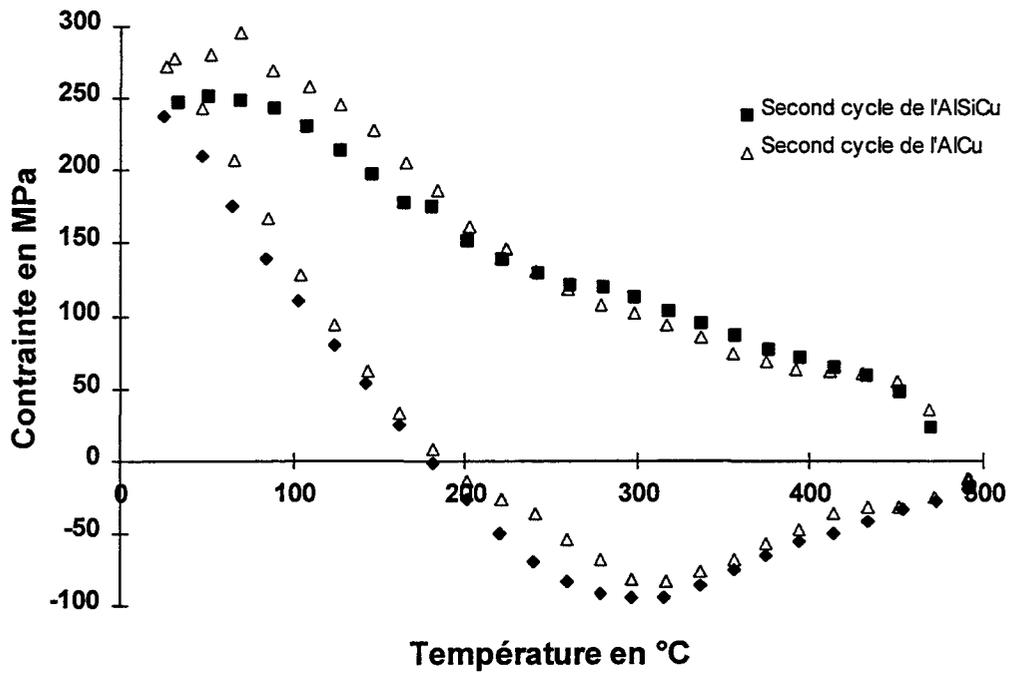


Figure C11 : Superposition de l'évolution du comportement de l'AlCu et de l'AlSiCu lors de leur second cycle thermique.

---

provenant du fait que les coefficients de dilatation ne sont pas exactement les mêmes à faible et à haute température.

*Identique dans le cas de l'AlSiCu.*

#### 6) comportement plastique (E à F).

Dans notre cas, la transition entre l'état purement élastique et l'état élasto-plastique est marquée. Dès que la limite élastique est atteinte, les déformations plastiques se manifestent.

*Semblable dans le cas de l'AlSiCu.*

#### 7) Durcissement du film (F à G).

La solution solide de cuivre dans l'aluminium (phase  $\alpha$ ), lors d'un refroidissement lent va devenir le siège d'une réaction de précipitation. Une nouvelle phase apparaît au sein de la solution solide constituée par le composé défini intermétallique  $Al_2Cu$ . Ces précipités, en terme de contrainte, renforcent la structure. Ce durcissement se manifeste à des températures inférieures à 200°C lorsque la quantité de précipités est suffisamment importante.

*Le durcissement est moins marqué dans le cas de L'AlSiCu. Cela provient du fait que le silicium précipite en dehors de la matrice et forme des nodules. Contrairement à l'AlCu qui tend à créer des petits précipités  $Al_2Cu$  uniformément répartis, les nodules de silicium ont une taille importante (1  $\mu m$ ) et sont localisés.*

#### Lors du second chauffage.

La translation de la partie élastique peut s'expliquer par l'élimination de la contrainte extrinsèque qui a pris naissance dans le film pendant 1000 heures de stockage après dépôt. Ce phénomène est expliqué en détail dans la section IV.1. De plus, les déformations hétérogènes (annihilation, recristallisation, croissance) s'étant manifestées lors du premier cycle le palier est moins marqué lors du second cycle.

#### Lors du second refroidissement.

A partir de ce second refroidissement la structure du matériau se stabilise et les variations de contraintes en fonction de la température se superposent.

Les limites de ces régions dépendent de la vitesse de chauffage et de refroidissement des matériaux. Le tableau VIII permet de donner des ordres de grandeur et les limites atteintes pour une vitesse de chauffage de 15°C par minute. La figure C11 superpose les deux alliages lors de leur deuxième cycle thermique, on peut alors constater que les différences ne sont pas notables.

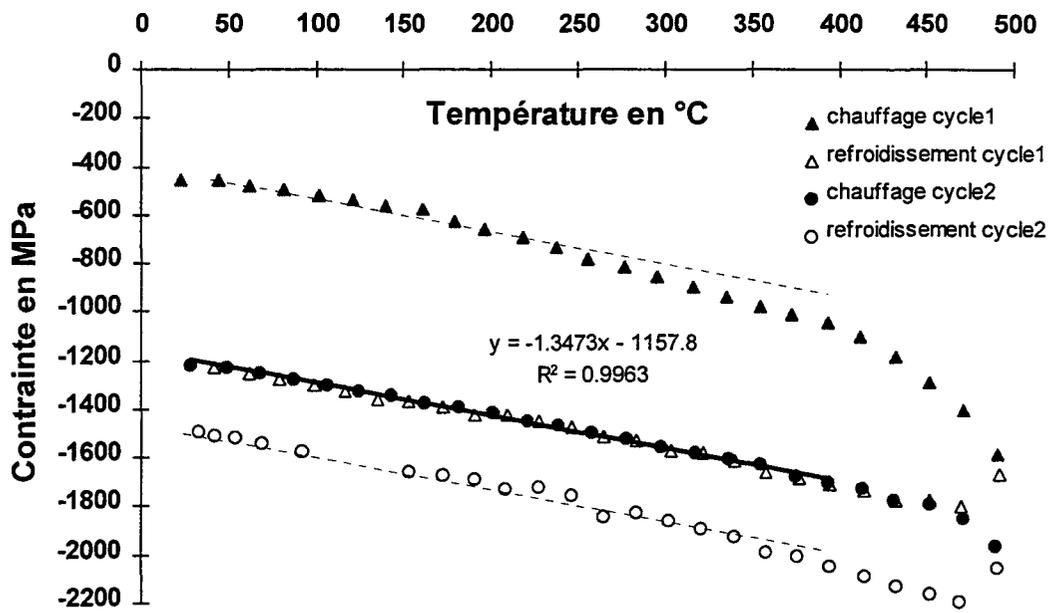


Figure C12 : Evolution de la contrainte d'un alliage de tungstène titane (10%) en fonction de la température de recuit.

	Al Cu 1%	Al Si 1% Cu 0.04%
<b>Chauffage</b>		
Pente du domaine élastique	-1.67 MPa °C <sup>-1</sup>	-1.36 MPa °C <sup>-1</sup>
Limite d'élasticité en compression	-97 MPa	-107 MPa
<b>Refroidissement</b>		
Pente du domaine élastique	-2.17 MPa °C <sup>-1</sup>	-1.72 MPa °C <sup>-1</sup>
Limite d'élasticité en tension	30 MPa	18 MPa
Température de durcissement	250 °C	200 °C

Tableau VIII : Ordre de grandeur et limite atteinte pour deux alliages d'aluminium, subissant un recuit thermique de 15°C par minute.

### **III.3.2. ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE THERMIQUE DE L'ALLIAGE TUNGSTENE TITANE.**

Le comportement de l'alliage de WTi ne s'apparente pas aux comportements des alliages d'aluminium : ce qui est en concordance avec les observations rapportées dans le chapitre II sur leur composition structurale.

Lors du premier chauffage, la variation de la contrainte en fonction de la température n'est pas parfaitement linéaire (Figure C12). On observe trois comportements mécaniques dans la gamme de température considérée [25°C-250°C], [250°C-400°C] et [400°C-500°C].

- ❑ Le premier peut s'expliquer par un comportement élastique correspondant à la différence de coefficient thermique entre le tungstène titane et le silicium. Le coefficient de dilatation thermique du WTi étant supérieur à celui du silicium, la pente décroît lors de l'élévation en température.
- ❑ Lorsque la température dépasse 250°C un second phénomène intervient. Cette modification de pente ne provient pas comme dans le cas de l'aluminium d'une modification structurale provoquée par une réorganisation volumique interne. Cette évolution est due à une oxydation du WTi lors du chauffage.
- ❑ Lorsque la température dépasse 400°C ce second phénomène devient prépondérant.

L'hypothèse de l'oxydation du WTi s'appuie sur trois analyses convergentes :

- ① Les échantillons changent de couleur au cours du recuit, d'une couleur argentée, ils passent à une couleur bleutée, qui s'intensifie en fonction du nombre de cycles. Cette modification de couleur s'apparente à une oxydation superficielle.

- ② Pour confirmer cette oxydation superficielle, une analyse X a été effectuée pour évaluer la présence d'oxygène dans la structure. Cette méthode n'est pas la plus adaptée pour les études quantitatives des couches superficielles inférieures à 10000 Å. Mais d'un point de vue qualitatif, nous avons pu observer que la quantité d'oxygène présente dans les structures recuites est supérieure à celle présente dans une couche prélevée après dépôt.
- ③ Pour quantifier l'épaisseur d'oxyde de WTi ( $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$ ), nous avons utilisé une méthode basée sur l'ellipsométrie, décrite par Tompkins et Lytle<sup>68</sup>. Pour effectuer cette mesure, nous avons utilisé un couple représentant le rapport entre l'indice de réfraction et l'indice d'absorption de 2.98 / 3.26 pour le WTi et de 2.46 / 0.13 pour le  $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$  pour une longueur d'onde de 633 nm. Ces valeurs proviennent de données constructeur<sup>69</sup>. Le tableau IX ci-dessous récapitule les résultats obtenus en fonction du nombre de cycles thermiques, sur une couche de 1000 Å. Les épaisseurs obtenues sont certainement surestimées, mais elles confirment l'augmentation de la couche d'oxyde.

Nombre de cycles	Epaisseur de $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$
0	20 Å
2	538 Å
3	800 Å

Tableau IX : Epaisseur de  $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$  mesurée par ellipsométrie en fonction du nombre de cycles thermiques, sur une couche de WTi de 1000 Å d'épaisseur.

Le second cycle thermique permet de calculer avec plus de précision le comportement élastique (pente de  $-1.35 \text{ MPa } ^\circ\text{C}^{-1}$ ). L'oxydation est moins marquée lors de ce cycle puisque pour atteindre la couche, l'oxygène doit traverser la couche de  $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$  créée lors du premier cycle.

Cette oxydation provoque une modification de la couche en transformant une monocouche de WTi en un bicouche WTi /  $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$ . L'ensemble se trouve soumis à une compression supplémentaire due à l'absorption d'oxygène et à la formation de  $\text{TiO}_2\text{-WO}_3$ . Par contre, lors des différents cycles, les pentes sont identiques, ce qui montre que le comportement thermique de l'ensemble n'est pas affecté par cette oxydation superficielle.

En production, cette oxydation superficielle n'est pas aussi importante. Elle est nécessaire pour garantir une bonne protection à la migration de l'aluminium mais ne doit pas être trop forte pour éviter d'augmenter la résistance de contact.

*Remarque : L'enceinte de mesure étant balayée par une purge d'azote continue, la source d'oxygène nécessaire à l'oxydation n'a pas été clairement identifiée.*

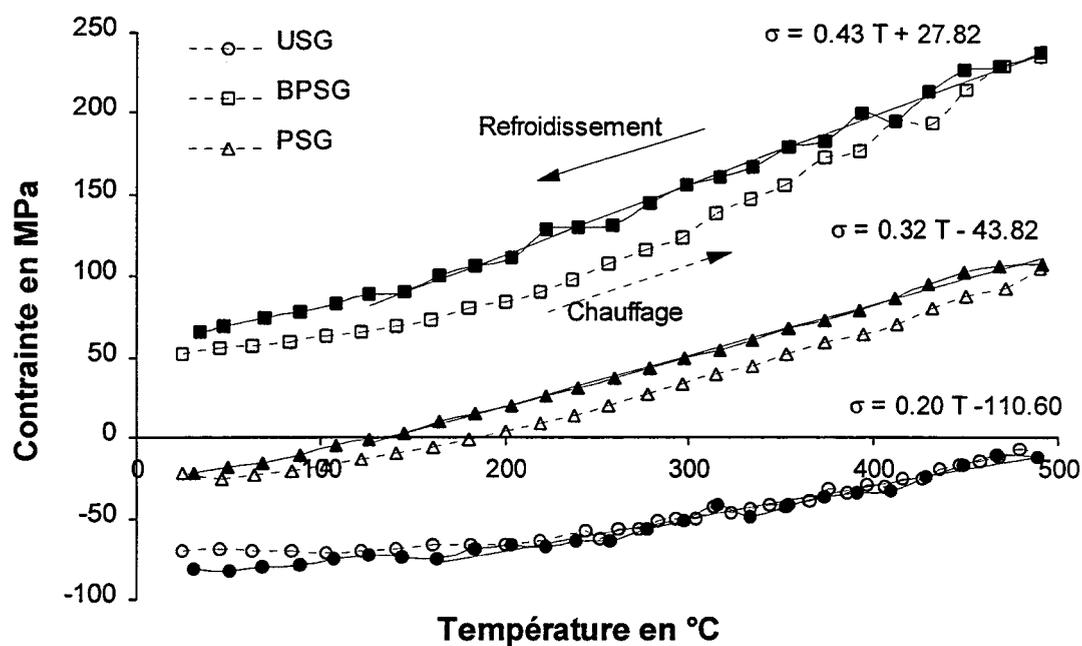


Figure C13 : Evolution de la contrainte lors d'un cycle de chauffage refroidissement pour des couches PECVD USG et PSG, pour une couche APCVD BPSG.

---

### III.4. VARIATION DES CONTRAINTES THERMIQUES POUR LES COUCHES DIELECTRIQUES.

---



#### III.4.1 ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE THERMIQUE DES COUCHES D'OXYDES

Les oxydes ont une nature hygroscopique : ils absorbent de l'eau à température ambiante lors de leur stockage. Les molécules d'eau se trouvent dégazées lorsque la température dépasse 100°C. Pour éviter de prendre en compte les changements de volumes internes dus au dégazage de l'eau, qui correspondent à la contribution des contraintes d'origine extrinsèque, nous regardons dans cette section uniquement l'évolution de la contrainte en fonction de la température lorsque toute l'eau est dégazée. Les différents cycles thermiques dans l'équipement de mesure s'effectuent avec un balayage d'azote pour éviter la réabsorption d'eau lors du refroidissement. Les phénomènes liés à l'absorption et à la désorption de l'eau sont traités dans le chapitre IV. Nous analysons ici le comportement du matériau après le premier cycle thermique.

La figure C13 montre l'évolution de la contrainte thermique de trois couches déposées par technique CVD:

- Une couche d'oxyde non dopée (USG) déposée par PECVD de 3070 Å d'épaisseur.
- Une couche d'oxyde dopée (PSG) à 4.5 % en poids de phosphore déposée par PECVD de 6000 Å d'épaisseur.
- Une couche d'oxyde dopée à 2.2% et 5.7% en poids respectivement de bore et de phosphore (BPSG) déposée par APCVD de 3000 Å d'épaisseur.

Les oxydes préparés par technique C.V.D. possèdent un comportement quasi-linéaire en fonction de la température. L'écart de linéarité parfaite provient des conditions de mesures expérimentales (Cf. section III.2). Leurs structures amorphes leur confèrent d'une part un comportement élastique dans la gamme de température considérée (25°C à 500°C), et d'autre part un coefficient de dilatation plus faible que celui du silicium. Les modifications de structures éventuelles et donc de la contrainte intrinsèque lors du chauffage ont lieu principalement au-dessus de la température de dépôt et se déroulent lors du premier cycle thermique.

Le comportement thermique, caractérisé par les pentes ( $d\sigma/dT = E/(1-\nu_f) \cdot (\alpha_s - \alpha_f)$ ), est variable en fonction de la nature de la couche déposée. La mesure de la pente se fait lorsque toute l'eau est évacuée de la structure, pour exclure la contribution extrinsèque. De plus, cette pente est mesurée sur la portion de courbe de 120°C à 500°C. La contrainte intrinsèque est mesurée à la température de dépôt.

Les valeurs reportées dans le tableau X sont extraites directement des courbes expérimentales C13. La variation de courbure du substrat et la variation de coefficient de dilatation thermique du silicium en fonction de la température ne sont pas prises en compte.

		USG	PSG	BPSG
Contrainte intrinsèque	en MPa	-32	64	240
Contrainte à 25°C	en MPa	-71	-23	52
Pente	en MPa °C <sup>-1</sup>	0.20	0.32	0.43

Tableau X : Valeurs expérimentales extraites de l'évolution de la contrainte thermique.

On peut remarquer que la pente est en relation avec le niveau de contrainte intrinsèque de la couche. C'est à dire que plus la structure possède une contrainte intrinsèque en compression plus la pente est faible. Cette pente est influencée par la quantité d'espèce hydrogénée contenue dans la couche, par la densité structurale de la couche, par la technique de dépôt utilisée et par la présence de dopant.

#### Influence des composés hydrogénés sur la pente.

La différence de comportement des couches CVD provient entre autres de la quantité de composés hydrogénés (SiOH, SiH, H<sub>2</sub>O) ou d'azote qu'elles contiennent. Les oxydes qui possèdent une contrainte intrinsèque en tension contiennent plus de groupement Si-H que les couches compressives (Figure C14). Lors du chauffage, l'hydrogène cherche à s'évacuer, la couche tente de se réorganiser localement, des contraintes en tension supplémentaires agissent. Invariablement, la tension dans la couche d'oxyde augmente en relation directe avec la température et le nombre d'espèces à évacuer. Ce phénomène provient de la réduction de volume dans la matrice amorphe.

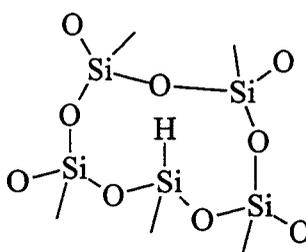


Figure C14 : Représentation de la déformation de la structure d'un oxyde due à la présence d'une liaison Si-H.

Le dégazage réel se produit lorsque le film dépasse la température dite de relaxation (Tr) définie par Bhushan et Murarka<sup>70</sup>. La structure alors se réorganise massivement et se densifie en se rapprochant du comportement de l'oxyde thermique. Lorsque ce phénomène se produit, il est irréversible, la couche change complètement de structure interne, il faut donc redéfinir de nouvelles contraintes intrinsèques, extrinsèques et thermiques. Cette désorption introduit une modification du coefficient

de dilatation thermique de la couche<sup>71</sup>. Dans la gamme de température utilisée en back-end et pour nos mesures, aucune de nos couches n'a atteint sa température de relaxation, d'où un comportement purement élastique.

#### Influence de la densité de la couche sur la pente.

Les couches les plus denses ont un comportement thermique proche de celles de l'oxyde thermique, c'est le cas de la couche d'USG ( $0.20 \text{ MPa } ^\circ\text{C}^{-1}$ ). Il existe en fait une relation étroite entre la quantité d'espèces hydrogénées contenue dans la couche et sa densité structurale. La structure sous l'action thermique va tendre à réduire son énergie en diminuant son volume interne.

Celui-ci étant plus important dans le cas d'une couche de nature poreuse, les variations de contraintes sont donc plus marquées. Blech et Cohen<sup>72</sup> indiquent que les couches CVD  $\text{SiO}_2$  ont un module élastique plus faible et un coefficient de dilatation plus important que les oxydes thermiques du fait de leur plus faible densité.

Pour renforcer l'hypothèse que le facteur principal est bien la densité, nous avons comparé cette fois l'oxyde PSG (dopé à 4% en poids de phosphore) avec un silicate (SOG) dopé de la même façon, déposé par pelliculage et densifié à  $450^\circ\text{C}$  (Figure C15).

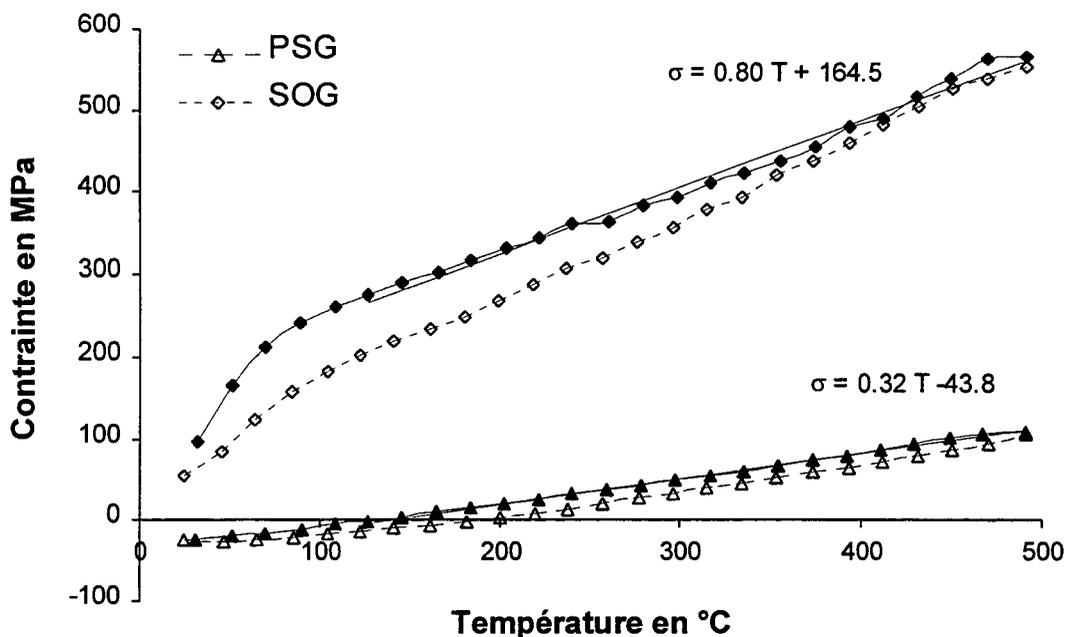


Figure C15 : Evolution de la contrainte en fonction de la température pour une couche PECVD et pour une couche de silicate pelliculée.

Pour vérifier cette hypothèse on peut étudier l'évolution de la contrainte en fonction de la température d'une couche de silicate (SOG). Elle est par nature très poreuse et donc peu dense. On peut remarquer sur la figure C15 que la pente de la couche de SOG est double de celle du PSG. Il existe bien une relation entre la densité structurale de la couche et son comportement thermique, autrement dit entre la contrainte intrinsèque et la contrainte thermique. De plus, nous remarquons que pour les silicates, la contrainte en tension atteint des valeurs très importantes. Le risque de

---

fissuration de la couche est donc en relation directe avec les cycles thermiques qu'elle subit. Les silicates sont très sensibles à la température, il faut donc maîtriser la température maximale atteinte lors des recuits, pour éviter tout risque de fissuration de la couche.

#### Influence de la technique de dépôt.

Les oxydes PECVD sont bombardés lors du dépôt, ce qui permet d'évacuer à la fois les produits de réactions et de ne pas incorporer d'eau lors du dépôt (enceinte sous vide primaire  $10^{-3}$  torr). De surcroît, l'absence de plasma dans la procédure Atmosphérique (APCVD) rend les couches plus hydrogénées et accentue leur porosité. La technique de dépôt agit sur la densité structurale, donc sur le comportement thermique.

#### Influence du dopage.

Le dopage est utilisé dans les couches CVD pour obtenir des propriétés de fluage, en réduisant la température de réaction du phénomène (BPSG APCVD), soit de piégeage (effet getter), créant dans les structures des pores (pièges). Dans les deux cas la densité est réduite par le dopage, et la contrainte en tension est plus importante que celle d'un oxyde non dopé. Le coefficient de dilatation thermique augmente et le module élastique diminue<sup>72</sup>, la pente est donc plus importante.

⇒ *La contrainte thermique des oxydes dépend étroitement de leur densité et de la quantité d'espèces hydrogénées qui les composent. La pente qui caractérise l'évolution de la contrainte en fonction de la température, est représentative de la structure de la couche à travers son module élastique et son coefficient de dilatation. Les couches les plus denses montrent la plus faible évolution en fonction de la température, elles sont donc plus fiables.*

*Remarque : Pour les oxydes, on peut prendre comme référence la structure de l'oxyde thermique. Cet oxyde possède à la fois une très faible quantité d'espèces hydrogénées et une forte densité structurale. La pente  $d\sigma/dT$  de cet oxyde peut être déterminée théoriquement à partir de son coefficient de dilatation thermique, de celui du silicium et du module biaxial de l'oxyde. Ce module est souvent pris égal à 86 Gpa<sup>70, 73</sup>. Les valeurs du coefficient de l'oxyde thermique ainsi que celui du silicium dans la gamme de température considérée peuvent être comprises<sup>47</sup> respectivement entre 0.5 et  $0.6 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  et entre 3.3 et  $3.5 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ . La pente est donc comprise entre 0.23 et  $0.26 \text{ Mpa }^\circ\text{C}^{-1}$ , cette valeur correspond à celle mesurée expérimentalement dans la littérature<sup>70</sup>. Mais la valeur du coefficient de dilatation du silicium est souvent prise par d'autres auteurs<sup>10, 23, 73</sup> égale à  $2.6 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ , la pente devient plus faible est égale à  $0.18 \text{ Mpa }^\circ\text{C}^{-1}$ . Il n'est pas nécessaire dans notre cas de connaître la valeur exacte de la pente de l'oxyde thermique, on considère donc que la pente de référence pour les oxydes est légèrement inférieure à  $0.20 \text{ MPa }^\circ\text{C}^{-1}$ .*

### III.4.2. ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE THERMIQUE DES COUCHES DE NITRURE.

L'étude du comportement thermique des nitrures porte sur l'ensemble des cycles thermiques car ils sont tous représentatifs des variations de composition de la couche. Les variations, observées lors du premier chauffage ne sont pas caractéristiques d'une désorption d'eau puisque les couches de nitrure sont par nature imperméables à l'eau (Cf. section IV.2.).

#### III.4.2.1. NITRURE DEPOSE EN PHASE VAPEUR ASSISTE PAR PLASMA.

La figure C16 ci-dessous représente l'évolution de la contrainte totale d'une couche de nitrure de 8000 Å d'épaisseur déposée par PECVD à la température de 400°C. Les points de mesures sont expérimentaux, aucune correction n'a été apportée.

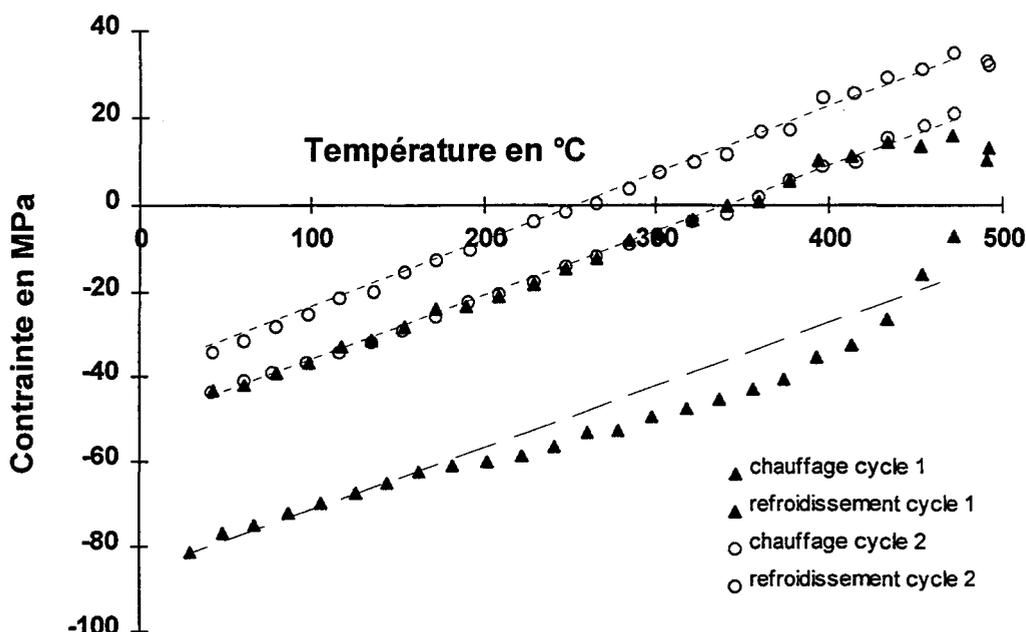


Figure C16 : Evolution expérimentale de la contrainte d'une couche de nitrure d'épaisseur 8000 Å PECVD en fonction de la température.

#### Premier cycle thermique :

L'évolution de la contrainte lors du premier cycle est linéaire jusqu'à 200°C. La pente du domaine élastique est de  $0.16 \text{ MPa} \cdot \text{°C}^{-1}$ . Le coefficient de dilatation thermique du nitrure est inférieur à celui du silicium.

Au-delà de 200°C, une modification de pente semble indiquer que la couche n'a plus un comportement purement élastique. Cette variation compressive n'est pas expliquée.

A partir de 400 °C, un phénomène plastique se déclenche et rend la contrainte moins compressive. Cette température correspond dans notre cas à la température de dépôt. D'autres auteurs<sup>66</sup> montrent que ce phénomène se produit à la même température vers 400 °C malgré des températures de dépôts inférieures. Ce changement de pente n'est donc pas directement relié à la température de dépôt. Il s'agit en fait de l'évaporation, lors du recuit, de l'hydrogène incorporé dans la structure ( $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$ ) durant la phase de dépôt. La désorption de l'hydrogène provoque au sein de la couche une diminution de son volume libre  $\Delta V$ . La contrainte passe en tension dans la couche. La modification de contrainte intrinsèque qui en résulte est très importante puisqu'elle passe d'un état de compression de -35 MPa à un état de tension de +10 MPa. En supposant que l'ensemble des variations de contraintes entraîne une modification de volume libre, on peut calculer la variation de volume correspondant en appliquant l'équation (68). La diminution de volume correspond à 0.08 %, en prenant 198 GPA comme module élastique du nitrure :

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{-3 \cdot (1-\nu)}{E} \cdot \Delta\sigma \quad (68)$$

Wu et Rosler<sup>42</sup> montrent clairement que la variation de contrainte intrinsèque est directement reliée à la quantité de Si-H contenue dans la couche.

Lors du premier refroidissement, la pente devient rapidement linéaire (0.16 MPa °C<sup>-1</sup>). Le dégazage de l'hydrogène ne semble pas modifier de façon notable le comportement thermique du film.

#### Second cycle thermique :

Pendant le second chauffage, la contrainte se comporte exactement de la même manière que lors du premier refroidissement.

A 470°C, de nouveau le phénomène de désorption réapparaît, mais la variation de contrainte est moins marquée et se produit à une plus forte température. La plus grande partie de l'hydrogène présente dans le film a été évacuée lors de la première montée en température et l'hydrogène restant nécessite une plus grande énergie thermique pour être éliminé de la structure. La contrainte intrinsèque de la couche évolue plus légèrement et passe à +33 MPa.

La pente lors du refroidissement est identique à celle obtenue lors du premier recuit.

*Remarque 1 : En production, lorsque la couche de nitrure est recouverte par une couche d'oxyde, et que l'ensemble est chauffé au-dessus de 400°C, des contraintes importantes prennent naissance, l'hydrogène ne pouvant plus s'évacuer librement .*

*Remarque 2 : Pour les couches de nitrure, la mesure de la contrainte intrinsèque de la couche ainsi que la pente caractéristique de son comportement élasto-plastique doivent être mesurées lors du premier chauffage.*

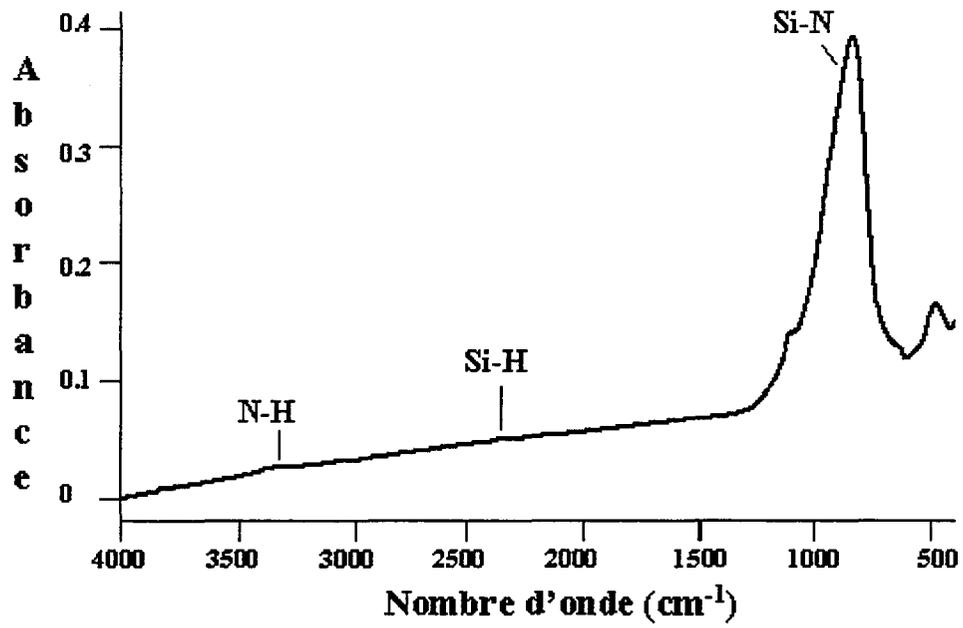


Figure C18 : Spectre infrarouge d'une couche de nitrure de 1200 Å d'épaisseur déposée par LPCVD.

### III.4.2.2. NITRURE DEPOSE EN PHASE VAPEUR A BASSE PRESSION.

Pour montrer l'importance de la technique de dépôt sur l'évolution d'un même matériau en fonction de la température, nous avons étudié une couche de 1200 Å de nitrure (LPCVD) déposée à 350 mtorr à 790 °C (Figure C17).

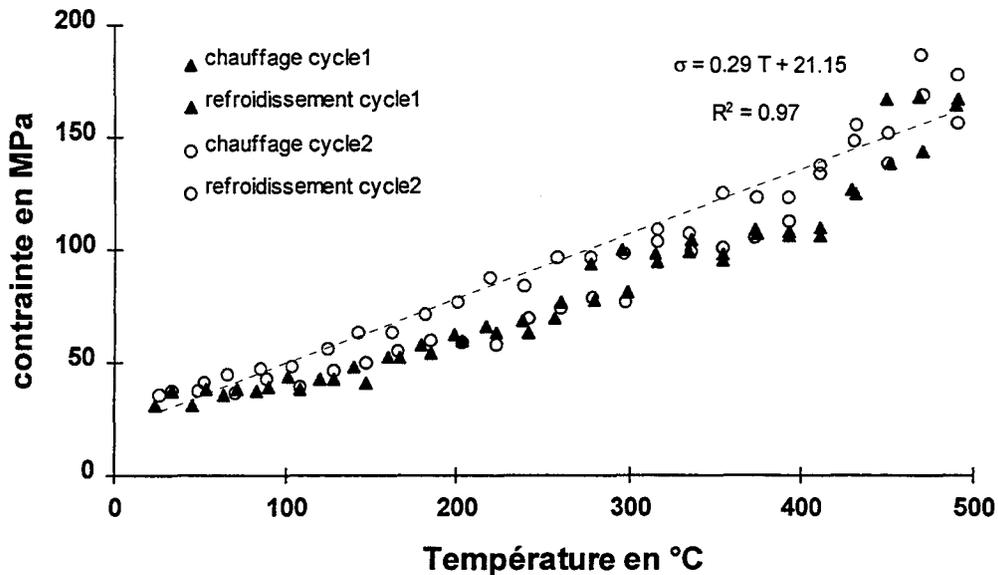


Figure C17 : Evolution expérimentale de la contrainte d'une couche de nitrure LPCVD en fonction de la température.

Les couches de nitrure LPCVD ne présentent pas le même comportement que le nitrure PECVD (Figure C17). Aucun phénomène de désorption intervient puisque la structure ne présente pas la même composition en Si-H. Le spectre C18 montre clairement que l'hydrogène est peu présent dans la structure. Cette différence chimique provient d'une part de la différence de température de dépôt 790°C pour la couche LPCVD contre 400°C et d'autre part de la vitesse de dépôt qui est plus de 70 fois (1800 Å/min au lieu de 25 Å/min) supérieure dans le cas d'un dépôt PECVD. Dans ces conditions, il n'est pas surprenant que la couche LPCVD retienne moins les molécules hydrogénées et dégaze mieux les produits de réactions pendant la phase de dépôt. La contrainte à température ambiante illustre bien la différence structurale puisque la couche de nitrure PECVD est compressive (-80 MPa) et la couche LPCVD en tension de l'ordre de 30 MPa. De plus la température de recuit ne dépasse jamais la température de dépôt, la couche ayant déjà été soumise à une température supérieure de façon prolongée n'a aucune raison de réagir à ce nouveau cycle.

L'évolution en fonction de la température n'est pas parfaitement linéaire comme dans le cas des oxydes. La pente déduite thermiquement donne une valeur de  $0.29 \text{ MPa}^\circ\text{C}^{-1}$ . La couche de nitrure PECVD est plus dense, du fait du bombardement in-situ des ions du plasma malgré la présence en son sein de nombreuses espèces hydrogénées.

---

L'étude du comportement thermique des alliages d'aluminium, des couches de tungstène titane, des couches d'oxyde et de nitrure ont permis de mettre en évidence :

- ⇒ qu'il n'est pas possible d'extraire directement des courbes expérimentales le coefficient de dilatation thermique des matériaux. Pour pouvoir remonter à ce paramètre il faut prendre en compte :
  - ↳ le gradient thermique transverse qui prend naissance dans le substrat,
  - ↳ l'évolution du coefficient de dilatation thermique du silicium en fonction de la température,
  - ↳ les variations extrinsèques dues par exemple à l'absorption ou à la désorption d'humidité.
  
- ⇒ que les alliages d'aluminium possèdent un comportement élasto-plastique dans une gamme de température de 25°C à 500°C. Ils sont donc le siège de nombreuses transformations lors des cycles thermiques.
  
- ⇒ que le tungstène titane s'oxyde superficiellement en fonction de la température, ce qui provoque une modification de la couche.
  
- ⇒ que la pente des couches d'oxyde dépend de leur densité structurale. Plus les oxydes sont denses moins ils évoluent en fonction de la température. Cette pente permet de comparer le comportement thermique des oxydes.
  
- ⇒ que les nitrures au-delà de leur température de dépôt dégazent les espèces hydrogénées contenues dans leur structure. Cette modification provoque une modification de la structure interne ainsi qu'une modification de la contrainte intrinsèque.

---

## Chapitre IV

---

# CONTRAINTES EXTRINSEQUES

Dans un processus de production où chaque couche déposée doit présenter des qualités chimiques et physiques bien déterminées, la caractérisation d'une couche passe par la mesure de l'indice de réfraction, de l'épaisseur, de la réflexion et des contraintes mécaniques après dépôt. Pour garantir une parfaite fiabilité de ces couches, il faut surveiller la dérive de ces caractéristiques au cours du temps après dépôt. Les oxydes dopés, par exemple, ont la faculté d'absorber une grande quantité d'eau qui favorise la création dans la couche d'acide phosphorique. Mais la plupart du temps, il suffit de connaître les conséquences et l'ampleur des phénomènes mis en jeu pour pouvoir les prendre en compte et les endiguer. Dans un premier temps, nous proposons une étude des variations de contrainte en fonction du temps. Par ailleurs, nous abordons les risques de fiabilité entraînés par ces modifications de structure. En d'autres termes, nous regardons ici l'influence de la contrainte extrinsèque sur la contrainte totale.

---

## **IV.1. ETUDE DES CONTRAINTES EXTRINSEQUES POUR LES DEPOTS METALLIQUES**

---

Les dépôts métalliques constituent les lignes conductrices des dispositifs et sont, à ce titre, extrêmement importants en terme de fiabilité. L'étude des deux alliages métalliques (AlCu et WTi), très différents structurellement, permet de comprendre les mécanismes de relaxations mis en jeu au cours du temps.

### **IV.1.1. ETUDE DU COMPORTEMENT DE L'ALUMINIUM AU COURS DU TEMPS.**

La structure d'une couche mince d'aluminium déposée par pulvérisation cathodique est polycristalline. Elle est constituée d'un ensemble de grains cristallins de type cubique à faces centrées (CFC) séparés par des joints définis. Par ailleurs, dans les conditions de température utilisées pour obtenir cette couche (450°C), sa structure appartient à la zone III du diagramme de THORNTON. Sa composition polycristalline tridimensionnelle lui confère des propriétés particulières, entre autres la possibilité d'évoluer dans le temps à température ambiante. Les modifications internes ou surfaciques se traduisent par une variation de la contrainte totale. Elles peuvent être de différentes origines, et notre étude a consisté à analyser ce comportement en mesurant l'évolution de la contrainte d'un alliage aluminium cuivre (1%) dans le temps.

#### **IV.1.1.1. EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EXTRINSEQUE APRES DEPOT.**

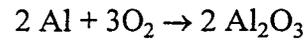
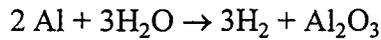
La courbe D1 montre l'évolution de la contrainte sur une période de 1200 heures. La caractéristique "contrainte en fonction du temps" obtenue se présente sous la forme d'une courbe logarithmique décroissante, depuis une valeur de 252 MPa jusqu'à environ 160 MPa.

Plusieurs explications physiques peuvent être avancées pour comprendre le phénomène responsable de cette évolution, on peut évoquer :

- des réactions chimiques avec le milieu environnant,
- des phénomènes de maturation de l'alliage d'aluminium cuivre,
- des relaxations par mouvement de dislocations.

### a) Réaction chimique avec le milieu environnant.

Une modification de la contrainte la rendant plus compressive est souvent induite par l'absorption d'un élément extérieur (Cf. section IV.2.1.1.). L'aluminium peut réagir avec des agents tels que l'eau ou le dioxygène contenu dans l'air.



Pour les matériaux massifs, cette oxydation à température ambiante est très faible à cause d'une couche protectrice superficielle d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Mais pour les couches minces cette oxydation superficielle pourrait être à l'origine de la variation de contrainte.

Cependant, il s'avère que la décroissance exponentielle observée figure D1 est la même que celle observée dans le cas d'une couche d'aluminium recouverte d'une couche de nitrure protectrice.

⇒ Les réactions chimiques avec le milieu environnant n'expliquent pas le phénomène observé.

### b) Maturation des couches d'aluminium cuivre.

Les matériaux aluminium massifs contenant du cuivre évoluent dans le temps en raison d'un phénomène de maturation ou de vieillissement, qui s'explique par la précipitation de phase  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) intra ou extragranulaire. Mais, de la même manière que précédemment, cette hypothèse peut, dans notre cas, être écartée puisque le même phénomène est présent pour un alliage d'aluminium silicium (1%) cuivre (0.04%) (Figure D2). La teneur en cuivre de ce second alliage est trop faible pour que la précipitation de la phase  $\theta$  soit le processus majoritaire.

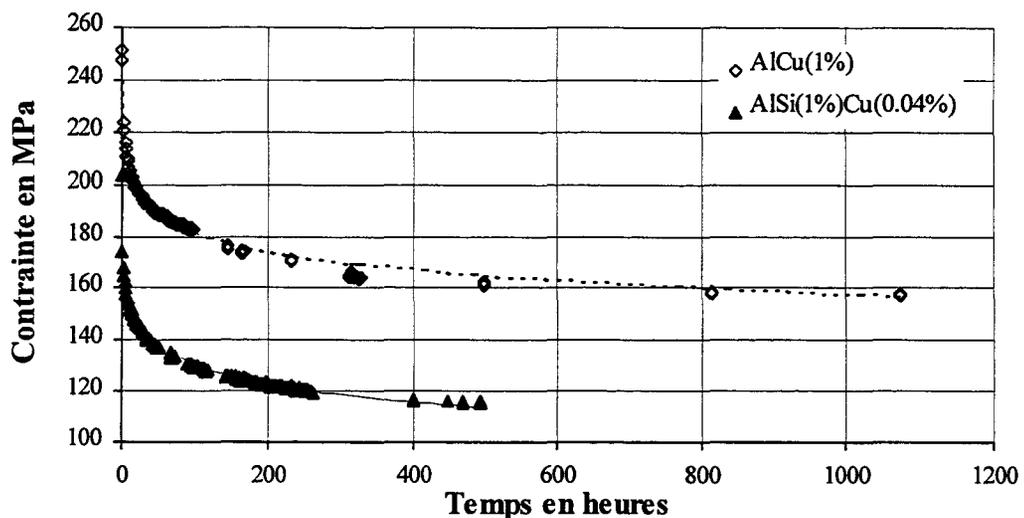


Figure D2 : Superposition de l'évolution de la contrainte d'une couche AlCu(1%) et AlSi(1%)Cu(0.04%) en fonction du temps de stockage.

---

La décroissance de type exponentielle est de même nature pour les deux alliages. Les écarts observés proviennent uniquement des différentes conditions de dépôt et donc d'une différence de contrainte intrinsèque.

⇒ *La maturation des couches d'aluminium cuivre n'explique pas le phénomène observé.*

### **c) Mécanisme de relaxation par fluage.**

On constate sur la figure D1 une modification de la contrainte en fonction du temps sans l'apport d'énergie extérieur, on peut donc parler de fluage.

Pour les matériaux massifs, il existe en fait trois types de fluage en fonction du rapport  $T_e/T_m$ , où  $T_e$  est la température de l'essai et  $T_m$  la température de fusion du matériau<sup>74</sup> :

- si  $T_e/T_m$  est compris entre 0.9 et 1 : c'est le domaine de fluage à très haute température dit "fluage diffusion". Les efforts mis en jeu sont faibles et l'on constate que les courbes de fluage deviennent pratiquement linéaires.

- si  $T_e/T_m$  est compris entre 0.2 et 0.7 : c'est le domaine de fluage à haute température. La courbe de fluage est alors composée de plusieurs portions correspondant à différents stades (allongement instantané, allongement à vitesse décroissante, allongement à vitesse constante et allongement à vitesse accélérée).

- si  $T_e/T_m$  est inférieur à 0.3 : c'est le domaine de fluage basse température dit "fluage dislocation". Dans ce domaine de température, la vitesse de fluage semble toujours décroître et l'équation qui paraît alors représenter au mieux les courbes est une formule logarithmique :

$$\varepsilon = A \ln(t) + B \quad (69)$$

Dans notre cas, la température de l'essai  $T_e$  est de 25°C et la température de fusion  $T_m$  de l'aluminium de 660°C. Pour un rapport  $T_e/T_m$  de 0.04, le mécanisme mis en jeu par analogie avec les matériaux massifs est un phénomène de "fluage dislocation", où la vitesse de déformation ( $d\varepsilon/dt$ ) tend vers une valeur négligeable au-delà de laquelle on peut considérer qu'il n'y a plus de fluage. Si l'on retrace les données expérimentales de la courbe D1 en fonction cette fois du logarithme du temps, on vérifie que ce modèle s'applique (Figure D3). L'équation déduite de la courbe expérimentale D3 par régression linéaire est :

$$\sigma = -11.7 \ln(t) + 326 \quad (70)$$

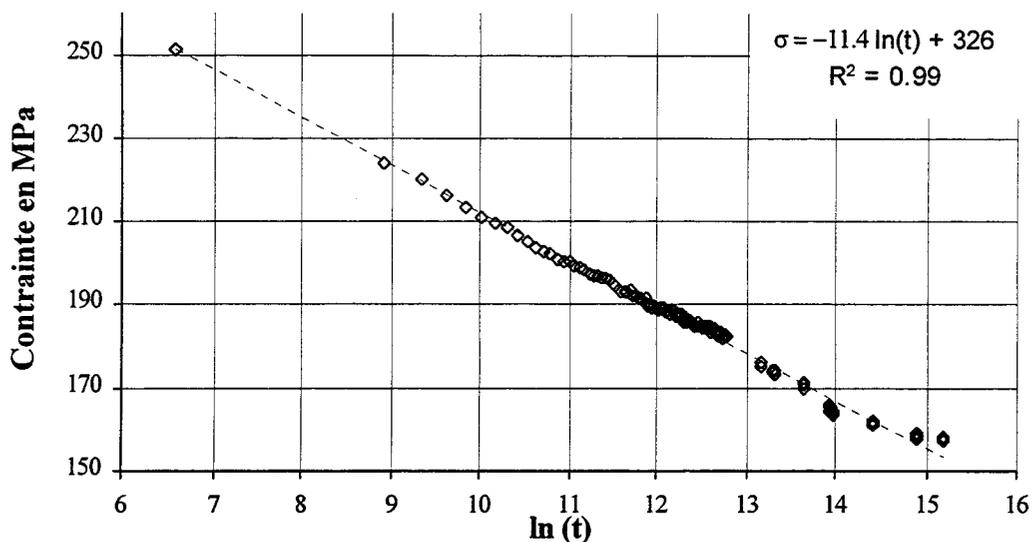


Figure D3 : L'évolution de la contrainte d'une couche d'AlCu (1%) en fonction du logarithme du temps.

Ce fluage basse température n'est possible que si la structure possède des contraintes internes mêmes faibles. Leurs existences dans une couche mince après dépôt peuvent, si leurs amplitudes sont assez grandes pour franchir les barrières énergétiques, déclencher, comme aux plus hautes températures, la création et le mouvement de dislocations par glissements et par montées. Au cours du fluage la déformation peut se produire au coeur même de chaque grain d'aluminium, elle est dite alors "intragranulaire". Elle peut aussi résulter de déplacements des grains les uns par rapport aux autres. Elle fait intervenir alors les joints des grains et on la dénomme déformation "intergranulaire".

Le mécanisme du fluage dislocation ou basse température est alors basé sur l'intervention simultanée de deux processus antagonistes : la consolidation et la restauration du matériau.

- La consolidation augmente les contraintes internes. Elle est due à une déformation intragranulaire. Cette déformation fait intervenir le glissement de portions du cristal le long d'un plan favorable du réseau appelé plan de glissement. La consolidation provient d'une part de l'empilement des dislocations sur les joints de grains et d'autre part à de multiples interactions entre elles par la multiplication des obstacles.

- La restauration diminue les contraintes internes. Elle est due à une déformation intergranulaire. Ce phénomène repose sur le fait que, pour relâcher la contrainte accumulée lors des montées des dislocations dans la paroi du joint de grain, un réarrangement par glissements aux joints de grain s'effectue.

La combinaison de l'application d'une contrainte intrinsèque et/ou de l'activation thermique permet aux dislocations en cours de déplacement dans le métal de franchir les obstacles qu'elles rencontrent. Selon Flinn<sup>38</sup> et Korhonen<sup>5</sup>, pour une énergie libre de franchissement d'obstacles  $\Delta F$ , on considère que l'application d'une

contrainte  $\sigma$  diminue ce terme de  $\Delta F^{\sigma/\tau}$ , où  $\tau$  est la contrainte nécessaire pour franchir l'obstacle sans activation thermique.

$$\text{On obtient la relation : } -\frac{d\epsilon}{dt} = \left(\frac{d\epsilon}{dt}\right)_{t=0} \exp\left[-\frac{\Delta F}{kT}\left(1-\frac{\sigma}{\tau}\right)\right] \quad (71)$$

où  $d\epsilon/dt$  est la vitesse d'écoulement plastique et  $k$  la constante de Boltzmann ( $1.38 \cdot 10^{-23}$  J/K). La vitesse de déformation initiale est supposée indépendante de la contrainte.

Dans l'hypothèse de contrainte plane, on peut exprimer la relation (71) par :

$$-\frac{d\sigma}{dt} = \frac{E_f}{1-\nu_f} \left(\frac{d\epsilon}{dt}\right)_{t=0} \exp\left[-\frac{\Delta F}{kT}\left(1-\frac{\sigma}{\tau}\right)\right] \quad (72)$$

Si on intègre l'équation différentielle du premier ordre et si on l'exprime sous forme logarithmique, on obtient l'expression :

$$\sigma = \frac{kT\tau}{\Delta F} \left\{ -\ln \left[ \frac{E_f}{1-\nu_f} \left(\frac{d\epsilon}{dt}\right)_{t=0} \frac{\Delta F}{kT\tau} t \exp\left(-\frac{\Delta F}{kT}\right) + \exp\left(-\frac{\Delta F}{kT\tau}\sigma_0\right) \right] \right\} \quad (73)$$

en posant :

$$R = \frac{E_f}{1-\nu_f} \left(\frac{d\epsilon}{dt}\right)_{t=0} \exp\left(-\frac{\Delta F}{kT}\right) \quad \text{et} \quad B = \frac{kT\tau}{\Delta F} \quad (74)$$

On peut donc écrire l'équation du modèle :

$$\sigma = B \left[ \ln\left(\frac{B}{R}\right) - \ln\left(t + \frac{B}{R} \exp\left(-\frac{\sigma_0}{B}\right)\right) \right] \quad (75)$$

Grâce à une méthode numérique adéquate de l'analyse des données expérimentales  $\sigma=f(t)$ , nous avons pu obtenir une modélisation de la relaxation de l'aluminium et calculer  $B$  et  $R$ , puis déduire  $\Delta F$  et  $\tau$  (avec  $E/1-\nu = 1.13 \cdot 10^{10}$ ).

	AlCu	AlSiCu
B (MPa)	10.2	10.3
R (MPa/s)	$5.0 \cdot 10^{-13}$	$9.9 \cdot 10^{-11}$
$\sigma_0$ (MPa)	251	204
$\tau$ (MPa)	225	176
$(d\epsilon/dt)_{t=0}$ ( $s^{-1}$ )	$1.9 \cdot 10^{-08}$	$2.2 \cdot 10^{-08}$
$\Delta F$ (kJ)	55.0	42.2

Tableau XI : Valeurs obtenues en appliquant un modèle de fluage dislocation aux données expérimentales.

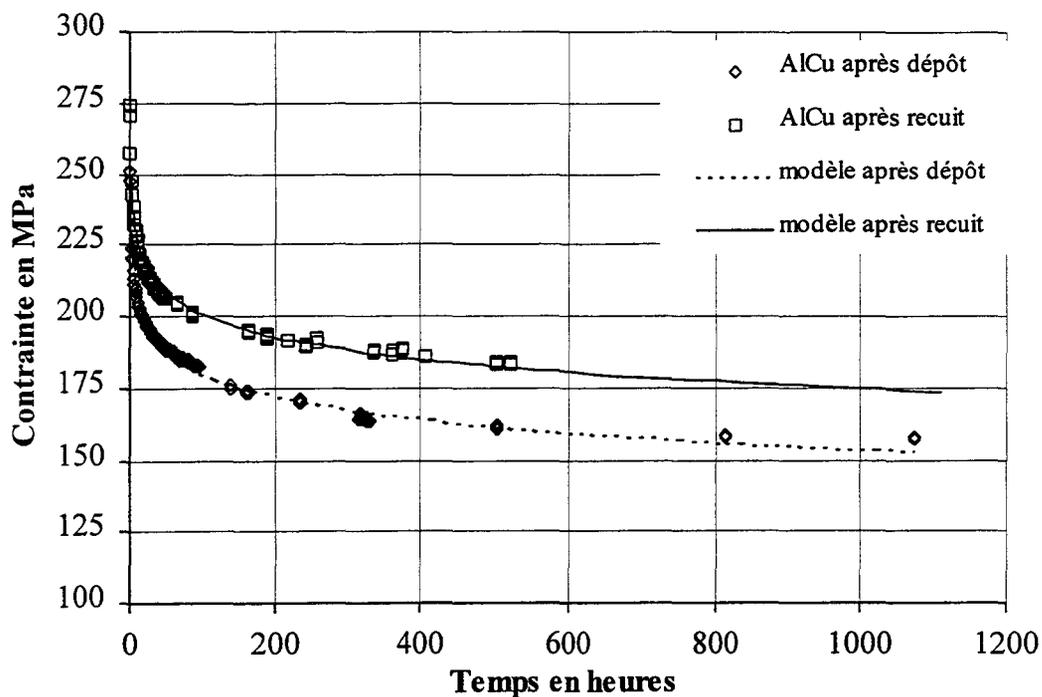


Figure D4 : Relaxation d'une couche d'AlCu après dépôt et après recuit à 500 °C, en fonction du temps.

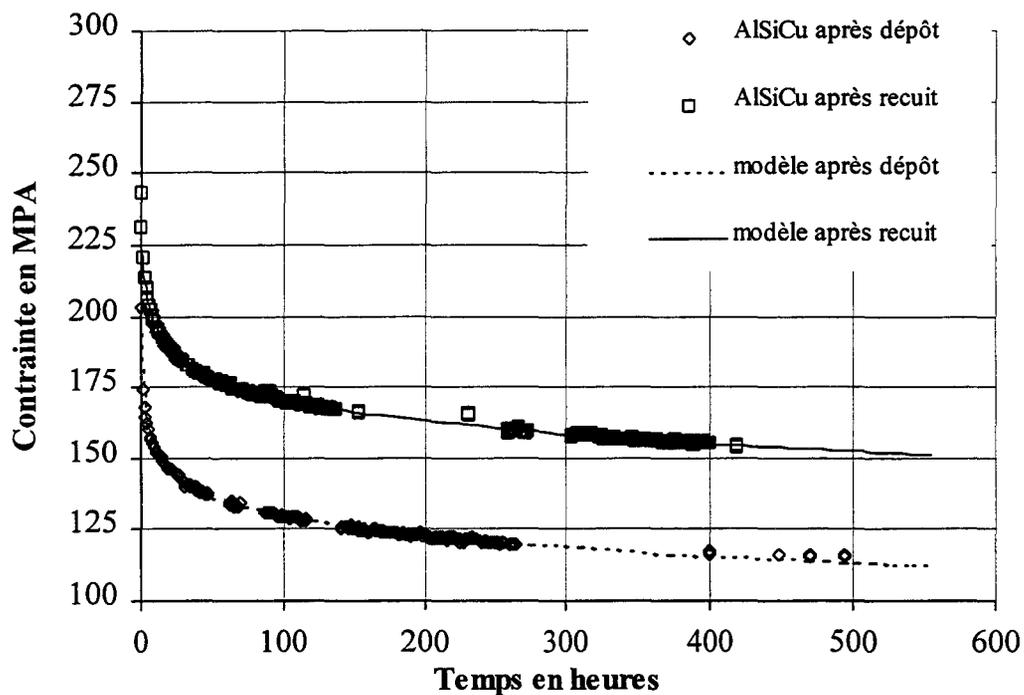


Figure D5 : Relaxation d'une couche d'AlSiCu après dépôt et après recuit à 500°C, en fonction du temps.

Le comportement de ces deux alliages est similaire. Les différences observées ne sont pas suffisamment significatives si l'on tient compte des erreurs de mesures de contraintes et d'optimisation numérique.

⇒ *Le mécanisme de relaxation par fluage permet d'expliquer le phénomène observé.*

#### IV.1.1.2. EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EXTRINSEQUE APRES RECUIT.

Afin d'étudier l'influence du recuit sur la relaxation, les échantillons précédents stockés pendant plus de 1000 heures ont été recuits à 500 °C. Une nouvelle mesure au cours du temps a été effectuée. La caractéristique obtenue pour les deux alliages, avant et après ce recuit, est reportée sur les figures D4 et D5. L'ensemble des informations est regroupé dans le tableau XII :

	AlCu	AlSiCu
B (MPa)	10.8	11.6
R (MPa/s)	$2.7 \cdot 10^{-13}$	$1.2 \cdot 10^{-11}$
$\sigma_0$ (MPa)	274	249
$\tau$ (MPa)	251	220
$(d\varepsilon/dt)_{t=0}$ ( $s^{-1}$ )	$2.9 \cdot 10^{-8}$	$2.0 \cdot 10^{-8}$
$\Delta F$ (kJ)	57.5	47.2

Tableau XII : Valeurs obtenues en appliquant un modèle de fluage dislocation aux données expérimentales.

Cette comparaison, nous montre que pour les alliages d'aluminium, deux phénomènes indépendants interviennent :

- Le recuit provoque une modification de la contrainte totale, une tension supplémentaire prend naissance dans le film. Cette contrainte provient des réarrangements et des consolidations qui ont lieu lors du recuit (Cf. section III.2.).
- Si on translate les deux caractéristiques, elles sont superposables quasiment en tout point, ce qui indique que le mécanisme de relaxation est similaire. La vitesse de déformation n'est donc pas affectée par le réarrangement thermique.

Pour les alliages d'aluminium, étudié un phénomène de relaxation par fluage dislocation prend effet lors du stockage de ces couches. Le recuit modifie l'état de contrainte à température ambiante de la couche mais ne modifie pas le mécanisme de relaxation par fluage.

Nous nous intéressons maintenant à l'évolution de l'alliage de WTi en fonction du temps de stockage.

#### IV.1.2. ETUDE DU COMPORTEMENT DU TUNGSTENE TITANE AU COURS DU TEMPS.

Le tungstène titane appartient à la zone 1 ou à la zone T du diagramme de THORNTON, et possède un comportement très semblable à celui des amorphes diélectriques en fonction de l'épaisseur et de la température. Par ailleurs, il peut s'oxyder et former du  $TiO_2-WO_3$ . L'analyse de son comportement en fonction du temps peut nous renseigner sur sa stabilité structurale.

##### IV.1.2.1. VARIATION DE LA CONTRAINTE DU TUNGSTENE TITANE EN FONCTION DU TEMPS.

La couche étudiée a été réalisée sous une pression de 4 mtorr avec une puissance de 2 KW. L'épaisseur de cette couche est de 1000 Å. C'est une épaisseur fréquemment employée pour les barrières de diffusion. La courbe de la figure D6 indique une bonne stabilité de la contrainte en fonction du temps.

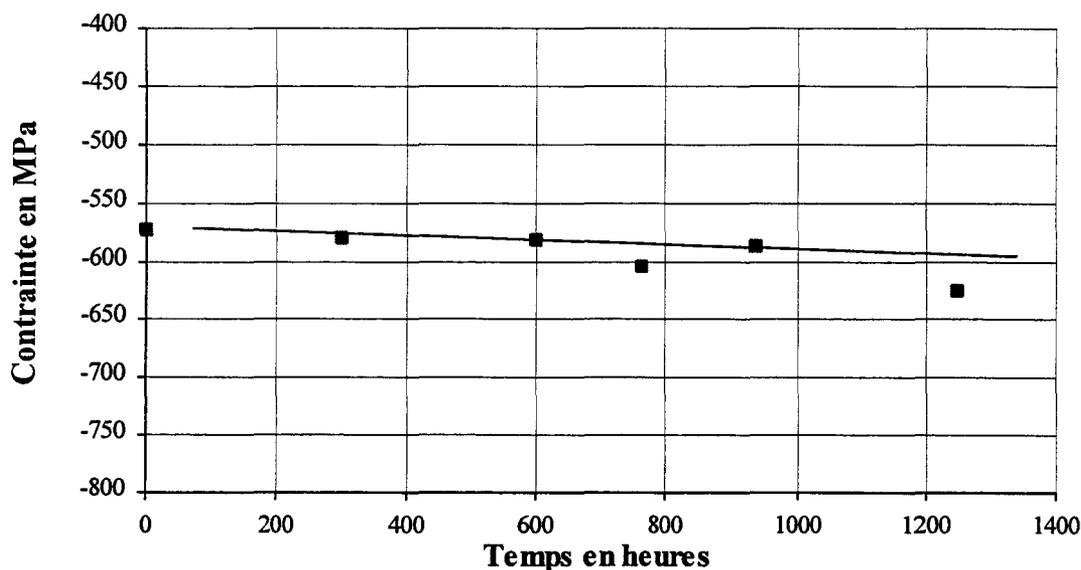


Figure D6 : Evolution de la contrainte d'une couche de 1000 Å de WTi en fonction du temps.

##### IV.1.2.2. INFLUENCE DE LA PRESSION D'ARGON SUR LA STABILITE DE LA COUCHE DE TUNGSTENE TITANE.

Le tungstène titane possède une structure colonnaire plus ou moins dense en fonction de la pression d'argon (Cf. section II.1.). Nous nous sommes donc intéressés à la stabilité de cet alliage en fonction de son état de contrainte après dépôt.

Les mesures expérimentales montrent que la contrainte évolue peu au cours du temps, pour des couches effectuées à des pressions variant de 2 à 10 mtorr (Figure D7). Il n'est pas surprenant de constater sur cette figure que les couches possédant une forte contrainte compressive, correspondant à des microstructures colonnaires denses, sont peu sujettes d'une part à une incorporation d'éléments extérieurs et d'autre part à des relaxations internes. Par contre, en ce qui concerne les couches faiblement en compressions ou en tensions, correspondant à des structures colonnaires poreuses, leur stabilité indique que malgré la présence de larges pores, la structure ne se modifie pas au cours du temps.

Cette étude permet d'indiquer clairement que l'alliage de tungstène titane est stable dans le temps, dans la gamme de pression utilisée en production.

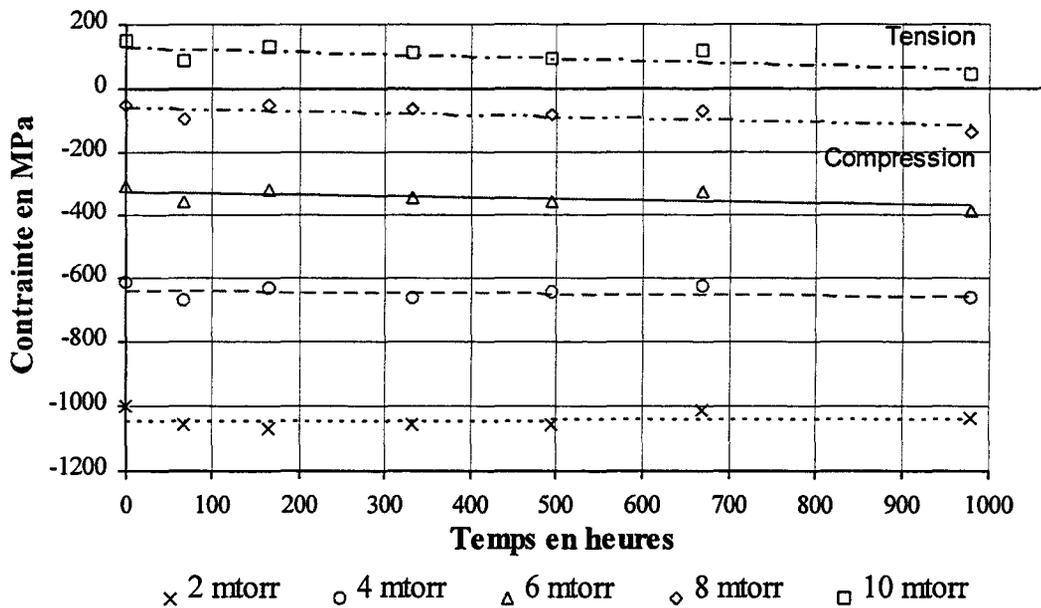


Figure D7 : Evolution de la contrainte d'une couche de tungstène titane de 1000 Å d'épaisseur en fonction du temps et de la pression d'argon.

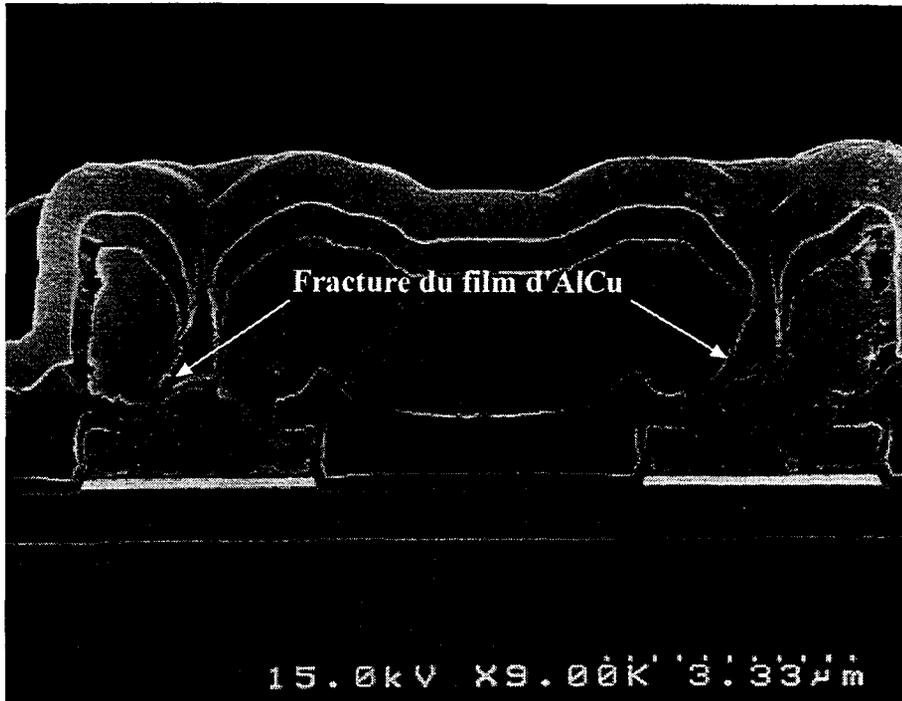


Figure D8a : Défaut d'adhérence de la couche d'aluminium cuivre. Le défaut est localisé sur les flancs.

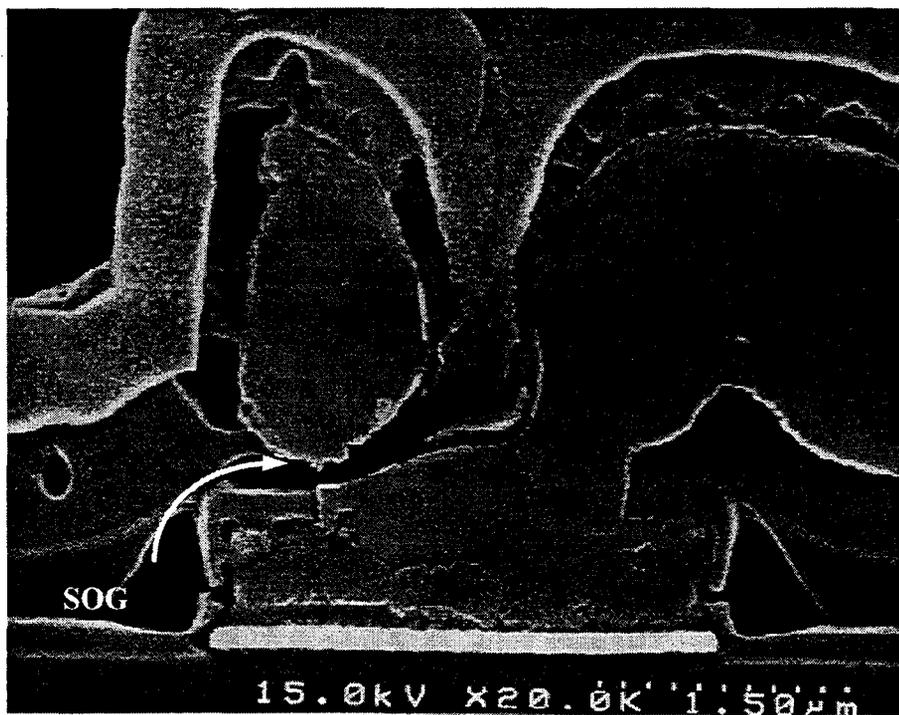


Figure D8b : La fracture est provoquée par la désorption du silicate (SOG) lors du dépôt.

---

## **IV.2. ETUDE DES CONTRAINTES EXTRINSEQUES POUR LES DEPOTS DIELECTRIQUES**

---

Les contraintes extrinsèques peuvent être d'origines variées puisqu'elles englobent l'ensemble des phénomènes que peut subir une couche après dépôt. Cette partie traite d'une part du phénomène d'absorption d'humidité, prépondérant pour les couches diélectriques CVD et source de dégradations, et d'autre part du comportement du silicate déposé par pelliculage.

L'étude de l'évolution des contraintes en fonction du temps de stockage apporte des indications sur la vitesse et la capacité d'absorption ou de désorption d'humidité des films diélectriques ainsi que sur l'efficacité des recuits. Cet ensemble de données permet à la fois de mieux cerner la variation de la contrainte extrinsèque et les risques liés directement à la présence d'humidité dans la couche. L'eau contenue dans les couches contribue non seulement à la création de défauts dans les couches diélectriques causée par des fissurations ou par des délaminations mais également au dysfonctionnement des circuits par la capture de charges dans l'oxyde de grille ou à l'interface des oxydes de silicium. Dans le "backend", l'absorption d'humidité des couches diélectriques peut être à l'origine de perturbations ultérieures. Par exemple, la pulvérisation cathodique nécessite une surface d'accrochage de bonne qualité. La désorption de vapeur d'eau lors de la montée en température peut perturber l'adhérence des atomes métalliques ou provoquer la fracture du film mince en formation (Figure D8a et D8b). Il est donc indispensable de minimiser l'absorption d'humidité dans les oxydes.

Il existe de nombreuses techniques permettant d'obtenir des couches isolantes (APCVD, LPCVD, PECVD, par pelliculage) et chacune d'entre elles induit des propriétés physico-chimiques différentes. La capacité d'absorption d'humidité d'une couche dépend principalement de son mode de réalisation (composition chimique, température de dépôt, pression de travail, etc...). Il existe donc une relation directe entre la densité de la couche et son évolution en fonction du temps.

### **IV.2.1. MODELISATION D'ABSORPTION / DESORPTION DE L'EAU.**

Au premier abord, la perméabilité d'une couche semble être une notion qualitative. Pour comparer les différentes couches entre elles, il est souhaitable de trouver des valeurs chiffrées représentatives de l'absorption d'humidité.

L'incorporation d'une nouvelle molécule d'eau dans une structure existante entraîne une variation de volume locale. Cette augmentation ne se traduit pas par une dilatation linéaire comme dans le cas d'une couche mécaniquement libre, mais par une contrainte compressive qui prend naissance au sein du film pour les couches minces fermement liées à un substrat (Cf. chapitre I). Il existe donc un lien entre l'absorption d'eau et la variation de contrainte mécanique.

---

#### IV.2.1.1. DETERMINATION DU COEFFICIENT DE DIFFUSION.

La modification de la contrainte totale d'un film diélectrique soumis à un stockage prolongé sous atmosphère humide provient exclusivement de la contrainte mécanique extrinsèque qui prend naissance dans ce film. Il est possible d'extraire un coefficient dit "de diffusion", par modélisation mathématique, à partir des données expérimentales<sup>75</sup>. Ce coefficient permet ultérieurement de prédire quantitativement les variations de contraintes extrinsèques pour une durée d'absorption déterminée et pour un matériau donné.

Faisons l'hypothèse que le matériau est isotrope et homogène, on peut appliquer une équation de diffusion de Fick unidimensionnelle :

$$\frac{dN(x,t)}{dt} = D \frac{d^2N(x,t)}{dx^2} \quad (76)$$

où  $N$  : concentration d'eau  
 $D$  : coefficient de diffusion d'eau

En considérant les conditions aux limites suivantes :

$$N(0,t) = N_s \quad (\text{concentration de surface constante})$$

$$\frac{dN(t_f,t)}{dt} = 0 \quad (\text{gradient de concentration nul à l'interface})$$

$$N(x,0) = 0 \quad (\text{absence d'eau dans le film initialement})$$

où  $t_f$  : épaisseur du film.

La résolution de l'équation de diffusion donne alors :

$$\sigma(t) = \sigma_0 - \Delta\sigma \left[ 1 - \frac{8}{\pi^2} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)^2} \exp - \left\{ \left( \frac{1-2n}{2t_f} \right)^2 \pi^2 Dt \right\} \right] \quad (77)$$

où  $\sigma(t)$  : contrainte au temps  $t$   
 $\sigma_0$  : contrainte initiale  
 $\Delta\sigma$  : variation des contraintes entre  $t=0$  et  $t$  infini.

A partir de la courbe expérimentale,  $\sigma=f(t)$ , on détermine mathématiquement le coefficient de diffusion en  $\text{cm}^2/\text{sec}$ , par une minimisation de l'erreur quadratique au sens des moindres carrés.

---

#### IV.2.1.2. DETERMINATION DE LA QUANTITE D'EAU ABSORBEE / DESORBEE.

Le coefficient de diffusion déterminé précédemment exprime une notion de vitesse de diffusion des molécules d'eau dans l'oxyde. Cependant seul, il ne suffit pas à caractériser entièrement la perméabilité d'une couche. Il faut définir une notion de capacité d'absorption. Par exemple, on doit pouvoir différencier deux couches ayant une vitesse d'absorption identique mais un état de saturation en molécules d'eau différent. Il existe des techniques de mesures permettant de déterminer directement la quantité d'eau contenue dans une couche comme les techniques de spectroscopie de masse TDS (Thermal Desorption mass Spectroscopy) ou encore par évaporation par chauffage, la quantité d'eau désorbée est détectée par une électrode et est convertie en courant électrique MEA (Moisture Evolution Analyser)<sup>76</sup>. On peut également utiliser les spectres FTIR en quantifiant les aires des pics d'eau et d'oxyde mais cette méthode nécessite une calibration préalable. Pour caractériser la quantité d'eau, nous avons préféré utiliser la variation de contrainte totale  $\Delta\sigma$ , déterminée mathématiquement qui est proportionnelle à la variation de volume libre  $\Delta V$  et donc représentative de la quantité d'eau incorporée dans la couche. En revanche, elle ne prend pas en compte les variations de l'épaisseur  $e_f$ , c'est pourquoi il est préférable d'étudier la variation de contrainte totale relative  $\Delta\sigma/e_f$ . La connaissance du coefficient de diffusion  $D$  et de la variation relative  $\Delta\sigma/e_f$  permet de comparer quantitativement les différentes couches entre elles.

#### IV.2.2. ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EXTRINSEQUE EN FONCTION DU TEMPS DES COUCHES C.V.D. APRES DEPOT.

La faculté pour un matériau d'absorber l'humidité de l'air est liée à sa structure. Lors de la croissance d'une couche amorphe, de nombreux petits interstices peuvent se créer et le nombre de ces pores va être fonction de la technique de dépôt. Chaque pore permet à l'humidité de pénétrer dans la couche mince comme une porte ouverte vers l'extérieur. Il en découle qu'une couche possédant une forte porosité va être plus hygroscopique qu'une couche dense.

Pour l'étude des contraintes extrinsèques liées à l'absorption d'humidité, il est nécessaire de classer nos observations en fonction de la technique de dépôt utilisée.

##### IV.2.2.1. COUCHES DEPOSEES EN PHASE VAPEUR ASSISTEE PAR PLASMA.

Nous avons écrit dans le chapitre III, que l'intensité de la basse fréquence influençait de façon notable la densité des oxydes obtenus par PECVD. La densité des matériaux et leur capacité à absorber de l'eau étant des notions voisines, il est intéressant de regarder l'action de la basse fréquence sur l'absorption d'humidité.

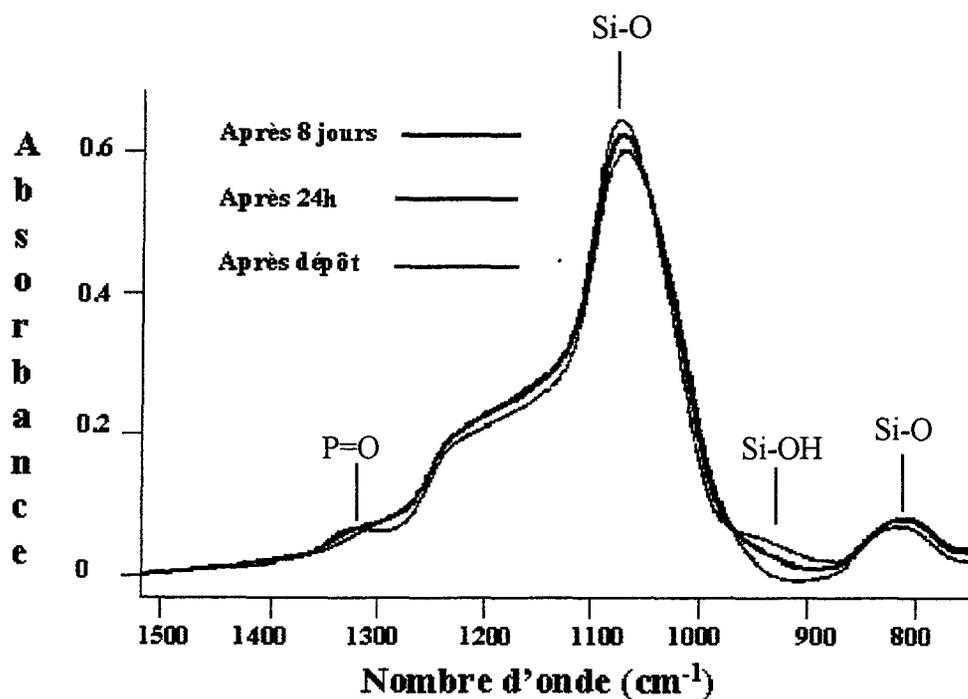


Figure D10 : Evolution du spectre FTIR d'une couche d'oxyde dopée au phosphore à 4% en poids (PSG) déposée sans basse fréquence.

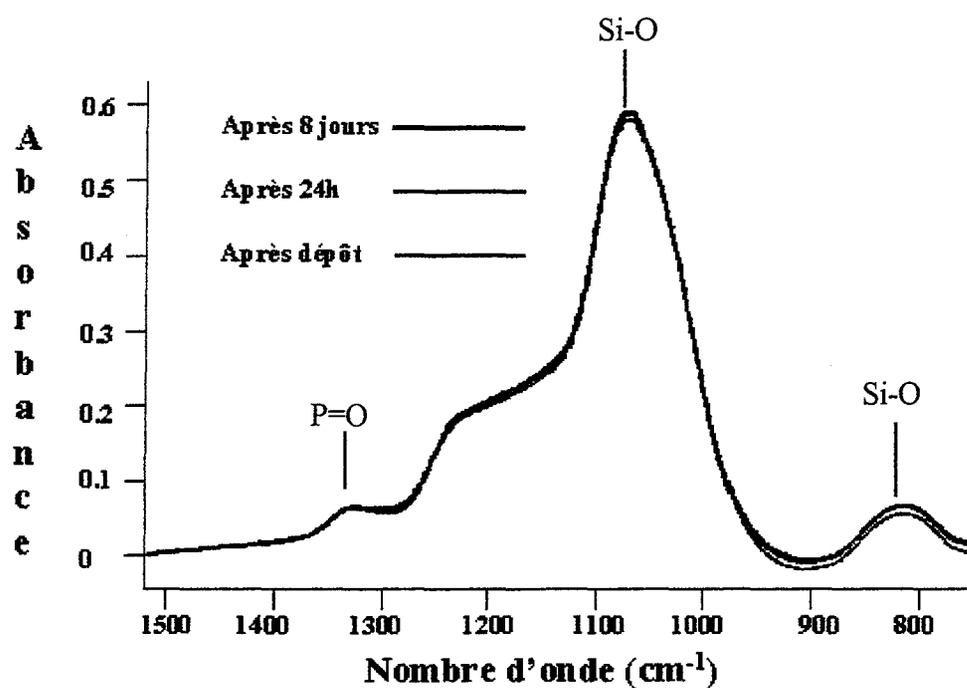


Figure D11 : Evolution du spectre FTIR d'une couche d'oxyde dopée au phosphore à 4 % en poids (PSG) déposée avec 50 % de basse fréquence.

## ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'INTENSITE DE LA BASSE FREQUENCE SUR L'ABSORPTION D'HUMIDITE

La courbe D9 compare l'évolution de la contrainte due à la composante extrinsèque de quatre couches de Phosphosilicateglass (PSG) déposées avec 0 % et 50% de puissance basse fréquence par rapport à la puissance totale, en fonction du temps.

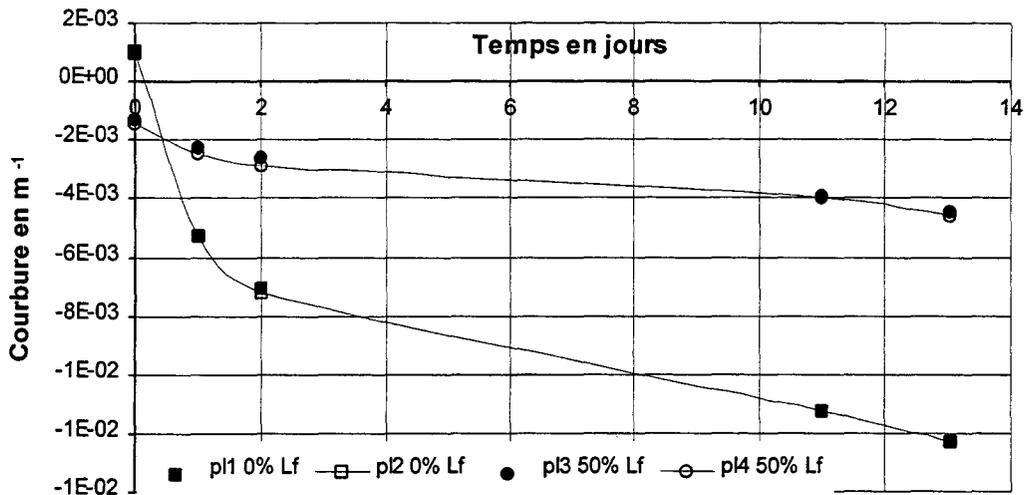


Figure D9: Variation de la contrainte de quatre couches de PSG en fonction du nombre de jours de stockage. Deux de ces couches sont déposées avec 0% de puissance basse fréquence et les deux autres avec 50%.

Le nombre de points expérimentaux ne permet ni de calculer le coefficient de diffusion  $D$  ni la variation de contrainte totale  $\Delta\sigma$  de façon précise, mais donne une bonne idée de la tendance et permet de comparer qualitativement les deux échantillons. L'évolution de la courbure est plus forte pour la couche sans bombardement "in situ" qui évolue d'une contrainte en tension vers une contrainte en compression. Nous voyons ici que l'utilisation de basse fréquence modifie la porosité du matériau, ce qui conditionne la capacité de la couche à absorber l'humidité de l'air ambiant. De plus, la comparaison des échantillons 1 et 2 d'une part, et des échantillons 3 et 4 d'autre part, indique à la fois une bonne reproductibilité des mesures et de la densité du matériau.

La comparaison des spectres FTIR (Figures D10 et D11) caractéristiques des couches précédentes, confirme qu'elles évoluent différemment en fonction du temps.

- Pour les plaques déposées sans basse fréquence (Figure D10), l'apparition progressive d'un pic à  $940\text{ cm}^{-1}$  caractéristique de la liaison  $\text{Si-OH}^{77,78,79}$  indique précisément la présence d'un phénomène d'absorption d'eau. Par ailleurs la disparition du pic à  $1330\text{ cm}^{-1}$ , représentatif de la liaison  $\text{P=O}$ , confirme cette analyse. On peut noter au passage que la contrainte associée varie rapidement d'un état de tension vers un état de compression en moins d'un jour et continue à évoluer au cours du temps (Figure D9).

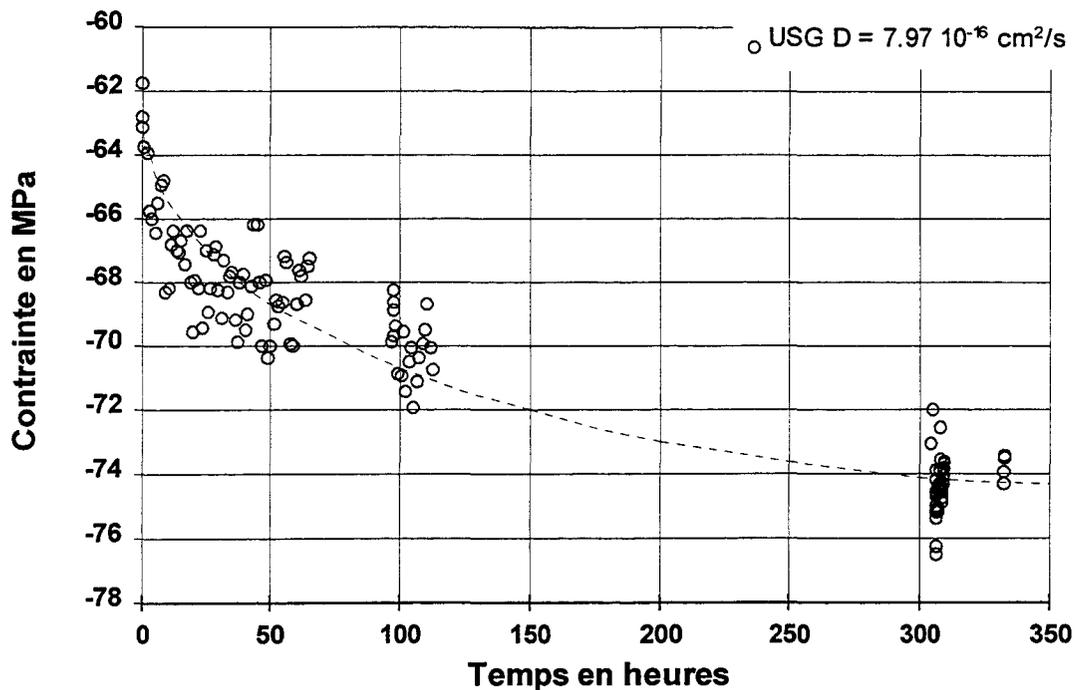


Figure D12 : Evolution de la contrainte en fonction du temps de stockage pour une couche d'oxyde non dopée.

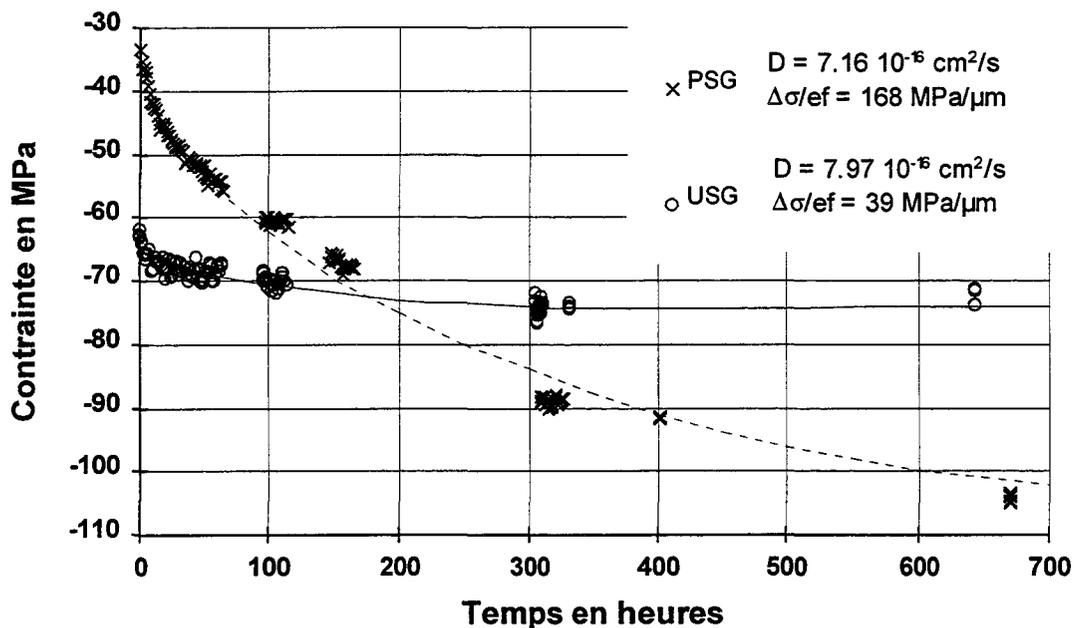


Figure D13 : Comparaison de l'évolution de la contrainte des couches d'oxyde dopée et non dopée déposées par PECVD. Le coefficient d'absorption des deux oxydes est similaire mais leur capacité d'absorption est très différente.

---

- Par contre, les plaques ayant subi un bombardement (50% de basse fréquence) ne montrent aucune apparition de pic supplémentaire à  $940\text{ cm}^{-1}$  et aucune diminution du pic à  $1330\text{ cm}^{-1}$  (Figure D11). Le phénomène d'absorption est donc fortement réduit.

L'augmentation du pourcentage de l'intensité de la basse fréquence lors du dépôt rend la couche moins hygroscopique. Plus les couches d'oxyde ont une contrainte intrinsèque compressive, moins leur variation de contrainte extrinsèque due à l'absorption est forte. Cela indique que les contraintes intrinsèques et extrinsèques sont des paramètres liés, mais ils sont pour un matériau donné dissociables.

#### OXYDE NON DOPE ET DOPE AU PHOSPHORE.

Deux couches d'oxyde PECVD, dont l'une dopée au phosphore, sont utilisées pour constituer le "sandwich" permettant d'isoler entre autres le Spin On Glass de l'humidité ambiante. Il est donc indispensable de connaître leur comportement par rapport au phénomène d'absorption d'eau.

Les courbes (D12 et D13) représentent l'évolution de la contrainte en fonction du temps de stockage pour un oxyde PECVD non dopé et dopé à 4% en poids de phosphore.

- Pour l'oxyde non dopé (Figure D12), le pourcentage de basse fréquence appliqué (30%) est tel que le film est fortement bombardé lors de sa croissance. Il n'est pas surprenant alors, que la contrainte après dépôt soit compressive -63 MPa. Le coefficient d'absorption calculé d'après l'équation (77) est de  $7.97 \cdot 10^{-16}\text{ cm}^2/\text{s}$ . Une mesure réalisée après 650 heures donne une valeur similaire à celle obtenue sur 350 heures. La contrainte n'évolue plus en fonction du temps, la couche est saturée. La variation totale de contrainte d'origine extrinsèque est de 12 MPa et elle est obtenue après 350 heures.

- Pour le dépôt dopé au phosphore à 4% (Figure D13), la contrainte après dépôt est de -31.5 MPa. Malgré un pourcentage de basse fréquence plus élevé (50% au-lieu de 30%), son état de contrainte en compression après dépôt est plus faible que celui de l'oxyde non dopé. Le coefficient d'absorption calculé est de  $7.16 \cdot 10^{-16}\text{ cm}^2/\text{s}$ .

Le tableau XIII récapitule l'ensemble des résultats obtenus lors de cette étude. Ces deux couches PECVD se comportent différemment face à l'humidité de l'air. La couche non dopée absorbe rapidement une très faible quantité d'eau alors que la couche dopée absorbe une quantité d'eau importante mais avec une vitesse très légèrement inférieure. Cette différence de comportements s'explique par la présence de phosphore dans l'une de ces deux couches.

		USG	PSG (4%P)
Bf	(%)	30	50
$\sigma_0$	(MPa)	-63.2	-31.5
D	( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	$7.97.10^{-16}$	$7.16.10^{-16}$
$\Delta\sigma_\infty$	(MPa)	12	105
$e_f$	(Å)	3070	6250
$\Delta\sigma/e_f$	(MPa/ $\mu\text{m}$ )	39	168

Tableau XIII : Résultats obtenus lors de l'étude de la variation de la contrainte en fonction du temps de stockage pour un oxyde PECVD non dopé et dopé à 4% en poids de phosphore.

L'ajout de phosphore modifie la structure interne de la couche. Plus la couche contient de phosphore, plus elle absorbe d'humidité ambiante<sup>42,44</sup>. Le phosphore qui est sous forme pentavalente  $\text{P}_2\text{O}_5$  est très hygroscopique ; il réagit avec l'eau pour former des structures acides  $\text{P}_x\text{O}_y\text{H}_z$  en passant par une forme trivalente  $\text{P}_2\text{O}_3$ . On peut schématiser cette réaction par :

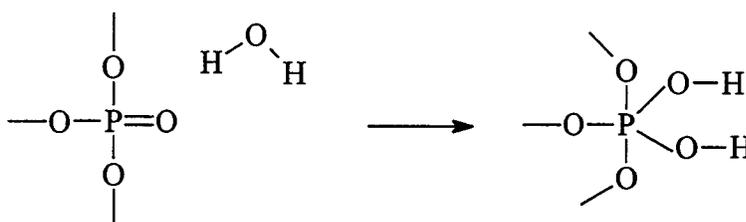
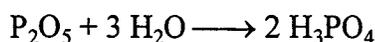


Figure D14 : Mécanisme d'absorption d'une molécule d'eau sur la double liaison (P = O).

En analyse infrarouge, la vibration de la structure  $\text{P}_2\text{O}_5$  est visible à  $1330 \text{ cm}^{-1}$ , alors que la forme  $\text{P}_2\text{O}_5$  n'est pas détectable<sup>80</sup>. Il en découle que la disparition du pic à  $1330 \text{ cm}^{-1}$  sur les spectres infrarouges (Cf. courbe D10), en fonction du temps de stockage, est caractéristique de cette réaction. L'apparition d'un pic supplémentaire à  $930 \text{ cm}^{-1}$ , correspondant cette fois à la vibration de la liaison Si-OH, confirme l'absorption d'eau.

En terme de fiabilité, les couches dopées au phosphore sont moins stables dans le temps. Le risque est double :

- L'étude de ces deux oxydes montre que le dopage au phosphore influence l'absorption d'humidité. La quantité de phosphore contenue dans la couche a un impact direct sur l'absorption.
- La présence à la fois d'eau et de phosphore dans une couche d'oxyde peut provoquer à forte dose la création d'acide phosphorique.



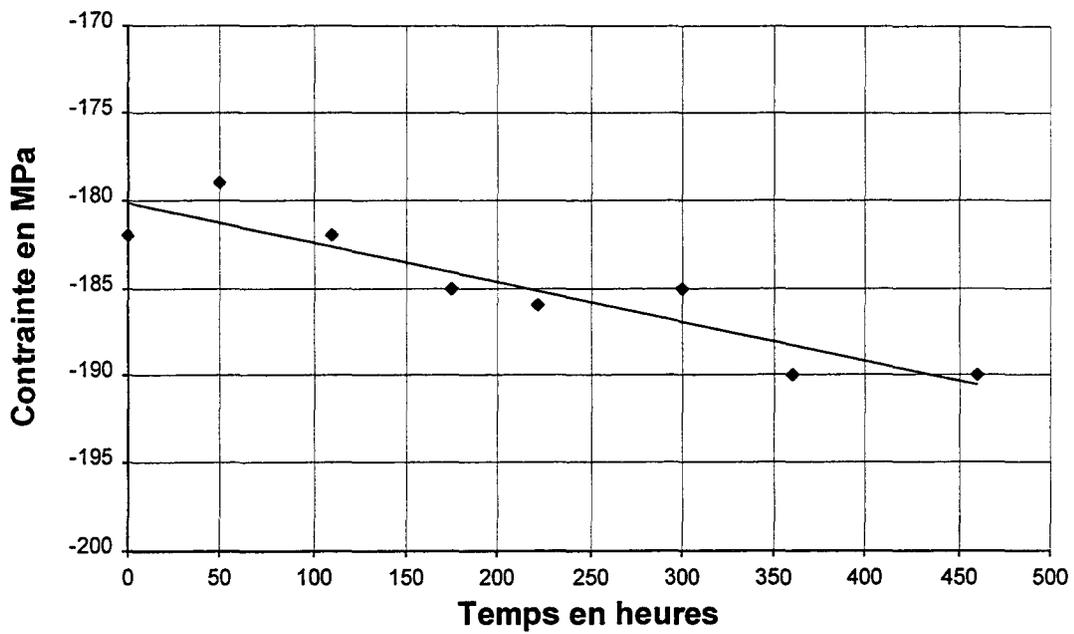


Figure D15 : Evolution de la contrainte d'une couche de nitrure PECVD en fonction du temps.

---

La création de cet acide va d'une part favoriser les courants de fuites et d'autre part engendrer la corrosion des bandes métalliques. Elle constitue à ce titre un risque important de dégradation.

En pratique, dans le procédé QUBIC, la couche de PSG, qui est la plus perméable à l'eau, constitue la partie supérieure du tricouche d'interconnexion. Elle est donc la plus exposée à l'absorption d'humidité. Elle se trouve en contact direct avec les couches métalliques et doit protéger le silicate glass (SOG) de l'humidité. Il est donc primordial de réduire le temps d'exposition à l'air de cette couche pour minimiser les risques liés à l'absorption d'eau.

#### NITRURE ET COUCHE DE PASSIVATION.

L'évolution du nitrure PECVD en fonction du temps de stockage est négligeable, comme le montre la courbe D15. Ce résultat n'est pas surprenant puisque les couches de nitrure PECVD rentrent fréquemment dans la composition des couches de passivation qui servent de barrière contre l'humidité. Elles représentent à ce titre une excellente isolation contre l'humidité. Les variations observées sont de quelques pour-cent. Ils proviennent vraisemblablement plus de l'incertitude de mesure que d'un phénomène physique.

La passivation (5000 Å de PSG et 8000 Å de nitrure) est la dernière couche déposée pendant la fabrication des circuits intégrés. Cette couche doit, entre autres, isoler les circuits contre les influences de l'environnement extérieur et principalement contre l'humidité.

Dans le procédé QUBIC, elle est composée d'une couche d'oxyde dopé au phosphore recouverte d'une couche de nitrure PECVD. Cet empilement possède l'avantage d'ajouter les propriétés des deux matériaux.

- Le PSG possède une contrainte compressive plus faible que celle de l'oxyde non dopé (USG) et du nitrure. Il permet donc de limiter les effets sur le dernier niveau métallique.
- En ce qui concerne les contraintes extrinsèques, les molécules d'eau sont stoppées par la couche de nitrure et n'atteignent jamais la couche de PSG. Le circuit est complètement imperméabilisé par la présence du nitrure.

#### **IV.2.2.2. COUCHES DEPOSEES EN PHASE VAPEUR A PRESSION ATMOSPHERIQUE.**

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que le dopage au phosphore et la technique de dépôt influencent l'absorption d'humidité. Ici, l'étude d'une couche de BPSG déposée par technique APCVD, utilisée dans le procédé QUBIC, permet de dégager clairement les différences de comportement par rapport aux couches PECVD.

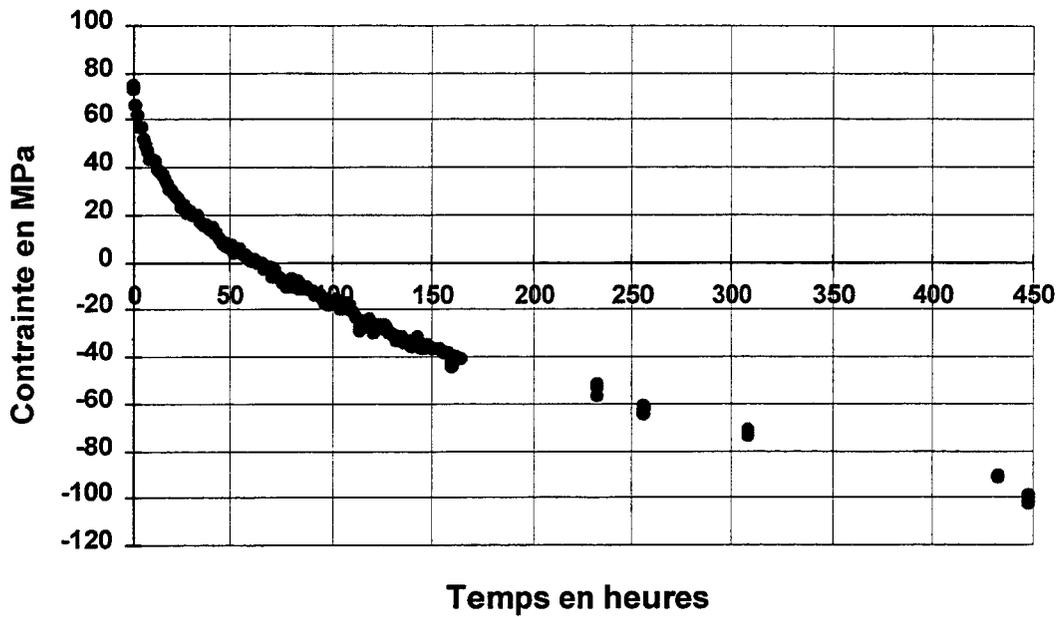


Figure D16 : Evolution de la contrainte d'une couche BPSG APCVD, dopée à 2.2 % en poids de bore et à 5.7 % en poids de phosphore, en fonction du temps.

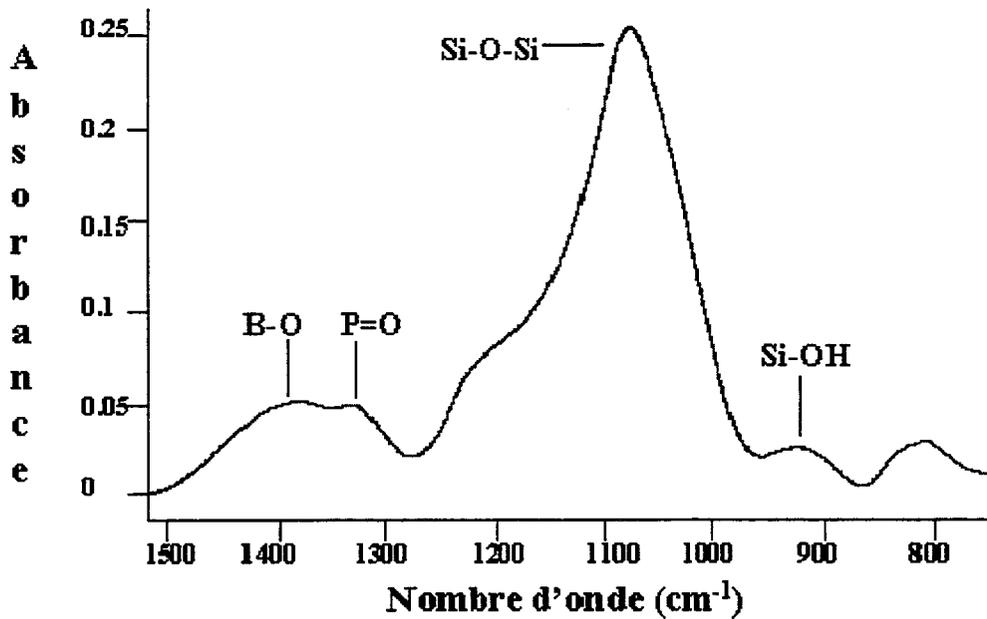


Figure D17 : Spectre FTIR d'une couche BPSG APCVD dopée à 2.2% en poids de bore et 5.7% en poids de phosphore.

---

## OXYDE DOPE AU PHOSPHORE ET AU BORE.

Pour effectuer l'étude de la variation de la contrainte en fonction du temps de stockage, nous avons choisi une couche de BPSG dopé à 2.2% en poids de bore et à 5.7% en poids de phosphore. Cette couche de 3000 Å d'épaisseur a subi un stockage de 500 heures. La courbe D16 montre que :

- Son état de contrainte initiale est en tension ( $\sigma_0 = 74.4$  MPa)
- Après 60 heures de stockage, elle devient compressive.
- Son coefficient de diffusion D est de  $6.54 \cdot 10^{-16}$  cm<sup>2</sup>/s.
- Sa variation totale de contrainte  $\Delta\sigma$  est de 162.5 MPa.
- Sa variation de contrainte relative  $\Delta\sigma/e_f$  est de 541 MPa/ $\mu\text{m}$ .

Les couches d'oxydes APCVD sont par nature plus poreuses que celles réalisées par technique PECVD qui utilise un bombardement "in situ". Il n'est donc pas surprenant que la variation relative de contrainte soit largement supérieure à celle des oxydes étudiés précédemment.

L'analyse qualitative infra-rouge de cet oxyde dopé au phosphore et au bore montre la présence d'un pic à 1370 cm<sup>-1</sup> et à 1330 cm<sup>-1</sup> respectivement caractéristique des liaisons B-O et P=O (Figure D17). Les hauteurs de ces deux pics sont très semblables. Cela provient du fait que la couche est constituée de 6.7% de molécules de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et de 6.0% de molécules de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

De la même façon que pour l'oxyde PECVD dopé au phosphore, on peut corréler la disparition du pic à 1330 cm<sup>-1</sup> avec l'absorption d'eau et montrer de cette façon que le mécanisme est semblable.

L'influence conjuguée du pourcentage de bore et de phosphore est relativement complexe<sup>81</sup> parce que les deux dopants contrôlent deux mécanismes différents pour les couches déposées par APCVD :

- Plus la quantité de phosphore est importante dans la structure, plus la couche est dense et limite l'absorption. Le phosphore contrôle l'absorption en profondeur.
- Plus la couche est riche en molécules de bore, plus elle possède une forte concentration d'eau en surface. Le bore contrôle l'absorption surfacique.

Cela se traduit par le fait que si l'on fixe la concentration de bore (absorption en surface) et que l'on augmente la quantité de phosphore, alors l'absorption décroît parce que le matériau devient plus dense. Inversement, si l'on fixe la concentration de phosphore (vitesse d'absorption en profondeur) et que l'on augmente la quantité de bore, l'absorption croît parce qu'il y a une plus d'absorption surfacique.

Pour éviter tout problème, il est habituellement recommandé de ne pas dépasser 5% en poids de bore et 8 % de phosphore.



Figure D18a : Présence de  $BPO_4$  au voisinage d'une ligne métallique.

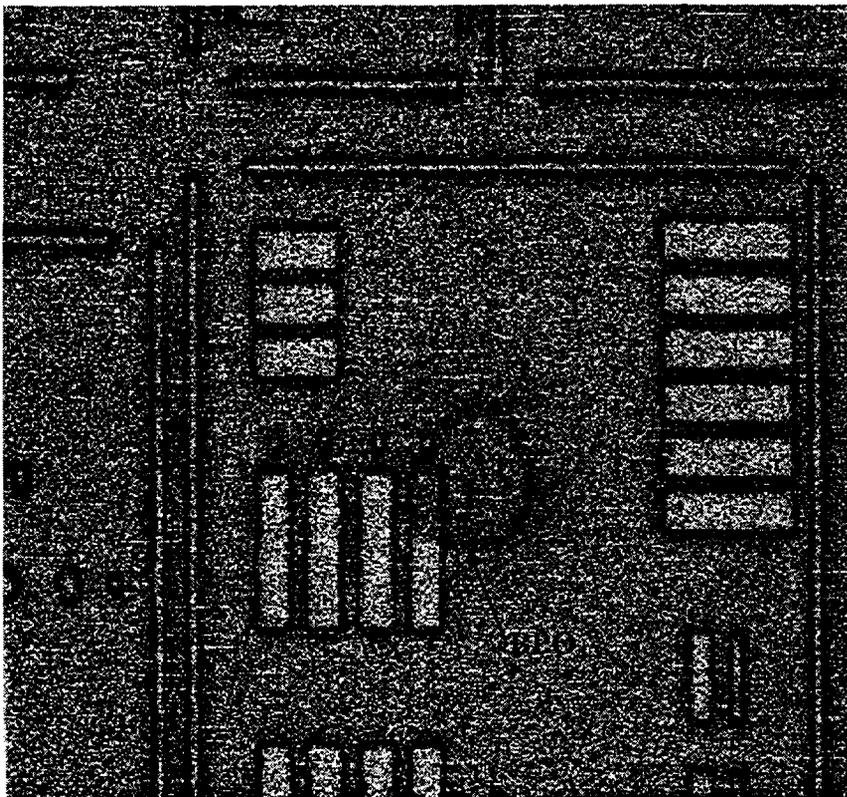
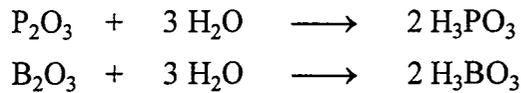
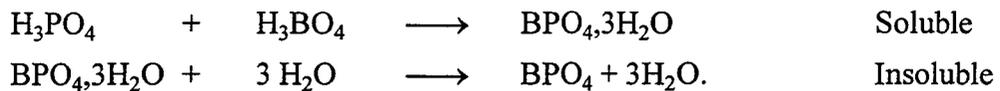


Figure D18b : Risque de défaillance du circuit directement lié à la présence de  $BPO_4$ .

Les risques liés à l'absorption d'eau pour les oxydes dopés au bore et au phosphore sont doublés par la présence des deux dopants. La présence dans la structure d'une forte concentration d'eau peut entraîner, par réaction chimique parasite, la création d'acides phosphorique et borique.



De plus, la combinaison de ces deux acides provoque la dévitrification du verre par formation d'une molécule  $\text{BPO}_4$  sous forme soluble, qui après une phase de densification sous  $\text{N}_2$  ou  $\text{O}_2$  peut devenir insoluble, selon les mécanismes :



La présence de molécules de  $\text{BPO}_4$ , très difficiles à graver, peut soit provoquer des défauts de fonctionnements électriques, soit fragiliser ultérieurement les bandes métalliques (Figure D18). Ces défauts peuvent diminuer la durée de vie des circuits. Il est donc indispensable de limiter la quantité d'eau présente dans les couches BPSG.

#### **IV.2.3. ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA CONTRAINTE EXTRINSEQUE DES COUCHES C.V.D. APRES RECUIT.**

Une fois le matériau déposé en couche mince sur la plaque de silicium, il subit différents recuits pendant le cycle de fabrication. Certains d'entre eux sont additionnels comme les recuits de densification ou de fluage et d'autres sont induits lors de la phase de dépôt des couches supérieures. Comme nous venons de le montrer dans les sections précédentes, une couche soumise à un stockage prolongé dans une atmosphère humide (50%) à température ambiante absorbe une certaine quantité d'eau. Une augmentation de la température de l'échantillon favorise la désorption de l'eau incorporée dans le film. Cette évaporation va entraîner une modification du volume libre et donc une modification de la contrainte extrinsèque.

Lorsqu'une couche subit un recuit thermique, l'apport énergétique provoque la désorption mais peut en plus créer une densification de la matière. Elle provient du réarrangement structural de la couche pour minimiser son énergie interne.

Dans cette partie, nous étudions l'effet du recuit sur la désorption d'eau et son influence sur la réabsorption des différents oxydes C.V.D. dopés observés précédemment.

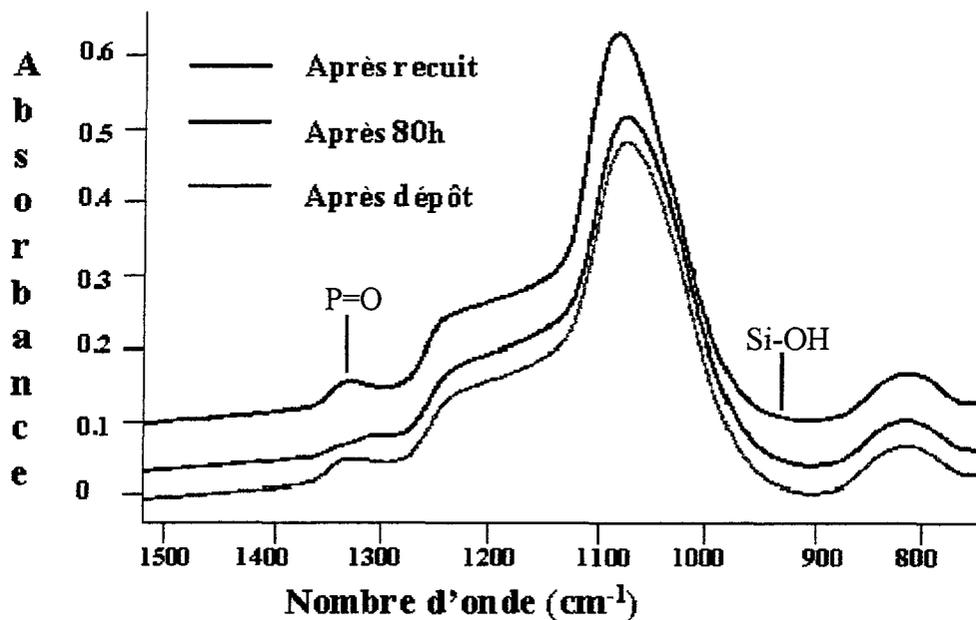


Figure D19 : Comparaison des spectres FTIR décalés d'une couche PSG dopée à 4 % en poids après dépôt, après 80 heures de stockage et juste après recuit.

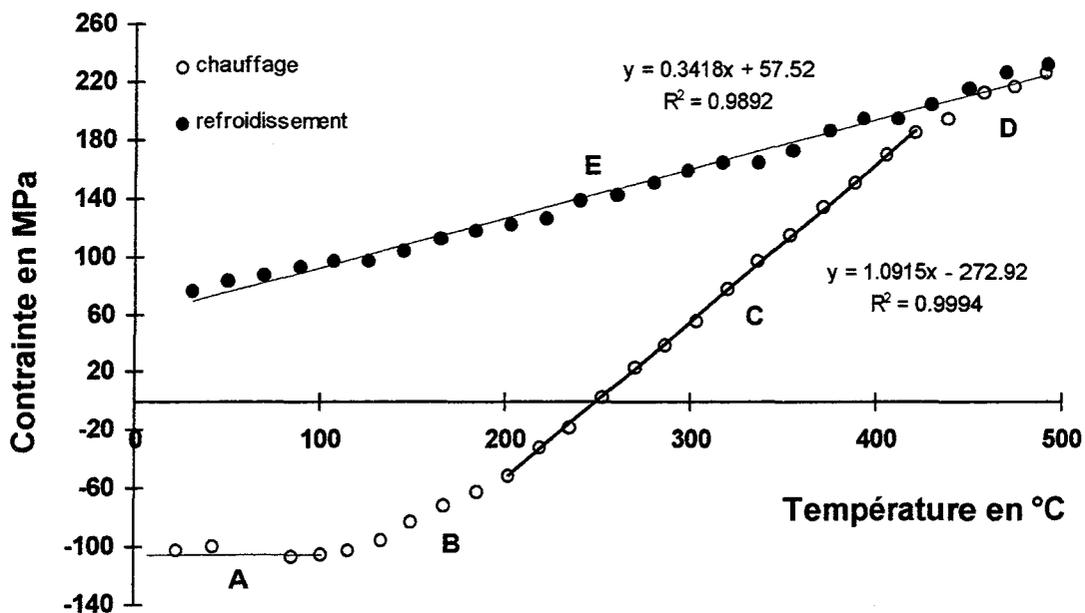


Figure D20 : Evolution de la contrainte d'une couche de BPSG APCVD, après un stockage de 500 heures à température ambiante et sous 50 % d'hygrométrie, en fonction du recuit.

---

#### IV.2.3.1. DESORPTION DE L'EAU

L'absorption d'eau dans la structure peut être mise en évidence par une analyse FTIR. Par analogie, cette technique peut également montrer le phénomène inverse de désorption.

En superposant et en décalant les trois spectres infrarouges mesurés respectivement après dépôt, après une exposition de 80 heures à l'air ambiant et après recuit de 60 minutes à 450°C (Figure D19), nous observons :

- la réapparition du pic à 1330  $\text{cm}^{-1}$  caractéristique de la présence de  $\text{P}_2\text{O}_5$  dans la structure après recuit. Il y a donc transformation de la nature de cette liaison, lors du stockage, due à l'absorption d'humidité, mais sous l'effet du chauffage la structure retrouve son état initial.

- une légère variation du pic à 940  $\text{cm}^{-1}$  caractéristique de la liaison Si-OH. L'eau incorporée dans la couche pendant les 80 heures subit une évaporation sous l'effet de la chaleur.

La structure retrouve après recuit un spectre infrarouge semblable à celui du matériau après dépôt. Dans un premier temps, on peut dire que l'effet du recuit :

- permet de dégazer l'eau absorbée lors du stockage sous atmosphère humide,
- donne la possibilité à la structure de retrouver un état structural libéré des modifications dues à l'absorption de l'eau.

##### **a) Etude d'un oxyde APCVD.**

Pour obtenir plus d'information sur la désorption d'humidité, il est intéressant à ce stade de regarder l'évolution "in situ" d'une couche lors d'un recuit, après une période de stockage prolongée. Cette étude est réalisée à l'aide du FSM500TC. Pour illustrer ce phénomène, nous avons étudié l'évolution de la contrainte totale d'un film d'oxyde BPSG déposé par APCVD en fonction de la montée en température (15°C/min). Il est dopé à 5.8% en poids de phosphore et 2.2% en poids de bore, et a subi un stockage de 500 heures. La variation expérimentale est représentée figure D20. L'évolution de la contrainte moyenne totale lors de l'élévation en température peut être décrite et décomposée en cinq domaines. Bien entendu, les limites des zones définies ci-dessous sont indicatives et dépendent entre autres des conditions opératoires (la vitesse de montée en température de l'équipement de mesure notamment).

##### **- Zone A : jusqu'à environ 100°C**

Dans cette gamme de température la contrainte évolue très faiblement. Aux températures inférieures à 100°C environ, la courbe est linéaire et la pente presque nulle. L'apport énergétique du chauffage n'est pas suffisant pour déclencher la

---

désorption de l'eau incorporée dans la couche. Elle ne peut intervenir que lorsque les molécules d'eau passent dans un état gazeux.

Dans cette zone, la contrainte totale est la somme des contraintes thermiques et extrinsèques. Le phénomène de dilatation thermique différentielle, entre la couche de borophospho-silicate-glass et le substrat qui devrait se produire, semble être légèrement retardé.

**- Zone B : entre 100°C et 200°C.**

A ces températures, le phénomène de désorption d'eau peut prendre naissance mais sa vitesse reste tout d'abord très faible. Dans un premier temps l'évaporation d'une molécule d'eau est trop lente pour que nous observions une variation de volume libre avec une montée de 15°C par minute. Ensuite avec l'augmentation de la température, la cinétique de désorption croît légèrement et le phénomène devient perceptible. Dans cette gamme de température, la vitesse de désorption est fonction de la température. L'étude de Wu<sup>42</sup> indique de la même manière que la désorption débute entre 140°C et 200°C.

**- Zone C : entre 200°C et la température de dépôt (430°C).**

Cette fois la vitesse de désorption est suffisamment rapide pour que la variation de volume libre entraîne une relaxation des contraintes compressives visibles. La vitesse de désorption est constante et elle n'est plus limitée par l'apport énergétique mais par la capacité de la couche à libérer des molécules d'eau. Cette vitesse de désorption peut être déterminée à partir de la pente déduite de la courbe expérimentale. Mais cette pente est la superposition de deux phénomènes bien distincts : l'effet de la contrainte thermique et celui de la contrainte extrinsèque.

$$\Delta\sigma_{\text{totale}} = \Delta\sigma_{\text{extrinsèque}} + \Delta\sigma_{\text{thermique}}$$

$\Delta\sigma_{\text{thermique}}$  : La contrainte thermique provient de la différence de coefficient de dilatation thermique entre la couche et le substrat. Elle est déduite expérimentalement lors du second refroidissement de l'échantillon (15°C/min) sous atmosphère dépourvue d'humidité.

$\Delta\sigma_{\text{extrinsèque}}$  : En supposant que la désorption d'humidité est un phénomène linéaire en fonction de la température, on peut déduire mathématiquement le coefficient directeur de la variation de contrainte due à la désorption. Il faut pour cela soustraire la variation de contrainte thermique définie précédemment à la variation de contrainte totale (Cf. Tableau XIV page 128).

**- Zone D : entre la température de dépôt et 500°C.**

La température de dépôt est de 430°C pour la couche BPSG étudiée. Au-delà de cette température la couche reçoit une énergie thermique supérieure à celle enregistrée lors de sa création. Dans le cas général, il est nécessaire de faire intervenir la variation de contrainte intrinsèque. Dans cette zone la variation de contrainte est :

$$\Delta\sigma_{\text{totale}} = \Delta\sigma_{\text{extrinsèque}} + \Delta\sigma_{\text{thermique}} + \Delta\sigma_{\text{intrinsèque}}$$

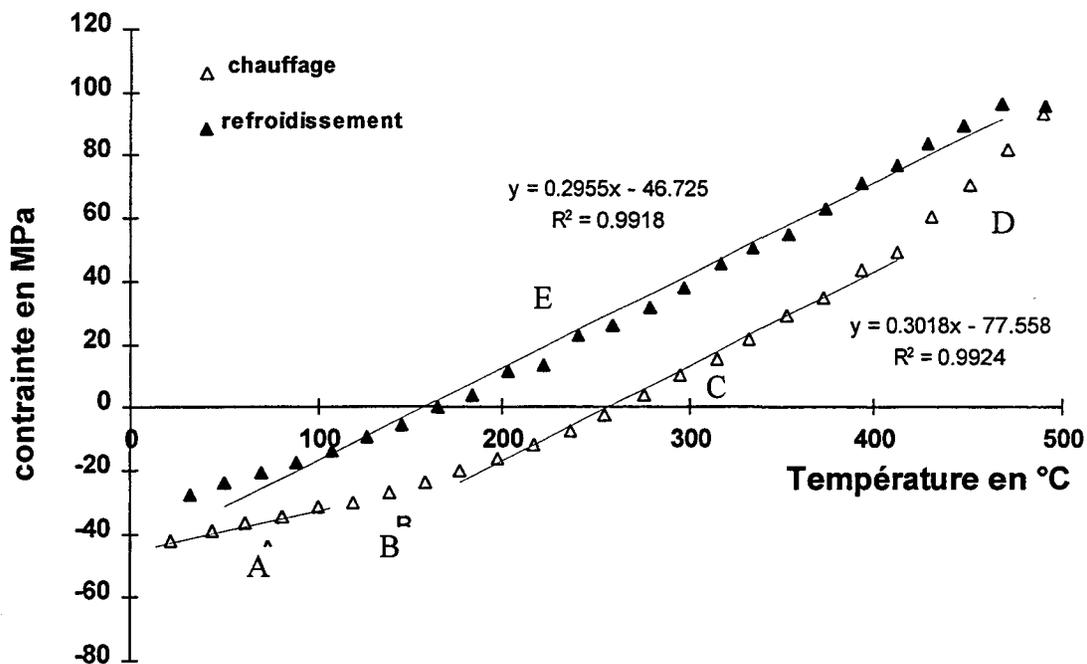


Figure D21 : Evolution de la contrainte d'une couche de PSG PECVD dopée à 4 % en poids, après un stockage de 5 heures à température ambiante et sous 50 % d'hygrométrie, en fonction du recuit.

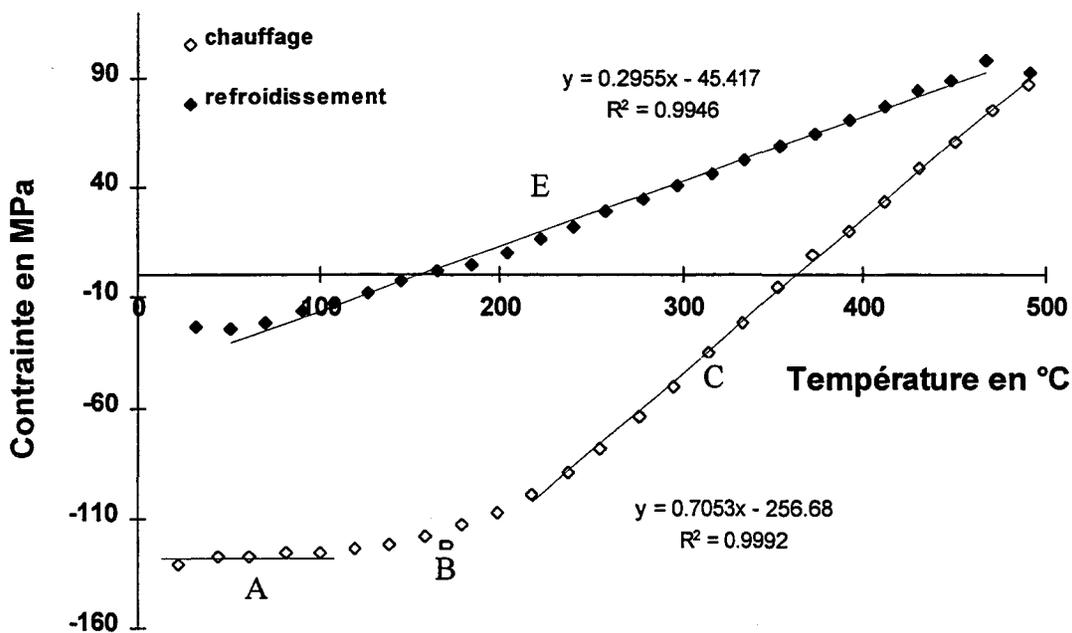


Figure D22 : Evolution de la contrainte d'une couche de PSG PECVD dopée à 4 % en poids, après un stockage de 1500 heures à température ambiante et sous 50 % d'hygrométrie, en fonction du recuit.

---

Dans le cas de la couche BPSG étudiée, l'inflexion de la courbe semble montrer que toute l'eau incorporée dans la structure est entièrement évaporée. La contribution de la contrainte extrinsèque devient donc nulle ( $\Delta\sigma_{\text{thermique}} = 0$ ). La pente tend à se rapprocher d'une variation purement thermique, il semble donc qu'aucun phénomène de densification structurale est lieu ( $\Delta\sigma_{\text{intrinsèque}} = 0$ ).

**- Zone E : de 500°C à température ambiante.**

La descente en température sous atmosphère neutre met en jeu exclusivement la variation de contrainte thermique vue précédemment, lorsque toute l'eau a été évaporée lors de la montée en température.

Cette décomposition en cinq zones ne s'appuie pas sur un modèle physique élaboré mais permet de décrire simplement les variations de contraintes observées. Pour confirmer cette approche et l'affiner, il est souhaitable de l'appliquer à d'autres oxydes CVD et dans des conditions de fortes et de faibles absorptions.

**b) Etude d'un oxyde PECVD.**

Une étude a été réalisée sur deux couches PSG dopées à 4% en poids de phosphore et déposées par technique PECVD avec 50% de basse fréquence. L'un de ces échantillons a subi un stockage de 5 heures (Figure D21) et l'autre de 1500 heures (Figure D22). Leur contrainte initiale à température ambiante est différente car la quantité d'eau incorporée est elle-même différente. Mais de la même façon que pour le BPSG, l'évolution de la contrainte totale peut être analysée en cinq domaines distincts.

**○ Oxyde PSG après 5 heures d'absorption.**

La variation de la contrainte du PSG stocké sur une courte période de 5 heures peut être également décomposée en 5 zones. Les différences observées par rapport à l'analyse précédente s'expliquent pour chaque zone par :

**Zone A :** Le mécanisme purement thermique est moins perturbé par la présence des molécules dans la structure, du fait d'un temps de stockage limité. Il semblerait que cette pente soit en relation avec la quantité d'eau contenue dans la couche.

**Zone B :** Du fait de la très faible quantité d'eau à évacuer, la désorption n'est pas limitée par l'apport énergétique mais par le nombre de molécules d'eau. Dans cette zone les contraintes tendent déjà vers un comportement thermique.

---

**Zone C** : Les molécules d'eau ayant été éliminées à l'étape précédente, la variation est d'origine purement thermique; ce qui se traduit par une évolution parallèle de la courbe de chauffage et de refroidissement dans cette gamme de température.

**Zone D** : Après la température de dépôt (400 °C), le comportement de la courbe ne peut pas s'expliquer par la désorption de l'eau incorporée pendant le stockage puisque la structure n'en possède plus. En fait, ce phénomène est bien dû à une variation très légère de la structure interne de l'échantillon. Le fait de dépasser la température de composition du matériau peut provoquer une légère réorganisation structurale. Cette modification s'explique cette fois par la désorption d'un autre groupement, puisque l'on observe une évolution en tension. On peut constater que cette variation va dans le même sens que celle observée dans le cas du nitrure PECVD soumis à un recuit thermique (Cf. section II.1.). Par analogie, on peut supposer que la variation est due à la désorption de groupement Si-H présent dans la structure.

○ Oxyde PSG après 1500 heures.

En ce qui concerne le PSG stocké à l'air pendant 1500 heures, les différentes phases de désorption décrites précédemment pour le BPSG peuvent être directement transcrites.

Dans la zone D, aucune modification notable de pente n'est observée. Cette différence provient du fait que la quantité d'eau à désorber de la couche est importante et que ce mécanisme se poursuit jusqu'à 500 °C. La variation intrinsèque observée sur la couche PSG stockée pendant 5 heures est soit négligeable soit bloquée par l'évaporation.

**c) Analyse et comparaison des résultats.**

La comparaison de ces trois expériences permet d'apporter quelques éclaircissements :

- Le coefficient de désorption (Tableau XIV) est plus important pour le BPSG APCVD que pour les oxydes PECVD. Cela provient du fait que par nature il est plus poreux et libère plus facilement l'eau incorporée.

	Coef Total MPa°C <sup>-1</sup>	Coef Thermique MPa°C <sup>-1</sup>	Coef Désorption MPa°C <sup>-1</sup>
PSG 5 h	0.30	0.30	0.01
PSG 1500 h	0.71	0.30	0.41
BPSG 500 h	1.10	0.35	0.75

Tableau XIV : Résultats récapitulatifs des coefficients de désorption déterminés à partir des courbes expérimentales.

- On peut noter que la couche PSG atteint le même état de contrainte après désorption qu'elle soit stockée pendant 5 ou 1500 heures (Figure D23). La transformation intrinsèque observée sur la couche PSG stockée pendant 5 heures a également lieu pour la couche stockée 1500 heures. Cette transformation est donc masquée par la désorption.

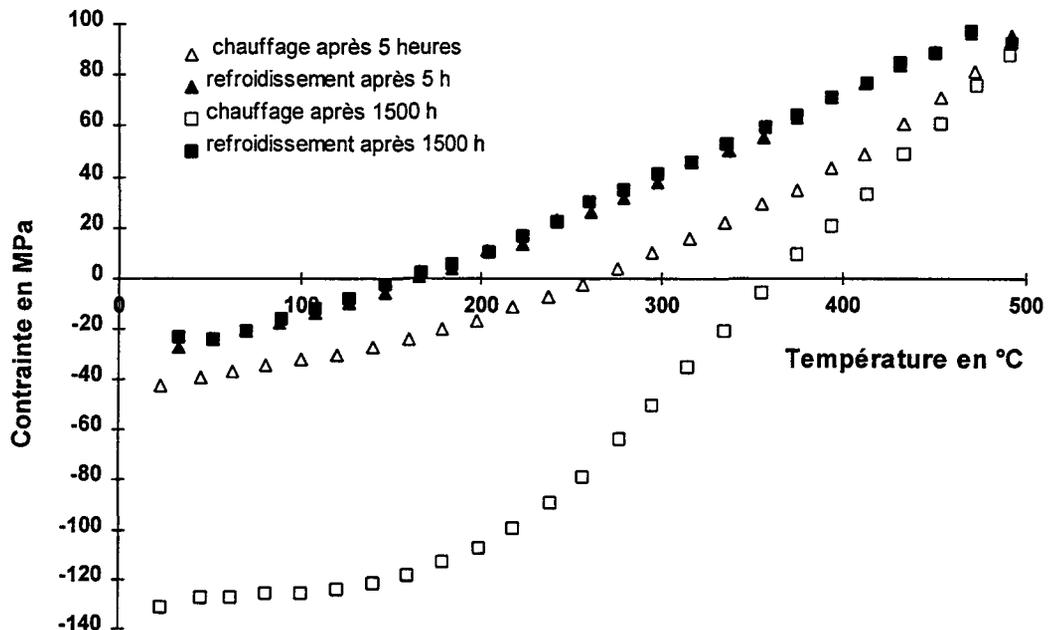


Figure D23 : Superposition de l'évolution de la contrainte en fonction de la température de chauffage pour une couche de PSG après 5 heures et 1500 heures de stockage.

#### d) Domaines d'influences des différentes contraintes.

Les variations observées lors d'un recuit font intervenir les trois composantes de la contrainte. Leur domaine d'influence respective est tel que :

- **la contribution thermique** est présente tout le long du cycle, et elle peut être quantifiée directement par la pente de la courbe lors du refroidissement si toute l'eau est évaporée lors du chauffage (Cf. Chapitre. II).
- **la contribution extrinsèque** intervient jusqu'à l'évaporation totale de l'eau contenue dans la structure. Elle dépend de la quantité d'eau incorporée dans la couche, du coefficient d'évaporation, du coefficient de diffusion et de la vitesse de montée en température lors du recuit. On peut dire que si aucune réaction chimique secondaire n'intervient entre les atomes constituant la couche et les molécules d'eau, l'absorption d'humidité est un phénomène réversible.
- **la contribution intrinsèque** peut intervenir uniquement lorsque la température de dépôt est dépassée. La modification de structure est alors

irréversible. Elle peut soit provoquer la densification de la structure, soit favoriser l'évaporation de groupements piégés lors de la croissance de la couche. Dans le premier cas la variation de contrainte est en compression et dans le second cas en tension.

#### IV.2.3.2. DENSIFICATION DE LA STRUCTURE.

L'absorption d'eau semble être un phénomène réversible n'entraînant pas de modification majeure dans la structure amorphe SiO<sub>2</sub> pure ou faiblement dopée. Mais le fait de dépasser la température de dépôt modifie la structure interne du matériau, il est donc intéressant de se pencher sur les effets de la densification.

Le recuit thermique sous atmosphère neutre peut provoquer une densification de la couche par réarrangement structural. Pour des recuits de 500 °C, la densification est faible pour les oxydes. Pour tenter de l'observer expérimentalement nous avons étudié la variation de l'indice de réfraction après passage dans un four de recuit. La relation de Gladstone-Dale<sup>82</sup> relie la densité  $\rho$  avec l'indice de réfraction  $n$  ( $\rho = K_1 (n-1)$ ).

Matériaux	Variation de l'indice de réfraction			Variation de la contrainte en MPa		
	Avant recuit	Après recuit	Variation en %	Avant recuit	Après recuit	Variation en %
USG	1.505	1.504	0	-69.5	-61.4	12
PSG	1.476	1.475	0	-41.1	-21.6	48
BPSG	1.462	1.462	0	57.9	46.2	20

Tableau XV : Etude de la variation de l'indice de réfraction et de la contrainte avant et après passage dans un four de recuit.

De plus, nous avons relevé la variation d'épaisseur de la couche et la variation de sa vitesse de gravure humide.

Matériaux	Vitesse de gravure en Å/s			Perte d'épaisseur en Å		
	Avant recuit	Après recuit	Variation en %	Avant recuit	Après recuit	Variation en %
USG	38.7	36.6	5.4	4914	4912	0
PSG	81.4	73.7	9.5	4892	4902	0
BPSG	40.5	35.2	13.1	2934	2940	0

Tableau XVI : Etude de la variation de la vitesse de gravure dans du BOE 7:1 et de l'épaisseur avant et après passage dans un four de recuit.

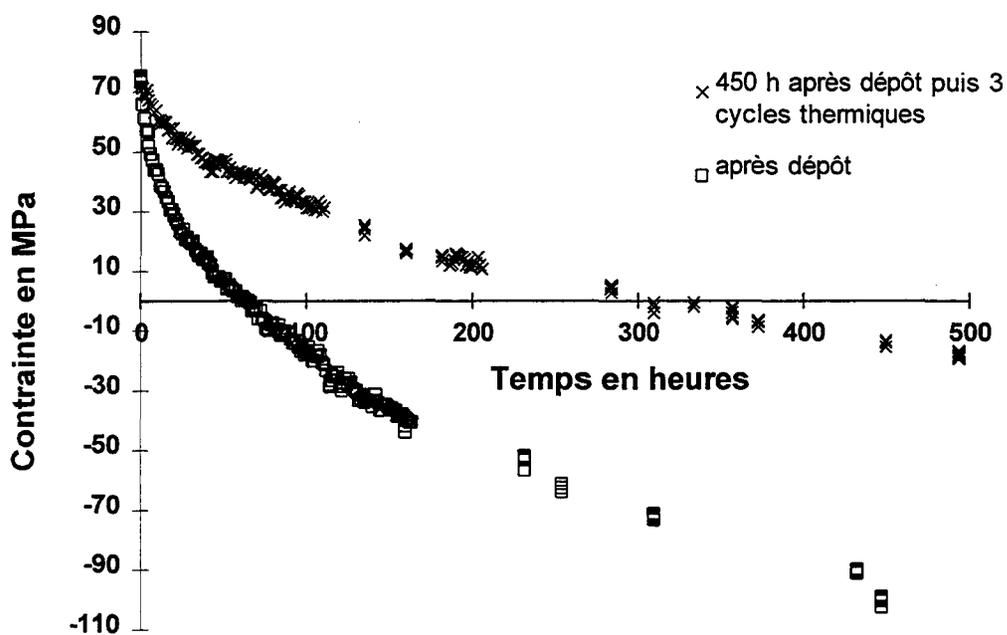


Figure D24 : Evolution de la contrainte en fonction du temps de stockage pour une couche de BPSG APCVD avant et après recuit

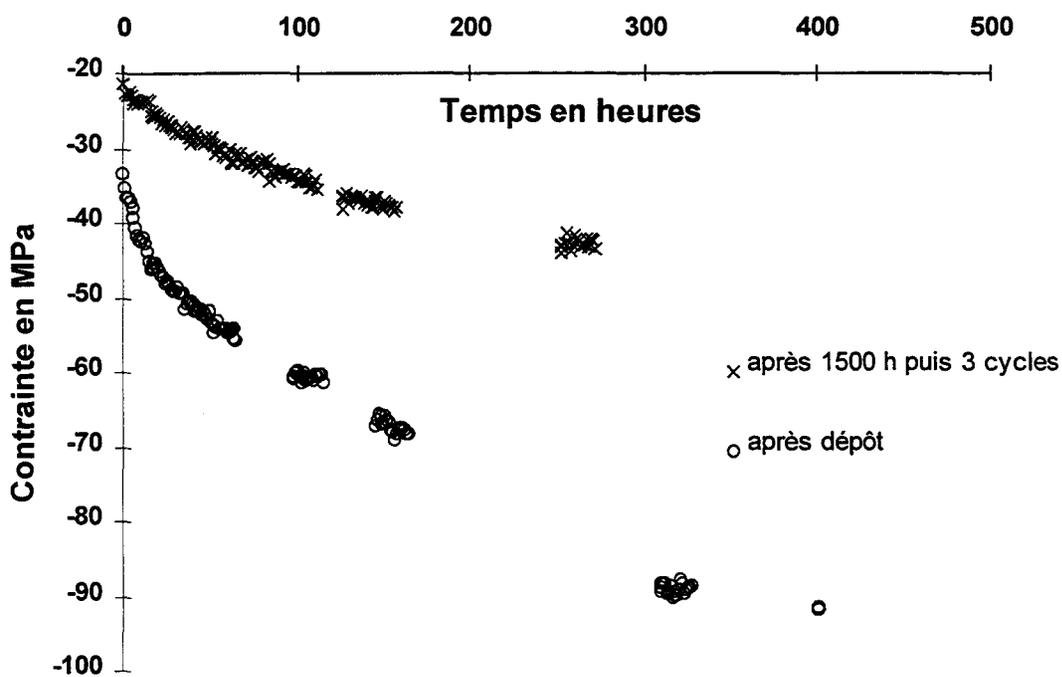


Figure D25 : Evolution de la contrainte en fonction du temps de stockage pour une couche de PSG PECVD avant et après recuit

Les résultats montrent que l'indice de réfraction ainsi que l'épaisseur du film ne sont pas sensibles aux faibles modifications structurales. En revanche, la variation de vitesse de gravure et la variation de contrainte indiquent que les couches dopées subissent une légère modification. La vitesse de gravure du BPSG est plus faible que celle du PSG, malgré la présence en son sein d'une contrainte en tension.

Un véritable réarrangement "massif" nécessite du temps et ne peut avoir lieu qu'à température relativement élevée.

#### IV.2.3.3. REABSORPTION APRES RECUIT.

Maintenant que nous savons qu'une couche recuite à une température suffisamment élevée se densifie légèrement et dégaze l'eau qu'elle a pu incorporer lors de son stockage sous atmosphère humide, on peut se demander ce qu'elle devient face à l'humidité ambiante. Une étude sur la réabsorption (Figures D24 et D25) après un recuit dans le FSM500TC montre que sa capacité ainsi que la vitesse d'absorption sont réduites. Cette étude porte uniquement sur les matériaux dopés qui montrent à la fois la plus forte absorption et la plus grande sensibilité au recuit. Le tableau XVII récapitule les résultats obtenus.

	BPSG		PSG	
	Avant	Après	Avant	Après
D cm <sup>2</sup> /s	6.54 10 <sup>-16</sup>	0.54 10 <sup>-17</sup>	7.16 10 <sup>-16</sup>	0.64 10 <sup>-17</sup>
σ <sub>0</sub> MPa	74.4	75	-31.5	-19.9
e <sub>f</sub>	3000	2998	6250	6240
Δσ <sub>∞</sub> MPa	<b>162</b>	<b>126</b>	<b>105</b>	<b>44</b>
Δσ/e <sub>f</sub> MPa/μm	<b>540</b>	<b>420</b>	<b>168</b>	<b>70</b>

Tableau XVII : Comparaison du coefficient de diffusion de l'eau (D), de la contrainte initiale (σ<sub>0</sub>), et de la variation de contrainte (Δσ/e<sub>f</sub>).

Les couches APCVD et PECVD dopées au phosphore montrent une instabilité dans le temps. Un recuit thermique permet de réduire le phénomène d'absorption, et donc de mieux stabiliser la couche dans le temps. Pour améliorer la fiabilité, il serait bon d'intégrer dans le procédé un recuit pour densifier chaque couche d'oxyde amorphe après dépôt, mais le budget thermique total supporté par la plaque, est limité par de nombreux phénomènes, comme par exemple la diffusion de l'aluminium à travers la barrière de WTi. Par ailleurs, un traitement thermique efficace nécessite des températures dépassant la température de réorganisation qui est de l'ordre de 800°C. Une telle température ne peut pas être utilisée pour les couches intermétalliques puisque le point de fusion de l'aluminium est de 660°C.

En terme de fiabilité, le dégazage des couches n'est possible que s'il existe une surface libre permettant aux vapeurs formées de se libérer de la couche, mais si la surface est recouverte par un autre film, alors cette évaporation est confinée et peut provoquer la formation de contraintes supplémentaires en tension dans la couche.

Cette contrainte peut devenir suffisamment importante pour entraîner une fracture de la couche superficielle.

Il est important de prendre en compte les phénomènes d'absorption et de désorption (c'est à dire l'effet des contraintes extrinsèques) pour fiabiliser un procédé. En production, il faut utiliser des couches denses faiblement compressives, ou à défaut mettre en place un recuit thermique et si cela n'est pas possible, limiter l'absorption en fixant des délais en production.

#### IV.2.4. COUCHES DEPOSEES PAR PELLICULAGE.

Le SOG étudié dans cette partie est un silicate dopé au phosphore à 4% en poids. Les silicates sont des matériaux réputés très poreux qui absorbent beaucoup d'eau. On peut donc s'attendre à ce que leur comportement en fonction du temps soit semblable à celui des couches déposées par technique C.V.D mais avec une évolution compressive plus marquée. La courbe (Figure D26) représentant l'évolution de la contrainte totale à température ambiante après dépôt (300 °C) d'une couche de 1200 Å d'épaisseur, montre :

① une évolution compressive très rapide pendant les trente premières minutes. Cette évolution est en accord avec un mécanisme d'absorption d'eau très rapide.

② une évolution en tension qui débute au bout de trente minutes. Cette augmentation de la contrainte totale en fonction du temps de stockage est en contradiction avec un mécanisme d'absorption d'eau. La variation de volume libre tend à être négative, nous sommes alors plus proche d'un mécanisme de désorption.

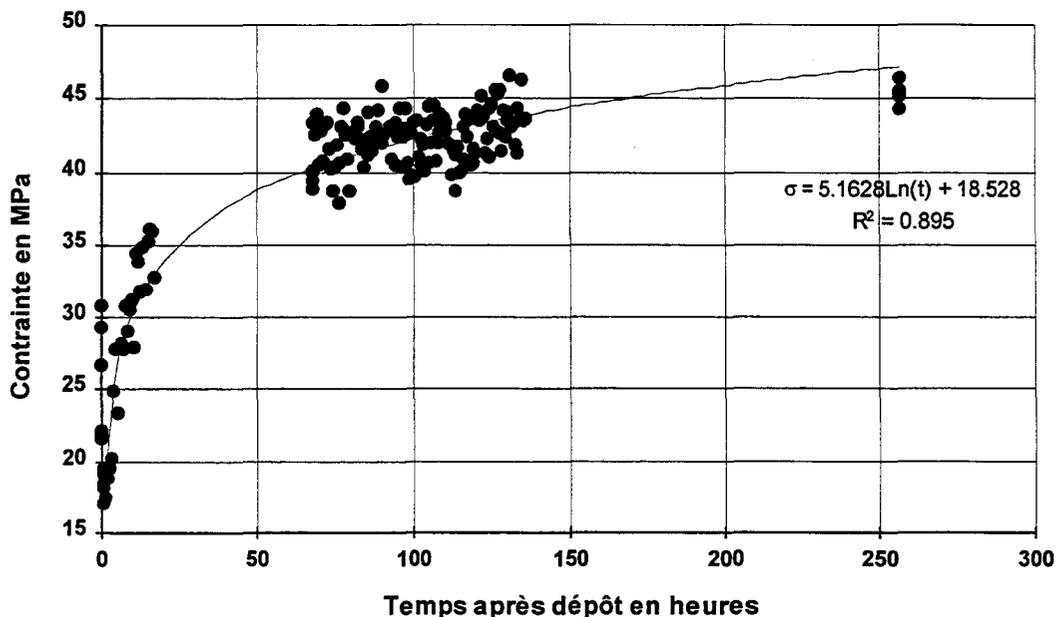


Figure D26 : Evolution de la contrainte en fonction du temps d'une couche de silicate dopée à 4% en poids de phosphore d'épaisseur 1200 Å.

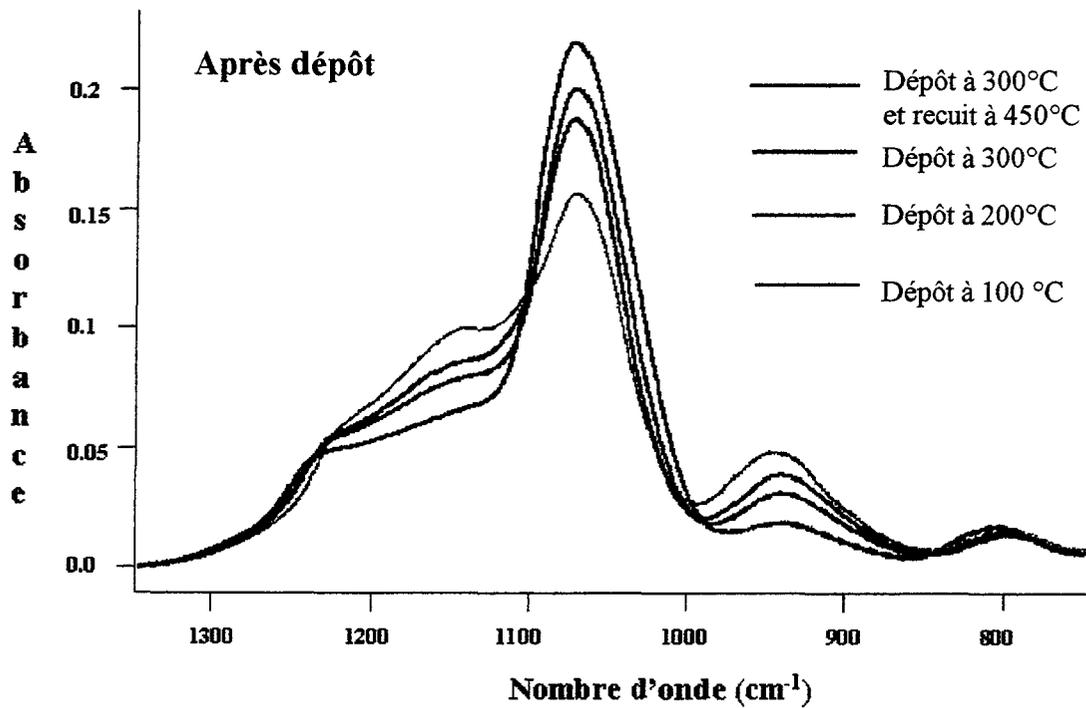


Figure D27: Comparaison des spectres infrarouges ( $1350 \text{ cm}^{-1}$  à  $750 \text{ cm}^{-1}$ ) d'un silicate (SOG) après dépôt en fonction de sa température de dépôt et de recuit.

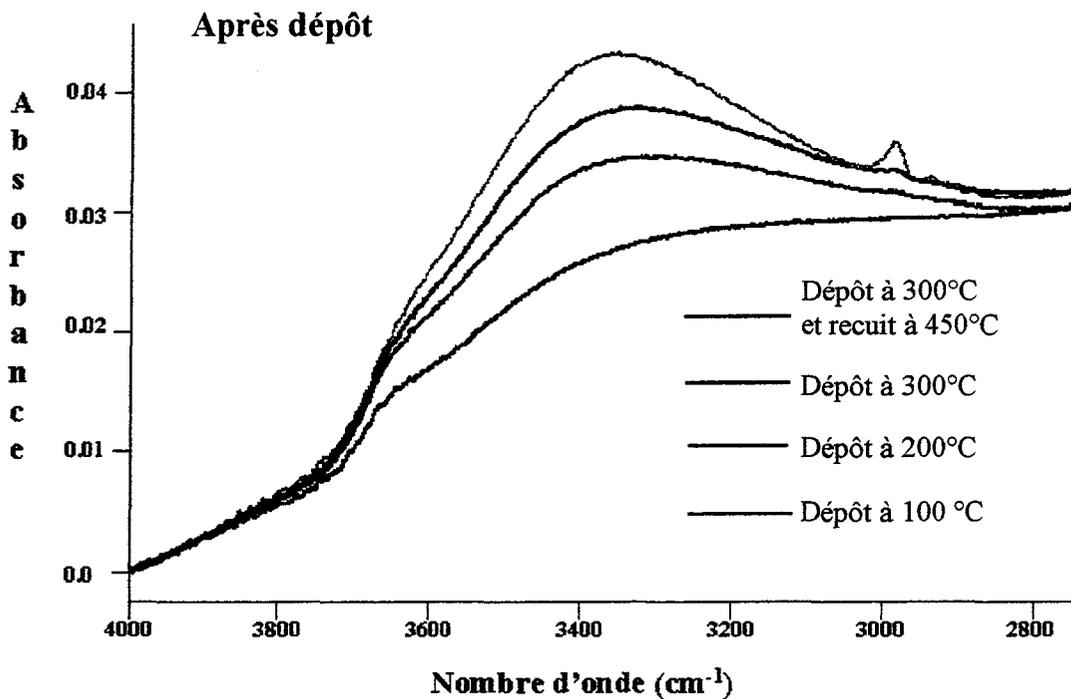


Figure D28: Comparaison des spectres infrarouges ( $4000 \text{ cm}^{-1}$  à  $2700 \text{ cm}^{-1}$ ) d'un silicate (SOG) après dépôt en fonction de sa température de dépôt et de recuit.

---

Dans l'ensemble de cette section, nous allons tenter de comprendre le deuxième phénomène mis en jeu. Deux études sur les variations observées ont été réalisées, d'une part en fonction de la température de recuit et d'autre part en fonction du temps de stockage. Ces deux études portent sur quatre couches qui ont été réalisées respectivement avec une température maximum de dépôt de 100°C, 200°C et 300°C et avec un recuit à 450°C dans un four sous atmosphère d'azote. Sur chacune de ces couches, différents paramètres ont été mesurés ou observés : l'épaisseur de la couche, sa contrainte, son spectre IR ainsi qu'une observation de l'aspect de la plaque au microscope.

#### IV.2.4.1. EVOLUTION DES PARAMETRES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DE RECUIT.

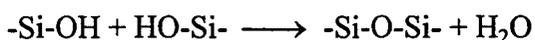
L'étude de la couche après dépôt en fonction de la température maximale à laquelle est soumise la plaque permet de comprendre l'état structural initial de chaque couche et de comprendre l'influence de la température.

##### a) Spectre IR :

L'étude des spectres IR de ces quatre échantillons après dépôt peut être décomposée en deux domaines, l'un compris entre 750 cm<sup>-1</sup> et 1350 cm<sup>-1</sup> et l'autre entre 2700 cm<sup>-1</sup> et 4000 cm<sup>-1</sup> (Figures D27 et D28). L'analyse de ces différents spectres permet de tirer plusieurs conclusions.

□ Seule la structure de la couche "100°C" présente des pics à 2950 cm<sup>-1</sup> et 2990 cm<sup>-1</sup> caractéristiques des liaisons (-CH<sub>x</sub>). L'hydrolyse du Tetra-Ethyl-Ortho Silane (TEOS) n'est pas complète à cette température. Il reste des groupements de types Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4-n</sub>OH<sub>n</sub>, où n correspond au degré d'hydrolyse. La réaction de transformation du TEOS en groupement Si(OH)<sub>4</sub> nécessite un apport énergétique. Les autres spectres semblent indiquer qu'il ne reste plus que quelques traces de solvant pour les couches déposées à 200°C et 300°C, et qu'il a totalement disparu pour la couche recuite à 450°C.

□ L'augmentation du nombre de liaisons Si-O-Si qui absorbent par étirement à 1075 cm<sup>-1</sup> confirme le fait que la structure tend à devenir de plus en plus réticulée. La réaction entre les groupements -Si-OH dépend de la température.



Par ailleurs le pic à 1150 cm<sup>-1</sup> est caractéristique de l'étirement déphasé de l'oxygène au sein du tétraèdre SiO<sub>4</sub>. Le rapport R de ces deux pics (1075 cm<sup>-1</sup> / 1150 cm<sup>-1</sup>) permet de donner une indication sur l'état de stoechiométrie de la structure (Tableau XVIII). Pai<sup>83</sup> a montré pour des oxydes C.V.D que ce rapport est de l'ordre de 0.43 dans une structure stoechiométrique SiO<sub>2</sub> et de 0.62 pour SiO<sub>1.3</sub>. Dans notre cas on peut voir que plus la température de recuit est importante, plus ce rapport diminue. La structure se densifie.

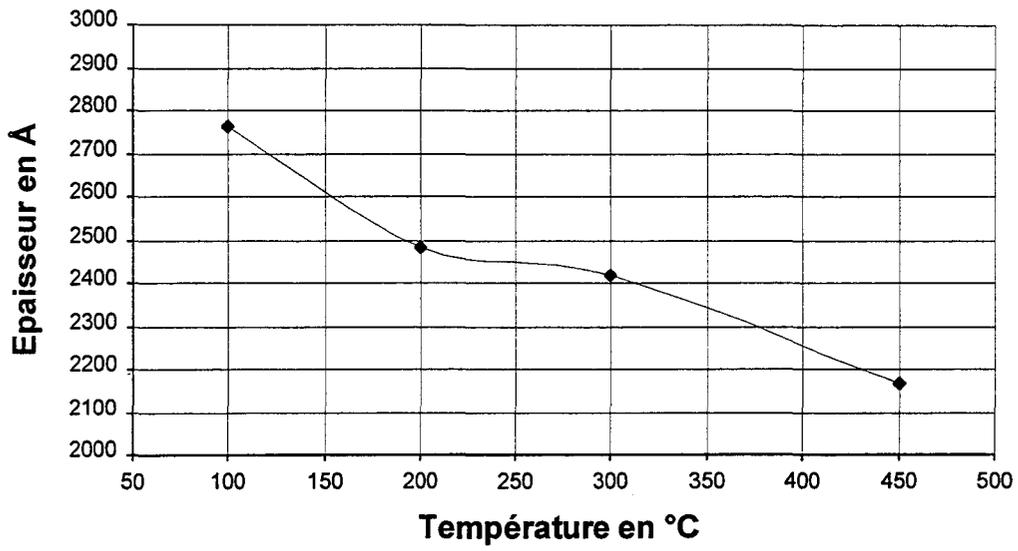


Figure D30 : Evolution de l'épaisseur d'une couche de silicate (SOG) en fonction de la température de dépôt ou de recuit.

Température en °C	Absorbance à 1075 cm <sup>-1</sup>	Absorbance à 1150 cm <sup>-1</sup>	Rapport
100	95	61	0.64
200	115	52	0.45
300	124	48	0.39
450	134	39	0.30

Tableau XVIII : Valeurs de l'absorbance à 1075 cm<sup>-1</sup> caractéristique de l'étirement de la liaison Si-O-Si, de celles à 1150 cm<sup>-1</sup> caractéristique de l'étirement déphasé de l'oxygène, et du rapport de ces deux absorbances en fonction de la température de dépôt ou recuit.

□ La diminution du pic représentant l'absorption à 940 cm<sup>-1</sup> de la liaison Si-OH indique que la structure, sous l'effet de la température, élimine ce type de liaison par désorption d'eau. Cette modification est directement liée à l'augmentation du nombre de liaison Si-O-Si.

□ Le pic à 3355 cm<sup>-1</sup> caractéristique des liaisons silanols liées par une liaison hydrogène diminue fortement en fonction de la température. Par ailleurs, le pic à 3646 cm<sup>-1</sup>, indiquant la présence de liaisons silanols isolées, ne présente pas de modification notable à 100°C, 200°C et 300°C. A 450°C la structure possède encore ce type de liaison.



Figure D29: Représentations schématiques de la structure d'un silanol isolé et d'un silanol lié.

La différence d'évolution de ces deux pics s'explique par le fait que l'élimination de liaisons silanols liées nécessite moins d'énergie que les liaisons isolées.

### b) Epaisseur :

L'épaisseur après dépôt à 100°C est de l'ordre de 2750 Å et décroît en fonction de la température (Figure D30). La perte d'épaisseur atteint plus de 20 % pour la plaque recuite à 450 °C. Cette évolution s'explique par le fait que la structure dégage l'alcool et l'eau qu'elle contient<sup>79</sup> sous l'effet de la température.

### c) Les contraintes :

Les contraintes des différents échantillons après dépôt (Figure D31) montrent un état fortement compressif de la couche à 100 °C. Ce résultat peut être expliqué par la présence de deux mécanismes concurrents : la désorption qui est montrée par l'analyse des spectres infrarouges et la densification mise en évidence par la variation d'épaisseur.

A 100 °C, la matrice de l'oxyde est incomplète (peu dense) mais par contre elle est gorgée d'eau (H<sub>2</sub>O) et de groupement (-CH<sub>x</sub>). La structure se trouve donc en compression. Sous l'effet de la température la structure s'hydrolyse et évapore une partie de l'eau qu'elle contient. Le volume libre tend à diminuer, une contrainte en tension se manifeste. Au-delà de 200 °C, la courbure se stabilise, sous l'action conjuguée de l'évaporation et de la densification. A 450 °C, la température ainsi que le temps du recuit sont suffisamment élevés pour effectuer une réorganisation structurale d'où une densification qui entraîne une contrainte compressive.

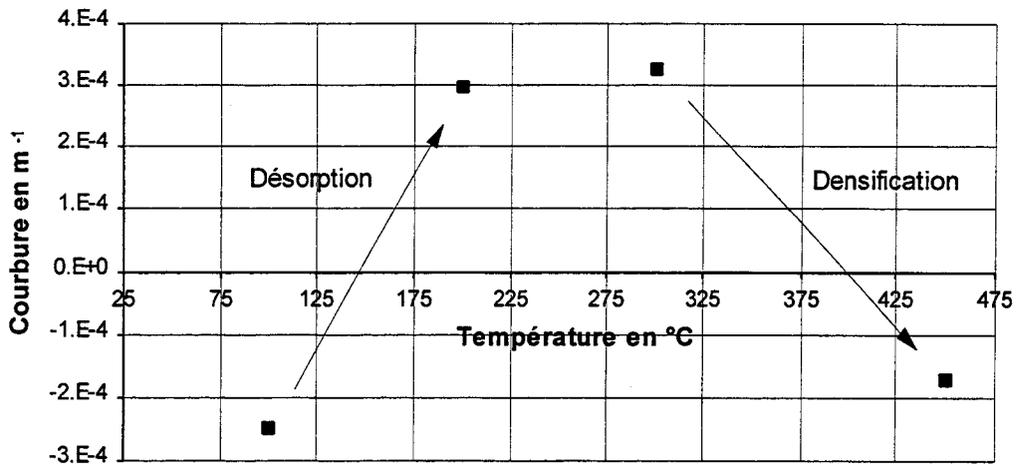


Figure D31 : Evolution de la courbure en fonction de la température de recuit d'une couche de silicate (SOG).

L'ensemble de ces observations indique que la structure se densifie sous l'effet de la température en augmentant tout d'abord le degré n d'hydrolyse du TEOS qui atteint 4 après un recuit à 450°C. Par ailleurs la quantité d'eau contenue dans la couche est évacuée proportionnellement à la température de recuit mais certains groupements silanols sont encore présents même après un recuit à 450°C.

Le second phénomène observé lors de l'évolution de la contrainte de la couche de silicate (Figure D26) peut s'expliquer par l'élimination des liaisons silanols dans le temps puisque la structure chauffée à 350°C contient encore ce type de groupement.

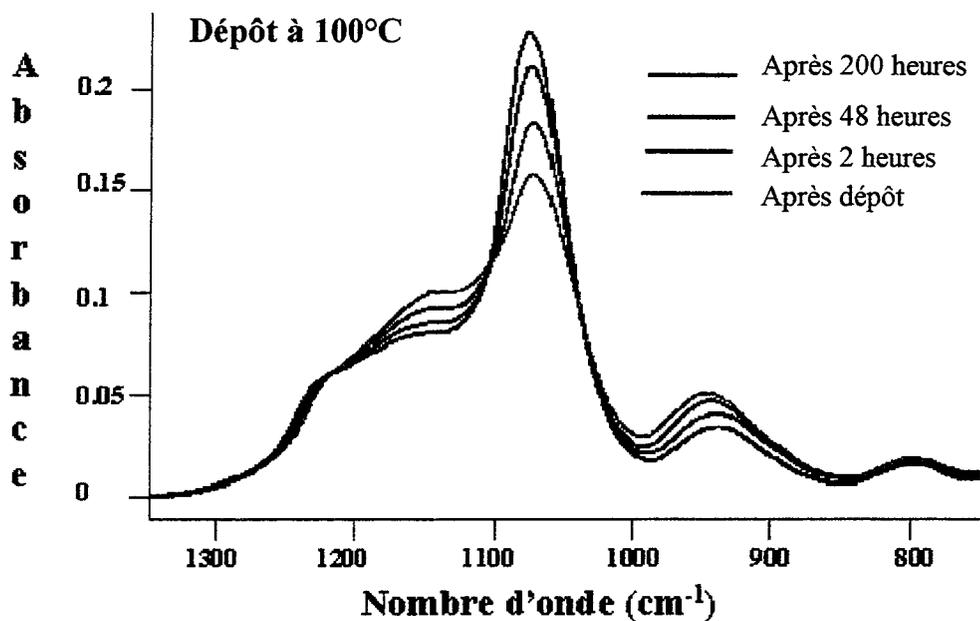


Figure D32a: Evolution du spectre infrarouge (1400 cm<sup>-1</sup> à 700 cm<sup>-1</sup>) d'un silicate (SOG) déposé à 100 °C en fonction du temps sous atmosphère humide (50 % d'hygrométrie).

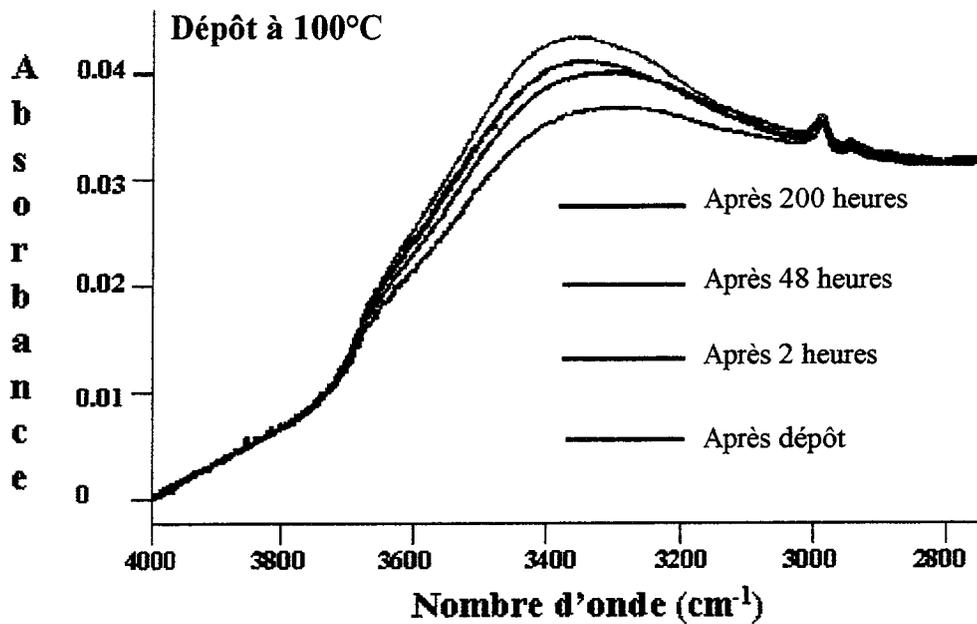


Figure D32b: Evolution du spectre infrarouge (4000 cm<sup>-1</sup> à 2700 cm<sup>-1</sup>) d'un silicate déposé à 100 °C en fonction du temps de stockage sous atmosphère humide (50 % d'hygrométrie).

---

#### IV.2.4.2. EVOLUTION DES PARAMETRES EN FONCTION DU TEMPS DE STOCKAGE.

Pour comprendre les mécanismes responsables de la variation en tension de la contrainte mécanique en fonction du temps, il est intéressant de comprendre le lien entre la nature chimique de la couche et les variations en temps.

##### a) Spectres FTIR :

###### ○ Pour la couche déposée à 100°C.

Le spectre FTIR indique que la hauteur du pic à  $1075\text{ cm}^{-1}$  augmente en fonction du temps de stockage (Figure D32a). Cette variation est de type exponentiel avec une évolution rapide dans les 50 premières heures et tend à se stabiliser par la suite (Figure D33a). Cette première observation permet de dire que le phénomène observé en fonction de la température de recuit se manifeste à température ambiante en fonction du temps. C'est à dire que les liaisons Si-OH réagissent entre elles pour former des liaisons Si-O-Si. La diminution de la quantité de liaisons Si-OH, au cours du temps ( $940\text{ cm}^{-1}$ ), confirme le mécanisme de désorption (Figure D33b).

Le rapport d'absorption (R) entre le pic à  $1075\text{ cm}^{-1}$  et  $1150\text{ cm}^{-1}$ , qui caractérise la stoechiométrie, de la couche décroît en fonction du temps une nouvelle fois de manière exponentielle (Figure D33c).

L'ensemble de ces résultats tend à montrer que la structure se polymérise pour tendre vers un oxyde parfaitement stoechiométrique lorsqu'elle est soumise à l'air ambiant. La faible température de polymérisation ou de réticulation n'est pas surprenante puisque le silicate doit être maintenu à une température comprise entre  $-1^\circ\text{C}$  et  $4^\circ\text{C}$  lors de son stockage avant utilisation.

On peut remarquer que les groupements ( $-\text{CH}_x$ ) ( $2990\text{ cm}^{-1}$ ) ne peuvent pas être hydrolysés sans apport énergétique, puisque la structure en contient toujours après 200 heures (Figure D32b). Ce mécanisme nécessite une température comprise entre  $100^\circ\text{C}$  et  $200^\circ\text{C}$  pour évacuer une grande quantité de ces groupements et doit atteindre  $450^\circ\text{C}$  pour les éliminer complètement (Figure D28).

###### ○ Les couches déposées à $200^\circ\text{C}$ , $300^\circ\text{C}$ et déposée à $300^\circ\text{C}$ puis recuite à $450^\circ\text{C}$

Ces couches manifestent le même phénomène de réticulation à température ambiante que la couche déposée à  $100^\circ\text{C}$  (Figure D33a). Mais l'intensité des variations diminue en fonction de la température de dépôt. Cela provient du fait que la couche contient moins d'eau et de produits de réactions. Il est tout de même étonnant de

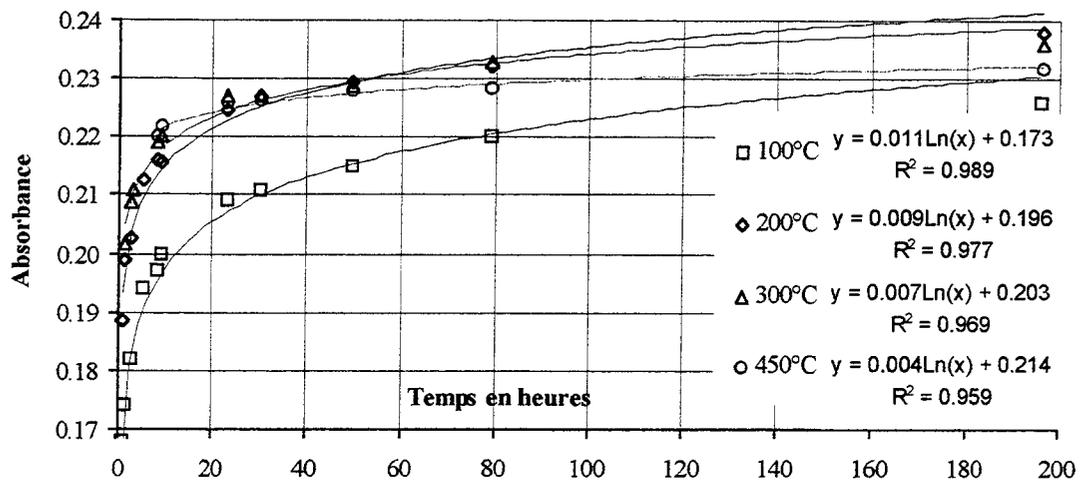


Figure D33a : Evolution de l'absorbance du pic Si-O-Si à 1075 cm<sup>-1</sup> en fonction du temps et de la température de recuit.

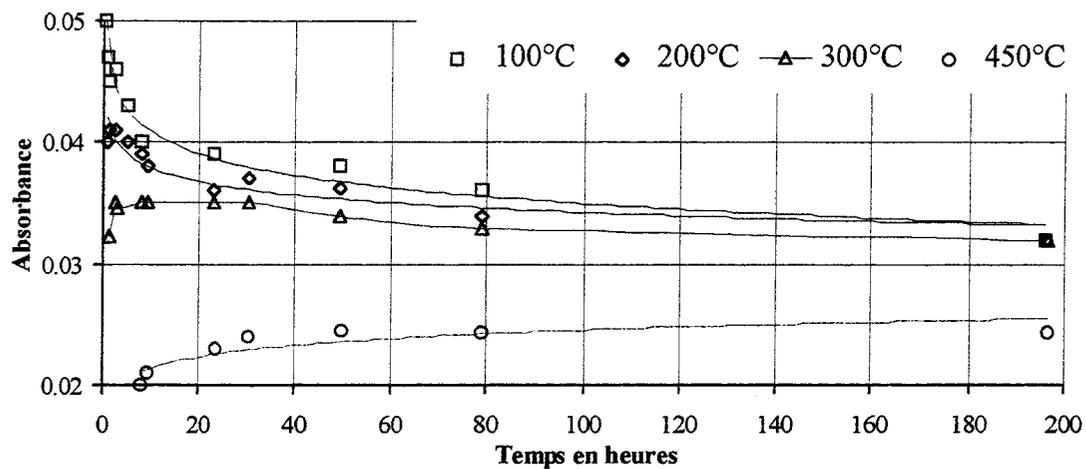


Figure D33b : Evolution de l'absorbance du pic Si-OH à 940 cm<sup>-1</sup> en fonction du temps et de la température de recuit.

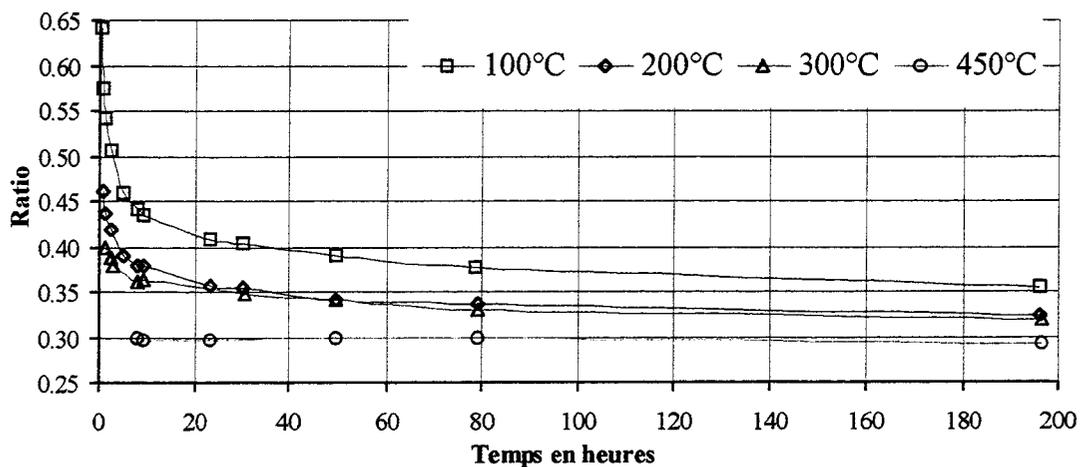


Figure D33c : Evolution du rapport d'absorption (R) entre le pic à 1075 cm<sup>-1</sup> et 1150 cm<sup>-1</sup> en fonction du temps et de la température de recuit.

constater qu'une couche déposée à 300°C (température utilisée en production) continue à se modifier chimiquement dans le temps et ce, même après un recuit de 450 °C pendant 30 minutes.

En ce qui concerne la désorption d'eau (Figure D33b), elle est réduite dans le cas de la couche à 200 °C et devient pratiquement inexistante dans le cas d'un recuit à 300 °C. La quantité de liaisons Si-OH tend à devenir similaire après 200 heures pour les trois couches non recuites (100 °C, 200 °C et 300°C). Le phénomène d'évaporation a tendance à s'inverser pour la couche recuite à 450°C. On ne constate plus d'évaporation mais au contraire une absorption d'eau. En fait, la réaction ci-dessous est réversible<sup>78</sup>.



L'évolution de la stoechiométrie (R) de la couche (Figure D33c) indique une stabilité de la couche recuite à 450°C. De plus, elle montre une évolution proche entre les couches déposées à 200 et 300°C.

### b) Variation de l'épaisseur :

La variation d'épaisseur caractérise de façon macroscopique la densification d'une couche. La figure D34 montre clairement qu'au cours du temps l'épaisseur évolue vers un état plus dense. La couche déposée à 100°C évolue de façon exponentielle avec le temps. La couche recuite à 450°C est la plus stable dans le temps.

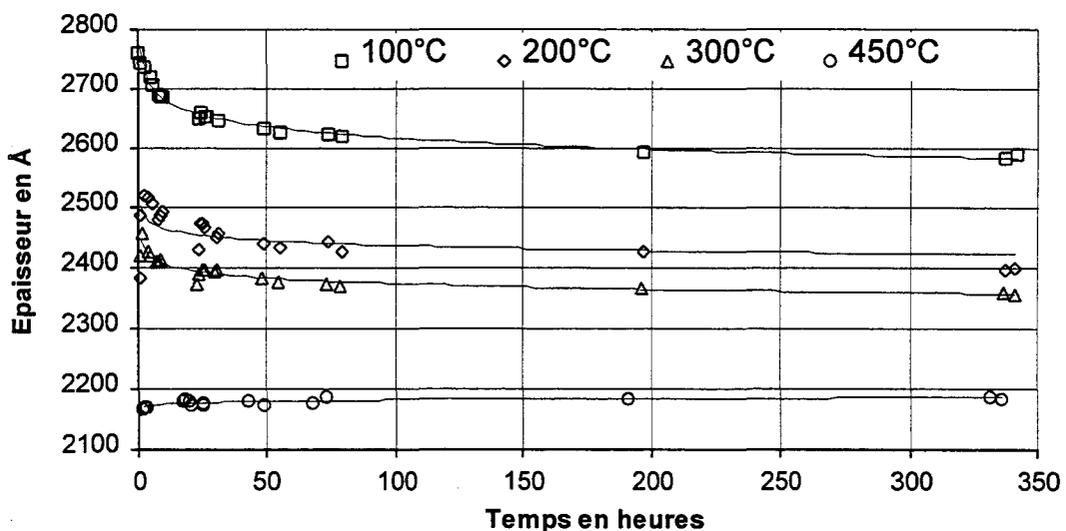


Figure D34 : Variation de l'épaisseur d'une couche de silicate (SOG) en fonction du temps et de la température de dépôt ou de recuit.

### c) Observation au microscope :

Les silicates dopés au phosphore font souvent l'objet de soins attentifs. En particulier, on les encapsule entre deux couches d'oxyde et on limite les délais entre les différentes étapes pour éviter l'absorption d'eau et par voie de conséquence la création d'acide phosphorique. Ce phénomène se produit lorsque le phosphore n'est plus sous forme pentavalente  $P_2O_5$ , ce qui est le cas pour les silicates puisque aucun pic n'est visible à  $1330\text{ cm}^{-1}$ . Ce défaut se caractérise par la présence de taches noires sur les plaques. Elles sont visibles lorsque les couches sont soumises à un stockage prolongé sous atmosphère humide.

Après une semaine de stockage les couches  $100\text{ °C}$  et  $200\text{ °C}$  ne présentent pas de défauts. Par contre, la couche à  $300\text{ °C}$  montre des défauts importants. Enfin, à  $450\text{ °C}$  ces défauts sont moins marqués. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que l'élimination des groupements OH par évaporation en fonction du temps inhibe le mécanisme d'absorption de l'eau qui est à l'origine de la formation d'acide phosphorique. Par contre, la couche recuite à  $300\text{ °C}$  est à la fois peu dense et ne désorbe plus d'eau au bout de quelques jours donc elle est susceptible d'absorber de l'eau et de créer ce type de défauts. En revanche, la couche recuite à  $450\text{ °C}$  est dense, elle est donc moins sujette à l'absorption mais ne l'élimine pas complètement. L'absorption est due à la présence au sein de la couche de liaisons Si-OH. Il faut atteindre des températures supérieures à  $600\text{ °C}$ <sup>78,79</sup> pour éliminer les liaisons Si-OH. Le mécanisme de capture des molécules d'eau par les liaisons silanols isolées peut être schématisé par :

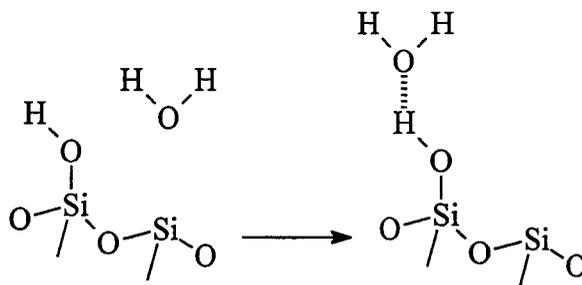


Figure D35 : Représentation schématique de la capture d'une molécule d'eau par les liaisons silanols isolées.

### d) Evolution de la contrainte :

On peut remarquer, que l'ensemble des courbes évolue vers un état en tension en fonction du temps, même la couche recuite à  $450\text{ °C}$  (Figure D36). Si l'on relie les différentes observations faites précédemment avec évolution des contraintes mécaniques, on peut tenter d'expliquer l'allure des courbes. La désorption d'eau provoque une variation négative du volume libre qui entraîne une modification en tension des contraintes. Plus les couches sont gorgées d'eau au départ, plus la variation de contrainte est marquée.

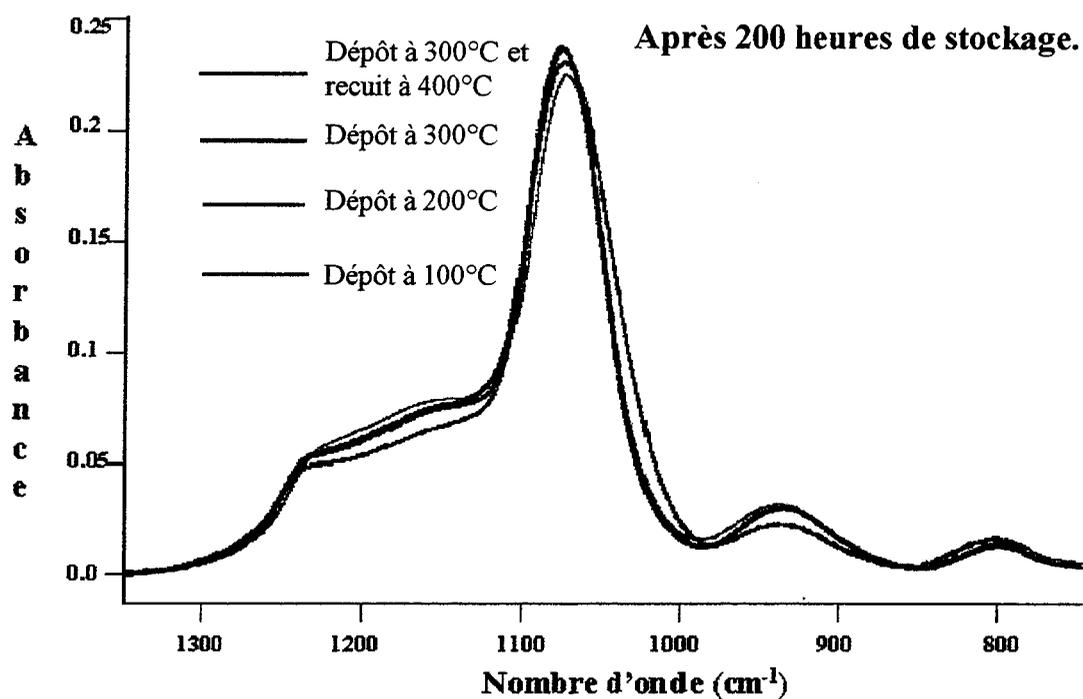


Figure D37a: Comparaison des spectres infrarouges (1400 cm<sup>-1</sup> à 700 cm<sup>-1</sup>) d'un silicate après 200 heures de stockage à température ambiante et sous 50 % d'hygrométrie en fonction de la température de dépôt et de recuit.

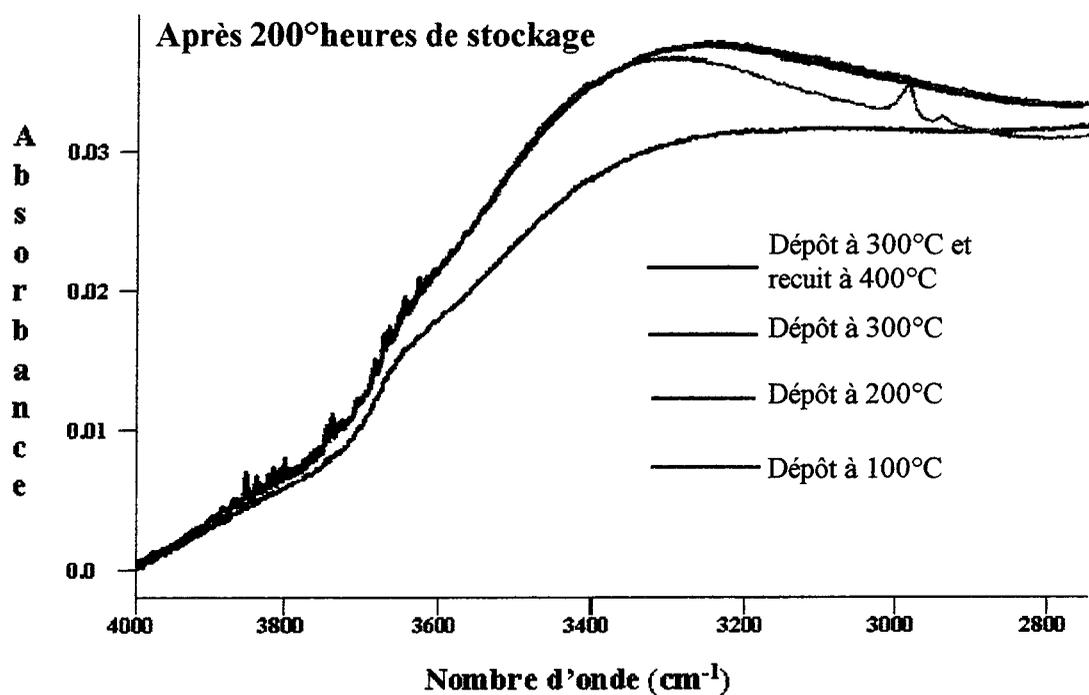


Figure D37b: Comparaison des spectres infrarouges (4000 cm<sup>-1</sup> à 2700 cm<sup>-1</sup>) d'un silicate après 200 heures de stockage à température ambiante et sous 50 % d'hygrométrie en fonction de la température de recuit.

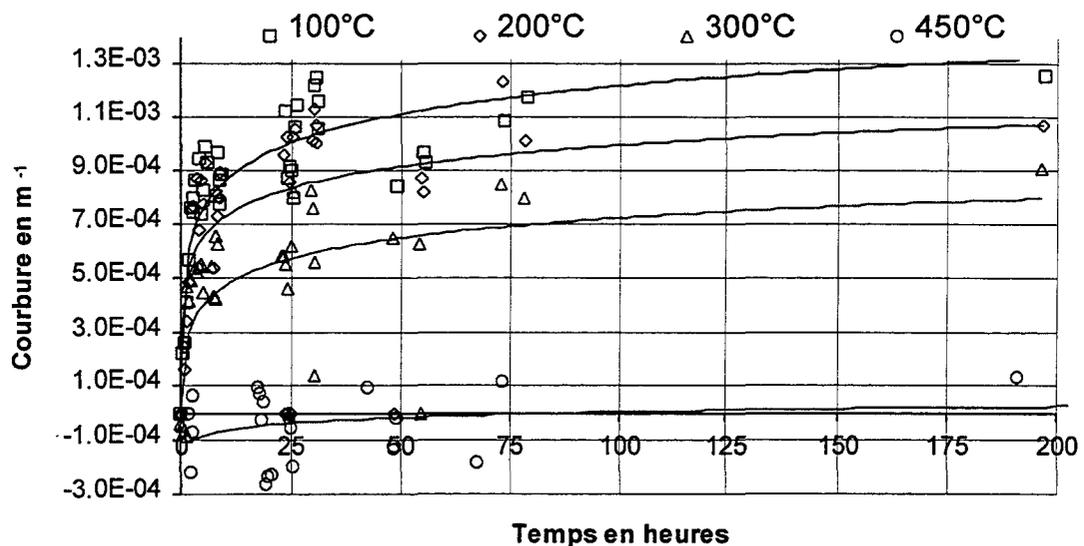


Figure D36 : Evolution de la courbure en fonction du temps. Les incertitudes de mesures proviennent de la faible reproductibilité dans cette gamme.

Si on superpose cette fois l'ensemble des couches après 200 heures, on peut voir que l'intensité du pic principal Si-O-Si absorbe dans les mêmes proportions pour les quatre échantillons (Figure D37a). Le mécanisme de polymérisation peut avoir lieu à température ambiante et se trouve accéléré par l'apport calorifique du chauffage. Malgré tout, il reste plus de liaisons Si-OH dans la structure à 100 °C et le rapport de stoechiométrie (R) reste plus important. Les modifications thermiquement activées sont nécessaires pour obtenir une couche d'oxyde de bonne qualité. Par ailleurs un budget thermique supérieur à 300°C est indispensable pour terminer l'hydrolyse du TEOS (Figure D37b).

Le comportement de la couche déposée à 300°C utilisée en production peut maintenant s'expliquer par une absorption d'eau extrêmement rapide dans les trente premières minutes qui provoque une évolution en compression. Du fait de la réversibilité de la réaction (78), la structure évolue dans le temps en évacuant les groupements OH, introduisant cette fois une contrainte en tension. Il est probable qu'une couche stockée sur une période très longue présente de nouveau, après la phase de désorption, une nouvelle étape d'absorption. La couche se modifie chimiquement en créant de l'acide phosphorique, le risque de fiabilité est donc important, ce qui explique la limitation de délais en production et l'encapsulation de la couche par deux oxydes CVD malgré un recuit à 450 °C.

---

## CONCLUSIONS GENERALES

La miniaturisation des dispositifs micro-électroniques reste encore à ce jour le meilleur moyen d'améliorer les performances des circuits intégrés. Dans cette perspective, les contraintes mécaniques des couches minces doivent être clairement identifiées et contrôlées, pour limiter les défaillances électriques des composants dans les procédés actuels et futurs.

Les défauts engendrés par les contraintes mécaniques apparaissent lorsqu'elles sont supérieures à la résistance mécanique de la couche (fissuration, délamination), lorsqu'elles entraînent un déplacement de matière (cratères, monticules) ou lorsqu'elles deviennent un facteur aggravant à l'électromigration. Pour éviter l'apparition de ces défauts, il est nécessaire de quantifier l'état de contrainte des couches minces.

Nous avons choisi d'utiliser une méthode basée sur la mesure de la courbure à partir de la déviation laser. Cette méthode permet ainsi de mesurer la déformation macroscopique de la couche. Ce choix se justifie par sa simplicité de mise en oeuvre et par sa capacité à mesurer à la fois les couches polycristallines et amorphes.

A partir de la déformation du substrat, dans le cas d'une déformation élastique, on peut déduire la contrainte mécanique de la couche en appliquant la formule dite de STONEY. Dans le cas général d'une déformation élasto-plastique, il est préférable de caractériser l'état de contrainte d'une couche mince d'une part par sa contrainte moyenne (déduite de la formule de STONEY) et d'autre part par sa contrainte maximale (proportionnelle à la courbure de la plaque de silicium).

La connaissance de la contrainte moyenne et de la contrainte maximale, nous donne l'état de contrainte globale de la couche mais ne nous permet pas encore de remonter à l'origine de ces contraintes. Pour cela il est indispensable d'extraire les composantes élémentaires que nous avons défini dans ce manuscrit comme étant la

---

contrainte intrinsèque, thermique et extrinsèque. Nous avons étudié, à ce stade, séparément chacune de ces composantes en identifiant les principaux phénomènes observés et en apportant une explication physique aux évolutions observées.

Nous nous sommes intéressés tout d'abord à la composante intrinsèque de la contrainte totale. Nous avons scindé cette étude en deux, d'un côté l'influence de la technique de dépôt et de l'autre l'influence de l'épaisseur de la couche.

L'étude des couches métalliques a montré que l'état de contrainte est lié principalement à leur structure cristallographique. Cette structure varie en fonction des conditions de dépôts. Pour la pulvérisation cathodique à courant continu (PVD), nous avons identifié que la température de dépôt, la pression dans la chambre et la puissance de pulvérisation sont les trois principaux paramètres permettant de contrôler la contrainte intrinsèque des couches métalliques.

Pour les diélectriques déposés chimiquement en phase vapeur (CVD), la principale source de contrainte intrinsèque est la présence de sous-produit de réaction dans la couche ou d'une réaction chimique incomplète lors de sa croissance. Les techniques assistées par plasma (PECVD) permettent grâce à l'ajustement du bombardement ionique in-situ, induit par la présence dans le plasma d'une puissance basse fréquence, un contrôle de la contrainte intrinsèque. Les techniques atmosphériques (APCVD), quant à elles, ne possèdent pas de moyen direct de contrôle de la contrainte. Les paramètres influents sont ceux qui assurent la qualité de la réaction chimique, tels que la température ou les débits de gaz réactifs.

Les silicates déposés par pelliculage (SOG) sont par nature très poreux et possèdent une contrainte intrinsèque fortement en tension. Les principaux facteurs qui modifient l'état de contrainte sont d'une part le cycle thermique permettant l'évaporation des solvants et la température de densification et d'autre part l'hygroscopie lors du dépôt.

L'évolution des contraintes en fonction de l'épaisseur de la couche nous a montré qu'il était possible de distinguer trois comportements en fonction de la nature cristallographique de la couche. Tout d'abord, les matériaux appartenant à la zone III de THORNTON comme les alliages d'aluminium déposés à 400°C possèdent un seuil au-delà de laquelle une réorganisation volumique de la structure se déclenche. Elle provoque une décroissance de la contrainte intrinsèque moyenne et une stabilisation de la contrainte maximale. Nous avons mis en évidence qu'il n'existe pas de gradient de contrainte dans l'épaisseur du film sauf à l'interface. Deuxièmement, les matériaux de la zone I et T comme le tungstène titane ou encore l'ensemble des matériaux diélectriques ne sont pas sujets aux réorganisations. Leur contrainte intrinsèque moyenne est constante et la contrainte maximale évolue linéairement en fonction de l'épaisseur de la couche. Enfin, par extrapolation, nous avons proposé d'étendre ce modèle à la zone II intermédiaire. En supposant que le comportement des matériaux appartenant à cette zone se réorganise en surface.

L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus sur la composante intrinsèque des couches utilisées dans le procédé QUBIC est regroupé dans le tableau VI page 80. Ces résultats donnent à la fois des informations sur l'état de contrainte intrinsèque des

---

couches et sur l'évolution de la courbure (proportionnelle à la contrainte maximale) en fonction de leur épaisseur.

Après avoir observé les paramètres qui influencent la contrainte intrinsèque, nous nous sommes intéressés de plus près à la composante thermique de la contrainte totale. Pour cette étude, nous avons utilisé un équipement permettant de mesurer la déformation de la plaque de silicium lors d'une montée en température. La gamme de température choisie est de 25°C à 500°C correspondant au cycle auquel ces couches peuvent être soumises lors de la réalisation des circuits intégrés.

Nous avons mis en évidence tout d'abord qu'il est nécessaire de prendre une multitude de précautions expérimentales pour déduire le coefficient de dilatation thermique à partir du domaine élastique de la courbe contrainte-température. Elles rendent impossible dans la pratique la détermination précise de ce coefficient. Nous nous sommes donc contentés de la mesure de la pente pour caractériser l'évolution de la contrainte thermique.

L'étude des alliages d'aluminium a montré que lors des cycles thermiques, ils subissent de nombreuses transformations. Ils passent d'un comportement purement élastique à un comportement plastique en passant lors du chauffage par des phases de recristallisation et lors du refroidissement par des phases de durcissement.

Par contre, l'alliage de tungstène titane a un comportement totalement différent des alliages d'aluminium. Cette différence provient de la structure de cette alliage qui s'apparente plus à un amorphe qu'à un polycristallin. Il se comporte de manière purement élastique mais subit une oxydation superficielle au-delà de 250°C.

L'étude des couches diélectriques a permis de montrer que la contrainte thermique des oxydes dépend étroitement de leur densité structurale et de la quantité d'espèces hydrogénées qu'elles contiennent. Les couches les plus denses montrent la plus faible évolution en fonction de la température. L'étude sur quelques couches a montré d'une part que les couches dopées ont un comportement thermique plus marqué que les couches non dopées et d'autre part que les oxydes PECVD sont plus stables que les oxydes APCVD qui sont eux-mêmes plus stables que les silicates déposés par pelliculage.

Les couches de nitrure PECVD ont un comportement légèrement différent des couches d'oxyde du fait qu'au-delà d'une certaine température un mécanisme d'évaporation libère l'hydrogène incorporé dans la structure durant la phase de dépôt. Cette évaporation a pour effet de modifier la contrainte intrinsèque de la couche en augmentant la tension du film.

Enfin, nous avons étudié la troisième et dernière composante de la contrainte totale. Les contraintes extrinsèques correspondent à l'ensemble des variations observées au cours du temps.

L'étude de la contrainte extrinsèque des alliages d'aluminium a permis de mettre en évidence que ces alliages sont soumis à un fluage dislocation. Ce phénomène provoque une décroissance exponentielle de la contrainte totale.

Le tungstène titane ainsi que le nitrure s'avèrent être des matériaux particulièrement stables dans le temps, d'où l'utilisation des couches de nitrure pour effectuer les couches de passivation.

---

Les oxydes CVD eux sont principalement sujets à l'absorption d'humidité. Nous avons caractérisé ce phénomène en mesurant à la fois la vitesse (proportionnelle au coefficient de diffusion de l'eau) et la capacité d'absorption (proportionnelle à la variation maximale de contrainte totale ramenée en unité d'épaisseur). Cette caractérisation permet entre autres de comparer les oxydes entre eux. Une nouvelle fois nous avons pu constater qu'il existe une relation entre leur état de contrainte et leur capacité d'absorption. C'est à dire que plus les oxydes possèdent une forte contrainte en tension à température ambiante, plus ils ont une capacité d'absorption élevée.

De plus, l'étude en fonction du temps de ces oxydes a permis de montrer que la vitesse et la capacité d'absorption se trouvent réduites après recuit. Ce phénomène provient d'une légère densification de la structure lors du cycle thermique.

L'ensemble du travail rapporté dans ce manuscrit contribue à l'amélioration des connaissances générales des contraintes mécaniques. Il donne la possibilité grâce à une classification des contraintes (intrinsèque, thermique, extrinsèque) de fixer des bases claires pour identifier leurs origines physiques. Ce qui permet d'apporter des réponses aux différents mécanismes rencontrés pour les matériaux présentés dans ce manuscrit, mais également donner des pistes pour d'autres matériaux qu'ils soient polycristallin ou amorphe. Par ailleurs, une meilleure connaissance globale des mécanismes responsables des contraintes entraîne un suivi en production plus efficace grâce à la mise en place de limites de contrôle (maximale / minimale). Elles permettent de produire des couches possédant une contrainte mécanique adaptée.

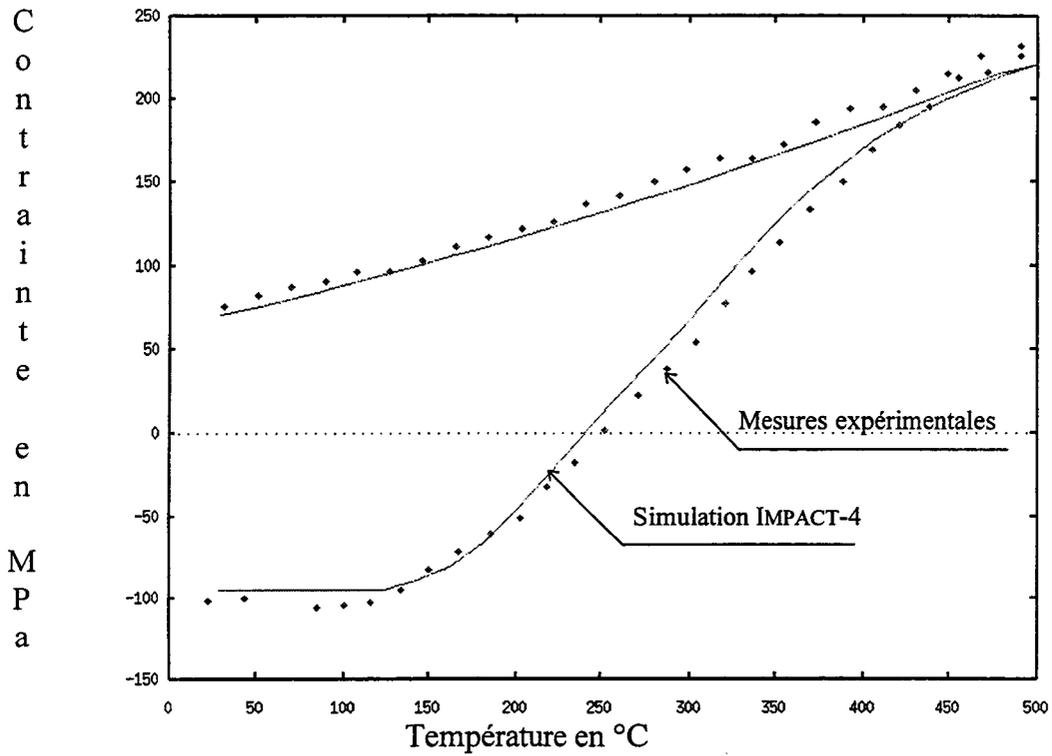


Figure E1a : Comparaison entre l'évolution expérimentale de la contrainte mesurée lors d'un cycle thermique d'une couche BPSG APCVD et la simulation que permet IMPACT-4.

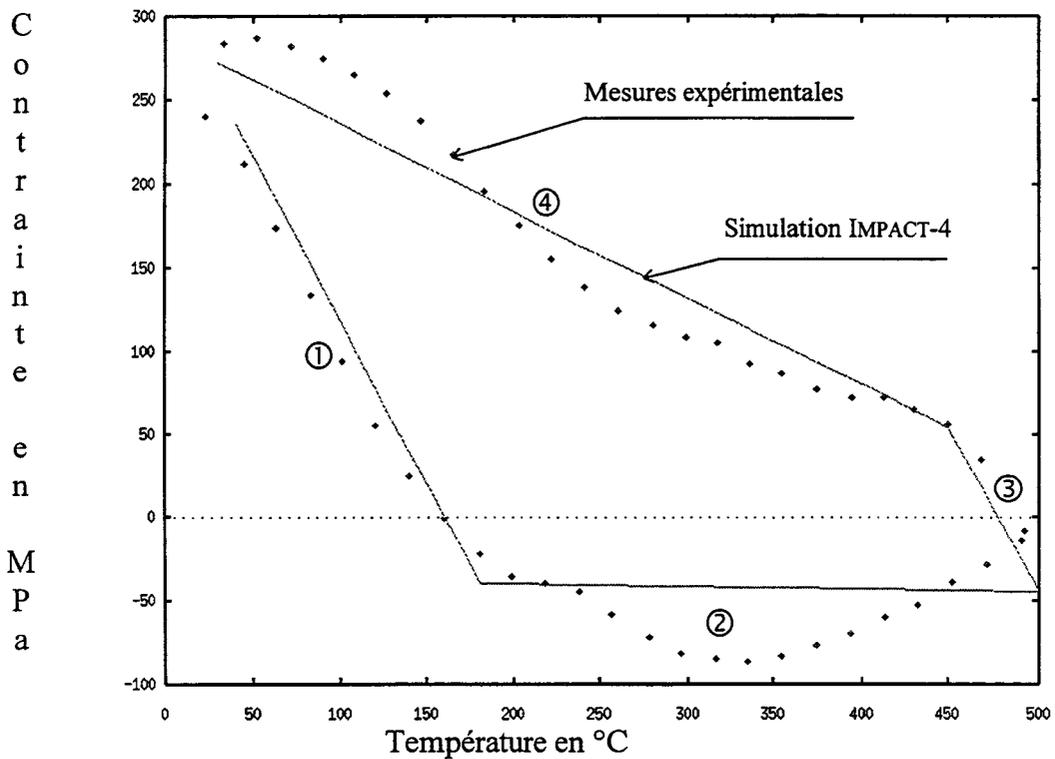


Figure E1b : Comparaison entre l'évolution expérimentale de la contrainte mesurée lors d'un cycle thermique d'une couche d'AlCu PVD et le modèle empirique qu'utilise IMPACT-4.

---

# PERSPECTIVES

Maintenant qu'il est possible de mieux comprendre et d'analyser physiquement les variations des contraintes mécaniques dans les couches minces déposées sur un substrat de silicium, il est souhaitable d'utiliser ces connaissances pour résoudre des problèmes concrets rencontrés sur des circuits intégrés.

Dans le cas d'un dispositif réel, il n'est plus possible d'effectuer des études expérimentales en distinguant le rôle que joue chaque couche de l'empilement. Pour prendre en compte à la fois l'interaction de chacune des couches minces entre elles et la topographie (relief) du circuit, la simulation bidimensionnelle (2D) ou même tridimensionnelle (3D) devient un outil indispensable.

Pour effectuer une simulation réaliste, il est nécessaire d'une part de valider les modèles physiques représentant le comportement mécanique des couches minces étudiées et d'autre part de prédire correctement la topographie du dispositif microélectronique.

## Validation du modèle physique de calcul des contraintes mécaniques :

Aujourd'hui l'outil de simulation dont dispose l'ISEN (IMPACT-4) permet grâce à une calibration préalable par rapport aux données expérimentales obtenues dans ce manuscrit et grâce à l'analyse du comportement physique de simuler l'évolution des contraintes mécaniques dans :

- des couches comme le nitrure ou le tungstène titane qui ont un comportement relativement simple puisqu'elles ne font pas intervenir la composante extrinsèque. Cette simulation prend en compte l'état de contrainte intrinsèque et la variation de contrainte thermique due à la différence de coefficient de dilatation thermique des couches. Le modèle fait intervenir un comportement purement élastique.

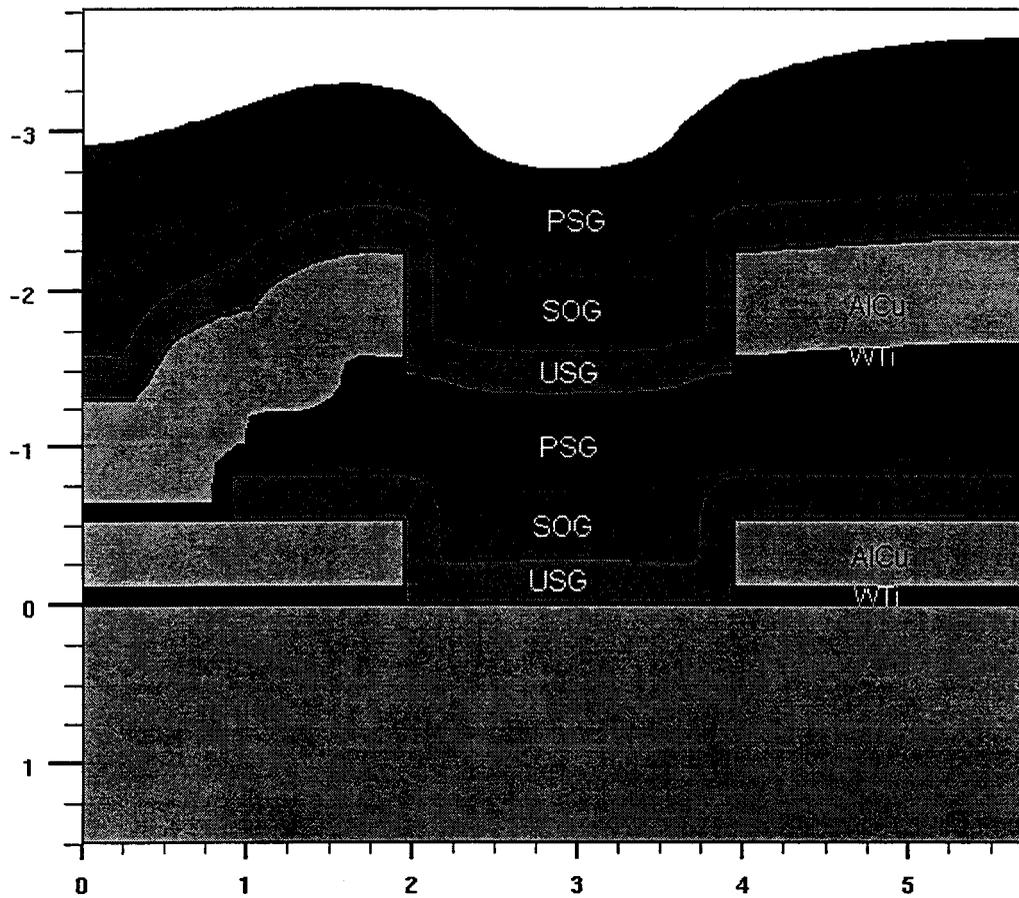


Figure E2 : Topographie résultante d'une simulation de dépôt, de la photolithographie et de la gravure des différentes couches d'un édifice d'interconnexion microélectronique.

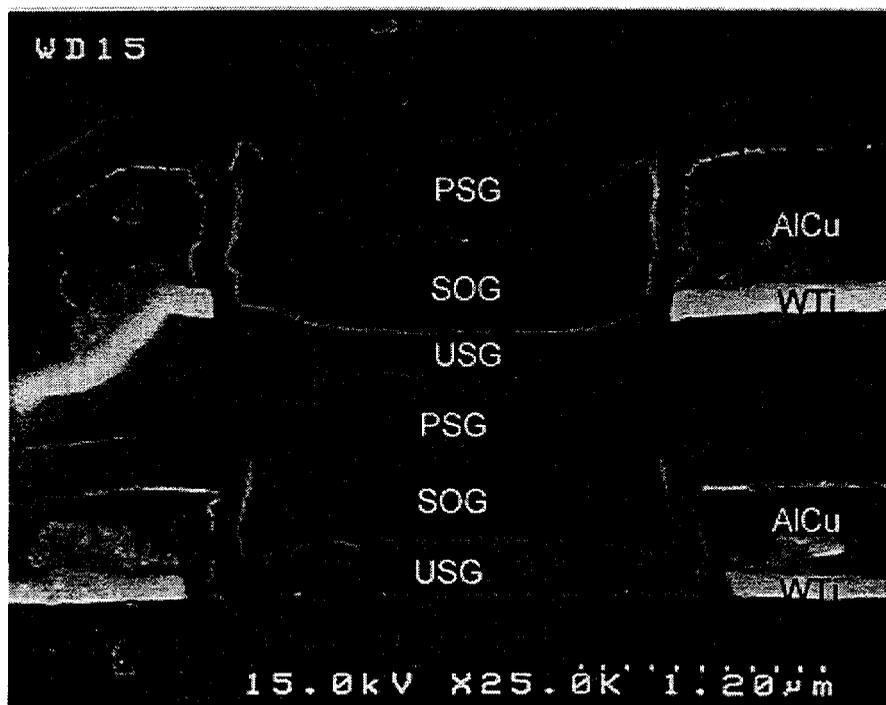


Figure E3 : Photographie MEB d'une section du procédé QUBIC.

- ❑ des couches d'oxyde PECVD et APCVD en prenant en compte l'effet cette fois des trois composantes de la contrainte (intrinsèque, thermique et extrinsèque) (Figure E1a).
- ❑ des alliages d'aluminium en limitant les variations thermiques à quatre régions (Figure E1b). La simulation utilise aujourd'hui un modèle empirique pseudo-élastique mais un modèle physique de relaxation élasto-plastique est en cours de réalisation.

Validation de la méthode de simulation de la topographie du circuit :

Le simulateur IMPACT-4 dispose de quatre modèles de dépôts (isotropique, hémisphérique, vertical, planarisation). A l'aide de la combinaison des modèles entre eux, il est possible de reconstituer les couvertures de marche des couches déposées aussi bien par pulvérisation cathodique, que par technique CVD, ou encore par pelliculage. Les figures E2 et E3 permettent de comparer les résultats obtenus par la simulation effectuée à l'aide d'IMPACT-4 (Figure E2) avec une coupe d'un circuit QUBIC (Figure E3). La simulation représente assez fidèlement la topographie du circuit, ce qui permet d'envisager des prédictions fiables des effets du relief sur la contrainte mécanique.

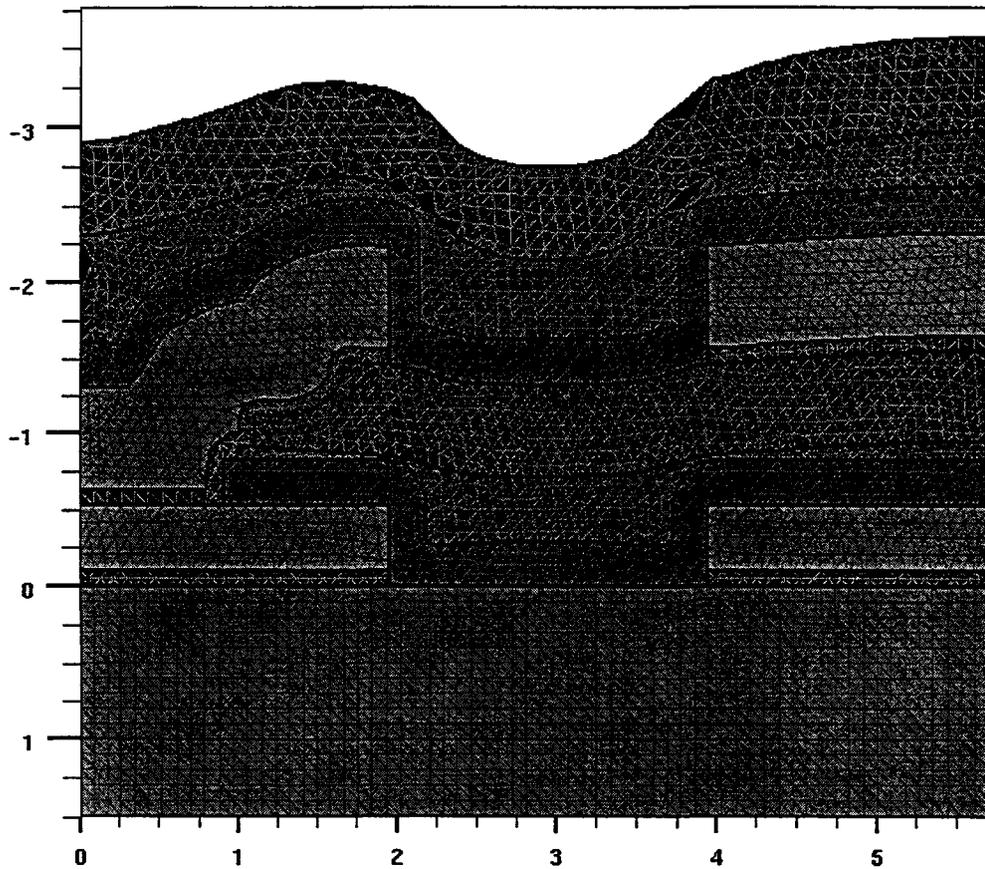


Figure E4 : Maillage de la structure en un nombre fini de triangles élémentaires.

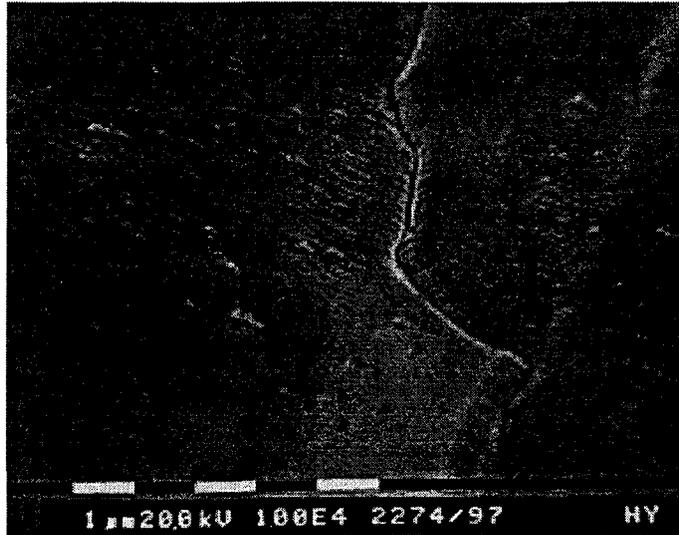


Figure E6a : Photographie MEB représentant une fissuration de la surface de la couche de PSG.

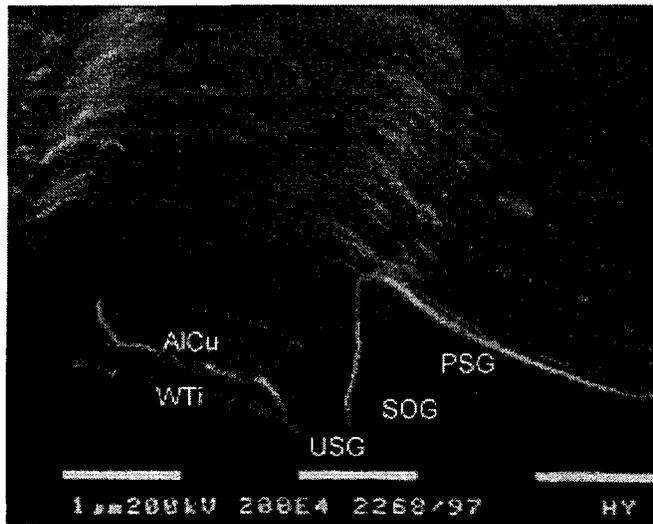


Figure E6b : Photographie MEB représentant en coupe cette fissuration.

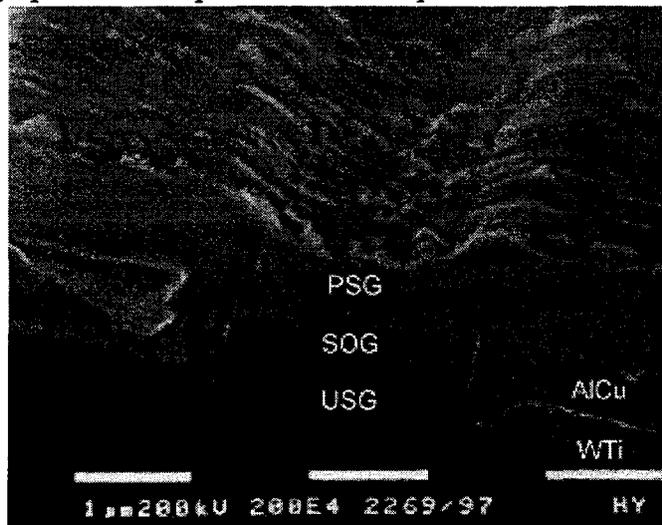


Figure E6c : Photographie MEB permettant d'observer que le défaut prend naissance dans la couche de SOG et débouche dans le PSG. La présence de bandes d'AlCu crée un relief qui rend le SOG plus épais à cet endroit.

### Calcul "mécanique" global dans la structure d'interconnexion :

Une fois le modèle de calcul des contraintes validé et le bon accord entre les topographies simulées et expérimentales vérifié, il est alors possible de réaliser un calcul global du champ de contraintes dans la structure. La structure est alors divisée en un nombre fini de triangles élémentaires (Figure E4) et grâce à la méthode des éléments finis, on peut résoudre numériquement ce problème physique complexe et déterminer ainsi en chaque "noeud" du maillage l'état de la contrainte. La figure E5 donne l'état de contrainte, représenté par la pression hydrostatique dans l'édifice d'interconnexion.

La cartographie du champ de contrainte ainsi obtenue est réaliste puisque les zones de tension du modèle (zone fortement noircie) dans les couches diélectriques correspondent aux zones fortement gravées lors de la préparation de l'échantillon.

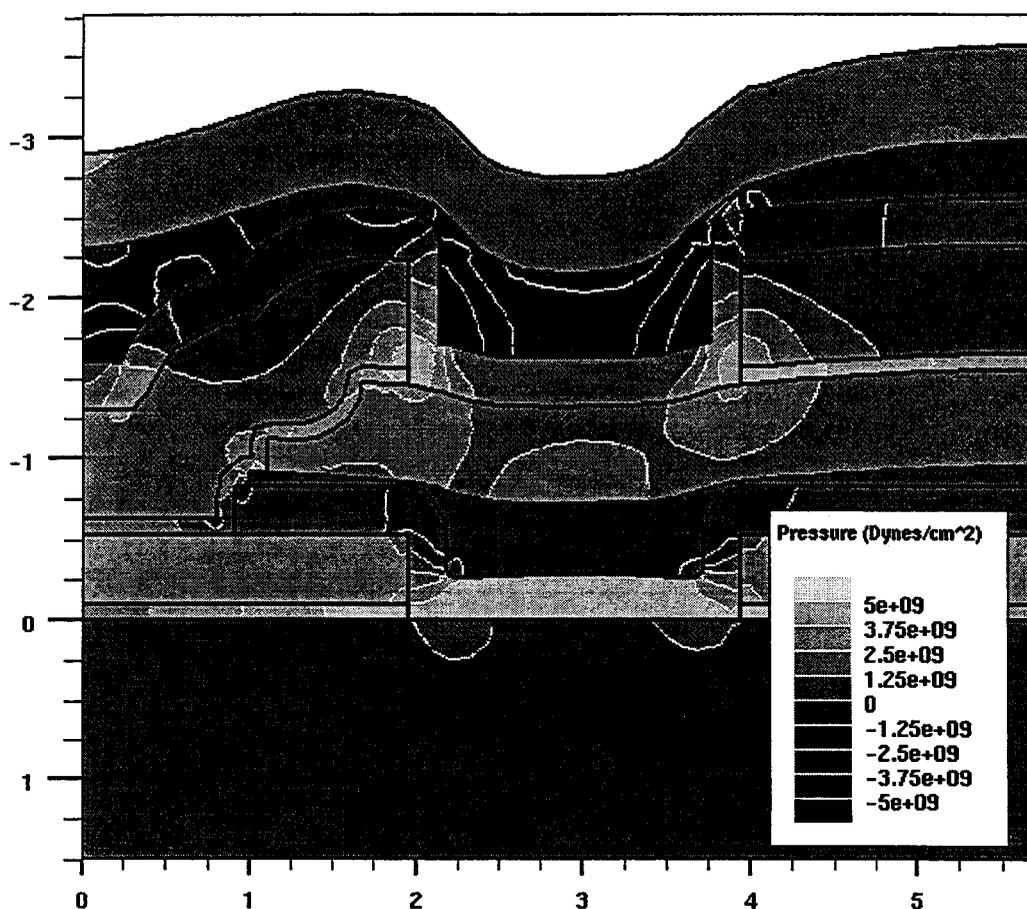


Figure E5 : Etat de contrainte mécanique dans le multicouche représenté par la pression hydrostatique. Les lignes d'iso-contraintes permettent de localiser les zones possédant les contraintes les plus fortes.

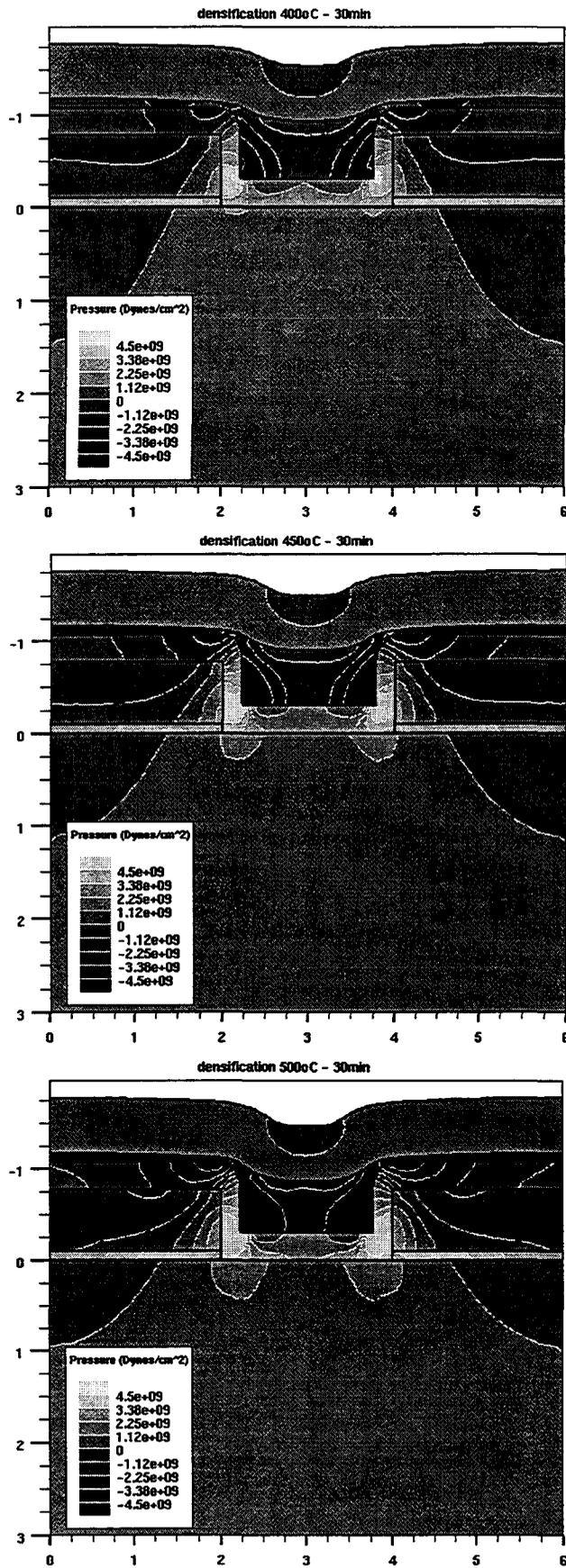


Figure E7 : Evolution de la pression hydrostatique en fonction de la température de recuit du SOG, la contrainte en tension maximale est représentée ici en noir.

---

Aujourd'hui, la simulation IMPACT-4 possède une base de données suffisamment calibrée pour permettre l'étude de problèmes concrets. Pour montrer l'utilisation de cet outil, nous avons choisi de l'illustrer par l'exemple suivant.

Dans le procédé Qubic, un des problèmes rencontrés périodiquement est la fissuration des couches isolant le second et le troisième niveau métallique (Figure E6). La difficulté pour résoudre ce problème provient à la fois de la multitude des causes possibles et de la non-reproductibilité de ce défaut. Dans ces conditions, il n'est pas possible d'effectuer une étude purement expérimentale basée sur un plan d'expérience. Elle ne peut donc s'appuyer que sur des observations relayées par la simulation.

D'un point de vue expérimental, nous avons constaté que lorsque la température dépasse 450°C, le risque de création de ce défaut devient important. Des expériences montrent qu'un pic de température de 470°C provoque systématiquement une fissuration dans les zones fragilisées. Ceci peut s'expliquer entre autres par l'augmentation de la contrainte en tension au sein de la couche (SOG) en fonction de la température de recuit (Figure C15 page 101).

La simulation montre que la pression hydrostatique augmente fortement dans les angles en fonction de la température de recuit (Figure E7). A 500°C on voit clairement que les zones fortement en tension correspondent aux zones fissurées sur les cross-sections dans les motifs touchés. Etant donné que l'on ne connaît pas la contrainte au-delà de laquelle la fissuration se produit (limite de rupture interne), il n'est pas possible de fixer la température optimale de recuit. Mais cette simulation permet de confirmer que le mécanisme de rupture prend naissance dans la couche de SOG et que la température de recuit est bien le paramètre à contrôler.

La collaboration entre le centre industriel de PHILIPS COMPOSANTS ET SEMICONDUCTEURS à CAEN et l'INSTITUT SUPERIEUR D'ELECTRONIQUE DU NORD va permettre de calibrer un modèle de simulation 2D, permettant de créer un outil d'aide aux diagnostics des problèmes de fiabilité dans les édifices d'interconnexions liés aux contraintes mécaniques. Cet outil pourra même être utilisé en amont lors de la conception des circuits pour fixer des règles sur la topographie des interconnexions évitant par la suite la présence de contraintes excessives localisées.

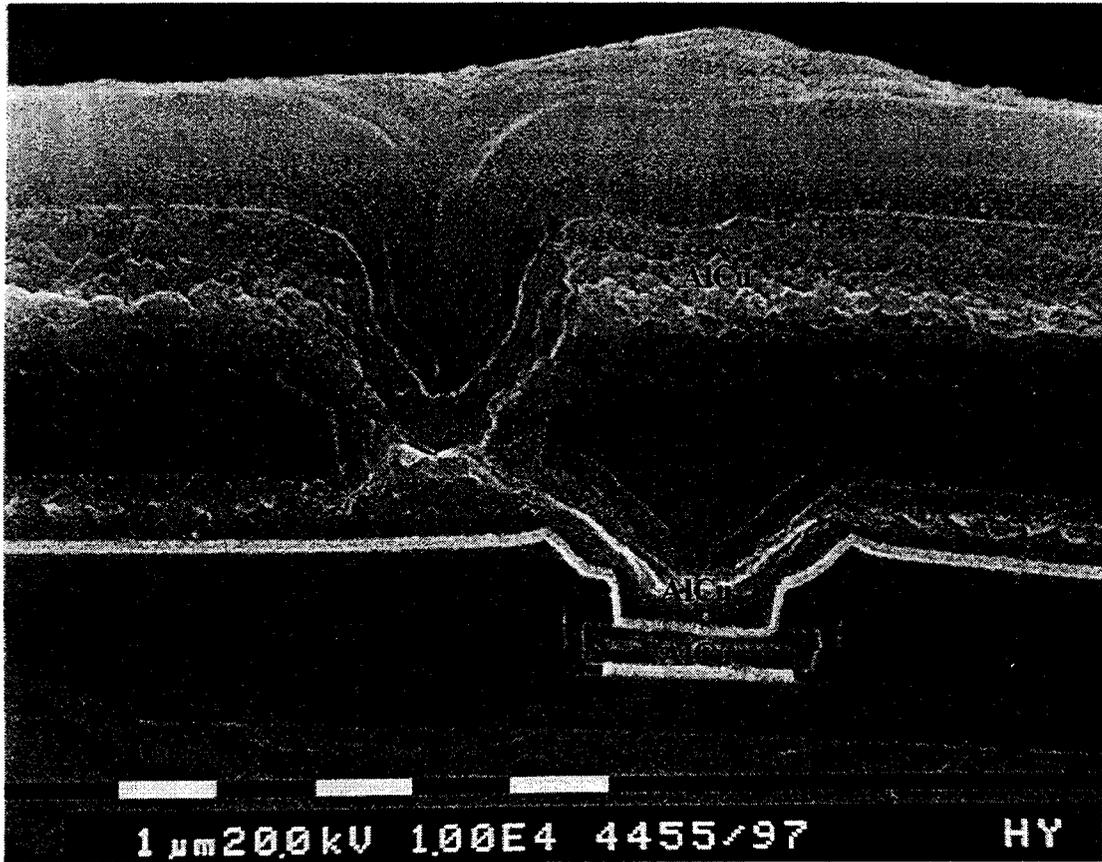


Figure F1a : Photographie MEB représentant les trois niveaux métalliques.

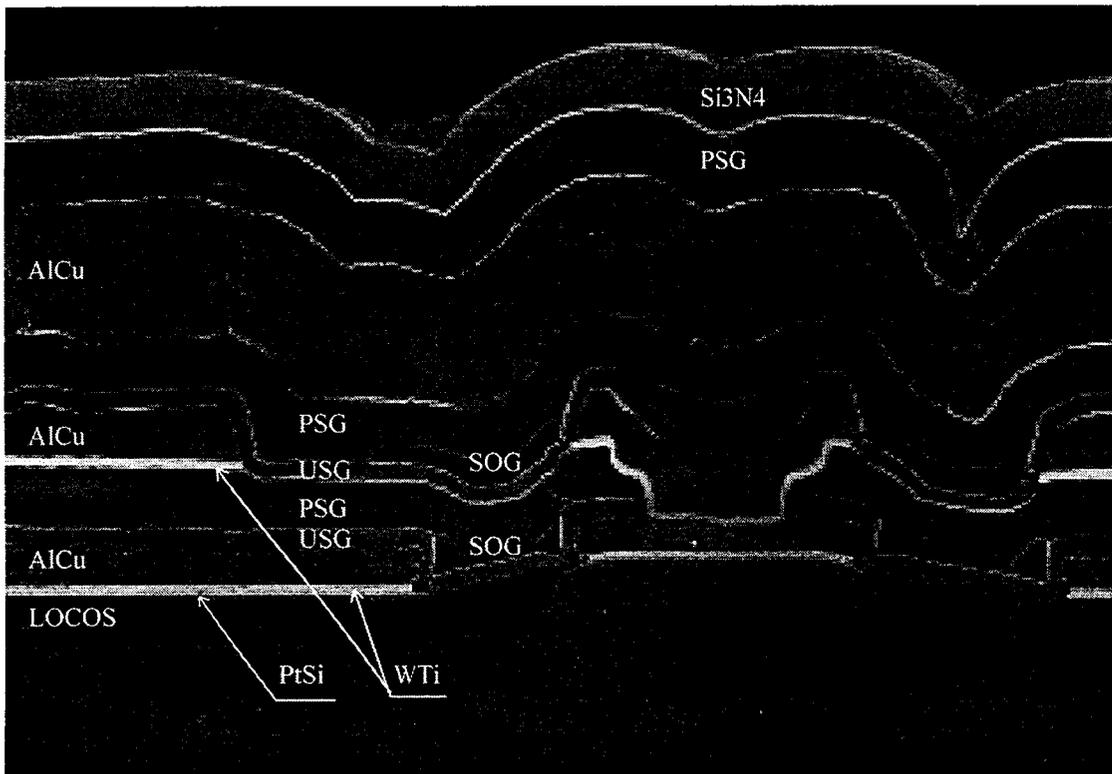


Figure F1b : Photographie MEB représentant l'ensemble des couches nécessaires à la réalisation des interconnexions dans le procédé QUBIC.

---

# ANNEXE

---

Le QUBIC est un procédé submicronique en technologie BICMOS, qui est utilisé pour des applications hautes fréquences dans les domaines de la téléphonie et des télécommunications. Pour les réaliser, ce procédé met à la disposition des concepteurs de circuit, des résistances, des diodes schottky, des fusibles, des transistors NMOS et PMOS, des transistors bipolaires NPN dont la fréquence de coupure est de 13 GHz ainsi qu'un transistor PNP latéral.

Les étapes de fabrication d'un circuit intégré peuvent être scindées en deux grandes catégories. La première correspond aux étapes de fabrication nécessaires à la réalisation des composants (transistors bipolaires, transistors MOS etc ...), ce groupe d'étape est appelé "Front-end". La seconde nommée "Back-end" regroupe l'ensemble des opérations permettant de constituer les connexions électriques des composants entre eux. Nous avons étudié presque exclusivement cette seconde partie dans ce manuscrit. Nous décrivons ici le rôle de chaque couche et leur enchaînement dans le procédé. Les photographies MEB (Figure F1) représentent l'ensemble de ces couches.

## ① PLANARISATION DE L'ISOLEMENT LATERAL DES COMPOSANTS ACTIFS.

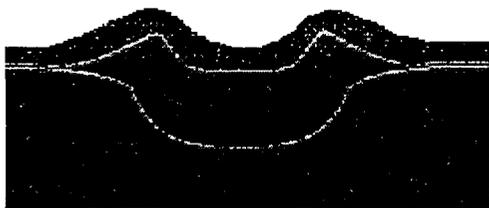
### □ Rôle de la couche de BPSG déposée par APCVD.

Pour décrire le rôle du BPSG dans le procédé QUBIC, il est nécessaire d'introduire au préalable l'isolation latérale. Cette isolation latérale des parties actives est réalisée par un LOCOS (LOCAl Oxidation of Silicon) enterré. Cette isolation consiste à protéger les zones actives du circuit par un masque (bicouche oxyde/nitruure) et à procéder à l'oxydation longue du substrat préalablement gravé afin de faire croître un oxyde épais de silicium. Le masque bicouche est constitué d'une couche de 200 Å d'oxyde qui encaisse la contrainte provoquée par le nitruure et d'une couche de nitruure

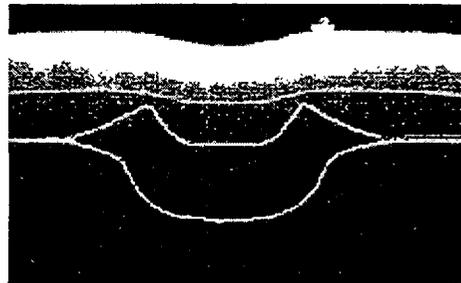
de 1200 Å qui empêche l'oxygène d'atteindre le silicium. La diffusion des agents oxydants sous le masque crée une zone de transition entre le dispositif actif et l'oxyde épais, communément appelée "bec d'oiseau". Le fait d'enterrer profondément dans le substrat le caisson d'oxyde donne une meilleure isolation électrique entre les différentes zones actives mais provoque un effet géométrique qui entraîne la formation d'une "tête d'oiseau".

Ce type d'oxydation a le désavantage de créer une non-planarité importante à la surface de la tranche de silicium qui ne peut être conservée pour les étapes ultérieures du procédé ; ces "becs" doivent donc être planarisés. La technique utilisée ici est une planarisation par dépôt, fluage et gravure dite "planarisation par etch back". Le choix de l'oxyde BPSG (Boro-Phospho-Silicate-Glass) est dicté par ses bonnes propriétés de fluage et une vitesse de gravure humide proche de celle de l'oxyde thermique. Pour obtenir une bonne planarisation, il est nécessaire d'optimiser le pourcentage de bore et de phosphore déposé dans la couche pour avoir :

- un fluage optimum tel que la surface du BPSG soit la plus plane possible.

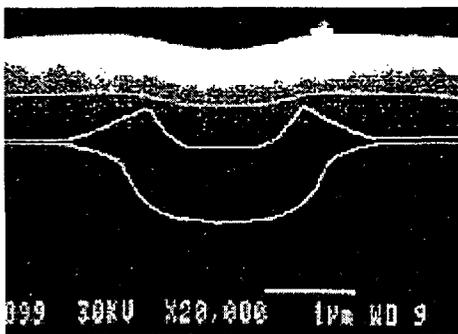


Avant fluage

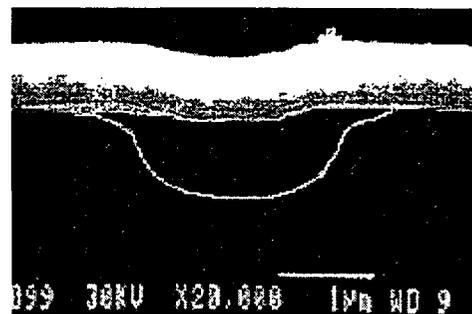


Après fluage

- une vitesse de gravure adaptée telle que le rapport entre la vitesse de gravure de l'oxyde BPSG et la vitesse de gravure de l'oxyde thermique soit de l'ordre de 1. L'oxyde BPSG et les têtes d'oiseaux doivent être entièrement éliminés.



Avant gravure



Après gravure

Le pourcentage de dopant permettant d'obtenir le meilleur compromis est de 2.2 % en poids de bore et de 5.7 % en poids de phosphore pour le site de CAEN.

---

## ② NIVEAUX D'INTERCONNEXIONS.

Dans le procédé QUBIC, trois niveaux d'interconnexions sont nécessaires pour assurer le transport du courant entre l'extérieur du circuit et les composants actifs. Pour réaliser cette fonction, on utilise trois types de matériaux :

- un alliage d'aluminium cuivre (AlCu),
- un siliciure de platine (PtSi),
- un alliage de tungstène titane (Wti).

### Rôle des couches métalliques d'aluminium cuivre PVD :

Les lignes sont constituées d'aluminium connu pour être un bon conducteur électrique et un métal peu cher. Pour diminuer les phénomènes d'électromigration, on renforce sa structure en lui incorporant 1% de cuivre. Les épaisseurs de cet alliage d'aluminium cuivre déposé par pulvérisation cathodique varient de 4300 Å pour le premier niveau, 6750 Å pour le second niveau et enfin 18000 Å pour le dernier. Mais pour constituer un réseau d'interconnexion complet et valide, on doit leur adjoindre soit une couche de platine soit une couche de tungstène titane en fonction du rôle de chaque niveau et des interactions possibles entre l'aluminium et le silicium.

### Rôle du siliciure de platine PVD :

Après avoir déposé une couche de platine de 350 Å par pulvérisation cathodique sur du silicium, la plaque est recuite à 450 °C sous atmosphère d'azote. Le silicium et le platine diffusent et créent une couche de siliciure (PtSi) dont l'épaisseur est approximativement le double de l'épaisseur initiale de platine. Le siliciure de platine est donc formé par la réaction chimique entre le silicium et le platine.

Sur les circuits, l'intérêt est de créer cette couche de siliciure uniquement sur le silicium et de laisser lors du recuit les zones oxydées inchangées. Lors de la gravure humide seule la couche de platine recouvrant les zones oxydées est gravée. Le siliciure de platine est protégé par une fine couche d'oxyde SiO<sub>2</sub> formée à la fin du recuit par l'injection d'oxygène dans le four.

Cela permet d'une part d'auto-aligner les contacts entre le premier niveau métallique et les zones actives, et d'autre part de créer une des couches nécessaires à la réalisation de la diode schottky. Cette couche est utilisée uniquement au premier niveau d'interconnexion.

### Rôle de l'alliage tungstène titane PVD :

Cette couche est additionnée au silicium pour deux raisons :

- elle crée une barrière de diffusion entre l'aluminium et le silicium. Une couche de tungstène pure constitue déjà une barrière de diffusion efficace, elle

---

possède une miscibilité faible avec le silicium. On lui rajoute du titane pour augmenter son adhérence sur l'oxyde et pour la protéger de la corrosion par formation d'un oxyde de titane superficiel. Pour qu'elle soit parfaitement efficace, cette couche doit être exposée à l'oxygène de l'air pour s'oxyder. La couche de WTi (1000 Å) est donc employée comme barrière de diffusion dans le procédé QUBIC. Elle assure son rôle en évitant la migration de l'aluminium d'une part dans le silicium monocristallin (premier niveau) et d'autre part dans le polysilicium (deuxième niveau). Cette couche n'est pas utilisée au dernier niveau puisque aucun contact entre le silicium et l'aluminium n'est possible.

○ elle limite la réflexion de l'onde ultra-violet sur l'aluminium lors de l'étape de photolithographie du troisième niveau. Si la réflexion est trop importante dans des zones à forte topographie, la laque se trouve activée à des endroits non désiré. Des encoches se forment dans les bandes métalliques lors de l'étape de gravure. En déposant une fine couche de WTi (200 Å) sur l'aluminium, on diminue la réflexion de l'aluminium et par ce fait on limite les risques de créer des encoches.

### ③ COUCHE D'ISOLEMENT.

Dans les procédés comportant plusieurs niveaux de métallisation, on génère des topographies marquées. Elles créent par leur géométrie accidentée des problèmes liés par exemple à la faible couverture de marche des couches métalliques, à la création de trous (voids) lors de la croissance des couches diélectriques ou encore à la mauvaise focalisation du masque en photolithographie. Pour toutes ces raisons, il est nécessaire de planariser les couches d'interconnexions. L'isolement entre l'ensemble des niveaux métalliques est assuré par deux multicouches équivalents. Ce multicouche est constitué de trois couches d'oxyde différentes :

- une couche d'oxyde non dopée (USG).
- une couche de silicate (SOG).
- une couche d'oxyde dopée à 4% en poids de phosphore (PSG).

#### □ Rôle de la couche de silicate déposée par pelliculage :

Le silicate déposé par pelliculage (2400 Å) a pour rôle d'aplanir la topographie des circuits. Sa capacité de planarisation lui est conférée par le fait que l'on dépose cet oxyde sous forme liquide. Dans le procédé QUBIC, la couche de SOG est conservée pour servir d'isolement permanent. Seule, elle constitue un médiocre isolant électrique et sa porosité la rend peu fiable dans le temps. Il est nécessaire de l'encapsuler entre deux oxydes.

#### □ Rôle de la couche d'oxyde non dopée PECVD :

Elle est déposée (3000 Å) avant la couche de SOG et elle constitue à ce titre une couche de protection pour les composants actifs. Elle permet de surcroît d'améliorer l'isolation électrique.

---

□ Rôle de la couche d'oxyde dopée à 4% en poids de phosphore PECVD :

De la même façon que la couche d'USG, elle a pour rôle de protéger les couches électriques mais cette fois elle est déposée au-dessus de la couche de SOG. Cette couche (6000 Å) est dopée au phosphore pour lui assurer des qualités de piégeage. En effet, il est préférable que les contaminants soient attirés et piégés vers le haut du circuit de façon à les éloigner le plus possible des composants actifs.

**④ COUCHE DE PASSIVATION**

La passivation est la dernière couche déposée lors de la fabrication du circuit intégré. Cette couche doit préserver les circuits des influences électriques, chimiques et physiques de l'environnement extérieur. Elle doit également protéger le circuit des risques mécaniques liés au rodage et au sciage, à l'assemblage et à l'encapsulation. Les qualités demandées à une couche de passivation sont principalement :

- l'isolation électrique parfaite,
- l'imperméabilité à l'humidité et aux impuretés,
- la faible contrainte mécanique,
- la température de dépôt inférieure à 450°C.

Cette passivation dans le procédé QUBIC est composée d'une couche d'oxyde dopée au phosphore recouverte d'une couche de nitrure PECVD.

□ Rôle de la couche d'oxyde dopée à 4% en poids de phosphore PECVD :

Cette couche (5000 Å) est employée d'une part pour ces propriétés de piégeage et d'autre part pour amortir les contraintes mécaniques de la couche de nitrure.

□ Rôle de la couche de nitrure PECVD :

Elle est utilisée pour son opacité au rayonnement ultra violet, son imperméabilité aux ions sodium et à l'humidité ambiante. Cette couche de 8000 Å d'épaisseur isole parfaitement le circuit des agressions extérieures.

---

# BIBLIOGRAPHIE

- 1 J. Kelma, R. Pyle, and E. Domangue, "Reliability implications of nitrogen contamination during deposition of sputtered aluminum/Silicon Metal films", IEEE/IRPS Proceedings, p.1, 1984.
- 2 J. Yue, W. Funsten, and R. Taylor, "Stress Induced Voids in Aluminum Interconnects During IC Processing", Proceeding of the 23rd Reliability Physics Symposium, p.126, 1985.
- 3 F. Yost, D. Amos, and A. Romig, "Stress-driven diffusive voiding of aluminum conductor lines", IEEE/IRPS Proceedings, p.193, 1989.
- 4 S. Wilson, C. Tracy and J. Freeman, "Handbook of multilevel metallization for integrated circuits", Noyes Publications, 1993.
- 5 M. Korhonen, C.A Paszkiet, and Che-Yu Li, "Mechanisms of thermal stress relaxation and stress-induced voiding in narrow aluminum-based metallizations", J. Appl. Phy., vol. 69, p.8083, 1991.
- 6 P. Flinn, "Mechanical stress in VLSI interconnections : origins, effects, measurement, and modeling", MRS Bulletin, November, 1995.
- 7 W. Nix, and E.Arzt, in Metall. Trans. A 23A, p.2007, 1992.
- 8 W. Nix, and A. Sauter, Stress-Induced Phenomena in Metallization, edited by C. Li, P. Totta, and P.Ho.

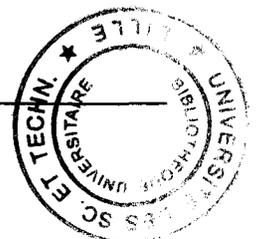
- 
- 9 H. Abe, S. Tanabe, Y. Kondo, and M. Ikubo, Japanese Society of Applied Physics. p.658.
  - 10 D. Gardner, P. Flinn, "Mechanical stress as a function of temperature in aluminum films", IEEE Transactions on electron devices. Vol. 35, No 12, 1988.
  - 11 P. Chaudary, J. Appl. Phys., Vol. 45, p. 4339, 1974.
  - 12 H. Huntington, A.R. Grone, J. Phys.Chem. Solids., Vol. 20, p. 76, 1961.
  - 13 V.B Ficks, Societ. Physics Solid. State, Vol. 1, p.14, 1959.
  - 14 S. Shingubara, T. Fujii, and Y. Horiike, "Molecular Dynamics Study of Void Movement due to Electromigration", Sympo. VLSI Process modeling, p.263, 1989.
  - 15 R. Hendel, "Electromigration Resistance Improved through Sputtering Control" Microelectronics Manufacturing Technology, Novembre, 1990.
  - 16 P. Singer, "Film Stress and How to Measure It", Semiconductor international, p.54, October 1992.
  - 17 K. Kwok, "Stress Measurement ", Tencor Instruments, Profiler Applications Note 1.
  - 18 H. Loechelt, G. Cave, and J. Menendez, "Measuring the tencor nature of stress in silicon using polarized off-axis Raman spectroscopy", Appl. Phys. Lett., vol. 66, N°26, p.3639, 1995.
  - 19 E. Anatassakis, and E. Burstein , J. Phys. Chem. Solds, 32, p.563, 1971.
  - 20 I. de Wolf, J. Vanhellefont, A. Romano-Rodriguez, H. Norström, and E. Maes, "Micro-Raman study of stress distribution in local isolation structures and correlation with TEM", J. App. Phys., vol. 71, p.898, 1992.
  - 21 B. Williams, C. Carter, "Transmission Electron Microscopy ", Plenum Press New York and London, vol. 4, p.303, 1996.
  - 22 W. Kossel, G. Möllenstedt, Ann. der Phys., 36, N°26, p.113, 1939.
  - 23 A. Sinha, H. levinstein, and T. Smith, "Thermal stresses and craking resistance of dielectric films (SiN, Si3N4, and SiO2) on Si substrates", J. Appl. Phys., vol. 49, p.2423, 1978.
  - 24 Operator Manuel, Frontier Semiconductor Measurements, FSM 500TC, 1997.
  - 25 G. Stoney, "The Tension of Metallic Films deposited by Electrolysis", Proc. R. London Ser. A(82), p.172, 1909.

- 
- 26 P. Townsend, D. Barnett, and T. Brunner, "Elastic relationships in layered composite media with approximation for the case of thin films on a thick substrate", *J. Appl. Phys.*, vol. 62, p.4438, 1987.
- 27 G. Henein, and W. Wagner, "Stresses induced in GaAs by TiPt ohmic contacts", *J. Appl. Phys.*, vol. 54, p.6395, 1983.
- 28 K. Röhl, "Analysis of stress and strain distribution in thin films and substrates", *J. Appl. Phys.*, vol. 47, p.3224, 1976.
- 29 A. Sauter, and W. Nix, "Thermal stresses in aluminium lines bonded to substrates" *IEEE transactions on components, hybrids and manufac. tech.*, vol 15 n°4, p.594, 1992.
- 30 "Stress Measurement of Multiple Films", Tencor Instruments, Stress Applications Note 8.
- 31 A. Richardt, et A. Durand, "Les interactions ions énergétiques-solides". Edition In Fine, 1997.
- 32 S. Wolf and R. Tauber, "Silicon Processing for the VLSI Era" Volume 1, Lattice Press, 1986.
- 33 B. Movchan, and A. Demchishin, "Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, aluminum oxide and zirconium dioxide", *Fiz. Met. Metalloved.*, 28, p.653, 1969.
- 34 J. Thornton, "The microstructure of sputter-deposited coatings", *J. Vac. Sci. Technol. A*(6), p.3059, 1986.
- 35 J. Finegan, and R. Hoffman, "Stress and stress anisotropy in evaporated iron films", *J. Appl. Phys.*, vol. 30, p.597, 1959.
- 36 F. Doljack, and R. Hoffman, "The origin of stress in thin nickel films", *Thin Solid Films*, 12, p.71, 1972.
- 37 F. Heurle, "Aluminum films deposited by rf sputtering", *Metall. trans.*, 1, p.725, 1970.
- 38 H. Windischmann, "Intrinsic Stress in Sputter-Deposited Thin Films". *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 17(6), p.547, 1992.
- 39 P. Flinn, D. Gardner, and W. Nix, "Measurement and Interpretation of Stress in Aluminum-Based Metallization as a Function of Thermal History", *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. ED-34, N 3, p.689, 1987.
- 40 E. Van de Ven, I. Connick, A. Harrus, VMIC Conference, p. 154, 1990.
-

- 
- 41 W. Claassen, W. Valkenburg, M. Willemsen, and W. Wijgert, "Influence of Deposition Temperature, Gas Pressure, Gas Phase Composition, and RF Frequency on Composition and Mechanical Stress of Plasma Silicon Nitride Layers", *J. Electrochem. Soc.*, Vol 132, N 4, 1985.
  - 42 B. Bhushan, S. Murarka, and J. Gerlach, *J. Vac. Sci. Technol.*, B8(5), p.1068, 1990.
  - 43 T. Wu, and R. Rosler, "Stress in PSG and nitride Films as Related to Film Properties and Annealing", *Solid State Technology*, p. 65, 1992.
  - 44 W. Lanford, and M. Rand, "The hydrogen content of plasma-deposited silicon nitride", *J. Appl. Phys.*, Vol. 49, p. 2473, 1978.
  - 45 W. Pliskin, "Comparison of properties of dielectric films deposited by various methods", *J. Vac. Sci. Technol.*, Vol. 14, N°5, p. 1064, 1977.
  - 46 A. Sherman, "Chemical vapor deposition for microelectronique", Noyes, 1987.
  - 47 J. Fitch, G. Lucovsky, E. Kobeda and E. Irene, "Effects of thermal history on stress-related properties of very thin films of thermally grown silicon dioxide", *J. Vac. Sci. Technol.* B7 (2), p. 153, 1989.
  - 48 M. Stadmüller, "Mechanical Stress of CVD-Dielectrics", *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 139, N° 12, p. 3669, 1989.
  - 49 T. Wu, and R. Rosler, "Stress in PSG and nitride Films as Related to Film Properties and Annealing", *Solid State Technology*, p. 65, 1992.
  - 50 J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, and J. Talbot, "Métallurgie générale", 2ème édition, Masson, 1991.
  - 51 E. Kobeda, and E. Irene, "In situ stress measurements during thermal oxidation of silicon", *J. Vac. Sci. Technol.* B 7 (2), p. 163, 1989.
  - 52 J. Fitch, C. Bjorkman, G. Lucovsky, F. Pollak, X. Yin, "Intrinsic stress and stress gradients at the SiO<sub>2</sub>/Si interface in structures prepared by thermal oxidation of Si and subjected to rapid thermal annealing", *J. Vac. Sci. Technol.* B 7 (4), p. 775, 1989.
  - 53 IMPACT-4, "Reference Manual".
  - 54 S. Wolf, and R. Tauber, "Silicon Processing for VLSI Era", Lattice Press, 1989.
  - 55 Cifuentes, "Modeling of multivevel structures : a general method for analyzing stress evolution during processing", *IEEE trans on semiconductor manufacturing*, 5(2), p128, 1992.

- 
- 56 D. Gardner, "Detection of reactions and changes in thin film morphology using stress measurements", J. Vac. Sci. Technol. A10(4), p. 1426, jul/aug 1992.
- 57 M. Ambrée, "Determination of the mechanical stress in plasma enhanced chemical vapor deposited SiO<sub>2</sub> and SiN layers", J. Appl. Phys. 70 (6), sept. 1991.
- 58 M. Guyot, "Micro-raman study of thermoelastic stress distribution in oxidized silicon membranes and correlation with finite element modeling", Materials science and engineering B 46, p. 24, 1997.
- 59 M. Hu, "Stress-related problems in silicon technology", J. Appl. Phys., Vol. 70, N°6, p. 53, 1991.
- 60 Suhir, "Stresses in multilayered thin films on a thick substrate", MRS Proceeding, vol 91, 1987.
- 61 Athena's user guide, version 3.0, 1995.
- 62 T. Kikkawa, "A quarter-Micrometer Interconnection Technology Using a TiN/Al-Si-Cu/TiN/Al-Si-Cu/TiN/Ti Multilayer Structure", IEEE trans on Electron Devices, 40(2), Feb 1993.
- 63 "Properties of Silicon", INSPEC, The Institution of Electrical Engineers, London and New York, 1988.
- 64 Maissel, "Thermal Expansion of Si", Journal of Applied Physics, Vol. 32, p. 211, 1960.
- 65 "Linear Thermal Expansion Coefficient and Biaxial Modulus", Tencor Instruments, Film Stress Applications Note 3.
- 66 L. Doucet, "Caractérisation mécanique et physico-chimique des matériaux métalliques et diélectriques dans des structures d'interconnexions destinées à la micro-électronique.", Thèse présentée à l'institut national polytechnique de Grenoble, mars 1992.
- 67 D. Garner, and P. Flinn, "Mechanical Stress as a Function of Temperature in Aluminium Films", IEEE Transactions on electron devices, Vol. 35, N° 12, p. 2160, 1988.
- 68 H. Tompkins, and S Lytle, "An investigation of the oxidation of Ti:W", J. Appl. Phys., Vol. 64, N°6, p. 3269, 1988.
- 69 Document fournisseur, "Focus ellipsometer operations and applications training handbook", Rudolph research, 1997.

- 
- 70 B. Bhushan, P. Murarka, and J. Gerlach, "Stress in silicon dioxide films deposited using chemical vapor deposition techniques and the effect of annealing on these stresses", J. Vac. Sci. Technol. B., Vol. 8, N° 4, p 1068, 1990.
- 71 P. Donnadieu, O. Jaoul, and M. Kléman, "Plasticité de la silice amorphe de part et d'autre de la transition vitreuse", Philosophical Magazine A., Vol. 52, N° 1, p 5, 1985.
- 72 I. Blech, and U. Cohen, "Effects of humidity on stress in thin silicon dioxide films", J. Appl. Phys., Vol. 53, N° 6, p 4202, 1982.
- 73 H. Schliwinski, U. Schnakenberg, W. Windbracke, H. Neff, and P. Lange "Stress in silicon dioxide films deposited using chemical vapor deposition techniques and the effect of annealing on these stresses", J. Electrochem. Soc., Vol. 139, N° 6, p 1730, 1992.
- 74 B. Persoz "La rhéologie", Monographies du centre d'actualisation scientifique et technique de l'INSA, Masson & Cie, 1969.
- 75 E. McInerney, and P. Flinn, "Diffusivity of Moisture in thin Films", IEEE/Proc. IRPS, p. 264, 1982.
- 76 S. Wilson, C. Tracy and J. Freeman, "Handbook of multilevel metallization for integrated circuits", Noyes Publications, p 227, 1993.
- 77 D. Wood, E. Rabinovich, D. Johnson, J. MacChesney, and E. Vogel, "Preparation of high-Silica Glasses from Colloidal Gels : III, Infrared Spectrophotometric Studies". Journal of the American Ceramic Society, Vol. 66, N°10, Octobre 1983.
- 78 H. Tompkins and P. Deal, "Kinetics and mechanism for desorption of H<sub>2</sub>O from Spin-on-glass", J. Vac. Sci. Technol. B, Vol. 11, N° 3, May/June 1993.
- 79 M. Nakamura, R. Kanzawa, and K. Sakai, "Stress and density Effects on Infrared Absorption Spectra of Silicate Glass Films", J. Electrochem. Soc. Solid-State Science and Technology, Vol. 133, N°6, p. 1167, June 1986.
- 80 S. Robles, E. Yieh, and B. Nguyen, "Moisture Resistance of Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposited Oxides Used For Ultralarge Scale Integrated Device Applications", J. Electrochem. Soc., Vol. 142, N° 2, p. 580, February 1995.
- 81 S. Wilson, C. Tracy and J. Freeman, "Handbook of multilevel metallization for integrated circuits", Noyes Publications, p. 238, 1993
- 82 J. Gladstone and T. Dale, Trans. Roy. Soc. (London) 153,317-337 (1863).
- 83 P. Pai, A. Chetty, R. Roat, N. Cox, and C. Ting, "Material Characteristics of Spin-On Glasses for Interlayer Dielectric Applications", J. Electrochem. Soc.: Solid-State Science and Technology, Vol. 134, N°11, p. 2829, November 1987.



## SUMMARY

The miniaturization of microelectronics devices remains today the best means to improve the performances of integrated circuits. With such miniaturisation, the control of the mechanical stress within deposited thin films becomes essential. When defects induced by excessive mechanical stress are observed, in the Semiconductor Industry the greatest difficulty is the identification of the root cause.

This work is driven by an original approach : the total stress is decomposed into three elementary components (intrinsic, thermal and extrinsic). The intrinsic component of stress is determined by the nature of the material, the method of deposition, and the film thickness. By identifying and controlling, for each method of deposition, (PVD, PECVD, APCVD and Pelliculage) the deposition conditions that affect the state of stress within the film, one can better control it within each layer. The study of the dependence of the stress as a function of the temperature has shown that utilization of dense oxide films reduces the thermal component of stress. For oxide layers, the extrinsic component of stress has been shown to be primarily affected by the absorption of water vapor from the surrounding ambient into the film. Knowledge of the absorption mechanism allows the adoption of appropriate time constraints in production. This reduces the amount of time the films are exposed to the ambient atmosphere and thus reduces the amount of water absorption. In the case of aluminum alloys films, the movement of the dislocations within the film over time causes a reorganization of its structure. Experiments have been conducted on thin films comprising the interconnection layers of the QuBic process). These experiments were designed to better understand the physical origins of mechanical stresses in thin films. However, to clearly identify excessive localized stress as the cause of defects within a real device, the support of a simulation tool becomes indispensable. The collaboration between the industrial center of PHILIPS COMPOSANTS ET SEMICONDUCTEURS in CAEN and L'INSTITUT SUPERIEUR D'ELECTRONIQUE DU NORD has allowed the creation of a software program in which the analysis of mechanical stresses in thin films is adapted to industrial needs.

## KEY WORDS

mechanical stress

silicon

microelectronics

IC fabrication

deposition methods

thin films

measurement of stress

interconnections