



HAL
open science

Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexions dans les circuits sub-microélectroniques

Nathalie Chérault

► **To cite this version:**

Nathalie Chérault. Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexions dans les circuits sub-microélectroniques. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006. Français. NNT : . tel-00136807

HAL Id: tel-00136807

<https://pastel.hal.science/tel-00136807>

Submitted on 15 Mar 2007

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

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

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire a été mené à Crolles au sein de STMicroelectronics (Crolles 1) puis de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale (Crolles 2). Il a été réalisé en collaboration avec le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris (Evry). Il est également le fruit de partenariats avec de nombreux laboratoires.

Je tiens tout d'abord à remercier Graeme Wyborn, responsable du groupe BEOL Process Development de STMicroelectronics puis de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale, Jean Michailos et Isabelle Thomas, responsables du groupe CVD, respectivement à Crolles 1 et à Crolles 2, pour m'avoir accueillie dans leurs services et pour m'avoir ainsi permis de mener à bien ce travail de recherche. Je souhaite également remercier Jean-Pierre Trottier pour m'avoir accueillie au Centre des Matériaux et pour avoir accepté de présider mon jury de thèse.

Je suis sincèrement reconnaissante envers Michel Dupeux et Hélène Burlet pour leur lecture attentive et critique de ce (volumineux) manuscrit et pour avoir accepté d'en être rapporteurs. Merci aussi à Thierry Hoc et Muriel Braccini pour avoir examiné avec attention ce travail.

Je remercie vivement Jacques Besson qui a assuré la direction de cette thèse. Je lui suis particulièrement reconnaissante du temps qu'il m'a accordée pendant mes brefs passages au laboratoire mais aussi « à distance » tout au long de cette thèse (y compris le week-end!), en particulier pour développer le modèle par éléments finis.

Marie-Hélène BERGER a assuré la co-direction de cette thèse. Les observations et analyses au microscope électronique à transmission n'auraient pas été possible sans son aide. Je la remercie pour s'être intéressée à mon sujet, pour sa disponibilité, sa gentillesse et ses nombreux encouragements.

Mes plus sincères remerciements à Jean-Claude Oberlin, ingénieur à Crolles, pour m'avoir encadrée au quotidien pendant ma première année de thèse et pour avoir continué à suivre l'évolution de cette thèse avec intérêt (même pendant sa retraite!). Merci pour la qualité de son aide et pour son soutien.

Cindy Goldberg, ingénieur, m'a encadré à Crolles pendant les deux années et quelques mois qui ont suivi. Son aide régulière et sa disponibilité m'ont permis d'arriver à bout de ce travail. Merci aussi pour sa gentillesse, son enthousiasme et ses encouragements intarissables (ainsi que pour sa persévérance face à ces 280 pages rédigées en français!).

Nicolas Casanova, ingénieur à STMicroelectronics, a également suivi ce travail. Merci pour tous ses conseils, son aide précieuse en salle blanche (et en particulier pour l'utilisation de la P5200-17) mais aussi pour sa patience, sa disponibilité et son amitié.

Merci à Marc Verdier (LTPCM, St Martin d'Hères) pour les essais de nanoindentation et pour toute l'aide apportée pour interpréter les résultats.

Merci à Giovanni Carlotti (Université de Pérouse, Italie) pour les mesures de spectroscopie Brillouin.

Merci à Patrice Gergaud et à Olivier Thomas pour m'avoir accueillie au TECSSEN (Marseille) afin de réaliser les mesures de courbure.

Merci à Stuart Kirksey (Laboratoire de Freescale Semiconductor, Austin, Etats-Unis) pour les essais de flexion quatre points.

Merci à Christophe Wyon, à Jean-Pierre Gonchond pour les mesures de réflectométrie des rayons X et à Roland Pantel pour la préparation des lames minces (groupe Caractérisation Physique de l'Alliance).

Merci à Stéphane Orain et à Vincent Fiori pour leur aide concernant la modélisation (groupe Simulation Mécanique et Thermique de l'Alliance).

Merci aux ingénieurs et aux opérateurs qui m'ont aidée pour l'élaboration des échantillons (et soutenue pendant les nombreuses heures passées devant le FLEXUS).

Toute ma sympathie à mes collègues de Crolles et du CDM.

Un grand merci à mes parents qui m'ont toujours encouragée dans mes études, à mon frère Olivier, à Annie, Gabin et Lisa.

Merci enfin aux Loutes, Ivi et Sandy, que j'ai eu la chance de rencontrer et qui m'ont beaucoup soutenue pendant la thèse, à Sam, Ben, Emile, Alex (merci pour les week-ends revitalisants en Suisse), Dany, Luc, Nico, Anne, Anna, Maryline, Cécile, Lili, Nono, Sophie, Sylvain, Juju, Cédric, Emeline, Nadège, Elodie ..., ainsi qu'à Javier, Lorenzo, Laurent, Ricardo et leur potion magique (pour tous les moments inoubliables passés au Loco).

Table des matières

Introduction générale 5

Chapitre I. Les interconnexions : généralités, matériaux diélectriques, contraintes mécaniques 11

1. Le circuit intégré 13

 1.1. Les composantes d'un circuit intégré 13

 1.2. La mise en boîtier des puces 14

2. Les interconnexions 16

 2.1. Généralités 16

 2.2. Evolution des matériaux d'interconnexions 17

3. Les diélectriques « low-k » 23

 3.1. Structure des films 24

 3.2. Propriétés mécaniques 26

4. Les contraintes mécaniques 27

 4.1. Relation contraintes-déformations 28

 4.2. Origine des contraintes 31

 4.3. La contrainte intrinsèque 32

 4.4. La contrainte thermoélastique 33

5. Les défauts dus aux contraintes 34

6. Objectifs de l'étude 35

Chapitre II. Méthodes d'élaboration et de caractérisation des films diélectriques et de leurs interfaces 39

1. Le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma 41

 1.1. La technique 41

 1.2. Les équipements 42

2. Techniques de caractérisation des propriétés mécaniques 44

3. L'indentation instrumentée ou nanoindentation 46

 3.1. Rappel sur les propriétés mécaniques 47

 3.2. L'essai d'indentation 50

 3.3. Géométrie de l'indenteur 52

 3.4. Exploitation des essais 52

 3.5. Equipement de mesure 56

4. La diffusion Brillouin.....	56
4.1. Rappel sur les ondes acoustiques.....	56
4.2. La diffusion Brillouin.....	57
4.3. Application aux calculs des constantes élastiques.....	60
4.4. Equipement de mesure.....	61
5. La mesure de courbure.....	62
5.1. Effets des contraintes dans une couche mince.....	62
5.2. Contrainte d'une multicouche.....	64
5.3. Mesure de la courbure d'une couche mince.....	64
5.4. Evaluation du coefficient de dilatation thermique.....	66
5.5. Equipement de mesure.....	66
6. La flexion quatre points.....	67
6.1. Adhésion et adhérence : définitions.....	67
6.2. Rappels sur la mécanique de la rupture des matériaux homogènes.....	68
6.3. L'essai de flexion quatre points.....	70
6.4. Préparation des éprouvettes et équipement.....	72
7. Autres techniques de caractérisation.....	73
7.1. Caractérisations physico-chimiques.....	73
7.2. Mesure de l'épaisseur et de l'indice de réfraction.....	76
7.3. Mesure de la densité.....	77
7.4. Mesure de la constante diélectrique.....	79

Chapitre III. Caractérisation des diélectriques et de leurs interfaces..... **81**

1. Présentation et structure des diélectriques étudiés.....	83
1.1. Elaboration des films.....	84
1.2. Structure des films.....	86
2. Le module réduit et la dureté.....	93
3. Le module de Young et le coefficient de Poisson.....	100
3.1. Résultats.....	100
3.2. Comparaison des résultats obtenus par diffusion Brillouin et par nanoindentation.....	103
4. La contrainte résiduelle et le coefficient de dilatation thermique.....	105
5. L'énergie d'adhérence.....	111
5.1. Les interconnexions de la technologie 90 nm.....	112
5.2. Résultats des essais de flexion quatre points.....	117
5.3. Complément bibliographique sur la corrélation entre les propriétés des interfaces mesurées sur des échantillons sans motif et les propriétés des interfaces dans des architectures complexes.....	121
6. Conclusion.....	122

Chapitre IV. Caractérisation du film métallique en cuivre et de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » 125

1. Présentation des échantillons étudiés	127
1.1. Les empilements avec le cuivre	127
1.2. Les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	128
2. Caractérisation mécanique des empilements avec le cuivre	131
3. Caractérisation mécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	135
3.1. Les réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation	136
3.2. Effet de l'encapsulation	146
3.3. Relation entre la courbure et les contraintes	149
3.4. Bilan	154
4. Caractérisation microstructurale des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	155
4.1. Préparation des lames et microscope	156
4.2. Géométrie des échantillons	156
4.3. Microstructure du cuivre	162
4.4. Efficacité des barrières	167
5. Conclusion	169

Chapitre V. Modélisation du comportement thermomécanique des films minces et des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » 171

1. Présentation du modèle	173
1.1. Loi de comportement	173
1.2. Hypothèses de calcul	177
1.3. Modélisation séquentielle permettant de prendre en compte les étapes du procédé de fabrication	182
1.4. Caractéristiques des matériaux	191
1.5. Détermination des paramètres matériaux relatifs à la déformation intrinsèque des films diélectriques et à la déformation plastique du film de cuivre	193
1.6. Synthèse des caractéristiques mécaniques des matériaux étudiés	199
2. Comportement des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	200
2.1. Comparaison des résultats des simulations et des résultats expérimentaux	202
2.2. Etude de l'influence de chaque film sur l'évolution de la contrainte avec la température	205
2.3. Comparaison des résultats des simulations réalisées selon la géométrie mesurée des échantillons et des résultats expérimentaux	214
2.4. Loi de comportement du cuivre dans les lignes fines	220
3. Conclusion	226

Chapitre VI. Comportement thermomécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	229
1. Effet des procédés de fabrication	231
1.1. Evolution des contraintes de l'ensemble de la structure au cours du procédé de fabrication	231
1.2. Evolution des contraintes dans chaque film au cours du procédé de fabrication	235
2. Effet de l'encapsulation	243
3. Contraintes dans le film de cuivre et dans le film diélectrique « low-k »	246
3.1. Contraintes à 20°C, à la fin du procédé de fabrication	246
3.2. Contraintes dans le film de cuivre au cours d'un cycle thermique	253
4. Effet du diélectrique interligne	255
4.1. Contraintes à 20°C, à la fin du procédé de fabrication	256
4.2. Contraintes dans le film de cuivre au cours d'un cycle thermique	260
4.3. Bilan	261
5. Conclusion	262
Conclusion générale	265
Références bibliographiques	273

Introduction générale

Afin d'améliorer les performances des circuits intégrés, l'industrie microélectronique augmente sans cesse la densité d'intégration de transistors par puce. Gordon Moore indique, dès 1965, que la densité des circuits intégrés sur silicium doit doubler tous les 18 mois, ce qui implique la réduction de la taille des transistors. Les interconnexions assurent la distribution des signaux électriques aux composants actifs du circuit. Elles sont constituées de réseaux de lignes métalliques isolées par un film diélectrique. Elles sont par conséquent elles aussi modifiées lorsque les dimensions des dispositifs élémentaires diminuent. Elles deviennent de plus en plus compactes. Mais leur complexité croissante entraîne une forte augmentation du temps de propagation du signal. Pour y remédier, de nouveaux matériaux d'interconnexions ont été développés. L'aluminium est remplacé par un matériau de plus faible résistivité, le cuivre. L'oxyde de silicium est remplacé par des films dont la permittivité est de plus en plus faible, appelés diélectriques « low-k ». La constante k correspond à la permittivité relative des diélectriques, appelée généralement constante diélectrique en microélectronique.

L'intégration de ces nouveaux matériaux a nécessité de nombreuses modifications. En effet, dans les interconnexions en aluminium, le métal était déposé sur la plaque puis gravé de façon à former les lignes et les ponts, appelés vias, assurant la connexion entre les lignes de deux niveaux différents. Un film diélectrique était ensuite déposé dans les espaces entre les lignes. Cependant, le cuivre ne pouvant être gravé par un procédé industrialisable, le procédé appelé damascène a été développé. Dans cette architecture, c'est le film diélectrique qui est d'abord déposé puis gravé de façon à définir les emplacements des chemins de connexion. Les espaces sont ensuite remplis par le film métallique. Puis, un polissage mécano-chimique est réalisé pour supprimer l'excès de cuivre. De plus, afin d'empêcher la diffusion du cuivre dans les oxydes, des barrières isolantes ou conductrices ont été introduites. Une barrière diélectrique est ainsi déposée sous le film diélectrique et une barrière métallique est déposée sous le cuivre. Quant aux films diélectriques « low-k », leurs caractéristiques mécaniques sont plus faibles que celles de l'oxyde de silicium et leur utilisation constitue une évolution technologique importante. Les problèmes de fiabilité mécanique, pouvant remettre en cause le fonctionnement de tout le circuit intégré, risquent d'augmenter. En particulier, des contraintes thermomécaniques élevées sont susceptibles d'engendrer des fissurations dans les films fragiles ou des délaminations aux interfaces des structures multicouches cuivre / barrière de diffusion / diélectrique. Ces défauts apparaissent lors des étapes de fabrication des interconnexions, par exemple lors des dépôts des films, des recuits, de la gravure, du polissage..., ou lors de la mise en boîtier des puces ou encore lors du fonctionnement des circuits intégrés. Il devient donc nécessaire de comprendre le comportement des interconnexions lors des sollicitations thermomécaniques associées aux procédés de fabrication et au fonctionnement des circuits intégrés.

La modélisation par éléments finis permet d'évaluer les contraintes thermomécaniques, leur répartition dans des structures aussi complexes que celles des interconnexions, et aussi d'anticiper le comportement de ces structures. La corrélation avec des observations expérimentales permet d'assurer la validité des calculs. Ce travail repose donc sur le couplage

entre la modélisation et des mesures expérimentales. La comparaison est réalisée sur des structures simples : films minces, empilements, réseaux de lignes. Mais le modèle développé devra pouvoir ensuite être utilisé pour prévoir le comportement des interconnexions plus avancées et pour évaluer le comportement de structures plus complexes, avec plusieurs niveaux de métal, afin de comprendre, d'aider à résoudre et d'anticiper les problèmes de fiabilité mécanique. Auparavant, il est nécessaire d'évaluer précisément les caractéristiques mécaniques et le comportement de tous les films formant les interconnexions, et en particulier des films diélectriques. Une méthodologie expérimentale adaptée à l'étude de ces films minces et fragiles doit être développée. Elle doit pouvoir être applicable pour évaluer les films diélectriques qui seront utilisés dans les technologies futures, films dont la permittivité sera de plus en plus faible mais dont les caractéristiques mécaniques seront également de plus en plus réduites et qui seront probablement de plus en plus fragiles. Le travail intègre également l'élaboration de tous les films et échantillons.

Le fabricant de semi-conducteurs STMicroelectronics a développé, au sein de l'Alliance avec les sociétés Philips et Freescale, des interconnexions en cuivre isolées par un film d'oxyde de silicium dopé au carbone ($k = 3.0$) pour la technologie 90 nm. Chaque génération technologique est définie par la valeur du nœud, qui fait référence aux plus petits motifs géométriques des circuits. Ce nœud est défini, d'après « International Technology Roadmap for Semiconductors », comme le pas, ou « pitch », minimal de métal utilisé sur l'ensemble des produits [SIA, 2003]. Il correspond ainsi à la moitié de la plus petite distance séparant deux lignes ou deux plots métalliques. Cette technologie a servi de support à cette étude.

Dans cette technologie, le cuivre est encapsulé par une barrière métallique, constituée d'un film de nitrure de tantale et d'un film de tantale, ainsi que par une barrière diélectrique formée d'un film de nitrure de silicium dopé au carbone ($k = 5.0$). Cette technologie était en phase de développement au début de cette thèse, mais est, depuis le début de l'année 2005, utilisée pour produire certains circuits intégrés qui sont commercialisés. Pour la technologie suivante (65 nm), en cours de développement actuellement, les interconnexions sont formées des mêmes matériaux. Les modifications apportées à ce jour concernent notamment le recuit de recristallisation du film de cuivre, qui est réalisé à une température plus faible, pendant un temps beaucoup plus court, ainsi que les règles de dessin : les lignes métalliques sont plus étroites, les épaisseurs de certains films ont diminué...

Le chapitre I permet tout d'abord de présenter les circuits intégrés et plus particulièrement les interconnexions. Une synthèse bibliographique des diélectriques « low-k » est également proposée. Les contraintes thermomécaniques imposées aux interconnexions et les défaillances qui peuvent en résulter sont explicitées.

Les méthodes d'élaboration et de caractérisation des films diélectriques sont exposées au chapitre II. Les techniques expérimentales choisies et utilisées pour évaluer les caractéristiques mécaniques des films et de leurs interfaces sont adaptées à l'étude des films diélectriques minces et fragiles, déposés sur un substrat de silicium. Les résultats expérimentaux obtenus sont décrits au chapitre III. Ils ont été réalisés sur les films d'oxyde de

silicium dopé au carbone et de nitrure de silicium dopé au carbone mais aussi sur un film d'oxyde de silicium « traditionnel » ($k = 4.3$) et sur un film de nitrure de silicium, utilisé comme barrière diélectrique mais de constante diélectrique plus élevée ($k = 6.8$) que la barrière diélectrique utilisée pour la technologie 90 nm. L'adhérence entre les couches d'interconnexions les plus critiques de la technologie 90 nm a aussi été évaluée.

Le chapitre IV est consacré à l'étude du comportement mécanique du film de cuivre et à celui de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs. Une caractérisation microstructurale de ces structures multicouches est également réalisée.

Toutes ces caractérisations permettent de constituer une base de données et de déterminer, en couplant les résultats à des modélisations par éléments finis, une loi de comportement décrivant les différents films. Le modèle par éléments finis développé est décrit au chapitre V. Ce modèle permet d'étudier le comportement thermomécanique des films dans les interconnexions et leur évolution au cours des différentes étapes du procédé de fabrication des interconnexions. Le comportement thermomécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs, est plus particulièrement étudié et analysé au chapitre VI.

Chapitre I
Les interconnexions :
généralités, matériaux diélectriques, contraintes mécaniques

Sommaire

1. Le circuit intégré.....	13
1.1. Les composantes d'un circuit intégré.....	13
1.2. La mise en boîtier des puces.....	14
2. Les interconnexions.....	16
2.1. Généralités.....	16
2.2. Evolution des matériaux d'interconnexions.....	17
3. Les diélectriques « low-k ».....	23
3.1. Structure des films.....	24
3.2. Propriétés mécaniques.....	26
4. Les contraintes mécaniques.....	27
4.1. Relations contraintes – déformations.....	28
4.2. Origine des contraintes.....	31
4.3. La contrainte intrinsèque.....	32
4.4. La contrainte thermoélastique.....	33
5. Les défauts dus aux contraintes.....	34
6. Objectifs de l'étude.....	35

Ce chapitre a tout d'abord pour but de présenter les composantes d'un circuit intégré et plus particulièrement les interconnexions. Un état de l'art des matériaux diélectriques à faible permittivité utilisés comme isolants dans les interconnexions est ensuite effectué.

L'utilisation de ces nouveaux diélectriques, dits « low-k », constitue cependant une évolution technologique importante et leur comportement mécanique est très peu connu. Lors de l'élaboration des circuits intégrés et de leur mise en service, des contraintes thermomécaniques sont introduites. Une description de ces contraintes et de leurs sources est alors effectuée. Ces contraintes peuvent engendrer des défaillances, qui sont également présentées.

Enfin les objectifs et la méthodologie de l'étude sont exposés.

1. Le circuit intégré

1.1. Les composantes d'un circuit intégré

Les différents composants d'un circuit intégré sont réalisés simultanément au sein ou à la surface d'une plaquette de silicium. Sur ce substrat, des centaines voire des milliers de circuits intégrés peuvent être réalisés simultanément. Chacun de ses composants est créé localement au cours d'une succession d'opérations effectuées de façon sélective à la surface du substrat et peut être schématisé par un empilement de matériaux en couches minces.

Le substrat est un disque de silicium monocristallin orienté suivant le plan cristallographique {100}. Pour réduire les coûts de fabrication, son diamètre a augmenté et vaut aujourd'hui 300 mm dans les chaînes de production les plus récentes.

Dans un circuit, on distingue deux parties (figure I.1) :

- la zone active au contact du silicium, constituée de transistors MOS, c'est-à-dire Métal Oxyde Semiconducteur, de résistances, de diodes et de condensateurs, appelée aussi « Front-End »,
- les couches plus externes, constituées de plusieurs niveaux superposés de conducteurs, isolés entre eux par des diélectriques, qui assurent la connexion entre les différents composants actifs et qui constituent les interconnexions, appelées aussi « Back-End ».

Le dernier niveau conducteur des interconnexions est formé de plots métalliques qui permettent de réaliser la connexion entre la puce et son boîtier. La dernière couche de cette structure est composée d'un ou de deux films diélectriques de passivation qui protègent le circuit de toutes formes d'agressions extérieures, notamment de l'humidité de l'environnement et de la contamination ionique.

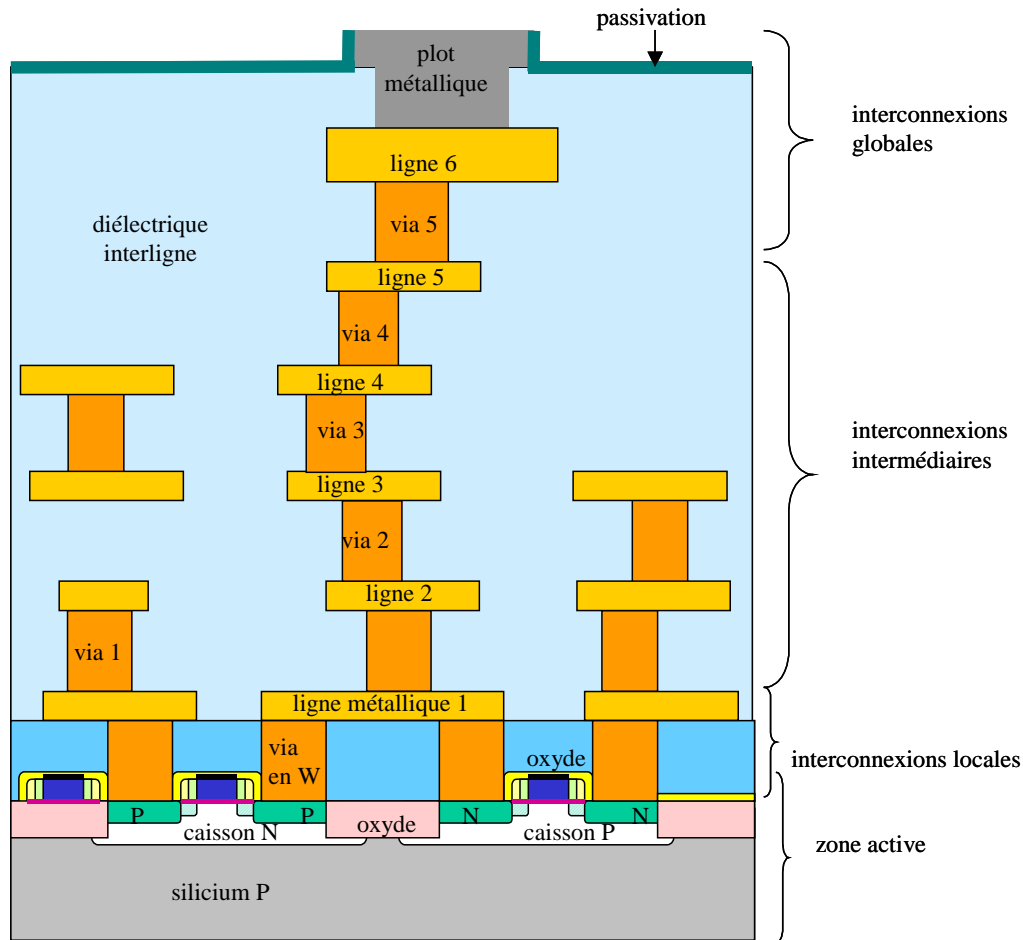


Figure 1.1 : Schéma d'une puce en coupe transversale (la partie concernant les interconnexions sera explicitée au paragraphe 2.1)

1.2. La mise en boîtier des puces

Lorsque tous les films ont été déposés, le substrat de silicium est aminci en face arrière. Puis les puces sont découpées et placées dans un boîtier. Ce boîtier doit non seulement pouvoir être intégré dans le système auquel il est destiné mais également faire le lien entre les connexions électriques de la puce et les connexions optiques, fluidiques et mécaniques s'il y a lieu. Il permet également de protéger la puce des agressions extérieures, qu'elles soient mécaniques, chimiques, thermiques ou optiques.

Les deux techniques de mise en boîtier les plus utilisées sont :

- le câblage ou « wire-bonding »,
- le montage en « flip-chip ».

Pour la mise en boîtier par câblage, la puce de silicium est collée au centre de la cavité d'un boîtier, en plastique ou en céramique. Des fils sont soudés entre les plots du circuit intégré et les plots situés à l'intérieur du boîtier, eux-mêmes directement reliés aux pattes du boîtier (figure I.2). Les fils de câblage, souvent en or ou en aluminium, sont soudés par des techniques thermocompressive, thermosonique ou ultrasonique. Généralement un capot métallique est soudé à la surface du boîtier [Mir, 2002; Shon-Roy et al, 1998].

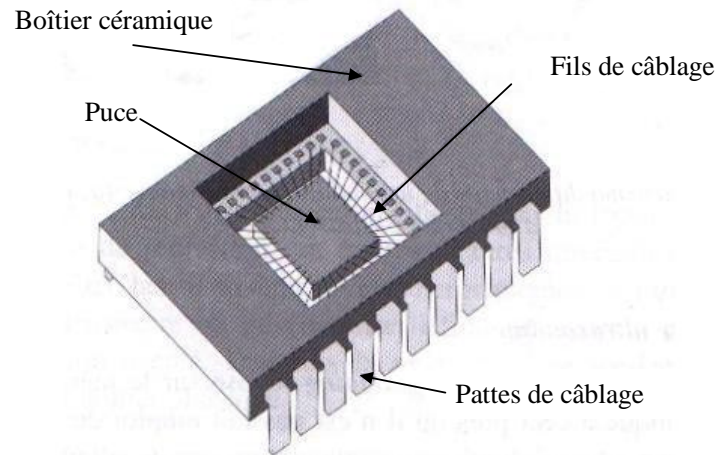


Figure I.2 : Schéma des composants d'un boîtier standard [Mir, 2002]

Cependant, par cette technique, les connexions sont uniquement réalisées sur les bords de la puce. Pour certains produits à haute performance, le montage en « flip-chip » est préféré, même s'il est plus onéreux, car il permet une plus grande densité de connexions.

Le montage en « flip-chip » est une technique de connexion électrique de la puce par contact direct sur son substrat (circuit imprimé ou autre puce). Dans ce cas, la puce est positionnée face vers le bas. Les plots métalliques de la puce sont reliés au circuit imprimé par des boules conductrices. Ces boules sont constituées d'un alliage à bas point de fusion, comme un alliage étain - plomb par exemple. Une résine isolante est placée entre la puce et le circuit imprimé (figure I.3) [Mir, 2002; Shon-Roy et al, 1998].

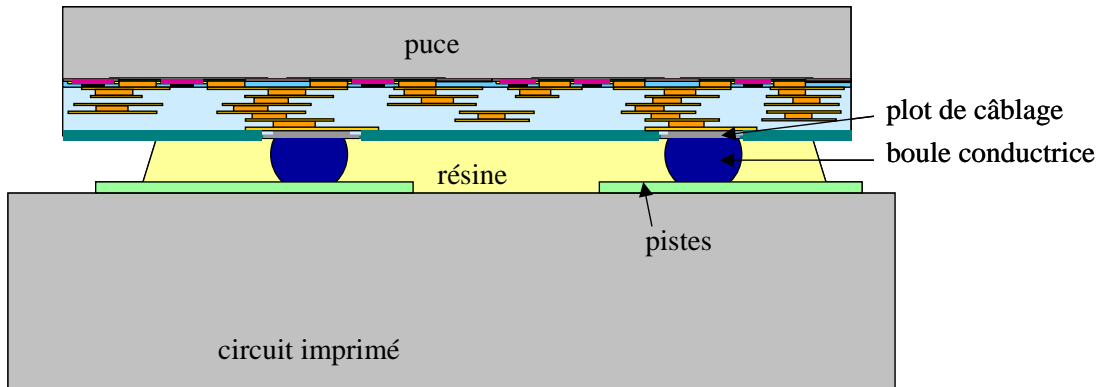


Figure I.3 : Schéma en coupe d'un montage en « flip chip »

D'autres types de boîtiers peuvent également être utilisés pour encapsuler des puces ayant des applications spécifiques, comme les boîtiers pour capteur de pression différentiel ou encore la micro-encapsulation pour les capteurs chimiques [Mir, 2002].

2. Les interconnexions

2.1. Généralités

Les interconnexions sont constituées d'un réseau de lignes métalliques dont le rôle est la distribution des signaux électriques et la connexion des différents composants actifs. Ces lignes métalliques s'organisent sur plusieurs niveaux séparés par des couches de diélectriques (ou diélectriques interlignes). Les connexions entre les lignes de deux niveaux différents sont assurées par des ponts métalliques appelés vias (figures I.1, I.4 et I.5).

On distingue différents types d'interconnexions [SIA, 2003] :

- les premiers niveaux permettent de prendre les contacts par l'intermédiaire de vias en tungstène sur les zones actives et sur la grille du transistor, ils concernent les connexions entre transistors adjacents : ce sont les interconnexions locales,
- les niveaux supérieurs établissent les liaisons dans un bloc fonctionnel, ils assurent aussi la connexion avec les lignes du premier niveau de métallisation : ce sont les interconnexions intermédiaires,
- les derniers niveaux peuvent traverser l'ensemble de la puce : ce sont les interconnexions globales.

Les interconnexions peuvent ainsi, par exemple, contenir jusqu'à 10 niveaux de métal pour la technologie 90 nm (cette distance, appelée nœud technologique, fait référence au pas minimal de métal, soit à la moitié de la plus petite distance séparant deux lignes ou deux plots

métalliques, obtenue généralement au niveau des cellules DRAM, de l'acronyme « Dynamic Random Access Memory » [SIA, 2003]).

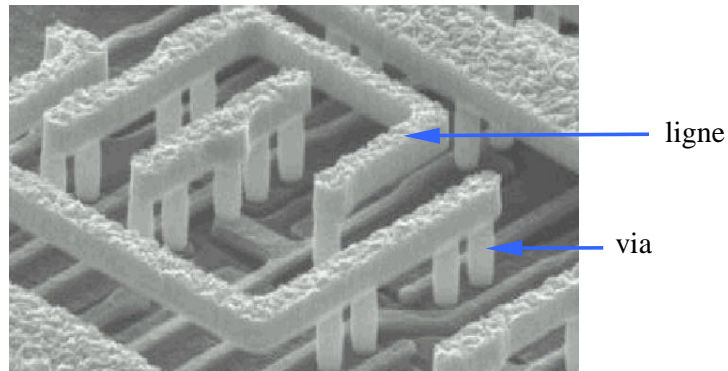


Figure I.4 : Image d'interconnexions montrant un niveau de lignes et de vias métalliques après retrait du diélectrique d'isolation (réalisée par microscopie électronique à balayage) [STMicroelectronics]

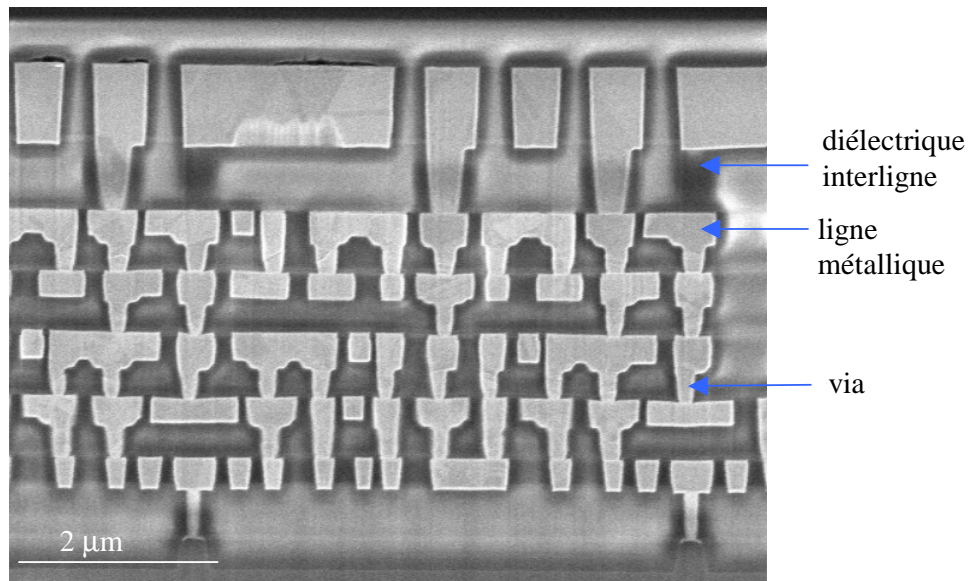


Figure I.5 : Coupe transversale d'un circuit à 6 niveaux de métal fabriqué avec un diélectrique à faible permittivité, selon les règles de dessin de la technologie 90 nm (Image réalisée par microscopie électronique à transmission) [Crolles2 Alliance]

2.2. Evolution des matériaux d'interconnexions

Dans les années 70, les interconnexions étaient constituées de lignes conductrices en aluminium, isolées par de l'oxyde de silicium, sur un seul niveau. Afin d'augmenter les

performances des circuits intégrés, l'industrie microélectronique augmente sans cesse la densité d'intégration de transistors par puce. Selon la loi empirique définie par Moore en 1965, le nombre de transistors par puce est multiplié en moyenne par quatre tous les trois ans. Cette augmentation nécessite la réduction de la taille des transistors, mais entraîne également des modifications pour les interconnexions : la largeur des lignes diminue, l'espace interligne diminue également, le nombre de niveaux augmente.

Le temps de propagation de l'information dans le circuit correspond à la somme du temps lié à la communication des transistors et du temps nécessaire à la transmission du signal par les interconnexions. Avec la réduction des dimensions de base du circuit, la vitesse de communication des transistors augmente. Cependant, la complexité croissante des interconnexions entraîne une forte augmentation du temps de propagation du signal. Le délai lié aux interconnexions devient prépondérant et limite la vitesse du circuit [Bohr, 1995].

Le temps de propagation de l'information, τ , dans les lignes ou les vias des interconnexions est proportionnel, en première approximation, au produit RC, où R est la résistance de la ligne et C la capacité équivalente du diélectrique d'isolation interligne :

$$\tau \propto R \times C \quad (I.1)$$

Cette capacité parasite est composée de la capacité entre les lignes de deux niveaux successifs, C_V , mais aussi de la capacité entre les lignes d'un même niveau, C_L (figure I.6).

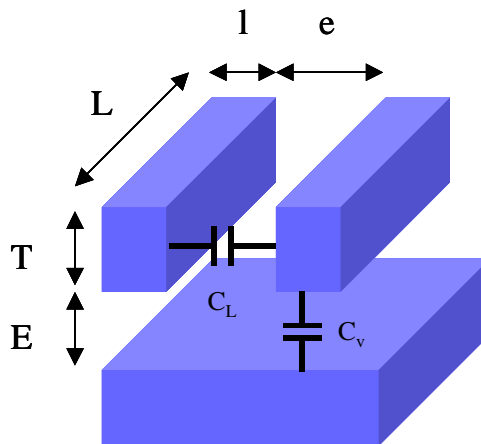


Figure I.6 : Schéma de deux niveaux d'interconnexions où e est la distance entre deux lignes d'un même niveau, E est la distance entre deux niveaux, T , L et l sont respectivement la hauteur, la longueur et la largeur de la ligne

C_V et C_L sont définies par :

$$C_V = \frac{\epsilon_r \times \epsilon_0 \times L \times l}{E} \quad (I.2)$$

$$C_L = \frac{\epsilon_r \times \epsilon_0 \times L \times T}{e} \quad (I.3)$$

où ϵ_r et ϵ_0 représentent respectivement la permittivité relative du diélectrique et la permittivité du vide.

La résistance R est définie par :

$$R = \frac{\rho \times L}{T \times l} \quad (I.4)$$

avec ρ la résistivité du métal.

Pour diminuer le temps de propagation de l'information dans les interconnexions, plusieurs solutions sont possibles [Bohr, 1995] :

- augmenter le rapport hauteur sur largeur des lignes métalliques,
- augmenter le nombre de niveaux de métal,
- utiliser un métal à plus faible résistivité pour les lignes et les vias,
- utiliser un diélectrique à plus faible permittivité comme diélectrique interligne.

Mais les deux premières solutions atteignent leurs limites assez rapidement, en quelques générations technologiques. De nouveaux matériaux d'interconnexions ont alors été développés et utilisés.

Intégration du cuivre

Le cuivre, de résistivité $\rho = 1.68 \mu\Omega.cm$, a ainsi remplacé l'aluminium, de résistivité $\rho = 2.65 \mu\Omega.cm$ dans les interconnexions intermédiaires et globales. Les premiers circuits intégrés de type CMOS, « Complementary Metal Oxyde Semiconductor », comprenant six niveaux de métal en cuivre, datent de 1997 [Edelstein et al, 1997; Venkatesan et al, 1997]. Le cuivre a aussi une meilleure tenue à l'électromigration que l'aluminium [Zorich, 2001]. Le phénomène d'électromigration se traduit par le transport de métal lors du passage du courant. Il peut provoquer des trous ou des excroissances dans le métal. La durée de vie des dispositifs est alors affectée. Ce phénomène est d'autant plus important que la densité de courant augmente. Ainsi, la diminution de la taille des motifs et de l'espace interligne conduisent à une augmentation des risques d'endommagement par électromigration.

Cependant, des modifications de procédé ont dû être apportées [Bohr, 1995; Zorich, 2001]. En effet, les atomes de cuivre diffusent facilement et très rapidement dans les oxydes. Une telle diffusion induirait des courants de fuite et dégraderait les performances du circuit. Le cuivre doit alors être encapsulé (figure I.7). Une barrière diélectrique est déposée avant le film diélectrique d'isolation afin d'empêcher la diffusion du cuivre dans l'oxyde supérieur. Cette barrière est aussi utilisée comme couche d'arrêt à la gravure. Une barrière métallique est déposée avant le dépôt du cuivre dans les tranchées gravées afin d'empêcher la diffusion du cuivre dans l'oxyde adjacent. Cette barrière doit être suffisamment conductrice pour assurer un bon contact entre le via et la ligne du niveau inférieur. Les épaisseurs de ces deux types de

barrières doivent être les plus faibles possibles car la barrière isolante a une permittivité relative plus élevée que celle du diélectrique interligne et la barrière conductrice a une résistivité plus élevée que le métal constituant les lignes et les vias.

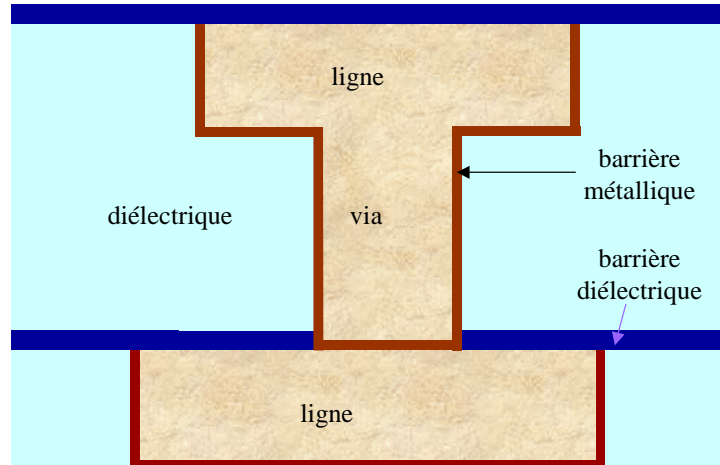
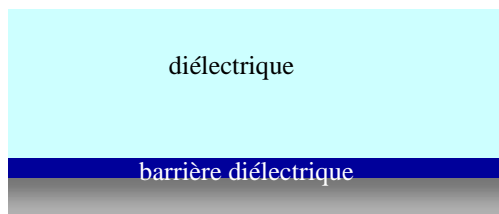
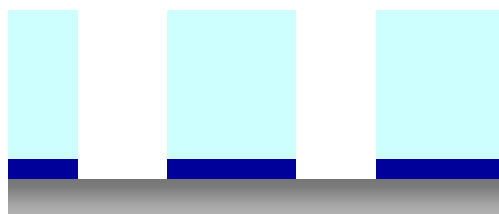


Figure I.7 : Encapsulation du cuivre par des barrières de diffusion

Dans les technologies précédentes, l'aluminium était déposé sur toute la plaque puis gravé de façon à former les lignes et les vias. Les espaces entre les lignes étaient ensuite remplis par le diélectrique. Aucun procédé de gravure du cuivre n'étant industrialisable, le procédé appelé damascène a été développé. Dans cette architecture, la barrière diélectrique et le diélectrique sont d'abord déposés puis gravés pour définir les emplacements des chemins de connexion. Les espaces sont ensuite remplis par la barrière métallique et le cuivre. Une étape de polissage mécano-chimique est enfin réalisée pour supprimer l'excès de cuivre et de barrière métallique (figure I.8).



Dépôt de la barrière diélectrique et du diélectrique



Gravure des diélectriques

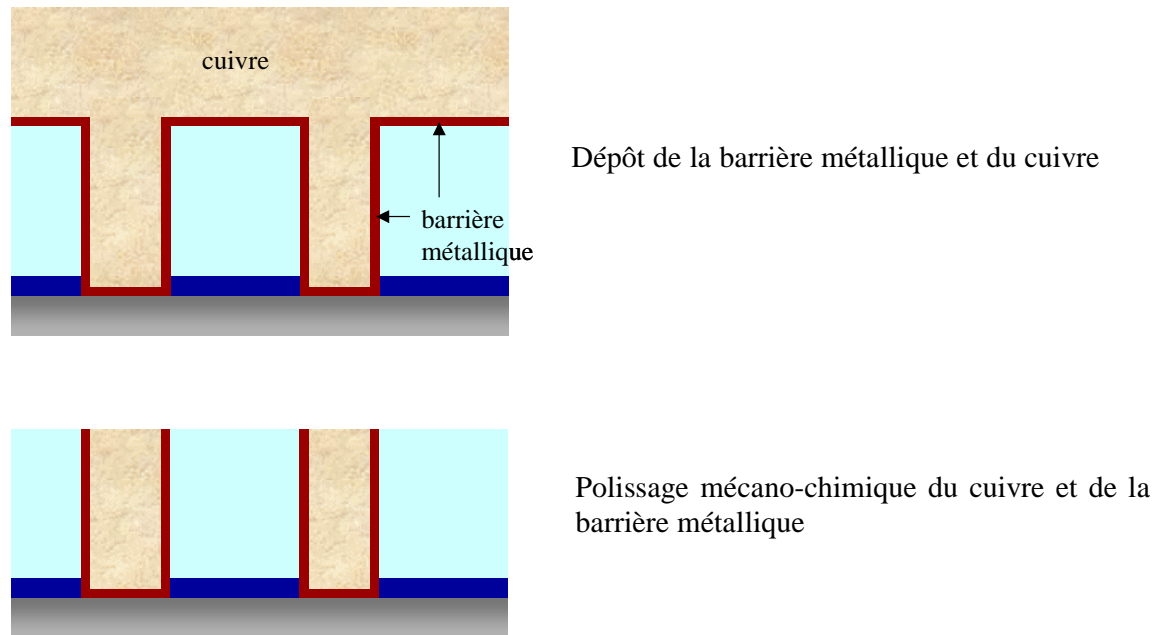


Figure I.8 : Etapes de fabrication des interconnexions selon le procédé damascène

Développement de diélectriques à faible permittivité

Afin de diminuer le temps de propagation de l'information dans les interconnexions, des diélectriques à faible permittivité, ϵ_r , ont été développés pour remplacer l'oxyde de silicium, de permittivité supérieure à 4.0, dans les interconnexions intermédiaires et ainsi diminuer la capacité. Ces diélectriques sont regroupés sous le terme générique de diélectriques « low-k ». Pour les derniers niveaux des interconnexions, un film d'oxyde de silicium est souvent utilisé comme diélectrique d'isolation, ce qui permet d'améliorer la fiabilité mécanique de l'ensemble de la structure [Goldberg et al, 2002; Goldberg et Wang, 2003].

La permittivité relative des diélectriques, ou constante diélectrique, est d'ailleurs notée k en microélectronique plutôt que ϵ_r . Elle est définie par la relation :

$$k = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (I.5)$$

où ϵ et ϵ_0 sont respectivement la permittivité du diélectrique et la permittivité du vide.

Les premiers films diélectriques « low-k » ont été intégrés dans les interconnexions à partir de 1997-1998, avec l'introduction des oxydes de silicium dopés au fluor, dont la constante diélectrique varie entre 3.2 et 3.4 [Zorich, 2001]. Depuis, d'autres diélectriques ont été développés et intégrés, comme par exemple :

- des polymères organiques aromatiques, de constante diélectrique égale à 2.7 [Fayolle et al -1, 2002],

- des oxydes de silicium dopés au carbone, de constante diélectrique égale à 2.9, [Fayolle et al -2, 2002],
- des oxydes de silicium dopés au carbone poreux, de constante diélectrique inférieure à 2.5 [Chapelon et al, 2004].

Le tableau I.1 présente les valeurs des constantes diélectriques des films employés ou envisagés dans les technologies actuelles ou futures. La constante diélectrique effective correspond à la constante diélectrique totale après intégration des matériaux, calculée en tenant compte non seulement des caractéristiques du diélectrique interligne mais aussi de celles des barrières diélectriques.

Tableau I.1 : Valeurs des constantes diélectriques employées ou envisagées pour les technologies actuelles et futures [SIA, 2004]

Année	2004	2007	2010	2013	2016
Technologie (nm)	90	65	45	32	22
Constante diélectrique effective	3.1 - 3.6	2.7 - 3.0	2.3 - 2.6	2.0 - 2.4	< 2.0
Constante diélectrique	< 2.7	< 2.4	< 2.1	< 1.9	< 1.7

L'apport du cuivre et des diélectriques « low-k »

Tout d'abord, l'utilisation de cuivre et des matériaux diélectriques « low-k » permet de diminuer le temps de propagation de l'information dans les interconnexions. La figure I.9 permet de comparer le temps de propagation de l'information dans les interconnexions et le temps d'accès total dans la puce, dans le cas d'interconnexions formées d'aluminium et d'oxyde de silicium et dans le cas d'interconnexions formées de cuivre et d'un diélectrique de permittivité relative égale à 2.0 [SIA, 1999; Plansky et al, 2003].

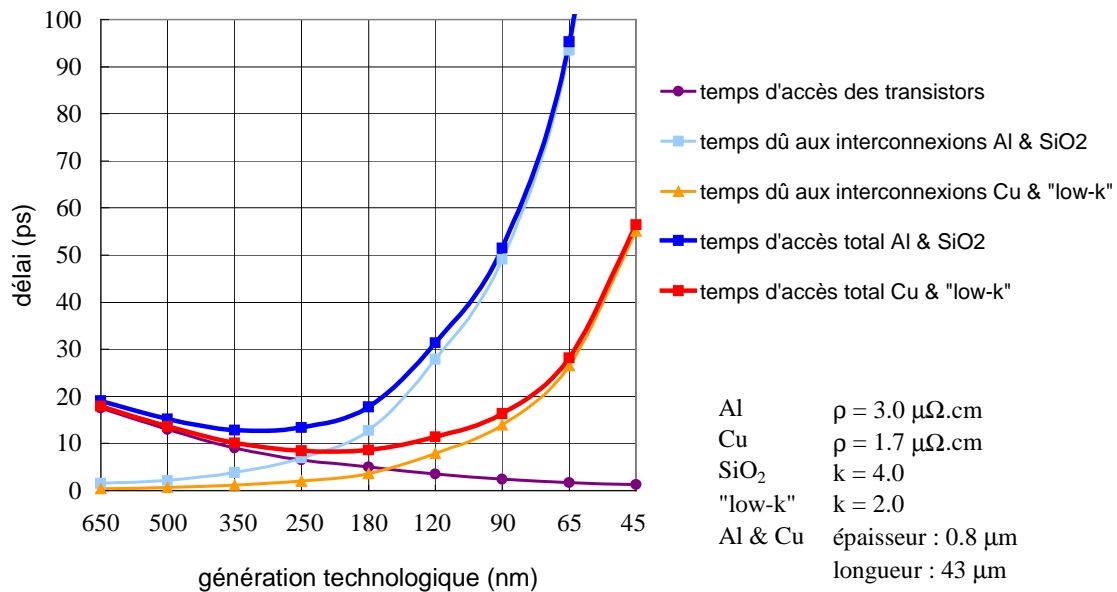


Figure 1.9 : Evolution des différents temps d'accès dans une puce en fonction de la technologie

La diminution du temps de propagation de l'information dans les interconnexions permet également de réduire la diaphonie (ou « cross-talk »), le bruit et la dissipation de puissance dans le circuit [Plansky et al, 2003]. La diaphonie est un couplage de type capacitif entre une ligne et son entourage métallique. Elle est la conséquence du rapprochement des lignes métalliques. Elle correspond à l'apparition de signaux parasites sur une ligne au repos perturbée par une ou plusieurs lignes actives, et peut donc compromettre le fonctionnement du circuit.

L'utilisation de cuivre et de diélectriques à faible permittivité permet aussi notamment [Zorich, 2001] :

- d'améliorer la conductivité thermique,
- de réduire la dilatation thermique de la structure,
- de faciliter la conception des puces, le cuivre supportant de plus fortes densités de courant que l'aluminium.

3. Les diélectriques « low-k »

Les caractéristiques requises pour un diélectrique interligne, devant être intégré dans une structure d'interconnexions, sont [Ho et al, 2003] :

- une faible permittivité,
- des propriétés thermomécaniques suffisantes et stables,
- une bonne adhérence avec les autres matériaux constituant les interconnexions,

- une bonne résistance aux procédés chimiques,
- une faible sensibilité à l'absorption d'humidité,
- un faible coût.

3.1. Structure des films

Lien avec la constante diélectrique

Généralement, les structures chimiques qui apportent la stabilité structurale sont celles qui ont des liaisons atomiques fortes présentes en grande quantité. Mais les liaisons fortes sont généralement les plus polarisables. Une augmentation de leur densité entraîne une augmentation de la polarisabilité du film. Par exemple, la rigidité et la stabilité thermique de l'oxyde de silicium SiO_2 est apportée par le réseau chimique dense. Mais la densité du matériau et les liaisons atomiques fortes induisent une forte polarisabilité atomique et par suite une constante diélectrique élevée ($k > 4.0$).

Pour diminuer la valeur de la constante diélectrique d'un matériau par rapport à celle de SiO_2 :

- soit des atomes et des liaisons à plus faible polarisabilité sont incorporés dans le film,
- soit la densité des atomes et des liaisons dans le matériau est réduite,
- soit les deux méthodes précédentes sont combinées.

Il existe différents types de polarisation dans un milieu [Rémiat, 2003] :

- la polarisation électronique, qui résulte de la déformation des nuages électroniques sous l'action d'un champ électrique,
- la polarisation ionique, causée par la déformation de la structure du matériau sous l'action d'un champ électrique,
- la polarisation d'orientation ou dipolaire, qui résulte de la tendance qu'ont les molécules polaires à s'orienter dans le sens d'un champ électrique,
- la polarisation de charge, négligeable lorsque la concentration en charges mobiles dans le matériau est faible.

La polarisabilité électronique d'un film peut être réduite en diminuant la densité électronique. Les liaisons C-C ou C-F possèdent la plus petite polarisabilité électronique. Celle-ci augmente progressivement avec les liaisons C-O, C-H, O-H et devient très importante dans les liaisons C=O, C=C et les liaisons triples. Le moment dipolaire suit une évolution différente : il est nul pour les liaisons homo-atomiques, c'est-à-dire C-C, C=C, et les liaisons triples, et devient d'autant plus important que la différence d'électronégativité entre les atomes est grande, par exemple pour les liaisons C-F, O-H, Si-O, Si-F... Un compromis doit donc être trouvé entre réduction de la polarisation électronique et diminution de la polarisation dipolaire.

Par ailleurs, l'adsorption d'humidité par un film peut modifier sa constante diélectrique, l'eau ayant un moment dipolaire permanent important. C'est pourquoi les molécules polaires, qui

ont tendance à retenir l'eau naturellement présente dans l'environnement, sont à minimiser lors de la définition d'un diélectrique « low-k ».

Pour diminuer la densité d'un matériau par rapport à celle de SiO_2 , des atomes plus légers et / ou des espaces entre les atomes peuvent être incorporés dans le film. Les atomes C et H étant plus légers que les atomes Si et O, des groupes -H ou $-\text{CH}_3$ peuvent être introduits. Le volume important occupé par certains atomes ou groupements d'atomes peut conduire à une diminution de la constante diélectrique malgré un moment dipolaire non négligeable ou une polarisabilité électronique importante.

Comme il est difficile de diminuer la constante diélectrique en dessous de 2.5 avec un matériau dense, il peut être nécessaire d'introduire une micro ou mésoporosité. Les pores peuvent être incorporés dans un matériau organique, inorganique ou hybride. Mais la structure du réseau poreux doit être définie avec attention. La taille, la distribution et la forme des pores doivent être contrôlées rigoureusement afin de conserver une stabilité thermomécanique suffisante. Les propriétés mécaniques des films poreux sont aussi plus faibles que celles des matériaux denses analogues.

Les différents films

Il existe ainsi différents types de diélectriques « low-k » [Maex et al, 2003] :

- les silsesquioxanes,
- les matériaux à base de silice,
- les polymères organiques.

Les silsesquioxanes sont des polymères hybrides, à la fois organiques et inorganiques. Ils sont formés à partir du réseau rigide de la molécule SiO_2 dans lequel des groupes organiques ou des pores sont introduits afin de diminuer la densité. Chaque atome de silicium est lié à un atome d'hydrogène, à un groupe alkyl ou phényl par exemple. Leur formule empirique est alors $(\text{SiO}_{3/2}\text{R}_{1/2})_n$. Leur permittivité varie généralement entre 2.5 et 3 [Maex et al, 2003].

Les matériaux à base de silice, SiO_2 , sont des matériaux pour lesquels une liaison Si-O a été remplacée par une liaison à plus faible polarisabilité, comme Si-F ou Si-H, afin de diminuer la constante diélectrique, ou encore par des liaisons Si- CH_3 . Le fluor et le carbone permettent d'augmenter les liaisons inter-atomiques ou « le volume libre », ce qui permet également de diminuer la valeur de la constante diélectrique [Maex et al, 2003]. Les oxydes de silicium dopés au carbone ont généralement une permittivité comprise entre 2.2 et 3 [Leung et Ong, 2003]. Une autre approche consiste à introduire des pores dans le réseau de la silice. On parle alors de silice poreuse ou nanoporeuse. Dans ce cas, les films obtenus ont une constante diélectrique théorique comprise entre 1.0 et 4.0, selon le taux de porosité. La valeur minimale de 1.0 correspond à la valeur de la permittivité de l'air, obtenue pour une porosité théorique de 100 %, et la valeur maximale de 4.0 correspond à la valeur de la permittivité d'un oxyde de

silicium traditionnel, de porosité nulle [Schulz et Gessner, 2003]. Les matériaux commerciaux ont une constante diélectrique supérieure à 1.2 [Plansky et al, 2003].

Les polymères organiques sont soit des polymères non polaires, constitués de molécules covalentes, principalement de liaisons C-C, soit des polymères polaires, contenant par exemple des liaisons C-F. Mais ces films ont généralement des coefficients de dilatation très élevés et des propriétés mécaniques très faibles [Maex et al, 2003].

Ces films peuvent être déposés par centrifugation ou par dépôt chimique en phase vapeur (CVD pour « Chemical Vapor Deposition »). Les films poreux sont formés soit par construction directe d'un réseau poreux, par un procédé sol-gel ou par évaporation, soit indirectement, en déposant un film composite puis en retirant un des composants. Des nanoparticules sacrificielles (ou porogène), une phase instable thermiquement peuvent par exemple être incorporées lors d'un dépôt puis désorbées grâce à un recuit [Maex et al, 2003].

3.2. Propriétés mécaniques

Cependant un compromis doit être trouvé entre une valeur de la permittivité, la plus faible possible, et une rigidité de la structure et des propriétés mécaniques satisfaisantes, apportées, au contraire, par des liaisons fortes, les plus nombreuses possibles. La figure I.10 présente l'évolution du module de Young en fonction de la constante diélectrique obtenue à partir de mesures sur différents films « low-k ». Lorsque la constante diélectrique diminue, le module de Young diminue très rapidement [Moore et al, 2000]. Les propriétés mécaniques des oxydes de silicium dopés au carbone sont plus faibles que celles d'un oxyde de silicium traditionnel. Le tableau I.2 présente les caractéristiques mécaniques de ces deux types de film. Ainsi, le module de Young du diélectrique « low-k » est plus faible que celui de l'oxyde de silicium car les liaisons Si-O qui fournissent la rigidité de la structure sont remplacées par des groupes organiques. Sa dureté est aussi plus faible. Son coefficient de dilatation thermique est plus élevé. Les propriétés thermomécaniques des films poreux sont dégradées assez rapidement avec l'incorporation des pores.

De plus, lors de la fabrication, jusqu'à dix ou quinze cycles en température sont imposés. Les matériaux doivent être stables et ne pas se décomposer. La stabilité thermique d'un matériau est reliée à l'énergie des liaisons qui le composent. Les cycles en température peuvent aussi engendrer des contraintes thermiques importantes, à cause de la différence des coefficients de dilatation thermique entre le diélectrique interligne et le métal ou le substrat. Ces contraintes thermiques peuvent notamment engendrer des délaminations si l'adhérence entre les films est trop faible.

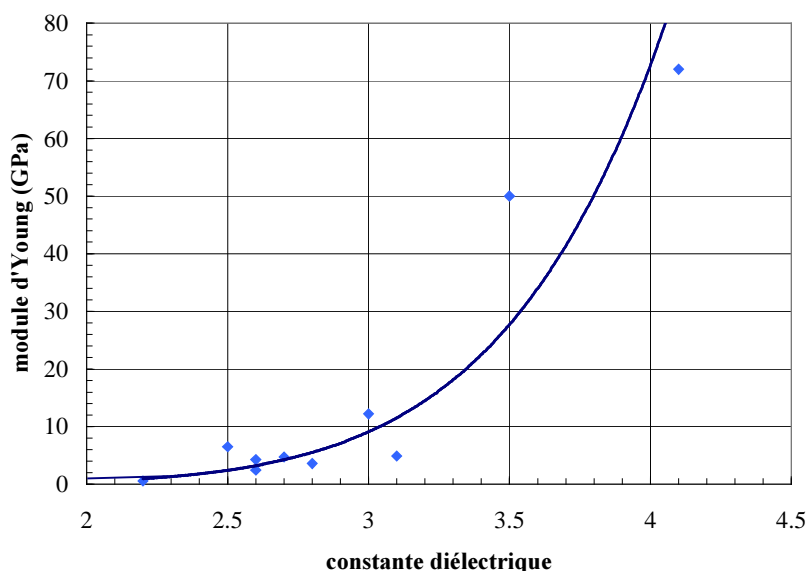


Figure 1.10 : Evolution du module de Young en fonction de la constante diélectrique [Moore et al, 2000]

Tableau I.2 : Comparaison des propriétés des oxydes de silicium dopés au carbone et des oxydes de silicium [Leung et Ong, 2003]

Propriétés	SiO _x C _y H _z	SiO ₂
Constante diélectrique	< 3.0	4.2
Indice de réfraction	< 1.42	1.46
Contrainte résiduelle	Tensile	Compressive
Dureté	< 2.0 GPa	7 - 9 GPa
Module de Young	< 10 GPa	70 - 80 GPa
Densité	< 1.4 g.cm ⁻³	2.2 g.cm ⁻³
Coefficient de dilatation thermique	< 10.10 ⁻⁶ /°C	< 1.10 ⁻⁶ /°C

4. Les contraintes mécaniques

Le dépôt d'un film mince sur un substrat provoque l'apparition d'une contrainte mécanique au sein du film et dans le substrat. Plusieurs facteurs contribuent et influencent le développement de ces contraintes dans les couches minces, comme [Doerner et Nix, 1988; Le Duc, 1999] :

- les conditions de dépôts,
- la différence entre les coefficients de dilatation thermique,
- l'épaisseur de la couche,
- la nature du substrat,

- la porosité éventuelle du film,
- la croissance de grains si le film est cristallin,
- l'hygrométrie de l'air ambiant.

Les conditions de fabrication des interconnexions peuvent également introduire des contraintes mécaniques dans les films, par exemple lors [Doucet, 1996; Gonda et al, 2004] :

- des recuits thermiques,
- des procédés utilisés pour former les motifs dans les interconnexions, notamment la gravure et le polissage mécano-chimique.

Lors de la mise en boîtier des puces, d'importantes contraintes thermomécaniques sont à nouveau introduites dans les films minces [Mercado et al, 2002; Mercado et al, 2003; Wang et al, 2003]. Elles dépendent, bien sûr, de la technique de mise en boîtier utilisée. De même, lors de la mise en service des circuits intégrés, le passage d'un courant électrique dans les lignes de conduction peut entraîner un mouvement atomique non uniforme et par suite des contraintes mécaniques dans les films.

4.1. Relations contraintes – déformations

Généralités

Les contraintes sont décrites par un tenseur en mécanique des milieux continus dont les composantes sont indiquées schématiquement à la figure I.11 [Lemaitre et Chaboche, 1996].

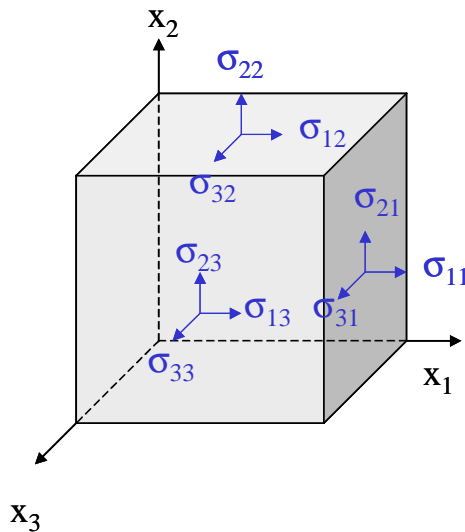


Figure I.11 : Composantes du vecteur contrainte et de la matrice représentative du tenseur des contraintes s'exerçant sur un élément infinitésimal de matière

Le tenseur des contraintes, $\underline{\sigma}$, de rang 2, symétrique, possède six composantes indépendantes. Il est exprimé sous la forme suivante :

$$\underline{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{bmatrix}$$

L'état d'équilibre d'un parallélépipède de matière impose la condition de symétrie suivante :

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$$

La notation de Voigt, définie de la manière suivante, permet d'alléger les indices [François et al, 1995] :

(i, j)	11	22	33	23 et 32	13 et 31	12 et 21
nouvel indice I	1	2	3	4	5	6

Le tenseur des contraintes s'écrit alors :

$$\underline{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix}$$

Le tenseur des déformations s'écrit dans ce cas :

$$\underline{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ 2\varepsilon_4 \\ 2\varepsilon_5 \\ 2\varepsilon_6 \end{bmatrix}$$

Dans le cas des matériaux élastiques, la loi de Hooke permet de relier le tenseur des contraintes, $\underline{\sigma}$, à celui des déformations, $\underline{\varepsilon}$ [François et al, 1995] :

$$\underline{\sigma} = [\underline{C}]\underline{\varepsilon} \quad \text{et} \quad \underline{\varepsilon} = [\underline{S}]\underline{\sigma}$$

[C] et [S] sont respectivement les tenseurs des rigidités et des compliances ou souplesses (de rang 4). Les tenseurs des déformations et des contraintes ayant seulement six composantes indépendantes et l'énergie de déformation élastique, réversible, étant indépendante du trajet de chargement, les tenseurs des rigidités et des compliances ne possèdent que 21 composantes indépendantes chacun. Les composantes c_{ijkl} et s_{ijkl} de ces tenseurs, appelées constantes

élastiques, dépendent du repère choisi. Elles sont généralement exprimées dans le repère associé aux axes de symétrie du système.

Dans le cas d'un matériau au comportement élastique et isotrope, les relations entre les contraintes et les déformations sont données par les équations de Lamé :

$$\sigma_{ij} = 2\mu\varepsilon_{ij} + \lambda(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33})\delta_{ij} \quad (I.6)$$

où δ_{ij} représente les composantes de la matrice unité, λ et μ sont les coefficients de Lamé. Ces coefficients s'expriment en fonction du module de Young, E , et du coefficient de Poisson, ν :

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (I.7)$$

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (I.8)$$

Dans le cas inverse, les équations d'Young s'écrivent :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E}\sigma_{ij} - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})\delta_{ij} \quad (I.9)$$

Dans le cas d'un matériau isotrope, le tenseur des souplesses s'écrit :

$$[S] = \begin{bmatrix} \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} \end{bmatrix} \quad (I.10)$$

et le tenseur des rigidités s'écrit :

$$[C] = \begin{bmatrix} 2\mu + \lambda & \lambda & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & 2\mu + \lambda & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda & 2\mu + \lambda & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu \end{bmatrix} \quad (I.11)$$

Seuls deux coefficients d'élasticité indépendants suffisent à définir les deux tenseurs.

Cas des films minces

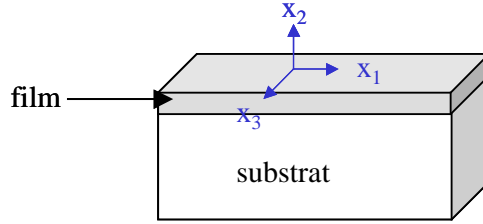


Figure I.12 : Repère défini pour un film mince sur un substrat

L’hypothèse des contraintes planes peut s’appliquer dans le cas d’un film mince, déposé sur un substrat, dont la surface est libre. Elle se traduit, dans le repère défini à la figure I.12, par [Lemaitre et Chaboche, 1996] :

$$\sigma_{i2}=0 (i=1,2,3)$$

La contrainte est homogène dans le plan du film et biaxiale. L’état de contraintes est défini par les trois composantes σ_1 , σ_3 et σ_5 en notation de Voigt.

De plus, si la contrainte est isotrope dans le film, $\sigma_1 = \sigma_3 = \sigma$. Dans le repère des axes de symétrie du système {film + substrat}, le tenseur des déformations s’écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \frac{1-\nu}{E}\sigma & 0 & 0 \\ 0 & \frac{-2\nu}{E}\sigma & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1-\nu}{E}\sigma \end{bmatrix} \quad (I.12)$$

4.2. Origine des contraintes

Soit un système {film + substrat} tel que l’épaisseur du film soit négligeable par rapport à celle du substrat et tel que les dimensions transversales du film et du substrat soient très grandes par rapport à l’épaisseur totale. Supposons que le film subisse une variation de volume, par exemple à cause d’une variation de température. L’équilibre mécanique du système crée une contrainte mécanique dans le film et dans le substrat et impose une courbure à ce système [Doerner et Nix, 1988; Nix, 1989].

Considérons le système {film + substrat} présenté à la figure I.13. Initialement, le film et le substrat sont supposés mécaniquement libres. Chaque couche peut être considérée comme une entité distincte (figure I.13.a). Supposons que le film subisse une variation de volume par rapport au substrat. Par exemple, sous l’action de la température, les dimensions du film et du substrat évoluent proportionnellement à leur propre coefficient de dilatation thermique (figure I.13.b). Pour rattacher le film au substrat, une force de traction doit être appliquée au film, à

ses deux extrémités, afin qu'il atteigne la même longueur que le substrat (figure I.13.c). Le bicouche peut alors être reconstitué, son état de contrainte ne change pas tant que les forces de traction sont appliquées. La suppression de ces forces, en supposant une adhérence parfaite entre le film et le substrat, entraîne une déformation dans le film. En effet, le film a tendance à revenir à sa position initiale mais il est bloqué par le substrat rigide, le système se courbe (figure I.13.d). Sur le schéma, le film subit une contrainte en tension tandis que le substrat, par réaction, subit une contrainte en compression. La contrainte est biaxiale dans le film.

En l'absence de toute sollicitation mécanique externe, la contrainte d'un film, ou sa déformation, possède trois composantes principales [Hoffman, 1966; Doerner et Nix, 1986; Nix, 1989] :

- la contrainte intrinsèque,
- la contrainte thermique,
- la contrainte d'épitaxie.

La dernière composante intervient dans le cas de films monocristallins déposés en épitaxie sur un substrat monocristallin. Elle est issue du désaccord paramétrique entre les deux milieux. Mais elle n'intervient pas dans cette étude.

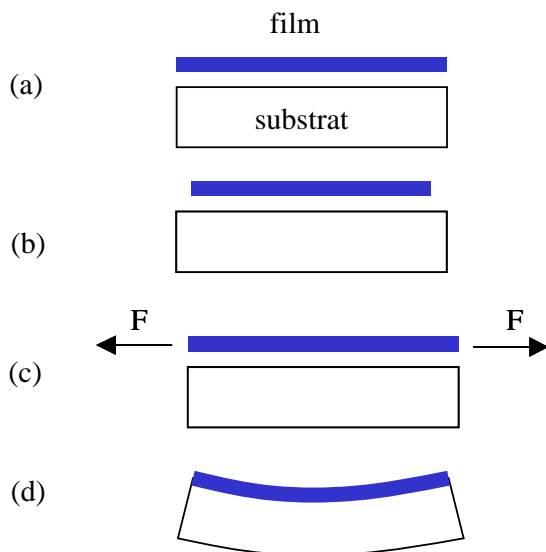


Figure I.13 : Origine des contraintes mécaniques dans un film mince : a) le film est conforme au substrat b) contraction du film par rapport au substrat c) application de forces en tension aux bords du film adhérent au substrat d) suppression des forces appliquées : le système se courbe.

4.3. La contrainte intrinsèque

La contrainte intrinsèque est définie comme la contrainte du matériau pendant sa fabrication, à la température de dépôt. Elle apparaît au cours du dépôt, lors de la croissance du film sur le

substrat. Elle se développe dans des conditions de non équilibre total et prend naissance au sein du film à chaque fois qu'une nouvelle sous-couche est déposée sans que les atomes sous-jacents n'aient eu le temps de diffuser vers leur position d'équilibre. Elle peut se manifester par des forces de traction ou de compression internes, selon les conditions de dépôt [Hoffman, 1966; Doerner et Nix, 1986].

Par exemple dans les techniques dites CVD, si les produits gazeux de réaction n'ont pas le temps de 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. Les mécanismes liés à ce type de contrainte dépendent de la nature du matériau déposé et des conditions opératoires, comme la température de dépôt, la vitesse de dépôt, les pressions partielles des gaz réactifs [Stadtmüller, 1992; Le Duc, 1999]...

De plus, la contrainte intrinsèque d'un film peut évoluer après son dépôt. Un stockage à l'air ou un recuit par exemple peuvent engendrer une désorption, une réaction entre phases, une densification... La nature du film, sa structure, sa composition chimique, sa masse volumique peuvent alors être affectées. Des contraintes supplémentaires peuvent apparaître ou au contraire des contraintes existantes peuvent être relaxées. Les oxydes par exemple peuvent absorber quelques pourcentages d'eau provenant de l'humidité de l'air ambiant [Doucet, 1996].

Les modèles physiques décrivant les modifications structurales à l'origine des contraintes intrinsèques sont peu nombreux. Ces contraintes ne sont donc pas directement calculables. A défaut, elles s'obtiennent généralement par différence de la contrainte résiduelle, mesurée à température ambiante, et de la contrainte thermique.

4.4. La contrainte thermoélastique

La contrainte thermoélastique dans les couches minces déposées sur un substrat à une température supérieure à la température ambiante est due à la différence des coefficients de dilatation thermique entre le substrat et le film [Hoffman, 1966; Doerner et Nix, 1986].

La déformation dans le film, ϵ_f , s'exprime par :

$$\epsilon_f(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_s(T) - \alpha_f(T)) dT \quad (I.13)$$

où α_s et α_f sont respectivement les coefficients de dilatation thermique tangents du substrat et du film, T est la température et T_0 correspond à la température initiale à laquelle le film et le substrat sont dans un état libre de contraintes, c'est-à-dire à la température de dépôt du film.

Dans le cas où les coefficients de dilatation sont indépendants de la température, l'équation (I.13) devient [Nix, 1989] :

$$\epsilon_f(T) = (\alpha_s - \alpha_f)(T - T_0) \quad (I.14)$$

Dans le cas où le film homogène a un comportement élastique, isotrope, la contrainte thermoélastique dans le plan du film, σ_f , est déduite des relations précédentes et de la loi de Hooke. Son expression, dans l'hypothèse des contraintes planes, et dans le cas où les coefficients de dilatation sont indépendants de la température, est évaluée à partir des relations I.12 et I.13 :

$$\sigma_f = \frac{E_f}{1-\nu_f} (\alpha_s - \alpha_f) (T - T_0) \quad (I.15)$$

avec E_f et ν_f le module de Young et le coefficient de Poisson du film (dont leur variation en fonction de la température est négligée).

5. Les défauts dus aux contraintes

Les contraintes thermomécaniques imposées aux films minces formant les interconnexions peuvent engendrer des défauts dans les circuits. Ces défauts ont été observés aussi bien dans les couches diélectriques que dans les lignes de métal conduisant le courant dans les dispositifs. Les principaux défauts qui en résultent sont [Le Duc, 1999; Saran et al, 1998; Li et al, 2004; Hussein et He, 2005] :

- des fissurations, qui apparaissent dans l'épaisseur des films fragiles, aux endroits où la structure est en forte tension,
- des délaminations ou décollements à l'interface entre deux couches, illustrées par exemple à la figure I.14,
- des trous ou « voids », qui apparaissent exclusivement dans les lignes et les vias métalliques où la mobilité des atomes est importante et qui sont dus principalement aux mouvements de matière créés pour relaxer la contrainte provoquée par les montées et descentes en température,
- des excroissances ou « hillocks », qui apparaissent à la surface du métal, plutôt orientés verticalement, et qui sont le résultat d'une déformation plastique compressive,
- des mécanismes d'électromigration, qui apparaissent lors du passage d'un courant électrique dans le métal, phénomènes amplifiés par la présence de contraintes, et qui se manifestent par l'accumulation de matière du côté de l'anode créant une excroissance et par l'accumulation de lacunes formant un trou vers la cathode.



Figure I.14 : Image de délamination observées, après un essai d'assemblage, aux interfaces entre le cuivre et la barrière diélectrique (au niveau du métal 4) et entre le diélectrique « low-k » et la barrière diélectrique (au niveau du métal 5) [Crolles2 Alliance]

Tous ces défauts peuvent générer des défaillances sur les produits et remettre en cause le fonctionnement de tout le circuit intégré. C'est pourquoi, il est indispensable d'identifier l'origine des contraintes mécaniques et de mesurer les déformations que subissent les couches minces et les interconnexions.

6. Objectifs de l'étude

L'utilisation de diélectriques « low-k » pour les interconnexions, dont les propriétés mécaniques sont plus faibles que celles des oxydes de silicium traditionnels, constitue une évolution technologique importante. Leur comportement mécanique est très peu connu. Les problèmes de fiabilité mécanique, qui apparaissent en présence de contraintes thermomécaniques, risquent d'augmenter. Une plus grande susceptibilité à la fissuration est notamment attendue lors du dépôt, lors des étapes de la fabrication des interconnexions comme les recuits, la gravure, le polissage..., ou encore lors de la mise en boîtier des puces, par exemple lors du soudage des fils de connexion. De plus, l'intégration du cuivre dans les interconnexions nécessite l'utilisation de couches barrière à la diffusion du cuivre dans le diélectrique. Ces structures constituées de multicouches cuivre / barrière de diffusion / diélectrique présentent de sérieux risques de délamination aux interfaces. Il devient donc nécessaire de comprendre le comportement des interconnexions lors des sollicitations thermomécaniques liées aux procédés de fabrication et au fonctionnement des circuits intégrés.

La modélisation par éléments finis permet d'évaluer les contraintes thermomécaniques et leur répartition dans des structures aussi complexes que celles des interconnexions. Elle permet

ainsi d'étudier les éventuels problèmes de fiabilité mécanique, de proposer des solutions pour les résoudre et de les anticiper. Par suite, elle permet également de réduire le nombre de certains essais, comme par exemple les essais de mise en boîtier, très longs à réaliser et coûteux. Ainsi, des modèles ont été développés, en particulier ces dernières années, sur des structures plus simples constituées d'un via et d'une ligne, ou d'une ligne, d'un via et d'une seconde ligne ou encore simplement de deux lignes de métal afin d'étudier la formation de trous dans les lignes métalliques en cuivre [Paik et al, 2003; Orain et al, 2004], l'apparition de fissures aux interfaces [Yang et al, 2003; Gonda et al, 2004; Brillet et al, 2005] ou plus simplement l'effet du nombre de niveaux métalliques sur les risques d'endommagement [Lee et Mack, 1998; Besser et Zhai, 2004]. Des structures beaucoup plus complexes ont aussi été modélisées afin de représenter les interconnexions dans leur intégralité et d'étudier l'effet de la mise en boîtier sur les contraintes dans les films [Mercado et al, 2003; Wang et al, 2003; Fiori et Orain, 2005].

Cependant, les interconnexions sont formées de nombreux films, très minces, déposés sur plusieurs niveaux. Le comportement de ces films et leurs caractéristiques mécaniques sont peu connus. Les géométries étudiées sont complexes. De plus, il est parfois difficile d'estimer et d'identifier les contraintes thermomécaniques imposées aux interconnexions. D'ailleurs, les étapes de fabrication des interconnexions introduisent elles aussi des contraintes dans les interconnexions. Leur impact a été mis en évidence grâce à des modélisations présentées dans la littérature [Lee et Mack, 1998; Yang et al, 2003; Gonda et al, 2004; Zhai et al, 2004]. Les modèles par éléments finis deviennent donc très rapidement complexes. Les problèmes sont alors souvent simplifiés : les géométries représentées sont réduites à quelques niveaux, les matériaux sont supposés élastiques, les procédés de fabrication ne sont pas simulés... Ces modèles sont rarement corrélés à des observations expérimentales qui permettraient de vérifier leur validité.

La travail réalisé repose donc sur le couplage entre la modélisation et des mesures expérimentales. La comparaison entre les résultats du modèle et des mesures expérimentales peut être réalisée sur des films minces ou des empilements mais aussi sur des structures multicouches comme des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » par exemple. Ce type d'étude est présenté dans la littérature [Rhee et al -1, 2001; Du et al, 2002; Gan et al, 2002; Rhee et al, 2003; Baldacci et al, 2004; Zhai et al, 2004; Besser et Zhai, 2004]. Notons là encore que ces études sont très récentes et ont, pour la plupart, été publiées pendant le déroulement de cette thèse. Travailler sur ce type de structures simplifiées permet de représenter au plus près le comportement des films, de prendre en compte un maximum de paramètres dans les modélisations, que ce soit au niveau des lois de comportement des films ou de l'effet des étapes de fabrication des échantillons sur les contraintes dans les films, puis d'étudier l'influence de chacun d'entre eux. La validité des lois de comportement utilisées pour décrire les films et des hypothèses du modèle peut ainsi être vérifiée. Ajoutons que le modèle développé devra rester général afin de pouvoir ensuite être utilisé pour évaluer le comportement de structures plus complexes, avec plusieurs niveaux de métal par exemple, et pour prévoir le comportement des interconnexions plus avancées.

Auparavant, il est indispensable d'évaluer les caractéristiques mécaniques et le comportement des matériaux. Les films diélectriques sont plus particulièrement étudiés (la caractérisation mécanique du film de cuivre constitue un autre sujet de thèse au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale). Les techniques de caractérisation utilisées doivent être adaptées à l'étude de ces films minces et fragiles déposés sur un substrat de silicium. La méthodologie expérimentale développée doit ensuite pouvoir être applicable pour évaluer les films diélectriques qui seront utilisés dans les technologies futures, films dont la permittivité sera de plus en plus faible mais dont les caractéristiques mécaniques seront également de plus en plus réduites et qui seront probablement de plus en plus fragiles. La caractérisation des films mais aussi des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » constitue une part tout aussi importante que la modélisation dans cette étude. Le travail intègre également l'élaboration de tous les films et échantillons.

La méthodologie employée est la suivante :

- Evaluation des propriétés mécaniques des films minces déposés uniformément sur leur substrat, en particulier des diélectriques, et de leurs interfaces,
- Création d'une base de données, essentielle pour les modélisations,
- Développement d'une méthodologie permettant de caractériser les diélectriques « low-k » ,
- Etude du comportement mécanique du film de cuivre,
- Caractérisation mécanique et microstructurale de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »,
- Détermination des lois de comportement des différents films utilisés dans les interconnexions, en couplant expériences réalisées sur des films minces et des empilements, déposés uniformément sur un substrat, et modélisation par éléments finis,
- Développement d'une modélisation séquentielle permettant d'évaluer les contraintes thermomécaniques dans des empilements et des réseaux de lignes au cours de leur procédé de fabrication,
- Comparaison des résultats du modèle et des mesures expérimentales réalisées sur les réseaux de lignes puis ajustement du modèle,
- Utilisation du modèle pour l'étude du comportement thermomécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k ».

Les films diélectriques et métalliques étudiés sont ceux utilisés pour former les interconnexions de la technologie 90 nm au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale.

Chapitre II

Méthodes d'élaboration et de caractérisation des films diélectriques et de leurs interfaces

Sommaire

1.	Le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma	41
1.1.	La technique	41
1.2.	Les équipements	42
2.	Techniques de caractérisation des propriétés mécaniques	44
3.	L'indentation instrumentée ou nanoindentation	46
3.1.	Rappel sur les propriétés mécaniques	47
3.2.	L'essai d'indentation	50
3.3.	Géométrie de l'indenteur	52
3.4.	Exploitation des essais	52
3.5.	Equipement de mesure	56
4.	La diffusion Brillouin	56
4.1.	Rappel sur les ondes acoustiques	56
4.2.	La diffusion Brillouin	57
4.3.	Application aux calculs des constantes élastiques	60
4.4.	Equipement de mesure	61
5.	La mesure de courbure	62
5.1.	Effet des contraintes dans une couche mince	62
5.2.	Contrainte d'une multicouche	64
5.3.	Mesure de la courbure d'une couche mince	64
5.4.	Evaluation du coefficient de dilatation thermique	66
5.5.	Equipement de mesure	66
6.	La flexion quatre points	67
6.1.	Adhésion et adhérence : définitions	67
6.2.	Rappels sur la mécanique de la rupture des matériaux homogènes	68
6.3.	L'essai de flexion quatre points	70
6.4.	Préparation des éprouvettes et équipement	72
7.	Autres techniques de caractérisation	73
7.1.	Caractérisations physico-chimiques	73
7.2.	Mesure de l'épaisseur et de l'indice de réfraction	76
7.3.	Mesure de la densité	77
7.4.	Mesure de la constante diélectrique	79

La connaissance des propriétés mécaniques mais aussi physico-chimiques des matériaux formant les interconnexions est indispensable pour comprendre leur comportement lors des sollicitations thermomécaniques et étudier la fiabilité mécanique des circuits intégrés. Des techniques de caractérisation adaptées à l'étude de ces films minces déposés sur un substrat sont nécessaires.

Ce chapitre a pour objectif de présenter la méthode d'élaboration des films diélectriques utilisés dans les interconnexions, sur lesquels se focalise notre étude, à savoir la technique de dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD : « Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition »). Puis les méthodes expérimentales permettant de caractériser les films et leurs interfaces sont présentées, et plus particulièrement celles conduisant à l'évaluation de leurs propriétés mécaniques et de l'état de contraintes des films.

1. Le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma

1.1. La technique

Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

La technique de dépôt chimique en phase vapeur permet de déposer un film sur un substrat par réaction chimique de surface en créant sous forme gazeuse le ou les éléments à déposer puis en provoquant la nucléation du film à la surface du substrat. La phase gazeuse introduite comprend :

- le ou les précurseurs portant les éléments chimiques à déposer,
- un ou des additifs,
- un gaz porteur ou diluant.

Les gaz introduits dans le réacteur doivent réagir exclusivement à la surface du substrat pour donner lieu au dépôt souhaité. Les produits de la réaction doivent être gazeux pour être éliminés par pompage. L'énergie nécessaire à la réaction peut être apportée de différentes manières : effet joule, induction, plasma, photons...

Les dépôts obtenus par CVD, compte tenu de la variété des mécanismes mis en jeu, sont le résultat de l'influence complexe de différents paramètres. Les plus importants sont la température du substrat, les pressions partielles, la pression totale, la composition de la phase gazeuse initiale, son débit. D'autres comme la géométrie du réacteur ont une influence sur l'homogénéité. Tous ces paramètres ne sont généralement pas indépendants.

Le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD)

Lors d'un dépôt par PECVD, la décomposition des réactifs est activée grâce à l'utilisation d'un plasma, c'est-à-dire un gaz totalement ou partiellement ionisé contenant à la fois des molécules ionisées, des molécules neutres, des radicaux et des électrons. Les ions du plasma

sont formés par collision entre atomes et électrons. L'électron éjecté d'un atome produit un ion positif, qui peut lui-même produire d'autres ions et éjecter des électrons.

Le plasma est créé par un signal électrique radiofréquence, à 13.56 MHz, qui active une décharge luminescente dans un mélange gazeux placé entre deux électrodes. Les électrons libres créés par la décharge sont accélérés par le champ électrique appliqué. Ils acquièrent ainsi suffisamment d'énergie pour provoquer, par collision, l'ionisation et la dissociation des gaz de réaction. Les espèces réactives s'adsorbent alors à la surface du substrat et génèrent le dépôt d'une couche mince.

Cette méthode permet de déposer des films à des températures inférieures à celles utilisés en CVD et ainsi de diminuer le budget thermique. En effet, lors d'un dépôt par PECVD, l'apport d'énergie de la décharge luminescente créée par le plasma est suffisant pour engendrer les réactions nécessaires à la formation du dépôt à des températures assez basses, typiquement entre 200 et 400°C. L'entretien de la décharge luminescente nécessite de travailler dans une gamme de pression comprise entre 1 mTorr et 10 Torr afin d'obtenir une densité d'électrons suffisante et permettre ainsi l'allumage du plasma. La technique PECVD est donc une technique basse température et basse pression. La puissance de la radio-fréquence est généralement comprise entre 100 W et 1 kW pour le type de machine de dépôt utilisé. La technique permet également des vitesses de dépôt importantes, comprises entre 100 nm et 1 µm/min. Elle est ainsi tout à fait adaptée aux dépôts des diélectriques d'interconnexions sachant que la température de fabrication, pour les interconnexions de la technologie 90 nm utilisées au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale, est limitée à 400°C. Cette température maximale a été définie afin de ne pas engendrer de contraintes thermiques trop importantes dans les lignes et les vias en cuivre, qui pourraient par exemple provoquer l'apparition de trous ou d'excroissances, et de ne pas endommager certains films comme les siliciures de nickel se trouvant au niveau des transistors.

1.2. Les équipements

Les diélectriques d'interconnexions étudiés sont élaborés par PECVD dans des équipements commercialisés par la société Applied Materials sous le nom de Centura 5200 DxZ.

Ces équipements (figures II.1 et II.2) comprennent :

- deux sas de chargement / déchargement des plaques,
- une chambre intermédiaire,
- quatre chambres de dépôt,
- une chambre de refroidissement.

La chambre intermédiaire contient un bras robotisé qui transfère chaque plaque de l'enceinte de chargement vers la chambre de dépôt choisie, puis de cette chambre vers la chambre de refroidissement et enfin dans le sas de chargement / déchargement.



Figure II.1 : Photographie d'une machine de dépôt Centura 5200 DxZ

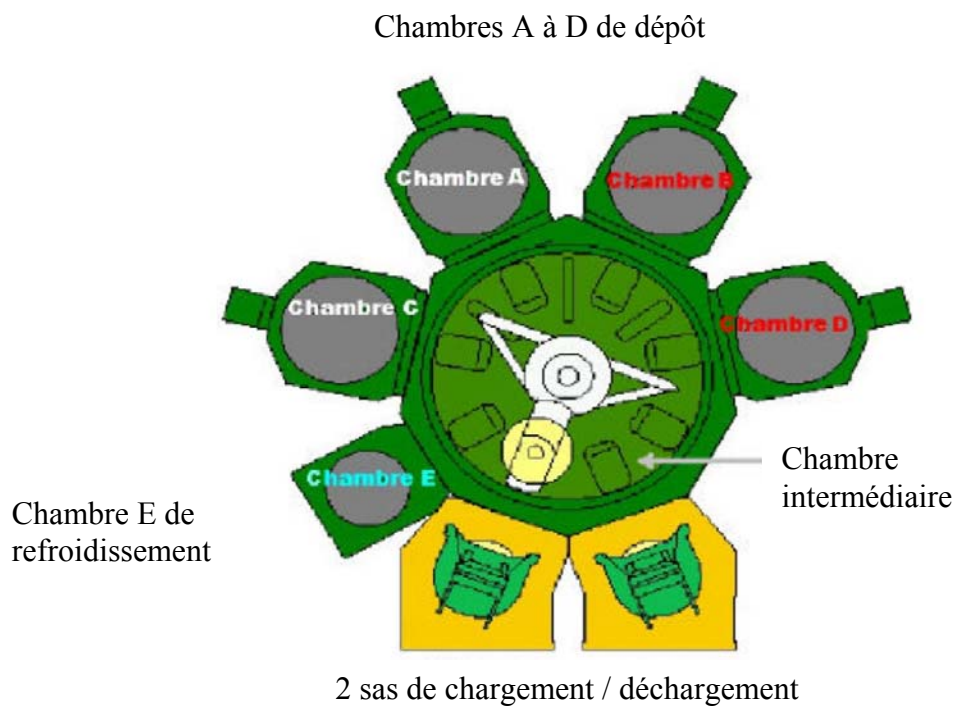


Figure II.2 : Schéma en vue de dessus d'une machine de dépôt Centura 5200 DxZ [Applied Materials]

La chambre de dépôt, schématisée à la figure II.3, est composée de deux électrodes parallèles. L'électrode supérieure est reliée à une tension radiofréquence, tandis que l'électrode inférieure est reliée à la masse. Les gaz réactifs et le gaz porteur arrivent par l'électrode supérieure et sont distribués perpendiculairement au substrat. Le substrat est positionné sur le suscepteur chauffant de l'électrode inférieure pouvant prendre une position haute (comme sur le schéma), lors du dépôt, ou une position basse, lors de l'introduction de la plaque dans la chambre. La température de la plaque est obtenue grâce à un système résistif (par effet joule).

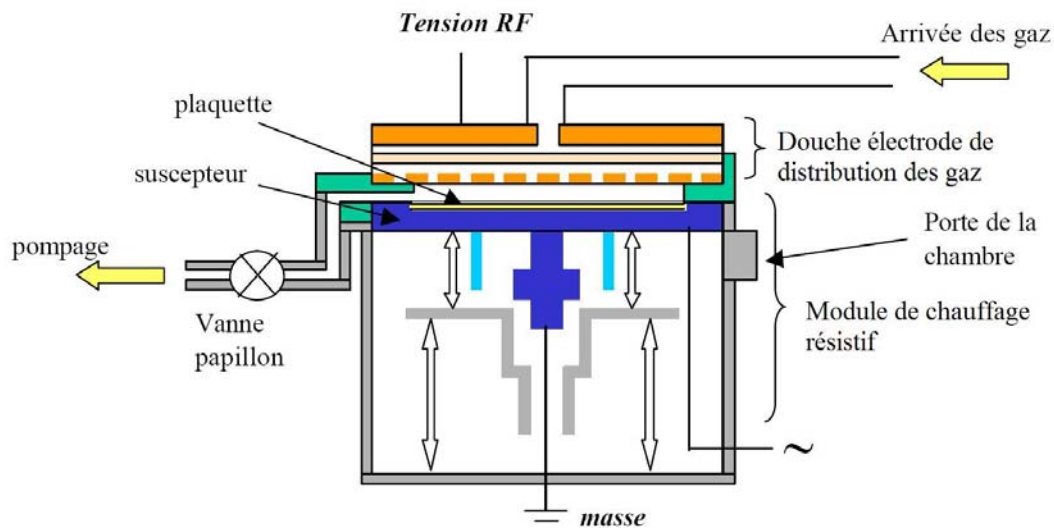


Figure II.3 : Schéma de la chambre de dépôt

2. Techniques de caractérisation des propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques d'un matériau utilisé sous forme de couche mince diffèrent de celles du même matériau massif ou même utilisé sous forme de film épais. De plus, beaucoup de diélectriques utilisés dans les interconnexions et en particulier les films poreux et fragiles, ne peuvent être déposés à des épaisseurs supérieures à un micromètre sans fissurer. Il est donc essentiel de disposer de méthodes de caractérisation adaptées aux films minces.

Les propriétés mécaniques du film dépendent non seulement de sa nature physico-chimique mais aussi du procédé de dépôt, c'est pourquoi il est important de pouvoir étudier les films dans les conditions les plus proches possibles de leur utilisation réelle. Les propriétés mécaniques des films peuvent également être affectées par les autres étapes de fabrication des interconnexions, comme les recuits, la gravure et les nettoyages humides, qui introduisent des substances chimiques, et par l'environnement extérieur.

Les caractéristiques mécaniques évaluées lors de cette étude sont :

- le module de Young,
- le coefficient de Poisson,

- la dureté,
- le coefficient de dilatation thermique,
- l'énergie d'adhérence entre les couches d'interconnexions les plus critiques.

La mesure de la contrainte mécanique résiduelle des films et de ses composantes thermique et intrinsèque est aussi effectuée.

Pour mesurer le module élastique d'un film, on distingue trois types de méthodes :

- les essais mécaniques réversibles sur des films déposés sur un substrat : techniques acoustiques comme la spectroscopie des ondes acoustiques de surface ou la diffusion Brillouin, porosimétrie ellipsométrique [Maex et al, 2003]...,
- les essais mécaniques irréversibles sur des films déposés sur un substrat : nanoindentation [Nix, 1989], mesure de la courbure d'un film déposé sur deux substrats de nature différente en fonction de la température [Retajczyk et Sinha, 1980]...,
- les essais irréversibles sur films auto-porteurs : micro-traction [Hoffman, 1966], flexion sur des micro-poutres avec un nanoindenteur [Nix, 1989], essai de gonflement [Hoffman, 1966]..., techniques plus complexes et nécessitant une post analyse des essais par éléments finis.

Comme il est souvent difficile d'enlever les diélectriques de leur substrat sans les endommager, les techniques qui permettent de caractériser le film directement sur son substrat sont préférées. La mesure de l'évolution de la courbure du film déposé sur deux substrats différents permettrait, quant à elle, d'évaluer à la fois le module biaxial du film et son coefficient de dilatation thermique. Mais il n'est pas possible de déposer le film sur un substrat autre que le silicium dans les équipements industriels utilisés.

Dans cette étude, le module triaxial, ou module réduit, du film et sa dureté sont évaluées par nanoindentation. La diffusion Brillouin est utilisée pour mesurer le module de Young et le coefficient de Poisson.

Pour déterminer le coefficient de dilatation thermique d'un film, plusieurs techniques sont possibles. La mesure de l'évolution du rayon de courbure d'un film, déposé sur un substrat, en fonction de la température, permet d'évaluer le coefficient de dilatation thermique moyen dans le plan du film [Sinha et al, 1977]. La mesure de la variation de l'épaisseur du film avec la température, soit grâce à une mesure directe, par ellipsométrie ou par réflectométrie des rayons X (XRR : « X-ray Reflectivity ») par exemple, soit grâce à une mesure indirecte, comme la mesure de la capacité du diélectrique placé dans une structure MIM, c'est-à-dire Métal Isolant Métal, permet d'évaluer le coefficient de dilatation thermique vertical du film. Ces techniques deviennent équivalentes lorsque le film est isotrope. Cependant, les mesures de variation d'épaisseur requièrent une dilatation du film suffisamment importante pour engendrer une variation (d'épaisseur) mesurable et une très bonne sensibilité des équipements. Ainsi, par exemple, des mesures de l'évolution de la capacité avec la température d'un film d'oxyde de silicium et d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone ont été réalisées. Les résultats enregistrés sur le premier film, dont le coefficient de dilatation

thermique est très faible ($< 1.10^{-6} \text{ K}^{-1}$) sont difficilement exploitables. Les mesures réalisées sur le second film révèlent l'importance de tenir compte de l'évolution de la constante diélectrique du film avec la température. Pour notre étude, la détermination du coefficient de dilatation thermique est réalisée grâce à des mesures de courbure.

Pour mesurer l'adhérence entre deux films, de nombreuses techniques ont été développées comme la nanoindentation, le test de la rayure, les tests de décollement (« pull test », « blister test » ou « bulge test », « modified edge liftoff test »), le test du ruban adhésif (ou du « scotch »), l'essai de flexion quatre points [Dauskardt et al, 1998; Maex et al, 2003; Goldberg et Wang, 2003]... L'essai de flexion quatre points a été employé au cours de cette étude car il permet une mesure quantitative de l'adhérence de films déposés sur un substrat, via l'évaluation du taux de relaxation d'énergie critique, G_c . De plus, lors de l'essai, et contrairement aux autres techniques, la relaxation dans le film est contenue et n'intervient pas dans l'évaluation de G_c [Dauskardt et al, 1998].

Enfin, la contrainte mécanique d'un film mince déposé sur un substrat peut être évaluée soit grâce à la mesure des déformations dans le film, par diffraction des rayons X, à condition que le film ou son substrat soit cristallin, soit grâce à la mesure de la courbure du substrat par des techniques optiques, en utilisant le balayage d'un faisceau laser [Nix, 1989]. La contrainte des films étudiés et son évolution avec la température est évaluée grâce à la mesure de la courbure par technique optique (qui est aussi utilisée pour évaluer le coefficient de dilatation thermique des films).

3. L'indentation instrumentée ou nanoindentation

La nanoindentation est la technique la plus utilisée pour évaluer les propriétés mécaniques locales de films minces déposés sur un substrat. Elle demeure, à priori, la seule technique permettant de générer des déformations locales. Elle est « multifonctionnelle » : elle permet de quantifier des grandeurs comme le module élastique et la dureté [Doerner et Nix, 1986], d'accéder au comportement à la rupture des matériaux par formation de fissures (évaluation du facteur critique d'intensité de contraintes ou ténacité), de mesurer l'adhérence entre des films minces (évaluation du taux critique de restitution de l'énergie de déformation) [Lawn et Wilshaw, 1975; Volinsky et al, 2003]...

Lors de cette étude, on s'intéresse uniquement à l'évaluation des caractéristiques mécaniques hors fracture. Celles-ci sont évaluées à partir de l'application de charges ponctuelles et de la mesure de la profondeur de pénétration de l'indenteur. Pour ce type de structure film mince sur substrat, l'essai est rapide et ne nécessite aucune préparation spéciale de l'échantillon car la rugosité des dépôts est généralement de l'ordre du nanomètre (Roughness Mean Square).

3.1. Rappel sur les propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques irréversibles correspondant à une déformation plastique sont traditionnellement mesurées à partir d'essais de déformation uniaxiale, comme l'essai de traction. Les phénomènes irréversibles correspondent à des modifications structurales permanentes du matériau : plasticité cristalline, fluage, transformation de phase, réduction du volume libre, par exemple dans le cas d'une mousse ou d'un matériau poreux...

L'essai de traction présente la particularité de se dérouler à volume constant (la matière se déplace simplement sous l'effet des contraintes ou des déformations imposées).

La figure II.4 représente la courbe typique de la contrainte en fonction de la déformation obtenue lors d'un essai de traction. Lorsque la contrainte ou la force appliquée augmente, le matériau se déforme d'abord de façon élastique, réversible. Au delà d'une contrainte limite, la limite d'élasticité, σ_y , le matériau se déforme de façon plastique, irréversible [François et al, 1995].

Dans le domaine élastique, en traction simple, la loi de Hooke relie la contrainte, σ , à la déformation, ε :

$$\sigma = E \varepsilon \quad (II.1)$$

avec E le module de Young (pente de la courbe de traction).

A l'échelle atomique, le module de Young est lié aux liaisons interatomiques et à l'empilement atomique.

Le rapport limite d'élasticité sur module de Young, ou plus généralement le rapport des déformations irréversibles sur les déformations réversibles, équivalent à une déformation, est un paramètre physique adimensionnel fondamental permettant de classer tous les matériaux.

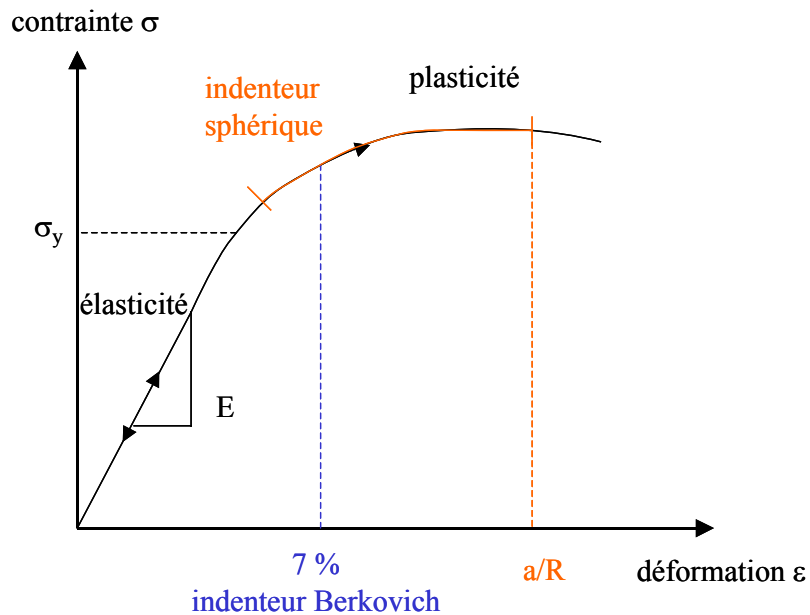


Figure II.4 : Courbe typique de la contrainte en fonction de la déformation obtenue lors d'un essai de traction

Lors d'un essai d'indentation, la charge est appliquée localement sur le matériau et le volume sollicité augmente avec l'effort transmis. L'indenteur engendre, dès le début de la mise en charge, une déformation élasto-plastique du matériau. La déformation plastique est localisée sous l'indenteur et entraîne, lors de la décharge totale, la formation d'une empreinte rémanente de profondeur h_r . La figure II.5 représente une courbe typique de la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur, h , lors d'une charge et d'une décharge, enregistrée au cours d'un tel essai.

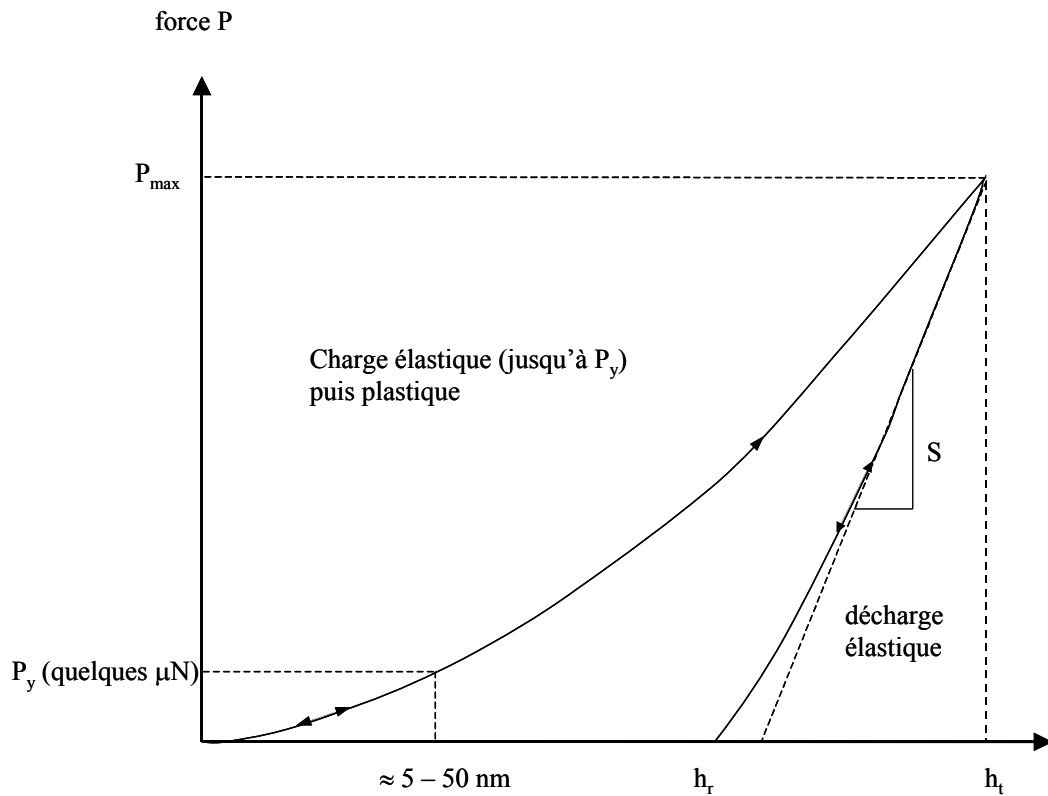


Figure II.5 : Courbe typique de la force en fonction de la profondeur de pénétration obtenue lors d'un essai d'indentation où h_r désigne la profondeur totale de pénétration et h_r la profondeur plastique de l'empreinte rémanente

Il existe deux classes de géométrie d'indenteurs : l'indenteur autosimilaire, pyramidal ou conique par exemple, et l'indenteur sphérique. L'indenteur pyramidal est assimilé à un cône d'angle équivalent. La particularité géométrique de la pointe autosimilaire est de posséder un rapport rayon du cercle de contact, a , sur profondeur de contact, h_c , constant, lorsque la force appliquée augmente, alors que dans le cas d'une pointe sphérique, ce rapport est variable et dépend du rayon R de la sphère [Fischer-Cripps, 2004]. La profondeur de contact est définie comme la différence entre la profondeur totale de pénétration et le déplacement élastique de la surface (ces grandeurs sont représentées dans le cas de l'indentation d'une surface plane par un indenteur Berkovich à la figure II.8). Ces deux types d'indenteurs sont représentés à la figure II.6. L'indenteur autosimilaire permet, théoriquement, une mesure de la dureté constante, quelle que soit la charge appliquée.

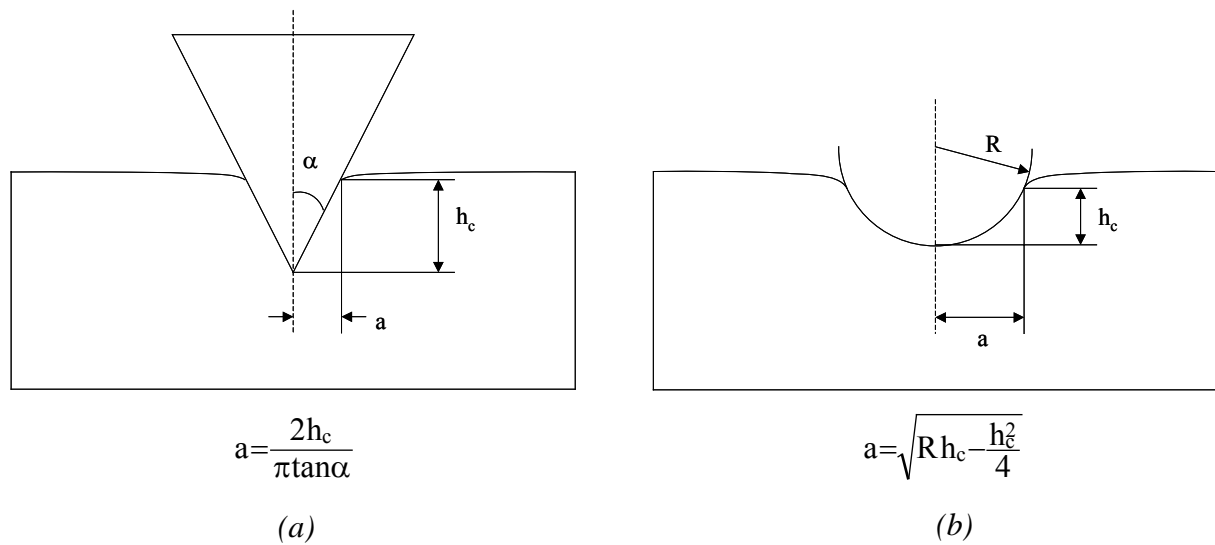


Figure II.6 : Particularité géométrique (a) d'un indenteur autosimilaire et (b) d'un indenteur sphérique

Par analogie avec un essai de déformation uniaxiale, la déformation, ε , peut être définie telle que :

$$\varepsilon = \frac{a}{h} \quad (II.2)$$

où h représente la profondeur de pénétration.

Dans le cas d'un indenteur autosimilaire, la déformation, ε , est constante ($\approx 7\%$ pour un indenteur Berkovich) alors que dans le cas d'un indenteur sphérique, ε varie jusqu'à la valeur a/R (figure II.4).

Il est par ailleurs possible de définir une vitesse de déformation imposée, comme lors de l'essai de déformation uniaxiale :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{h} \frac{dh}{dt} \quad (II.3)$$

ce qui est équivalent à avoir $\frac{1}{P} \frac{dP}{dt}$ constant pour un indenteur autosimilaire, et un essai réalisé

sur un matériau dont la dureté est constante.

3.2. L'essai d'indentation

A partir de l'acquisition puis du traitement d'une courbe charge - pénétration, l'essai d'indentation permet de mesurer la dureté apparente et le module élastique apparent d'un film mince sur des épaisseurs de l'ordre du nanomètre [Doerner et Nix, 1986].

Plusieurs échelles de dureté existent, comme celles de Mohs, Brinell ou Vickers, qui historiquement dépendent des procédures propres à chaque essai. Par exemple, l'essai Vickers

consiste à mesurer l'empreinte rémanente après décharge. Cet essai conduit à des valeurs de dureté infinies pour un matériau élastique comme le caoutchouc. La définition de la dureté utilisée ici correspond à la pression d'écoulement sous charge, c'est-à-dire au rapport de la force appliquée sur l'aire de contact.

Le module élastique ou module réduit est défini par la relation :

$$E_r = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (II.4)$$

avec E le module de Young et ν le coefficient de Poisson.

Les essais sont réalisés à l'aide d'un nanoindenteur XP de MTS dont le schéma de principe est donné à la figure II.7. La force, appliquée grâce à un dispositif électromagnétique comprenant une bobine et un aimant, est directement proportionnelle au courant passant dans la bobine. La colonne sur laquelle est montée l'indenteur est suspendue par des ressorts flexibles calibrés qui transmettent l'effort. Un capteur de capacité permet de mesurer le déplacement de l'indenteur. Le choix d'un applicateur de force de type inductif permet de couvrir une grande plage de force (de 0.1 à $5 \cdot 10^5 \mu\text{N}$) en conservant une bonne résolution (par rapport aux systèmes de type électrostatique ou piézoélectrique où la force varie de 0.05 à $5 \cdot 10^3 \mu\text{N}$).

La charge maximale qui peut être appliquée est de 500 mN, avec une résolution de 50 nN. Le déplacement de l'indenteur est mesuré, quant à lui, avec une résolution de l'ordre de 0.1 nm. En pratique, si l'on tient compte des paramètres environnementaux (dérive de la température, vibrations, rapport signal sur bruit ...), les déplacements sont mesurés à quelques fractions de nm et la force à quelques 0.1 μN avec l'appareil utilisé.

Le pilotage de la machine s'effectue en imposant une force. Une régulation permet d'obtenir un contrôle en vitesse de profondeur imposée par exemple.

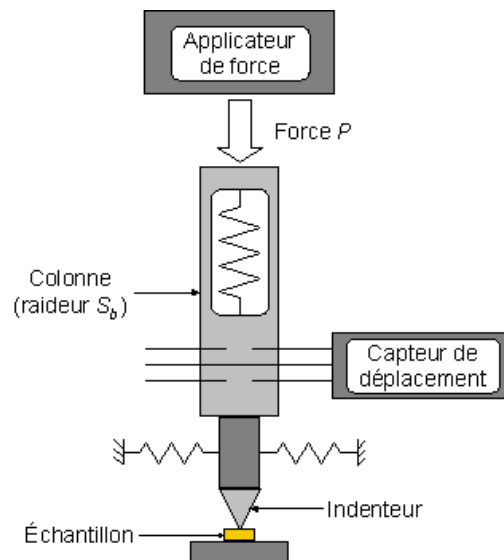


Figure II.7 : Schéma de principe d'un nanoindenteur

3.3. Géométrie de l'indenteur

Le comportement du matériau indenté ainsi que les modèles physiques conduisant à la détermination de ses propriétés mécaniques dépendent de la géométrie de l'indenteur. En effet ce dernier impose un champ de pression sur la surface de contact qui conduit à des lois d'écoulement élastique et plastique. Ce champ de pression est lié à la géométrie utilisée.

Dans cette étude, l'indenteur est pyramidal de type Berkovich en diamant. Il possède une base triangulaire équilatérale avec un angle de 65.3° de chaque face à l'axe central de la pyramide et possède la propriété d'autosimilarité. L'intérêt de cette pointe réside dans le fait que les frictions de contact peuvent être négligées (angle total d'ouverture de 140°) [Fischer-Cripps, 2004] en ayant un apex de pointe relativement aigu (rayon de courbure de 30 à 50 nm pour une pointe neuve). De plus, la convergence de l'émoussement de la pointe vers la forme autosimilaire de la pyramide est très rapide (de l'ordre de 30 nm). Ainsi, l'épaisseur minimale d'enfoncement de l'indenteur requise est de 30 à 40 nm, en première approximation, avec la pointe utilisée.

Le processus d'indentation d'une surface plane par un indenteur Berkovich est schématisé à la figure II.8.

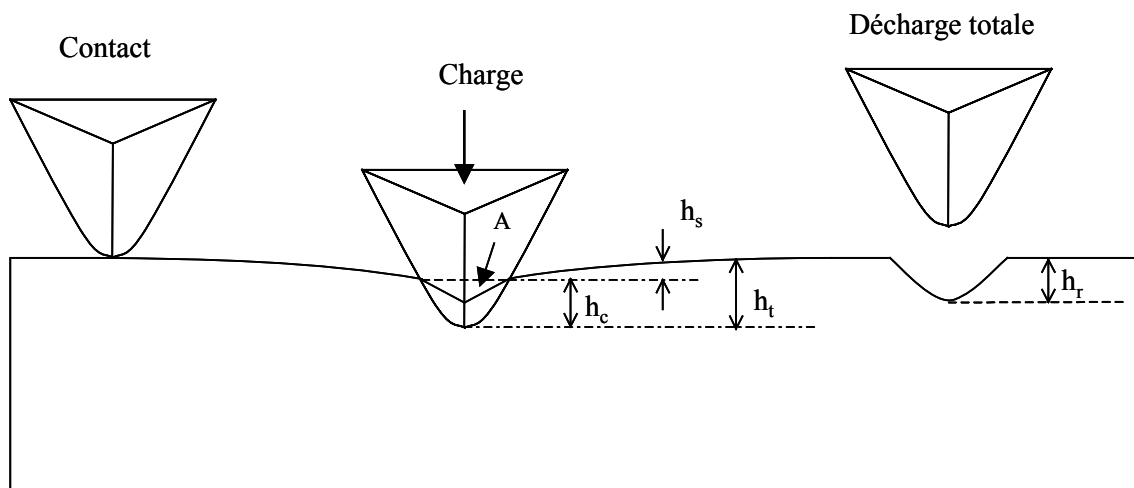


Figure II.8 : Représentation schématisée du processus d'indentation d'une surface plane par un indenteur Berkovich. h_t désigne la profondeur totale de pénétration, h_s le déplacement élastique de la surface, h_c la profondeur de contact (plastique) et h_r la profondeur plastique de l'empreinte rémanente

3.4. Exploitation des essais

Les seules équations définies sont analytiques et proviennent de la mécanique de contact élastique (domaine réversible) établies à la fin du XIX^{ème} siècle, par Boussinesq qui a formulé l'équation d'une force ponctuelle à la surface d'un solide semi-infini, étendue ensuite par Hertz

dans le cas d'un contact sphérique, et généralisée aux indenteurs par Love et Sneddon. L'ensemble est synthétisé et développé par Johnson [Johnson, 1985].

Lors de l'essai, un cycle complet de charge et de décharge continues est appliqué. Un maintien sous charge constante est aussi effectué avant la décharge afin de s'affranchir des mécanismes de relaxation dépendant du temps et non réversibles comme le fluage.

Les grandeurs mesurées sont :

- la charge, P ,
- la profondeur de pénétration, h ,
- la rigidité de contact, S , dont la valeur est obtenue grâce aux courbes de décharge (en régime élastique).

L'aire de contact sous la charge, A , doit également être évaluée afin de déterminer les valeurs du module réduit et de la dureté du film.

A , l'aire de la surface de contact projetée entre l'indenteur et le matériau, est reliée à la profondeur de contact, h_c , par la relation [Doerner et Nix, 1986] :

$$A = 24.5 h_c^2 \quad (II.5)$$

dans le cas d'un indenteur Berkovich de géométrie parfaite. L'évaluation de h_c nécessite la détermination des composantes élastique et plastique de la pénétration totale de l'indenteur dans le matériau.

En superposant à la force appliquée de petites oscillations et en mesurant à la même fréquence le déplacement de l'indenteur, la rigidité de contact peut être mesurée de façon continue au cours de l'essai, ce qui permet aussi une mesure continue du module élastique (ou module réduit) du film en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur .

Oliver et Pharr ont montré, grâce à ce perfectionnement, que pour de nombreux matériaux, y compris pour des métaux, mais surtout pour des céramiques et des verres, la courbe de décharge n'est pas linéaire, même dans les premiers stades de décharge. La rigidité de contact évolue de façon immédiate et continue lorsque l'échantillon est déchargé, de même pour l'aire de contact [Oliver et Pharr, 1992]. La courbe de décharge est alors décrite par une fonction puissance de la forme :

$$P = C(h - h_r)^m \quad (II.6)$$

où C et m sont des constantes dépendant du matériau (pouvant être évaluées grâce à des mesures sur des matériaux de référence).

En supposant que l'indenteur Berkovich a le comportement d'un indenteur conique et que l'écrasement du film sous l'indenteur est négligeable, le déplacement élastique de la surface est décrit par :

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{\max}}{dP/dh} \quad (II.7)$$

avec ε une constante dans cette équation (et non une déformation) égale à 0.75.

Ainsi, la profondeur de contact est définie par :

$$h_c = h_t - \varepsilon \frac{P_{\max}}{dP/dh} \quad (II.8)$$

La rigidité de contact, S , est définie comme la pente de la portion initiale de la courbe de décharge, pendant les premiers stades de décharge. Elle s'exprime par :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \times \sqrt{A} \times E_r^* \quad (II.9)$$

où E_r^* est le module réduit composite défini par :

$$\frac{1}{E_r^*} = \frac{1-\nu_0^2}{E_0} + \frac{1-\nu^2}{E} \quad (II.10)$$

E_0 , ν_0 , E , ν représentent respectivement les modules de Young et les coefficients de Poisson de l'indenteur et du matériau étudié. Connaissant les propriétés élastiques de l'indenteur (pour le diamant, $E_0 = 1\,141$ GPa et $\nu_0 = 0.07$ [Pharr et Oliver, 1992]), la valeur du module réduit, E_r , du matériau peut être évaluée.

Un facteur correctif, β , égal à 1.034 d'après des calculs par éléments finis, est introduit par King dans l'expression de la rigidité de contact afin de tenir compte de la géométrie triangulaire de l'indenteur Berkovich (qui ne peut être considéré comme axisymétrique) [King, 1987] :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \times \beta \times \sqrt{A} \times E_r^* \quad (II.11)$$

Oliver et Pharr préconisent quant à eux d'utiliser 1.05 comme valeur pour β [Oliver et Pharr, 2004].

Enfin, la dureté est obtenue par :

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (II.12)$$

où P_{\max} est la force maximale appliquée à l'indenteur.

La plus importante source d'incertitude dans la mesure provient de la connaissance de la géométrie réelle de la pointe de l'indenteur. Plusieurs méthodes permettent d'effectuer la calibration et d'évaluer l'aire de la surface de contact A . Pour cela, soit des essais sont réalisés sur un matériau de référence dont les caractéristiques sont connues et supposées indépendantes de la profondeur d'indentation (comme l'aluminium ou la silice recuite), soit la géométrie précise de l'indenteur est mesurée (par exemple avec microscope à effet de force). La complaisance du bâti peut aussi être déterminée grâce à des indentations dans un matériau élastique, isotrope et homogène (comme le tungstène) [Doerner et Nix, 1986; Oliver et Pharr, 1992; Herrmann et al, 2000].

Dans cette étude, la calibration est effectuée en suivant la méthode proposée par Oliver et Pharr qui n'utilisent qu'un seul matériau de référence, la silice recuite [Oliver et Pharr, 2004]. La complaisance du bâti est d'abord évaluée à partir de la courbe représentant le rapport de la charge par le carré de la rigidité de contact, P/S^2 , en fonction de la profondeur de pénétration de

l'indenteur, h (qui doit tendre vers une constante lorsque h est grand). Puis, l'aire de contact est évaluée, soit à partir de la mesure de la géométrie réelle de l'indenteur, soit à partir de l'essai sur la silice, solution choisie ici, en supposant son module de Young et son coefficient de Poisson connus ($E = 72.0$ GPa, $\nu = 0.17$ [Oliver et Pharr, 2004]).

Lorsque le film est déposé sur un substrat, le module apparent et la dureté apparente mesurés varient avec la profondeur de pénétration de l'indenteur : elles tendent vers les valeurs du substrat lorsque la profondeur de pénétration est importante. Il est donc essentiel de pouvoir évaluer les caractéristiques du film seul, à partir des valeurs obtenues pour le composite film sur substrat.

Afin d'extraire le module réduit du film, à partir de la mesure du module apparent du système {film + substrat}, dans l'hypothèse où le module réduit du substrat est connu, des modèles empiriques comme celui de Doerner et Nix, ajusté ensuite par King, ou analytiques comme le modèle de Gao ou le modèle de Bec ont été proposés [Doerner et Nix, 1986; King, 1987; Gao et al, 1992; Bec et al, 1996; Mencik et al, 1997]. A partir de la modélisation par éléments finis de l'indentation d'un film mince par un indenteur conique, Bhattacharya et Nix proposent des relations empiriques permettant d'évaluer la dureté apparente en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur. Ces relations font intervenir la dureté du film et du substrat, leurs modules de Young, leurs limites d'élasticité ainsi que l'épaisseur du film [Bhattacharya et Nix, 1988].

Pour s'affranchir de l'effet du substrat, la profondeur de pénétration de l'indenteur doit être inférieure à 10 % de l'épaisseur du film, même si, pour certains matériaux, le substrat n'influence la mesure qu'à partir d'une profondeur égale à 25 % de l'épaisseur du film [Pharr et Oliver, 1992]. La « règle des 10 % » est alors souvent utilisée pour évaluer le module réduit et la dureté du film seul : les valeurs sont données pour une profondeur de contact égale à 10 % de l'épaisseur du film.

La réponse du film à l'essai d'indentation dépend de la géométrie de l'indenteur, de l'épaisseur du film, des propriétés mécaniques relatives du film et du substrat et d'un éventuel fluage du film.

Le protocole utilisé dans cette étude est basé sur celui défini par Jennett et al lors du projet européen Indicoat. Il est adapté à l'évaluation des propriétés des films diélectriques déposés sur un substrat plus dur et plus rigide comme ici le silicium ($E_R = 140$ GPa, $H \approx 12$ GPa) [Jennett et al, 2001; Jennett et Bushby, 2002; Hermann et al, 2002].

La procédure pour un film fragile est la suivante :

- Afin de s'affranchir des effets dus aux défauts de la pointe, à la rugosité du film..., les valeurs pour lesquelles h_c est inférieure à 40 nm sont exclues.
- Le module réduit composite mesuré (correspondant au système film + substrat), E_r , et la dureté du composite, H , sont tracés en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f .
- Une régression linéaire des points obtenus pour $0.06 < h_c / t_f < 0.12$ et une extrapolation vers l'axe des ordonnées sont effectuées.

- Le module réduit du film et sa dureté correspondent alors respectivement aux valeurs de E_r et H pour lesquelles le rapport h_c / t_f est nul.

3.5. Equipement de mesure

Les essais ont été réalisés au Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques (LTPCM) situé à Saint Martin d'Hères.

La surface de contact et la complaisance du bâti sont calibrées en utilisant de la silice recuite comme matériau de référence. Au cours de chaque essai, réalisé à l'air et à température ambiante, 9 indentations par échantillon sont effectuées. Auparavant, les échantillons sont clivés de telle sorte que leur surface soit d'environ $1 \times 1 \text{ cm}^2$. Une vitesse de déformation constante et égale à 5.10^{-2} s^{-1} est imposée, ainsi que des oscillations de 2 nm à la fréquence de 45 Hz ou de 30 Hz selon les films, afin de mesurer de façon continue la rigidité de contact.

4. La diffusion Brillouin

4.1. Rappel sur les ondes acoustiques

Dans un solide homogène, infini et au comportement élastique isotrope, il existe deux types d'ondes acoustiques fondamentales [Royer et Dieulesaint, 1996] :

- les *ondes longitudinales* (ou ondes de compression), caractérisées par un déplacement parallèle à la direction de propagation,
- les *ondes transversales* (ou ondes de cisaillement), pour lesquelles le déplacement s'effectue perpendiculairement au vecteur d'onde.

La vitesse de propagation des ondes longitudinales, notée v_L , et celle des ondes transversales, notée v_T , dépendent de la densité du matériau, ρ , et des coefficients du tenseur des rigidités, c_{ij} , du matériau. Ces deux vitesses s'expriment par :

$$v_L = \sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}} \quad (II.13)$$

$$v_T = \sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}} \quad (II.14)$$

avec $c_{11} = \lambda + 2\mu$ (II.15)

et $c_{44} = \mu$ (II.16)

où λ et μ sont les coefficients de Lamé du matériau.

Si le solide a un comportement élastique anisotrope, v_L et v_T dépendent de la direction cristallographique de propagation de l'onde.

Lorsque le solide est semi-infini, les ondes sont réfléchies par la surface libre. Des ondes acoustiques complexes, dites *ondes de Rayleigh*, peuvent alors se propager à la surface. Si le solide semi-infini est élastique et isotrope, ces ondes de surface sont constituées d'une composante longitudinale et d'une composante transversale déphasées de $\pi/2$. L'amplitude du déplacement décroît en fonction de la pénétration dans le solide. Le passage de l'onde provoque une ondulation de la surface ressentie jusqu'à une profondeur égale à deux fois la longueur d'onde, λ_R . La vitesse de phase des ondes de Rayleigh demeure inférieure à celle des ondes de volume.

Si le solide semi-infini est anisotrope, les ondes de Rayleigh ne sont plus rigoureusement des ondes de surface et une partie de ces ondes se propagent vers le cœur du solide.

Lorsque le solide se présente sous la forme d'une plaque, les ondes se réfléchissent alternativement sur une surface et sur l'autre et sont ainsi guidées. Des ondes de Rayleigh peuvent se propager sur chacune de ses faces à condition que l'épaisseur de la plaque soit grande devant λ_R . En revanche, lorsque l'épaisseur et λ_R sont du même ordre de grandeur, des *ondes de Lamb*, symétriques ou antisymétriques, apparaissent. Les ondes de Lamb symétriques sont telles que, de part et d'autre du plan médian de la plaque, les composantes longitudinales du déplacement sont égales et les composantes transversales sont opposées. Le cas inverse se produit pour les ondes de Lamb antisymétriques.

Dans le cas d'un milieu inhomogène constitué d'un film mince déposé sur un substrat épais, la nature des ondes acoustiques susceptibles de se propager dans les premiers microns sous la surface libre est très variée. Des ondes de Rayleigh peuvent se propager dans le film, leur mode de propagation pouvant être comparé à celui des ondes de Lamb symétriques. D'autres modes acoustiques de surface existent également dans ce type de système, en particulier les *ondes de Love*. Ces ondes à polarisation transversale se propagent, lorsque la vitesse des ondes transversales dans le substrat est supérieure à celle des mêmes ondes dans le film, par des réflexions successives sur la surface du film et à l'interface avec le substrat. Citons également les *ondes de Stoneley* qui se propagent à l'interface film / substrat et les *ondes de Sezawa* qui se propagent dans le film de façon comparable aux ondes de Lamb antisymétriques dans une plaque mince. Ces diverses ondes de surface propres aux systèmes film / substrat sont en général dispersives : leur vitesse de phase varie en fonction de la fréquence et de l'épaisseur du film.

4.2. La diffusion Brillouin

La diffusion ou spectroscopie Brillouin est une méthode non destructive permettant la caractérisation élastique de films minces et de multicouches, éventuellement déposés sur un substrat [Hillebrands et al, 1985; Nizzoli, 1985]. Elle permet de déterminer le module de Young et le coefficient de Poisson d'un film, dans l'hypothèse où ce matériau est élastique, isotrope et de densité connue.

La spectroscopie Brillouin est une analyse de la diffusion inélastique de la lumière par la surface du solide. Lorsqu'un faisceau de lumière monochromatique est focalisé sur l'échantillon, une interaction se produit entre les photons de la lumière incidente et les phonons acoustiques naturellement présents dans l'échantillon étudié. Cette excitation thermique se traduit par une ondulation de surface induite par des déplacements atomiques [Carlotti et al, 1990].

Le vecteur d'onde du phonon peut être déterminé géométriquement du fait de la conservation de la composante du moment parallèle à la surface (figure II.9) [Fioretto et al, 1993].

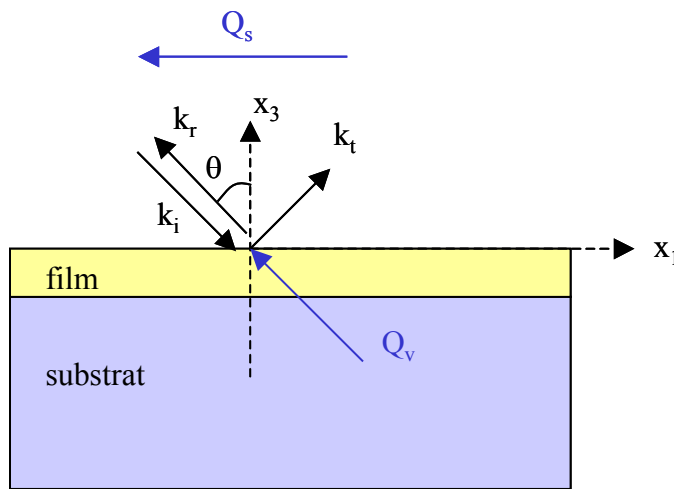


Figure II.9 : Schéma indiquant l'interaction géométrique des vecteurs d'onde avec k_i , k_r et k_t respectivement les vecteurs d'onde incident, réfracté et réfléchi de la lumière, Q_s et Q_v les vecteurs d'onde de surface et de volume du phonon

Dans le cas des phonons de surface, le vecteur d'onde du phonon, Q_s , est relié au vecteur d'onde, k_i , et à l'angle d'incidence, θ , de la lumière par l'équation :

$$Q_s = 2k_i \sin\theta \quad (II.17)$$

Dans le cas où les phonons de volume sont excités, le vecteur d'onde, Q_v , dépend non plus de l'angle d'incidence mais de l'indice de réfraction, n , du milieu étudié :

$$Q_v = 2nk_i \quad (II.18)$$

La fréquence de la lumière diffusée par la surface du solide étudié, f , est alors reliée directement à la vitesse de propagation des ondes acoustiques, v :

$$v = \frac{2\pi f}{Q_s} = \frac{\pi f}{k_i \sin\theta} \quad (II.19)$$

pour les modes de surface se propageant parallèlement à la surface du film, et

$$v = \frac{2\pi f}{Q_v} = \frac{\pi f}{nk_i} \quad (II.20)$$

pour les modes de volume.

Un spectre Brillouin est une courbe d'intensité en fonction de la fréquence de la lumière diffusée par la surface du solide étudié. La forme du spectre dépend de l'état de polarisation de la lumière, parallèle (p) ou perpendiculaire (s) au plan d'incidence, et de la valeur choisie pour l'angle d'incidence. Les spectres obtenus dans le cas où le film est un oxyde de silicium dopé au carbone sont présentés à la figure II.10.

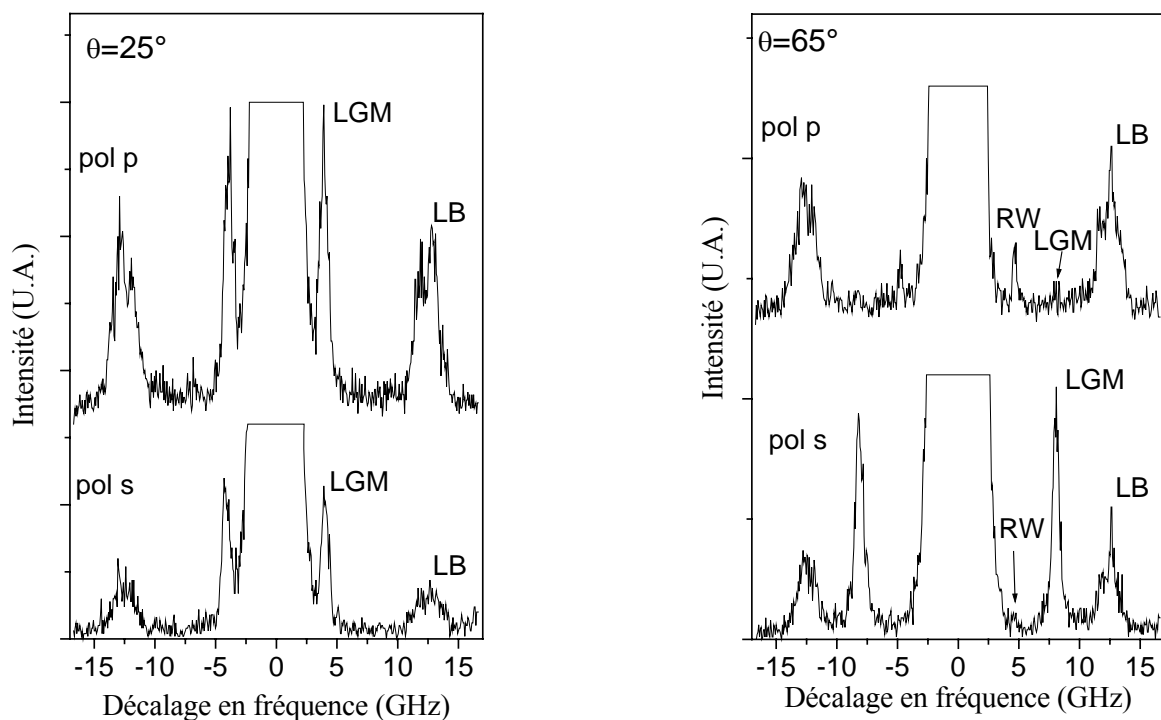


Figure II.10 : Spectres Brillouin d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone, d'épaisseur 1 μm , obtenus pour un angle d'incidence égal à 25° (figures de gauche) ou pour un angle de 65° (à droite). Les spectres supérieurs ont été enregistrés pour une lumière polarisée p et les spectres inférieurs pour une lumière polarisée s.

Les spectres permettent d'identifier trois ondes acoustiques [Carlotti et al, 2005] :

- l'onde de surface de Rayleigh, notée RW (Rayleigh Wave),
- l'onde guidée longitudinale, notée LGM (Longitudinal Guided Mode),
- l'onde longitudinale de volume, notée LB (Longitudinal Bulk wave).

dont on peut évaluer les vitesses de propagation, notées respectivement v_R et v_L pour l'onde de Rayleigh et les ondes longitudinales.

Les deux ondes de surface (RW et LGM) apparaissent pour des faibles valeurs de fréquence et dépendent de l'angle d'incidence de la lumière.

L'onde de volume apparaît par un pic large aux fréquences plus élevées. Sa fréquence est indépendante de θ . La largeur du pic s'explique par un volume d'interaction faible, l'épaisseur du film étant du même ordre de grandeur que la longueur d'onde des phonons.

La vitesse de propagation du mode de Rayleigh, v_R , est donnée avec une bonne approximation par la formule de Viktorov [Viktorov, 1967] :

$$\frac{v_R}{v_T} = \frac{0.718 - \left(\frac{v_T}{v_L}\right)^2}{0.75 - \left(\frac{v_T}{v_L}\right)^2} \quad (II.21)$$

Si le film est élastique et isotrope, la relation précédente devient [Viktorov, 1967; Kueny et Grimsditch, 1982] :

$$\frac{v_R}{v_T} = \frac{0.87c_{11} + 2c_{12}}{c_{11} + 2c_{12}} \quad (II.22)$$

avec $c_{12} = \lambda = c_{11} - 2c_{44}$ (II.23)

L'onde guidée longitudinale apparaît lorsque la vitesse des ondes transversales dans le film est plus faible que celle des ondes transversales dans le substrat, ce qui produit une hybridation des modes de Sezawa (ou de Lamb). L'onde se propage parallèlement à la surface du film. Elle apparaît lorsque l'épaisseur du film est suffisamment grande et dans ce cas, sa vitesse de propagation est égale à celle des ondes longitudinales de volume dans le film. Mais lorsque l'épaisseur du film est beaucoup plus grande que la longueur d'onde des phonons, l'onde guidée longitudinale devient une onde longitudinale de volume « ordinaire » qui se propage parallèlement au film [Hillebrands et al, 1988].

Dans les matériaux opaques, les modes acoustiques de surface sont généralement étudiés sous une lumière polarisée p et un grand angle d'incidence, car ces conditions sont favorables à la diffusion de l'ondulation de surface. Ce sont les conditions les plus favorables pour détecter l'onde de Rayleigh. Par contre, l'intensité du pic correspondant à l'onde guidée longitudinale est très faible.

Au contraire, avec une lumière polarisée s, le pic de Rayleigh disparaît (diminution du mécanisme d'ondulation et de diffusion) mais les deux ondes longitudinales sont facilement observables.

4.3. Application aux calculs des constantes élastiques

Lorsque le film étudié est élastique, isotrope et homogène, de masse volumique ρ connue, les vitesses de propagation des ondes de Rayleigh et longitudinales, sont reliées aux constantes élastiques c_{11} et c_{44} du matériau (ou aux coefficients de Lamé λ et μ).

Dans le cas des films diélectriques étudiés, la connaissance des deux constantes élastiques et indépendantes, c_{11} et c_{44} , suffit pour calculer les valeurs des vitesses des trois modes acoustiques observés et les ajuster aux valeurs expérimentales. Les films peuvent donc être considérés élastiques et isotropes. La connaissance de c_{11} et c_{44} permet ensuite de déterminer le module de Young, E , et le coefficient de Poisson, ν :

$$E = c_{11} \frac{(c_{11} - 2c_{44})^2}{c_{11} - c_{44}} \quad (II.24)$$

$$\nu = \frac{2c_{44} - c_{11}}{2(c_{44} - c_{11})} \quad (II.25)$$

4.4. Equipement de mesure

Le dispositif expérimental utilisé pour réaliser les mesures a été développé à l'Université de Perouse en Italie dans le département de Physique. Le principe du dispositif est présenté à la figure II.11.

Les spectres Brillouin sont enregistrés à l'air, à température ambiante, en utilisant un faisceau laser polarisé p (parallèlement à la direction de la lumière incidente) ou s (perpendiculaire à la direction de la lumière incidente) de longueur d'onde 532 nm et de puissance 250 mW. Le diamètre du spot est d'environ 40 μm .

La lumière incidente est focalisée sur la surface de l'échantillon et la lumière réfléchie est collectée grâce à une lentille. L'analyse en fréquence est réalisée au moyen d'un interféromètre Fabry Pérot tandem triple faisceau de type Sandercock [Carlotti et al, 1990].

Le temps moyen d'enregistrement d'un spectre est d'une heure.

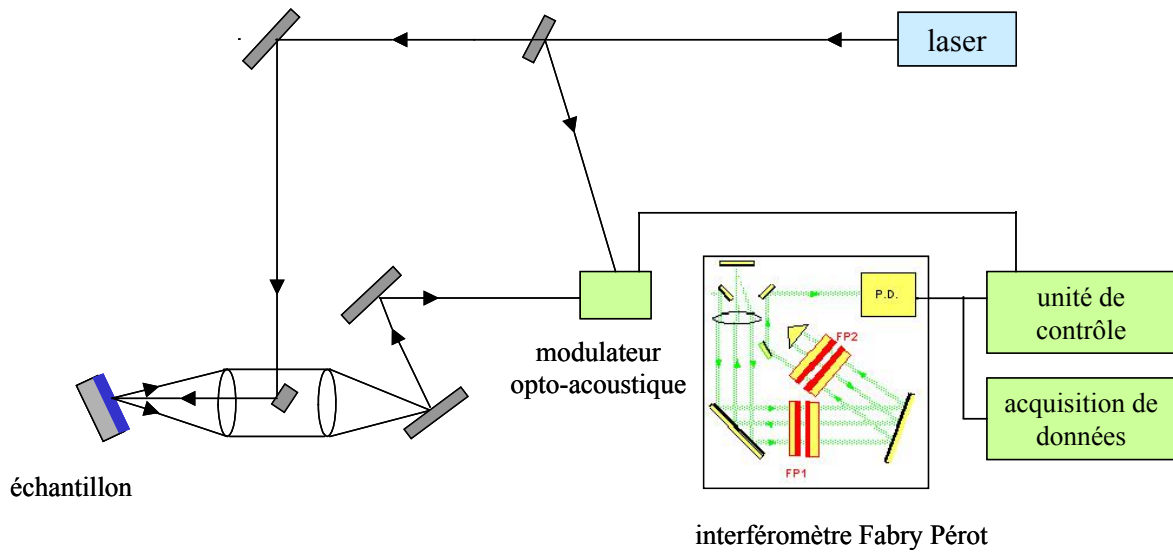


Figure II.11 : Principe du dispositif de spectroscopie Brillouin

5. La mesure de courbure

5.1. Effet des contraintes dans une couche mince

Le dépôt d'un film mince sur un substrat de nature différente provoque l'apparition d'une contrainte mécanique au sein du film et dans le substrat. La contrainte dans le film contracte le substrat et le plie. La relation entre la force agissant à l'interface film / substrat et la courbure du système dépend du rapport entre la déflexion du système et l'épaisseur du substrat.

La relation entre le rayon de courbure et la contrainte résiduelle dans un film mince déposé sur un substrat a été établie pour la première fois par Stoney en 1909, dans le cadre d'une étude mécanique des dépôts métalliques déposés par électrolyse [Stoney, 1909]. Hoffman a ensuite introduit la notion de module élastique biaxial et a ainsi étendu la formule de Stoney au cas d'une couche mince déposée sur une plaque [Hoffman, 1966]. Plus récemment, Flinn et al ont proposé une autre approche, conduisant au même résultat, qui s'appuie sur la minimisation de l'énergie élastique emmagasinée dans le système {film + substrat} [Flinn et al, 1987]. Röhl a proposé une analyse un peu différente basée sur l'étude de la déformation d'un système élastique et de la distribution de contrainte résultante [Röhl, 1976]. Henein et Wagner ont examiné l'état de contrainte induit par le dépôt d'un film sur un substrat [Henein et Wagner, 1983].

Considérons le cas de petites déformations, c'est-à-dire le cas où la courbure du système film sur substrat est petite par rapport à l'épaisseur de ce substrat. La flexion et la déformation du substrat sont superposées, ce qui entraîne un déplacement de la fibre neutre du substrat. La figure II.12 représente la flexion d'un système film sur substrat et la distribution des contraintes, en supposant que le substrat est isotrope dans le plan xy.

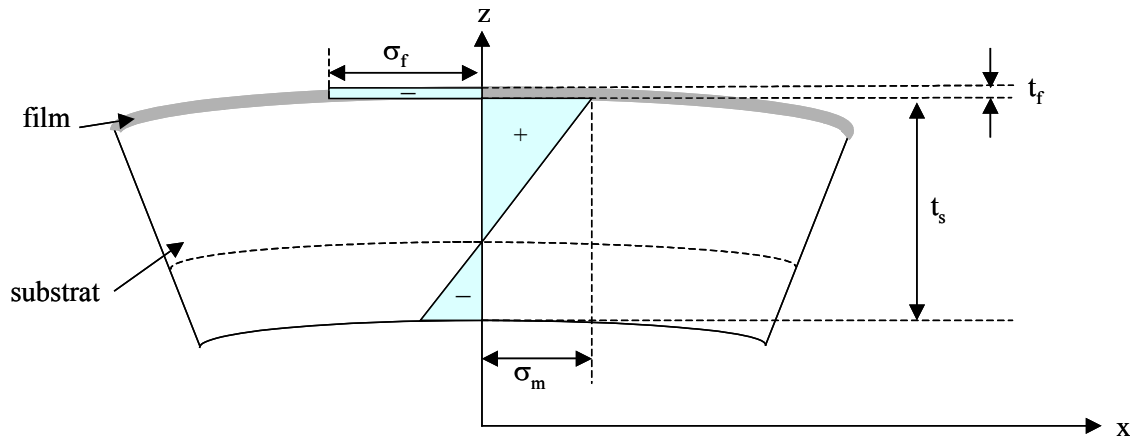


Figure II.12 : Représentation de la flexion d'un système film / substrat

Les conditions d'équilibre des moments et des forces au sein du film et du substrat conduisent à la formule de Stoney qui relie la contrainte dans le film, σ_f , au rayon de courbure, R , du système [Stoney, 1909] :

$$\sigma_f = \frac{1}{6} \frac{E_s}{1-\nu_s} \frac{t_s^2}{t_f} \frac{1}{R} \quad (II.26)$$

avec E_s et ν_s le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat, t_s l'épaisseur du substrat et t_f l'épaisseur du film.

La formule de Stoney n'est valable que dans les conditions suivantes :

- l'adhérence entre le film et le substrat est parfaite,
- le substrat est élastique,
- la contrainte est homogène et isotrope dans le plan,
- la déformation est biaxiale,
- l'épaisseur du film est négligeable par rapport à celle du substrat ($t_f / t_s \approx 10^{-3}$), et les dimensions transversales sont très grandes par rapport aux épaisseurs.

Notons que la contrainte résiduelle dans le film dépend uniquement des caractéristiques du substrat et des épaisseurs du substrat et du film mais ne fait pas intervenir les propriétés du film.

Par convention, lorsque le film est en tension, sa contrainte résiduelle est positive et son rayon de courbure est compté positivement (concavité du côté du film) et inversement lorsque le film est en compression (figure II.13).

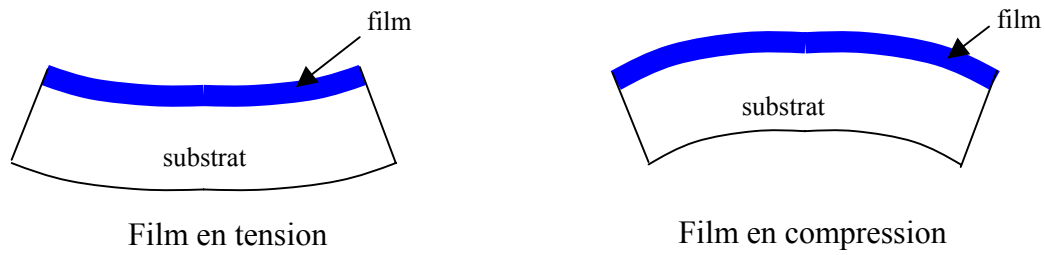


Figure II.13 : Représentation schématisée de la courbure d'un système {film + substrat} en présence de contraintes résiduelles

5.2. Contrainte d'une multicouche

Dans le cas d'une multicouche composée de N couches, Townsend et al ont montré que la courbure du système est la somme de la courbure de chacune des couches (dans le cas de films minces déposés sur un substrat épais) [Townsend et al, 1987] :

$$\frac{1}{R_{\text{total}}} = \sum_{i=1}^N \frac{1}{R_i} \quad (II.27)$$

La contrainte dans une couche j n'est pas affectée pendant le dépôt de la couche j+1 (l'interaction entre les films, proportionnelle au rapport épaisseur du film sur épaisseur du substrat, est supposée négligeable) et la formule de Stoney reste valable [Townsend et al, 1987] :

$$\sigma_j = \frac{1}{6} \frac{E_s}{1-\nu_s} \frac{t_s^2}{t_j} \frac{1}{R_j} \quad (II.28)$$

Ainsi, la contrainte de la multicouche est la somme des contraintes individuelles de chacune des couches qui la composent affectées de leurs épaisseurs respectives :

$$\sigma_{\text{totale}} t_{\text{totale}} = \sum_{i=1}^N \sigma_i t_i \quad (II.29)$$

5.3. Mesure de la courbure d'une couche mince

La technique de mesure de la courbure d'un échantillon a été mise au point par Sinha et al puis perfectionnée par Flinn et al [Sinha et al, 1977; Flinn et al, 1987]. Elle repose sur une technique de déviation laser (figure II.14). Cette méthode est facile à appliquer, rapide, non destructive et valable aussi bien pour des matériaux amorphes que cristallins.

Un banc de mesure de courbure comprend essentiellement un faisceau laser, un miroir et un détecteur de position.

Avec l'appareillage utilisé, le faisceau laser, continu, monochromatique, fixe, est dirigé sur la surface de l'échantillon par l'intermédiaire d'un miroir pivotant, permettant ainsi le balayage de l'échantillon. Le rayon réfléchi est ensuite dirigé grâce à une lentille convergente sur un détecteur sensible à la position (photodiode) positionné dans le plan focal de la lentille. Le rayon de courbure est ainsi mesuré en plusieurs points de l'échantillon. La valeur moyenne du rayon de courbure, R , dépend de la position angulaire du miroir, θ , et de la position linéaire sur la photodiode, x [Labat, 1998] :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{2f^2} \frac{dx}{d\theta} \quad (II.30)$$

où f la distance focale de la lentille.

Le rayon de courbure est ainsi donné par la pente de la droite représentant la position x en fonction des orientations du miroir.

L'échantillon est placé dans une enceinte, sur un support chauffant, permettant d'effectuer des recuits sous vide.

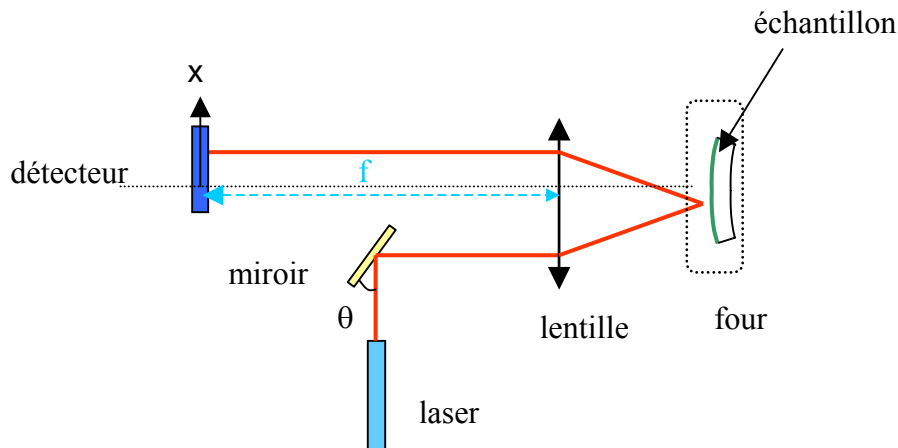


Figure II.14 : Principe de la mesure du rayon de courbure dans le cas d'un système déformé

Le substrat n'étant pas tout à fait plat initialement, sa courbure initiale est mesurée et soustraite à la courbure du système {substrat + film} pour déterminer la contrainte dans le film. Le substrat utilisé est toujours du silicium orienté suivant le plan cristallographique {100} car les contraintes dépendent aussi de l'orientation cristallographique du substrat.

Cette technique présente néanmoins quelques limites d'utilisation :

- si un film possède une contrainte trop élevée, il aura tendance à se fissurer et faussera alors la mesure,
- au contraire, si le film est très peu contraint, la variation du rayon de courbure est faible donc imprécise,
- la lumière réfléchie par le film est aussi parfois trop faible pour être détectée : par exemple, l'équipement utilisé à STMicroelectronics et décrit au paragraphe suivant ne permet pas de mesurer la courbure de films de nitrure de silicium et de films de nitrure de silicium dopé au carbone dont l'épaisseur est inférieure à 150 nm.

5.4. Evaluation du coefficient de dilatation thermique

La mesure de l'évolution de la courbure d'une couche mince, en fonction de la température, permet d'évaluer le coefficient de dilatation thermique de cette couche, à condition que son module de Young et son coefficient de Poisson soient connus.

En effet, la courbure est liée, par la formule de Stoney (équation II.26), à la contrainte dans le film. En supposant que le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat, les épaisseurs du substrat et du film soient indépendants de la température (les variations des épaisseurs du substrat et du film, avec la température, sont négligeables par rapport à la variation de la courbure avec la température), la contrainte dans le film peut être déterminée en fonction de la température. La courbe obtenue présente toujours une partie linéaire, plus ou moins étendue selon la nature du film. Cette partie linéaire des courbes, observée au cours du chauffage comme du refroidissement, traduit un comportement élastique du film. La variation de la contrainte, σ , avec la température, T , correspond à l'évolution de la contrainte thermique. Selon l'expression de la contrainte thermoélastique dans le plan du film, lorsque celui-ci est élastique, isotrope et que les coefficients de dilatation thermique du film et du substrat sont indépendants de la température (cf chapitre I, §4.4, équation I.15), sa dérivée, ou la pente de la courbe, $\frac{d\sigma}{dT}$, est telle que :

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{E_f}{1-\nu_f} (\alpha_s - \alpha_f) \quad (II.31)$$

où E_f et ν_f sont le module de Young et le coefficient de Poisson du film, α_s et α_f sont respectivement les coefficients de dilatation thermique du substrat et du film.

Ainsi, le coefficient de dilatation thermique du film est défini par l'équation :

$$\alpha_f = \alpha_s - \frac{d\sigma}{dT} \cdot \frac{1-\nu_f}{E_f} \quad (II.32)$$

5.5. Equipement de mesure

Afin de suivre l'évolution de la courbure avec la température, l'équipement réalisé par le laboratoire de Thermodynamique, propriétés Electriques, Contraintes et Structure aux Echelles Nanométriques (TECSEN) à Marseille a été utilisé.

Le faisceau laser a une longueur d'onde de 632.8 nm. Les mesures sont réalisées sous vide, avec une pression inférieure à 10^{-5} Torr. Les échantillons peuvent être chauffés jusqu'à 800°C, avec une vitesse de chauffage pouvant atteindre 50°C/min.

Les échantillons sont clivés de manière à obtenir des poutres de section rectangulaire inférieure à 1×2 cm². Afin d'améliorer la sensibilité de la mesure, les substrats de silicium sur lesquels sont déposés les films sont polis en face arrière jusqu'à une épaisseur finale d'environ 180 μ m. Lors de la mise à épaisseur, une attaque chimique est aussi effectuée afin d'éliminer les défauts en face arrière et de supprimer la courbure initiale du substrat. La courbure induite par le film est donc directement mesurée.

Des équipements comme le FLEXUS F2320 de KLA-Tencor utilisé à STMicroelectronics, à Crolles1, permettent d'effectuer des mesures sur des plaques entières, sans les détruire, et d'effectuer un balayage sur un diamètre de la plaque. Le faisceau laser a une longueur d'onde de 670 nm. Un autre laser ($\lambda = 750$ nm) peut être utilisé pour mesurer certains films afin d'éviter la zone d'extinction du signal. Mais cet équipement ne fonctionne qu'à température ambiante et sous atmosphère non contrôlée.

6. La flexion quatre points

Sous une sollicitation donnée, une délamination peut se produire par rupture cohésive dans un film ou par rupture adhésive, à l'interface entre deux matériaux. L'adhérence entre deux films dépend non seulement des propriétés des matériaux (comportement mécanique, microstructure, composition chimique au niveau de l'interface) mais aussi de la géométrie du système (épaisseur des films, morphologie, rugosité au niveau de l'interface) et du mode de chargement.

6.1. Adhésion et adhérence : définitions

Dans la langue française, il convient de distinguer les termes adhésion et adhérence alors que les anglo-saxons n'emploient que le mot « adhesion » dans la langue courante.

L'énergie d'adhésion, W_{adh} , peut être définie comme la différence entre deux états : celui où deux surfaces sont libres et celui où deux surfaces sont liées. Elle est alors la somme de toutes les interactions interatomiques physico-chimiques à l'interface. Elle s'écrit, pour deux films notés 1 et 2, selon Dupré [Dupré, 1869] :

$$W_{adh} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (II.33)$$

avec γ_1 et γ_2 respectivement les énergies libres de surface du film 1 et du film 2, γ_{12} l'énergie libre d'interface.

Les essais utilisés pour déterminer l'adhésion des interfaces permettent de désolidariser les films. Les processus de décohésion mis en jeu lors de ces essais s'accompagnent de déformations plastiques au voisinage des zones endommagées dont l'énergie est prise en compte dans la mesure effectuée. Ainsi les énergies mesurées sont toujours supérieures aux énergies d'adhésion et elles dépendent du type d'essai utilisé. La grandeur mesurée est en fait l'énergie d'adhérence, G_c , qui s'écrit :

$$G_c = W_{adh} + U_{plas} \quad (II.34)$$

où U_{plas} représente l'énergie consommée par déformation plastique au voisinage des zones endommagées.

La perte d'énergie lors des essais d'adhérence dépend de l'énergie d'adhésion, W_{adh} , et lui est supérieure, si bien qu'il est impossible d'avoir accès expérimentalement à la valeur de l'énergie d'adhésion.

L'adhésion représente donc l'ensemble de tous les phénomènes microscopiques liant deux corps et l'adhérence en est la mesure.

6.2. Rappels sur la mécanique de la rupture des matériaux homogènes

Modes de sollicitation

Soit une fissure dans un milieu plan. Selon la direction de sollicitation par rapport à celle d'ouverture de la fissure, on distingue trois modes notés I, II et III relatifs au déplacement des lèvres de la fissure [Baïlon et Dorlot, 2000].

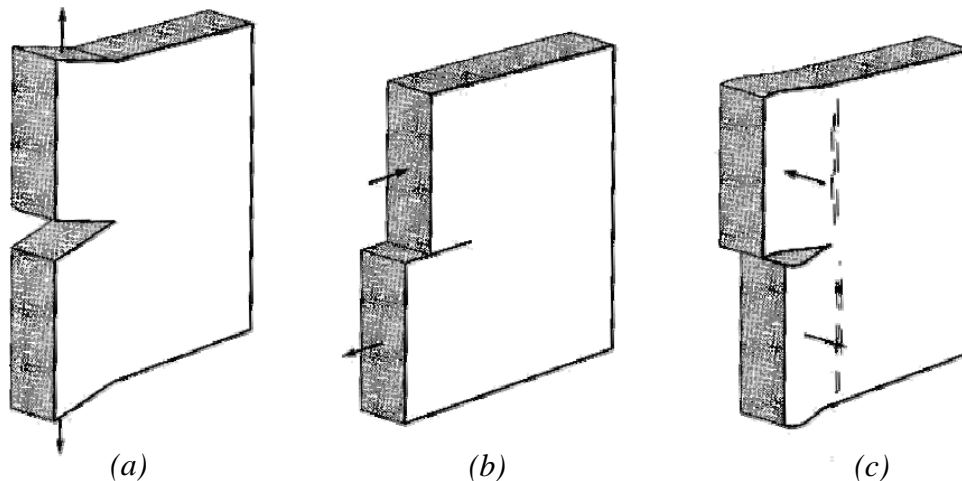


Figure II.15 : Les trois modes possibles d'ouverture de fissure : (a) mode I, (b) mode II, (c) mode III [Baïlon et Dorlot, 2000]

Le mode I correspond à un mode d'ouverture normale : les surfaces de la fissure s'écartent perpendiculairement l'une de l'autre. Dans le mode II, les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction perpendiculaire au front de fissure. Dans le mode III, les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction parallèle au front de fissure.

Le mode I est le plus sévère car la contrainte tend à ouvrir la fissure et à rompre en tension les liaisons atomiques du matériau à la racine de cette fissure. Les modes II et III sont moins sévères car les surfaces de la fissure ne sont jamais tout à fait planes à l'échelle atomique et un frottement s'exerce entre les deux surfaces de la fissure.

Critère de rupture d'un corps fissuré

Le premier modèle mécanique de la rupture d'un matériau a été introduit par Griffith en 1920 dans le cas de matériaux élastiques et fragiles. Il montre que des défauts présents dans un matériau peuvent jouer le rôle de concentrateurs de contrainte.

Considérons une fissure de longueur a dans un matériau d'épaisseur e . Si cette fissure s'allonge de δa , alors le travail effectué par la contrainte, δW , pour faire avancer la fissure et conduire à la rupture brutale est tel que [Ashby et Jones, 1998] :

$$\delta W \geq \delta U_e + G_c e \delta a \quad (II.35)$$

où δU_e correspond à la variation d'énergie élastique, G_c est l'énergie absorbée par unité de surface de fissure et $e \delta a$ est l'aire de la fissure.

G_c est une caractéristique du matériau : c'est l'énergie absorbée pour créer une fissure d'aire unité, appelée énergie de rupture ou taux critique de libération d'énergie élastique. Une énergie de déchirure élevée signifie qu'il est difficile de propager une fissure.

La ténacité, appelée aussi facteur critique d'intensité de contrainte, K_c , est telle que :

$$K_c = \sqrt{E G_c} \quad (II.36)$$

Si un matériau contenant une fissure de taille a est soumis à une contrainte suffisante, σ , cette fissure devient instable et grandit tant que le facteur d'intensité de contrainte, K , est supérieur ou égal à K_c , avec K défini par l'équation :

$$K = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (II.37)$$

Le seuil d'apparition de la rupture fragile brutale est ainsi défini par :

$$K = K_c \quad (II.38)$$

pour une plaque mince semi-infinie.

Dans le cas où le matériau fissuré a des dimensions finies, un facteur correctif, α , est introduit pour tenir compte de la géométrie. La rupture a lieu lorsque [Baïlon et Dorlot, 2000] :

$$K = \alpha \sigma \sqrt{\pi a} = K_c = \sqrt{E G_c} \quad (II.39)$$

Fissure à l'interface de deux matériaux

La rupture fragile, lorsqu'elle a lieu à une interface, est accompagnée de différentes dissipations d'énergies par déformation plastique ou friction en front de fissure. Cela entraîne une augmentation du travail de rupture de l'interface. Il est alors difficile de quantifier le travail d'adhésion à partir du travail d'adhérence mesuré expérimentalement.

La quantité d'énergie dissipée est fonction des modes d'ouverture de la fissure. Elle dépend de l'angle de mixité modale ou angle de phase, ψ , qui traduit le rapport des modes I et II en avant de la fissure pour lesquels la propagation en mode mixte a lieu avec :

$$\psi = \arctan\left(\frac{\tau}{\sigma}\right) \quad (II.40)$$

avec τ et σ les contraintes tangentielles et normales à l'interface.

La dissipation due à la plasticité en zone de décohésion dépend du type d'ouverture que subit la fissure. L'énergie d'adhérence augmente avec la valeur de ψ .

Lors d'une propagation de fissure à l'interface entre deux matériaux, les contraintes normales et tangentielles sont couplées, les modes I et II ne peuvent plus être distingués. La résistance à la rupture est déterminée à partir du facteur d'intensité de contrainte complexe de la forme [Charalambides et al, 1989] :

$$K = |K|e^{i\psi} \quad (II.41)$$

L'énergie d'adhérence dépend aussi de la vitesse de propagation de la fissure ainsi que du mouillage du milieu environnant en fond de fissure.

Chemin de propagation de fissure

Dans une multicouche, l'angle de phase peut jouer un rôle important lors de la sélection du chemin de propagation de la fissure. En effet, dans la plupart des essais, une fissure située à l'interface de deux films se propage en mode mixte. Or une propagation en mode I est plus aisée qu'une propagation en mode mixte.

Considérons une multicouche constituée de trois films notés 1, 2 et 3. Supposons une fissure amorcée dans le film 1 supérieur et débouchant à l'interface entre le film 1 et le film 2. Pour un angle de phase supérieur à zéro, si la tenue en mode I du film 2 est plus faible que la résilience en mode mixte de l'interface film 1 / film 2, la fissure aura tendance à se propager de manière cohésive dans le film 2 jusqu'à rencontrer la prochaine interface inférieure, entre le film 2 et le film 3. A cette interface, la fissure devra à nouveau choisir entre une propagation interfaciale, entre le film 2 et le film 3, et une propagation cohésive dans le film 3 inférieur. Il existe donc une « compétition » entre la ténacité du matériau et la résistance interfaciale.

6.3. L'essai de flexion quatre points

L'essai de flexion quatre points permet de mesurer quantitativement et de façon reproductible l'adhérence entre des films déposés sous forme de couches minces. Le test fournit, grâce à l'analyse de la courbe de la force en fonction du déplacement, enregistrée au cours de l'essai, soit le travail macroscopique de fracture, soit le travail effectif de séparation de l'interface,

mesuré en terme de taux de relaxation d'énergie critique, G_c , équivalent à une énergie de surface [Ma et al, 1995; Ma, 1997; Dauskardt et al, 1998].

La préparation des échantillons est relativement longue et complexe. En effet, la multicouche étudiée doit se trouver entre deux substrats massifs et élastiques. Pour cela, un substrat de silicium est collé sur la multicouche étudiée, elle-même déposée sur un substrat de silicium. Ceci permet de placer l'empilement étudié au centre d'une structure sandwich. Puis une éprouvette est réalisée à partir de ce système. Une entaille est ensuite créée sur la partie supérieure de la poutre comme point d'initiation pour la propagation de la fissure. Enfin, une force est appliquée sur l'éprouvette « sandwich » grâce à un système de flexion quatre points (figure II.16).

L'angle de phase du chargement est d'environ 45° . La fissure a alors tendance à s'enfoncer dans l'empilement. Mais elle va aussi chercher à minimiser son énergie de propagation. Pour cela, elle peut se propager soit le long de l'interface la plus faible, soit dans un des films, de façon cohésive, parallèlement à l'interface, si la ténacité de ce film est plus faible que la résistance interfaciale (en mode I d'ouverture de fissure).

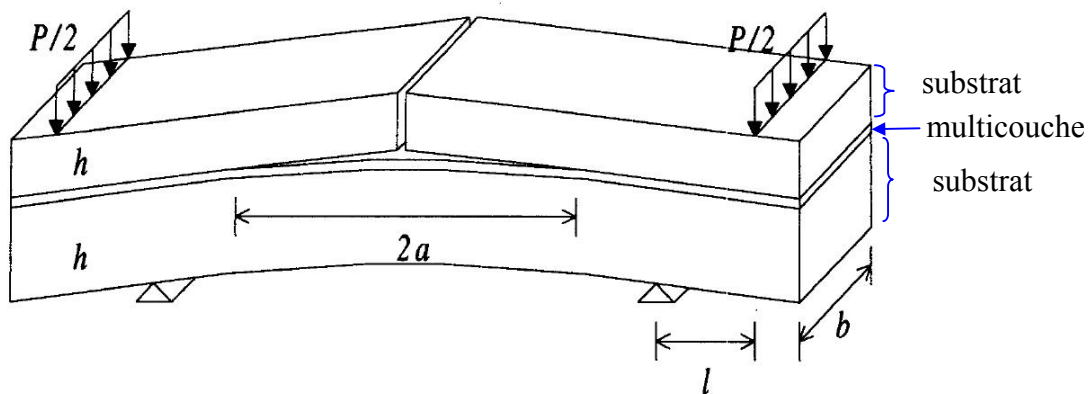


Figure II.16 : Schéma de principe du système de flexion quatre points avec P la force appliquée, b la largeur de la poutre, h l'épaisseur des substrats, l l'espacement entre les points intérieurs et extérieurs de l'essai, $2a$ la longueur de la fissure [Ma et al, 1995]

Au cours de l'essai, l'échantillon est soumis à une vitesse de déplacement constante des deux points intérieurs du système (la fissure se propage orthogonalement à la multicouche). Le test comporte quatre phases mécaniques distinctes, indiquées à la figure II.17 [Ma et al, 1997] :

- déformation élastique de la structure sandwich jusqu'à la force critique P_R ,
- pour $P = P_R$, le substrat supérieur se rompt,
- amorçage de la fissure au niveau de l'interface la plus faible où la propagation de la fissure nécessite le moins d'énergie,
- propagation de la fissure à chargement constant P_C .

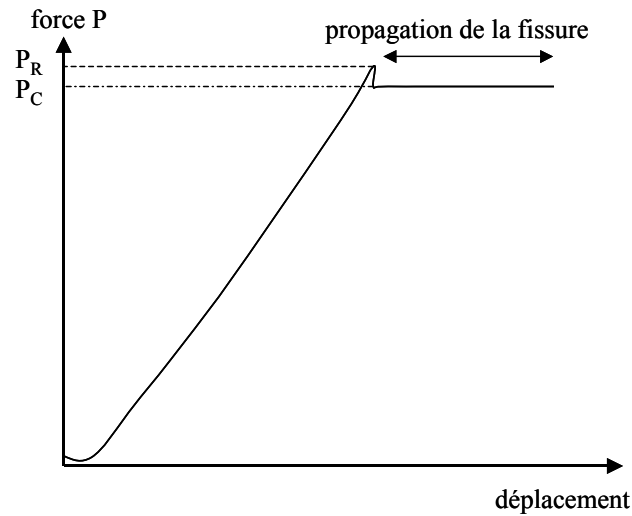


Figure II.17 : Courbe typique de la force en fonction du déplacement enregistrée lors d'un essai de flexion quatre points

Lorsque, à chargement constant P_C , la fissure s'est propagée dans l'échantillon de manière uniforme, dans les deux directions opposées, et suffisamment loin de l'entaille verticale initiale ($a > 2h$), le taux critique de restitution de l'énergie de déformation, G_c , est indépendant de la longueur de fissure. En admettant que toute l'énergie stockée dans le substrat est utilisée pour la propagation de fissure et que la plasticité en avant de la fissure est confinée, G_c peut être évaluée grâce à l'équation suivante [Charalambides et al, 1989] :

$$G_c = \frac{21(1-\nu^2)P_C^2 l^2}{16Eb^2h^3} \quad (II.42)$$

avec E et ν le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat, b la largeur de la poutre, h l'épaisseur des substrats, l l'espacement entre les points intérieurs et extérieurs de l'essai.

Cet essai permet ainsi de déterminer l'énergie d'adhérence de l'interface la plus faible de la structure multicouche, sans faire intervenir les propriétés mécaniques des couches ni la longueur de fissure. Il est ensuite couplé à une analyse chimique des surfaces ainsi créées afin d'identifier l'interface de rupture.

6.4. Préparation des éprouvettes et équipement

La préparation des échantillons ainsi que les essais ont été réalisés au laboratoire de Freescale Semiconductor à Austin, aux Etats-Unis.

La colle utilisée pour placer le second substrat de silicium est de l'époxyde (EpoxyBond 110 fournie par Allied High Tech). Les échantillons sont chauffés pendant une heure à 180°C pour assurer le collage. La résistance cohésive de cette colle définit la limite supérieure maximale

qui peut être mesurée au cours de l'essai. Le taux de relaxation d'énergie critique maximal qui peut être évalué est ainsi de 30 J/m^2 . Puis les échantillons sont clivés de manière à obtenir des éprouvettes de section $8.5 \times 60 \text{ mm}^2$. La fissure initiale est créée au moyen d'une pointe en diamant sur une profondeur environ égale à la moitié de l'épaisseur du substrat supérieur. L'espacement entre les points intérieurs et extérieurs de l'essai est égal à 8.87 mm. La vitesse du chargement imposée est fixée à $0.15 \text{ }\mu\text{m.s}^{-1}$. Les essais sont réalisés à la température ambiante, à l'air. L'interface de rupture est identifiée grâce à des analyses par Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires (SIMS).

7. Autres techniques de caractérisation

7.1. Caractérisations physico-chimiques

Spectroscopie d'absorption infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge, ou « Fourier Transform Infra-Red spectroscopy », est une méthode d'analyse structurale non destructive sensible à la nature des liaisons entre les atomes d'une molécule ou d'un matériau. Cette technique est souvent utilisée pour caractériser les films diélectriques et notamment les films « low-k » car la nature des liaisons a une conséquence directe sur la valeur de la constante diélectrique (cf chapitre I, §3.1) [Maex et al, 2003]. La nature des liaisons dans le film influence également ses propriétés mécaniques, sa rigidité et sa stabilité thermique (cf chapitre I, §3.2). Ainsi, les informations apportées par cette technique seront reliées aux résultats de nanoindentation, de diffusion Brillouin ainsi qu'aux mesures de courbure réalisées en fonction de la température.

La technique de spectroscopie infrarouge repose sur l'absorption par un échantillon d'un faisceau d'ondes appartenant au domaine du rayonnement infrarouge, dont le nombre d'onde est compris entre 400 et $4\,000 \text{ cm}^{-1}$. Cette absorption affecte les niveaux énergétiques des liaisons inter-atomiques des phases présentes, qui vont s'allonger ou se déformer. La dégénérescence de ces niveaux en plusieurs niveaux vibrationnels se traduit par des bandes d'absorption sur le spectre. Chacune d'elles, associée à un mode de vibration donné d'une molécule, apparaît dans un domaine particulier de nombres d'onde. Le spectre infrarouge représente alors les variations d'absorption, ou de transmission, de l'intensité en fonction du nombre d'onde. Cette technique permet ainsi l'identification des liaisons chimiques présentes dans le film [Williams et Fleming, 1995].

Il existe deux types de vibration :

- les vibrations d'allongement (« stretching »),
- les vibrations de déformation.

Pour un système à trois atomes non alignés, il existe deux modes de vibrations d'allongement (tableau II.1) :

- une vibration symétrique,

- une vibration antisymétrique.

Parmi les vibrations de déformation, sont distinguées (tableau II.1) :

- les déformations dans le plan, suivant une rotation (« rocking ») ou un cisaillement (« bending » ou « scissoring »),
- les déformations hors du plan par balancement (« wagging ») ou torsion (« twisting »).

Tableau II.1 : Vibrations d'allongement et de déformation illustrées pour trois atomes non alignés de type XAB

allongement symétrique (ν_s)	allongement antisymétrique (ν_{as})	rotation β	cisaillement δ	balancement ω	torsion τ

A chaque vibration correspond une bande sur le spectre. Un spectre infrarouge devient donc rapidement complexe. Certaines bandes sont néanmoins atténuées ou éliminées. C'est le cas si la vibration n'entraîne pas de variation du moment dipolaire, si les vibrations se produisent à des fréquences trop proches ou si l'absorption est trop faible.

L'appareil utilisé est commercialisé par la société Accent Optical Technologies sous le nom Biorad QS-2200. Les mesures sont effectuées en 5 points répartis sur l'ensemble de la plaque. 32 acquisitions sont réalisées en chaque point afin de minimiser le rapport signal sur bruit. Par analyse de Fourier, les signaux sont séparés et interprétés en un spectre représentant l'absorption en fonction du nombre d'onde. La résolution de l'appareil est de 4 cm^{-1} .

Pour éviter l'absorption d'humidité par les filtres et conserver une atmosphère stable, la chambre d'analyse se trouve sous flux d'azote. Le spectre du matériau seul est obtenu après soustraction, à l'aide du logiciel WinIR Pro, du spectre du silicium préalablement enregistré.

Spectroscopie de photoélectrons X (XPS)

La spectroscopie de photoélectrons, ou « X-ray Photoelectron Spectroscopy », est une technique d'analyse de surface permettant d'identifier les éléments chimiques présents dans un film. Elle est utilisée afin d'évaluer la composition chimique des films diélectriques étudiés.

La technique consiste à analyser l'énergie cinétique des électrons émis par un échantillon sous l'effet de son irradiation par un faisceau de photons X. En effet, l'interaction d'un rayonnement X avec la matière entraîne l'émission d'électrons issus des niveaux atomiques excités : les photoélectrons X. Ces photoélectrons sont émis avec des énergies faibles. Ils proviennent par conséquent des couches superficielles, d'épaisseurs environ égales à leur libre

parcours moyen, soit quelques nanomètres. Ces électrons possèdent une énergie caractéristique de l'atome excité. Un spectre en énergie de ces photoélectrons est obtenu et à chaque pic correspond un élément dans un état chimique déterminé. L'analyse des spectres permet d'évaluer la concentration des éléments à la surface du matériau mais aussi d'obtenir des informations sur l'environnement des éléments (la modification des liaisons chimiques d'un élément peut par exemple entraîner un déplacement du pic ou la formation de pics satellites). Tous les éléments sont détectables sauf l'hydrogène et l'hélium [Eberhart, 1997].

Les analyses XPS sont réalisées par la société Science et Surface située à Ecully.

La spectroscopie de masse des ions secondaires (SIMS)

La spectroscopie de masse des ions secondaires, ou « Secondary Ion Mass Spectroscopy », permet d'obtenir des profils de concentration en profondeur des éléments chimiques présents dans un film. Au cours de cette étude, elle est utilisée afin d'étudier l'effet des conditions de dépôt, et plus particulièrement l'effet du post-traitement réalisé à l'aide d'un plasma sur un des films diélectriques étudié, sur la composition chimique du film. Elle est aussi employée pour identifier les interfaces de rupture après les essais de flexion quatre points.

La technique repose sur la pulvérisation des atomes de surface d'un échantillon par bombardement d'un faisceau d'ions primaires de quelques keV (ions Cs⁺). Une partie des atomes éjectés est ionisée. Ces ions secondaires, émis à la surface de l'échantillon, ont des rapports masse sur charge caractéristiques. Ils sont analysés en cours d'abrasion par spectrométrie de masse. La nature et la concentration des espèces de surface peuvent alors être déterminées. Outre l'analyse de surface, il est possible d'établir les profils de concentration en utilisant l'abrasion ionique. Toutefois, il est parfois difficile de quantifier l'hydrogène, très léger, avec cette technique [Eberhart, 1997].

Les analyses permettant de caractériser les diélectriques étudiés et d'évaluer leur composition ont été réalisées par la société Probion située à Bagneux.

L'analyse des noyaux de recul (ERDA)

L'analyse des noyaux de recul, ou « Elastic Recoil Detection Analysis », permet de doser l'hydrogène dans les films minces. Elle est utilisée au cours de cette étude, en complément des analyses XPS, afin d'évaluer la composition chimique des films diélectriques.

La technique repose sur l'analyse en énergie des protons émis à la suite d'un bombardement par un faisceau monochromatique de particules α .

Lorsque les ions incidents interagissent avec des atomes plus lourds qu'eux, ils sont diffusés dans toutes les directions, notamment vers l'arrière (c'est le principe de la technique de rétrodiffusion de Rutherford ou RBS : « Rutherford BackScattering »), mais également vers l'avant. Si les ions incidents heurtent des atomes plus légers, ce sont ces derniers qui sont

propulsés vers l'avant et peuvent être détectés à condition que le faisceau d'ions primaires ait une incidence rasante. Par conséquent, utiliser un flux d'ions He^+ , sous incidence rasante, permet d'extraire une partie des atomes d'hydrogène contenus dans l'échantillon. La connaissance de la perte d'énergie des ions incidents et des protons émis permet également de localiser ces derniers dans le volume de la cible et d'établir ainsi des profils en concentration d'hydrogène en fonction de la profondeur du matériau analysée [Avasthi, 1996].

Les analyses ont été réalisées par ARCANE, l'Atelier Régional de Caractérisation par Analyse Nucléaire Élémentaire, au Centre d'Etudes Nucléaires de Bordeaux Gradignan.

7.2. *Mesure de l'épaisseur et de l'indice de réfraction*

L'épaisseur et l'indice de réfraction des films diélectriques sont déterminés par ellipsométrie spectroscopique. Dans cette étude, les mesures d'épaisseur sont indispensables à l'interprétation des essais de nanoindentation et aux mesures de courbure. Les valeurs des indices de réfraction sont utilisées lors des essais de diffusion Brillouin.

L'ellipsométrie spectroscopique est une technique non destructive. Elle repose sur la mesure du changement de polarisation de la lumière après réflexion par la surface de l'échantillon. La source lumineuse est une lumière blanche avec un large spectre de longueurs d'onde, variant de 250 à 750 nm.

Lorsqu'une onde lumineuse, monochromatique et polarisée rectilignement, est envoyée sur un échantillon en incidence oblique, le champ électrique de l'onde, se décompose selon deux directions propres : l'une est perpendiculaire au plan d'incidence et l'autre parallèle à ce plan. Ce plan est défini par la direction du faisceau incident et la normale à la surface. La réflexion sur la surface entraîne des atténuations d'amplitude et des déphasages des deux composantes de l'onde. L'extrémité du vecteur champ électrique suit alors une forme ellipsoïdale. L'ellipsométrie permet de mesurer la variation, avec le nombre d'onde, de :

- la différence de phase entre les deux composantes,
- la partie réelle du rapport des amplitudes des deux composantes.

A partir de la mesure de ces deux grandeurs, et en utilisant un modèle mathématique de dispersion se rapprochant le plus possible de la couche étudiée, il est possible de déterminer l'épaisseur du film ou de la multicouche étudié(e) ainsi que les indices de réfraction [Ohring, 2002]. Les modèles de Cauchy ou de Bruggeman sont utilisés pour représenter la dispersion de la plupart des films diélectriques.

Les mesures sont effectuées en 21 points uniformément répartis sur l'ensemble de la plaque et pour une longueur d'onde de 633 nm. Cela permet de mettre en évidence d'éventuels problèmes d'uniformité des dépôts dus aux procédés. L'équipement utilisé est l'appareil PROMETRIX UV-1280SE commercialisé par la société KLA-TENCOR.

7.3. Mesure de la densité

La densité est évaluée soit par réflectométrie des rayons X (XRR) soit par pesée. Les mesures par XRR permettent également de déterminer l'épaisseur et la rugosité des films. Mais elles ne sont possibles que lorsque la densité du film est suffisamment différente de celle du silicium ($\approx 2.3 \text{ g.cm}^{-3}$). La connaissance de la densité des films est indispensable pour pouvoir évaluer indépendamment le module de Young et le coefficient de Poisson lors des essais de diffusion brillouin.

Détermination de la densité par XRR

Le principe de la technique de réflectométrie des rayons X repose sur la réflexion spéculaire d'un faisceau parallèle de rayons X sur un échantillon plan, mesurée en incidence rasante (entre 0 et 5°).

Lorsqu'un faisceau de rayons X est envoyé sur l'échantillon sous incidence rasante, le faisceau est totalement réfléchi par la surface de l'échantillon. En faisant varier l'angle d'incidence, l'angle critique au-delà duquel une partie du faisceau pénètre dans l'échantillon et arrive à l'interface avec le substrat où une partie est réfléchie, est déterminé. Cette partie réfléchie à l'interface film / substrat interfère avec celle réfléchie par la surface de la couche. En faisant varier l'angle d'incidence du faisceau, les deux contributions produisent des franges d'interférence [Dax, 1996].

L'analyse XRR permet alors d'obtenir les caractéristiques suivantes du film :

- la densité, évaluée à partir de la détermination de l'angle critique,
- l'épaisseur, à partir de l'espace entre les franges,
- la rugosité de surface et d'interface, à partir de l'amplitude des franges et de leur atténuation.

La figure II.18 présente le spectre XRR enregistré sur un film d'oxyde de silicium dopé au carbone, de 150 nm d'épaisseur, déposé sur un substrat de silicium.

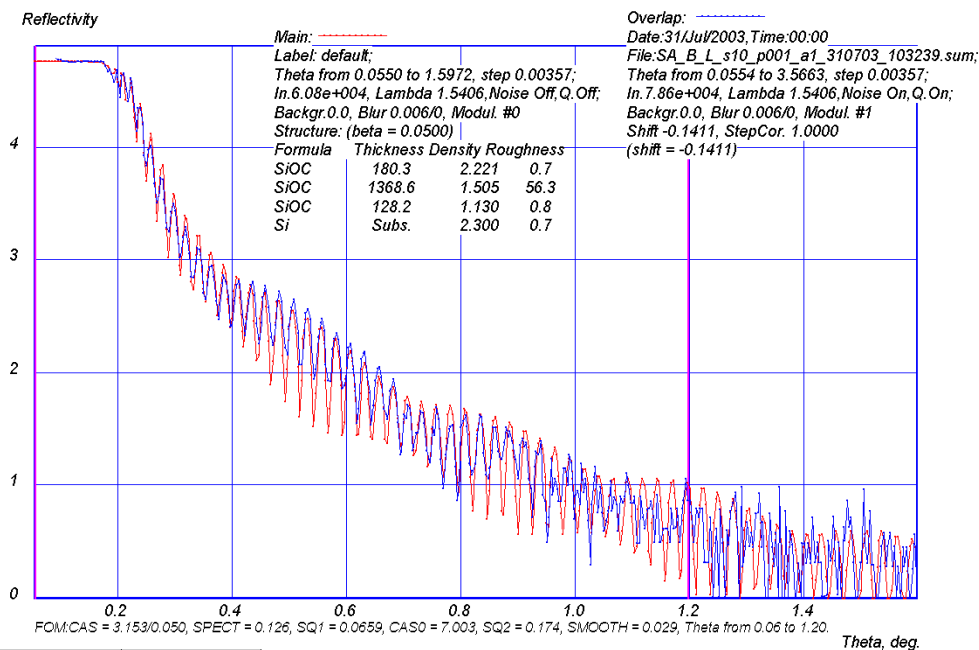


Figure II.18 : Spectre XRR d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone de 150 nm (la courbe bleue est la courbe expérimentale et la courbe rouge est la courbe théorique)

La précision de la technique dépend de l'ajustement entre les résultats de la mesure et du modèle. Afin d'optimiser les valeurs, seuls des films d'épaisseur inférieure à 200 nm sont caractérisés. Les échantillons ne doivent pas non plus être trop rugueux car une rugosité trop importante produit une extinction du signal XRR.

Les analyses sont réalisées au CEA-LETI à Grenoble avec l'appareil JV5200T de Jordan Valley. Les rayons X sont produits par un tube micro-foyer à anticathode de cuivre de faible puissance (50 kV × 0.7 mA, soit ≈ 40W). Un monochromateur courbe est utilisé afin d'obtenir un faisceau incident monochromatique et divergent. L'acquisition, de type parallèle, est alors réalisée en jouant sur la divergence angulaire du faisceau incident. Le détecteur utilisé est constitué d'une barrette CCD.

Les mesures sont effectuées à l'air et à température ambiante sur des échantillons de section moyenne 50 μm × 6 mm.

Détermination de la densité par pesée

La densité d'un film peut aussi être déterminée par pesée. Dans ce cas, elle est définie par la relation :

$$d = \frac{m_f - m_i}{\pi R^2 t} \quad (II.43)$$

où m_f et m_i sont respectivement la masse de la plaquette après et avant le dépôt du film, R est son rayon et t est l'épaisseur du film.

La précision de la balance est de 0.0001 g. Afin d'obtenir une précision suffisante, il est recommandé d'effectuer les mesures sur des films dont l'épaisseur est supérieure à 200 nm (pour cette épaisseur, l'erreur due uniquement à la balance est de $\pm 0.03 \text{ g.cm}^{-3}$).

7.4. Mesure de la constante diélectrique

La permittivité des diélectriques est mesurée à l'aide de l'appareil SSM 5100 CV commercialisé par la société Solid State Measurement. Cet équipement possède une sonde à mercure qui permet d'obtenir l'équivalent d'une structure MIS, c'est-à-dire Métal – Isolant – Semiconducteur, et donc de caractériser les propriétés électriques intrinsèques d'un film isolant déposé sur un substrat. La mesure de la capacité en accumulation, C, permet, à condition de connaître l'épaisseur du film diélectrique déposé, t, d'évaluer sa constante diélectrique, k [Murarka, 2003] :

$$k = \frac{Ct}{\epsilon_0 S} \quad (II.44)$$

où ϵ_0 est la permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$) et S la surface de la capacité.

La surface S est évaluée auparavant grâce à une calibration sur une plaque d'oxyde thermique d'épaisseur 500 nm et de permittivité égale à 3.9.

Les mesures sont réalisées à la fréquence de 0.1 MHz de manière à prendre en compte tous les types de polarisation (électronique, atomique, ionique et dipolaire).

Chapitre III

Caractérisation des diélectriques et de leurs interfaces

Sommaire

1. Présentation et structure des diélectriques étudiés	83
1.1. Elaboration des films.....	84
1.2. Structure des films.....	86
2. Le module réduit et la dureté.....	93
3. Le module de Young et le coefficient de Poisson.....	100
3.1. Résultats	100
3.2. Comparaison des résultats obtenus par diffusion Brillouin et par nanoindentation.....	103
4. La contrainte résiduelle et le coefficient de dilatation thermique	105
5. L'énergie d'adhérence.....	111
5.1. Les interconnexions de la technologie 90 nm	112
5.2. Résultats des essais de flexion quatre points.....	117
5.3. Complément bibliographique sur la corrélation entre les propriétés des interfaces mesurées sur des échantillons sans motif et les propriétés des interfaces dans des architectures complexes	121
6. Conclusion.....	122

Afin de diminuer le temps de propagation de l'information dans les interconnexions, le cuivre et les diélectriques « low-k » ont été introduits pour remplacer l'aluminium et l'oxyde de silicium. Mais les caractéristiques mécaniques de ces nouveaux diélectriques sont plus faibles que celles de l'oxyde de silicium traditionnel. L'intégration du cuivre nécessite l'utilisation de couches barrière à la diffusion du métal dans l'oxyde. Tous ces diélectriques doivent être caractérisés. Leurs caractéristiques mécaniques doivent notamment être évaluées afin de pouvoir étudier le comportement des interconnexions lors des sollicitations thermomécaniques pouvant engendrer des défaillances dans les circuits.

Dans ce chapitre, les diélectriques étudiés sont présentés ainsi que leurs caractéristiques physico-chimiques. Puis leurs caractéristiques mécaniques sont déterminées. En particulier, les grandeurs suivantes sont évaluées :

- le module réduit et la dureté, par nanoindentation,
- le module de Young et le coefficient de Poisson, par diffusion Brillouin,
- la contrainte résiduelle et le coefficient de dilatation thermique, par mesure de la courbure.

De plus, les multicouches des interconnexions présentant des risques de délamination aux interfaces, l'énergie d'adhérence des interfaces les plus critiques des interconnexions est évaluée grâce à l'essai de flexion quatre points.

1. Présentation et structure des diélectriques étudiés

Les diélectriques d'interconnexions étudiés sont :

- un oxyde de silicium dopé au carbone, à faible constante diélectrique,
- un oxyde de silicium « classique »,
- un nitrure de silicium dopé au carbone,
- un nitrure de silicium.

Le film d'oxyde de silicium dopé au carbone et le film de nitrure de silicium dopé au carbone sont respectivement utilisés comme diélectrique interligne et barrière diélectrique dans les interconnexions de la technologie 90 nm (ou CMOS090 : « Complementary Metal Oxide Semiconductor ») au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale.

Leurs caractéristiques mécaniques sont respectivement comparées à celles de l'oxyde de silicium utilisé dans la technologie 250 nm (dans les technologies 180 et 120 nm, le diélectrique interligne utilisé est un oxyde de silicium dopé au fluor) et à celles du nitrure de silicium employé comme barrière diélectrique dans la technologie 120 nm (CMOS120).

Le tableau III.1 récapitule les quatre films diélectriques étudiés.

Tableau III.1 : Films diélectriques étudiés (le chiffre entre parenthèses correspond à la technologie dans laquelle sont utilisés les films)

Diélectrique interligne	oxyde de silicium dopé au carbone (90 nm)	oxyde de silicium (250 nm)
Barrière diélectrique	nitru de silicium dopé au carbone (90 nm)	nitru de silicium (120 nm)

Tous ces diélectriques sont élaborés par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (cf chapitre II, §1). Les films sont déposés sur un substrat de silicium monocristallin, orienté suivant le plan cristallographique {100}. Le substrat a une épaisseur moyenne de 725 μm et un diamètre de 200 mm.

1.1. Elaboration des films

L'oxyde de silicium dopé au carbone

L'oxyde de silicium dopé au carbone est déposé à 350°C à partir des précurseurs triméthylsilane ((CH₃)₃SiH, noté aussi 3MS) et oxygène. Sa structure chimique est indiquée à la figure III.1. Un plasma d'oxygène est appliqué avant le dépôt afin d'oxyder la surface de la barrière diélectrique déposée auparavant. Un plasma d'hélium après le dépôt permet d'améliorer l'adhérence avec la couche suivante.

La formule chimique de ce film est du type SiO_xC_yH_z. La quantité de carbone est le facteur déterminant des propriétés du matériau : plus le taux de carbone est important, plus la densité du film est faible. En effet, l'introduction de carbone dans le matériau résulte du remplacement dans un film d'oxyde de silicium des liaisons siloxanes pontantes Si-O-Si par des groupements Si-CH₃. L'incorporation de carbone dans le film [Rémiat, 2003] :

- permet de réduire légèrement la polarisabilité électronique par réduction de la densité du matériau,
- permet de diminuer la polarisabilité ionique de façon significative grâce au remplacement des liaisons Si-O-Si par des liaisons Si-C moins polaires et à la diminution de la teneur en oxygène,
- provoque cependant l'augmentation de la polarisabilité dipolaire de façon importante à cause des changements de configuration provoqués dans le tétraèdre SiO₄ formant initialement le matériau SiO₂.

Une nano-porosité, à l'échelle moléculaire, est ainsi introduite dans le film via l'incorporation de groupes méthyles. Chaque nano-pore, a un volume dont l'ordre de grandeur est défini par le groupe méthyle (~ 4 nm) [Vella et al, 2003].

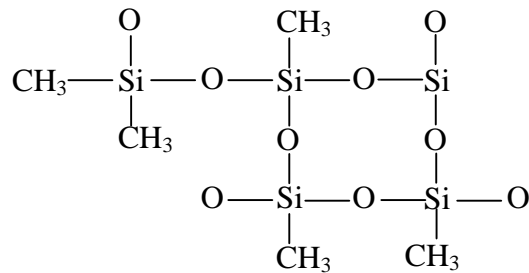


Figure III.1 : Structure chimique du diélectrique $SiO_xC_yH_z$

L'oxyde de silicium

L'oxyde de silicium est déposé à 400°C à partir du précurseur liquide tétraéthylorthosilicate ((C₂H₅O)₄-Si, ou TEOS), d'oxygène et d'hélium comme gaz porteur.

Le diélectrique SiO₂, amorphe, a pour groupement fondamental SiO₄ dans lequel l'atome de silicium est placé au centre d'un tétraèdre formé par les quatre atomes d'oxygène. Les tétraèdres SiO₄ sont reliés par leur sommet O. L'angle de la liaison Si-O-Si reliant deux tétraèdres varie de 130° à 180° avec une valeur moyenne de 143°. Le film contient aussi un peu d'hydrogène, en faible quantité, sous forme de liaisons Si-OH.

Le nitrure de silicium dopé au carbone

Le nitrure de silicium dopé au carbone est déposé à 350°C à partir du mélange triméthylsilane (3MS), ammoniac (NH₃) et hélium.

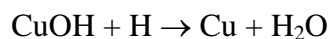
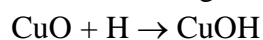
Cette barrière est notamment déposée sur les lignes en cuivre. Or, en présence d'oxygène, naturellement présent dans l'air, la surface du cuivre s'oxyde. La présence d'un oxyde de cuivre CuO peut :

- diminuer l'adhérence entre le cuivre et la barrière diélectrique,
- dégrader le temps de vie en électromigration des lignes métalliques,
- augmenter la résistance du via et par suite le temps de propagation de l'information dans les interconnexions.

Un plasma d'ammoniac est alors créé avant le dépôt de la barrière diélectrique afin de réduire l'oxyde de cuivre formé [Leung et Ong, 2003]. Sous l'effet du plasma, l'ammoniac se décompose selon l'équation suivante :



L'oxyde de cuivre réagit alors avec l'hydrogène selon les équations :



La formule chimique de ce film est du type $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$. Par rapport à un film de nitrure de silicium, le dopage au carbone permet de diminuer la densité et la polarisabilité du film et par conséquent sa permittivité.

Le nitrure de silicium

Le nitrure de silicium est déposé à 400°C à partir de silane (SiH_4), d'ammoniac (NH_3) et d'azote. Un plasma d'ammoniac avant le dépôt est aussi utilisé pour réduire l'oxyde de cuivre formé.

La formule chimique de ce film est du type SiN_yH_z . Ce diélectrique peut contenir un fort taux d'hydrogène. Les atomes d'hydrogène sont liés soit à l'azote, soit au silicium.

1.2. Structure des films

Le tableau III.2 présente la composition des diélectriques et leur concentration chimique déterminées par spectroscopie de photoélectrons (XPS, cf chapitre II, §7.1), qui permet de connaître les proportions de silicium, de carbone, d'oxygène, d'azote et par analyse nucléaire des noyaux de recul (ERDA, cf chapitre II, §7.1), utilisée pour quantifier l'hydrogène. Ces caractérisations ont été effectuées sur des films de 220 nm d'épaisseur environ. Le tableau indique également la formule chimique des matériaux, ramenée à un atome de silicium.

Tableau III.2 : Composition chimique des diélectriques

Matériaux	Composition chimique (at. %)					Formule chimique
	Si	C	O	N	H	
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	24	16	40	-	20	$\text{SiO}_{1.7}\text{C}_{0.7}\text{H}_{0.8}$
SiO_2	31.8	-	64.6	-	3.6	$\text{SiO}_2\text{H}_{0.1}$
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	33	24.5	-	12.5	30	$\text{SiC}_{0.7}\text{N}_{0.4}\text{H}_{0.9}$
SiN_yH_z	38	-	-	48	14	$\text{SiN}_{1.3}\text{H}_{0.4}$

Les figures III.2 à III.5 présentent les spectres d'absorption infrarouge (FTIR) donnant accès à la nature des liaisons chimiques dans les diélectriques. Les mesures ont été réalisées sur des films d'épaisseur 500 nm. Afin de pouvoir identifier les pics relatifs aux échantillons étudiés, le tableau III.3 présente auparavant, pour différents nombres d'onde, les pics relatifs et les modes de vibration des liaisons donnés dans la littérature (cf chapitre II, §7.1).

Tableau III.3 : Principaux pics observés dans les films étudiés

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Nature du pic	Références bibliographiques
450 - 460	β Si-O-Si	[Lucovsky et al, 1987; Liao et al, 1994]
760 - 880	ν Si-CH _x	[Williams et Fleming, 1995]
800 - 820	δ Si-O-Si	[Lucovsky et al, 1987; Liao et al, 1994; Maex et al, 2003]
900	ν Si-N-Si	[Liao et al, 1994]
940	ν Si-OH	[Liao et al, 1994]
1 000 - 1 200	ν Si-O-Si	[Lucovsky et al, 1987; Liao et al, 1994; Maex et al, 2003]
1 170	β Si ₂ N-H	[Liao et al, 1994]
1 200	δ N-H dans Si-NH-Si	[Maeda et Nakamura, 1985]
1 260 - 1 275	ν Si-CH _x	[Williams et Fleming, 1995]
1 270	ν Si-CH ₃	[Maex et al, 2003]
1 550	δ SiN-H ₂	[Liao et al, 1994]
2 120, 2 180, 2 255	ν Si-H, Si-H ₂ , Si-H ₃	[Maeda et Nakamura, 1985]
2 150	ν N ₂ Si-H	[Liao et al, 1994]
2 250 - 2 270	ν Si-H _x	[Rojas et al, 1993; Williams et Fleming, 1995; Maex et al, 2003]
2 800 - 3 200	ν C-H _x dans CH ₃	[Maex et al, 2003]
3 320, 3 280, 3 435	ν N-H, ν_s N-H ₂ , ν_{as} N-H ₂	[Maeda et Nakamura, 1985]
3 350	ν Si ₂ N-H	[Liao et al, 1994]
3 400	ν O-H dans H ₂ O	[Rojas et al, 1993; Williams et Fleming, 1995; Maex et al, 2003]
3 600	ν O-H dans Si-OH	[Rojas et al, 1993]

L'oxyde de silicium dopé au carbone

Dans le cas de l'oxyde de silicium dopé au carbone (figure III.2), deux pics sont observés aux faibles nombres d'onde correspondant aux vibrations des groupements SiO₄, pour lesquelles deux types de liaisons peuvent être distingués :

- le pic principal, vers 1 030 cm⁻¹, correspond à l'étirement de la liaison Si-O-Si parallèlement à elle-même,
- vers 800 cm⁻¹, le pic est représentatif de la flexion (ou du cisaillement) de la liaison Si-O-Si : l'atome d'oxygène bouge dans le plan formé par les atomes, le long de la bissectrice de l'angle formé par les atomes Si-O-Si.

Le pic principal présente un épaulement correspondant à une vibration déphasée de l'atome d'oxygène de la liaison Si-O (étirement) au sein des groupements SiO₄. Le pic représentatif de la flexion de la liaison Si-O-Si présente également un épaulement dû à l'étirement des liaisons Si-CH_x.

De plus, vers $1\,270\text{ cm}^{-1}$ apparaît le pic relatif à l'étirement de la liaison Si-CH₃. Le pic peu intense vers $2\,230\text{ cm}^{-1}$ est dû à l'étirement de la liaison Si-H. Vers $2\,970\text{ cm}^{-1}$, le pic est dû aux liaisons C-H dans le groupe CH₃.

Les liaisons chimiques identifiées sont en accord avec la structure chimique du film proposée à la figure III.1. Le spectre est très proche de celui obtenu par Maex et al [Maex et al, 2003]. Il est cohérent par rapport à la composition chimique du film indiquée dans le tableau III.2.

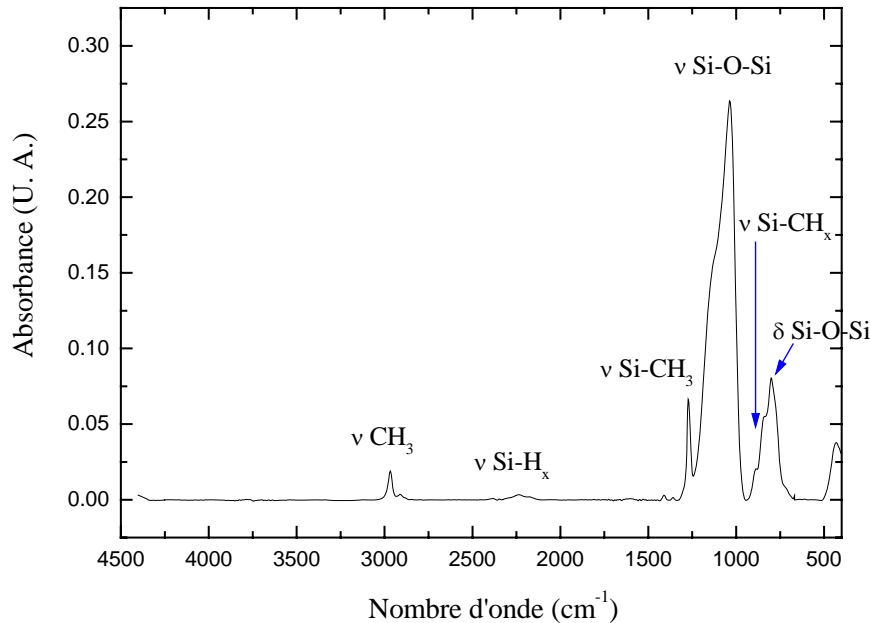


Figure III.2 : Spectre d'absorption infrarouge de l'oxyde de silicium dopé au carbone

L'oxyde de silicium

Dans le cas de l'oxyde de silicium (figure III.3), trois pics apparaissent aux faibles nombres d'onde. Ces pics correspondent aux vibrations des groupements SiO₄, comme dans le cas de l'oxyde de silicium dopé au carbone. Mais trois types de liaisons peuvent être distingués cette fois :

- le pic principal, vers $1\,080\text{ cm}^{-1}$, correspond à l'étirement de la liaison Si-O-Si,
- vers 820 cm^{-1} , le pic est représentatif de la flexion de la liaison Si-O-Si,
- vers 450 cm^{-1} , le pic représente la rotation de la liaison O-Si-O : les atomes d'oxygène bougent hors du plan moyen des liaisons O-Si-O.

Le pic principal présente aussi un épaulement dû à une vibration déphasée de l'atome d'oxygène de la liaison Si-O (étirement) au sein des groupements SiO₄.

Le 4^{ème} pic, observé vers $3\,650\text{ cm}^{-1}$, correspond à l'étirement de la liaison O-H dans le groupe Si-OH.

Ce spectre est en accord avec les spectres relatifs à un film d'oxyde de silicium présentés dans la littérature [Lucovsky et al, 1987; Doucet, 1996]. Il est cohérent par rapport à la composition

chimique du film indiquée dans le tableau III.2. Le pic représentatif de la liaison O-H est peu intense. Il confirme la présence d'hydrogène dans le film, apporté par le précurseur.

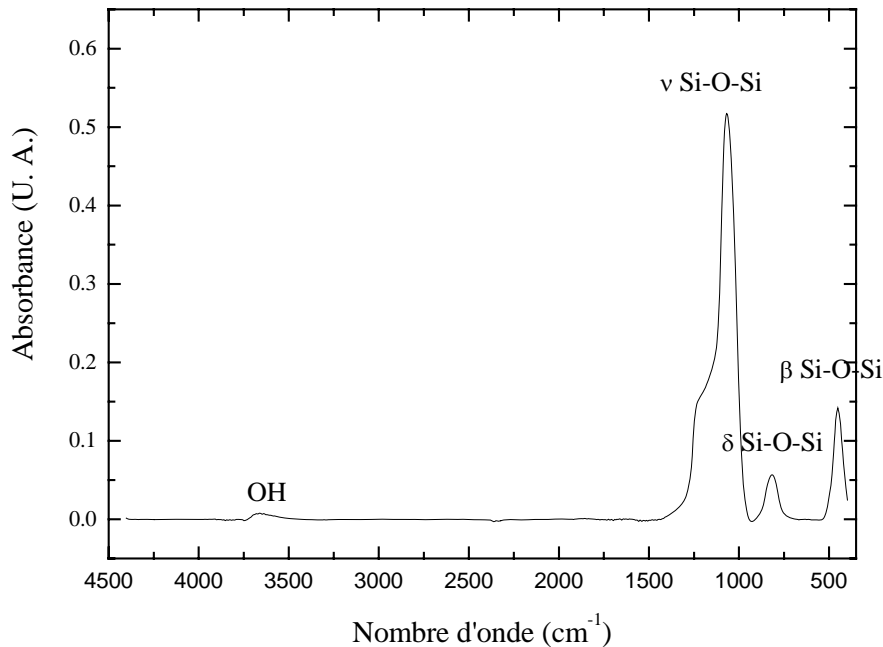


Figure III.3 : Spectre d'absorption infrarouge de l'oxyde de silicium

Le nitrure de silicium dopé au carbone

Dans le cas du nitrure de silicium dopé au carbone (figure III.4), cinq pics sont présents. Le pic le plus intense, vers 810 cm^{-1} , est dû à l'étirement de la liaison Si-C. L'épaule observé est dû à l'allongement de la liaison Si-N-Si. Ensuite, comme dans le cas de l'oxyde de silicium dopé au carbone, les pics correspondant à l'étirement de la liaison Si-CH₃, vers $1\,250\text{ cm}^{-1}$, et à celui de la liaison Si-H, vers $2\,120\text{ cm}^{-1}$ sont observés. Enfin, deux pics assez faibles apparaissent aux plus grands nombres d'onde. Ils correspondent à la liaison C-H dans le groupe CH₃, vers $2\,900\text{ cm}^{-1}$, et à la liaison N-H, vers $3\,380\text{ cm}^{-1}$.

Ce spectre est assez similaire à celui d'un film de carbure de silicium [Rémiat, 2003]. La présence d'azote n'est remarquée que par l'épaule du pic principal et par un pic très peu intense relatif à la liaison N-H. D'après le tableau III.2, le film contient deux fois moins d'azote que de carbone. Le spectre obtenu semble donc cohérent avec la composition chimique du film.

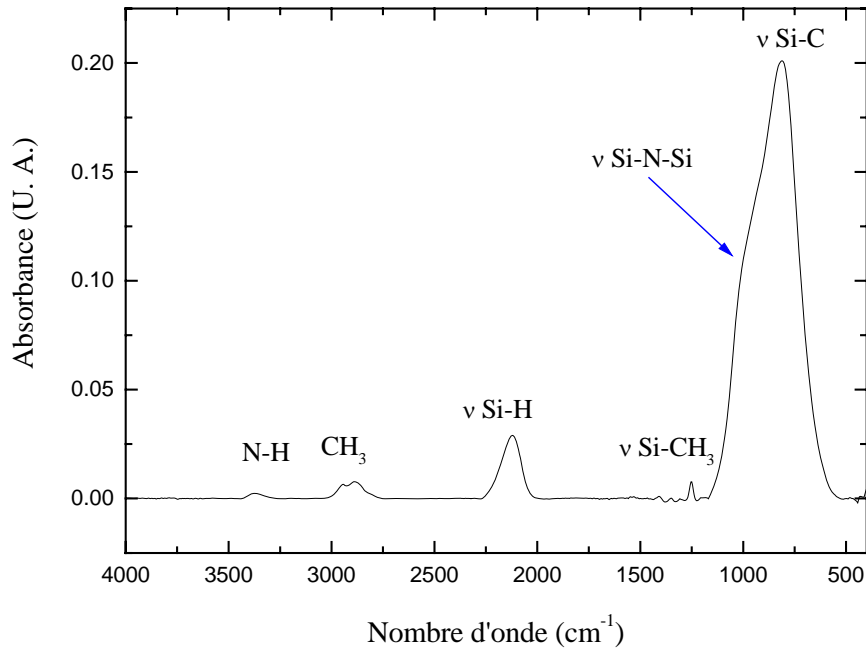


Figure III.4 : Spectre d'absorption infrarouge du nitrure de silicium dopé au carbone

Le nitrure de silicium

Dans le cas du nitrure de silicium (figure III.5), trois pics apparaissent : un pic principal dû aux liaisons Si-N, vers 840 cm^{-1} , et deux pics beaucoup moins intenses relatifs aux liaisons Si-H, vers 2180 cm^{-1} , et N-H, vers 3330 cm^{-1} . Le léger épaulement du pic principal peut être dû à une rotation ou à un cisaillement des liaisons N-H dans le groupe $\text{Si}_2\text{N-H}$.

Ce spectre est en accord avec celui obtenu par Doucet [Doucet, 1996]. Il est cohérent par rapport à la composition chimique du film indiquée dans le tableau III.2.

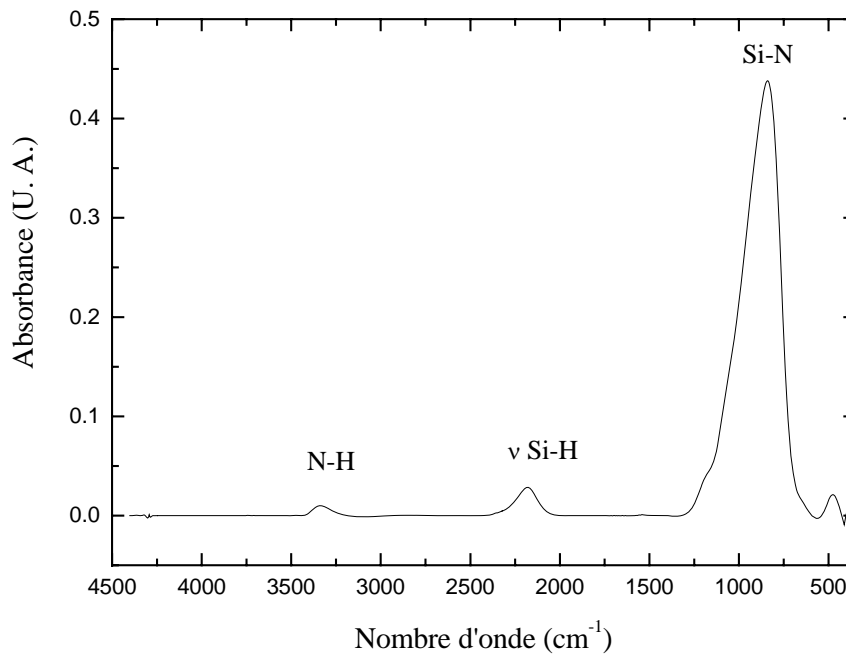


Figure III.5 : Spectre d'absorption infrarouge du nitrure de silicium

Les films diélectriques sont également caractérisés par :

- leur indice de réfraction, mesuré par ellipsométrie spectroscopique (cf chapitre II, §7.2),
- leur constante diélectrique, mesurée avec une sonde à mercure (cf chapitre II, §7.4),
- leur densité, mesurée par réflectométrie des rayons X (XRR) et par pesée (cf chapitre II, §7.3).

Les tableaux III.4 et III.5 présentent les différentes valeurs obtenues.

La mesure de la constante diélectrique a été effectuée sur des films d'épaisseur 500 nm dans le cas des deux diélectriques interlignes et sur des films d'épaisseur 200 nm dans le cas des barrières diélectriques.

La densité du film d'oxyde de silicium, très proche de celle du silicium, n'a pu être mesurée que par pesée.

Les mesures par pesée ont été réalisées sur des échantillons dont l'épaisseur des films était d'environ 1 μm . Les épaisseurs précises des films ont été mesurées par ellipsométrie spectroscopique. Les résultats sont indiqués dans le tableau III.4.

Quant aux analyses XRR dont les résultats sont indiqués dans le tableau III.5, elles ont été réalisées sur deux films d'oxyde de silicium dopé au carbone, d'épaisseur environ égale à 150 et 200 nm, et sur les deux types de barrières diélectriques étudiés, d'épaisseur environ égale à 40 nm. L'épaisseur et la densité des films, déposés directement sur un substrat de silicium, ont été mesurées.

Les mesures XRR indiquent une légère inhomogénéité des films. Dans le cas de l'oxyde de silicium dopé au carbone, la densité du film est plus faible près du silicium qu'au cœur du

matériau, le procédé de dépôt nécessitant sans doute un temps de stabilisation. Par contre, la densité du film est plus importante à la surface du film qu'à son cœur, probablement à cause du plasma d'hélium introduit après le dépôt. Dans le cas des films de nitrure de silicium, dopés ou non au carbone, la densité du film est plus faible à la surface du film qu'à son cœur, sans doute à cause d'une légère réaction du film avec l'air ambiant (oxydation de surface). Les valeurs mesurées par pesée sont comparables à celles mesurées par XRR pour le cœur de chaque film.

Tableau III.4 : Indice de réfraction, constante diélectrique et densité (mesurée par pesée) des diélectriques étudiés

Matériaux	Indice de réfraction	Constante diélectrique	Densité (g.cm ⁻³)
SiO _x C _y H _z	1.44 ± 0.01	3.0 ± 0.1	1.4 ± 0.1
SiO ₂	1.46 ± 0.01	4.3 ± 0.1	2.2 ± 0.1
SiC _x N _y H _z	1.93 ± 0.01	5.0 ± 0.1	1.7 ± 0.1
SiN _y H _z	2.02 ± 0.01	6.8 ± 0.1	2.6 ± 0.1

Tableau III.5 : Epaisseurs et densités des diélectriques étudiés, évaluées par réflectométrie des Rayons X

Matériaux	Sous-couche inférieure (près du substrat)	Sous-couche principale	Sous-couche supérieure
150 nm SiO _x C _y H _z	13.0 ± 0.5 nm 1.1 ± 0.1 g.cm ⁻³	137 ± 7 nm 1.5 ± 0.1 g.cm ⁻³	18 ± 1 nm 2.2 ± 0.1 g.cm ⁻³
200 nm SiO _x C _y H _z	12.5 ± 0.5 nm 0.8 ± 0.1 g.cm ⁻³	189 ± 9 nm 1.5 ± 0.1 g.cm ⁻³	19 ± 1 nm 2.1 ± 0.1 g.cm ⁻³
40 nm SiC _x N _y H _z	/	35 ± 2 nm 1.9 ± 0.1 g.cm ⁻³	2.4 ± 0.2 nm 1.6 ± 0.1 g.cm ⁻³
40 nm SiN _y H _z	/	37 ± 2 nm 2.7 ± 0.1 g.cm ⁻³	0.8 ± 0.1 nm 1.7 ± 0.1 g.cm ⁻³

La bicouche composée de 40 nm de SiC_xN_yH_z et de 150 nm de SiO_xC_yH_z, déposée sur un substrat de silicium, a également été étudiée par XRR. Elle peut en fait être décomposée en quatre « sous-couches » :

- près du silicium, une sous-couche de 35 ± 2 nm de densité 2.0 ± 0.1 g.cm⁻³, correspondant à la barrière SiC_xN_yH_z,
- une sous-couche de 5.1 ± 0.3 nm et de densité 2.3 ± 0.1 g.cm⁻³, correspondant à l'épaisseur de la barrière SiC_xN_yH_z qui a été oxydée par le plasma d'oxygène appliqué avant le dépôt du diélectrique SiO_xC_yH_z,
- une sous-couche de 145 ± 7 nm et de densité 1.5 ± 0.1 g.cm⁻³, correspondant au film SiO_xC_yH_z,
- une sous-couche supérieure de 12.2 ± 0.6 nm et de densité 1.9 ± 0.1 g.cm⁻³, correspondant à l'épaisseur du film SiO_xC_yH_z modifiée par le plasma d'hélium.

2. Le module réduit et la dureté

Les essais d'indentation, permettant de déterminer le module réduit et la dureté des diélectriques, sont réalisés sur des films d'épaisseur moyenne $1\ \mu\text{m}$ (cf chapitre II, §3). Les épaisseurs précises sont mesurées auparavant par ellipsométrie spectroscopique.

Les figures III.6 et III.7 présentent les évolutions respectives du module réduit, E_r , et de la dureté, H , en fonction de la profondeur de pénétration totale de l'indenteur, h , obtenues pour le composite film d'oxyde de silicium dopé au carbone sur substrat de silicium. Les barres d'erreur qui sont tracées représentent la dispersion des mesures lors des 9 indentations réalisées sur l'échantillon (cf chapitre II, §3.5). Ainsi, le module réduit et la dureté augmentent avec la profondeur de pénétration de l'indenteur et tendent rapidement vers les caractéristiques du substrat.

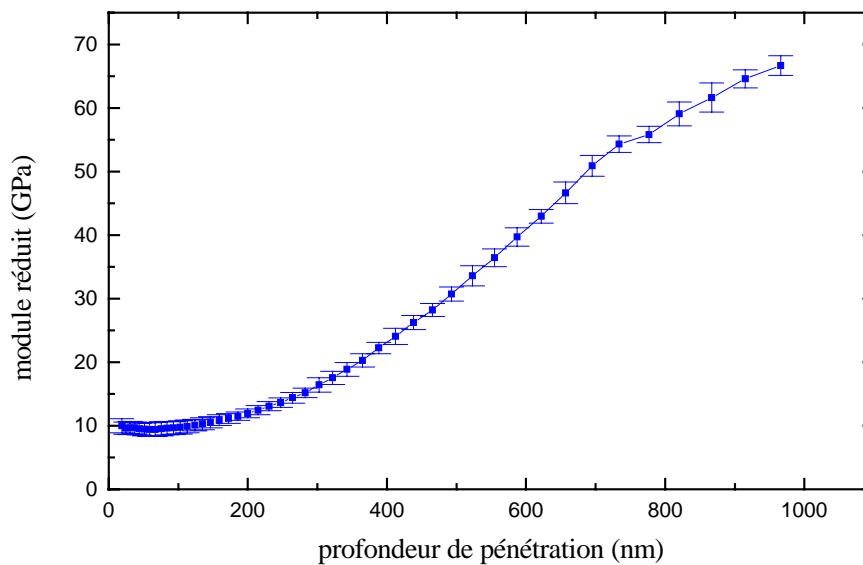


Figure III.6 : Evolution du module réduit du composite oxyde de silicium dopé au carbone sur substrat en fonction de la profondeur de pénétration totale de l'indenteur

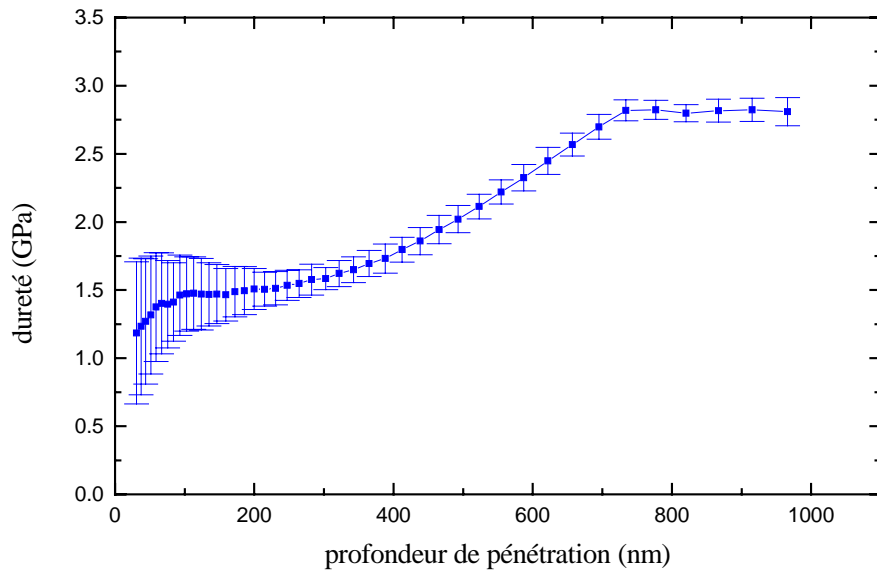


Figure III.7 : Evolution de la dureté du composite oxyde de silicium dopé au carbone sur substrat en fonction de la profondeur totale de pénétration de l'indenteur

Les figures suivantes présentent les évolutions du module réduit, E_r , et de la dureté, H , pour chacun des composites film diélectrique sur substrat étudié, en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f . Elles permettent d'évaluer le module réduit et la dureté des différents films, selon la procédure décrite au chapitre II (§3.4). Les valeurs retenues sont indiquées dans le tableau III.6.

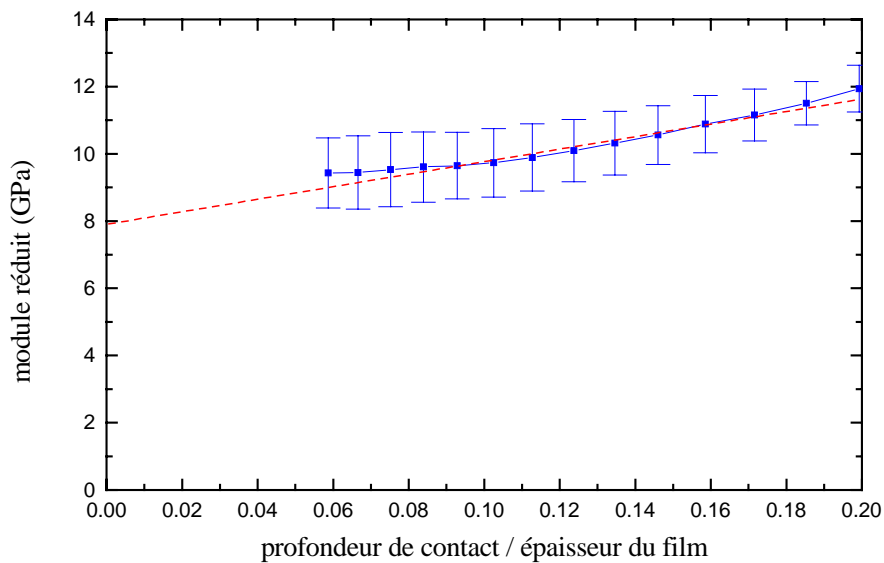


Figure III.8 : Evolution du module réduit du composite oxyde de silicium dopé au carbone sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

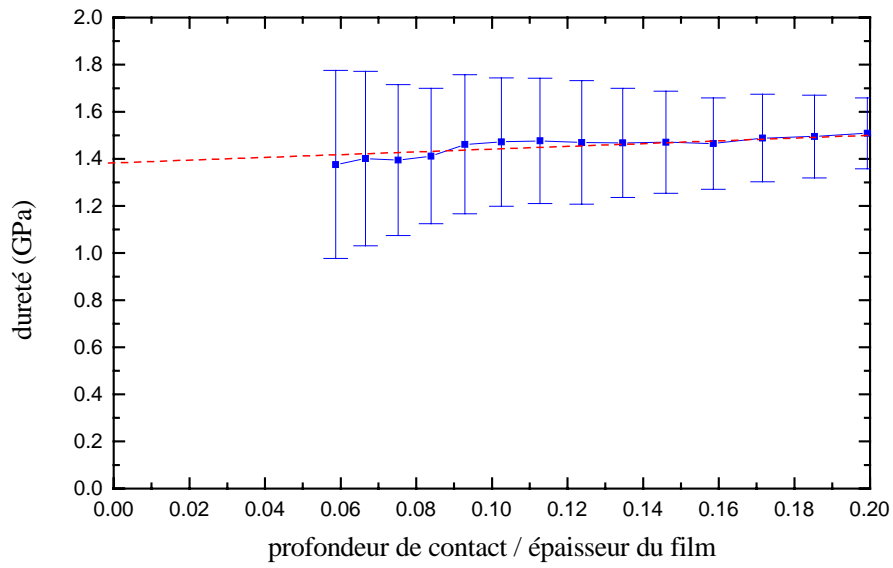


Figure III.9 : Evolution de la dureté du composite oxyde de silicium dopé au carbone sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

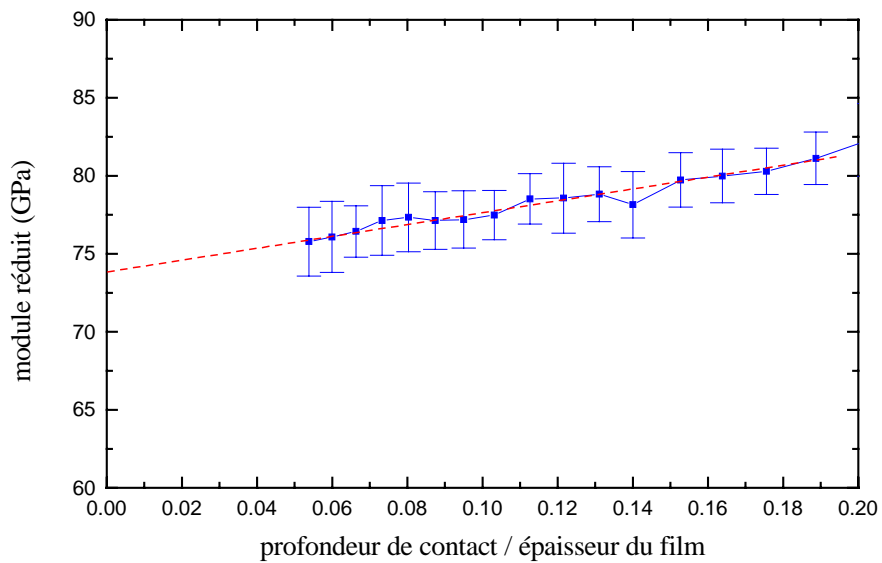


Figure III.10 : Evolution du module réduit du composite oxyde de silicium sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

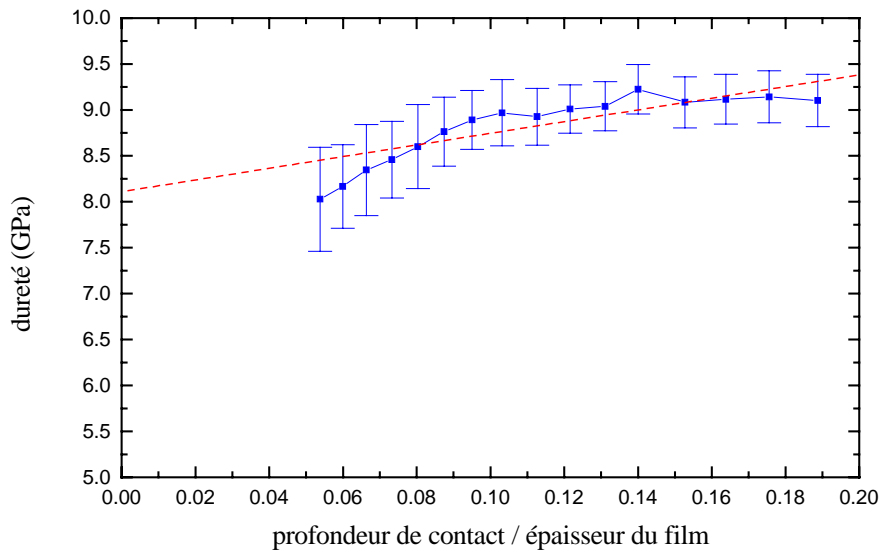


Figure III.11 : Evolution de la dureté du composite oxyde de silicium sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

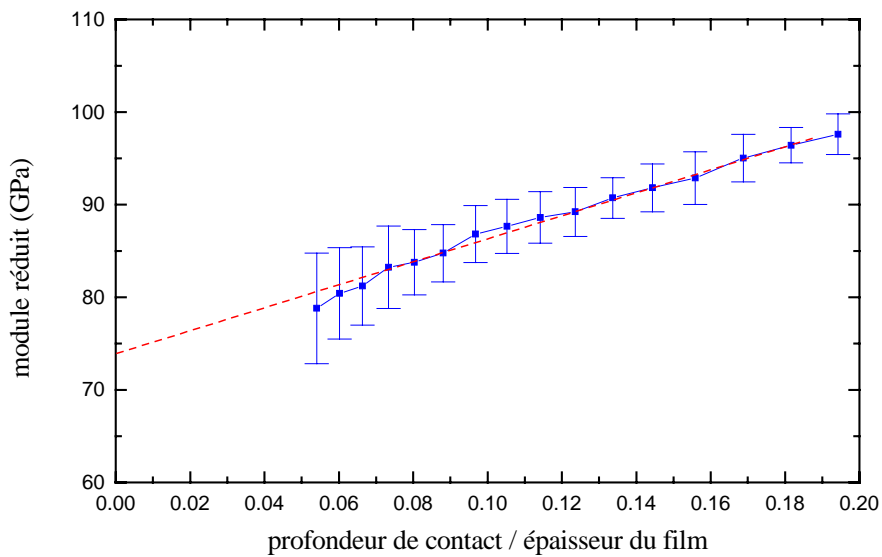


Figure III.12 : Evolution du module réduit du composite nitrure de silicium dopé au carbone sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

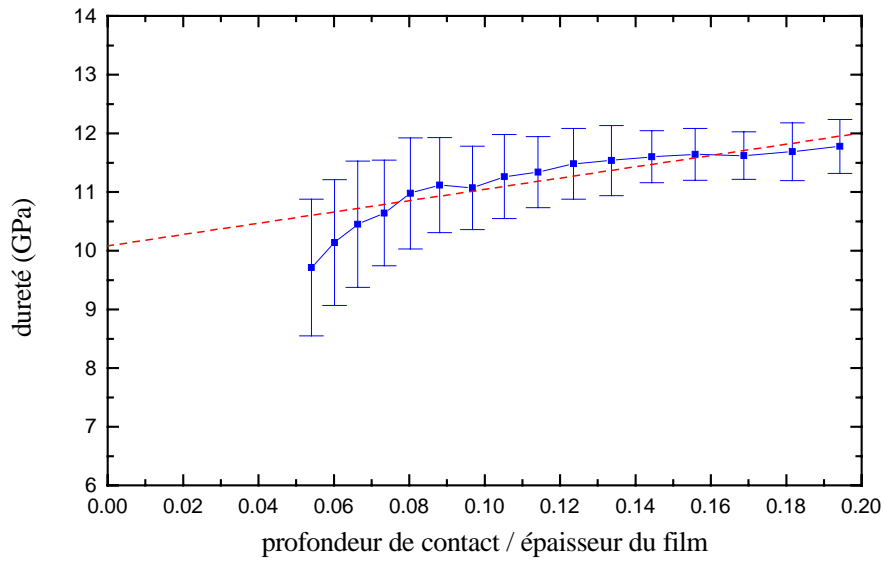


Figure III.13 : Evolution de la dureté du composite nitrure de silicium dopé au carbone sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

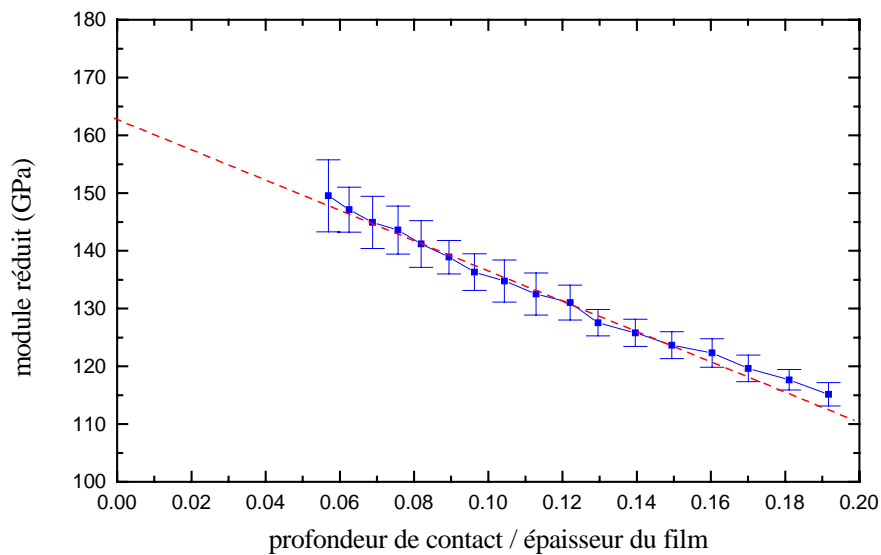


Figure III.14 : Evolution du module réduit du composite nitrure de silicium sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

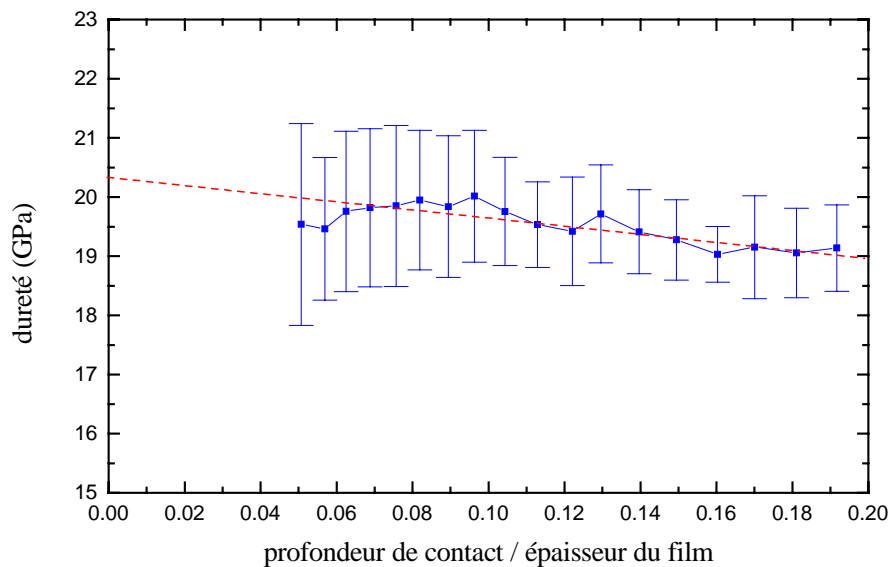


Figure III.15 : Evolution de la dureté du composite nitrure de silicium sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

Tableau III.6 : Module réduit et dureté des films diélectriques

Matériaux	E_r (GPa)	H (GPa)
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	8.0 ± 0.5	1.4 ± 0.4
SiO_2	74 ± 2	8.0 ± 0.5
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	74 ± 6	10 ± 1
SiN_yH_z	163 ± 6	20 ± 2

Les résultats obtenus sont comparés à quelques mesures de nanoindentation issues de la littérature et présentées dans le tableau III.7. Globalement, les valeurs mesurées et celles issues de la littérature ont le même ordre de grandeur. Les différences peuvent s'expliquer par des conditions de dépôt des films différentes, engendrant des structures de films différentes. Ainsi, par exemple, le module de Young d'un film de nitrure de silicium peut augmenter de 125 à 245 GPa lorsque la température de dépôt augmente de 75 à 300°C [Winchester et Dell, 2000]. Pour ce type de film déposé par PECVD, plus la température de dépôt est importante, plus les impuretés et l'hydrogène contenus dans le film sont désorbés, donc plus le film est dense et plus son module élastique est élevé. Les débits des gaz réactifs influencent également les propriétés mécaniques : plus un film de nitrure de silicium est riche en azote, plus il est dense, et plus son module élastique et sa dureté sont importants [Taylor, 1991]. Pour un film d'oxyde de silicium dopé au carbone, son module élastique et sa dureté diminuent lorsque sa porosité augmente [Vella et al, 2003]. L'épaisseur du film peut également avoir un impact sur les valeurs mesurées par nanoindentation. L'influence du substrat sur les propriétés

mécaniques, qui intervient particulièrement lorsque le film est fragile, n'a pas été pris en compte de la même façon dans ces études : certains auteurs utilisent la « règle des 10 % » [Moore et al, 2000], d'autres considèrent que le minimum observé sur la courbe représentant l'évolution du module élastique d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone avec la profondeur de pénétration de l'indenteur correspond au module élastique du film [Vella et al, 2003], une procédure encore différente a été suivie dans notre étude (cf chapitre II, §3.4).

Tableau III.7 : Valeurs, issues de la littérature, du module réduit et de la dureté de différents films diélectriques mesurés par nanoindentation

Matériaux	E_r (GPa)	H (GPa)	Références bibliographiques
$SiO_xC_yH_z$	12.2	1.7	[Moore et al, 2000]
		< 2	[Leung et Ong, 2003]
	6.90 - 11.7	1.3 - 2.1	[Vella et al, 2003]
	7	1.3	[Volinsky et al, 2003]
SiO_2	14.9	2.23	[Shen et al, 2003]
	101	8.24	[Chiang et al, 1992]
	72	9.5	[Moore et al, 2000]
		7 - 9	[Leung et Ong, 2003]
	68.8 - 76.25	7.2 - 8.6	[Taylor, 1991]
$SiC_xN_yH_z$	97.76	12.19	[Shen et al, 2003]
SiN_yH_z	170	25.2	[Chiang et al, 1992]
	178 - 221	16.1 - 19.8	[Taylor, 1991]

Le film d'oxyde de silicium dopé au carbone a une densité et une constante diélectrique plus faibles que le film d'oxyde de silicium à cause de l'incorporation de carbone, d'hydrogène et d'une nanoporosité. Les liaisons Si-O qui fournissaient la rigidité à la structure ont été remplacées par des liaisons Si-CH₃ (cf chapitre I, §3.2). Le module élastique du film d'oxyde de silicium dopé au carbone est plus faible que celui du film d'oxyde de silicium. De même, la dureté de l'oxyde de silicium dopé au carbone est plus faible que celle de l'oxyde de silicium. D'ailleurs, le module élastique d'un film et sa dureté sont liés. Ces deux grandeurs sont proportionnelles dans le cas d'oxydes de silicium dopés au carbone de porosité variable [Vella et al, 2003; Volinsky et al, 2003].

Quant aux barrières diélectriques, le nitrure de silicium dopé au carbone possède une densité et une constante diélectrique plus faibles que le nitrure de silicium non dopé, à cause de l'incorporation de carbone et d'hydrogène. Les liaisons Si-C (451.5 kJ/mol) sont plus faibles que les liaisons Si-N (470 kJ/mol). Le module élastique et la dureté sont plus faibles dans le cas du nitrure de silicium dopé au carbone que dans le cas du nitrure de silicium non dopé.

3. Le module de Young et le coefficient de Poisson

3.1. Résultats

Le module de Young et le coefficient de Poisson des films diélectriques sont déterminés par diffusion Brillouin (cf chapitre II, §4) [Carlotti et al, 2005]. Les mesures sont réalisées sur des films d'épaisseur moyenne 1 μm . Auparavant, l'épaisseur précise et l'indice de réfraction de chaque film sont mesurés par ellipsométrie spectroscopique. La valeur de la densité, utilisée pour le calcul de la vitesse de propagation des ondes acoustiques, est la moyenne entre la valeur évaluée par réflectométrie des rayons X pour le cœur du matériau et la valeur mesurée par pesée (cf §1.2).

Les figures suivantes présentent les différents spectres enregistrés.

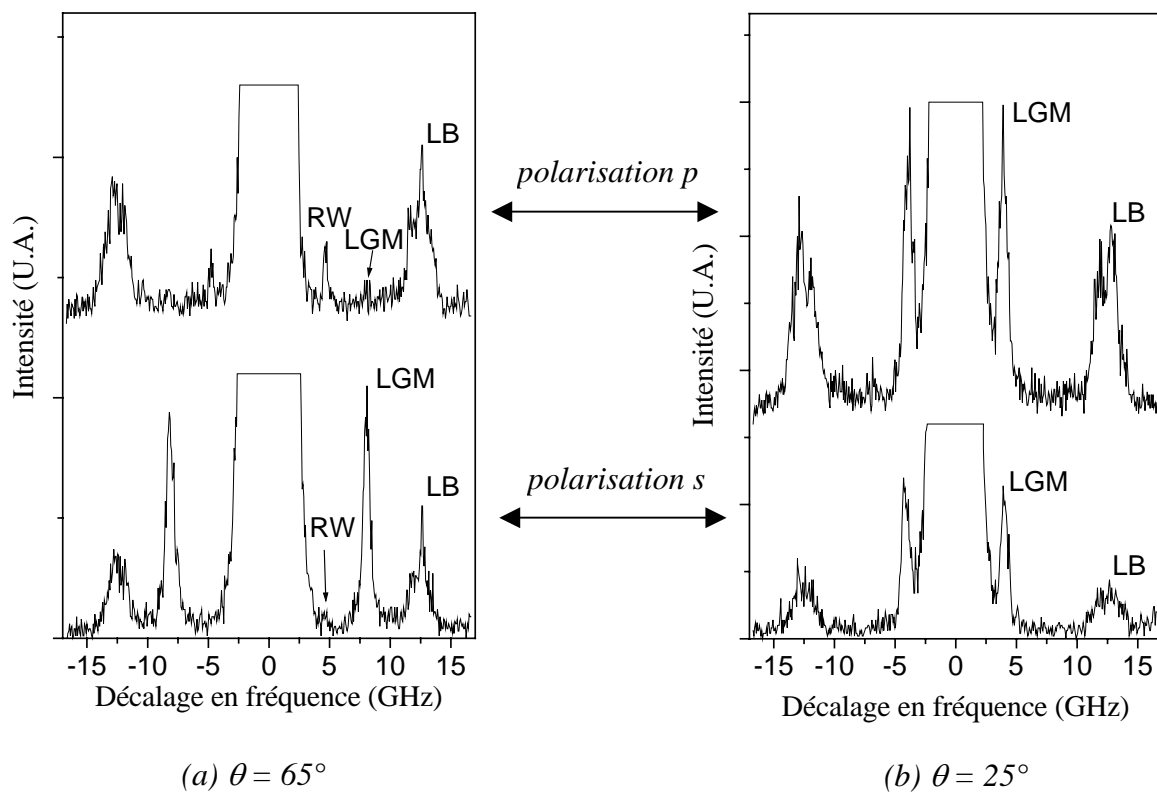


Figure III.16 : Spectres Brillouin du film d'oxyde de silicium dopé au carbone obtenus pour un angle d'incidence égal à 65° (a) et pour un angle de 25° (b). Les spectres supérieurs ont été enregistrés pour une lumière polarisée p et les spectres inférieurs pour une lumière polarisée s

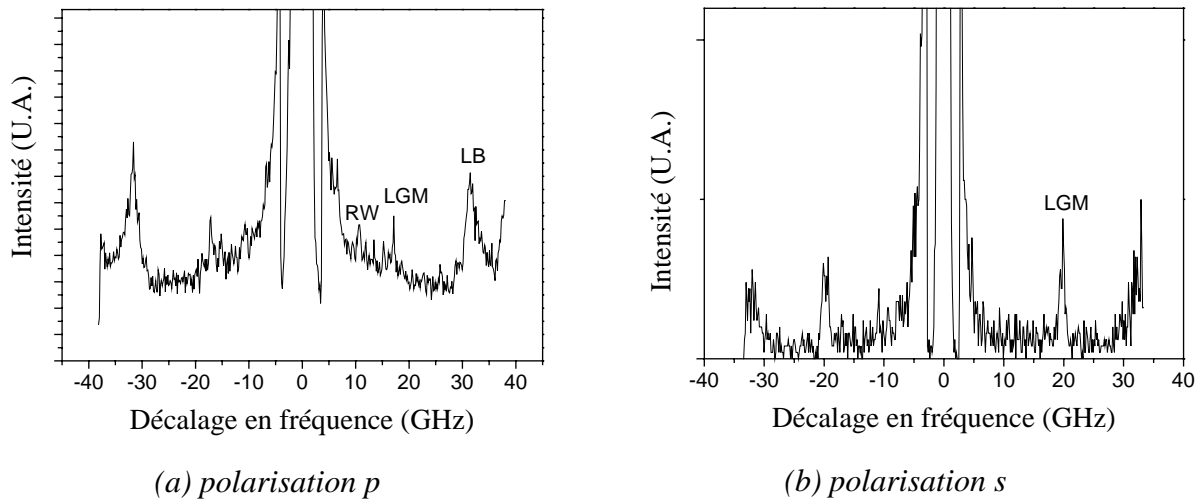


Figure III.17 : Spectres Brillouin du film d'oxyde de silicium obtenus pour un angle d'incidence égal à 65° , et pour une lumière polarisée *p* (a) ou *s* (b)

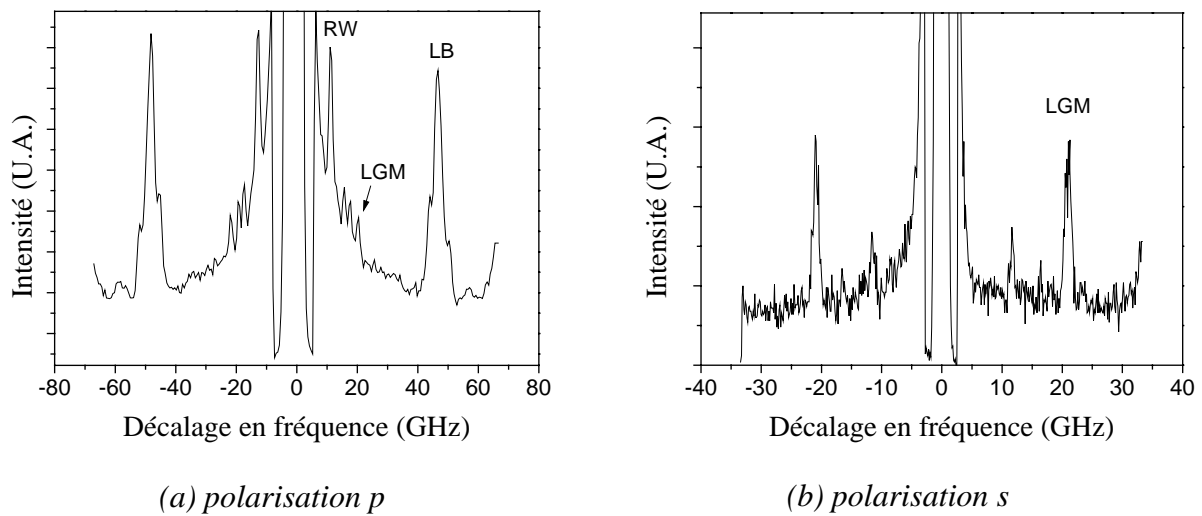


Figure III.18 : Spectres Brillouin du film de nitrure de silicium dopé au carbone obtenus pour un angle d'incidence égal à 65° et pour une lumière polarisée *p* (a) ou *s* (b)

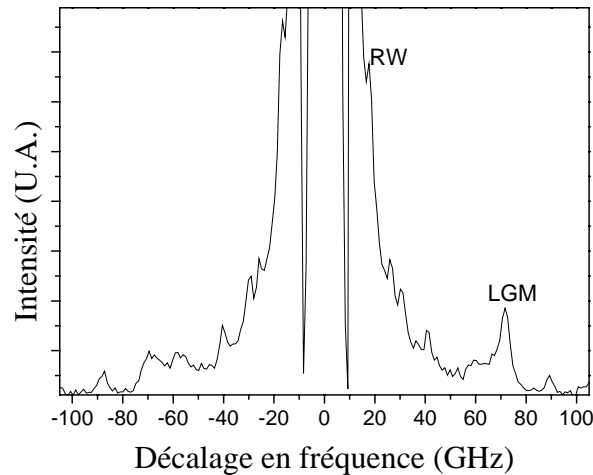


Figure III.19 : Spectre Brillouin du film de nitrure de silicium obtenu pour un angle d'incidence égal à 65° et pour une lumière polarisée p

Le tableau III.8 résume les valeurs obtenues pour le module de Young et le coefficient de Poisson des différents diélectriques. Le module réduit, calculé à partir de ces valeurs, est aussi noté dans le tableau. Les incertitudes indiquées tiennent non seulement compte des incertitudes de mesure sur l'évaluation de la fréquence mais aussi des incertitudes sur l'épaisseur et la densité des films.

Tableau III.8 : Module de Young, coefficient de Poisson et module réduit des films diélectriques

Matériaux	E (GPa)	ν	E_R (GPa)
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	7.8 ± 0.3	0.15 ± 0.02	8.0 ± 0.6
SiO_2	63 ± 3	0.23 ± 0.02	67 ± 6
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	67 ± 3	0.19 ± 0.02	69 ± 7
SiN_yH_z	164 ± 8	0.24 ± 0.02	174 ± 13

Le module de Young suit la même évolution que le module réduit et la dureté évalués par nanoindentation. Il est en effet plus faible pour l'oxyde de silicium dopé au carbone que pour l'oxyde de silicium non dopé. Il est aussi plus faible pour le nitrure de silicium dopé au carbone que pour le nitrure de silicium non dopé. Le coefficient de Poisson suit la même tendance : il est plus petit pour l'oxyde de silicium dopé au carbone que pour l'oxyde de silicium non dopé et il est aussi plus petit pour le nitrure de silicium dopé au carbone que pour le nitrure de silicium non dopé.

3.2. Comparaison des résultats obtenus par diffusion Brillouin et par nanoindentation

Les valeurs du module réduit évalué à partir des mesures de spectroscopie Brillouin sont en très bon accord avec les résultats de nanoindentation : les écarts entre les valeurs sont contenus dans les incertitudes de mesure. Des mesures réalisées sur un film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux ($k = 2.5$) ont également montré un très bon accord entre le module réduit évalué par diffusion Brillouin et celui déterminé par nanoindentation.

Des études comparatives portant sur les propriétés mécaniques de polymères méthylsilsesquioxane, de porosité variable, ont aussi été réalisées par Flannery et Baklanov, sur des films d'épaisseur $1 \mu\text{m}$. Les résultats indiquaient que le module de Young évalué par nanoindentation (après estimation du coefficient de Poisson) était trois fois supérieur aux valeurs obtenues par diffusion Brillouin ainsi que par spectroscopie des ondes acoustiques de surface, les deux dernières techniques fournissant des résultats comparables. Cette surestimation de la rigidité lors des essais de nanoindentation pouvait être due à la procédure expérimentale utilisée (vitesse d'approche, détection de la surface, calibration de la machine et de la pointe...) [Flannery et Baklanov, 2002]. Cependant de nouvelles mesures de nanoindentation ont depuis montré un très bon accord entre les résultats obtenus et ceux mesurés par diffusion Brillouin, par spectroscopie des ondes acoustiques de surface et par porosimétrie ellipsométrique [Maex et al, 2003]. Ces études ont d'ailleurs aussi montré que le module de Young diminuait lorsque le taux de porosité augmentait et que le coefficient de Poisson semblait suivre la même tendance, en tout cas pour les polymères étudiés [Flannery et al, 2002].

Ainsi, la spectroscopie Brillouin et plus généralement les techniques acoustiques semblent être aussi adaptées que la nanoindentation, plus traditionnellement utilisée, pour caractériser les propriétés élastiques des films diélectriques, et notamment des films « low-k » [Chérault et al -1, 2005]. La diffusion Brillouin permet d'évaluer indépendamment le module de Young et le coefficient de Poisson des films (grandeurs nécessaires à l'évaluation du coefficient de dilatation thermique par mesure de la courbure et aux calculs par éléments finis) alors que la nanoindentation fournit uniquement le module réduit. Cependant, les techniques acoustiques requièrent la connaissance de la densité du film. La nanoindentation permet de plus d'évaluer la dureté des films et renseigne sur le comportement à la rupture des films ou des interfaces. Elle permet également d'obtenir des informations sur l'effet des conditions de dépôt sur les propriétés mécaniques des films. Des essais ont été réalisés sur deux films d'oxyde de silicium dopé au carbone, d'épaisseur $1 \mu\text{m}$, ayant subi ou non le post-traitement à l'hélium. Les figures III.20 et III.21 présentent les évolutions du module réduit et de la dureté du composite oxyde de silicium dopé au carbone, ayant subi ou non le post-traitement, sur substrat, en fonction du rapport profondeur de contact sur épaisseur du film. Elles indiquent que le post-traitement entraîne une légère augmentation du module réduit, même si la variation obtenue est comprise dans les barres d'erreur et est difficilement quantifiable. Par contre, la dureté ne semble pas être influencée par le post-traitement. De nouvelles mesures avec des pointes différentes seraient nécessaires pour mieux quantifier cet effet de surface.

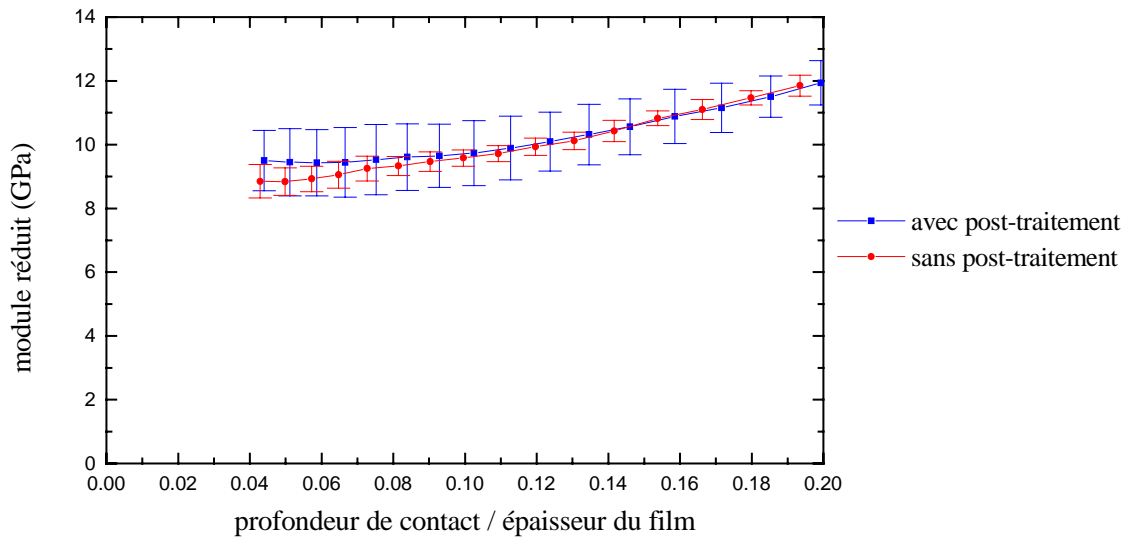


Figure III.20 : Evolution du module réduit du composite oxyde de silicium dopé au carbone, avec ou sans le post-traitement à l'hélium, sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

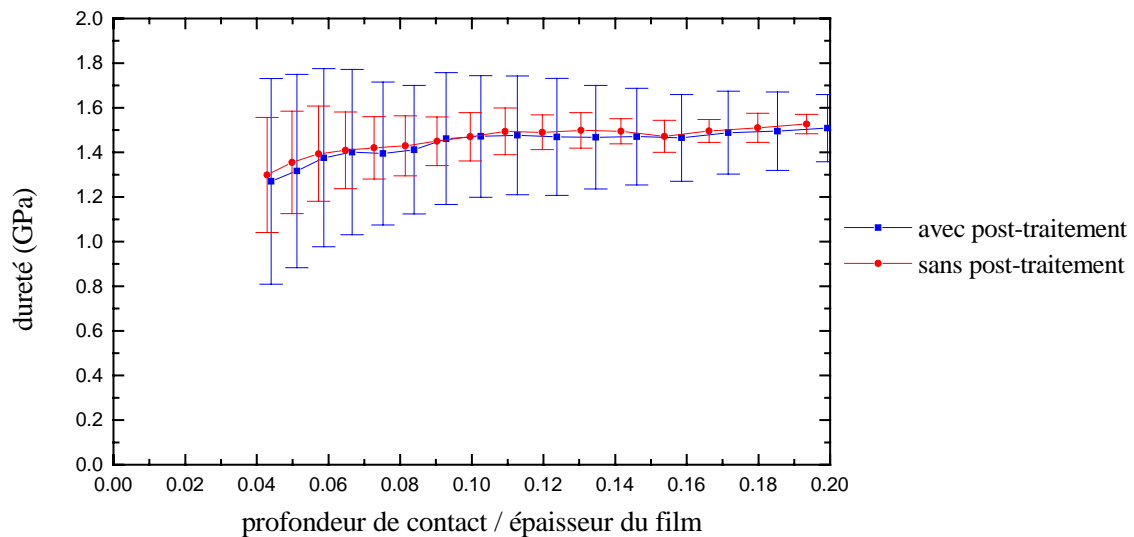


Figure III.21 : Evolution de la dureté du composite oxyde de silicium dopé au carbone, avec ou sans le post-traitement à l'hélium, sur substrat en fonction du rapport profondeur de contact, h_c , sur épaisseur du film, t_f

4. La contrainte résiduelle et le coefficient de dilatation thermique

Pour les mesures de courbure réalisées en fonction de la température, les substrats de silicium sur lesquels sont déposés les films sont polis en face arrière jusqu'à une épaisseur finale d'environ 180 μm , afin d'améliorer la sensibilité des mesures (cf chapitre II, §5.5).

Dans un premier temps, la courbure d'un substrat de silicium poli en face arrière jusqu'à 180 μm a été mesurée au cours de deux cycles thermiques variant de 50 à 400°C (qui correspond à la température maximale de fabrication des interconnexions de la technologie 90 nm), avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 20°C/min, et des paliers de 15 minutes à 400°C, afin d'évaluer l'effet de la mise à épaisseur. L'évolution de la courbure avec la température est présentée à la figure III.22. Initialement, la courbure du substrat est assez faible ($\approx -0.02 \text{ m}^{-1}$). Elle augmente à partir de 250°C puis se relaxe complètement lors du premier palier à 400°C. Au-delà, la courbure n'évolue plus avec la température et reste très proche de zéro.

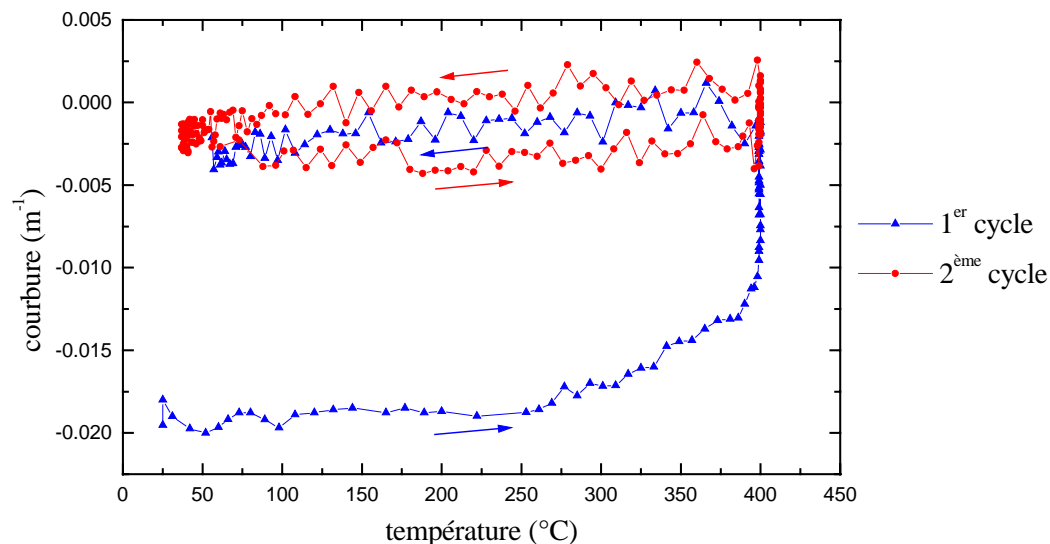


Figure III.22 : Evolution de la courbure d'un substrat de silicium poli en face arrière avec la température

Ensuite, la courbure des films diélectriques, d'épaisseur environ égale à 1 μm , est mesurée au cours de trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min et des paliers de 15 minutes à 50 et 400°C. La température minimale est limitée à 50°C car en-dessous de cette température, le refroidissement devient de plus en plus lent et difficile à contrôler (le banc de mesure ne comprend pas de système de refroidissement). Les épaisseurs précises des films sont mesurées auparavant par ellipsométrie spectroscopique. La formule de Stoney (cf chapitre II, §5.1, équation II.26) permet ensuite de relier les valeurs de courbure aux valeurs de contraintes. La courbure du substrat est négligée. Le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat sont respectivement égaux à

130 GPa et 0.28 [Brantley, 1973]. Les figures suivantes présentent ainsi l'évolution de la contrainte des différents diélectriques avec la température.

L'oxyde de silicium dopé au carbone (figure III.23) est tensile. Sa contrainte vaut 40 MPa à 40°C. Elle évolue de manière quasi-linéaire avec la température au cours des trois cycles thermiques, ce qui indique un comportement élastique du film. Lorsque la température augmente, la contrainte diminue.

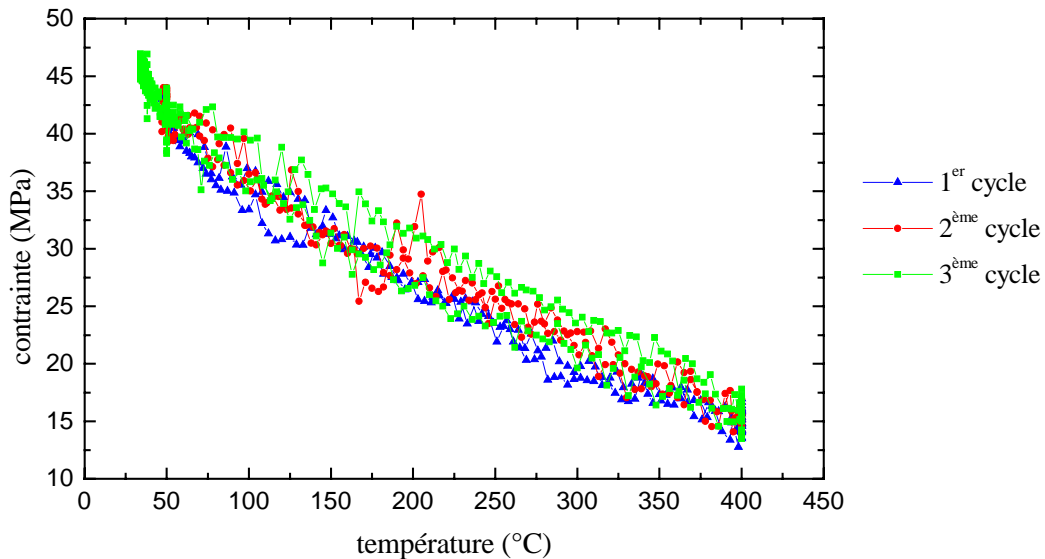


Figure III.23 : Evolution de la contrainte du film d'oxyde de silicium dopé au carbone avec la température

L'oxyde de silicium (figure III.24) est compressif. Initialement, sa contrainte vaut - 140 MPa à 40°C. Au cours du premier cycle, l'évolution de la contrainte avec la température est très différente de celle observée au refroidissement et le cycle n'est pas réversible. Tout d'abord, lors du chauffage, on note deux comportements différents :

- de 40°C à 270°C environ, la contrainte résiduelle du film diminue légèrement (en valeur absolue),
- de 270 à 400°C, la contrainte diminue beaucoup plus vite (en valeur absolue) avec la température et son évolution est quasi-linéaire.

Ensuite, lors du maintien à 400°C, la contrainte diminue à nouveau (en valeur absolue). Il s'agit d'une évolution de la contrainte intrinsèque du film, la contrainte thermique étant constante.

Au cours du refroidissement, la contrainte augmente (en valeur absolue) de façon quasi-linéaire jusqu'à - 100 MPa.

Au cours des 2^{ème} et 3^{ème} cycles, la contrainte évolue de façon linéaire avec la température et une légère relaxation est observée lors des paliers effectués à 400°C.

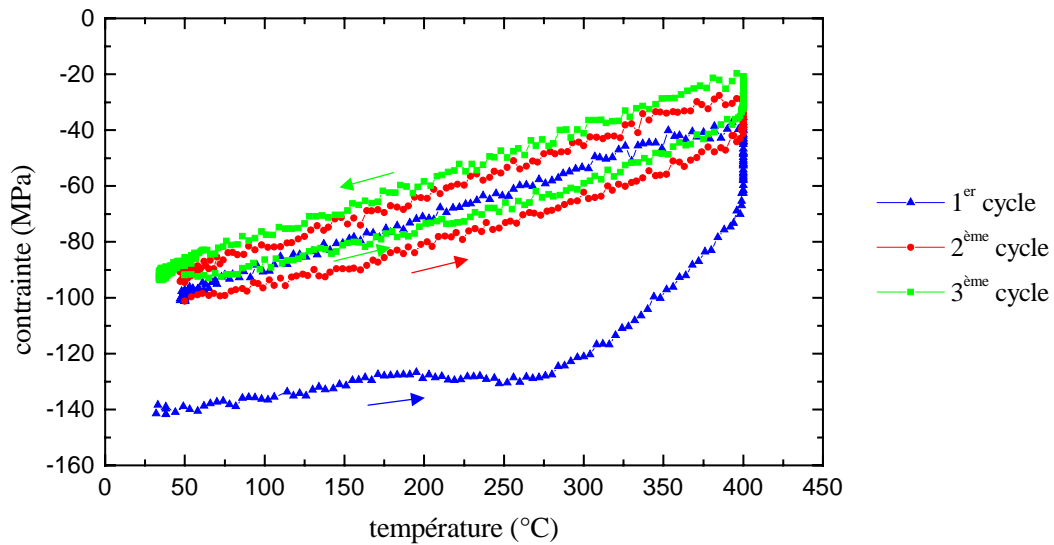


Figure III.24 : Evolution de la contrainte du film d'oxyde de silicium avec la température

Le nitrure de silicium dopé au carbone (figure III.25) est compressif. Initialement, sa contrainte à 40°C vaut -210 MPa. Elle évolue de façon linéaire avec la température et augmente (en valeur absolue) lorsque la température augmente. Lors des paliers effectués à 400°C, on note une relaxation dont l'amplitude diminue au fur et à mesure des différents cycles imposés.

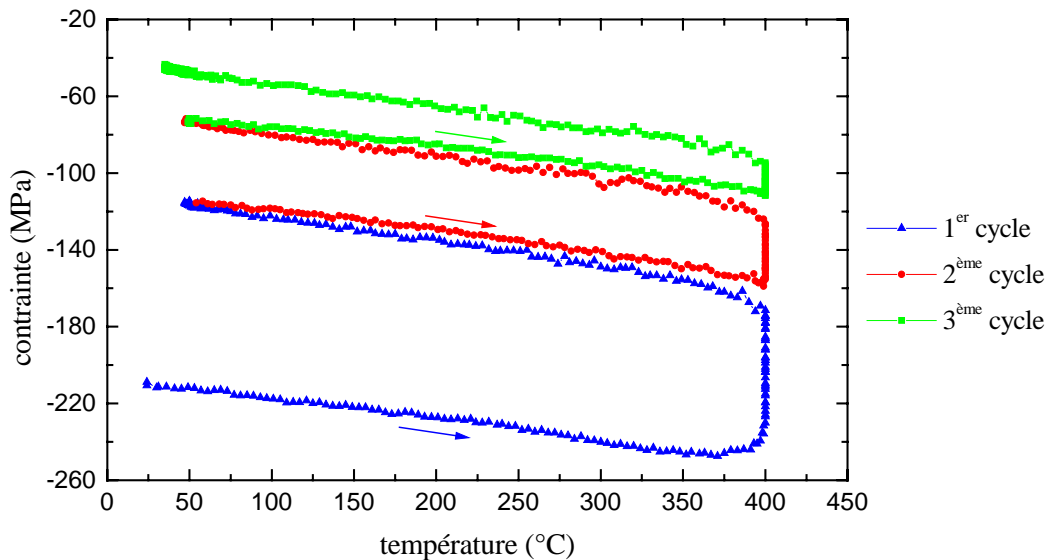


Figure III.25 : Evolution de la contrainte du film de nitrure de silicium dopé au carbone avec la température

Le nitrure de silicium est tensile (figure III.26). Initialement, sa contrainte est égale à 95 MPa à 40°C. Elle évolue de façon quasi-linéaire avec la température et augmente lorsque la température augmente. Lors des paliers effectués à 400°C, on note une légère augmentation de la contrainte.

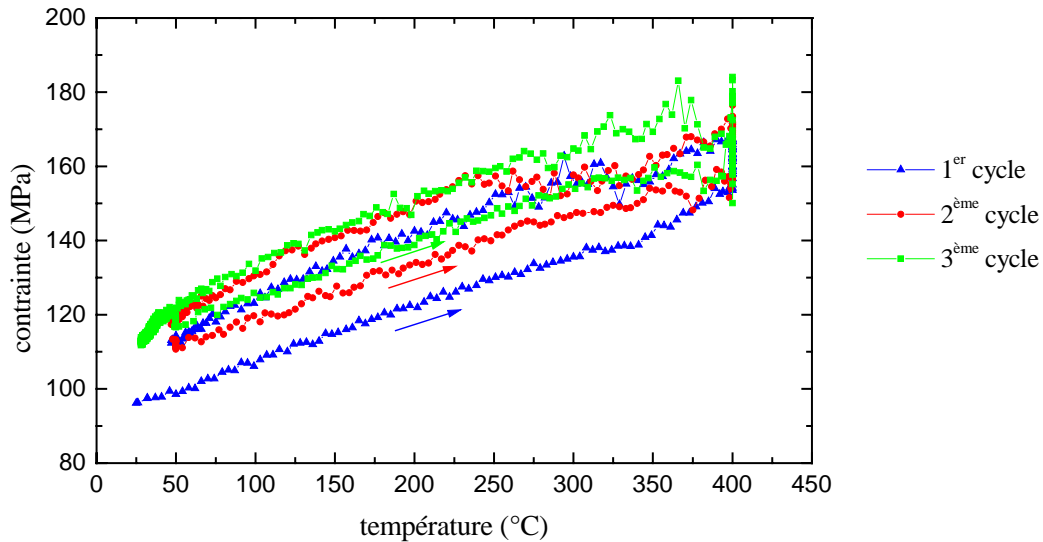


Figure III.26 : Evolution de la contrainte du film de nitrure de silicium avec la température

Ainsi, pour l'oxyde de silicium, un cycle d'hystérésis important est observé au cours du premier cycle thermique imposé. Ce type de comportement a été observé par d'autres auteurs. Des mesures de courbure réalisées en fonction de la température sur différents oxydes de silicium indiquent également un comportement du film différent au cours du chauffage qu'au cours du refroidissement, avec un changement de pente lors du chauffage. Ce comportement est interprété comme une désorption d'eau puis d'espèces hydrogénées, aux plus hautes températures. Ces désorptions entraînent une densification du film qui devient alors plus tensile. Lors du refroidissement, la contrainte diminue linéairement à cause de la différence entre les coefficients de dilatation thermique du film et du substrat [Carlotti et al, 1996].

De plus, dans le cas du film d'oxyde de silicium et du film de nitrure de silicium dopé au carbone, tous les deux compressifs, la contrainte diminue, en valeur absolue, lors des paliers effectués à 400°C. Pour le film de nitrure de silicium, tensile, la contrainte augmente lors des paliers effectués à 400°C. La contrainte thermique étant constante lorsque la température est constante, il s'agit d'une évolution de la contrainte intrinsèque des films. Ce phénomène n'est pas observé lors des paliers effectués à 50°C. Par contre, des mesures effectuées à 20°C, après une remise à l'air des films pendant 24 heures, permettent d'indiquer que ce phénomène est irréversible puisque la contrainte mesurée est la même que celle qui avait été enregistrée à la fin du dernier cycle thermique imposé. Ainsi, les changements irréversibles de l'état de contraintes observés indiquent une déformation permanente de ces films.

Les diélectriques déposés par PECVD contiennent encore après leur dépôt des radicaux et des espèces intermédiaires. Ils contiennent également des atomes d'hydrogène, des liaisons Si-H ou Si-OH, qui contribuent de façon importante à la contrainte intrinsèque des films [Zhang et al, 2001]. Cette contrainte intrinsèque dépend très fortement des conditions de dépôt comme du débit des gaz réactifs, de la pression de la chambre, de la puissance de la radio-fréquence. Elle dépend aussi parfois de la température de dépôt du film. Bien que le film soit généralement amorphe, elle dépend aussi de la nature du substrat. En effet, le substrat influencerait les caractéristiques des liaisons à l'interface entre le film et le substrat [Thurn et al, 2004; Hughley et Cook, 2004].

Lorsque le diélectrique est chauffé, la contrainte devient plus tensile, surtout lorsque le film est chauffé au-delà de sa température de dépôt. En fait, les impuretés présentes dans le film sont désorbées, l'hydrogène et les gaz résiduels s'évaporent, ce qui entraîne une modification de la structure du film qui devient plus dense [Zhang et al, 2001; Thurn et al, 2004].

Thurn et Cook ont analysé les changements de l'état de contraintes d'un film d'oxyde de silicium, déposé à partir du précurseur silane par PECVD. Après le dépôt, le film contient de l'hydrogène présent sous forme de liaisons Si-OH (et H-O-H). Le volume occupé par les groupes -OH est plus important que celui occupé par un simple atome d'oxygène, lié à deux atomes de silicium, le film est alors en compression. Lorsque le film est chauffé jusqu'à 400°C, deux liaisons Si-OH voisines peuvent se condenser pour former une liaison Si-O-Si dont les atomes sont en tension. Ainsi, l'augmentation de la contrainte intrinsèque est attribuée à une modification de la structure du film : reconstruction des liaisons Si-O-Si et perte d'hydrogène sous forme d'H₂O. Ce réarrangement de la structure peut entraîner une modification des propriétés mécaniques du film : le coefficient de dilatation thermique diminue, le module de Young diminue et la dureté augmente [Thurn et Cook, 2002]. Cette hypothèse peut néanmoins être remise en cause. En effet, d'après Schut et al, la liaison Si-OH ne peut pas être dissociée à 400°C. Cette liaison est stable jusqu'à 750°C [Schut et al, 1997]. Par contre, un film d'oxyde de silicium déposé à partir du précurseur silane, comme celui étudié par Thurn et Cook, contient une quantité non négligeable de liaisons H-OH qui peuvent être désorbées lorsque le film est chauffé jusqu'à 400°C.

Pour le film de nitrure de silicium, plusieurs hypothèses ont été formulées par Hughley et Cook qui évoquent soit une désorption d'hydrogène moléculaire non lié, soit une désorption d'hydrogène lié. En effet, une diffusion de l'hydrogène moléculaire non lié peut se produire au cours du chauffage d'un film de nitrure de silicium. Celle-ci provoquerait une légère réduction du volume en l'absence de contrainte. Le film étant bloqué dans deux directions par le substrat, il deviendrait plus tensile [Hughley et Cook, 2003]. Les cycles d'hystérésis observés lors de l'évolution de la contrainte d'un film de nitrure de silicium avec la température peuvent aussi être dus à un réarrangement de la structure. Le film contient des liaisons Si-H et N-H après son dépôt. Lorsqu'il est chauffé, deux liaisons Si-H ou une liaison Si-H et une liaison N-H peuvent se condenser pour former des liaisons Si-Si ou Si-N. Il y aurait alors désorption d'hydrogène sous forme d'H₂. Le film deviendrait plus tensile [Hughley et Cook, 2004].

Pour les quatre diélectriques étudiés, des analyses nucléaires par ERDA et des caractérisations par spectroscopie de masse des ions secondaires (SIMS) ont été réalisées avant et après un recuit réalisé à 450°C, pendant 30 minutes, sous vide. Les spectres d'absorption infra-rouge (FTIR) ont également été enregistrés sur chacun des films, avant et après ce recuit. Mais aucune variation de la composition des films, et en particulier de la quantité d'hydrogène contenue dans les films, ni aucune modification de la nature des liaisons chimiques, ni même de l'aire des pics, n'ont pu être mises en évidence. De plus, aucune variation de l'épaisseur ou de l'indice de réfraction des films n'a été observée. Les changements irréversibles de l'état de contraintes observés ne seraient donc pas liés à un réarrangement de la structure suffisamment important pour pouvoir être mis en évidence par ces techniques.

Il s'agit peut être d'une diffusion de l'hydrogène moléculaire non lié. Les analyses nucléaires par ERDA sont réalisées avec une incertitude de mesure de l'ordre de 10 % en valeur absolue par rapport à l'ensemble des constituants présents. Par ailleurs, au niveau de l'analyse de la nature des liaisons, d'éventuelles modifications ont peut-être lieu au niveau des pics peu intenses comme Si-H ou SiO-H. Dans ce cas, des analyses par Réflexion Interne Multiple (MIR : « Multiple Internal Reflection ») seraient peut être plus appropriées que les analyses FTIR. Des analyses de Spectroscopie de Désorption Thermique (TDS : « Thermal Desorption Spectroscopy ») permettraient également d'identifier les éventuelles espèces désorbées au cours d'un chauffage.

Les contraintes intrinsèques initiales des films sont évaluées grâce aux figures précédentes. Elles correspondent à la valeur de la contrainte mesurée à la température de dépôt du film, lors du chauffage imposé au cours du premier cycle thermique. Les valeurs sont indiquées dans le tableau III.9.

Tableau III.9 : Contraintes intrinsèques initiales, σ_{int} , des films diélectriques

Matériaux	σ_{int} (MPa)
SiO _x C _y H _z	17 ± 1
SiO ₂	- 67 ± 3
SiC _x N _y H _z	- 245 ± 12
SiN _y H _z	154 ± 8

La partie linéaire des courbes permet d'évaluer le coefficient de dilatation thermique de chaque film, à condition que son module de Young et son coefficient de Poisson soient connus (cf chapitre II, §5.4). Le tableau suivant présente les valeurs calculées lorsque le film est stable (après le premier chauffage pour le film d'oxyde de silicium). Les valeurs utilisées pour le module de Young et le coefficient de Poisson de chaque film sont celles qui ont été mesurées par diffusion Brillouin. Elles sont supposées indépendantes de la température, dans la gamme de températures utilisée. Le coefficient de dilatation thermique du film est également supposé indépendant de la température, les courbes étant linéaires. Le coefficient

de dilatation thermique du silicium varie entre $2.6 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ à 25°C et $3.9 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ à 400°C [Soma et Kagaya, 1999]. Il est cependant supposé constant et égal à $3 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ pour les calculs. L'incertitude indiquée tient compte des erreurs liées à la détermination de la pente des courbes, ainsi que des incertitudes sur le module de Young et le coefficient de Poisson de chaque film.

Tableau III.10 : Coefficients de dilatation thermique, α , des films diélectriques

Matériaux	α ($\times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	10.8 ± 0.7
SiO_2	0.8 ± 0.2
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	4.4 ± 0.2
SiN_yH_z	2.2 ± 0.2

Les résultats obtenus sont comparés à quelques valeurs issues de la littérature et présentées dans le tableau III.11. Globalement, les valeurs mesurées et celles issues de la littérature ont le même ordre de grandeur. Les différences peuvent s'expliquer, comme pour le module de Young ou la dureté, par des conditions de dépôt des films différentes [Hughley et Cook, 2004].

Tableau III.11 : Valeurs, issues de la littérature, du coefficient de dilatation thermique des diélectriques

Matériaux	α ($\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)	Références bibliographiques
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	22	[Ho et al, 2003]
	< 10	[Leung et Ong, 2003]
SiO_2	< 1	[Leung et Ong, 2003]
	2.61	[Doucet, 1996]
	1.5 - 3	[Thurn et Cook, 2002]
SiN_yH_z	2.8	[Doucet, 1996]
	1.4	[Hughley et Cook, 2004]

Le coefficient de dilatation thermique suit une tendance inverse par rapport aux valeurs du module de Young, du coefficient de Poisson et de la dureté : il est plus élevé pour l'oxyde de silicium dopé au carbone que pour l'oxyde de silicium non dopé et il est plus élevé pour le nitrure de silicium dopé au carbone que pour le nitrure de silicium non dopé.

5. L'énergie d'adhérence

L'adhérence entre deux films est influencée par :

- les conditions de dépôt des films,
- les différentes étapes intervenant dans la fabrication des interconnexions,

- la géométrie des interconnexions,
- l'environnement extérieur.

Elle peut, par exemple, être améliorée en :

- modifiant les liaisons chimiques à l'interface, par un traitement de surface ou par l'intermédiaire d'un film supplémentaire promoteur d'adhérence,
- modifiant l'état de contraintes dans la structure,
- diminuant les singularités, liées aux règles de dessin, impliquant des zones de concentrations importantes de contraintes [Goldberg et Wang, 2003].

Dans un premier temps, l'essai de flexion quatre points permet d'évaluer la résistance des interfaces présentes dans les interconnexions, grâce à l'évaluation du taux de relaxation d'énergie critique. Il permet aussi d'étudier l'effet des conditions de dépôt des films et des différents procédés intervenant dans la fabrication des interconnexions sur ces interfaces. A partir des mesures réalisées sur des empilements sans motif, les interfaces les plus critiques peuvent être mises en évidence. Les couches d'interconnexions étudiées sont celles de la technologie 90 nm utilisées au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale. L'effet de la géométrie des interconnexions et le lien entre les propriétés des interfaces mesurées et les architectures plus complexes sont ensuite étudiés.

5.1. Les interconnexions de la technologie 90 nm

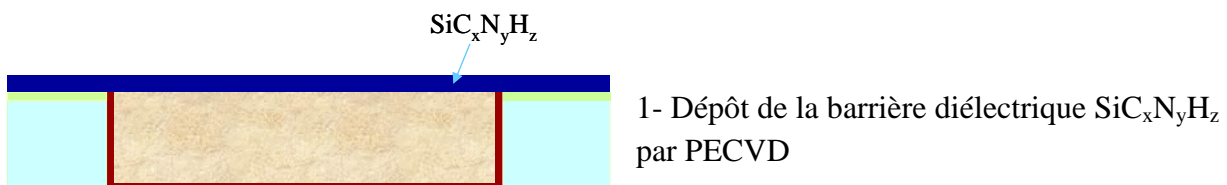
Les interconnexions intermédiaires de la technologie 90 nm sont constituées, pour les premiers niveaux, de :

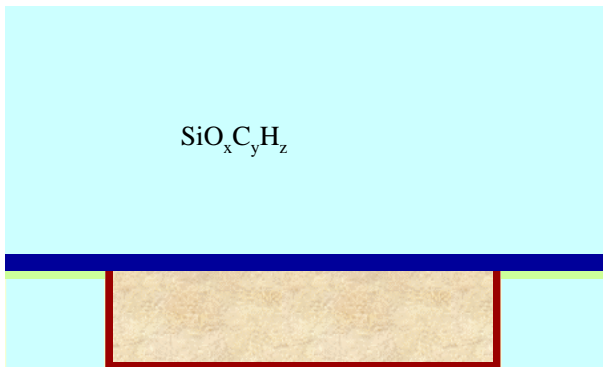
- cuivre pour les lignes et les vias métalliques,
- oxyde de silicium dopé au carbone comme diélectrique « low-k » interligne,
- tantale et nitrure de tantale comme barrière métallique,
- nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique.

Pour le ou les deux derniers niveaux, selon le produit, le diélectrique « low-k » est remplacé par un film d'oxyde de silicium.

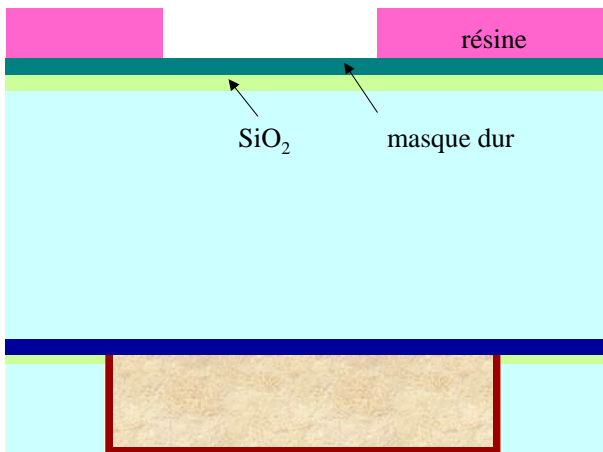
Les interconnexions sont réalisées selon une architecture double damascène, suivant le procédé « trench first hard mask » : la première étape de gravure concerne le niveau ligne et un masque dur est utilisé pour cette étape.

Le cycle de fabrication d'un niveau d'interconnexions pour la technologie 90 nm est décrit ci-dessous.



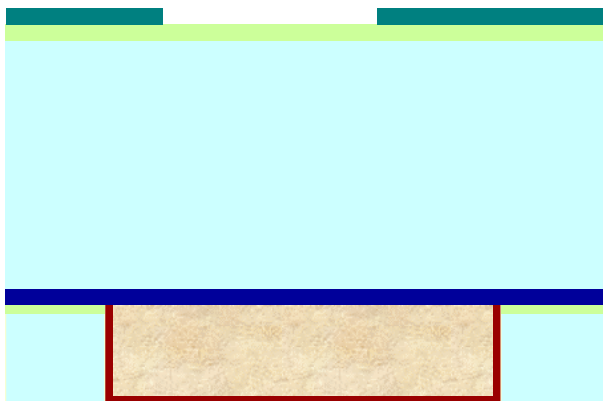


2- Dépôt du diélectrique interligne « low-k » $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ par PECVD

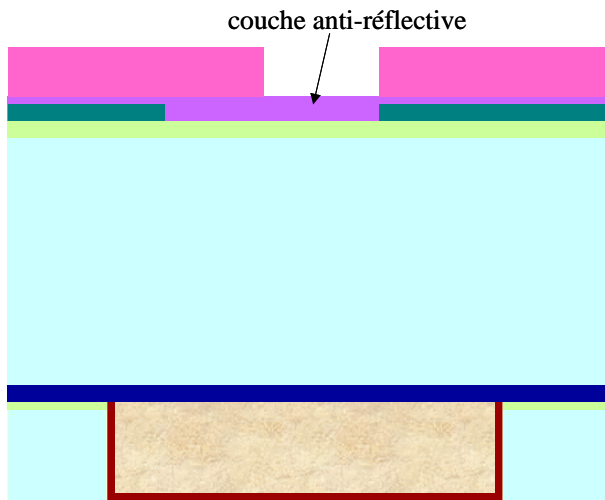


3- • Dépôt par PECVD d'un film de SiO_2 , qui permet de protéger le diélectrique « low-k » lors de la gravure et du retrait de la résine

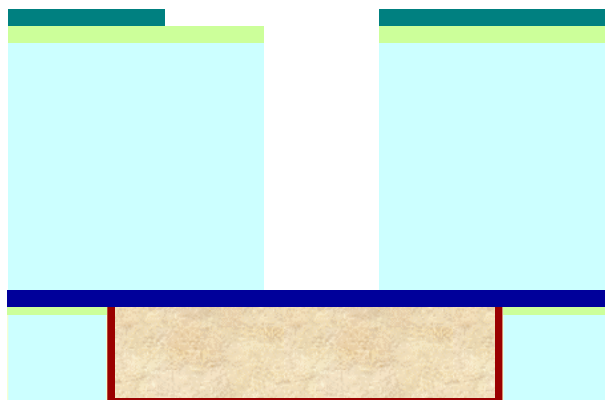
- Dépôt physique en phase vapeur (PVD) d'un film métallique servant de masque dur pour la gravure
- Photolithographie de la ligne :
 - dépôt d'une résine photosensible par centrifugation
 - exposition de la résine à un rayonnement ultra-violet à travers un masque
 - développement de la résine



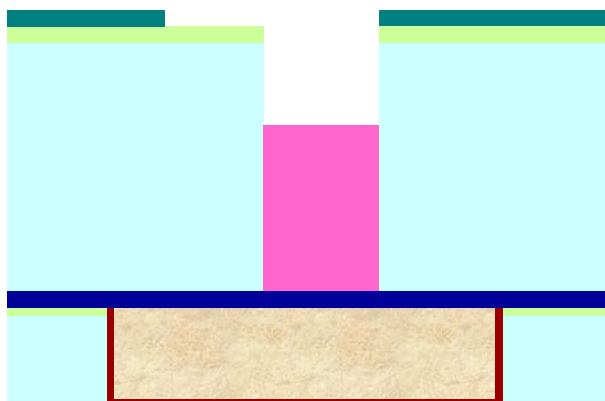
4- Gravure du masque dur, élimination de la résine et nettoyage



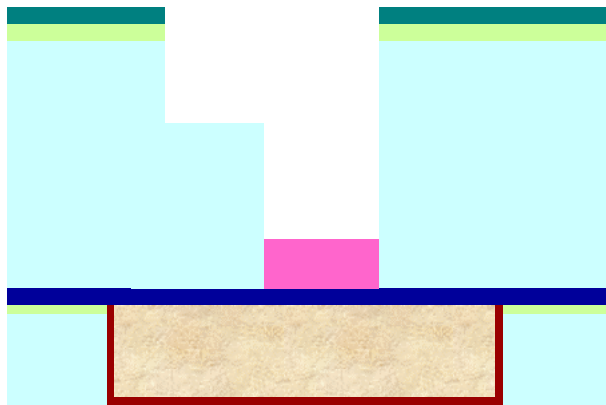
5- Photolithographie du via (utilisation d'une couche anti-réfléctive déposée sous la résine)



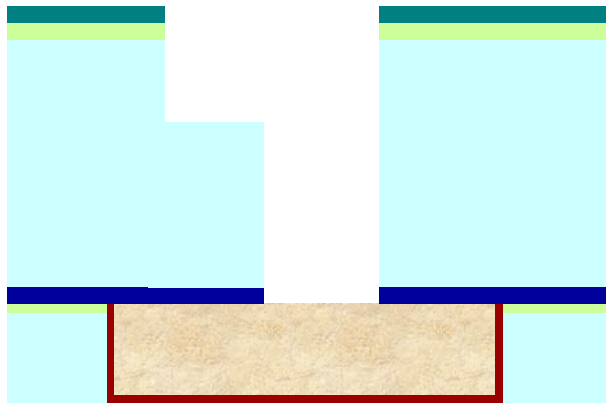
6- Gravure du via, élimination de la résine et nettoyage



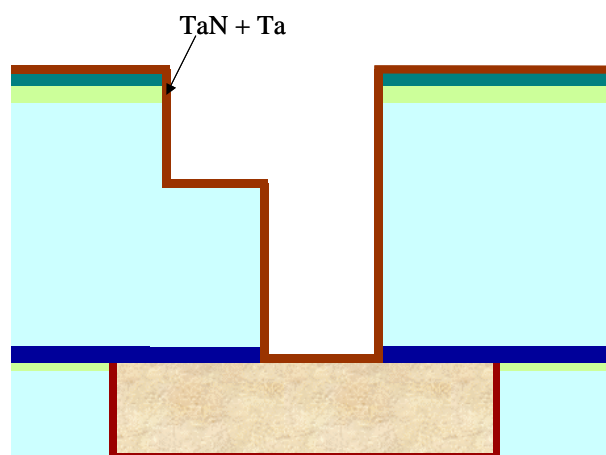
7- Dépôt de résine dans le via puis retrait



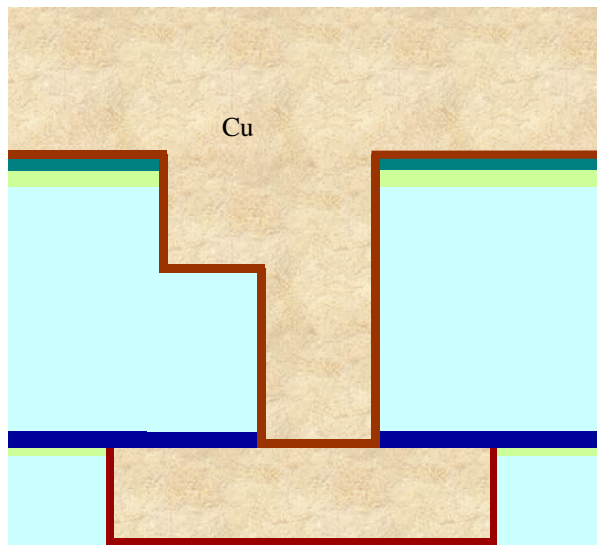
8- Gravure de la ligne



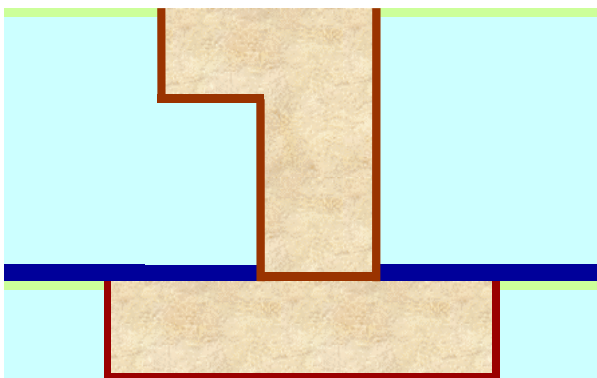
9- • Retrait de la résine, nettoyage
• Gravure de la barrière diélectrique



10- Dépôt de la double barrière métallique
TaN + Ta par PVD



- 11- • Dépôt d'une couche d'accroche de cuivre par PVD
- Dépôt électrochimique (ECD) de cuivre
 - Recuit de cristallisation du cuivre à 400°C (afin d'augmenter la taille des grains, de stabiliser et d'homogénéiser le matériau)



- 12- • Polissage mécano-chimique (CMP : « Chemical Mechanical Polishing ») des lignes de cuivre (arrêt dans le film de SiO₂)
- Nettoyage de la surface

Figure III.27 : Schémas des différentes étapes de fabrication des interconnexions de la technologie 90 nm

Le dépôt de cuivre est ainsi réalisé en deux étapes :

- dépôt physique en phase vapeur (PVD : « Physical Vapor Deposition ») d'une couche d'accroche,
- dépôt électrochimique (ECD : « Electro Chemical Deposition »).

Lors du dépôt PVD, les atomes d'une cible de cuivre sont vaporisés sous l'effet d'un plasma d'argon sur tout le demi-espace situé sous la cible. Mais le dépôt est très peu conforme (il n'est pas uniforme lorsque la plaque comporte de petits motifs) et ne permet pas le remplissage correct de petits espaces. Ce dépôt constitue une couche d'accroche de cuivre, qui adhère à la barrière métallique, et qui est utilisée comme cathode pendant l'électrolyse suivante.

Le dépôt électrolytique du cuivre est réalisé en imposant une différence de potentiel entre deux électrodes de cuivre placées dans un bain de sulfate de cuivre en milieu acide. Le même couple d'oxydo-réduction intervient à l'anode (électrode de cuivre consommée) et à la cathode (plaquette de silicium rendue conductrice grâce au dépôt PVD).

5.2. Résultats des essais de flexion quatre points

L'adhérence entre les couches d'interconnexions les plus critiques de la technologie 90 nm, schématisées à la figure III.28, a été évaluée grâce à l'essai de flexion quatre points. Les interfaces concernées sont celles situées entre :

- le diélectrique « low-k » $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et la barrière diélectrique $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$,
- le diélectrique « low-k » $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et le film SiO_2 (protégeant le diélectrique interligne lors de la gravure),
- le film SiO_2 et la barrière diélectrique $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$,
- le cuivre et la barrière diélectrique $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$,
- le diélectrique « low-k » $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et la double barrière métallique TaN+Ta.

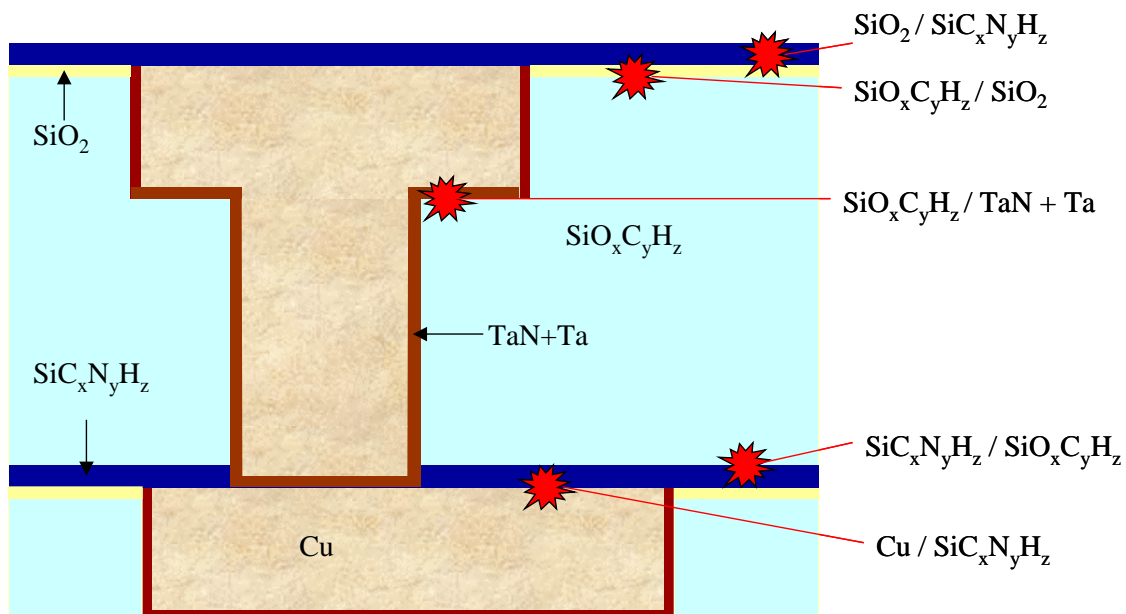


Figure III.28 : Schéma représentant les interconnexions et les interfaces les plus critiques étudiées (✶)

L'effet des procédés de dépôt sur l'adhérence, et en particulier l'effet des traitements plasma intervenant lors du dépôt des diélectriques, est étudié. De plus, certaines étapes intervenant dans la fabrication des interconnexions comme le retrait de la résine utilisée pour graver le diélectrique, les nettoyages, la gravure peuvent laisser des résidus à la surface des

diélectriques. Leur composition chimique, leur rigidité, leur constante diélectrique, leur stabilité peuvent alors être modifiées au niveau de ces surfaces. La fiabilité des interfaces entre le diélectrique interligne et les barrières, diélectriques et métalliques, peut être affectée, ce qui peut diminuer les performances de la puce. Le polissage mécano-chimique peut également laisser des résidus. Les impuretés présentes à l'interface entre le cuivre et la barrière diélectrique peuvent avoir un effet sur l'adhérence entre les deux films ainsi que sur la résistance à l'électromigration [Goldberg et Wang, 2003]. C'est pourquoi l'effet de la gravure, du nettoyage humide et du polissage sur l'adhérence entre les films est aussi étudié.

Les empilements, réalisés pour cette étude et déposés uniformément sur un substrat, sont les suivants :

- Si / 40 nm $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ / 580 nm $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ avec ou sans le pré-traitement d'oxygène,
- Si / 580 nm $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ avec ou sans le post-traitement d'hélium / 100 nm SiO_2 ,
- Si / 100 nm SiO_2 / 40 nm $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$,
- Si / 400 nm SiO_2 / 10 nm TaN + 15 nm Ta / 120 nm PVD Cu / 1 300 nm ECD Cu / recuit standard à 400°C pendant 20 minutes / CMP (retrait de 200 nm Cu) / 40 nm $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ avec ou sans pré-traitement d'ammoniac,
- Si / 580 nm $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ / gravure / 10 nm TaN + 15 nm Ta / 120 nm PVD Cu / 1 300 nm ECD Cu / recuit à 400°C pendant 3 heures.

Pour chaque type d'empilement, 5 essais sont réalisés.

Les essais ont montré une très bonne adhérence entre les diélectriques $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ et $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$: soit aucune délamination n'a été observée, soit la rupture s'est produite dans la colle. Le taux de relaxation d'énergie critique, G_c , est donc supérieur à 30 J/m², la limite maximale de l'essai.

Entre les diélectriques $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et SiO_2 , le résultat dépend du post-traitement réalisé ou non après le dépôt du diélectrique « low-k ». Avec le post-traitement, soit aucune délamination n'a été observée, soit la rupture s'est produite dans la colle. Sans le post-traitement, une délamination est observée à l'interface entre les deux films et le taux de relaxation d'énergie critique moyen, G_c , est égal à 3.3 J/m². En fait, le post-traitement à l'hélium permet de :

- densifier la surface du film, d'après les mesures par XRR (cf §1.2),
- de modifier la composition du film diélectrique en surface, qui contient plus de silicium, plus d'oxygène, moins de carbone et moins d'hydrogène à sa surface qu'en son cœur, d'après une analyse par spectroscopie de masse des ions secondaires (SIMS), réalisée sur un film d'épaisseur 220 nm environ et présentée à la figure III.29. Ainsi, la composition du film en surface se rapproche de celle du film d'oxyde de silicium, ce qui favorise les liaisons à l'interface entre les deux diélectriques.

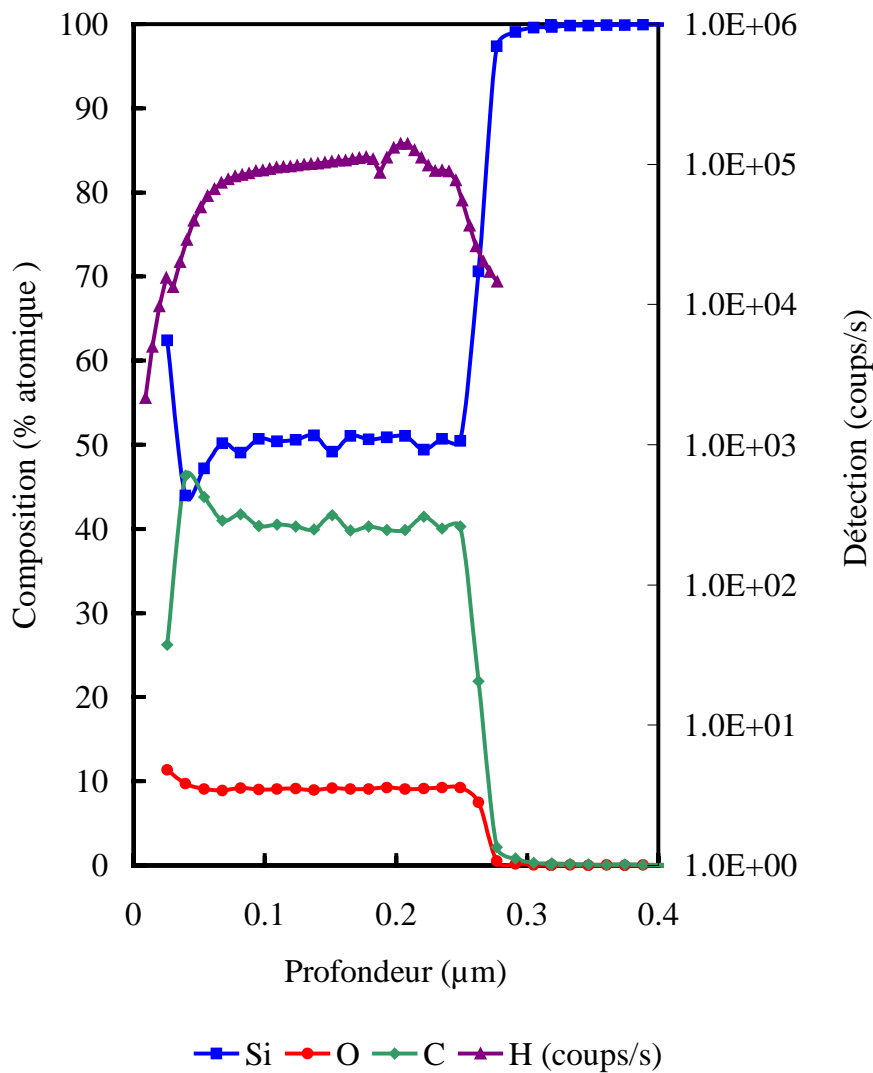


Figure III.29 : Profil chimique, obtenu par SIMS, de l'oxyde de silicium dopé au carbone, traité par un plasma hélium

Entre les diélectriques SiO_2 et $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$, le taux de relaxation d'énergie critique, G_c , est supérieur à 30 J/m^2 .

Entre le cuivre et la barrière diélectrique $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$, le taux de relaxation d'énergie critique, G_c , mesuré est supérieur à 15 J/m^2 . L'interface de rupture après l'essai de flexion quatre points, identifiée par SIMS, se trouve soit entre le diélectrique SiO_2 et la barrière métallique TaN, soit dans la colle entre le multicouche et le substrat. L'interface entre SiO_2 et TaN est donc plus faible que l'interface entre Cu et $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$.

Enfin, l'interface entre le diélectrique $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et la barrière métallique TaN+Ta est la plus faible de toutes les interfaces évaluées : le taux de relaxation d'énergie critique mesuré, G_c , vaut environ 6 J/m^2 . Aucun effet de la gravure ou du recuit sur l'adhérence n'a pu être mis en évidence. Sherban et al ont également étudié l'interface entre un film d'oxyde de silicium dopé au carbone et une barrière métallique TaN déposée par PVD. Le taux de relaxation

d'énergie critique, G_c , mesuré est de 6.4 J/m^2 , ce qui correspond à la valeur mesurée dans cette étude [Scherban et al, 2001].

Le tableau suivant permet de résumer les résultats des essais de flexion 4 points.

Tableau III.12 : Taux de relaxation d'énergie critique, G_c , mesurés en J/m^2 , pour les différentes interfaces étudiées (les cases bleues correspondent à des interfaces qui n'existent pas dans les interconnexions)

Film supérieur / Film inférieur	$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	SiO_2	Cu	TaN + Ta
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$		> 30			
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$			3.3 sans le post-traitement > 30 avec le post-traitement		6
SiO_2	> 30				15
Cu	>15				
TaN + Ta	Non testée (très faible surface de contact)			Non critique	

Ainsi, l'interface la plus fragile se situe entre le diélectrique « low-k » et la barrière métallique. Toutefois, le taux de relaxation d'énergie critique est supérieur au critère de compatibilité avec le polissage, définit tel que, lorsque G_c est inférieur à 5 J/m^2 , des délaminations ou des fissures peuvent être observées au cours de cette étape. Cette limite sert aussi parfois de référence pour les essais de mise en boîtier et les tests de fiabilité réalisés sur les puces. En effet, après ces tests, des délaminations ont été observées au niveau des interfaces dont le taux de relaxation d'énergie critique était inférieur à cette même limite de 5 J/m^2 [Scherban et al, 2001]. Cependant, cette limite doit être considérée avec prudence car elle est définie pour des conditions particulières de polissage. D'autres auteurs n'ont observé aucune délamination lors d'un polissage réalisé sur des empilements comprenant des interfaces dont le taux de relaxation d'énergie critique était inférieur à 3 J/m^2 [Maex et al, 2003].

5.3. Complément bibliographique sur la corrélation entre les propriétés des interfaces mesurées sur des échantillons sans motif et les propriétés des interfaces dans des architectures complexes

La densité des motifs, la géométrie des interconnexions et l'environnement extérieur ont également un effet sur la fiabilité des interfaces [Goldberg et Wang, 2003].

En effet, la délamination des diélectriques « low-k » au cours du polissage mécano-chimique dépend de la densité de motifs. Des fissurations ont ainsi été observées lors d'essais sur des plaques comprenant des films déposés uniformément, sans aucun motif, alors qu'aucune fissure n'est observée sur des plaques comprenant des motifs [Goldberg et Wang, 2003]. Des modélisations ont montré que la force motrice d'avancée d'une fissure augmente lorsque la longueur de la fissure augmente [Mercado et al, 2002]. Ainsi, tout obstacle bloquant la propagation d'une fissure et limitant sa longueur permet de minimiser la force motrice d'avancée d'une fissure. Des plots de diélectrique ou de métal sont alors parfois ajoutés respectivement dans des films métallique ou diélectrique. Leur emploi dépend de l'interface la plus faible. Par exemple, si l'interface la plus faible se situe entre la barrière diélectrique et le diélectrique interligne, l'ajout de plots de métal dans le diélectrique va diminuer la surface critique et donc augmenter la résistance de l'interface. Au contraire, si l'interface la plus faible met en jeu un film métallique, l'ajout de plots de diélectrique peut améliorer la fiabilité de l'interface [Goldberg et Wang, 2003].

La fiabilité des interfaces dépend également :

- du nombre de niveaux de métal utilisé pour former les interconnexions,
- du diélectrique utilisé pour les niveaux supérieurs.

De plus, une interface située au premier niveau d'interconnexions a une susceptibilité différente à la délamination que la même interface située au dernier niveau d'interconnexions. La différence de comportement entre ces deux interfaces dépend également du nombre de niveaux compris entre les deux [Goldberg et Wang, 2003].

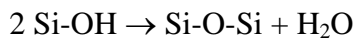
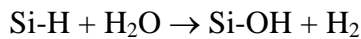
La modélisation d'une puce et de sa mise en boîtier par un montage en « flip-chip » (cf chapitre I, §1.2), a par exemple mis en évidence que [Goldberg et al, 2002] :

- la force motrice d'avancée d'une fissure diminue du dernier niveau d'interconnexions vers le premier niveau,
- la force motrice d'avancée d'une fissure est plus élevée dans les niveaux supérieurs d'un empilement comprenant 8 niveaux que dans un empilement à 4 niveaux,
- la force motrice d'avancée d'une fissure est plus élevée dans les niveaux inférieurs d'un empilement comprenant 4 niveaux que dans un empilement à 8 niveaux.

La hauteur de la ligne métallique influence aussi la fiabilité des interfaces. Par exemple, l'interface entre la barrière métallique TaN et un film d'oxyde de silicium devient plus fragile lorsque l'épaisseur de cuivre augmente, à cause de déformations plastiques [Goldberg et Wang, 2003].

Enfin, le choix du diélectrique situé au dernier niveau d'interconnexions influence non seulement la fiabilité à ce niveau mais aussi à tous les niveaux inférieurs. En effet, lors de la mise en boîtier, les contraintes appliquées sont plus importantes dans les niveaux supérieurs de la puce puis sont dissipées à travers l'empilement. Un film d'oxyde de silicium remplace alors souvent les diélectriques « low-k » pour les niveaux supérieurs des interconnexions afin d'améliorer la fiabilité mécanique.

Enfin, l'environnement extérieur et en particulier l'humidité ont un effet sur la fiabilité. L'adsorption d'humidité peut endommager une interface, et en particulier dans le cas de diélectriques poreux. Cet effet est généralement accentué aux fortes températures. Par exemple, un oxyde de silicium dopé au carbone est stable à température ambiante, grâce à la présence de liaisons Si-CH₃ et Si-CH_n-Si. Mais au-delà de 400°C, les liaisons Si-H se décomposent en présence d'eau selon les équations chimiques :



Afin d'assurer la fiabilité des puces à long terme, après la mise en boîtier, une bonne résistance à l'humidité est nécessaire. La puce terminée, ce sont ses bords et les couches supérieures qui sont le plus sensibles à l'environnement.

6. Conclusion

Quatre films diélectriques, un oxyde de silicium dopé au carbone, un oxyde de silicium, un nitrure de silicium dopé au carbone et un nitrure de silicium ont été étudiés.

Tout d'abord, leurs compositions physico-chimiques, leurs structures et leurs densités ont été étudiées. Puis leurs caractéristiques mécaniques ont été déterminées. La nanoindentation a permis de déterminer le module réduit et la dureté des films. Elle peut également être utilisée pour étudier l'effet des conditions de dépôt sur les propriétés mécaniques des films ou le comportement à la rupture des films et des interfaces. La diffusion Brillouin a été employée pour quantifier le module de Young et le coefficient de Poisson des films. Cette technique acoustique permet en effet, contrairement à la nanoindentation, d'évaluer indépendamment ces deux grandeurs, à condition que la densité des films soit connue. Ces deux grandeurs sont indispensables pour les modélisations par éléments finis ainsi que pour le calcul du coefficient de dilatation thermique des films à partir des mesures de courbure. Le module réduit qui peut alors être calculé, est comparable à celui mesuré par nanoindentation. Le coefficient de dilatation thermique des films a ensuite été évalué grâce à la mesure de l'évolution de la courbure des systèmes films sur substrat avec la température. Cette mesure fournit également des informations sur le comportement élastique ou plastique des films et permet d'estimer leur contrainte intrinsèque.

Le film d'oxyde de silicium dopé au carbone a une constante diélectrique et une densité plus faibles que celles de l'oxyde de silicium. Ses caractéristiques mécaniques et en particulier son

module réduit, sa dureté, son module de Young et son coefficient de Poisson sont aussi plus faibles que celles de l'oxyde de silicium. Ces réductions sont liées au fait que les liaisons Si-O qui fournissent la rigidité du film d'oxyde de silicium sont remplacées par des liaisons Si-CH₃. De même, le film de nitrure de silicium dopé au carbone a une constante diélectrique et une densité plus petites que celles du film de nitrure de silicium, à cause de l'incorporation de carbone et d'hydrogène. De même, son module réduit, sa dureté, son module de Young et son coefficient de Poisson sont plus petits que ceux du nitrure de silicium. Le coefficient de dilatation thermique des quatre films diélectriques étudiés suit une tendance inverse par rapport aux grandeurs précédemment citées : il est plus élevé pour l'oxyde de silicium dopé au carbone que pour l'oxyde de silicium non dopé et il est plus élevé pour le nitrure de silicium dopé au carbone que pour le nitrure de silicium non dopé.

L'évolution de la contrainte résiduelle des quatre films diélectriques, pendant trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C, a été calculée à partir de la mesure de l'évolution de la courbure des systèmes films sur substrat et de la formule de Stoney. Les résultats obtenus ont montré que :

- l'oxyde de silicium dopé au carbone est tensile, sa contrainte diminue de façon quasi-linéaire avec la température, ce qui indique un comportement élastique du film,
- l'oxyde de silicium est compressif, sa contrainte diminue (en valeur absolue) lorsque la température augmente. Pendant le premier chauffage, un changement de pente est observé vers 270°C. Après ce premier chauffage, l'évolution de la contrainte avec la température est quasi-linéaire entre 50 et 400°C. Lors des paliers réalisés à 400°C, la contrainte intrinsèque du film diminue et une relaxation est observée,
- le nitrure de silicium dopé au carbone est compressif, sa contrainte augmente (en valeur absolue) linéairement lorsque la température augmente. Lors des paliers effectués à 400°C, on note une relaxation du film dont l'amplitude diminue au fur et à mesure des différents cycles imposés,
- le nitrure de silicium est tensile, sa contrainte augmente lorsque la température augmente. Lors des paliers effectués à 400°C, la contrainte augmente légèrement.

Le comportement du film d'oxyde de silicium au cours du premier chauffage pourrait être dû à une désorption d'eau puis d'espèces hydrogénées, aux plus hautes températures. Le film d'oxyde de silicium, après le premier chauffage, et les deux barrières diélectriques ont un comportement élastique entre 50 et 400°C. Mais lors des paliers réalisés à 400°C, leur contrainte intrinsèque évolue au cours du temps. L'évolution irréversible de leur contrainte résiduelle qui en résulte est peut être associée à une désorption d'impuretés et/ou d'hydrogène, entraînant dans ce cas un réarrangement de la structure. Néanmoins, aucune désorption n'a pas pu être mise en évidence.

L'essai de flexion quatre points a été employé pour caractériser l'adhérence entre les différentes interfaces des interconnexions. Les interfaces qui ont été évaluées sont celles situées entre :

- le diélectrique « low-k » SiO_xC_yH_z et la barrière diélectrique SiC_xN_yH_z,

- le diélectrique « low-k » $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et le film SiO_2 (protégeant le diélectrique intermétallique lors de la gravure),
- le film SiO_2 et la barrière diélectrique $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$,
- le cuivre et la barrière diélectrique $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$,
- le diélectrique « low-k » $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ et la barrière métallique $\text{TaN}+\text{Ta}$.

L'essai de flexion quatre points est réalisé sur des empilements sans motif. Il permet plus exactement d'évaluer le taux de relaxation d'énergie critique. L'effet des procédés de dépôt sur l'adhérence, et en particulier l'effet des traitements plasma intervenant lors du dépôt des diélectriques, a également été examiné. L'interface la plus faible qui a été identifiée est celle située entre le diélectrique « low-k » et la barrière métallique constituée de nitrure de tantale et de tantale. Cependant, dans les structures réelles, la densité des motifs, la géométrie des interconnexions et l'environnement extérieur ont aussi un effet sur la fiabilité des interfaces.

Toutes ces données constituent une base de données, indispensable pour les modélisations par éléments finis. Une méthodologie permettant de caractériser les propriétés mécaniques des diélectriques, y compris des films « low-k » fragiles, a été développée.

Chapitre IV

Caractérisation du film métallique en cuivre et de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

Sommaire

1. Présentation des échantillons étudiés	127
1.1. Les empilements avec le cuivre	127
1.2. Les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	128
2. Caractérisation mécanique des empilements avec le cuivre	131
3. Caractérisation mécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	135
3.1. Les réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation	136
3.2. Effet de l'encapsulation.....	146
3.3. Relation entre la courbure et les contraintes	149
3.4. Bilan	154
4. Caractérisation microstructurale des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »	155
4.1. Préparation des lames et microscope	156
4.2. Géométrie des échantillons	156
4.3. Microstructure du cuivre	162
4.4. Efficacité des barrières	167
5. Conclusion.....	169

Dans le chapitre précédent, les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques des diélectriques, utilisés dans les interconnexions, ont été déterminées à partir d'essais réalisés sur des films déposés uniformément sur un substrat. Le comportement du cuivre et des barrières métalliques doit aussi être évalué afin de pouvoir étudier le comportement des interconnexions lors de sollicitations thermomécaniques.

Dans ce chapitre, le comportement mécanique d'empilements comprenant la barrière métallique, le cuivre, une barrière diélectrique, déposés uniformément sur un substrat, est étudié. Puis, le comportement mécanique et microstructural de structures multicouches constituées de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs et avec deux encapsulations finales possibles, est évalué. La caractérisation mécanique est réalisée en mesurant la courbure des échantillons, au cours de trois cycles thermiques. La caractérisation microstructurale est effectuée par microscopie électronique à transmission. Auparavant, les échantillons étudiés sont présentés et leur fabrication est décrite.

1. Présentation des échantillons étudiés

Les échantillons sont fabriqués selon une architecture double damascène et le procédé « trench first hard mask », utilisés pour les interconnexions de la technologie 90 nm (CMOS090) au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale et décrits au chapitre précédent (cf §5.1). Les épaisseurs des films correspondent aux épaisseurs des matériaux utilisés pour former le premier niveau des interconnexions intermédiaires dans cette technologie. Les films sont déposés sur un substrat de silicium monocristallin, orienté suivant le plan cristallographique {100}, d'épaisseur moyenne 725 μm , et de diamètre 200 mm.

1.1. Les empilements avec le cuivre

L'évolution de la contrainte avec la température d'un film de cuivre a été étudiée par plusieurs auteurs. Pour un film déposé par pulvérisation, cette évolution dépend à la fois de sa texture et donc de la nature de la barrière sur laquelle le film est déposé, de son épaisseur, de la nature du film d'encapsulation [Vinci et Bravman, 1993] mais aussi d'une éventuelle oxydation du film [Baker et al, 1998; Baker et al, 2003]. C'est pourquoi il est important, comme dans le cas des films diélectriques, de caractériser le film de cuivre dans les conditions les plus proches possibles de son utilisation.

Deux empilements, représentés à la figure IV.1, sont réalisés afin d'étudier le comportement du film de cuivre. Ce film ne peut être caractérisé seul sur un substrat. En effet, sous l'effet de la température, il diffuserait dans le silicium et s'oxyderait en surface. Il doit alors être protégé par deux barrières. Une barrière métallique est déposée entre le substrat et le cuivre et

une barrière diélectrique est déposée sur le cuivre. Seule la nature de cette dernière barrière diélectrique différencie les deux empilements.

Le cycle de fabrication des empilements est le suivant :

- la barrière métallique, constituée de 10 nm de nitrure de tantale et de 15 nm de tantale, est élaborée par dépôt physique en phase vapeur (PVD), à température ambiante, respectivement sous un mélange d'argon et d'azote et sous argon,
- le film de cuivre est déposé en deux étapes : tout d'abord, un film de 120 nm est déposé par PVD, à température ambiante, sous argon, puis 550 nm sont ajoutés par dépôt électrochimique (ECD), à température ambiante,
- un recuit de cristallisation du cuivre, à 400°C, pendant 20 minutes, est effectué sous azote,
- un polissage mécano-chimique (CMP : « Chemical Mechanical Polishing ») est réalisé afin d'enlever environ 200 nm de cuivre,
- une barrière diélectrique est enfin déposée par PECVD sur l'empilement. Il s'agit soit d'un film de nitrure de silicium dopé au carbone, déposé à 350°C, soit d'un film de nitrure de silicium, déposé à 400°C. Ces deux films diélectriques ont été étudiés au chapitre précédent.

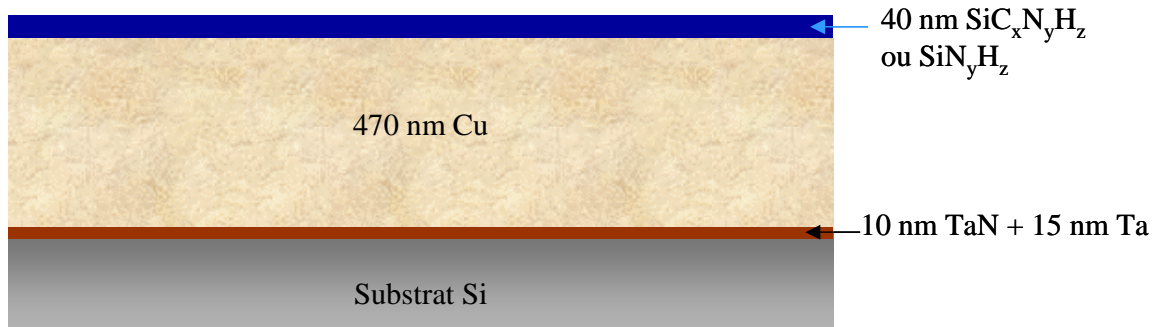


Figure IV.1 : Schéma des deux empilements avec le cuivre :

$Si / TaN+Ta / Cu / SiC_xN_yH_z$ et $Si / TaN +Ta / Cu / SiN_yH_z$

1.2. Les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

Les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » sont schématisés à la figure IV.2. Le cycle de fabrication de ces échantillons, basé sur le procédé damascène (illustré à la figure III.27 au chapitre III, §5.1), est le suivant :

- un film d'oxyde de silicium, d'épaisseur 400 nm, est déposé sur le substrat par PECVD, à partir du précurseur tétraéthylorthosilicate, à 400°C. Ce film permet de « simuler » les interconnexions locales comprenant les vias en tungstène (cf chapitre I,

- §2.1) et de protéger le substrat lors des étapes de fabrication des lignes, notamment lors de la gravure des diélectriques,
- la barrière diélectrique, formée de 40 nm de nitrure de silicium dopé au carbone, est déposée par PECVD à 350°C,
 - le diélectrique « low-k », soit 220 nm d'oxyde de silicium dopé au carbone, est déposé par PECVD à 350°C,
 - un second film d'oxyde de silicium, d'épaisseur 80 nm, est ajouté par PECVD, à partir des précurseurs silane (SiH_4) et protoxyde d'azote (N_2O), à 400°C. Ce film est utilisé pour protéger le diélectrique « low-k » lors de la gravure et du retrait de la résine,
 - un film métallique de 45 nm, utilisé comme masque dur pendant la gravure, est déposé par PVD,
 - la photolithographie des lignes est réalisée, au CEA-LETI à Grenoble, à l'aide du masque « CuRX ». Ce masque permet d'obtenir, sur toute la plaque, quatre motifs différents, de 100 mm². Chaque motif est constitué de réseaux de lignes de largeur, w_1 , égale à 0.3, 0.5, 1 ou 3 μm , avec un espace interligne, w_2 , théoriquement égal à la largeur des lignes. Ces motifs sont représentés schématiquement à la figure IV.3,
 - le masque dur, le film supérieur d'oxyde de silicium, l'oxyde de silicium dopé au carbone et le nitrure de silicium dopé au carbone sont gravés. Le film d'oxyde de silicium inférieur est aussi légèrement gravé. Cette sur-gravure est réalisée, lors de la fabrication des interconnexions, afin d'assurer le contact avec les vias en tungstène,
 - la barrière métallique, constituée de 10 nm de nitrure de tantale et de 15 nm de tantale, est alors déposée dans les tranchées par PVD, à température ambiante,
 - les tranchées sont ensuite remplies avec le film de cuivre, en deux étapes : tout d'abord, un film de 120 nm est déposé par PVD, puis 550 nm sont ajoutés par ECD, à température ambiante,
 - un recuit de cristallisation du cuivre, à 400°C, pendant 20 minutes, est effectué,
 - le cuivre et la barrière métallique dépassant des tranchées, le masque dur sont enlevés par CMP. Le polissage est interrompu dans le film supérieur d'oxyde de silicium, qui n'est généralement pas totalement éliminé (l'épaisseur finale de cuivre dans la ligne est liée à l'épaisseur du film supérieur d'oxyde de silicium non retiré par le polissage, elle dépend aussi de l'épaisseur effective de la barrière métallique et de l'épaisseur du film inférieur d'oxyde de silicium qui a été gravé),
 - une barrière diélectrique, d'épaisseur 40 nm, est enfin déposée par PECVD sur l'empilement. Il s'agit soit d'un film de nitrure de silicium dopé au carbone, déposé à 350°C, soit d'un film de nitrure de silicium, déposé à 400°C. Cette barrière diélectrique a pour rôle d'empêcher l'oxydation du cuivre lors des caractérisations mécaniques. L'efficacité de ces deux types d'encapsulation peut alors être comparée.

Le film inférieur d'oxyde de silicium, l'oxyde de silicium dopé au carbone et les barrières diélectriques utilisés dans ces échantillons ont été décrits et étudiés au chapitre précédent.

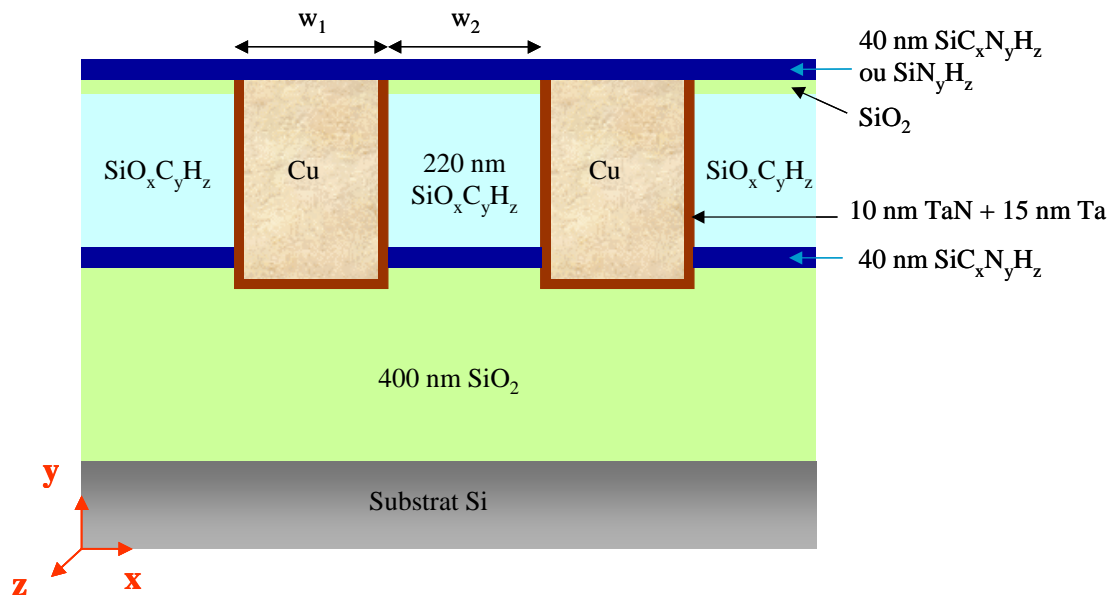


Figure IV.2 : Schéma des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

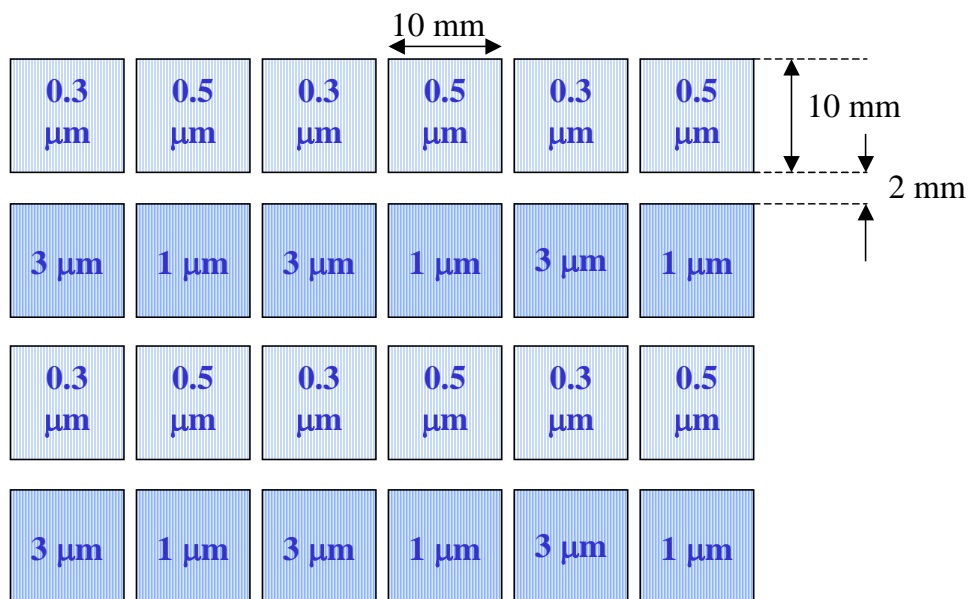


Figure IV.3 : Schéma des motifs réalisés à l'aide du masque « CuRX »

2. *Caractérisation mécanique des empilements avec le cuivre*

La courbure des échantillons est mesurée au cours de trois cycles thermiques variant de 40 à 400°C, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min et des paliers de 15 minutes à 40 et 400°C. Auparavant, le substrat de silicium sur lequel sont déposés les empilements est poli en face arrière jusqu'à une épaisseur finale d'environ 180 µm afin d'améliorer la sensibilité des mesures (cf chapitre II, §5.5). La courbure du substrat est alors négligée (cf chapitre III, §4).

Remarque : Ces empilements sont caractérisés dans les mêmes conditions expérimentales que celles employées pour l'étude des films diélectriques (cf chapitre III, §4), et en particulier avec la même vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min. Cette vitesse est caractéristique de la rampe utilisée pour le recuit du cuivre intervenant lors de la fabrication des échantillons. L'étude du comportement élastoplastique du cuivre sera donc limitée à cette vitesse de déformation. Il est néanmoins important de préciser que le cuivre a, à ces températures, un comportement élasto-viscoplastique.

Dans le cas d'une structure multicouche, la formule de Stoney reste valable (cf chapitre II, §5, équation II.26) et permet de relier les valeurs de courbure aux valeurs de contraintes. Les épaisseurs de cuivre déposés sont mesurées avec l'appareil RS100, commercialisé par la société KLA-TENCOR, qui permet de mesurer la résistance d'un film conducteur grâce à un système de quatre pointes positionnées sur la plaque. Un courant électrique est envoyé entre deux des pointes et la tension est mesurée à l'aide des deux autres pointes. La résistance évaluée est directement liée à la résistivité du film, supposée connue, et à son épaisseur. Le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat sont respectivement égaux à 130 GPa et 0.28 [Brantley, 1973]. Les figures IV.4 et IV.5 présentent l'évolution de la contrainte des deux empilements avec le cuivre en fonction de la température.

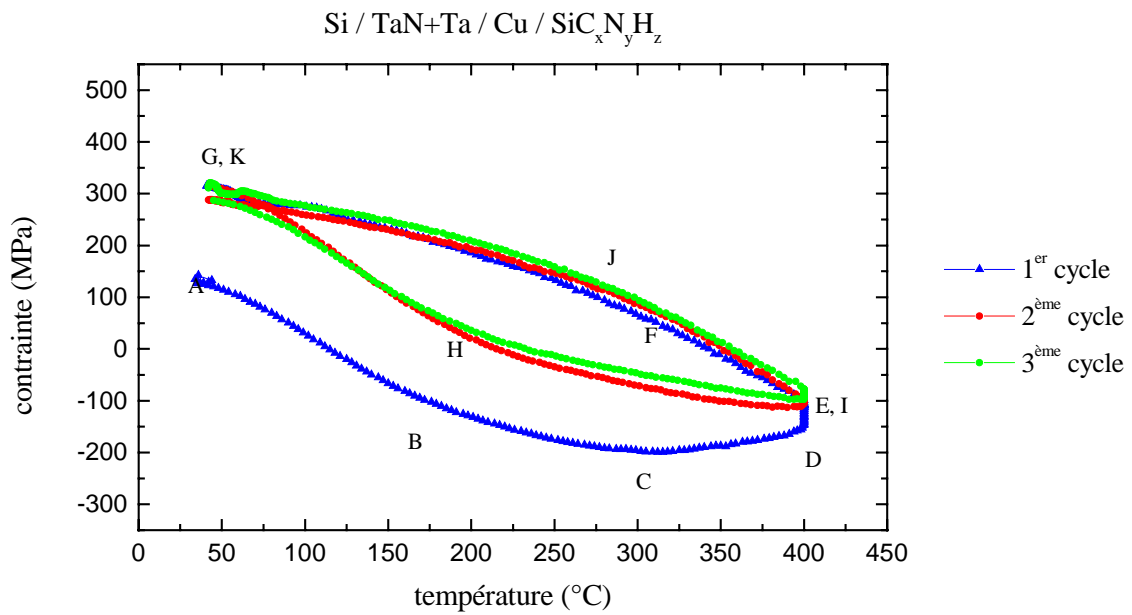


Figure IV.4 : Evolution de la contrainte de l'empilement barrière métallique / cuivre / nitrure de silicium dopé au carbone avec la température

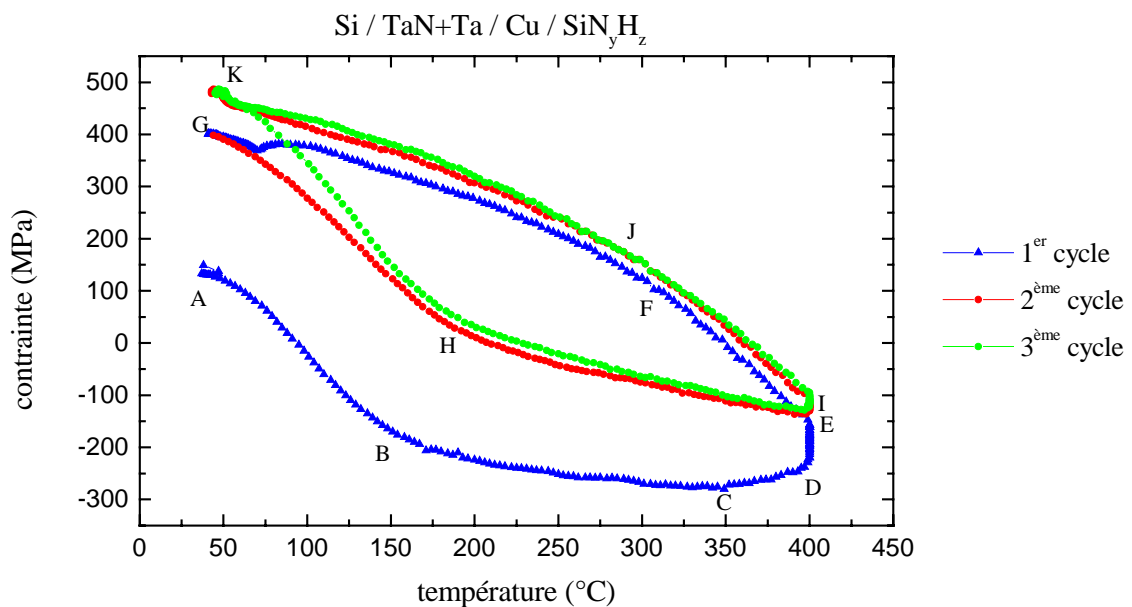


Figure IV.5 : Evolution de la contrainte de l'empilement barrière métallique / cuivre / nitrure de silicium avec la température

Pour les deux empilements, la contrainte est initialement tensile (au point A) et vaut environ 145 MPa à 40°C. Lorsque la température augmente, la contrainte diminue. L'évolution au cours du premier chauffage est différente de celle observée au cours des refroidissements et des deux autres chauffages.

Pendant le premier chauffage, après le palier de stabilisation à 40°C, la contrainte diminue de façon quasi-linéaire avec la température, de 60 à 170°C environ pour l'empilement avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique, et de 60 à 150°C pour l'empilement avec le nitrure de silicium comme barrière diélectrique (jusqu'au point B). La contrainte est alors compressive à cette température de transition pour les deux empilements. Cette partie linéaire des courbes traduit un comportement élastique de l'empilement. Ensuite, de 170 à 300°C environ pour l'empilement avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique et de 150 à 350°C pour l'empilement avec le nitrure de silicium comme barrière diélectrique, la contrainte continue de diminuer et devient de plus en plus compressive (de B à C). De 300°C à 400°C pour l'empilement avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique et de 350 à 400°C pour l'empilement avec le nitrure de silicium comme barrière diélectrique, la contrainte augmente légèrement en valeur relative (de C à D).

Cette relaxation (en valeur absolue, la contrainte diminue) a également été observée dans le cas de films de cuivre déposés par pulvérisation et encapsulés. Elle est attribuée à une évolution de la microstructure du film de cuivre et en particulier à une augmentation de la taille des grains. Cette dernière se produit lors du dépôt de l'encapsulation (réalisé à une température supérieure à la température ambiante) mais aussi lors des cycles thermiques, et en particulier lors du premier chauffage [Vinci et Bravman, 1993; Keller et al, 1995]. Toutefois, des analyses de la texture et de la taille des grains d'un film de cuivre déposé dans les mêmes conditions que le film étudié, par voie électrochimique, et d'épaisseur 550 nm, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale, n'ont révélé aucune modification significative après l'application de trois cycles thermiques variant jusqu'à 400°C [Grégoire et al -1, 2005].

Les films déposés par ECD contiennent des impuretés, notamment de l'oxygène et du carbone. Ainsi, la concentration en oxygène et en carbone d'un film de cuivre ECD de 400 nm a également été analysée par Grégoire et al. Ce film était déposé sur l'empilement formé de 150 nm de cuivre PVD et d'une barrière métallique composée de tantale et de nitrure de tantale, et encapsulé par un film de nitrure de silicium dopé au carbone (empilement similaire à l'un des échantillons étudié et réalisé dans les mêmes conditions, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale). Des modifications associées aux impuretés présentes dans le film ont été observées après trois cycles thermiques variant jusqu'à 400°C [Grégoire et al -1, 2005] :

- une augmentation de la concentration en carbone, au niveau de l'interface entre le cuivre et la barrière métallique en tantale, alors qu'avant les cycles thermiques, la concentration maximale de carbone était localisée au niveau de l'interface entre le cuivre PVD et le cuivre ECD,

- une augmentation de la concentration en oxygène, la concentration maximale étant située à l'interface entre le cuivre PVD et la barrière en tantale.

La relaxation ne semble pas liée à ces éléments dont la teneur augmente. Elle pourrait alors être due aux autres impuretés présentes dans le film comme l'hydrogène et le soufre (la solution électrolytique dans laquelle est formé le cuivre contient des solutions $\text{CuSO}_4 / \text{H}_2\text{O}$ et H_2SO_4 ainsi que d'autres additifs). Ainsi, l'hydrogène et le soufre pourraient être évaporés lors du premier cycle. Cela entraînerait une densification du film qui deviendrait plus tensile. Cette relaxation pourrait aussi être attribuée à une légère diffusion du tantale dans le cuivre [Schmidt et al, 2004].

Ensuite, pendant le premier palier réalisé à 400°C (de D à E), la contrainte des deux empilements augmente (en valeur relative). Cette augmentation est aussi observée lors de mesures de courbure réalisées sur le film de nitrure de silicium dopé au carbone seul et sur le film de nitrure de silicium (cf chapitre III, §4). La relaxation des deux empilements observée peut alors être due à une densification de la barrière diélectrique mais aussi à une densification du film de cuivre liée, comme à la fin du premier chauffage, à l'évaporation d'impuretés, ou à une légère diffusion du tantale dans le film de cuivre.

Pendant le refroidissement, la contrainte augmente de façon linéaire, de 400 à 315°C environ pour les deux empilements (de E à F). Puis elle augmente plus lentement (de F à G). A 40°C, la contrainte est tensile et vaut 315 MPa pour l'empilement avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique et 400 MPa pour l'empilement avec le nitrure de silicium comme barrière diélectrique. La courbe est assez similaire à celle observée lors des deux autres refroidissements.

Après ce premier cycle, l'évolution de la contrainte avec la température n'est pas linéaire et des cycles d'hystérésis importants sont observés. Mais les 2^{ème} et 3^{ème} cycles sont assez similaires, les empilements sont donc stabilisés. La contrainte varie entre 300 MPa à 40°C et - 90 MPa à 400°C pour l'empilement ayant le nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique. Elle varie entre 400 et 500 MPa à 40°C jusqu'à - 110 MPa à 400°C, pour l'empilement ayant le nitrure de silicium comme barrière diélectrique. Or l'évolution de la contrainte des deux barrières diélectriques est linéaire lorsque la température augmente de 50 à 400°C. Le comportement non linéaire des empilements est alors principalement attribué à une déformation plastique du cuivre, la barrière métallique étant très fine.

Lors des 2^{ème} et 3^{ème} chauffages, l'évolution de la contrainte est d'abord quasi-linéaire, de 40°C jusqu'à 190°C environ (de G ou K à H). Cette partie linéaire des courbes traduit, comme lors du premier chauffage, un comportement élastique des empilements. Puis de 190 à 400°C, la contrainte diminue plus lentement et devient compressive (de H à I). Ce changement de pente indique une déformation plastique du film du cuivre. La contrainte d'écoulement correspondant à ce point de transition (H) vaut environ 50 MPa. Lors des refroidissements, la contrainte augmente et devient à nouveau tensile. La courbe est linéaire de 400°C jusqu'à 290°C (de I à J). L'empilement a alors à nouveau un comportement élastique. De 290 à 40°C,

la contrainte augmente plus lentement (de J à K). Ce changement de pente indique également un comportement plastique du cuivre. A 290°C, la contrainte d'écoulement mesurée vaut environ 100 MPa pour l'empilement avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme barrière diélectrique et 150 MPa pour l'empilement avec le nitrure de silicium comme barrière diélectrique (au point J).

Ainsi, pour ce chargement cyclique, la contrainte d'écoulement est différente pendant le chauffage et pendant le refroidissement. Cette différence entre les limites élastiques lorsque le sens de chargement est inversé correspond à l'effet Bauschinger. Ce phénomène est observé assez couramment sur des matériaux métalliques massifs, mais aussi sur des films de cuivre encapsulés [Keller et al, 1995; Shen et al, 1998; Shen et Ramamurty, 2003].

La forme arrondie des cycles, associée à un effet Bauschinger, semble indiquer un écrouissage du film de cuivre. Dans le cas d'un film de cuivre déposé par PVD et encapsulé, cet écrouissage est également observé, il est lié à une augmentation de la densité des dislocations [Keller et al, 1998]. De même, l'évolution avec la température de la contrainte d'un film de cuivre, déposé par faisceau d'électrons et encapsulé par un film d'oxyde de silicium, est modélisée par un écrouissage, cinématique et linéaire, avec une limite d'élasticité dépendant de la température. Les déformations inélastiques du film sont associées à la présence de dislocations alignées qui créent des bandes de cisaillement [Shen et al, 1998; Shen et Ramamurty, 2003].

3. Caractérisation mécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

La courbure des échantillons est mesurée au cours de trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min et des paliers de 15 minutes à 50 et 400°C. Auparavant, le substrat de silicium est poli en face arrière jusqu'à une épaisseur de 180 µm. La courbure du substrat est négligée (cf chapitre III, §4). Les échantillons étudiés sont :

- les quatre réseaux de lignes, de largeur 0.3, 0.5, 1 et 3 µm, avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation,
- le réseau de lignes, de largeur 1 µm, avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation.

Les mesures de courbure sont réalisées parallèlement et perpendiculairement aux lignes, sur deux échantillons équivalents.

Remarque : Les lignes cuivre / diélectrique sont caractérisées dans les mêmes conditions expérimentales que celles utilisées pour l'étude des empilements avec le film de cuivre et des films diélectriques (et en particulier avec la même vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min).

3.1. Les réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Les figures IV.6 à IV.13 présentent l'évolution de la courbure avec la température, mesurée perpendiculairement et parallèlement aux lignes, pour les quatre réseaux des lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation.

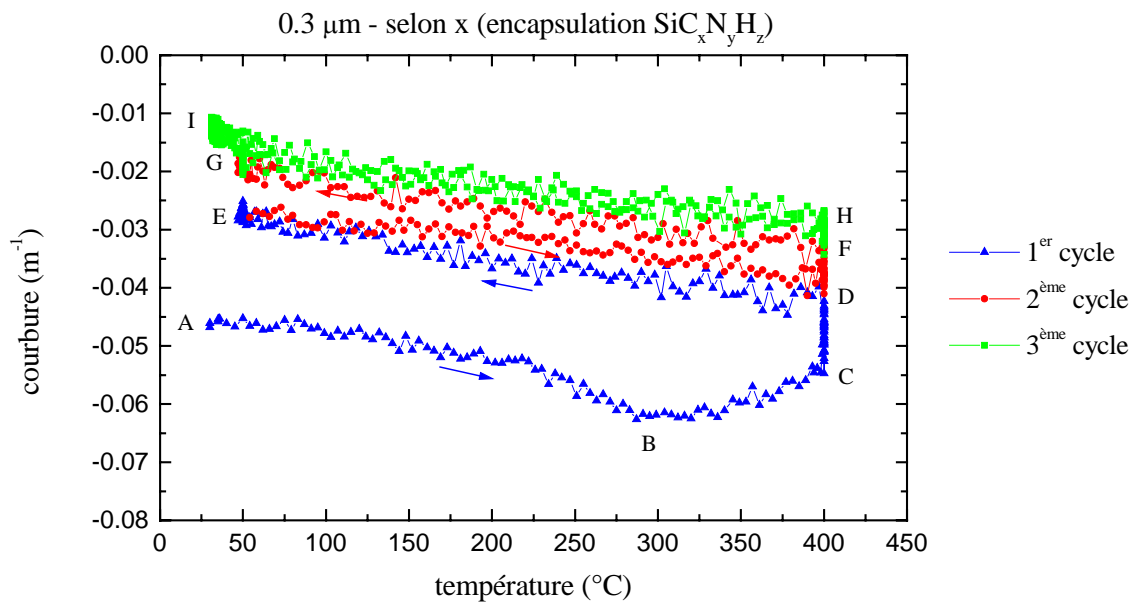


Figure IV.6 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée perpendiculairement aux lignes de 0.3 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

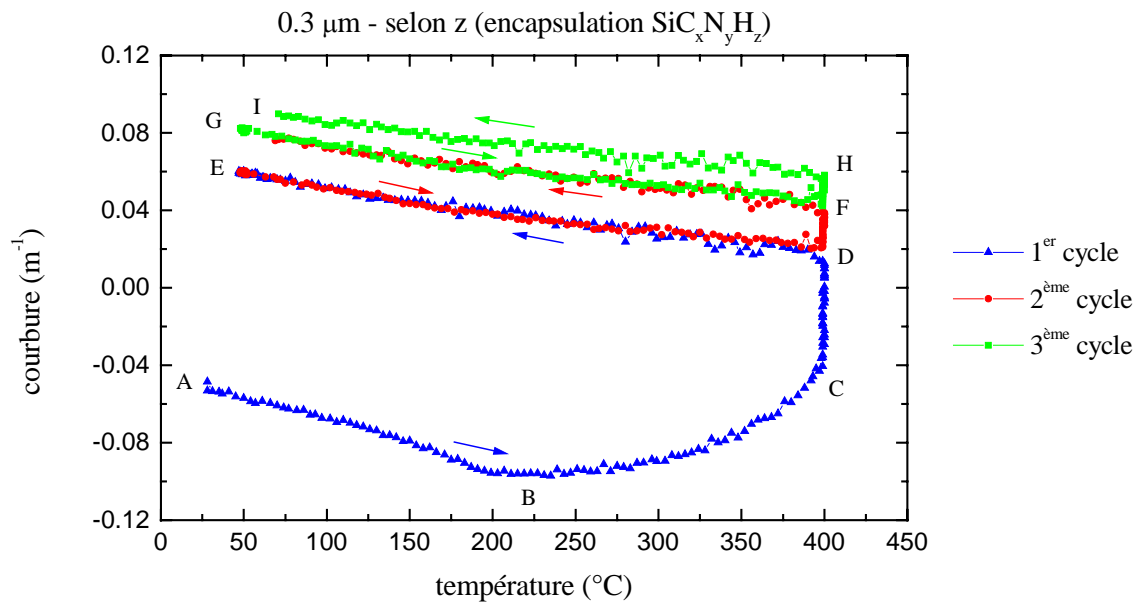


Figure IV.7 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée parallèlement aux lignes de 0.3 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

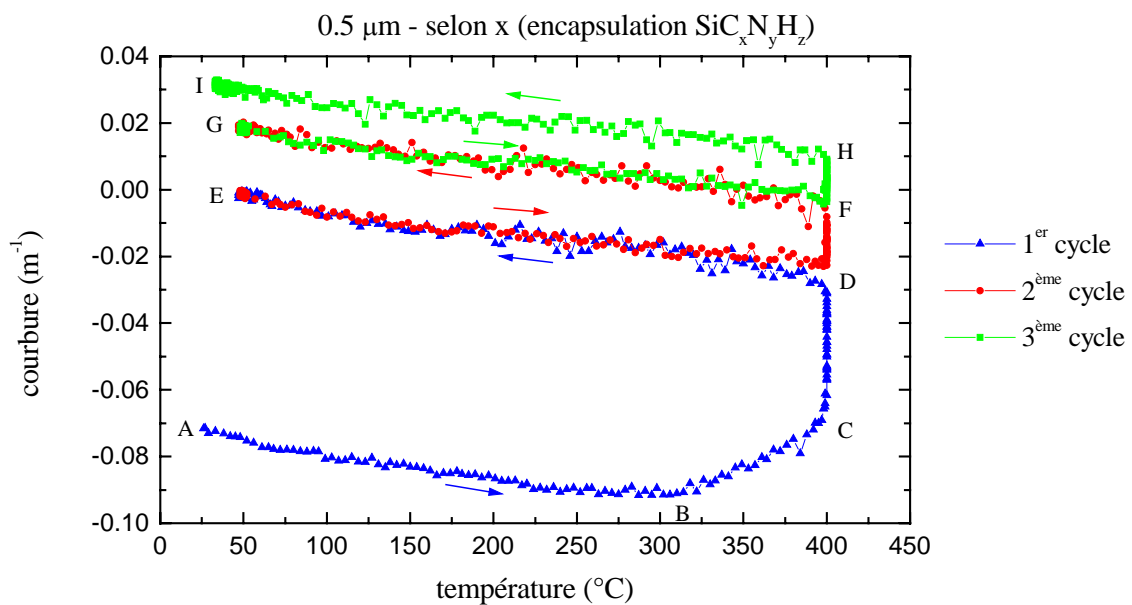


Figure IV.8 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée perpendiculairement aux lignes de 0.5 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

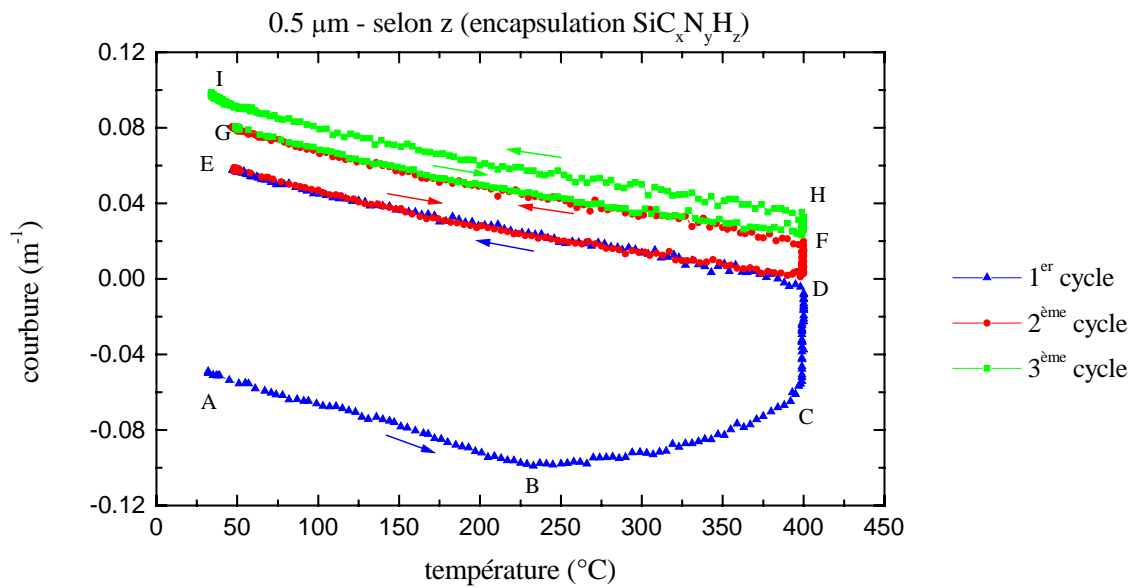


Figure IV.9 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée parallèlement aux lignes de 0.5 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

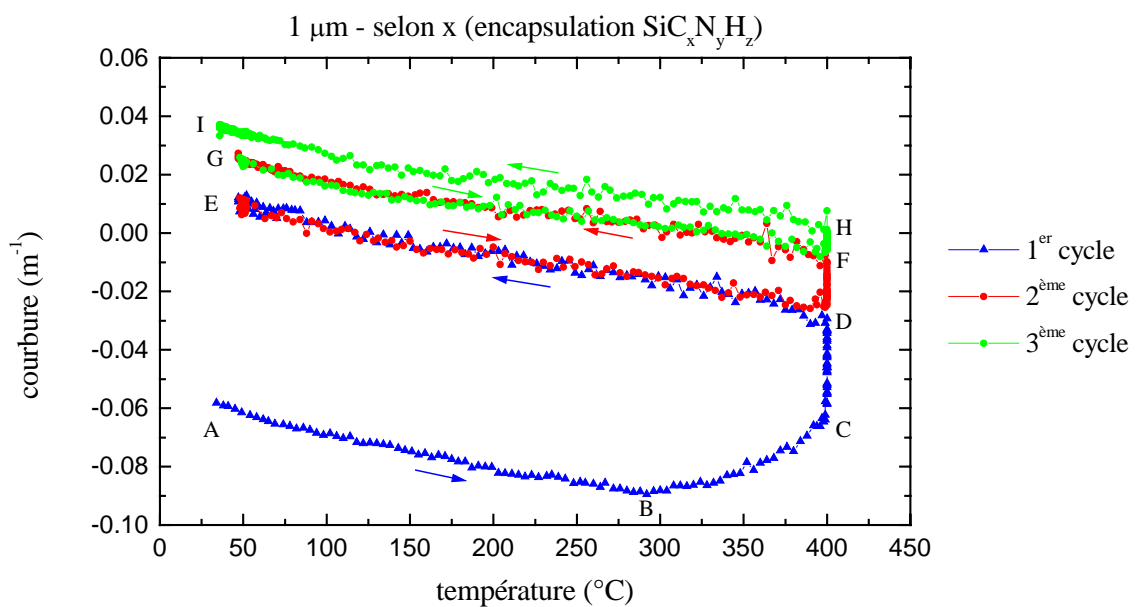


Figure IV.10 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée perpendiculairement aux lignes de 1 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

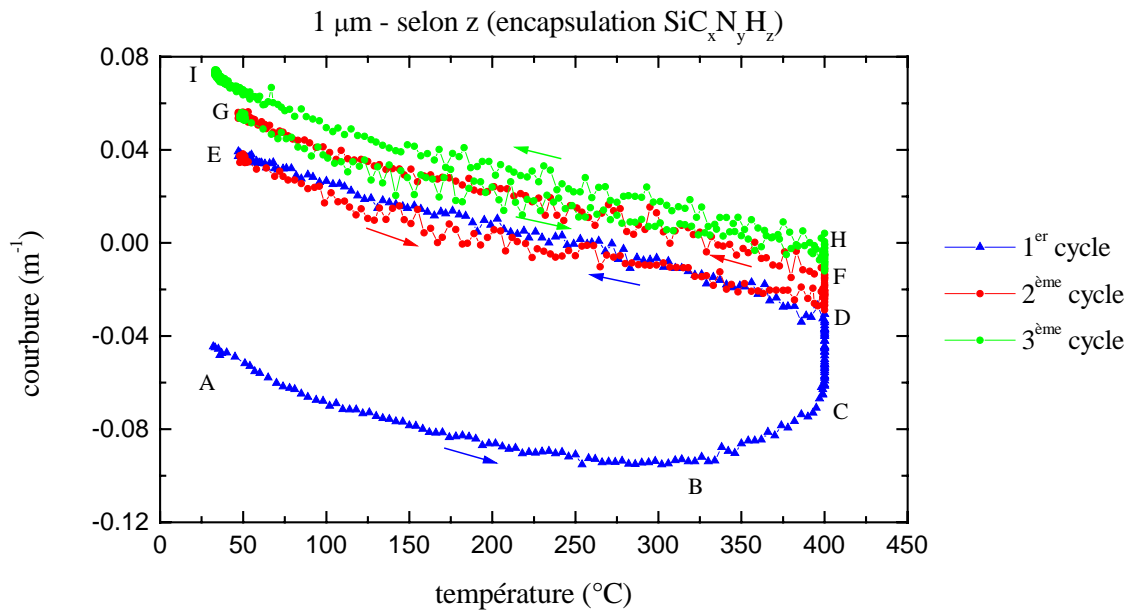


Figure IV.11 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée parallèlement aux lignes de 1 µm, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

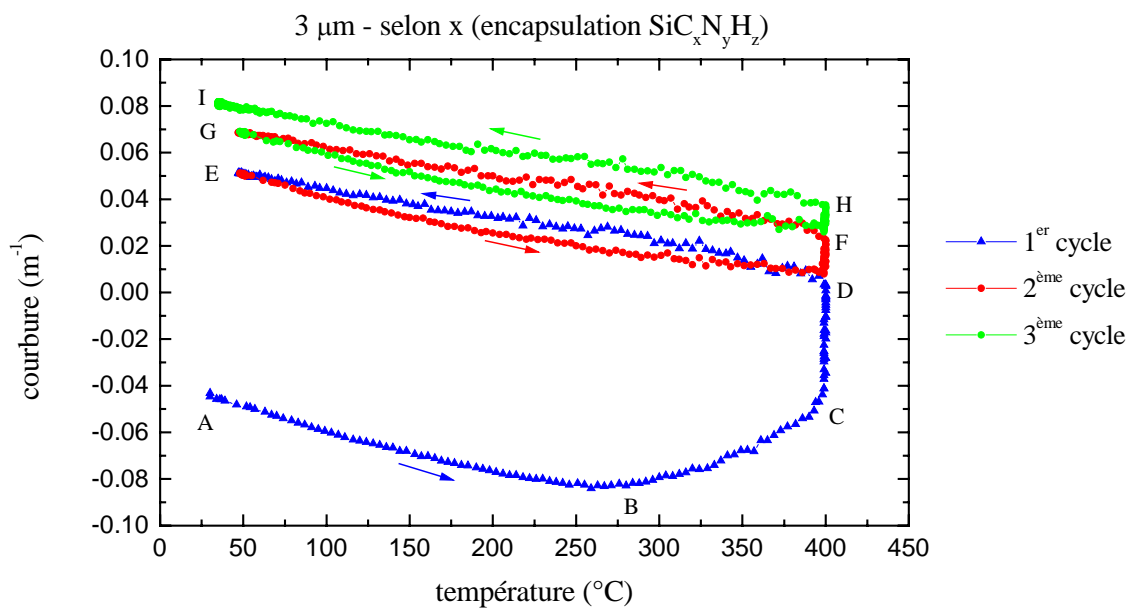


Figure IV.12 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée perpendiculairement aux lignes de 3 µm, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

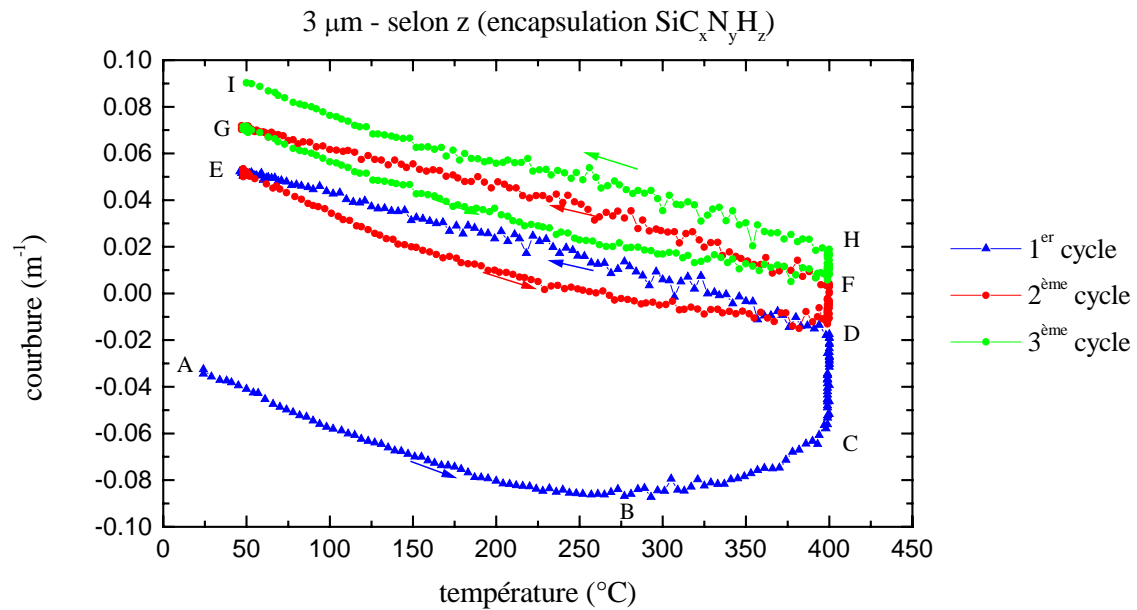


Figure IV.13 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée parallèlement aux lignes de 3 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Pour ces quatre réseaux de lignes, la courbure mesurée est négative à 40°C (au point A) et des cycles d'hystérésis importants sont observés. Lors du premier chauffage, la courbure diminue, jusqu'à 240 - 300°C environ (de A à B) puis augmente jusqu'à 400°C (de B à C). Ensuite, lors du refroidissement (de D à E) et des deux autres cycles (de E à I), la courbure diminue lorsque la température augmente.

Après le premier chauffage, l'évolution de la courbure avec la température est quasi-linéaire entre 50 et 400°C dans le cas des lignes de 0.3, 0.5 et 1 μm . Dans le cas des lignes de 3 μm , les courbes indiquent une légère concavité, surtout lors des chauffages. Ainsi les lignes de 0.3, 0.5 et 1 μm semblent avoir un comportement élastique, après le premier chauffage, lorsque la température varie continûment entre 50 et 400°C, alors que les lignes de 3 μm semblent avoir un comportement élasto-plastique.

Lors des paliers effectués à 400°C (de C à D, de D à F et de F à H), la courbure augmente. Au fur et à mesure des différents cycles imposés, l'amplitude de cette augmentation diminue. Après les trois cycles thermiques, la courbure est positive, sauf dans le cas des lignes de 0.3 μm , dans le sens perpendiculaire. Cette augmentation de la courbure au cours du temps n'est pas observée lors des paliers effectués à 50°C. Par contre, des mesures effectuées à 20°C, après une remise à l'air des échantillons pendant 24 heures, permettent d'indiquer que ce phénomène est irréversible puisque la courbure mesurée est la même que celle qui avait été évaluée à la fin du dernier cycle thermique imposé. Par conséquent, les changements irréversibles de courbure indiquent une déformation permanente de ces réseaux de lignes.

Afin de comparer les deux sens de mesure, pour chaque largeur de ligne, et d'étudier l'effet de la largeur des lignes sur la courbure, les tableaux suivants indiquent, pour chaque échantillon :

- la valeur de la courbure initiale à 40°C, au point A,
- les pentes de l'évolution de la courbure avec la température, lors du premier chauffage, mesurées entre 40 et 240 - 300°C, c'est-à-dire entre A et B, puis entre 240 - 300 et 400°C, c'est-à-dire entre B et C,
- la moyenne des pentes de la courbure avec la température, lors du premier refroidissement et des deux derniers cycles, c'est-à-dire la moyenne des pentes observées entre D et E, F et G, H et I,
- l'augmentation de la courbure lors des 3 paliers à 400°C, c'est-à-dire entre C et D, D et F, F et H.

Tableau IV.1 : Courbure initiale à 40°C et pentes de la courbure avec la température, pour les quatre largeurs de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans le sens perpendiculaire (\perp) et parallèle aux lignes (\parallel)

Echantillon (largeur des lignes)	Sens de mesure	Courbure initiale à 40°C, au point A ($\times 10^{-3} \text{ m}^{-1}$)	Pente de la courbure avec la température ($\times 10^{-5} \text{ m}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)		
			1 ^{er} chauffage entre 40 et 240 - 300°C, entre A et B	1 ^{er} chauffage entre 240 - 300 et 400°C, entre B et C	après le 1 ^{er} chauffage
0.3 μm	\perp	- 46	- 6	10	- 4
	\parallel	- 53	- 20	40	- 10
0.5 μm	\perp	- 70	- 7	20	- 6
	\parallel	- 50	- 20	30	- 20
1 μm	\perp	- 58	- 10	30	- 9
	\parallel	- 45	- 20	30	- 20
3 μm	\perp	- 45	- 20	30	- 10
	\parallel	- 34	- 20	30	- 20

Tableau IV.2 : Augmentation de la courbure lors des trois paliers à 400°C pour les quatre largeurs de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans le sens perpendiculaire (\perp) et parallèle aux lignes (\parallel)

Echantillon (largeur des lignes)	Sens de mesure	Augmentation de la courbure ($\times 10^{-3} \text{ m}^{-1}$)		
		1 ^{er} palier entre C et D	2 ^{ème} palier entre D et F	3 ^{ème} palier entre F et H
0.3 μm	\perp	13	6	2
	\parallel	50	18	14
0.5 μm	\perp	40	16	13
	\parallel	44	19	12
1 μm	\perp	34	18	7
	\parallel	34	18	11
3 μm	\perp	44	13	11
	\parallel	38	16	10

La courbure initiale à 40°C semble dépendre avant tout de l'échantillon mesuré : aucune évolution logique n'est remarquée entre la courbure et la largeur des lignes ni entre la courbure et le sens de mesure (perpendiculaire ou parallèle aux lignes). D'autres mesures réalisées sur différents échantillons à 20°C confirment cette observation. Ainsi, par exemple, après une remise à l'air de 24 heures, les réseaux de lignes de 1 μm , qui avaient été mesurés dans le sens perpendiculaire aux lignes, ont un rayon de courbure de 26.2 m dans le sens perpendiculaire et un rayon de courbure de 17.8 m dans le sens parallèle. Les réseaux de lignes de 1 μm , qui avaient été mesurés dans le sens parallèle aux lignes, ont un rayon de courbure de 18.5 m dans le sens perpendiculaire et un rayon de courbure de 13.8 m dans le sens parallèle. En fait, ces mesures sont assez délicates : l'échantillon est petit et placé manuellement sur le support. Le faisceau laser est également dirigé manuellement vers le centre de l'échantillon, qui est constitué de motifs.

Par contre, le faisceau laser est assez gros par rapport aux motifs. La surface de l'échantillon est suffisamment plane pour assurer une évolution linéaire de la position du faisceau laser sur la photodiode en fonction de la position angulaire du miroir et donc la validité des mesures réalisées en fonction de la température.

Lors du premier chauffage, entre A et B, la pente de la courbure avec la température, en valeur absolue :

- est plus importante parallèlement aux lignes que perpendiculairement, sauf pour les lignes de 3 μm , où elle est la même,
- augmente lorsque la largeur des lignes augmente, dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- est constante, quelle que soit la largeur des lignes, dans le sens parallèle aux lignes.

Lors du premier chauffage, entre B et C, la pente moyenne de la courbure avec la température :

- est plus importante parallèlement aux lignes que perpendiculairement, pour les lignes de 0.3 et 0.5 μm , elle est la même dans les deux sens de mesure pour les lignes de 1 et 3 μm ,
- augmente avec la largeur des lignes, puis devient constante à partir des lignes de 1 μm , dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- diminue avec la largeur des lignes, puis devient constante à partir des lignes de 0.5 μm , dans le sens parallèle aux lignes.

Après le premier chauffage, la pente de la courbure avec la température, en valeur absolue :

- est plus importante parallèlement aux lignes que perpendiculairement,
- augmente lorsque la largeur des lignes augmente, dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- augmente lorsque la largeur des lignes augmente de 0.3 à 0.5 μm , puis devient constante, dans le sens parallèle aux lignes.

Lors des paliers à 400°C, l'augmentation de la courbure observée a tendance à diminuer avec le nombre de cycles. Elle est plus faible pour les lignes de 0.3 μm dans le sens perpendiculaire que dans le sens parallèle et que pour les lignes plus larges. A partir des lignes de 0.5 μm , il ne semble pas y avoir une influence du sens de mesure ni de la largeur des lignes.

Cette augmentation de la courbure a également été observée pendant les mesures de courbure réalisées sur le film d'oxyde de silicium et sur le film de nitrure de silicium dopé au carbone, déposés uniformément sur leur substrat, lors des paliers effectués à 400°C (cf chapitre III, §4), ainsi que pendant les mesures de courbure réalisées sur les empilements avec le cuivre, lors du premier palier à 400°C.

La fraction volumique occupée par les films diélectriques est constante, quelle que soit la largeur des lignes. Par contre, c'est l'épaisseur de la barrière métallique qui est constante, quelle que soit la largeur des lignes. Ainsi, lorsque la largeur des lignes augmente :

- la fraction volumique du nitrure de tantale et du tantale constituant la barrière métallique diminue,
- la fraction volumique de cuivre augmente.

Les fractions volumiques des différents films sont indiquées dans le tableau IV.3, en supposant que :

- les épaisseurs des films sont effectivement celles souhaitées (les variations dues aux procédés de fabrication sont négligées),
- la largeur des motifs correspond à celle prévue par le masque,
- le film d'oxyde de silicium inférieur n'est pas gravé,
- le polissage supprime totalement le film supérieur d'oxyde de silicium.

Tableau IV.3 : Fractions volumiques estimées (%) des différents films pour les quatre largeurs de lignes

Matériau	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	57.1	57.1	57.1	57.1
SiC _x N _y H _z inférieur	2.9	2.9	2.9	2.9
SiO _x C _y H _z	15.7	15.7	15.7	15.7
Encapsulation SiC _x N _y H _z	5.7	5.7	5.7	5.7
TaN	1.9	1.4	1.1	0.8
Ta	2.7	2.0	1.6	1.2
Cu	14.0	15.1	15.9	16.5

Ainsi, l'augmentation de la pente de la courbure avec la température, en valeur absolue, observée lorsque la largeur des lignes augmente, après le premier chauffage, pourrait être liée aux films métalliques et en particulier au cuivre, qui a une fraction volumique plus importante que la barrière métallique. La pente de la courbure avec la température, en valeur absolue, est aussi plus importante dans le sens parallèle aux lignes que dans le sens perpendiculaire. Or dans le sens parallèle aux lignes, la déformation du cuivre est libre alors qu'elle est limitée par les diélectriques dans le sens perpendiculaire.

Le film d'oxyde de silicium occupe, en fraction volumique, 57.1 % des échantillons. Or sa courbure augmente lors des paliers effectués à 400°C et l'allure de sa courbure en fonction de la température, lors du premier chauffage, est similaire à celle observée pour les réseaux de lignes. Supposons que la courbure du système soit la somme de la courbure de l'oxyde de silicium et de la courbure des lignes cuivre / oxyde de silicium dopé au carbone encapsulées par le nitrure de silicium dopé au carbone (cf chapitre II, §5.2). En retirant la contribution de l'oxyde de silicium, l'évolution de la courbure de la structure composée des lignes cuivre / oxyde de silicium dopé au carbone et de l'encapsulation par le nitrure de silicium dopé au carbone, en fonction de la température, pour les lignes de 1 μm , dans le sens parallèle aux lignes, est présentée à la figure IV.14.

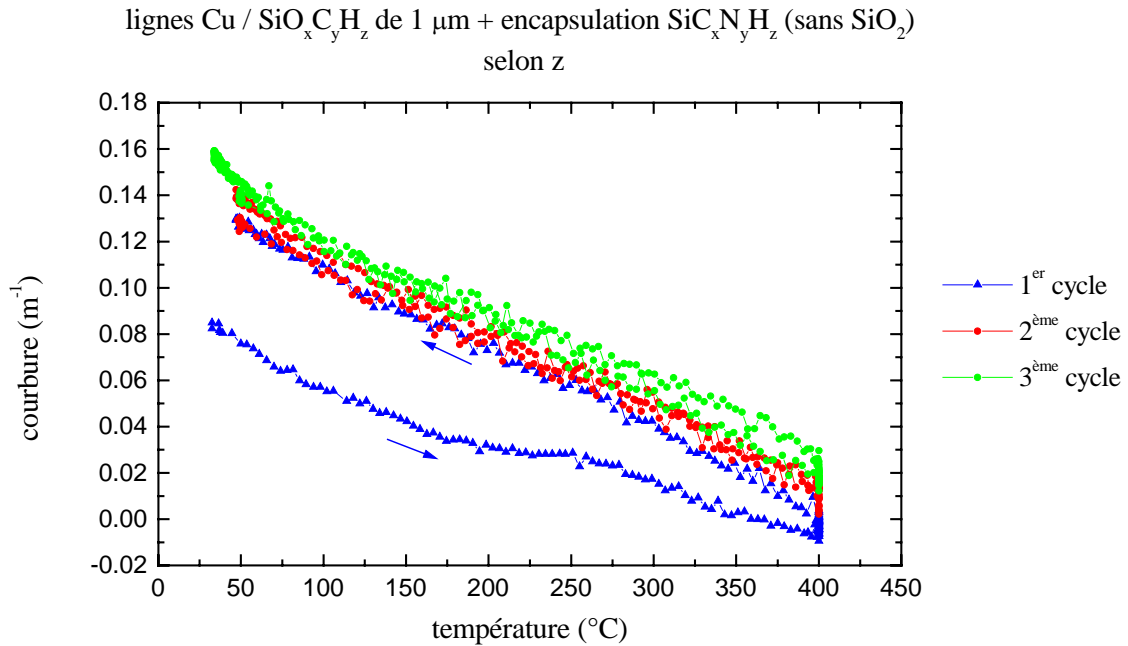


Figure IV.14 : Evolution de la courbure de la structure composée des lignes cuivre / oxyde de silicium dopé au carbone et de l'encapsulation par le nitrure de silicium dopé au carbone, avec la température, mesurée parallèlement aux lignes de $1\ \mu\text{m}$ (après avoir retiré la contribution de l'oxyde de silicium inférieur)

Pour cette structure composée des lignes et de l'encapsulation mais sans l'oxyde de silicium inférieur, l'évolution de la courbure avec la température n'est toujours pas réversible mais la forme de la courbe est très différente de celle observée pour la structure comprenant l'oxyde de silicium (figure IV.11). Lors du premier chauffage, la courbure diminue lorsque la température augmente, y compris cette fois, entre 300 et 400°C. Lors du premier palier effectué à 400°C, la courbure augmente légèrement. Ensuite, l'évolution de la courbure avec la température est linéaire et il n'y a plus d'augmentation de la courbure lors des deux autres paliers à 400°C. Ces observations semblent confirmer le fait que l'évolution de la courbure des différents échantillons, lors du premier chauffage, est influencée de manière importante par le film d'oxyde de silicium et que l'augmentation de la courbure lors des paliers à 400°C est aussi principalement due à ce film. L'augmentation de la courbure observée lors du premier palier à 400°C est assez faible, elle peut être due à une relaxation de l'encapsulation ainsi qu'à une relaxation du cuivre (ou éventuellement à une relaxation du substrat dont la courbure a été négligée).

3.2. Effet de l'encapsulation

Les figures IV.15 et IV.16 présentent l'évolution de la courbure avec la température, mesurée parallèlement et perpendiculairement aux lignes de 1 μm , avec le nitrure de silicium comme encapsulation.

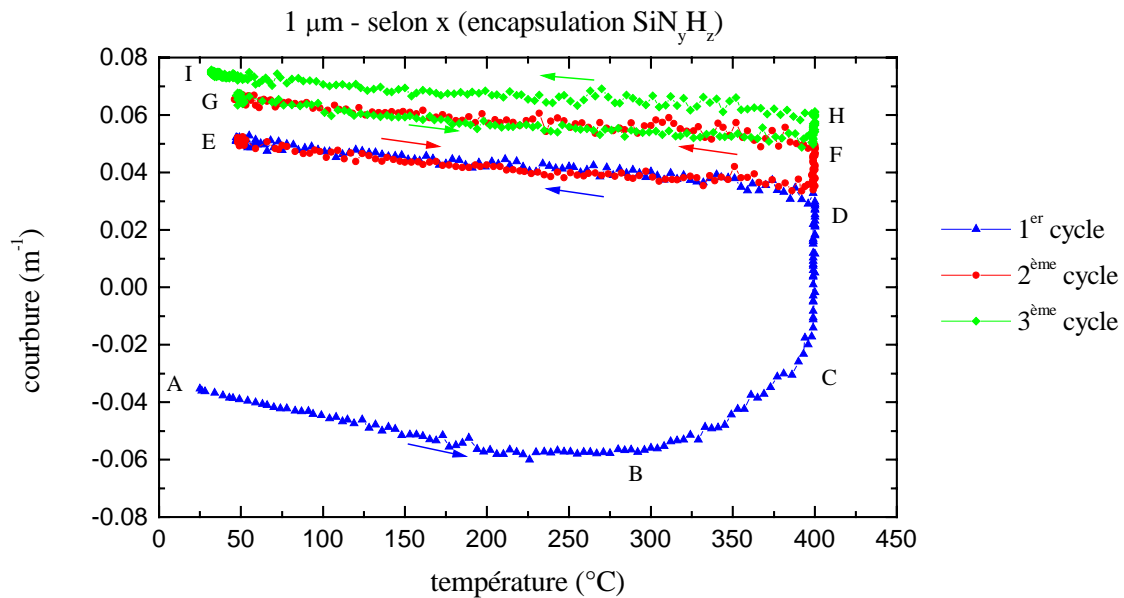


Figure IV.15 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée perpendiculairement aux lignes de 1 μm , avec le nitrure de silicium comme encapsulation

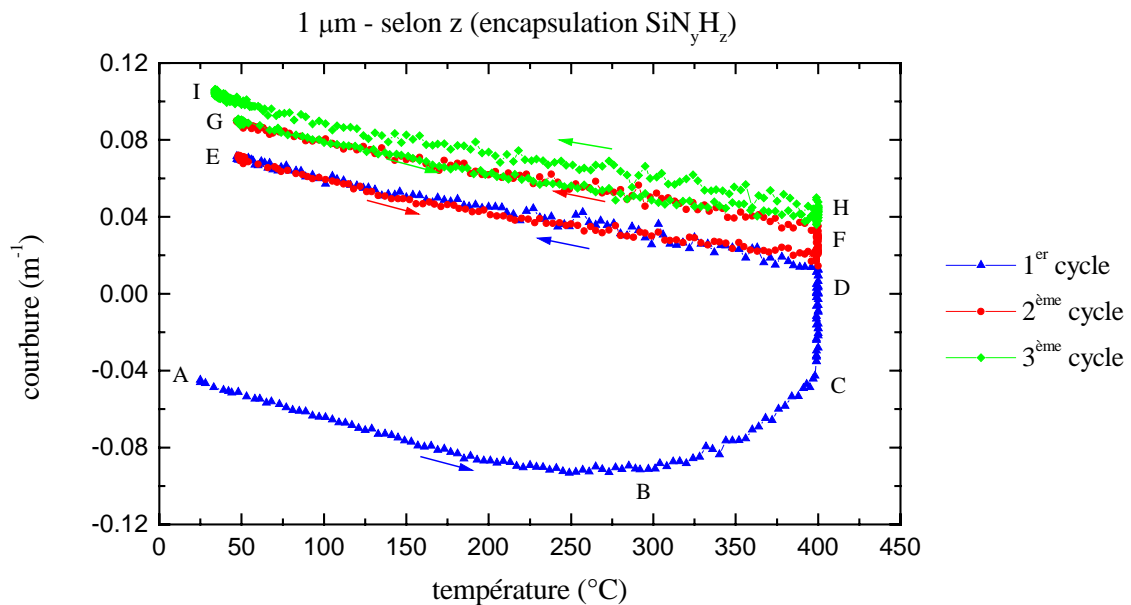


Figure IV.16 : Evolution de la courbure avec la température, mesurée parallèlement aux lignes de 1 μm , avec le nitrure de silicium comme encapsulation

Les tableaux IV.4 et IV.5 indiquent, pour l'échantillon avec le nitrure de silicium comme encapsulation :

- les pentes de l'évolution de la courbure avec la température, lors du premier chauffage, mesurées entre 40 et 300°C, c'est-à-dire entre A à B, puis 300 et 400°C, c'est-à-dire entre B et C,
- la moyenne des pentes de la courbure avec la température, lors du premier refroidissement et des deux derniers cycles, c'est-à-dire la moyenne des pentes observées entre D et E, F et G, H et I,
- l'augmentation de la courbure lors des 3 paliers à 400°C, c'est-à-dire entre C et D, D et F, F et H.

Les valeurs évaluées pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation sont également rappelées (dont l'évolution de la courbure avec la température a été présentée aux figures IV.10 et IV.11).

Tableau IV.4 : Pentes de la courbure avec la température, pour les lignes de 1 μm ayant le nitrure de silicium ou le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans le sens perpendiculaire (\perp) et parallèle aux lignes (\parallel)

Echantillon (encapsulation)	Sens de mesure	Pente de la courbure avec la température ($\times 10^{-5} \text{ m}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)		
		1 ^{er} chauffage entre 40 300°C entre A et B	1 ^{er} chauffage entre 300 et 400°C entre B et C	refroidissements
SiN _y H _z	\perp	- 9	40	- 4
	\parallel	- 20	50	- 20
SiC _x N _y H _z	\perp	- 10	30	- 9
	\parallel	- 20	30	- 20

Tableau IV.5 : Augmentation de la courbure lors des trois paliers à 400°C pour les lignes de 1 μm ayant le nitrure de silicium comme encapsulation, dans le sens perpendiculaire (\perp) et parallèle aux lignes (\parallel)

Echantillon (encapsulation)	Sens de mesure	Augmentation de la courbure ($\times 10^{-3} \text{ m}^{-1}$)		
		1 ^{er} palier entre C et D	2 ^{ème} palier entre D et F	3 ^{ème} palier entre F et H
SiN _y H _z	\perp	47	16	11
	\parallel	49	20	9
SiC _x N _y H _z	\perp	34	18	7
	\parallel	34	18	11

La pente de la courbure avec la température, en valeur absolue, est plus importante parallèlement aux lignes que perpendiculairement pendant tout le cycle. Ces observations sont similaires à celles effectuées sur les lignes de même largeur ayant le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation.

Cependant, après le premier chauffage, les pentes de la courbure avec la température, en valeur absolue, pour l'échantillon avec le nitrure de silicium comme encapsulation, sont :

- inférieures à celles évaluées pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- identiques à celles évaluées pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation dans le sens parallèle aux lignes.

Or la pente de la courbure avec la température, pour le nitrure de silicium seul, est positive alors qu'elle est négative pour le nitrure de silicium dopé au carbone. Cette observation expliquerait le fait que la pente de la courbure avec la température soit plus importante, en valeur relative, pour l'échantillon avec le nitrure de silicium comme encapsulation que pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation. Néanmoins, cette encapsulation ne représente que 5.7 %, en fraction volumique, par rapport à l'ensemble de la structure. Son influence ne semble pas suffisante pour être observée dans le sens parallèle aux lignes.

Lors des paliers à 400°C, l'augmentation de la courbure observée diminue avec le nombre de cycles. Il ne semble pas y avoir une influence importante du sens de mesure. Cette augmentation de la courbure a également été observée lors des paliers effectués à 400°C pendant les mesures de courbure réalisées sur le film de nitrure de silicium, déposé uniformément sur le substrat (cf chapitre III, §4).

Elle est plus importante au cours du premier cycle pour l'échantillon avec le nitrure de silicium comme encapsulation que pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone. La fraction volumique occupée par le film d'oxyde de silicium et par l'encapsulation est supposée identique pour les deux échantillons. Or l'augmentation de courbure lors des paliers à 400°C est plus faible pour le nitrure de silicium que pour le nitrure de silicium dopé au carbone. L'évolution de la courbure des échantillons avec les lignes, lors du premier palier

à 400°C, est alors en contradiction avec les observations réalisées sur les films minces. Les analyses microstructurales, réalisées sur ces échantillons, permettront d'évaluer les fractions volumiques exactes occupées par les différents films et de mieux comprendre ces résultats.

3.3. Relation entre la courbure et les contraintes

La formule de Stoney qui permet de relier les contraintes, σ , aux mesures du rayon de courbure, R , peut être étendue aux réseaux de lignes lorsque [Wikström et Gudmundson, 2000] :

- le substrat est élastique,
- les lignes sont longues par rapport à leurs dimensions transversales,
- l'épaisseur des lignes et de tout l'empilement est négligeable devant l'épaisseur du substrat.

Dans le repère défini à la figure IV.2, les contraintes moyennes dans les réseaux de lignes, parallèlement aux lignes, σ_{33} , et perpendiculairement, σ_{11} , sont telles que :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{33} \\ \sigma_{11} \\ \sigma_{31} \end{bmatrix} = \frac{1}{6} \frac{t_s^2}{t_e} C^s \begin{bmatrix} \frac{1}{R_{33}} \\ \frac{1}{R_{11}} \\ \frac{2}{R_{31}} \end{bmatrix} \quad (IV.1)$$

où t_s et t_e sont respectivement les épaisseurs du substrat et de l'empilement, C^s représente le tenseur des rigidités du substrat, R_{33} , R_{11} sont les rayons de courbure des réseaux de lignes, mesurés respectivement parallèlement et perpendiculairement aux lignes, et tels que la courbure des lignes soit égale à la courbure mesurée moins la courbure du substrat (supposée négligeable ici).

Dans le cas d'un matériau isotrope, l'expression du tenseur des souplesses est donnée par l'équation I.10 (cf chapitre I). Dans l'hypothèse des contraintes planes et dans le repère défini à la figure IV.2, $\sigma_{i2}=0$ ($i=1,2,3$).

Dans ces conditions, les relations entre les déformations, ε , et les contraintes, σ , sont, en notation de Voigt :

$$\begin{cases} \varepsilon_1 = \frac{1}{E} \sigma_1 - \frac{\nu}{E} \sigma_3 \\ \varepsilon_3 = -\frac{\nu}{E} \sigma_1 + \frac{1}{E} \sigma_3 \\ \varepsilon_5 = 2 \frac{1+\nu}{E} \sigma_5 \end{cases} \quad (IV.2)$$

Le tenseur des rigidités du substrat s'écrit alors :

$$C^s = \frac{E_s}{1-\nu_s^2} \begin{bmatrix} 1 & \nu_s & 0 \\ \nu_s & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1-\nu_s}{2} \end{bmatrix} \quad (IV.3)$$

avec E_s et ν_s le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat.

Finalement, les contraintes moyennes dans les réseaux de lignes, parallèlement, σ_{33} , et perpendiculairement, σ_{11} , aux lignes sont telles que :

$$\begin{cases} \sigma_{33} = \frac{1}{6} \frac{t_s^2}{t_e} \frac{E_s}{1-\nu_s^2} \left(\frac{1}{R_{33}} + \nu_s \frac{1}{R_{11}} \right) \\ \sigma_{11} = \frac{1}{6} \frac{t_s^2}{t_e} \frac{E_s}{1-\nu_s^2} \left(\frac{1}{R_{11}} + \nu_s \frac{1}{R_{33}} \right) \end{cases} \quad (IV.4)$$

(la contrainte σ_{31} est nulle en l'absence de cisaillement dans le plan).

Les figures IV.17 à IV.20 présentent la variation de l'évolution de la contrainte avec la température lors du dernier cycle thermique imposé (la contrainte à 50°C au début de ce dernier cycle est choisie comme origine), perpendiculairement et parallèlement aux lignes, pour les quatre réseaux de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation.

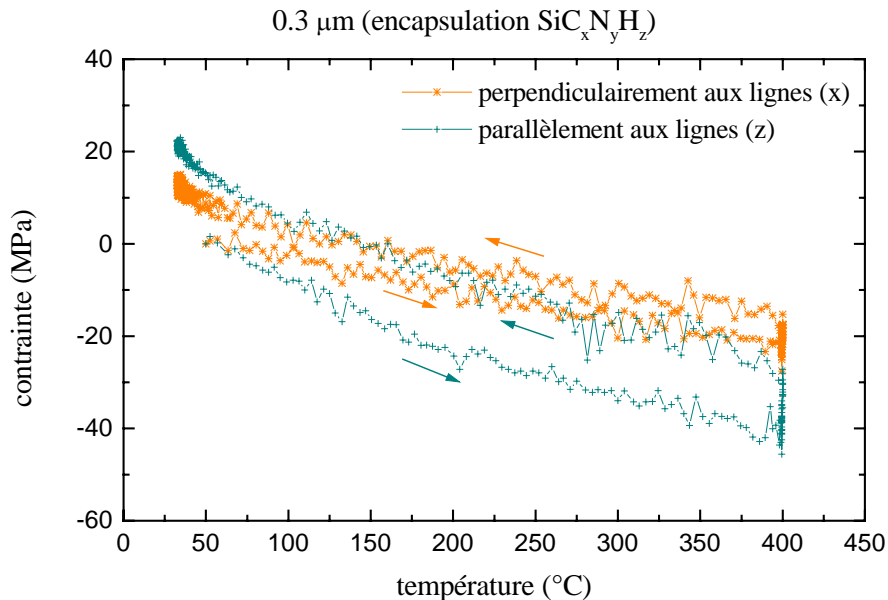


Figure IV.17 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.3 µm, perpendiculairement et parallèlement aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

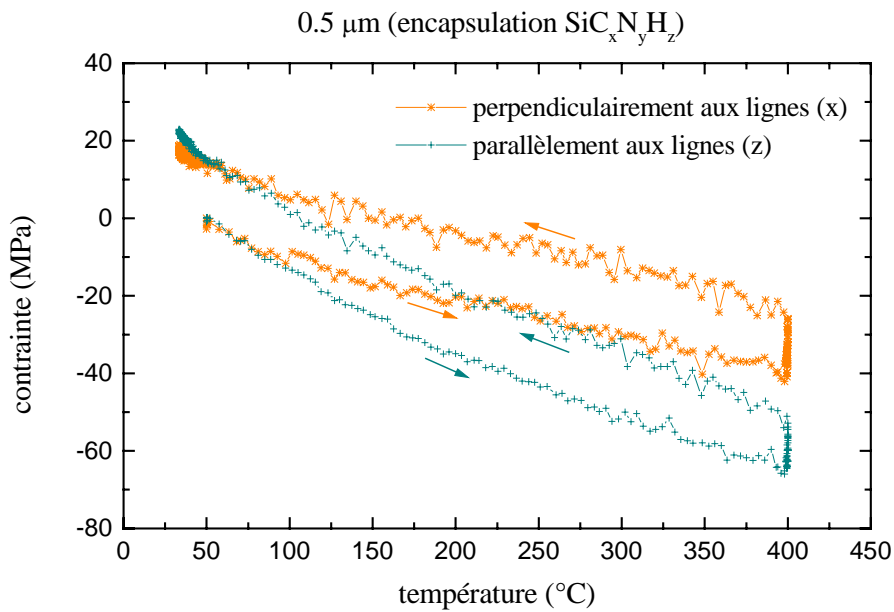


Figure IV.18 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.5 μm , perpendiculairement et parallèlement aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

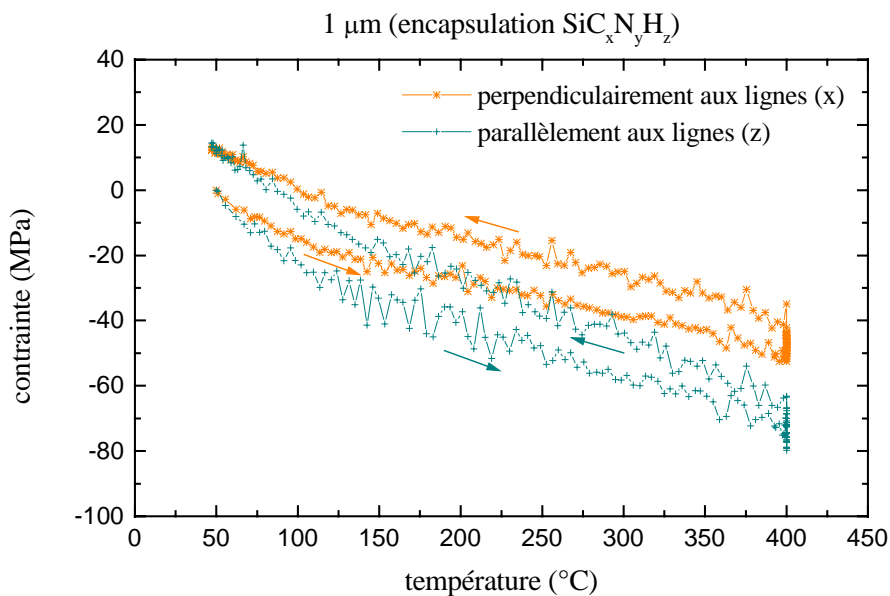


Figure IV.19 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 μm , perpendiculairement et parallèlement aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

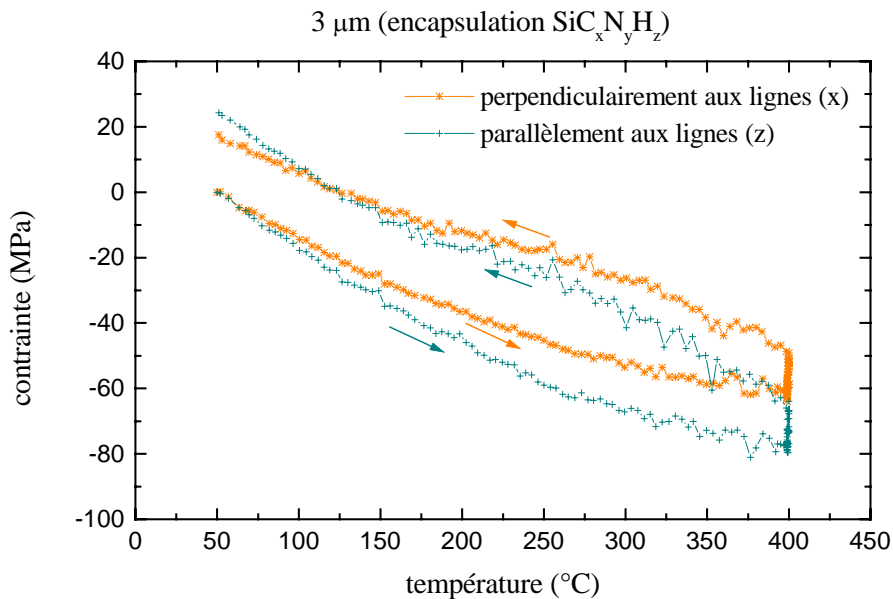


Figure IV.20 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 3 µm, perpendiculairement et parallèlement aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Pour les quatre réseaux de lignes, les évolutions de la contrainte en fonction de la température sont similaires à celles de la courbure. Lorsque la température augmente, la contrainte diminue. Une légère relaxation est observée lors du palier à 400°C. La contrainte diminue plus rapidement avec la température parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Plus les lignes sont larges, plus la variation de la contrainte avec la température est importante.

Pour les réseaux de lignes dont la largeur est comprise entre 0.3 et 1 µm, l'évolution de la contrainte, lorsque la température varie entre 50 et 400°C :

- est linéaire dans le sens perpendiculaire aux lignes, au cours du chauffage comme du refroidissement,
- indique un léger changement de pente, vers 200°C, au cours du chauffage, dans le sens parallèle aux lignes,
- est linéaire au cours du refroidissement, dans le sens parallèle aux lignes.

Pour les réseaux de lignes de 3 µm, l'évolution de la contrainte, lorsque la température varie entre 50 et 400°C :

- indique un changement de pente, vers 200°C, au cours du chauffage, dans le sens perpendiculaire et dans le sens parallèle aux lignes,
- est linéaire au cours du refroidissement, dans le sens perpendiculaire et dans le sens parallèle aux lignes.

Par conséquent, les réseaux de lignes dont la largeur est comprise entre 0.3 et 1 µm semblent avoir un comportement quasiment élastique alors que les réseaux de lignes dont la largeur est

de 3 μm ont un comportement élasto-plastique, la déformation plastique intervenant essentiellement au cours du chauffage.

La limite d'élasticité d'un film mince est plus élevée que celle d'un matériau massif, d'après la relation de Hall-Petch, car les grains, dont la taille est limitée par l'épaisseur du film, sont plus petits. Les films minces ont aussi une densité de dislocations plus importante, dont le mouvement est bloqué par le substrat, ainsi qu'une plus grande quantité d'impuretés [Doerner et Nix, 1986; Nix, 1989]. De même, lorsque le film est déposé sous forme de lignes dont les dimensions sont assez petites suivant leur largeur, leur limite d'élasticité est probablement plus élevée que celle du film mince associé. Plus les dimensions des lignes diminuent, plus la taille des grains diminue vraisemblablement, au moins suivant la largeur des lignes, ce qui réduit la longueur de ligne des dislocations intragranulaires et leur mobilité. Ainsi, lorsque les dimensions des lignes diminuent, la limite d'élasticité augmente vraisemblablement. Les analyses microstructurales, réalisées sur ces échantillons, permettront d'observer la taille des grains de cuivre dans le sens de la largeur des lignes.

Par conséquent, les lignes dont la largeur est comprise entre 0.3 et 1 μm , qui indiquent un comportement élastique entre 50 et 400°C, ont vraisemblablement une limite d'élasticité plus élevée que les lignes de 3 μm (et les films minces) qui ont un comportement élasto-plastique.

La figure IV.21 présente la variation de l'évolution de la contrainte avec la température lors du dernier cycle thermique imposé (la contrainte à 50°C au début de ce dernier cycle est choisie comme origine), perpendiculairement et parallèlement aux lignes, pour le réseau de lignes de 1 μm avec le nitrure de silicium comme encapsulation.

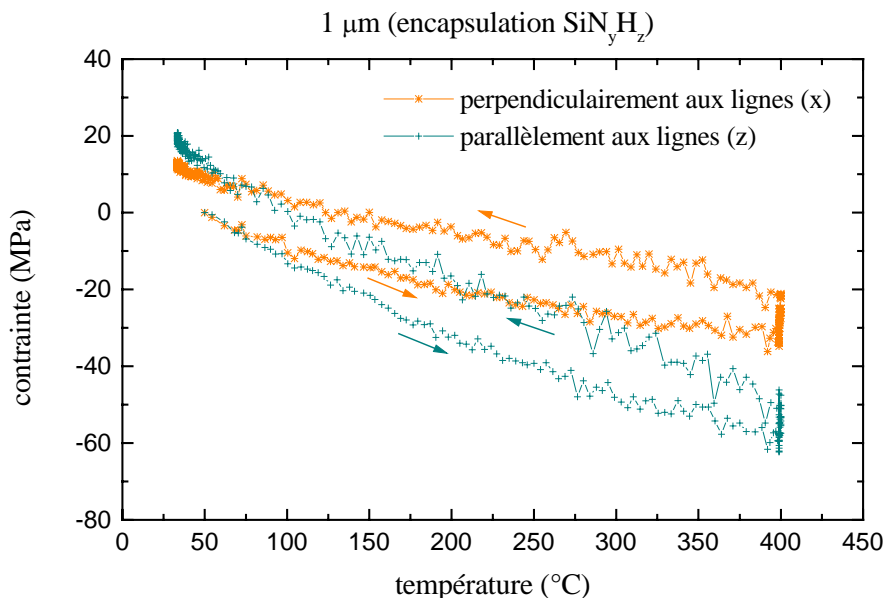


Figure IV.21 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 μm , perpendiculairement et parallèlement aux lignes, avec le nitrure de silicium comme encapsulation

Comme pour les échantillons précédents, la contrainte diminue lorsque la température augmente. Une légère relaxation est observée lors du palier à 400°C. La contrainte diminue plus rapidement avec la température parallèlement aux lignes que perpendiculairement. L'évolution de la contrainte, lorsque la température varie entre 50 et 400°C :

- est linéaire dans le sens perpendiculaire aux lignes, au cours du chauffage comme du refroidissement,
- indique un léger changement de pente, vers 200°C, au cours du chauffage, dans le sens parallèle aux lignes,
- est linéaire au cours du refroidissement, dans le sens parallèle aux lignes.

Ces réseaux de lignes semblent donc avoir un comportement quasiment élastique.

La variation de la contrainte avec la température est inférieure à celle observée pour les réseaux de lignes de 1 µm avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation (figure IV.19), parallèlement et perpendiculairement aux lignes.

3.4. Bilan

La courbure des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs et avec deux encapsulations finales possibles, a été mesurée perpendiculairement et parallèlement aux lignes, au cours de trois cycles thermiques.

La courbure initiale des échantillons, à 40°C, est négative. Elle dépend de l'échantillon mesuré. On s'intéresse donc uniquement à l'évolution de la courbure avec la température.

Cette évolution, lors du premier chauffage et des paliers réalisés à 400°C, semble influencée de manière importante par le comportement du film inférieur d'oxyde de silicium.

Après le premier chauffage, la pente de la courbure avec la température, en valeur absolue :

- est plus importante parallèlement aux lignes que perpendiculairement,
- augmente lorsque la largeur des lignes augmente, dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- augmente lorsque la largeur des lignes augmente de 0.3 à 0.5 µm, puis devient constante, dans le sens parallèle aux lignes.

Ces évolutions semblent fortement liées à la déformation du film de cuivre.

Après ce premier chauffage, les lignes de 0.3, 0.5 et 1 µm semblent avoir un comportement élastique, lorsque la température varie continûment entre 50 et 400°C, alors que les lignes de 3 µm semblent avoir un comportement élasto-plastique.

L'effet de l'encapsulation, évalué dans le cas des lignes de 1 µm, apparaît essentiellement dans le sens perpendiculaire. Après le premier chauffage, les pentes de la courbure avec la température, en valeur absolue, pour l'échantillon avec le nitrure de silicium comme encapsulation, sont :

- inférieures à celles évaluées pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation dans le sens perpendiculaire aux lignes,

- identiques à celles évaluées pour l'échantillon avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation dans le sens parallèle aux lignes.

La formule de Stoney a été utilisée pour transformer les courbures mesurées en contraintes lors du dernier cycle thermique imposé.

Pour tous les échantillons étudiés, quelle que soit l'encapsulation, la contrainte diminue lorsque la température augmente. Une légère relaxation est observée lors du palier à 400°C. La contrainte diminue plus rapidement avec la température parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Plus les lignes sont larges, plus la variation de la contrainte avec la température est importante. Le comportement quasiment élastique des réseaux de lignes dont la largeur est comprise entre 0.3 et 1 μm est à nouveau observé alors que les réseaux de lignes dont la largeur est de 3 μm ont un comportement élasto-plastique, la déformation plastique intervenant essentiellement au cours du chauffage. Ce changement de comportement est probablement dû à une augmentation de la limite d'élasticité du film de cuivre.

Dans le cas des réseaux de lignes de 1 μm , la variation de la contrainte avec la température est plus faible lorsque les lignes sont encapsulées par le film de nitrure de silicium que lorsque les lignes sont encapsulées par le film de nitrure de silicium dopé au carbone, perpendiculairement et parallèlement aux lignes.

4. Caractérisation microstructurale des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

Les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », sont observés par microscopie électronique à transmission, selon leur section transverse. Sept échantillons sont étudiés :

- les cinq échantillons précédents, c'est-à-dire les quatre réseaux de lignes, de largeur 0.3, 0.5, 1 et 3 μm , avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, ainsi que le réseau de lignes, de largeur 1 μm , avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation, après les mesures de courbure et les trois cycles thermiques,
- deux échantillons « bruts », n'ayant pas subi les trois cycles thermiques, correspondant aux réseaux de lignes, de 0.3 et 3 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation.

Les dimensions des différents films et la géométrie des systèmes sont examinées. De plus, l'évolution structurale des films et notamment de la cristallinité du cuivre avec le chargement thermique et la largeur des lignes est étudiée. Les analyses permettent également de vérifier l'efficacité des barrières métalliques et diélectriques (décohésion aux interfaces ou éventuelles diffusions).

4.1. Préparation des lames et microscope

Les lames minces ont été préparées par le groupe caractérisation au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale. L'amincissement est réalisé grâce à un faisceau d'ions focalisé sur l'échantillon. Il est assez délicat car les échantillons sont assez petits (100 mm²) et le substrat est mince (180 µm).

Deux préparations différentes ont été utilisées :

- pour les échantillons observés après les mesures de courbure, un film de platine est déposé par faisceau d'électrons sur leur surface supérieure, afin de la protéger. Ce dépôt de platine a cependant entraîné un retrait du diélectrique "low-k", un écrasement des films diélectriques supérieurs et peut aussi être responsable des fissures observées dans le nitrure de silicium servant d'encapsulation.
- pour les échantillons « bruts », un film de silicium amorphe est déposé sur la surface supérieure des échantillons ainsi qu'un film de tungstène par faisceau d'ions. Cette fois, des résidus, essentiellement de cuivre, sont observés lors de l'observation au microscope. Ces résidus sont vraisemblablement dus à l'amincissement qui aurait entraîné une re-déposition du cuivre.

L'analyse microstructurale a été réalisée au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris avec le microscope FEI Tecnai F20 S-TWIN. La tension d'accélération utilisée est de 200 kV et la résolution spatiale ponctuelle d'environ 2 Å. Le microscope est employé en imagerie conventionnelle, en fond clair et en fond noir. Pour l'analyse semi-quantitative des éléments chimiques, il est utilisé en mode balayage (STEM : « Scanning Transmission Electron Microscopy »), avec une taille de sonde, dans les conditions de cette étude, de 3 nm et un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDX : « Energy Dispersive X-ray »).

4.2. Géométrie des échantillons

Les figures suivantes présentent quelques images obtenues pour les différents échantillons.

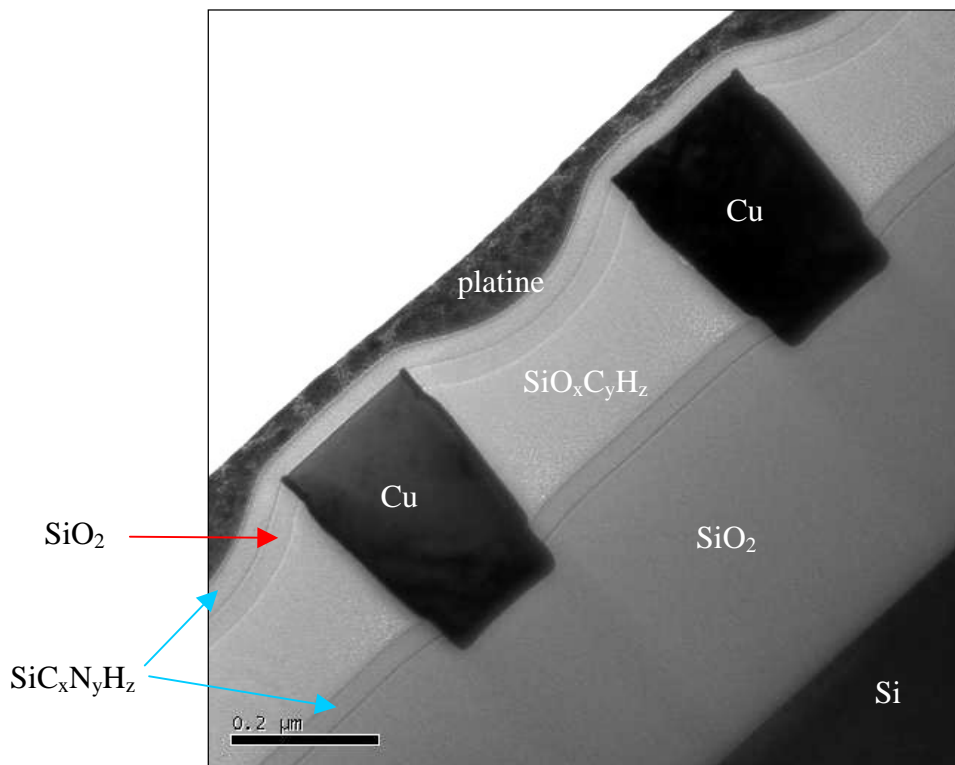


Figure IV.22 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de 0.3 μm, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, après les mesures de courbure

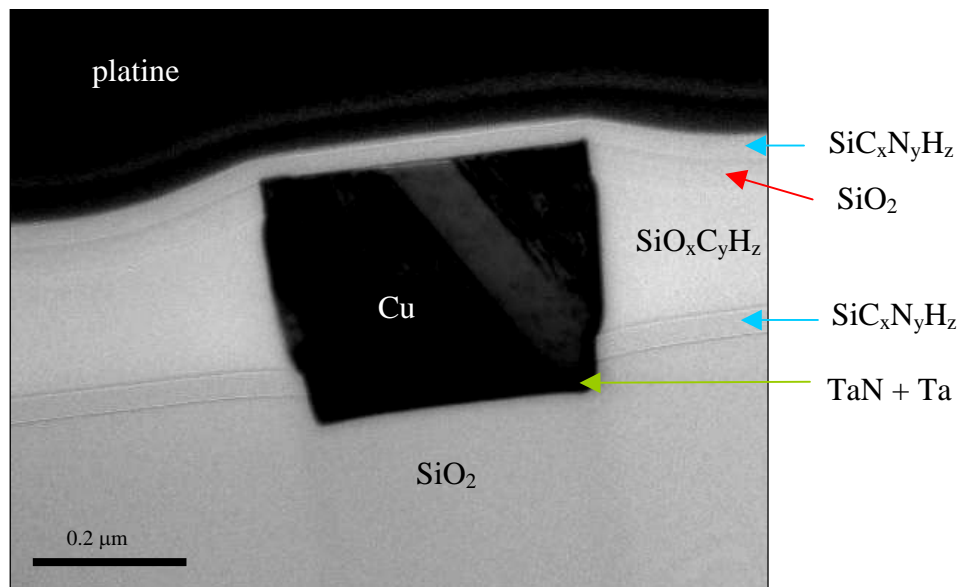


Figure IV.23 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de 0.5 μm, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, après les mesures de courbure

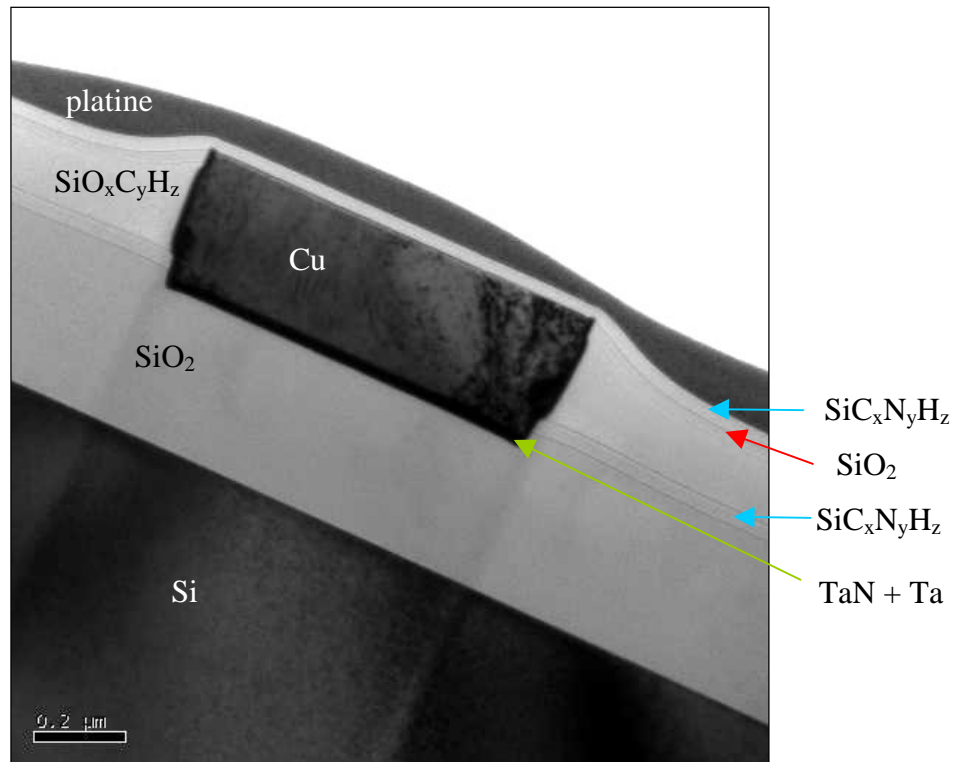


Figure IV.24 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de 1 μm, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, après les mesures de courbure

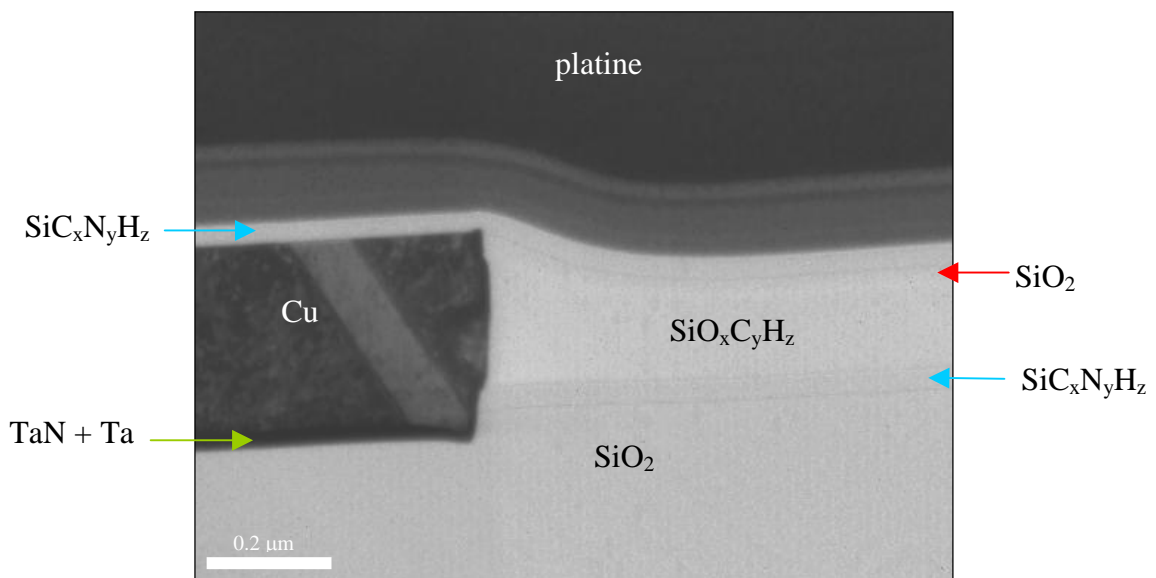


Figure IV.25 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de 3 μm, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, après les mesures de courbure

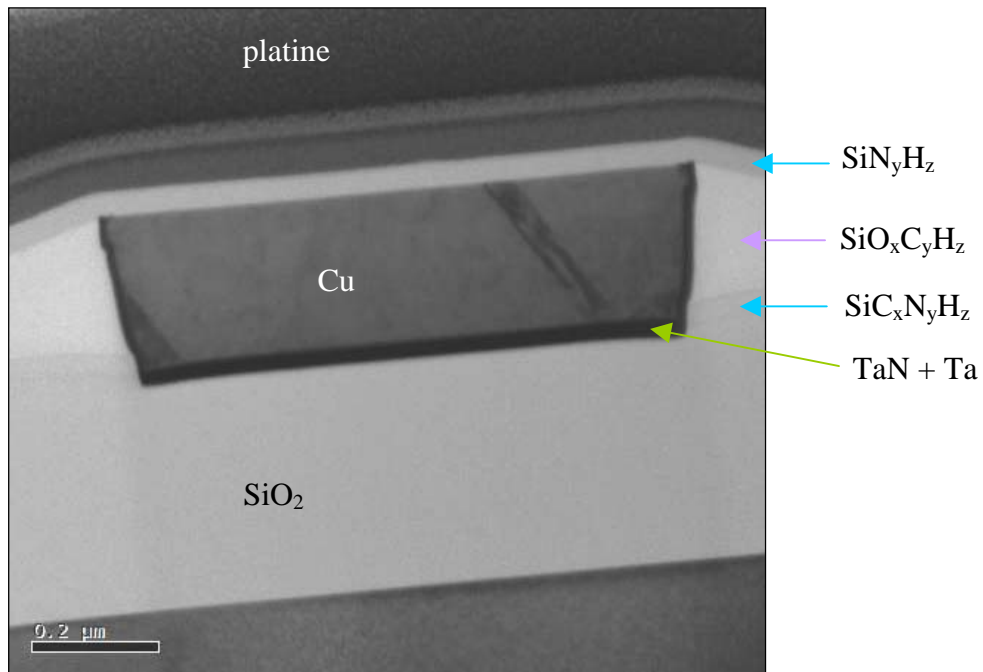


Figure IV.26 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de 1 μm, avec le nitrure de silicium comme encapsulation, après les mesures de courbure

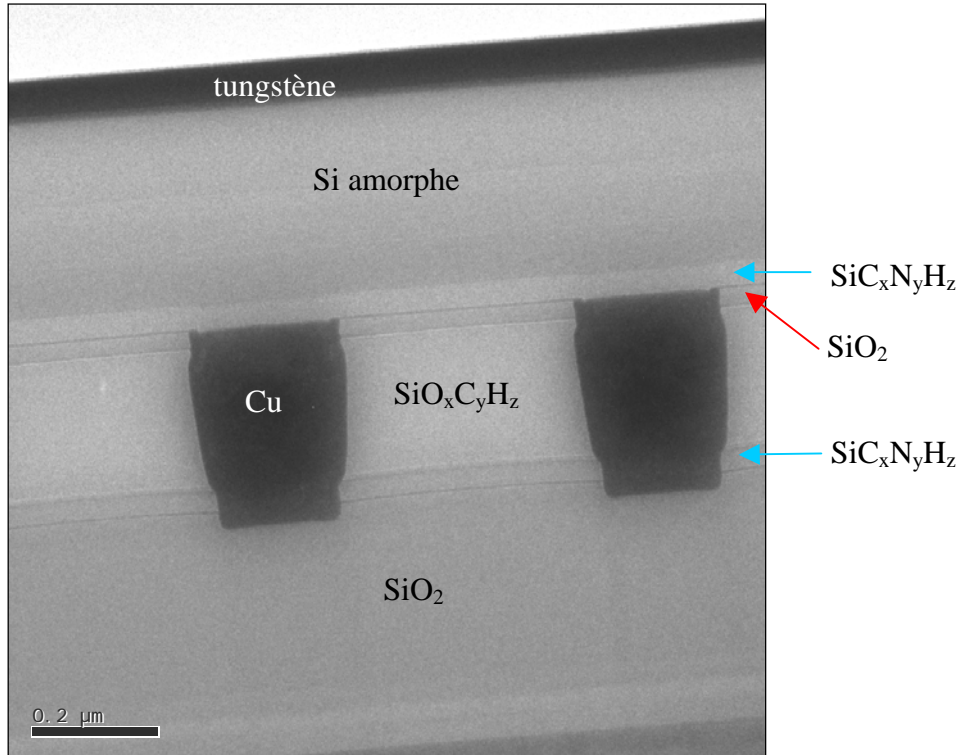


Figure IV.27 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de 0.3 μm « brutes », avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

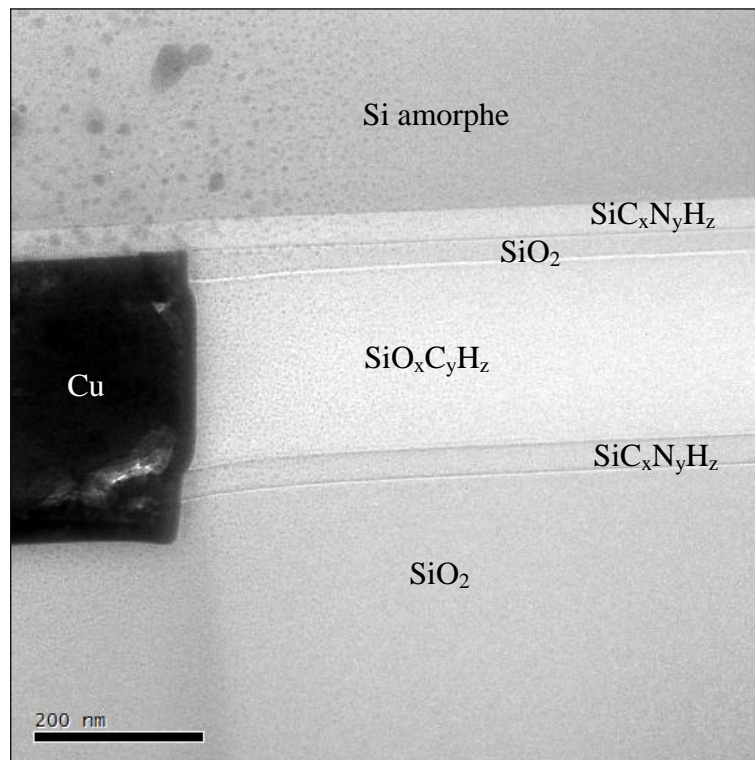


Figure IV.28 : Image en fond clair obtenue dans le cas des lignes de $3\ \mu\text{m}$ « brutes », avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Pour tous les réseaux de lignes, on constate la pénétration des lignes de cuivre dans le film d'oxyde de silicium inférieur indiquant la sur-gravure du film. L'épaisseur gravée est estimée et indiquée dans le tableau IV.6. L'épaisseur des films métalliques est également mesurée et notée dans ce tableau (l'épaisseur du film de cuivre peut être calculée à partir des mesures de l'épaisseur de la barrière métallique au niveau de la paroi inférieure et de l'épaisseur de l'ensemble barrière métallique + cuivre).

Pour les lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, le film supérieur d'oxyde de silicium n'a pas été totalement éliminé par le polissage et est observé entre le diélectrique « low-k » et l'encapsulation. Par contre, ce film n'est pas observé dans le cas du réseau de lignes avec le nitrure de silicium comme encapsulation. Ainsi, le polissage a été interrompu directement dans le diélectrique « low-k » et a pu endommager la surface de ce film. La surface du diélectrique « low-k », qui était, après le dépôt, légèrement plus dense grâce au post-traitement à l'hélium (cf chapitre III, §1.2) a pu devenir hydrophile et adsorber de l'eau. Le film contient aussi peut être des impuretés dues au polissage. Ces espèces adsorbées à la surface du film sont ensuite probablement désorbées lors des mesures de courbure, pendant les paliers effectuées à 400°C et principalement lors du premier palier. Cela pourrait expliquer le fait que l'augmentation de la courbure, lors du premier palier à 400°C , observée sur le réseau de lignes avec le nitrure de silicium comme encapsulation est plus importante que celle observée sur le réseau de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation.

Les épaisseurs moyennes des différents films ainsi que les largeurs moyennes des lignes et des interlignes, mesurées à mi-hauteur, sont indiquées pour les cinq réseaux de lignes, après les mesures de courbure, dans le tableau IV.6 ci-dessous.

Tableau IV.6 : Géométrie des réseaux de lignes après les mesures de courbure : épaisseurs des différents films, largeurs des lignes et espaces interlignes

	Lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation				Lignes de 1 μm avec le nitrure de silicium comme encapsulation
	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm	
épaisseur SiO_2 inférieur sous les diélectriques (nm)	394	388	394	387	385
épaisseur SiO_2 inférieur sous la ligne métallique (nm)	355	348	352	351	364
épaisseur SiO_2 inférieur gravé sous la ligne métallique (nm)	39	40	42	36	21
épaisseur $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ inférieur (nm)	36	35	40	40	31
épaisseur $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ (nm)	233	231	227	230	226
épaisseur SiO_2 supérieur (nm)	34	41	35	35	0
Epaisseur encapsulation $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ ou SiN_yH_z (nm)	31	32	30	34	37
épaisseur TaN+Ta sur la paroi inférieure (nm)	24	26	31	29	30
épaisseur TaN+Ta sur la paroi latérale (nm)	9	10	9	10	11
épaisseur TaN+Ta + Cu (nm)	342	347	344	341	278
largeur ligne w_1 (nm)	208	462	997	3 150	948
largeur interligne w_2 (nm)	412	594	1 096	3 350	1 020

Les épaisseurs des films diélectriques mesurées sont assez proches des valeurs attendues. Les écarts entre les valeurs dépendent non seulement des incertitudes de mesure mais aussi des procédés de dépôt et de l'uniformité des films.

Les images ne permettent pas de différencier la barrière métallique TaN de la barrière Ta. Cette double barrière est cependant plus fine au niveau des parois latérales de la ligne qu'au niveau de la paroi inférieure de la ligne. Ceci est dû à la méthode de dépôt (PVD) : le dépôt est peu conforme et il n'est pas uniforme lors du remplissage de petits espaces comme les lignes.

Enfin, la largeur des lignes est inférieure aux valeurs attendues et la largeur interligne est au contraire supérieure. Mais la somme de ces deux largeurs est assez proche de la dimension souhaitée. L'écart entre les dimensions mesurées et celles attendues est surtout important dans

le cas des lignes fines. Ainsi, pour les lignes de $0.3 \mu\text{m}$, la largeur interligne vaut le double de la largeur des lignes.

Les deux échantillons « bruts » ont également été mesurés. Leurs dimensions sont similaires à celles des échantillons ayant subi les trois cycles thermiques. Le recuit ne semble pas avoir d'influence.

Les diélectriques sont amorphes. La barrière métallique apparaît également comme un film amorphe même si le tantale est un film cristallisé (son caractère cristallin peut être observé à haute résolution). Le cuivre et le silicium sont des matériaux cristallisés.

4.3. Microstructure du cuivre

Les échantillons sont uniquement observés selon leur section transverse.

Pour les lignes fines, un seul grain est observé (selon la largeur des lignes). La taille des grains dans cette direction est limitée par la largeur de la ligne. Pour les lignes plus larges, les grains peuvent avoir une dimension inférieure ou égale à la largeur de la ligne. La taille des grains (selon la largeur des lignes) semble augmenter lorsque la largeur des lignes augmente. Cette observation est en accord avec la littérature [Besser et al, 2001; Field et al, 2001; Mirpuri et al, 2003; Ji et al, 2004; Wu et al, 2004]. La taille des grains se stabilise cependant au-delà d'une certaine largeur de ligne. Ainsi la taille moyenne des grains estimée est comprise entre 2 et $2.3 \mu\text{m}$ après un recuit à 400°C dans un four, lorsque le film, d'épaisseur 700 nm , de largeur considérée comme infinie, est déposé uniformément, par voie électrochimique, sur l'empilement formé de 150 nm de cuivre PVD et d'une barrière métallique composée de tantale et de nitrure de tantale, dans les mêmes conditions que le film étudié, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale [Grégoire et al -2, 2005].

Cette observation confirme l'hypothèse formulée au paragraphe 3.3 : plus les dimensions des lignes diminuent, plus la taille des grains de cuivre diminue, selon la largeur des lignes. Les lignes de largeur $3 \mu\text{m}$ peuvent avoir des grains de même taille que les films minces. Dans les deux cas, leur comportement est élasto-plastique entre 50 et 400°C . Les lignes de cuivre dont la largeur est comprise entre 0.3 et $1 \mu\text{m}$ sont constituées de grains plus petits, ce qui diminue la longueur de ligne des dislocations intragranulaires et leur mobilité. Au-dessous de $1 \mu\text{m}$, lorsqu'il n'y a plus en moyenne qu'un grain dans la largeur de la ligne, les dislocations sont accrochées par les bords de la ligne et ne sont plus mobiles. La limite d'élasticité du cuivre est alors plus élevée et les lignes de cuivre ont un comportement élastique entre 50 et 400°C .

On note une tendance à la texturation du cuivre telle que la direction $\langle 110 \rangle$ soit parallèle à la direction de la ligne, bien que ce ne soit pas systématique.

De nombreuses macles sont observées, par exemple à la figure IV.29. Un exemple de diffractogramme de deux grains de cuivre, notés G1 et G2, en relation de macle est présenté à la figure IV.30. L'axe de zone pour les deux grains est $[1\bar{1}0]$. On passe de G1 à G2 par une

rotation de 70° autour de $[1\bar{1}0]$. Le plan de macle est $\{111\}$ puisque cette rotation amène les plans $(111)_{G1}$ en coïncidence avec les plans $(\bar{1}11)_{G2}$. Par les opérations de symétrie du système cubique, une rotation de 70.53° autour de $\langle 110 \rangle$ est équivalente à une rotation de 60° autour de $\langle 111 \rangle$. Cette relation d'orientation est décrite par un indice de coïncidence $\Sigma 3$, car la maille du réseau de nœuds en coïncidence a un volume triple de la maille élémentaire du cuivre.

Pour un métal cristallisant dans un réseau cubique face centrée comme le cuivre, les plans de macle les plus simples sont les plans miroirs $\{111\}$ ou $\{211\}$ (plans communs aux deux réseaux). Les deux réseaux sont désorientés de 60° par rapport à l'axe $\langle 111 \rangle$ (indice de coïncidence $\Sigma 3$) [Barrett, 1957; ASM, 1979]. Ces macles $\Sigma 3$ ont aussi été observées par d'autres auteurs dans des lignes de cuivre déposées par voie électrochimique [Field et al, 2001; Mirpuri et al, 2003; Ji et al, 2004].

La figure IV.32 indique les orientations de macles par rapport à la ligne de cuivre qui ont été observées. Elles sont définies à l'aide des traces des principaux plans illustrées à la figure IV.31. La lame mince est orientée de façon à amener le substrat de silicium en axe de zone $\langle 110 \rangle$ (parallèle à la direction du faisceau d'électrons). L'axe de la ligne de cuivre, $\langle 110 \rangle$, est alors également en axe de zone. L'orientation des plans de macle permet de remonter aux indices du plan de base des lignes. Les clichés montrent que la majorité des traces de macles $\{111\}$ sont à $\sim 55^\circ$ de la base des lignes. Pour ces orientations, le plan de base est donc $\{100\}$. Les trois derniers clichés montrent des macles $\{211\}$, avec des plans de base $\{100\}$ ou $\{111\}$. Il semblerait alors, d'après l'analyse de ces douze photos, que le plan de base des lignes de cuivre soit majoritairement le plan $\{100\}$.

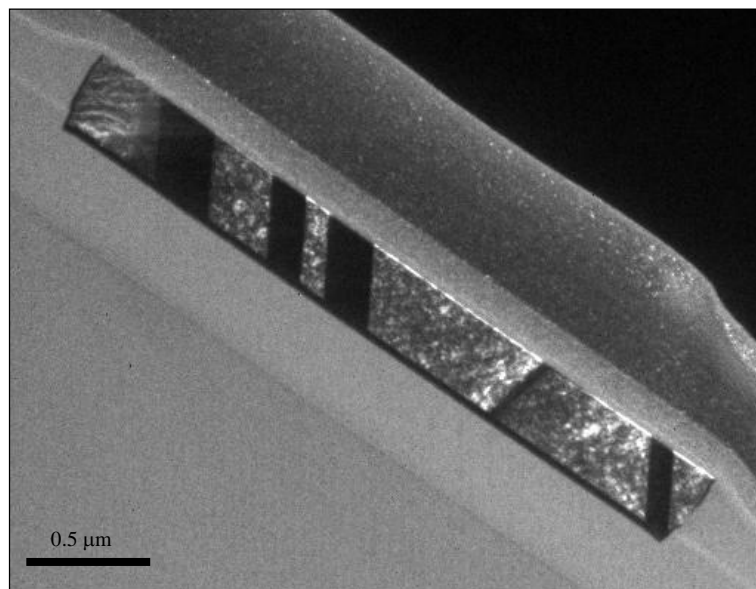


Figure IV.29 : Image en fond noir obtenue dans le cas des lignes de $3\ \mu\text{m}$, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, après les mesures de courbure

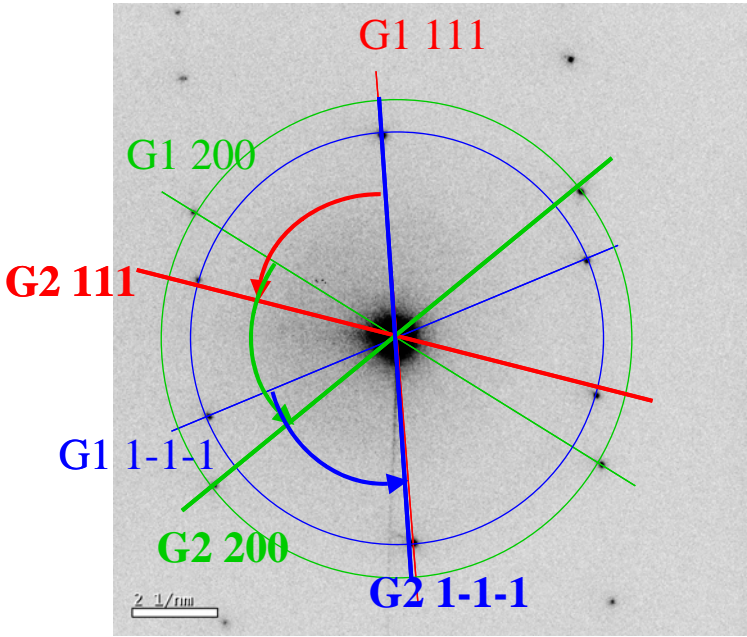


Figure IV.30 : Diffractogramme du cuivre

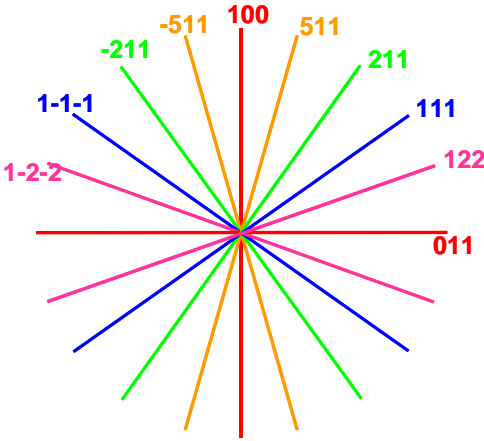


Figure IV.31 : Traces des principaux plans contenant l'axe de la ligne $[01-1]$

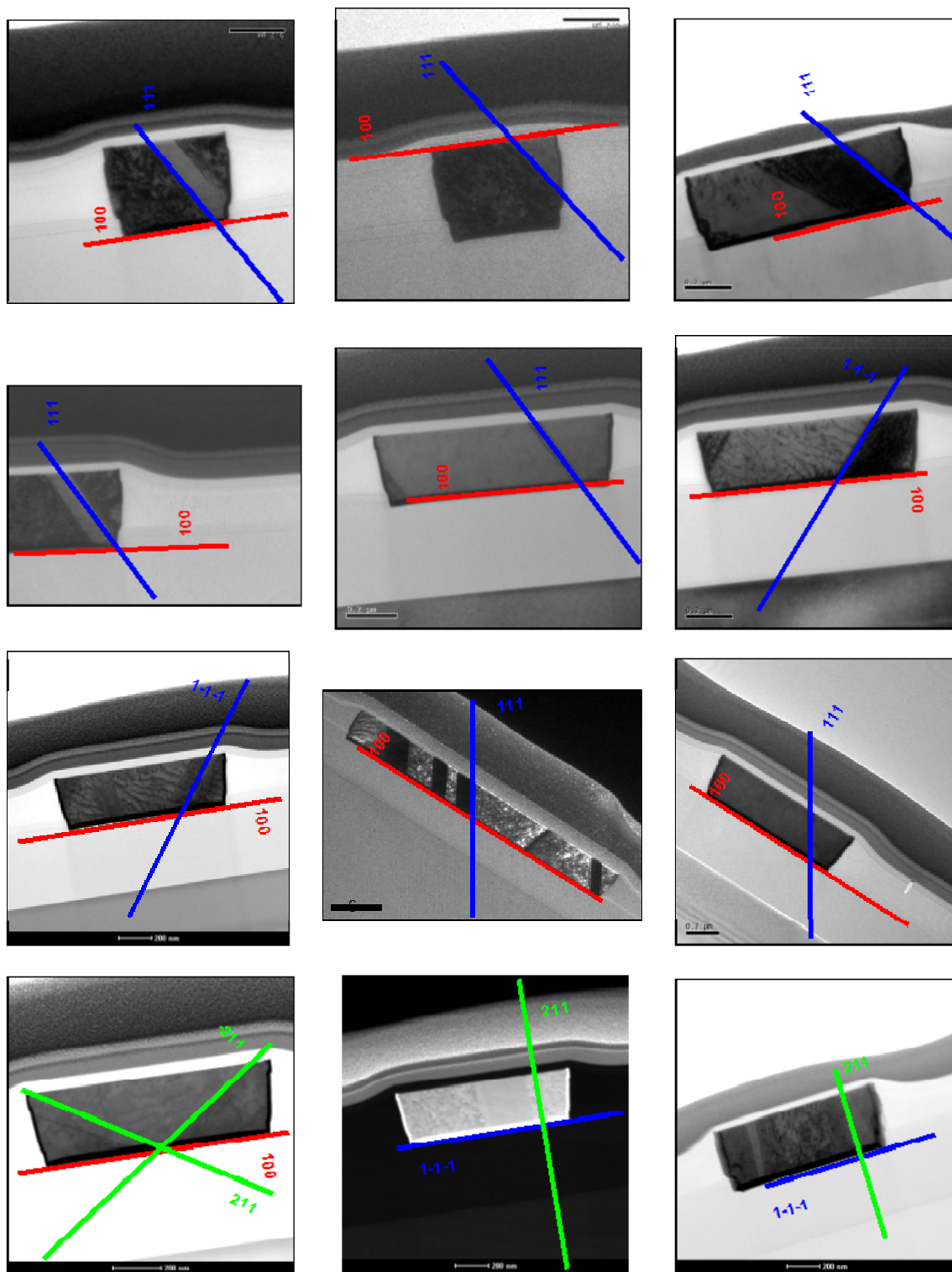


Figure IV.32 : Observation et orientation des macles par rapport à la ligne de cuivre

Un métal cristallisant dans un réseau cubique face centrée comme le cuivre a une direction de croissance préférentielle telle que le plan {111} soit parallèle à la surface du film (croissance selon le plan dense {111}).

La texture du film dépend néanmoins des conditions de dépôt [Field et al, 2001]. L'orientation cristallographique d'un film de cuivre, après un recuit à 400°C dans un four, est telle que 40.0 % des grains sont orientés suivant le plan {100} et le plan {221} de la macle associée et 28.7 % des grains sont orientés suivant le plan {111} et le plan {511} de la macle associée, lorsque ce film, d'épaisseur 700 nm, est déposé uniformément, par voie électrochimique, sur l'empilement formé de 150 nm de cuivre PVD et d'une barrière métallique composée de tantale et de nitrure de tantale, dans les mêmes conditions que le film étudié, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale [Grégoire et al -2, 2005]. Cette texture est en accord avec les observations réalisées sur les lignes de cuivre étudiées : le plan de base majoritaire est le plan {100}, le plan de base {111} a également été observé mais en plus faible proportion.

D'autres auteurs ont observé une texture de fibre {111} dans un film de cuivre déposé uniformément sur un substrat [Kasthurirangan et al, 1999; Besser et al, 2001; Baldacci et al, 2004; Ji et al, 2004; Lee et al, 2005].

Pour un film de cuivre déposé par voie électrochimique sous forme de lignes, les parois de la ligne affectent la nucléation et la croissance des grains. Ainsi, la nucléation et la croissance s'effectuent non seulement à partir de la paroi inférieure mais aussi à partir des parois latérales. Néanmoins, la proportion de grains dont la nucléation s'effectue à partir des parois latérales des lignes est assez faible, et intervient surtout lorsque la largeur des lignes est inférieure à 1 µm. Les lignes conservent une forte texture telle que le plan {111} soit parallèle à la paroi inférieure (la macle associée est le plan {511}) [Huot et al, 1999; Besser et al, 2001; Ji et al, 2004].

Le plan {111} peut ensuite être orienté. Pour Kasthurirangan et al, le plan {111} observé dans des lignes de cuivre de 0.2 µm est faiblement orienté (5%) de telle sorte que la direction <110> contenue dans ce plan soit parallèle à la direction des lignes [Kasthurirangan et al, 1999]. Mirpuri et Szpunar ont examiné l'orientation cristalline de lignes de cuivre, déposées dans deux bains électrochimiques différents, de largeur comprise entre 0.18 et 100 µm. La texture prédominante est une texture de fibre {111}. La présence de plans {111} orientés de telle sorte que la direction <110> ou la direction <211>, contenue dans ce plan, soit parallèle à la direction de la ligne est également observée. L'orientation des plans {111} dépend des conditions de dépôt et de la largeur des lignes [Mirpuri et Szpunar, 2003]. Baldacci et al ont examinées la texture de lignes de cuivre déposées dans les mêmes conditions que les échantillons étudiés, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale. Les lignes fines de 0.3 µm ont une forte orientation préférentielle telle que la direction <110> soit parallèle à la direction de la ligne. Pour les lignes de largeur 3 µm, cette orientation n'apparaît pas [Baldacci et al, 2004]. Pour Lee et al, la texture préférentielle des lignes de cuivre, de largeur comprise entre 0.14 et 0.3 µm, est telle que le plan {111} soit parallèle à la paroi inférieure, et orienté tel que direction <110> contenue dans ce plan soit parallèle à la direction des lignes. La présence, en plus faible proportion, des macles associées, soient les plans {511}

orientés tels que la direction $\langle 110 \rangle$ ou la direction $\langle 141 \rangle$ soit parallèle à la direction des lignes, est également remarquée [Lee et al, 2005].

4.4. Efficacité des barrières

Que ce soit au niveau des barrières métalliques ou diélectriques, aucune décohésion n'a été remarquée.

D'éventuelles diffusions peuvent être mises en évidence grâce aux spectres EDX. Dans cette étude, les spectres EDX fournissent les profils dits « quanti » par le logiciel d'analyse, des différents éléments (résultats en poids %). Mais cette analyse n'est que semi-quantitative et les profils doivent être considérés relativement les uns par rapport aux autres. Le signal du carbone provient également de la contamination sous la sonde électronique. Les photons X émis par les éléments légers comme l'azote sont alors préférentiellement absorbés par cette couche de contamination, leur détection est difficile.

Ces analyses permettent de vérifier que le cuivre n'a diffusé dans aucun des diélectriques (oxyde de silicium, oxyde de silicium dopé au carbone, barrière diélectrique) dans la limite de détection. Par contre, il semble que le cuivre diffuse légèrement dans la barrière métallique, que ce soit au niveau des parois latérales ou inférieures des lignes. Les figures IV.33 et IV.34 montrent un exemple de légère diffusion du cuivre dans la barrière métallique inférieure, mais pas dans l'oxyde de silicium inférieur. Le changement de pente de la courbe indique qu'il ne s'agit pas seulement d'une rugosité de l'interface ou d'une interface non parallèle au faisceau d'électrons. Par contre, on ne détecte pas de diffusion du tantale dans le cuivre. Le pic de carbone qui apparaît dans les films et principalement dans le film d'oxyde de silicium est probablement dû à une contamination des échantillons et non à une diffusion. Le pic d'azote apparaît très faiblement sur le profil, il est très difficile à détecter.

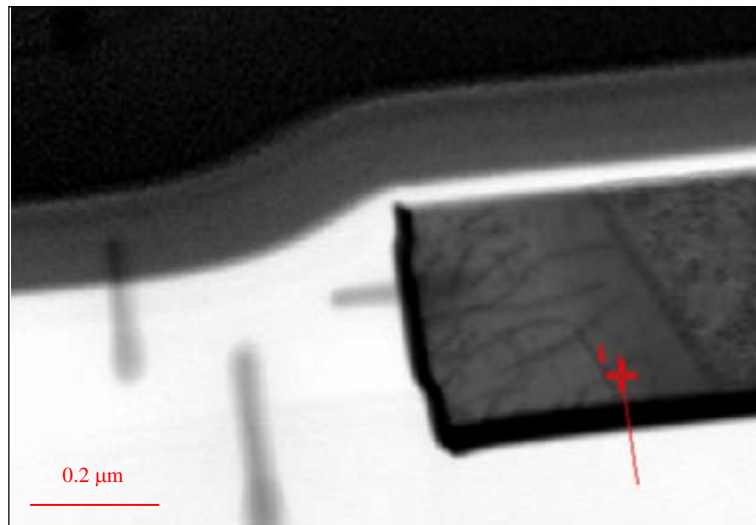


Figure IV.33 : Image en mode STEM et en fond clair indiquant la localisation du profil chimique de la figure IV.34 (segment rouge), dans le cas des lignes de 3 μm , avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, après les mesures de courbure

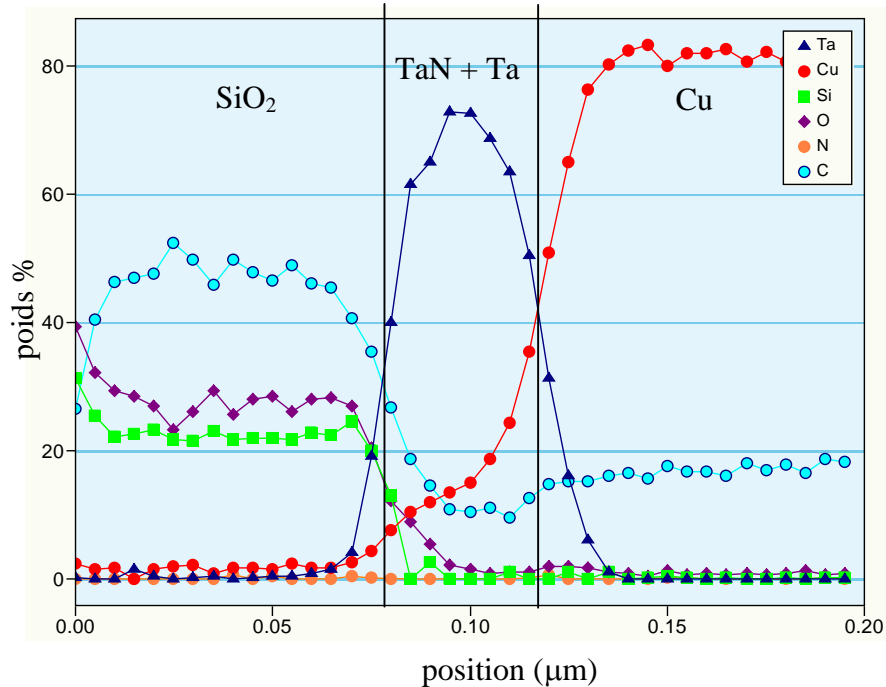


Figure IV.34 : Profil des éléments présents dans l'échantillon associé à la figure IV.33 (avec un pointé tout les 5 nm)

5. Conclusion

La contrainte de deux empilements formés d'un film de cuivre déposé sur une barrière métallique et encapsulé par une barrière diélectrique, uniformément sur un substrat, a été évaluée au cours de trois cycles thermiques grâce à la mesure de l'évolution de la courbure. Lorsque les empilements sont stabilisés, après le premier chauffage, la forme arrondie des cycles, associée à un effet Bauschinger, semble indiquer un écrouissage cinématique du film de cuivre. Ces mesures, couplées à des modélisations par éléments finis, permettront d'établir la loi de comportement du film de cuivre.

La courbure de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs et avec deux encapsulations finales possibles, a également été mesurée, parallèlement et perpendiculairement aux lignes, au cours de trois cycles thermiques. L'évolution de la contrainte avec la température, parallèlement et perpendiculairement aux lignes, a ainsi pu être calculée lors du dernier cycle thermique. Pour tous les échantillons étudiés, quelle que soit l'encapsulation, la contrainte diminue lorsque la température augmente. Une légère relaxation est observée lors du palier à 400°C. La contrainte diminue plus rapidement avec la température parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Plus les lignes sont larges, plus la variation de la contrainte avec la température est importante. Les réseaux de lignes dont la largeur est comprise entre 0.3 et 1 μm semblent avoir un comportement quasiment élastique alors que les réseaux de lignes dont la largeur est de 3 μm ont un comportement élasto-plastique, la déformation plastique apparaissant essentiellement au cours du chauffage. Ce changement de comportement est vraisemblablement due à une augmentation de la limite d'élasticité du film de cuivre (plus les dimensions des lignes diminuent, plus la taille des grains diminue vraisemblablement, au moins suivant la largeur des lignes, ce qui réduit la longueur de ligne des dislocations intragranulaires et leur mobilité).

Dans le cas des réseaux de lignes de 1 μm , la variation de la contrainte avec la température est plus faible lorsque les lignes sont encapsulées par le film de nitrure de silicium que lorsque les lignes sont encapsulées par le film de nitrure de silicium dopé au carbone, parallèlement et perpendiculairement aux lignes.

Ces données expérimentales seront comparées à des modélisations par éléments finis. Elles permettront de calibrer le modèle et de vérifier la validité des lois de comportement des différents matériaux.

La microstructure et la géométrie des réseaux de lignes ont été examinées par microscopie électronique à transmission (les échantillons ont été observés selon leur section transversale). Des écarts ont été notés entre la géométrie attendue et la géométrie réelle des échantillons. L'effet de ces écarts sur les contraintes pourra ainsi être étudié grâce à des modélisations. L'étude de la microstructure du cuivre a permis d'obtenir des informations relatives à la taille des grains et à l'orientation cristallographique du film de cuivre. Selon la largeur des lignes, la

taille des grains de cuivre semble diminuer lorsque la largeur des lignes diminue. Le plan de base majoritaire des lignes est le plan {100}. Le plan {111} est également un plan de base mais en plus faible proportion. Une tendance à la texturation telle que la direction $\langle 110 \rangle$ soit parallèle à la direction de la ligne a également été observée. Il n'a pas été noté de décohésion des films ou de cavitation dans le cuivre après traitement thermique. L'efficacité des barrières diélectrique et métallique a été vérifiée : le cuivre n'a diffusé dans aucun des diélectriques. Il semble toutefois qu'il diffuse légèrement dans la barrière métallique.

Chapitre V
Modélisation du comportement thermomécanique
des films minces et des réseaux de lignes
cuivre / diélectrique « low-k »

Sommaire

1.	Présentation du modèle	173
1.1.	Loi de comportement	173
1.2.	Hypothèses de calcul	177
1.3.	Modélisation séquentielle permettant de prendre en compte les étapes du procédé de fabrication.....	182
1.4.	Caractéristiques des matériaux.....	191
1.5.	Détermination des paramètres matériaux relatifs à la déformation intrinsèque des films diélectriques et à la déformation plastique du film de cuivre	193
1.6.	Synthèse des caractéristiques mécaniques des matériaux étudiés.....	199
2.	Comportement des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k ».....	200
2.1.	Comparaison des résultats des simulations et des résultats expérimentaux.....	202
2.2.	Etude de l'influence de chaque film sur l'évolution de la contrainte avec la température.....	205
2.3.	Comparaison des résultats des simulations réalisées selon la géométrie mesurée des échantillons et des résultats expérimentaux	214
2.4.	Loi de comportement du cuivre dans les lignes fines	220
3.	Conclusion.....	226

Ce chapitre a pour objectif de présenter le modèle par éléments finis développé afin d'étudier le comportement thermomécanique des films dans les interconnexions. Ce modèle s'appuie sur les caractérisations mécaniques effectuées sur les films et les empilements déposés uniformément sur leur substrat et décrites dans les chapitres III et IV. Il permet, grâce au développement d'une méthode séquentielle, de tenir compte des étapes de fabrication comme la gravure, le recuit, ainsi que des températures de dépôt des différents films. La loi de comportement, les hypothèses de calcul et l'effet des étapes de fabrication des interconnexions sur les contraintes mécaniques sont tout d'abord définies et étudiées. Puis, le comportement des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs, avec deux encapsulations finales possibles, évalué au chapitre IV, est modélisé et les résultats des calculs sont comparés aux résultats expérimentaux.

Les modélisations par éléments finis sont réalisées à l'aide du code de calcul Z-set développé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris.

1. Présentation du modèle

1.1. Loi de comportement

Le modèle par éléments finis est développé à partir de la comparaison avec les mesures de courbure réalisées en fonction de la température sur les films diélectriques et les empilements comportant le film de cuivre, déposés uniformément sur un substrat de silicium (cf chapitres III et IV) [Chérault et al -2, 2005].

Les mesures de courbure

Pour le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, la contrainte évolue de façon linéaire avec la température. La contrainte mécanique a deux composantes :

- intrinsèque puisque la contrainte résiduelle mesurée n'est pas nulle à la température de dépôt,
- thermoélastique à cause de la différence entre les coefficients de dilatation thermique du film et du substrat.

Pour le film d'oxyde de silicium et les deux barrières diélectriques, des cycles d'hystérésis sont observés lors des mesures de courbure réalisées en fonction de la température. La contrainte mécanique de ces diélectriques a deux composantes :

- intrinsèque puisque la contrainte résiduelle mesurée n'est pas nulle à la température de dépôt, cette composante évolue avec la température imposée, principalement lors du palier effectué à 400°C, en fonction du temps,
- thermoélastique.

Pour les empilements avec le film de cuivre, la contrainte évolue de façon non linéaire avec la température et des cycles d'hystérésis sont également observés. Seuls les cycles stabilisés sont

étudiés et modélisés. La forme arrondie des cycles associée à un effet Bauschinger semble indiquer un écrouissage cinématique du film de cuivre. La contrainte mécanique du film de cuivre a trois composantes :

- intrinsèque,
- thermoélastique,
- plastique.

Remarque : Le comportement viscoplastique du cuivre n'est pas pris en compte dans cette étude. Tous les essais mécaniques permettant de caractériser le film de cuivre, les diélectriques et les réseaux de lignes cuivre / diélectrique ont été effectués selon le même protocole expérimental (et en particulier avec la même vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min). Une seule vitesse de déformation est étudiée. Le modèle de comportement du cuivre développé ici n'est donc valable que pour cette vitesse de déformation.

Expression de la loi de comportement

On suppose une partition des déformations telle que :

$$\underline{\varepsilon}_{\text{totale}} = \underline{\varepsilon}_{\text{el}} + \underline{\varepsilon}_{\text{th}} + \underline{\varepsilon}_{\text{int}} + \underline{\varepsilon}_{\text{pl}} \quad (V.1)$$

où : $\underline{\varepsilon}_{\text{totale}}$ représente la déformation totale,
 $\underline{\varepsilon}_{\text{el}}$ la déformation élastique,
 $\underline{\varepsilon}_{\text{th}}$ la déformation thermique,
 $\underline{\varepsilon}_{\text{int}}$ la déformation intrinsèque,
 $\underline{\varepsilon}_{\text{pl}}$ la déformation plastique.

La *déformation élastique*, réversible, s'écrit, dans le cas linéaire et isotrope (cf chapitre I, §4.1, équation I.9) :

$$\underline{\varepsilon}_{\text{el}} = \frac{1+\nu}{E} \underline{\sigma} - \frac{\nu}{E} \text{tr}(\underline{\sigma}) \underline{I} - \underline{\varepsilon}_{\text{el}}^0 \quad (V.2)$$

avec E et ν , le module de Young et le coefficient de Poisson du film, $\underline{\sigma}$ le tenseur des contraintes, \underline{I} le tenseur identité. Dans cette expression, le tenseur $\underline{\varepsilon}_{\text{el}}^0$ a été ajouté. Il représente la déformation élastique du matériau qui intervient lors de la modélisation du procédé de fabrication lorsque le matériau est inactif (ce terme sera plus particulièrement explicité au paragraphe §1.3).

La *déformation thermique* est définie, dans le cas isotrope, par les relations :

$$\underline{\varepsilon}_{th} = \varepsilon_{th}(T) \underline{I} \quad (V.3)$$

$$\varepsilon_{th}(T) = \alpha_f(T)(T - T_{ref}) - \alpha_f(T_0)(T_0 - T_{ref}) \quad (V.4)$$

avec α_f le coefficient de dilatation thermique sécant du film, T la température, T_{ref} la température de référence, égale à 20°C dans cette étude, et T_0 la température à laquelle le film est déposé.

La *déformation intrinsèque* est supposée isotrope. Elle est alors définie par la relation :

$$\underline{\varepsilon}_{int} = \varepsilon_{int} \underline{I} \quad (V.5)$$

Elle a deux composantes qui sont :

- la déformation intrinsèque, instantanée, à la température de dépôt du film, T_0 , notée $\underline{\varepsilon}_{int, T_0}$,
- la déformation intrinsèque, qui évolue avec la température imposée, principalement lors du palier effectué à 400°C, en fonction du temps, notée $\underline{\varepsilon}_{int, t}$.

La *déformation intrinsèque, instantanée, à la température de dépôt du film*, n'est pas directement calculable. Mais elle peut être évaluée grâce à des mesures de courbure ou par diffraction des rayons X. Le coefficient $\underline{\varepsilon}_{int, T_0}$ est déterminé, dans cette étude, à partir de mesures de courbure qui permettent d'évaluer la contrainte résiduelle initiale du film, σ_{res} , à 20°C (considérée biaxiale et isotrope).

La *déformation intrinsèque, qui évolue avec la température imposée, en fonction du temps*, est supposée de la forme (par analogie avec un frittage) :

$$\dot{\varepsilon}_{int, t} = A_{ext} (\varepsilon_{int, t}^{max} - \varepsilon_{int, t}) \quad (V.6)$$

avec A_{ext} , un facteur cinétique, de la forme :

$$A_{ext} = A \cdot \exp\left(\frac{-X}{T+273}\right) \quad (V.7)$$

où T est la température (en°C), A et X sont deux constantes à déterminer, $\varepsilon_{int, t}^{max}$ est la déformation intrinsèque maximale. Ces trois derniers paramètres sont déterminés en ajustant, lors des modélisations des mesures de courbure, les résultats du calcul avec les courbes expérimentales.

La *déformation plastique*, irréversible, est décrite par un écrouissage cinématique caractérisé par R la limite d'élasticité et C le module d'écrouissage. La figure V.1 représente l'évolution de la contrainte, σ , en fonction de la déformation, ε , dans le cas d'un écrouissage cinématique.

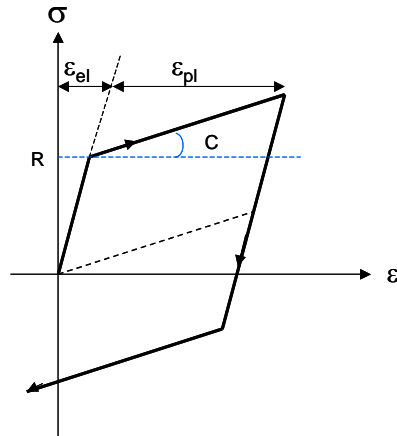


Figure V.1 : Illustration de l'écrouissage cinématique

Plus précisément, la loi d'écrouissage cinématique linéaire de Prager, avec le critère de von Mises est utilisée [Lemaitre et Chaboche, 1996]. L'écrouissage est alors déterminé par des variables internes. Les différents termes intervenant dans cette loi de comportement sont :

- le tenseur déviateur des contraintes :

$$\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\sigma}) \underline{I} \quad (\text{V.8})$$

- la contrainte équivalente au sens de von Mises :

$$J_2(\underline{\sigma}) = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{s} : \underline{s}} \quad (\text{V.9})$$

La variable isotrope R (scalaire) définit d'un point de vue macroscopique la « taille » de la surface d'écoulement. La variable cinématique \underline{X} (tenseur) décrit la position de la surface dans l'espace des contraintes.

La fonction de charge s'écrit :

$$f = J_2(\underline{\sigma} - \underline{X}) - R \leq 0 \quad (\text{V.10})$$

Finalement :

$$\underline{X} = \frac{2}{3} C \underline{\varepsilon}_{pl} \quad (\text{V.11})$$

$$\dot{\underline{\varepsilon}}_{pl} = \dot{p} : \underline{n} \quad (\text{V.12})$$

avec \underline{n} la normale extérieure telle que :

$$\underline{n} = \frac{3}{2} \frac{\underline{s} - \underline{X}}{J_2(\underline{\sigma} - \underline{X})} \quad (\text{V.13})$$

et \dot{p} la déformation plastique cumulée au sens de von Mises définie par la relation :

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} (\dot{\underline{\epsilon}}_{pl} \cdot \dot{\underline{\epsilon}}_{pl})} \quad (V.14)$$

et telle que \dot{p} vérifie la condition de cohérence : $\dot{f} = 0$.

La limite d'élasticité, R , et le module d'écroutissage, C , sont supposés dépendants de la température. Ils sont évalués en ajustant, lors des modélisations des mesures de courbure, les résultats du calcul avec les courbes expérimentales.

Ainsi, tous les matériaux sont supposés isotropes, y compris le cuivre qui est un matériau texturé (cf chapitre IV, §4.3). Les diélectriques, amorphes, sont effectivement isotropes. Quant aux barrières métalliques, très peu de données concernant ces matériaux déposés sous forme de films minces sont disponibles dans la littérature. Etant donnée leur très faible épaisseur, les barrières métalliques sont considérées élastiques et isotropes.

1.2. Hypothèses de calcul

Les modélisations réalisées concernent des films minces, des empilements, déposés de façon uniforme sur le substrat de silicium, ainsi que des réseaux de lignes, dont la longueur, environ 10 mm, est très grande par rapport à la largeur, comprise entre 0.3 et 3 μm . Le substrat de silicium est très épais (environ 180 μm après l'amincissement réalisé pour les mesures de courbure) par rapport à l'épaisseur des films et des multicouches étudiés (l'épaisseur maximale des structures est d'environ 0.7 μm). Il impose alors sa rigidité au système.

Un film mince déposé sur un substrat peut être représenté par deux cylindres superposés de même rayon. Du fait de la géométrie du système, il n'est pas nécessaire de représenter toute la structure, une section droite suffit. La représentation du substrat dans sa totalité requiert un grand nombre d'éléments et un temps de calcul important. Les effets induits par l'interaction entre le film et le substrat sont correctement décrits dès lors que l'épaisseur du substrat est assez grande devant celle du film. Doucet limite l'épaisseur du substrat à 10 fois celle du film, l'augmentation de ce rapport ne modifiant pas les résultats [Doucet, 1996].

De même dans le cas des empilements, une section droite suffit pour représenter les différents films et il n'est pas nécessaire de représenter le substrat dans sa totalité.

Pour la modélisation des réseaux de lignes, étant donné la périodicité du motif et le nombre très élevé de lignes (la largeur de l'échantillon est de 10 mm), seule la moitié d'un motif élémentaire peut être représenté, soit la moitié d'une ligne métallique et la moitié de l'interligne occupée par le film diélectrique. Cette hypothèse a été validée par Rhee en comparant les résultats de simulations à des mesures par diffraction des rayons X, réalisées sur des échantillons comprenant des milliers de lignes [Rhee -2, 2001].

Pour modéliser une ligne isolée déposée sur un substrat, l'analyse en deux dimensions, en déformations planes semble conduire à une surestimation de la déformation longitudinale de la ligne lors d'une variation de température. En déformations planes, la déformation longitudinale, dans la direction parallèle aux lignes, est supposée nulle. Le problème est alors modélisé en trois dimensions par Doucet. L'épaisseur du substrat est toujours limitée à 10 fois celle du film et la longueur des lignes est réduite à 10 fois leur largeur [Doucet, 1996]. Shen et al traitent ce problème en deux dimensions, en déformations planes généralisées : la déformation longitudinale, dans la direction parallèle aux lignes, est supposée constante. L'hypothèse de déformations planes généralisées permet alors d'obtenir dans ce cas des résultats plus cohérents que l'hypothèse de déformations planes [Shen et al, 1996]. Ce modèle, en deux dimensions et en déformations planes généralisées, est aussi utilisé pour décrire le comportement de lignes en aluminium, déposées directement sur un substrat, et entourées par un film diélectrique [Gouldstone et al, 1998].

Pour modéliser les contraintes dans des structures multicouches formées d'un film diélectrique puis de réseaux de lignes cuivre / diélectrique, déposés sur un substrat (empilement similaire à celui traité), le problème est traité :

- en deux dimensions, en déformations planes par Baldacci [Baldacci et al, 2004],
- en deux dimensions, en déformations planes généralisées par Zhao [Zhao et al, 2002],
- en trois dimensions par Rhee mais avec un seul élément dans la direction parallèle aux lignes, l'analyse devient alors équivalente à un problème à deux dimensions [Rhee -2, 2001; Rhee et al, 2003].

Les hypothèses de calcul et les conditions aux limites appliquées doivent être appropriées au problème traité. Afin d'étudier leur effet, trois exemples simples sont analysés en deux dimensions, en déformations planes ou en déformations planes généralisées, puis comparés. La structure étudiée est formée d'un film diélectrique puis d'un réseau de lignes cuivre / diélectrique « low-k », déposés sur un substrat. La géométrie représentée pour les trois exemples est indiquée aux figures V.2. et V.3. L'élément 0 correspond au substrat de silicium. Il n'est pas représenté dans son intégralité à la figure V.2. Une épaisseur de 20 μm est en fait modélisée. L'épaisseur des trois films, 1, 2 et 3, est choisie égale à 500 nm et leur largeur est respectivement égale à 1 μm , 500 nm et 500 nm. Des éléments quadratiques à 8 nœuds sont utilisés pour les maillages.

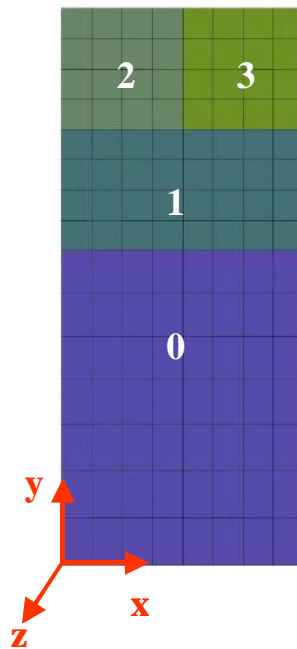


Figure V.2 : Géométrie et maillage utilisés pour les exemples 1 et 2

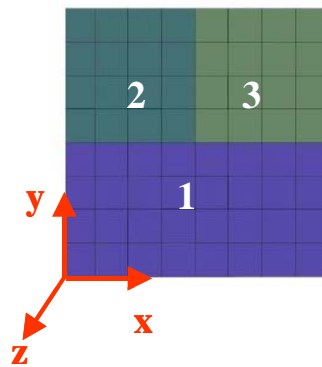


Figure V.3 : Géométrie et maillage utilisés pour l'exemple 3

Le problème traité est le suivant :

- dépôt d'un film d'oxyde de silicium dans l'élément 1,
- dépôt d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone, dans les éléments 2 et 3,
- gravure de ce film, créant une tranchée dans l'élément 2,
- dépôt de cuivre dans cette tranchée, en 2,
- recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C).

Afin de simplifier le problème, on suppose que :

- les matériaux sont déposés à 20°C,

- la déformation intrinsèque des films est constante et égale à la déformation après le dépôt du film.

Les caractéristiques des matériaux utilisées pour les calculs sont indiquées au paragraphe 1.4. La modélisation de la gravure est explicitée au paragraphe 1.3.

Dans le 1^{er} exemple, l'analyse est réalisée en déformations planes généralisées (suivant la direction des lignes). Le substrat de silicium est représenté. Pour tenir compte de la symétrie de la structure :

- le long de l'axe de symétrie situé à gauche de la cellule, un déplacement horizontal nul est imposé sur tous les nœuds,
- le long du second axe de symétrie situé à droite de la cellule, un déplacement constant est imposé sur tous les nœuds (le bord de la cellule peut se déplacer mais uniquement suivant une droite).

De plus, le point de référence ($x = 0, y = 0$) est bloqué : un déplacement horizontal nul et un déplacement vertical nul sont imposés.

Dans le 2^{ème} exemple, l'analyse est réalisée en déformations planes (suivant la direction des lignes). Le substrat de silicium est représenté. Les mêmes blocages que ceux employés dans l'exemple 1 sont appliqués :

- le long de l'axe de symétrie, à gauche de la cellule, un déplacement horizontal nul est imposé sur tous les nœuds,
- à droite de la cellule, un déplacement constant est imposé sur tous les nœuds,
- le point de référence ($x = 0, y = 0$) est bloqué : un déplacement horizontal nul et un déplacement vertical nul sont imposés.

Le coefficient de dilatation thermique du silicium est supposé nul. La déformation thermoélastique du substrat est néanmoins prise en compte en appliquant aux films leur coefficient de dilatation thermique relatif par rapport au silicium et non absolu.

Dans le 3^{ème} exemple, l'analyse est réalisée en déformations planes (suivant la direction des lignes). Le substrat n'est pas représenté. Pour tenir compte de la symétrie de la structure, le long des deux axes de symétrie, situés à gauche et à droite de la cellule, un déplacement horizontal nul est imposé sur tous les nœuds. Un déplacement vertical nul est imposé sur tous les nœuds situés en bas de la structure afin de prendre en compte l'effet du substrat sur le film 1, à qui il impose sa déformation. Les coefficients de dilatation thermique appliqués aux films sont les coefficients relatifs par rapport au silicium.

Les contraintes moyennes finales, évaluées à 20°C, dans chaque film, et dans l'ensemble de la structure, dans les trois directions principales de l'espace, ainsi que la déformation plastique cumulée (cf équation V.14), sont indiquées dans le tableau V.1.

Les contraintes moyennes dans chaque film (ou matériau) et dans l'ensemble de la structure résultent d'un calcul d'homogénéisation. Elles sont définies par la relation :

$$\sigma_{\text{film}} = \frac{1}{V_{\text{film}}}_{\text{film}} \int \sigma dv \quad (V.15)$$

Tableau V.1 : Contraintes moyennes principales, σ_i avec $i = 1, 2$ ou 3 selon respectivement la direction x, y ou z , et déformation plastique cumulée, \dot{p} , évaluées à 20°C, pour les 3 exemples

Exemple	Élément	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)	\dot{p} ($\times 10^{-4}$)
Exemple 1	Elément 1	-73	0	-80	0
Exemple 2		-72	0	-72	0
Exemple 3		-72	0	-72	0
Exemple 1	Elément 2	148	13	463	70
Exemple 2		149	13	471	74
Exemple 3		153	12	472	75
Exemple 1	Elément 3	60	-13	22	0
Exemple 2		61	-13	23	0
Exemple 3		61	-12	23	0
Exemple 1	Éléments 1+2+3	15	0	81	18
Exemple 2		16	0	88	19
Exemple 3		18	0	88	19

L'hypothèse de déformations planes (ou déformations planes généralisées) implique une déformation nulle (ou constante) selon z . D'après les conditions de bords libres, la contrainte de l'ensemble de la structure selon y est nulle. De même pour le film d'oxyde de silicium, homogène et déposé de façon uniforme sur le substrat, la contrainte selon y est nulle.

Les écarts entre les contraintes évaluées dans les trois exemples, dans chaque matériau et dans les trois directions, sont assez faibles. De même la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure est assez proche pour les trois exemples : l'écart maximal entre les contraintes est de 8 %. La déformation plastique cumulée, qui se développe uniquement dans le cuivre, est également assez similaire pour les trois exemples.

Néanmoins, le film d'oxyde de silicium étant déposé de façon uniforme sur le substrat, sa contrainte est biaxiale et isotrope. Or l'exemple 1 ne fournit pas des résultats parfaitement identiques dans les deux directions x et z , alors qu'ils le sont dans les exemples 2 et 3. L'hypothèse de déformations planes semble donc conduire à des résultats plus cohérents. En fait, en déformations planes, le substrat est considéré comme un demi-espace infini. Son épaisseur peut donc être réduite dans les modélisations. De plus, les lignes cuivre / diélectrique « low-k » étant déposées sur un film uniforme d'oxyde de silicium, jouant le rôle de « couche d'accroche » à la place du substrat, il n'est pas nécessaire de représenter ce dernier. Par contre, en déformations planes généralisées, un substrat d'épaisseur 20 μm ne suffit pas pour traiter le problème correctement. A titre d'indication, l'exemple 1 a été à nouveau modélisé avec différentes épaisseurs de substrat. Les calculs indiquent qu'il faut représenter un substrat d'épaisseur minimale égale à 100 μm pour obtenir, dans le film d'oxyde de silicium, une valeur de la contrainte parfaitement identique dans les directions x et

z. Les résultats dans les autres films et dans l'ensemble de la structure sont alors similaires à ceux obtenus dans les exemples 2 et 3.

Par conséquent, les hypothèses de calcul proposées par Baldacci (en deux dimensions, en déformations planes - [Baldacci et al, 2004]) ou par Zhao (en deux dimensions, en déformations planes généralisées - [Zhao et al, 2002]) conduisent à des résultats équivalents dès lors que l'épaisseur du substrat représentée est suffisante. Toutefois, l'épaisseur du substrat minimale représentée doit être égale à 100 μm , dans le cas du problème traité en déformations planes généralisées. Cette épaisseur correspond à 100 fois celle de l'empilement étudié. Elle est alors très supérieure à celle préconisée par Doucet qui limitait, dans ses calculs en trois dimensions, l'épaisseur du substrat à seulement 10 fois celle du film [Doucet, 1996].

Dans cette étude, toutes les modélisations (films minces, empilements, réseaux de lignes) seront réalisées en deux dimensions, en déformations planes, selon les conditions appliquées à l'exemple 3. Ces conditions sont préférées car dans cet exemple, le substrat de silicium n'est pas représenté. Cela permet de diminuer le nombre d'éléments du maillage et le temps de calcul. Cet aspect est d'autant plus important que, dans le cas des réseaux de lignes étudiés, la structure comporte de nombreux matériaux : cuivre, films diélectriques, barrières diélectriques, barrières métalliques, d'épaisseurs très différentes. Son maillage devient rapidement complexe et important. Pour tenir compte de la symétrie de la structure, le long des deux axes de symétrie, situés à gauche et à droite de la cellule, un déplacement horizontal nul est imposé sur tous les nœuds. Un déplacement vertical nul est imposé sur tous les nœuds situés en bas de la structure. Pour le maillage, des éléments quadratiques à 8 nœuds sont utilisés.

Remarque : Les hypothèses et les conditions aux limites appliquées dans les trois exemples conduiraient à des résultats différents si les réseaux de lignes étaient déposés directement sur le substrat. Dans ce cas, les hypothèses des exemples 1 et 2 seraient équivalentes (avec une épaisseur de substrat suffisante dans l'exemple 1) alors que les hypothèses de l'exemple 3 engendreraient des résultats incorrects, surtout dans la direction perpendiculaire aux lignes. Le substrat de silicium, qui maintient les films, devrait être représenté. Dans le cas des réseaux de lignes cuivre / diélectrique étudiés, le film d'oxyde de silicium déposé sous les lignes joue le rôle de « couche d'accroche » dans les simulations à la place du substrat lorsque ce dernier n'est pas représenté.

1.3. Modélisation séquentielle permettant de prendre en compte les étapes du procédé de fabrication

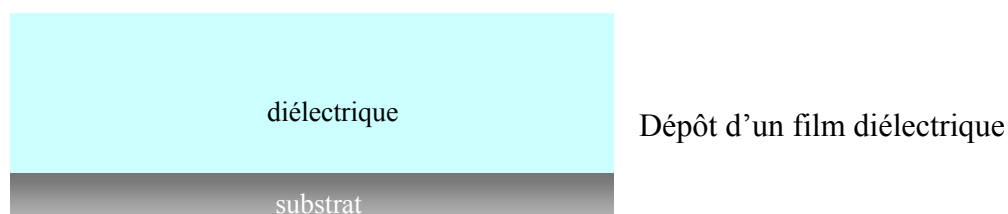
Les contraintes dans les interconnexions et en particulier dans les réseaux de lignes métal / diélectrique sont souvent modélisées au cours de cycles thermiques en supposant une température initiale à laquelle les contraintes sont nulles dans toute la structure. Cette température est généralement choisie comme la température du film d'encapsulation recouvrant les lignes ou la température du recuit réalisé après le dépôt du film métallique

[Gouldstone et al, 1998; Rhee -2, 2001; Du et al, 2002; Rhee et al, 2003; Zhao et al, 2002]. Néanmoins, l'existence de cette température à laquelle la contrainte serait simultanément nulle dans tous les matériaux semble improbable. En effet, les films possèdent tous une contrainte intrinsèque non nulle associée à leurs conditions de dépôt. Ainsi, quelle que soit la température, il existe certainement une contrainte moyenne non nulle soit dans les lignes métalliques, soit dans l'espace interligne occupé par le diélectrique et donc dans l'ensemble de la structure [Kobrinisky et al, 2001; Yang et al, 2003]. De plus, les étapes du procédé de fabrication de ces lignes introduisent elles aussi des contraintes dans les matériaux. Des modèles ont été développés afin d'étudier l'impact des principales étapes de fabrication des interconnexions sur les contraintes mécaniques. Il apparaît que les contraintes évoluent de manière importante lors des cycles thermiques, associés par exemple au dépôt des films diélectriques ou à un recuit, ainsi que lors de la gravure, pendant laquelle se produit une relaxation des contraintes résiduelles de la structure. Par contre, le polissage mécano-chimique ne semble pas avoir beaucoup d'influence, par rapport aux autres étapes, y compris lorsque la pression appliquée par l'équipement est prise en compte [Lee et Mack, 1998; Yang et al, 2003; Gonda et al, 2004; Zhai et al, 2004].

L'effet des contraintes intrinsèques est pris en compte dans la loi de comportement. Une modélisation séquentielle reconstituant les différentes étapes de fabrication est réalisée afin de tenir compte de l'évolution des contraintes thermomécaniques lors de la fabrication des interconnexions : cycle thermique imposé lors du dépôt des films diélectriques, recuit, gravure...

Toute la structure est représentée et maillée. Les éléments représentant chaque film sont ensuite désactivés ou activés afin de reproduire le cycle de fabrication des échantillons étudiés. Pour cela, les paramètres intervenant dans la loi de comportement utilisée pour décrire les matériaux dépendent du temps. Lorsque le matériau est inactif, les paramètres caractéristiques du matériau sont remplacés par ceux d'un matériau fictif élastique très mou ($E = 1 \text{ GPa}$, $\nu = 0.3$, $R = 10^{20} \text{ GPa}$, $C = 0$).

Lors de la gravure d'un film, celui-ci se relâche de chaque côté de la tranchée. La gravure d'un film diélectrique, son relâchement et le remplissage de la tranchée par un film métallique sont illustrés à la figure V.4.



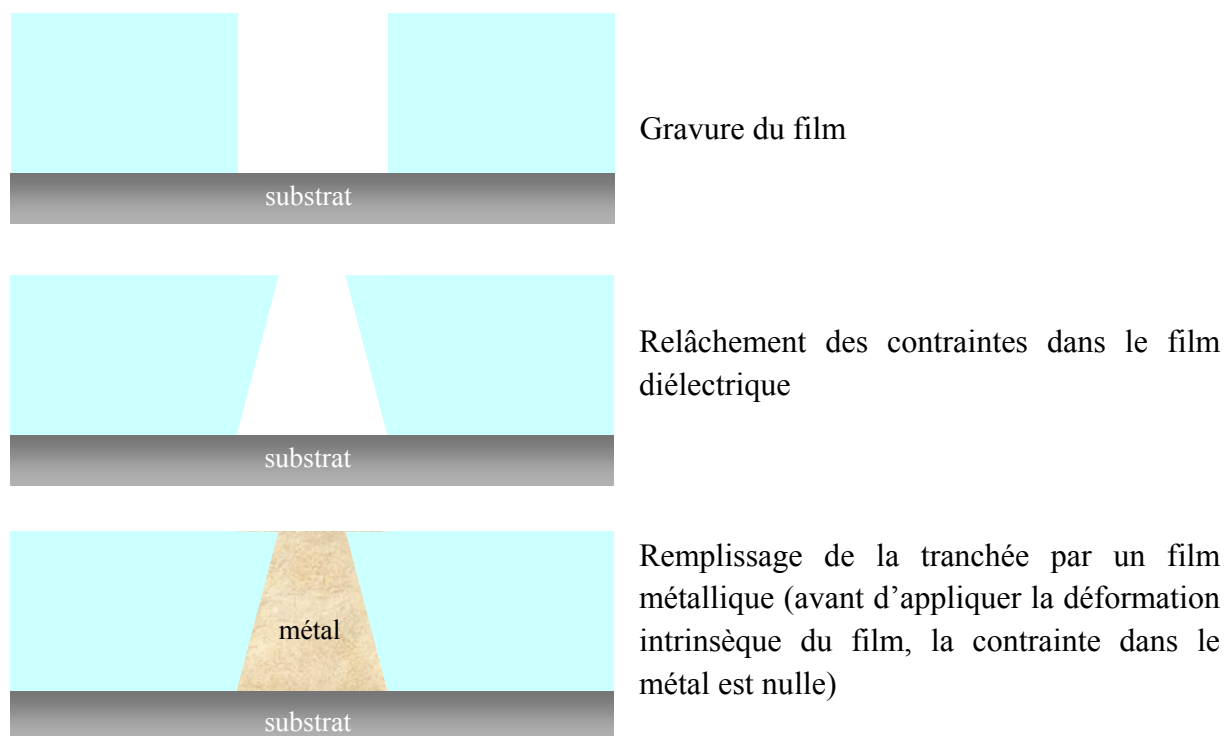


Figure V.4 : Illustration de la gravure d'un film diélectrique, de la relaxation de ses contraintes et du remplissage de la tranchée par un film métallique

Lorsque le film diélectrique est gravé, la tranchée est constituée d'un matériau fictif mou. De chaque côté de la tranchée, les contraintes dans le film diélectrique sont relâchées et le maillage se déforme. Une déformation élastique se développe alors dans le matériau fictif représentant la tranchée. Lorsque le dépôt du film métallique est simulé, le matériau fictif est remplacé par le film métallique. Mais la déformation élastique initiale du matériau fictif est conservée. Dans la tranchée, la déformation est alors la somme de la déformation élastique initiale et de la déformation propre du film déposé (somme des déformations élastique, intrinsèque et plastique).

Le modèle permet également de simuler le polissage mécano-chimique, qui intervient dans la fabrication des empilements avec le cuivre, des lignes et des interconnexions. Il permet aussi d'introduire les températures de dépôt des différents films et de simuler le recuit de cristallisation du cuivre (le cycle de fabrication des empilements et des réseaux de lignes a été décrit au chapitre IV, §1).

Avant de modéliser les empilements et les réseaux de lignes, deux tests de validation sont effectués afin d'étudier l'effet de la gravure et du polissage sur les contraintes.

Effet de la gravure

Afin d'étudier l'effet de la gravure sur les contraintes dans les différents films, deux exemples simples sont comparés. La géométrie représentée pour les deux exemples est indiquée à la figure V.5. Les caractéristiques des matériaux utilisées pour les calculs sont indiquées au paragraphe 1.4.

Dans le premier exemple, sont simulés :

- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium, dans l'élément 1,
- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium dopé au carbone, dans les éléments 2, 3 et 4,
- la gravure de ce film, créant une tranchée dans l'élément 3,
- le dépôt de cuivre dans cette tranchée,
- un recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C).

Dans le deuxième exemple, sont simulés :

- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium, dans l'élément 1,
- le dépôt d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone dans les éléments 2, 4 et d'un film de cuivre, dans l'élément 3, simultanément,
- un recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C).

Afin de simplifier le problème, on suppose que :

- les matériaux sont déposés à 20°C,
- la déformation intrinsèque des films est constante et égale à la déformation après le dépôt du film.

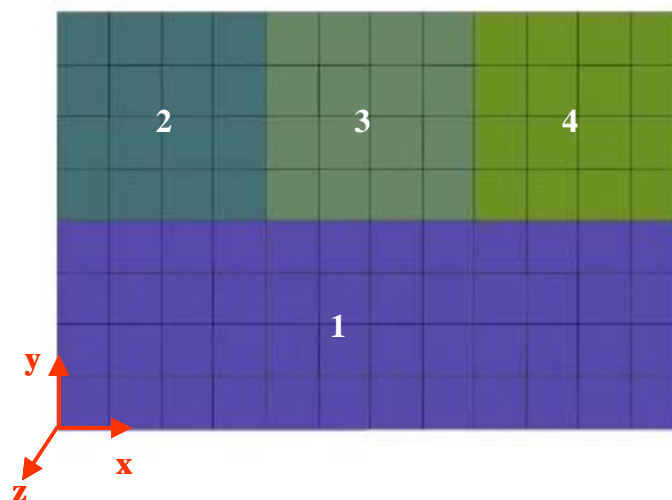


Figure V.5 : Géométrie et maillage des exemples 1 et 2

Les contraintes moyennes finales, évaluées à 20°C, dans chaque film, et pour l'ensemble de la structure (cf équation V.15), dans les trois directions principales de l'espace ainsi que la déformation plastique cumulée (cf équation V.14), sont indiquées dans le tableau V.2.

Tableau V.2 : Contraintes moyennes principales, σ_i avec $i = 1, 2$ ou 3 selon respectivement la direction x, y ou z , et déformation plastique cumulée, \dot{p} , évaluées à 20°C, pour les exemples 1 et 2, en supposant une déformation élasto-plastique du cuivre

Exemple	Élément	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)	\dot{p} ($\times 10^{-4}$)
Exemple 1	Elément 1	-72	0	-72	0
Exemple 2		-72	0	-72	0
Exemple 1	Elément 2	36	-17	18	0
Exemple 2		48	-13	21	0
Exemple 1	Elément 3	89	33	459	71
Exemple 2		104	25	462	70
Exemple 1	Elément 4	36	-17	18	0
Exemple 2		48	-13	21	0
Exemple 1	Eléments 1+2+3+4	-9	0	47	12
Exemple 2		-2	0	48	12

De par les conditions de bords libres, la contrainte selon y , verticalement, dans le film d'oxyde de silicium et dans l'ensemble de la structure, est nulle. Les contraintes moyennes sont différentes pour les exemples 1 et 2, surtout dans la direction perpendiculaire aux éléments (selon x). La gravure modifie donc l'état de contraintes des films et doit être prise en compte. La déformation plastique cumulée est sensiblement égale pour les deux exemples.

La figure V.6 représente l'évolution de la contrainte moyenne de la structure modélisée à l'exemple 1, selon x , perpendiculairement aux lignes, y verticalement, et selon z , parallèlement aux lignes, au cours du procédé de fabrication. L'échelle utilisée pour l'axe des abscisses, où sont représentées les étapes du procédé de fabrication, est modifiée afin de faciliter la compréhension. Lors de la fabrication, le dépôt des films est en fait réalisé en quelques minutes seulement alors que le recuit est modélisé avec une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10°C/min et un palier de 20 minutes à 400°C.

Les étapes du procédé de fabrication des échantillons sont repérées sur le graphique par des lettres (de A à H) dont la signification est indiquée dans le tableau V.3.

Tableau V.3 : Correspondance entre les lettres indiquées sur le graphique représentant l'évolution de la contrainte de la structure modélisée à l'exemple 1 au cours du procédé de fabrication et les étapes du procédé de fabrication

Etapes	Procédé de fabrication
A	Dépôt de SiO ₂
B	Dépôt de SiO _x C _y H _z
C	Début de la gravure
D	Fin de la gravure
E	Dépôt de Cu
F	Début du recuit jusqu'à 400°C
G	Fin du recuit (la température vaut alors 20°C)
H	Palier à 20°C

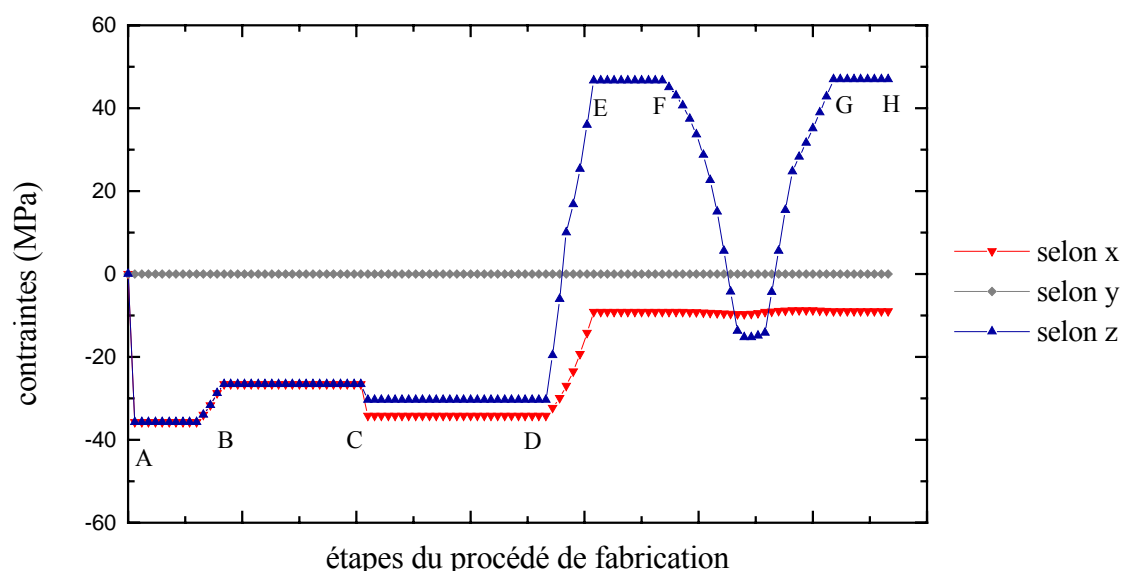


Figure V.6 : Evolution de la contrainte moyenne de la structure modélisée à l'exemple 1, selon x, perpendiculairement aux lignes, y verticalement, et selon z, parallèlement aux lignes, au cours du procédé de fabrication

Ainsi, lors de la gravure, les contraintes, compressives, de la structure diminuent selon x et z. Les contraintes selon y sont nulles tout au long du procédé de fabrication.

Les deux exemples précédents ont également été modélisés en supposant une déformation élastique du cuivre et non élasto-plastique. Les résultats sont présentés dans le tableau V.4.

Tableau V.4 : Contraintes moyennes principales, évaluées à 20°C, σ_i avec $i = 1, 2$ ou 3 selon respectivement la direction x, y ou z , pour les exemples 1 et 2, en supposant une déformation élastique du cuivre

Exemple	Elément	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)
Exemple 1	Elément 1	-72	0	-72
Exemple 2		-72	0	-72
Exemple 1	Elément 2	18	-8	17
Exemple 2		32	-3	20
Exemple 1	Elément 3	49	16	422
Exemple 2		65	6	424
Exemple 1	Elément 4	18	-8	17
Exemple 1	Elément 4	32	-3	20
Exemple 1	Eléments	-22	0	40
Exemple 2	1+2+3+4	-14	0	42

Les contraintes moyennes sont différentes pour les exemples 1 et 2, surtout dans la direction perpendiculaire aux éléments (selon x). La gravure doit donc être prise en compte et modélisée.

Effet du polissage

Afin d'étudier l'effet du polissage mécano-chimique sur les contraintes dans les différents films, deux nouveaux exemples sont comparés.

La géométrie représentée pour les deux exemples est indiquée à la figure V.7. Les caractéristiques des matériaux utilisées pour les calculs sont indiquées au paragraphe 1.4.

Dans le troisième exemple, sont simulés :

- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium, dans l'élément 1,
- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium dopé au carbone, dans les éléments 2 et 4 et d'un film de cuivre, dans les éléments 3 et 5, simultanément,
- un recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C),
- le polissage du film de cuivre, qui « supprime » l'élément 5,
- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium dopé au carbone, dans l'élément 5,
- un cycle thermique à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C).

Dans le quatrième exemple, sont simulés :

- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium, dans l'élément 1,
- un dépôt d'oxyde de silicium dopé au carbone dans les éléments 2 et 4 et d'un film de cuivre, dans l'élément 3, simultanément,
- un recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C),

- le dépôt d'un film mince d'oxyde de silicium dopé au carbone, dans l'élément 5,
- un cycle thermique à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C).

Afin de simplifier le problème, on suppose que :

- les matériaux sont déposés à 20°C,
- la déformation intrinsèque des films est constante et égale à la déformation après le dépôt du film.

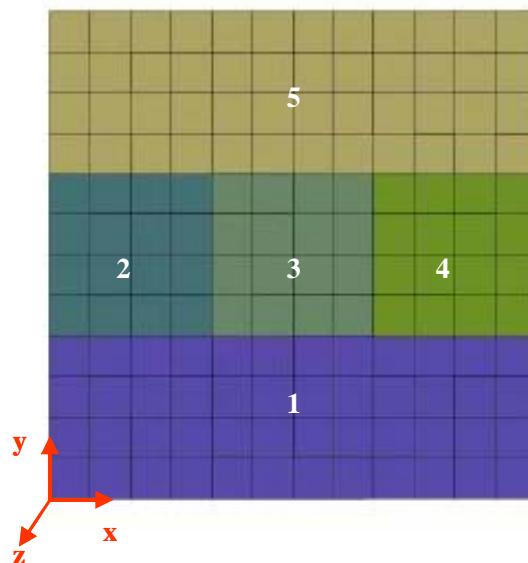


Figure V.7 : Géométrie et maillage des exemples 3 et 4

Les contraintes moyennes finales, évaluées à 20°C, pour chaque élément, et pour l'ensemble de la structure (cf équation V.15), dans les trois directions principales de l'espace ainsi que la déformation plastique cumulée (cf équation V.14), sont indiquées dans le tableau V.5.

Tableau V.5 : Contraintes moyennes principales, σ_i avec $i = 1, 2$ ou 3 selon respectivement la direction x, y ou z , et déformation plastique cumulée, \dot{p} , évaluées à 20°C, pour les exemples 3 et 4, en supposant une déformation élasto-plastique du cuivre

Exemple	Élément	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)	\dot{p} ($\times 10^{-4}$)
Exemple 3	Elément 1	-72	0	-72	0
Exemple 4		-72	0	-72	0
Exemple 3	Elément 2	48	-14	21	0
Exemple 4		48	-12	21	0
Exemple 3	Elément 3	108	28	465	109
Exemple 4		104	25	463	104
Exemple 3	Elément 4	48	-14	21	0
Exemple 4		48	-12	21	0
Exemple 3	Elément 5	18	0	18	0
Exemple 4		18	0	18	0
Exemple 3	Eléments 1+2+3+4+5	5	0	39	12
Exemple 4		5	0	38	12

De par les conditions de bords libres, la contrainte selon y , verticalement, dans le film d'oxyde de silicium, dans le film d'oxyde de silicium dopé au carbone et dans l'ensemble de la structure, est nulle. Les écarts entre les contraintes moyennes et la déformation plastique cumulée, évaluées dans ces deux exemples sont assez faibles. Le cuivre étant enlevé de manière uniforme sur toute la plaque, la déformation élastique du matériau fictif est nulle (on ne tient pas compte ici de la force mécanique appliquée par l'équipement). Le polissage peut donc être négligé dans les simulations car il ne modifie pas l'état de contraintes.

Les deux exemples précédents ont également été modélisés en supposant une déformation élastique du cuivre et non élasto-plastique. Les résultats sont présentés dans le tableau V.6.

Tableau V.6 : Contraintes moyennes principales, σ_i avec $i = 1, 2$ ou 3 selon respectivement la direction x, y ou z , évaluées à 20°C , pour les exemples 3 et 4, en supposant une déformation élastique du cuivre

Exemple	Elément	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)
Exemple 3	Elément 1	-72	0	-72
Exemple 4		-72	0	-72
Exemple 3	Elément 2	32	-3	20
Exemple 4		32	-3	20
Exemple 3	Elément 3	65	6	424
Exemple 4		65	6	424
Exemple 3	Elément 4	32	-3	20
Exemple 4		32	-3	20
Exemple 3	Elément 5	18	0	18
Exemple 4		18	0	18
Exemple 3	Eléments 1+2+3+4+5	-3	0	34
Exemple 4		-3	0	34

Il n'y a aucune différence entre les contraintes évaluées pour les deux exemples. Le polissage peut donc être négligé dans les simulations.

Conclusion

La méthode séquentielle développée permet ainsi de simuler toutes les étapes intervenant dans la fabrication des échantillons. La gravure des diélectriques ayant un effet sur les contraintes dans les films sera prise en compte et simulée. Par contre, le polissage ne sera pas modélisé puisqu'il ne modifie pas les contraintes dans les films.

1.4. Caractéristiques des matériaux

Le tableau V.7 indique les caractéristiques mécaniques des matériaux utilisées pour les calculs. Ces caractéristiques ont été évaluées, pour les films diélectriques, par diffusion Brillouin et par des mesures de l'évolution de la courbure en fonction de la température (cf chapitre III). Pour les films métalliques :

- le module de Young et le coefficient de Poisson sont issus de la littérature [Grégoire et al -2, 2005] : le module de Young des films, déposés dans les mêmes conditions que les films étudiés, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale, est évalué par nanoindentation, en utilisant, pour le coefficient de Poisson, les valeurs issues de la littérature,
- les coefficients de dilatation thermique du cuivre et du tantale sont issus de la littérature pour des matériaux massifs [Hodgman et al, 1955; AIP, 1972; Krishnan et al, 1979], le film de nitrure de tantale est non stœchiométrique, il contient en fait

environ 20 % d'azote (en atomes) au lieu de 50 % (pour un film stœchiométrique), son coefficient de dilatation thermique est supposé égal à celui du tantale,

- la contrainte résiduelle a été évaluée en mesurant la courbure de chacun des films (pour les barrières métalliques, les mesures ont été effectuées sur différents films d'épaisseur comprise entre 40 et 100 nm et les valeurs indiquées correspondent à la moyenne des résultats obtenus; pour le cuivre, la contrainte résiduelle du film indiquée résulte de la différence moyenne entre la contrainte des empilements barrière métallique / cuivre / barrière diélectrique et la contrainte de chacune des barrières affectée de son épaisseur relative, d'après l'équation II.29).

Dans le cas du cuivre, les valeurs utilisées sont celles relatives au film déposé par ECD, le recuit à 400°C, réalisé après le dépôt, permettant d'homogénéiser le film.

Le module de Young et le coefficient de dilatation thermique des films sont supposés indépendants de la température, dans la gamme de températures étudiée. Toutes les interfaces des structures étudiées sont supposées parfaitement adhérentes.

La déformation intrinsèque, instantanée, à la température de dépôt du film, est évaluée à partir de la mesure de la contrainte résiduelle, σ_{res} , du film à 20°C (considérée biaxiale et isotrope).

Pour les films diélectriques et les barrières métalliques, la déformation plastique est nulle. La déformation totale est alors définie par la relation (cf équation V.1) :

$$\underline{\varepsilon}_{totale} = \underline{\varepsilon}_{el} + \underline{\varepsilon}_{th} + \underline{\varepsilon}_{int}$$

Dans le cas d'un film mince déposé sur un substrat, l'hypothèse des contraintes planes peut s'appliquer (cf chapitre I, §4.1). D'après l'expression de la déformation élastique, indiquée à l'équation V.2 (la déformation élastique du matériau lorsqu'il est inactif n'intervient pas ici), et la relation précédente, les déformations intrinsèque et thermique sont telles que :

$$\varepsilon_{th} + \varepsilon_{int} = -\frac{\sigma}{E}(1-\nu)$$

Supposons un refroidissement entre la température de dépôt du film et 20°C. La composante de la déformation intrinsèque qui évolue avec la température, en fonction du temps, n'intervient pas ici car elle n'apparaît que lorsque le film est chauffé, après son dépôt. D'après l'expression de la déformation thermique indiquée à l'équation V.4, la déformation intrinsèque, instantanée, à la température de dépôt du film est alors définie par la relation :

$$\varepsilon_{int, T_0} = -\frac{\sigma_{res}}{E}(1-\nu) + (\alpha_f - \alpha_s)(T_0 - 20) \quad (V.16)$$

(le substrat de silicium n'étant pas représenté dans les modélisations, c'est le coefficient de dilatation thermique du film relatif par rapport à celui du substrat qui intervient).

Pour le film de cuivre, la déformation intrinsèque est supposée constante. Seuls les cycles stabilisés sont modélisés. La déformation intrinsèque est évaluée par modélisation, en ajustant

la contrainte résiduelle, calculée à 20°C, des empilements comprenant la barrière métallique, le cuivre, une barrière diélectrique, déposés sur un substrat, aux courbes expérimentales obtenues par mesure de courbure.

Tableau V.7 : Caractéristiques des matériaux

Matériaux	E (GPa)	ν	α ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	T_0 ($^\circ\text{C}$)	σ_{res} (MPa)	ϵ_{int}
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	7.8	0.15	10.8	350	40	-2×10^{-3}
SiO_2	63	0.23	0.8	400	- 140	8.75×10^{-4}
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	67	0.19	4.4	350	- 210	3×10^{-3}
SiN_yH_z	164	0.24	2.2	400	95	-7.4×10^{-4}
TaN	130	0.25	6.5	20	- 1 800	1.0×10^{-2}
Ta	100	0.34	6.5	20	- 2 000	1.3×10^{-2}
Cu	135	0.33	16.6	20	600	-2.97×10^{-3} ^(a) -6.50×10^{-3} ^(b)

^(a) Cette valeur a été évaluée en considérant une déformation élastique du cuivre, selon l'équation V.16

^(b) Cette valeur a été évaluée, en modélisant les empilements comportant le film de cuivre par éléments finis et en considérant une déformation élasto-plastique du cuivre, selon la loi de comportement définie précédemment

1.5. Détermination des paramètres matériaux relatifs à la déformation intrinsèque des films diélectriques et à la déformation plastique du film de cuivre

L'évolution de la contrainte, avec la température, des films minces et des empilements comprenant le film de cuivre est modélisée de façon à reproduire les mesures de courbure réalisées sur ces structures (cf chapitre III, §4 et chapitre IV, §2). Trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min, et des paliers de 15 minutes aux deux températures extrêmes sont ainsi imposés.

Auparavant, le procédé de fabrication des échantillons est également modélisé. Pour les films diélectriques, la structure est initialement placée à la température de dépôt du film (350 ou 400°C). Puis elle est refroidie jusqu'à 20°C. Pour les empilements avec le film de cuivre, le procédé de fabrication simulé est indiqué dans le tableau V.8. Les paramètres matériaux (A, X, $\epsilon_{\text{int,t}}^{\text{max}}$, R et C) sont alors ajustés de telle sorte que les courbes obtenues par la modélisation correspondent aux courbes expérimentales.

Tableau V.8 : Etapes du procédé de fabrication des empilements avec le film de cuivre

Etapes	Procédé de fabrication
1	Dépôt de la barrière métallique (TaN et Ta) et du cuivre, à 20°C
2	Recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C)
3	Chauffage jusqu'à la température de dépôt de la barrière diélectrique (350 ou 400°C)
4	Dépôt de la barrière diélectrique
5	Refroidissement jusqu'à 20°C

Les figures V.8 à V.13 présentent les évolutions, simulées et mesurées, de la contrainte en fonction de la température, lors des trois cycles thermiques, pour les films diélectriques et les deux empilements avec le film de cuivre.

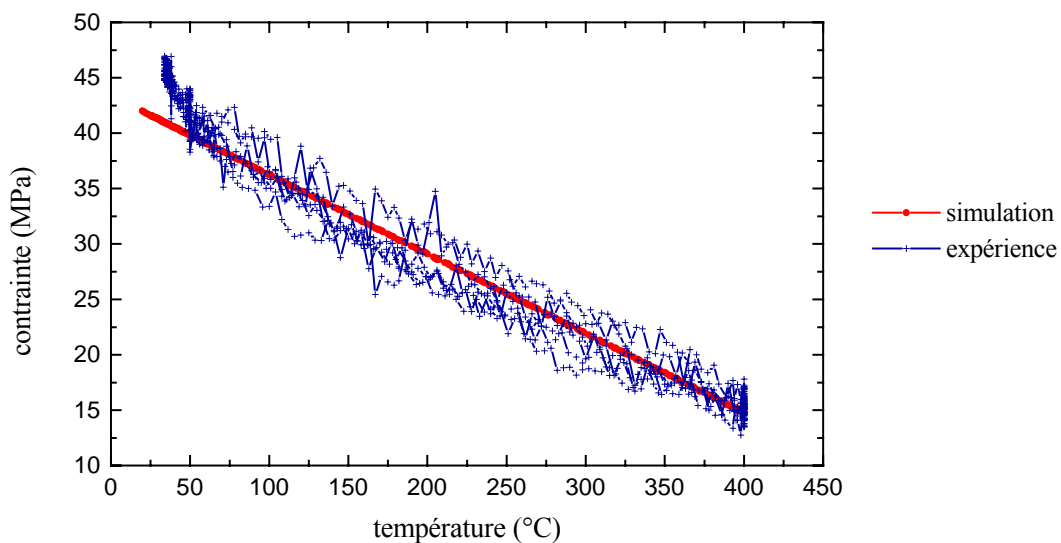


Figure V.8 : Evolution de la contrainte du film d'oxyde de silicium dopé au carbone avec la température

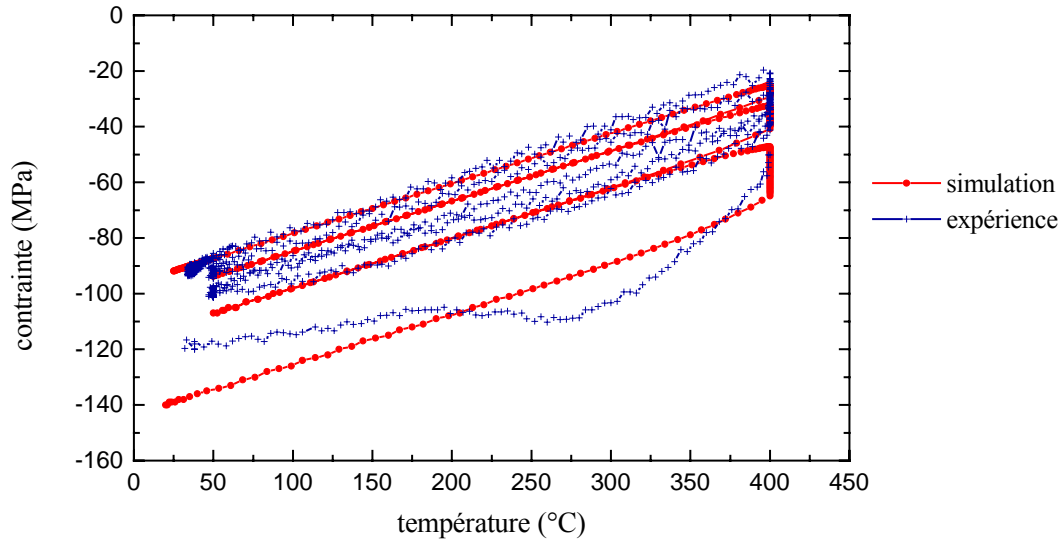


Figure V.9 : Evolution de la contrainte du film d'oxyde de silicium avec la température

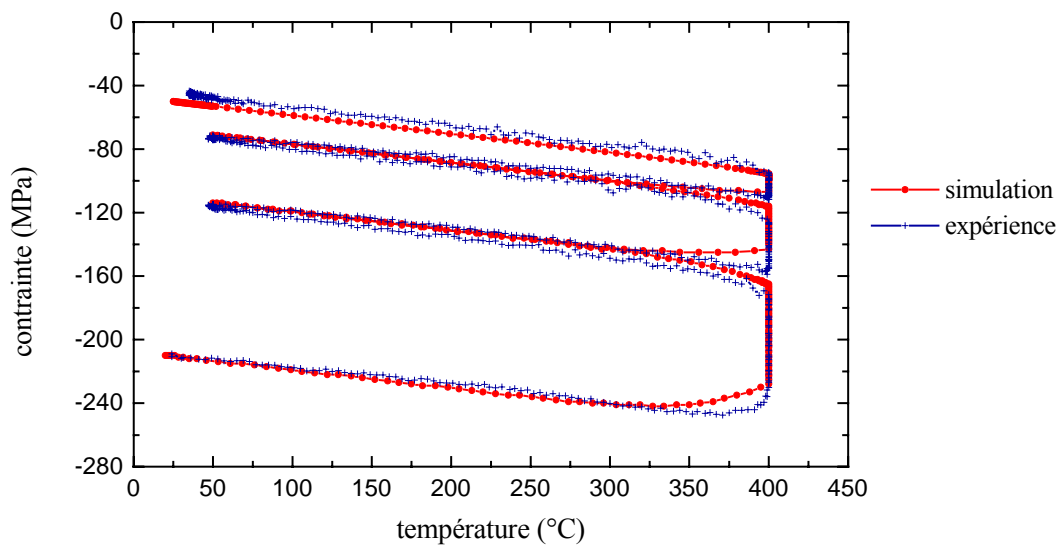


Figure V.10 : Evolution de la contrainte du film de nitrure de silicium dopé au carbone avec la température

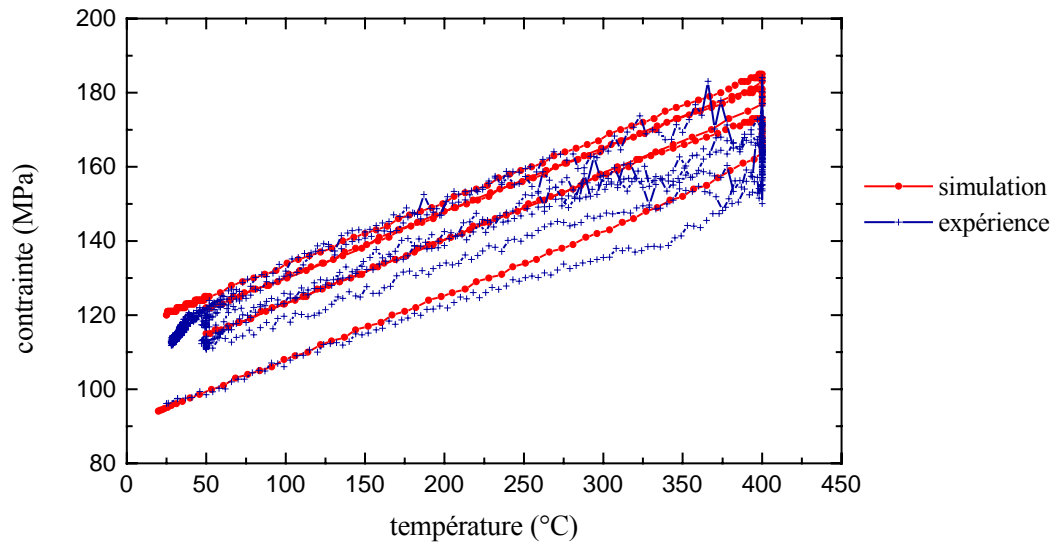


Figure V.11 : Evolution de la contrainte du film de nitrure de silicium avec la température

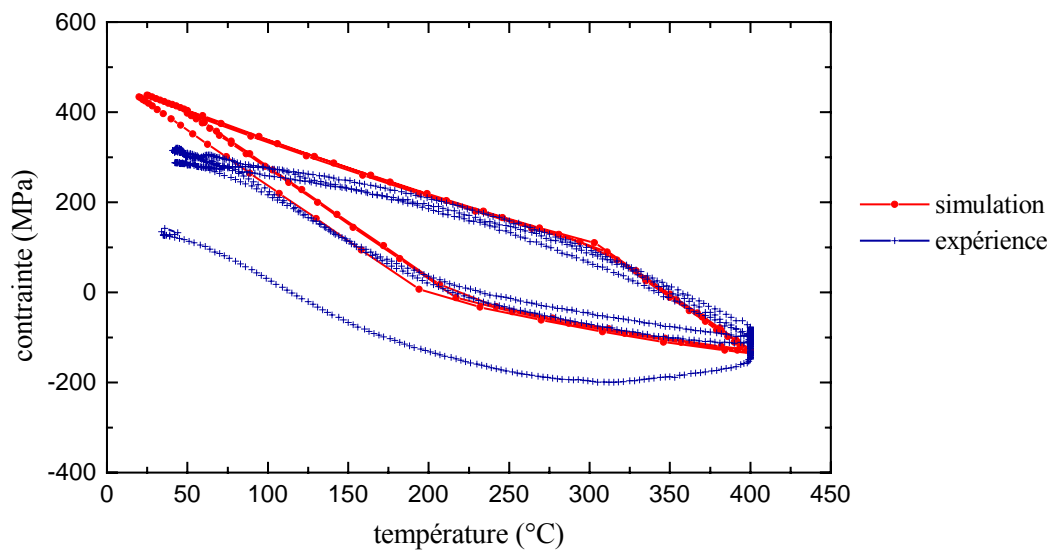


Figure V.12 : Evolution de la contrainte de l'empilement barrière métallique / cuivre / nitrure de silicium dopé au carbone avec la température

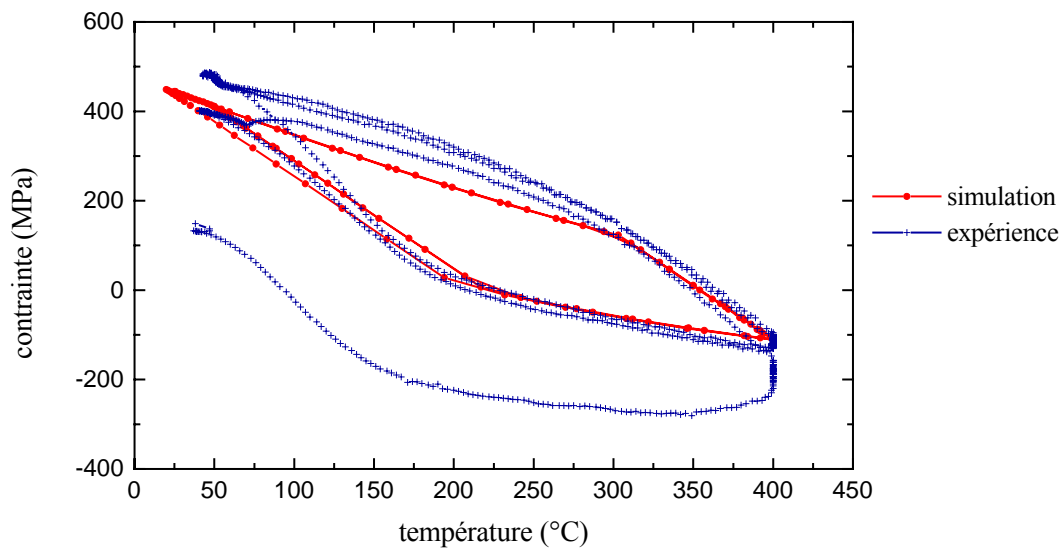


Figure V.13 : Evolution de la contrainte de l'empilement barrière métallique / cuivre / nitrure de silicium avec la température

Rappelons que tous les films sont décrits par la même loi de comportement dont les paramètres sont ajustés en comparant les courbes obtenues par la modélisation aux mesures expérimentales. Pour le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, la courbe simulée correspond à la moyenne des résultats expérimentaux, beaucoup plus dispersés à cause des incertitudes de mesure. Pour le film d'oxyde de silicium, l'évolution de la contrainte modélisée au cours du premier chauffage est différente de celle mesurée : le changement de pente observé expérimentalement vers 270°C n'a pas été modélisé. Néanmoins, la courbe simulée est très proche de la courbe mesurée lors du premier refroidissement et des deux derniers cycles. Pour le film de nitrure de silicium dopé au carbone, la courbe simulée montre un très bon accord par rapport à la courbe expérimentale. Pour le film de nitrure de silicium, la courbe simulée, globalement, est assez proche de la courbe mesurée. Cependant, les deux courbes sont un peu plus éloignées au-delà de 250°C qu'en dessous de 250°C. La lumière réfléchiée par ce film est assez faible et donc difficile à détecter, surtout au-dessus de 250°C, ce qui a rendu les mesures de courbure délicates. Les paramètres matériaux ont été principalement ajustés par rapport aux mesures réalisées en dessous de 250°C.

Pour les deux empilements avec le film de cuivre, seuls les cycles stabilisés, c'est-à-dire les deuxième et troisième cycles ont été modélisés. L'effet observé au cours du premier cycle aurait pu être simulé afin d'assurer une représentation plus fidèle du comportement de l'empilement. La déformation intrinsèque de la barrière diélectrique et en particulier sa composante qui évolue avec la température imposée, en fonction du temps a été évaluée grâce aux simulations précédentes et prise en compte dans la modélisation des empilements. Les barrières métalliques ont été supposées élastiques. Il aurait été intéressant d'évaluer les

paramètres de la composante de la déformation intrinsèque du film de cuivre, qui évolue avec la température imposée, en fonction du temps. Leur détermination est néanmoins plus délicate que dans le cas des films diélectriques, la déformation plastique du cuivre ayant un poids plus important que la déformation élastique sur l'allure de la courbe représentant l'évolution de la contrainte en fonction de la température.

Le tableau V.9 présente les valeurs des paramètres utilisés pour modéliser le comportement des films diélectriques.

Tableau V.9 : Paramètres de la déformation intrinsèque utilisés pour modéliser les films diélectriques

Matériaux	$\epsilon_{\text{int,t}}^{\text{max}}$	A	X (K)
SiO ₂	$- 6.5 \times 10^{-4}$	500	10 800
SiC _x N _y H _z	$- 2.1 \times 10^{-3}$	1 750	10 000
SiN _y H _z	$- 1.3 \times 10^{-4}$	1 200	9 800

La limite d'élasticité, R, et le module d'écrouissage, C, utilisés pour représenter le comportement du cuivre sont tels que :

$$R = 320 \left(1 - \frac{T+273}{1000} \right) \quad (V.17)$$

$$C = 75000 \left(1 - \frac{T+273}{1000} \right) \quad (V.18)$$

où T représente la température (en °C).

A titre d'indication, la limite d'élasticité vaut 226 MPa et le module d'écrouissage vaut 53 GPa à 20°C.

Les valeurs obtenues pour la limite d'élasticité et le module d'écrouissage sont en accord avec celles proposées dans la littérature et en particulier par Shen et al qui modélisent également le comportement d'un film de cuivre par un écrouissage, cinématique et linéaire [Shen et al, 1998; Shen et Ramamurty, 2003]. Les valeurs utilisées par ces auteurs sont présentées dans le tableau V.10.

Tableau V.10 : Valeurs, issues de la littérature, pour la limite d'élasticité et le module d'écroûissage d'un film de cuivre

Limite d'élasticité	Module d'écroûissage	Références bibliographiques
$R=R_0\left(1-\frac{T}{T_0}\right)$, $R_0= 170 \text{ MPa}$ et $T_0 = 740^\circ\text{C}$	40 GPa	[Shen et al, 1998]
$R=R_0\left(1-\frac{T}{T_0}\right)$, $R_0= 305 \text{ MPa}$ et $T_0 = 1090 \text{ K}$	77 GPa	[Shen et Ramamurty, 2003]

1.6. Synthèse des caractéristiques mécaniques des matériaux étudiés

Les deux tableaux V.11 et V.12 rappellent l'ensemble des caractéristiques mécaniques des films diélectriques et métalliques étudiés.

Tableau V.11 : Caractéristiques mécaniques des films diélectriques

Matériaux	$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	SiO_2	$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	SiN_yH_z
E (GPa)	7.8	63	67	164
ν	0.15	0.23	0.19	0.24
α ($\times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)	10.8	0.8	4.4	2.2
T_0 ($^\circ\text{C}$)	350	400	350	400
$\epsilon_{\text{int}} (\times 10^{-4})$	- 20	8.75	30	- 7.4
$\epsilon_{\text{int,t}}^{\text{max}} (\times 10^{-4})$	/	- 6.5	- 21	- 1.3
A	/	500	1 750	1 200
X (K)	/	10 800	10 000	9 800
R (MPa)	/	/	/	/
C (MPa)	/	/	/	/

Tableau V.12 : Caractéristiques mécaniques des films métalliques

Matériaux	TaN	Ta	Cu
E (GPa)	130	100	135
ν	0.25	0.34	0.33
α ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	6.5	6.5	16.6
T_0 ($^\circ\text{C}$)	20	20	20
$\epsilon_{\text{int}} (\times 10^{-4})$	100	130	-29.7 ^(a) - 65.0 ^(b)
$\epsilon_{\text{int,t}}^{\text{max}} (\times 10^{-4})$	/	/	/
A	/	/	/
X (K)	/	/	/
R (MPa)	/	/	$R=320\left(1-\frac{T+273}{1000}\right)$
C (MPa)	/	/	$C=75000\left(1-\frac{T+273}{1000}\right)$

^(a) Cette valeur a été évaluée en considérant une déformation élastique du cuivre

^(b) Cette valeur a été évaluée en considérant une déformation élasto-plastique du cuivre

2. Comportement des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

Le comportement mécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs et avec deux encapsulations finales possibles, décrits au chapitre IV, est désormais étudié. Tout d'abord, le procédé de fabrication des échantillons est modélisé. Il est indiqué dans le tableau V.13 (le polissage n'est pas modélisé). Puis, l'évolution de la contrainte, avec la température, est modélisée de façon à reproduire les mesures de courbure réalisées sur ces structures. Trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min, et des paliers de 15 minutes aux deux températures extrêmes sont ainsi imposés.

Tableau V.13 : Etapes du procédé de fabrication des réseaux de lignes

Etapes	Procédé de fabrication
1	Dépôt du film d'oxyde de silicium à 400°C
2	Refroidissement à 20°C
3	Chauffage jusqu'à 350°C
4	Dépôt de la barrière diélectrique constituée du film de nitrure de silicium dopé au carbone
5	Refroidissement à 20°C
6	Chauffage jusqu'à 350°C
7	Dépôt du film d'oxyde de silicium dopé au carbone
8	Refroidissement à 20°C
9	Gravure du film d'oxyde de silicium dopé au carbone et de la barrière diélectrique
10	Dépôt de la barrière métallique, constituée du film de nitrure de tantale et du film de tantale, et du film de cuivre
11	Recuit à 400°C (chauffage jusqu'à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C)
12	Chauffage jusqu'à la température de dépôt de la barrière diélectrique d'encapsulation (350 ou 400°C)
13	Dépôt de la barrière diélectrique d'encapsulation constituée soit du film de nitrure de silicium dopé au carbone soit du film de nitrure de silicium
14	Refroidissement jusqu'à 20°C

La géométrie et le maillage, utilisés pour les lignes de largeur 1 μm , sont représentés à la figure V.14.

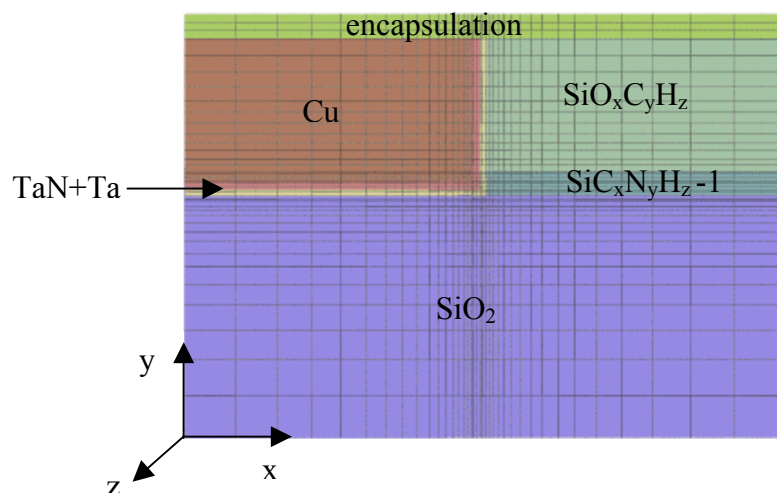


Figure V.14 : Géométrie et maillage du réseau de lignes de 1 μm

2.1. Comparaison des résultats des simulations et des résultats expérimentaux

La variation de l'évolution de la contrainte moyenne calculée, avec la température, lors du dernier cycle thermique imposé, qui est le plus stable, perpendiculairement et parallèlement aux lignes, est comparée aux résultats expérimentaux obtenus grâce aux mesures de courbure et décrits au paragraphe 3.3 du chapitre précédent (la contrainte à 50°C au début de ce dernier cycle est choisie comme origine). Le comportement des réseaux de lignes est modélisé selon la géométrie théorique des échantillons (explicitée au chapitre IV, §1.2), en supposant que :

- les épaisseurs des films sont effectivement celles souhaitées (les variations dues aux procédés de fabrication sont négligées),
- la largeur des motifs correspond à celle prévue par le masque,
- le film d'oxyde de silicium inférieur n'est pas gravé,
- le polissage supprime totalement le film supérieur d'oxyde de silicium, situé sur le diélectrique « low-k ».

Les figures suivantes présentent ainsi les résultats expérimentaux et les résultats obtenus par la modélisation pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation et pour le réseau de lignes de 1 μm avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation.

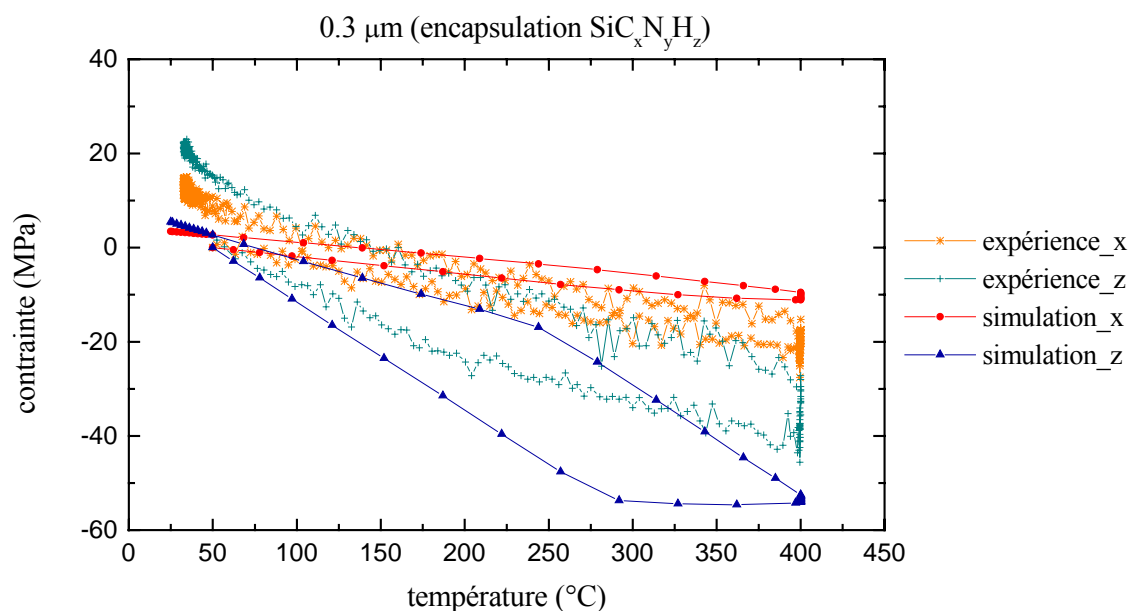


Figure V.15 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.3 μm , perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

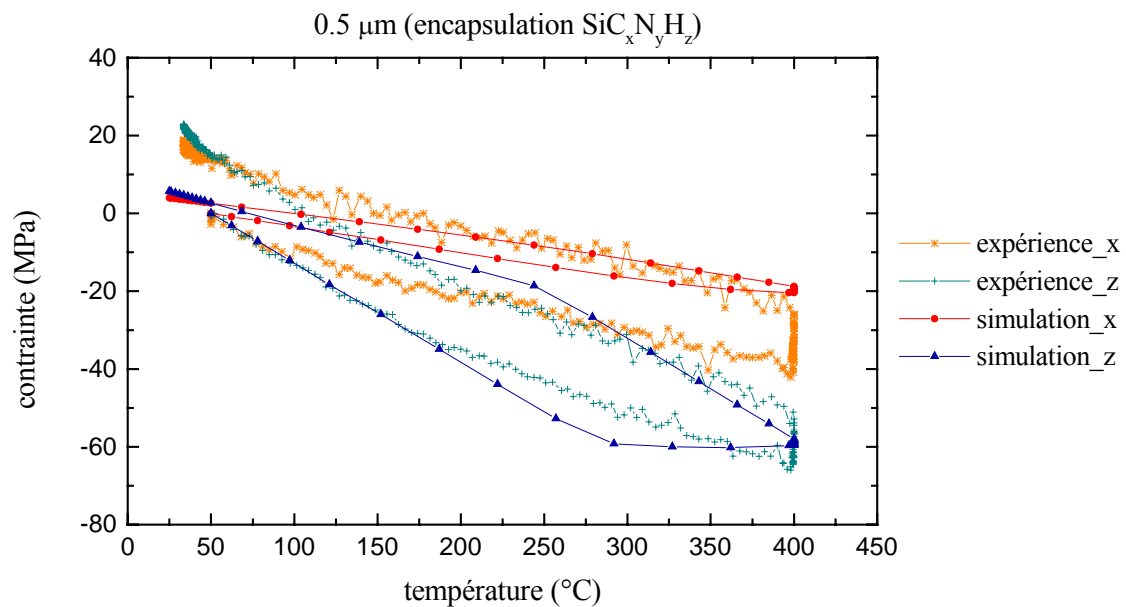


Figure V.16 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.5 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

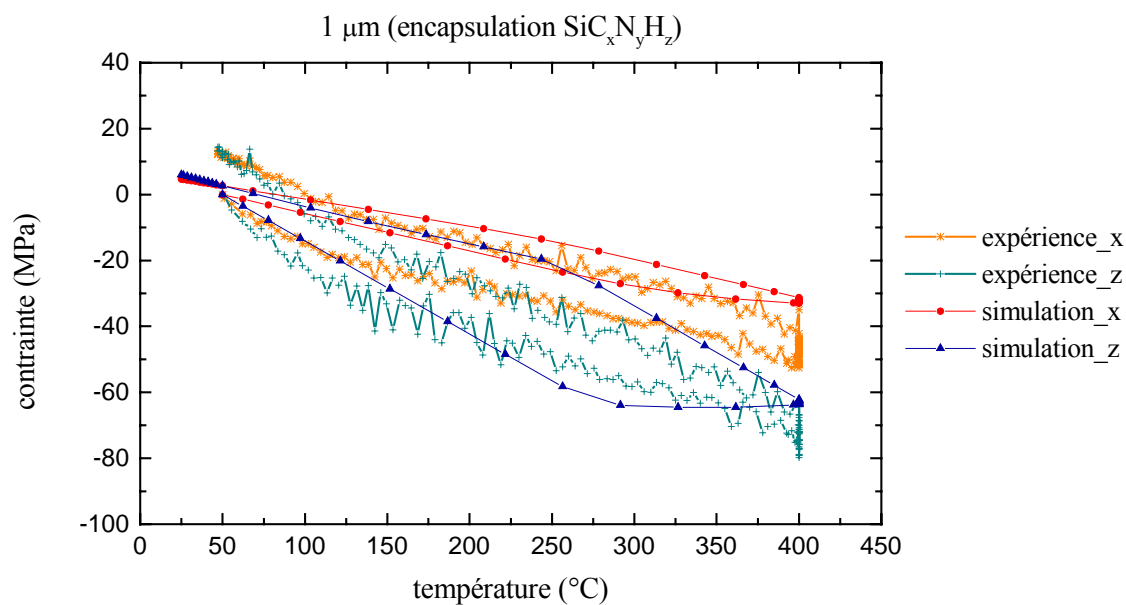


Figure V.17 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

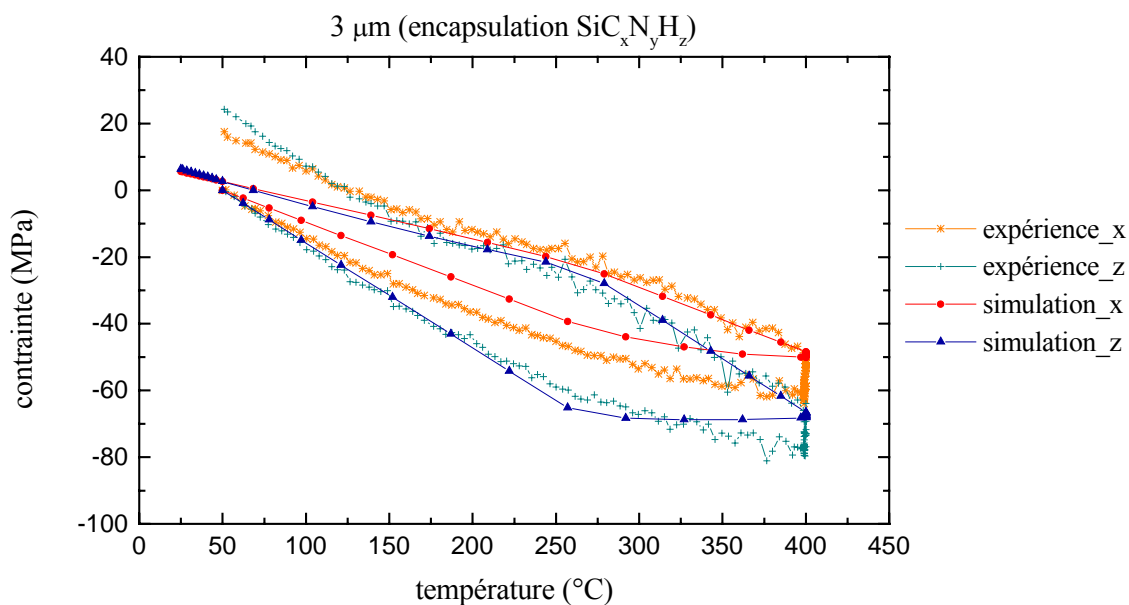


Figure V.18 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 3 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

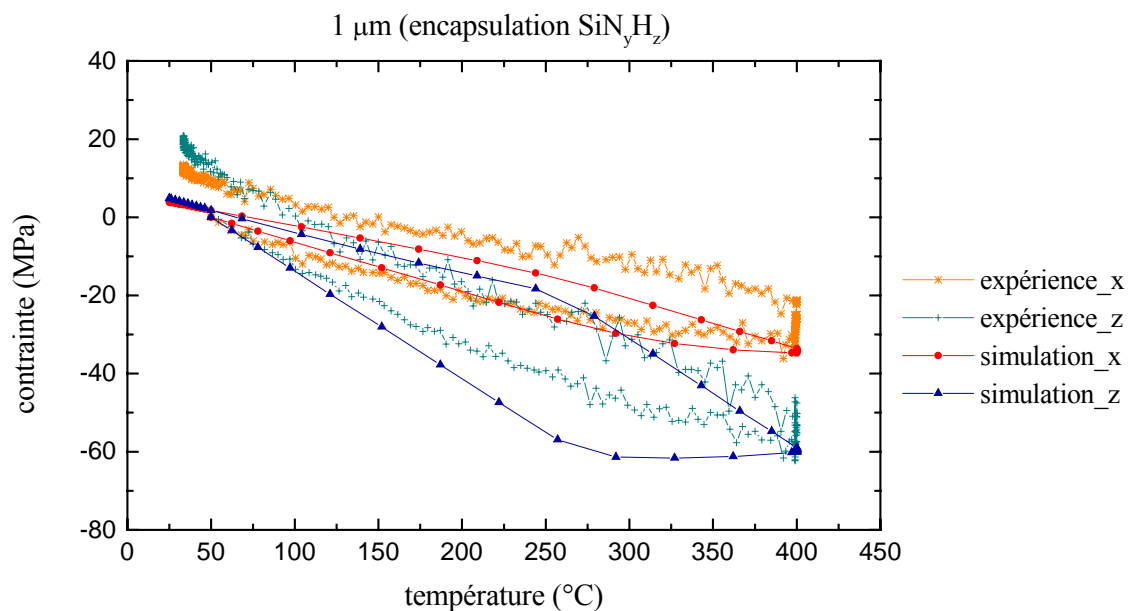


Figure V.19 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium comme encapsulation

Ainsi, globalement, les variations de contraintes, entre 50 et 400°C, calculées par simulation sont assez proches des résultats expérimentaux, surtout lorsque les lignes sont larges. Pour les lignes de 3 μm , les courbes obtenues par simulation sont en accord avec les résultats expérimentaux. Pour les lignes de 1 μm , quelle que soit l'encapsulation, ainsi que pour les lignes de 0.5 μm , les variations de contraintes calculées correspondent aux variations de contraintes mesurées mais la forme des courbes diffère : l'hystérésis est plus marquée pour la courbe obtenue par le calcul que pour la courbe expérimentale. Pour les lignes de 0.3 μm , les variations de contraintes calculées sont un peu plus faibles, selon x, et plus élevées, selon z, que les variations de contraintes mesurées et la forme des courbes diffère également avec une hystérésis plus marquée pour la courbe obtenue par le calcul que pour la courbe expérimentale. Lors du palier à 400°C, les courbes expérimentales indiquent une relaxation de la contrainte alors que la simulation ne prévoit plus cette relaxation au cours du dernier cycle. La relaxation observée expérimentalement pourrait être due à une augmentation de la contrainte intrinsèque des films diélectriques plus importante que celle qui a été modélisée (les films d'oxyde de silicium et de nitrure de silicium dopé au carbone subissent en fait quatre cycles thermiques, associés au recuit suivant le dépôt des films métalliques puis aux trois cycles imposés pour reproduire les mesures de courbure, et l'augmentation de leur contrainte intrinsèque pendant les paliers à 400°C n'a été observée puis calibrée que pendant trois cycles) ou à un fluage du film de cuivre.

2.2. Etude de l'influence de chaque film sur l'évolution de la contrainte avec la température

Afin d'étudier l'influence de chaque matériau sur les contraintes dans les réseaux de lignes et sur leur évolution avec la température, les figures suivantes présentent l'évolution, avec la température, lors du dernier cycle thermique imposé, du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique. La contrainte de l'ensemble de la structure correspond à la somme, sur tous les films, du produit de la contrainte moyenne dans chaque film par sa fraction volumique, soit géométriquement à la somme des courbes relatives à chaque film. Les contraintes moyennes sont calculées d'après les simulations réalisées selon la géométrie théorique des échantillons. Les résultats sont présentés pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation et pour le réseau de lignes de 1 μm avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation, perpendiculairement et parallèlement aux lignes.

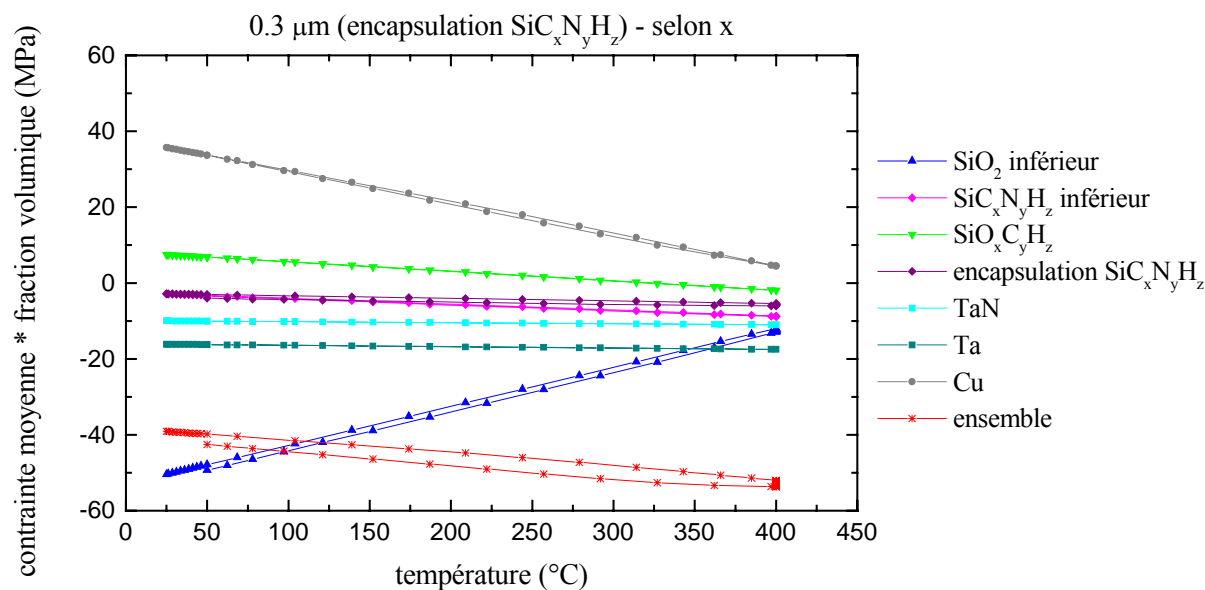


Figure V.20 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.3 µm, perpendiculairement aux lignes (selon x), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

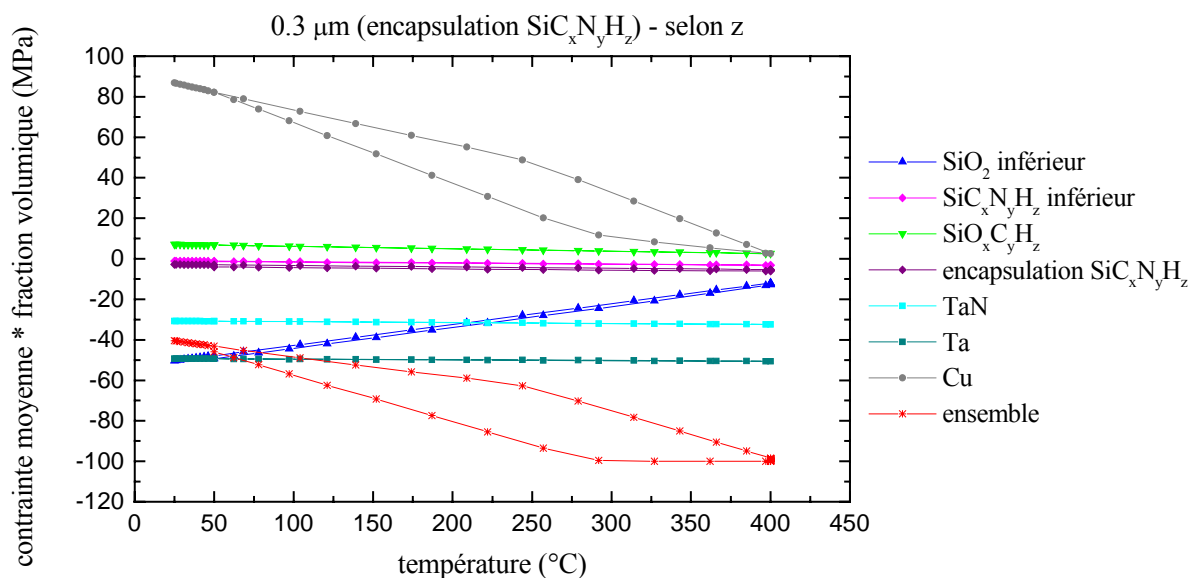


Figure V.21 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.3 µm, parallèlement aux lignes (selon z), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

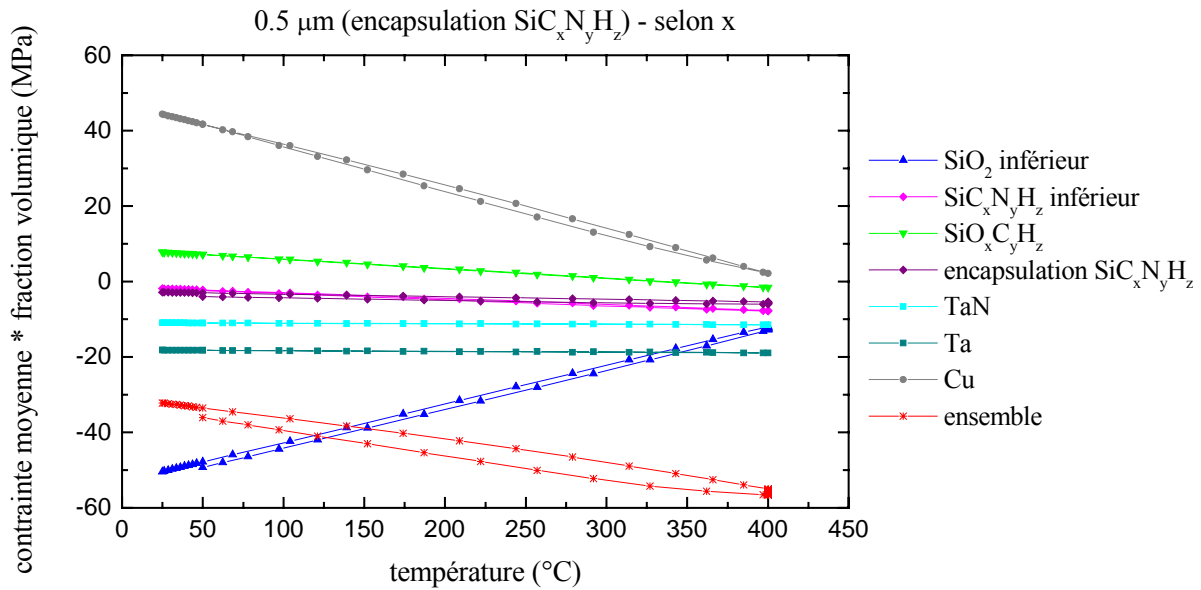


Figure V.22 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.5 µm, perpendiculairement aux lignes (selon x), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

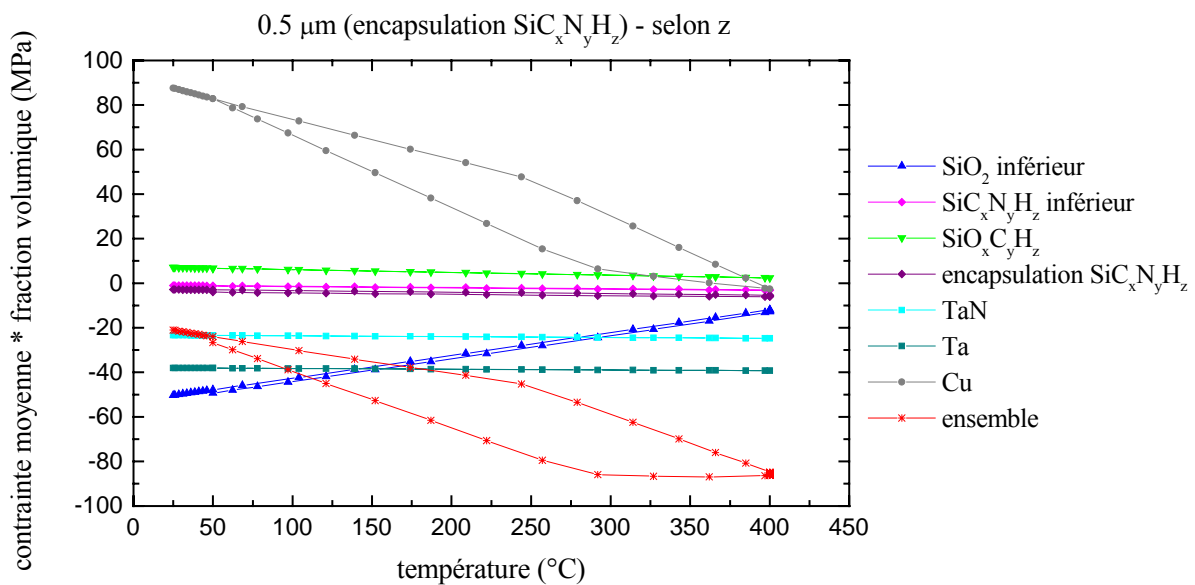


Figure V.23 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.5 µm, parallèlement aux lignes (selon z), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

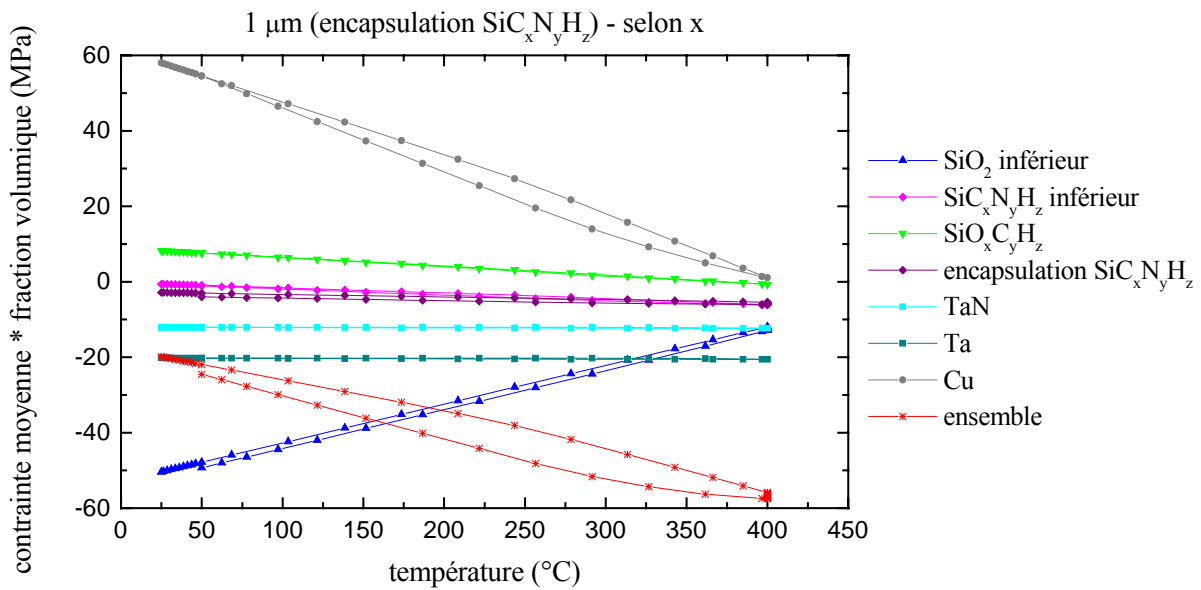


Figure V.24 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement aux lignes (selon x), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

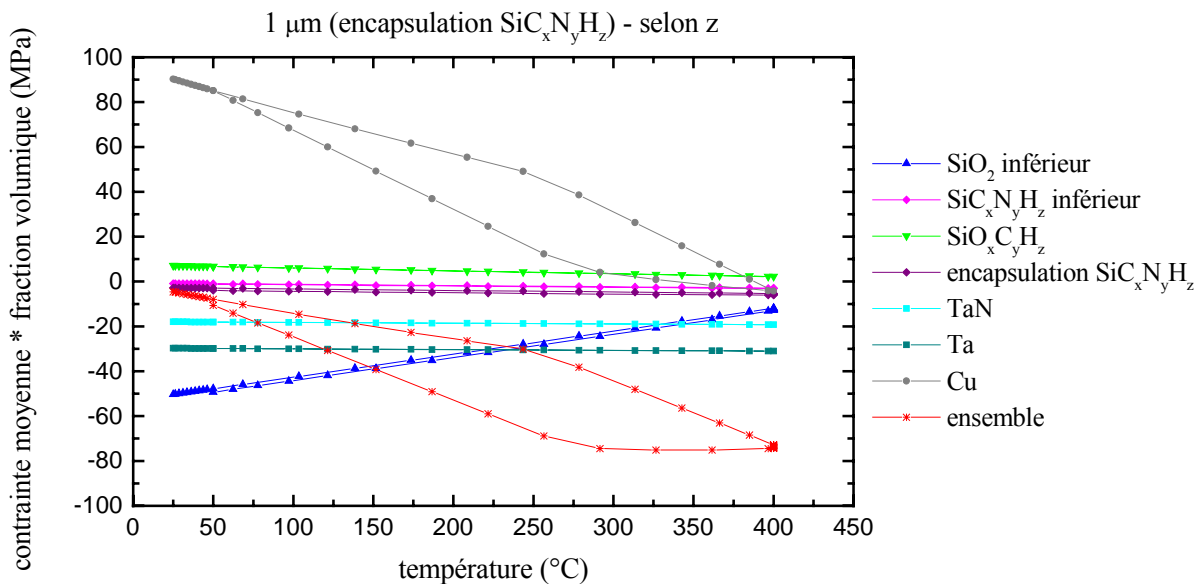


Figure V.25 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, parallèlement aux lignes (selon z), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

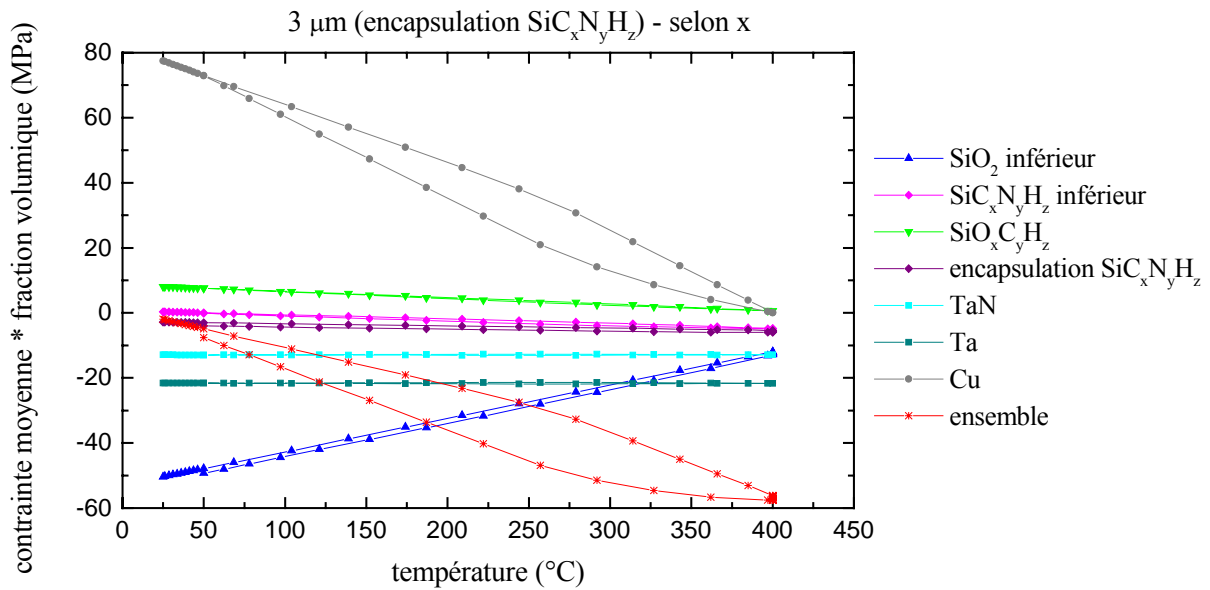


Figure V.26 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 3 µm, perpendiculairement aux lignes (selon x), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

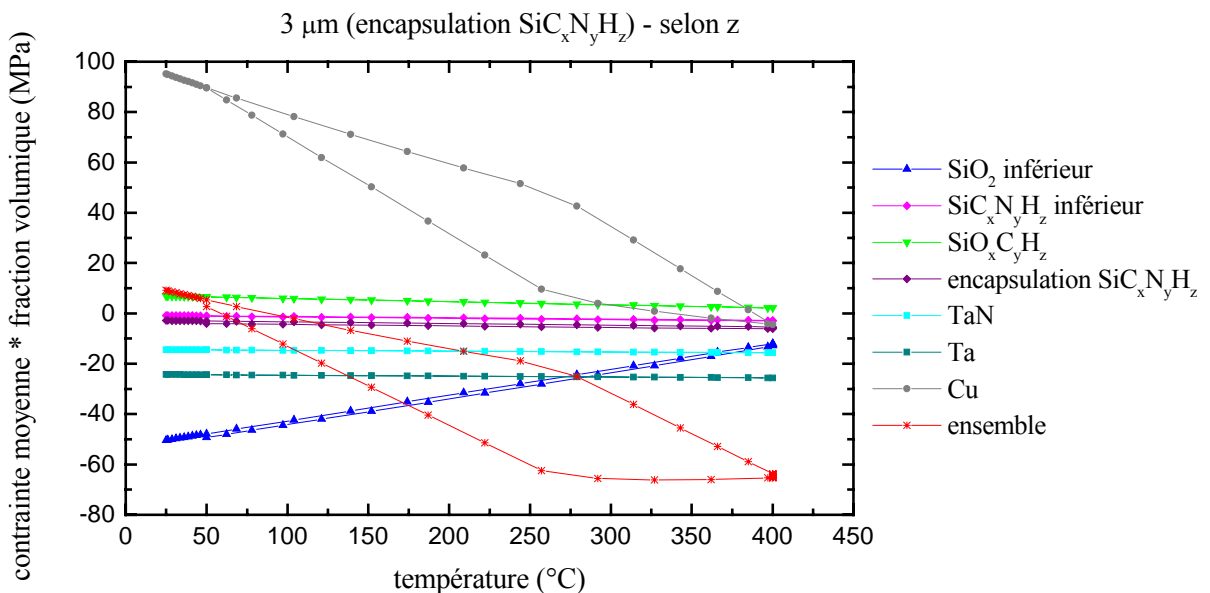


Figure V.27 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 3 µm, parallèlement aux lignes (selon z), avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

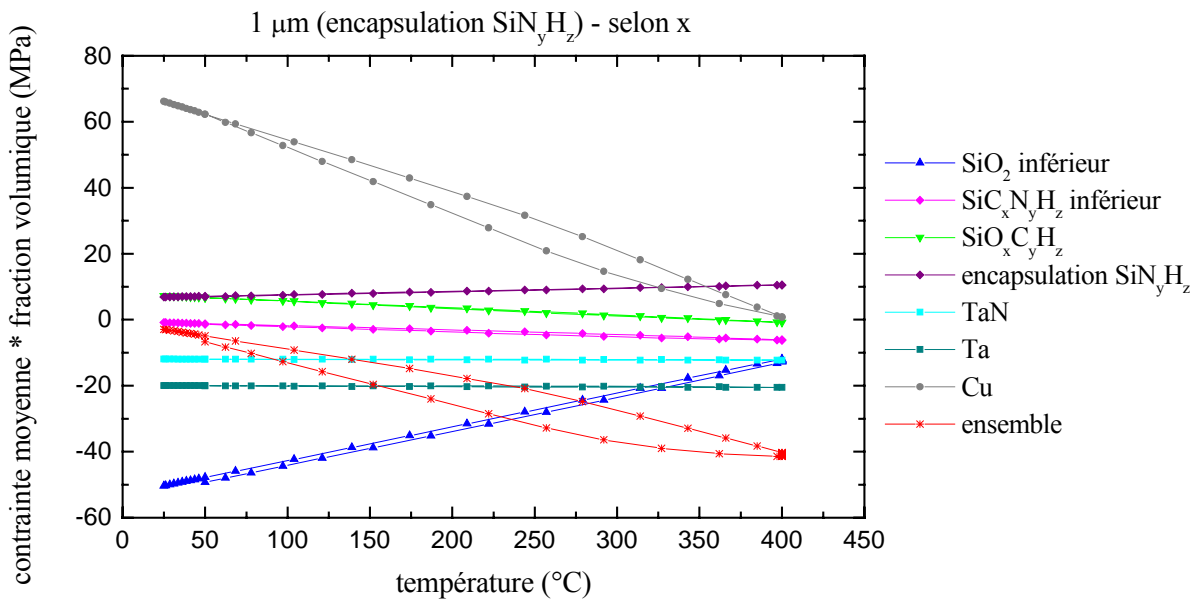


Figure V.28 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement aux lignes (selon x), avec le nitrure de silicium comme encapsulation

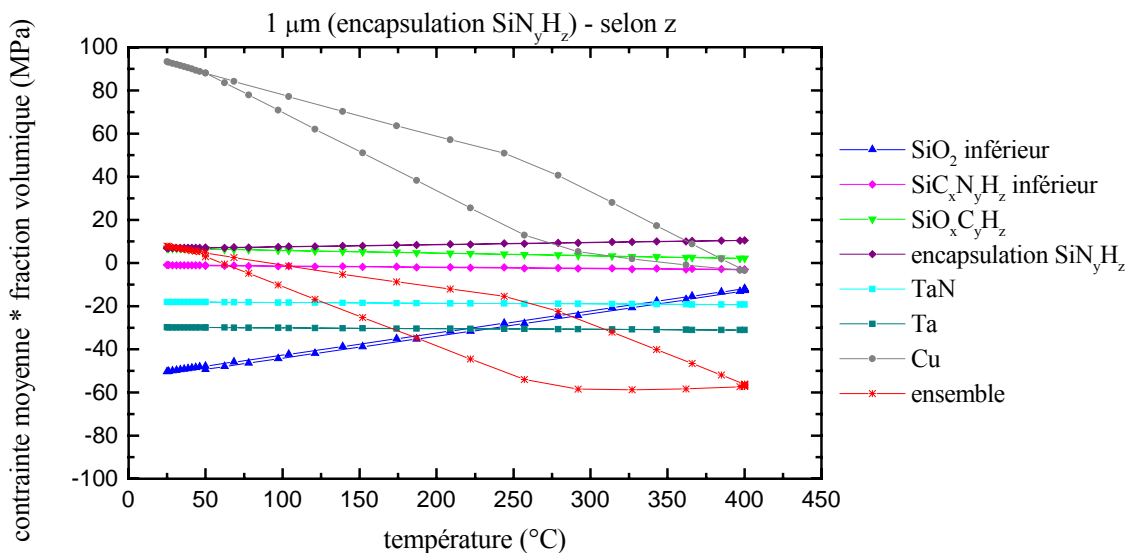


Figure V.29 : Evolution du produit de la contrainte moyenne dans chaque film et dans l'ensemble de la structure par sa fraction volumique en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, parallèlement aux lignes (selon z), avec le nitrure de silicium comme encapsulation

Pour tous les échantillons, et les deux directions x et z, le produit de la contrainte moyenne dans chaque film par sa fraction volumique :

- est, dans le cas du film d'oxyde de silicium, très compressif à 50°C, au début du cycle thermique, et évolue fortement avec la température, au cours du cycle, ce film influence donc de manière importante la contrainte initiale de l'ensemble de la structure, à 50°C, et son évolution avec la température,
- est, dans le cas de la barrière diélectrique et de l'encapsulation formées du film de nitrure de silicium dopé au carbone, très faible à 50°C et évolue peu avec la température, ce film a très peu d'effet sur la contrainte de l'ensemble de la structure et sur son évolution avec la température,
- est, dans le cas de l'oxyde de silicium dopé au carbone et dans le cas de l'encapsulation formée du film de nitrure de silicium, tensile à 50°C, et évolue légèrement avec la température, ces films ont donc un léger effet sur la contrainte de l'ensemble, plus important selon x que selon z, et ils influencent légèrement l'évolution de la contrainte avec la température,
- est, dans le cas du film de nitrure de tantale et du film de tantale, compressif à 50°C mais évolue peu avec la température, la barrière métallique a une influence sur la contrainte initiale de l'ensemble de la structure, à 50°C, au début du cycle thermique, malgré sa faible épaisseur, mais elle a peu d'effet sur l'évolution de la contrainte de l'ensemble de la structure avec la température,
- est, dans le cas du film de cuivre, tensile à 50°C et évolue fortement avec la température, au cours du cycle, ce film influence donc de manière importante la contrainte initiale de l'ensemble de la structure, à 50°C, et son évolution avec la température.

Le tableau V.14 résume l'influence de chaque film sur la contrainte de l'ensemble de la structure.

Tableau V.14 : Influence de chaque film sur la contrainte initiale de la structure, à 50°C, et sur son évolution avec la température

Matériau	Influence du film sur la contrainte initiale de la structure à 50°C	Influence du film sur l'évolution de la contrainte de la structure avec la température
SiO ₂ inférieur	forte	forte
SiC _x N _y H _z inférieur	très faible	très faible
SiO _x C _y H _z	moyenne	faible
Encapsulation SiC _x N _y H _z	très faible	très faible
Encapsulation SiN _y H _z	moyenne	faible
TaN	moyenne	très faible
Ta	moyenne	très faible
Cu	forte	forte

Par conséquent, les deux films qui influencent le plus fortement l'allure de la courbe représentant l'évolution de la contrainte de l'ensemble de la structure avec la température sont les films d'oxyde de silicium et de cuivre. D'ailleurs, les cycles d'hystérésis observés sont dus à la déformation élasto-plastique du cuivre appliquée.

La fraction volumique occupée par le film d'oxyde de silicium est constante quelle que soit la largeur des lignes. Le produit de la contrainte moyenne dans le film par sa fraction volumique est également constant quelle que soit la largeur des lignes. Par contre, dans le film de cuivre, lorsque la largeur des lignes augmente :

- la fraction volumique augmente,
- le produit de la contrainte moyenne dans le film par sa fraction volumique à 50°C augmente fortement selon x et légèrement selon z,
- la variation du produit de la contrainte moyenne dans le film par sa fraction volumique avec la température augmente fortement selon x et légèrement selon z.

Pour l'ensemble de la structure, lorsque la largeur des lignes augmente :

- la contrainte initiale, à 50°C augmente, selon x et selon z,
- la variation de la contrainte avec la température augmente selon x et selon z,
- le cycle d'hystérésis est de plus en plus marqué.

Pour les quatre largeurs de lignes, le produit de la contrainte moyenne dans le film de cuivre par sa fraction volumique diminue, avec la température, plus rapidement selon z que selon x. De même pour l'ensemble de la structure, les variations de la contrainte avec la température sont plus importantes selon z que selon x.

Les figures V.30 et V.31 représentent l'évolution de la contrainte moyenne dans l'ensemble de la structure avec la température, lors du dernier cycle thermique imposé, pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, selon x, perpendiculairement aux lignes, et selon z, parallèlement aux lignes.

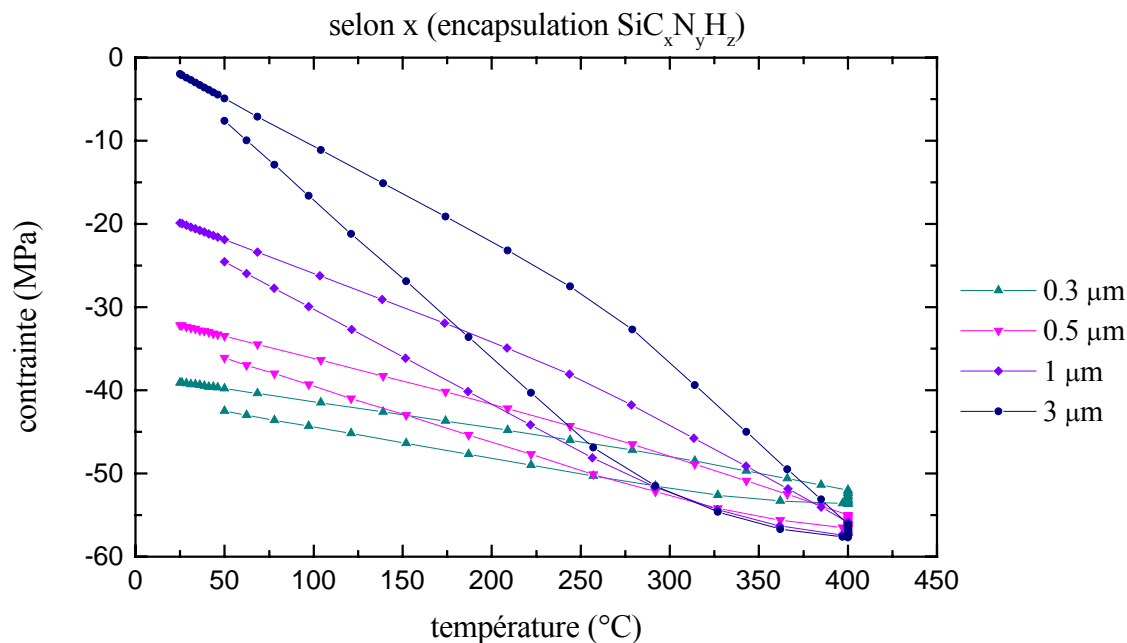


Figure V.30 : Evolution de la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure en fonction de la température, pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, selon x, perpendiculairement aux lignes, lors du dernier cycle thermique imposé

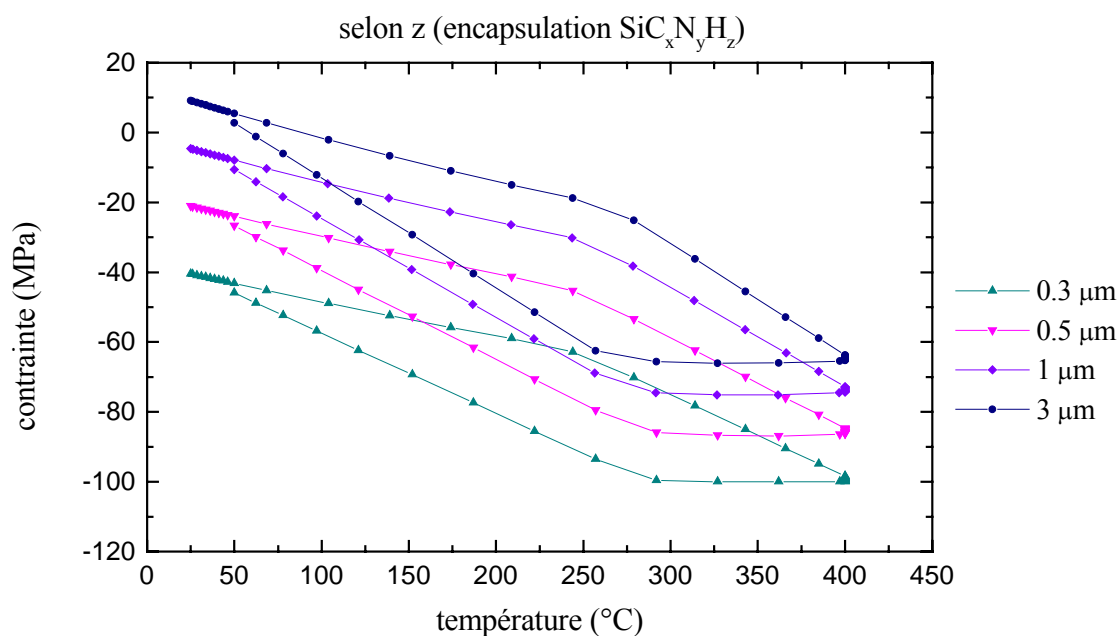


Figure V.31 : Evolution de la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure en fonction de la température, pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, selon z, parallèlement aux lignes, lors du dernier cycle thermique imposé

2.3. Comparaison des résultats des simulations réalisées selon la géométrie mesurée des échantillons et des résultats expérimentaux

Les deux films qui influencent le plus fortement l'allure de la courbe représentant l'évolution de la contrainte de l'ensemble de la structure avec la température sont les films d'oxyde de silicium et de cuivre. Or, d'après les observations microstructurales réalisées au chapitre IV (§4.2) :

- le film inférieur d'oxyde de silicium a été sur-gravé,
- le film supérieur d'oxyde de silicium n'a pas été totalement éliminé par le polissage dans le cas des lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation,
- la barrière métallique est plus fine au niveau des parois latérales de la ligne qu'au niveau de la paroi inférieure de la ligne,
- la largeur des lignes est inférieure aux valeurs attendues et la largeur interligne est au contraire supérieure.

Les fractions volumiques des différents films sont alors légèrement différentes si elles sont évaluées selon la géométrie théorique ou la géométrie mesurée des échantillons. Ces fractions volumiques sont indiquées dans les tableaux V.15 et V.16.

Tableau V.15 : Fractions volumiques estimées selon la géométrie théorique (%) des différents films pour les quatre largeurs de lignes

Matériau	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	57.1	57.1	57.1	57.1
SiC _x N _y H _z inférieur	2.9	2.9	2.9	2.9
SiO _x C _y H _z	15.7	15.7	15.7	15.7
Encapsulation SiC _x N _y H _z ou SiN _y H _z	5.7	5.7	5.7	5.7
TaN	1.9	1.4	1.1	0.8
Ta	2.7	2.0	1.6	1.2
Cu	14.0	15.1	15.9	16.5

Tableau V.16 : Fractions volumiques évaluées selon la géométrie mesurée (%) des différents films pour les quatre largeurs de lignes, avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation et les lignes de 1 μm , avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation

Matériau	Lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation				Lignes de 1 μm avec le nitrure de silicium comme encapsulation
	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm	
SiO ₂ inférieur	52.3	51.0	51.5	50.9	55.2
SiC _x N _y H _z inférieur	3.3	2.7	2.9	2.8	2.4
SiO _x C _y H _z	21.3	17.9	16.4	16.3	17.3
SiO ₂ supérieur	3.1	3.2	2.5	2.5	0.0
Encapsulation SiC _x N _y H _z ou SiN _y H _z	4.3	4.4	4.1	4.7	5.4
TaN	1.0	1.0	1.0	0.9	1.1
Ta	1.4	1.4	1.4	1.3	1.4
Cu	13.4	18.5	20.2	20.6	17.2

La fraction volumique de l'oxyde de silicium inférieur est plus faible que celle qui était attendue. Au contraire, la fraction volumique de cuivre est supérieure, sauf dans le cas des lignes de 0.3 μm , à celle attendue.

Les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » sont à nouveau modélisés mais en respectant, cette fois, la géométrie mesurée des échantillons, évaluée par microscopie électronique à transmission.

Les deux films d'oxyde de silicium (celui situé sous les lignes et celui situé au-dessus du diélectrique « low-k ») sont déposés à partir de précurseurs différents (cf chapitre IV, §1.2). Le film inférieur d'oxyde de silicium (situé sous les lignes) a été caractérisé mais pas le film supérieur (situé au-dessus du diélectrique « low-k »). Les caractéristiques mécaniques du film d'oxyde de silicium supérieur, utilisées pour les calculs, sont issues de la littérature et indiquées dans le tableau V.17 [Carlotti et al, 1996]. Les paramètres caractérisant la composante de la déformation intrinsèque qui évolue avec la température (A , X , $\epsilon_{\text{int},t}^{\text{max}}$) sont supposés identiques à ceux évalués pour le film d'oxyde de silicium inférieur.

Tableau V.17 : Caractéristiques du film d'oxyde de silicium supérieur

Matériau	SiO ₂ inférieur
E (GPa)	60
ν	0.25
α ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	2.7
T ₀ (°C)	400
σ_{res} (MPa)	- 140
ϵ_{int} ($\times 10^{-4}$)	16
$\epsilon_{\text{int,t}}^{\text{max}}$ ($\times 10^{-4}$)	- 6.5
A	500
X (K)	10 800
R (MPa)	/
C (MPa)	/

Les figures suivantes présentent la variation de l'évolution de la contrainte moyenne calculée, avec la température, lors du dernier cycle thermique imposé, perpendiculairement et parallèlement aux lignes, ainsi que les résultats expérimentaux, dans le cas des lignes de 0.3 à 1 μm , dont l'allure des courbes simulées, selon la géométrie théorique des échantillons, diffèrait de la courbe expérimentale.

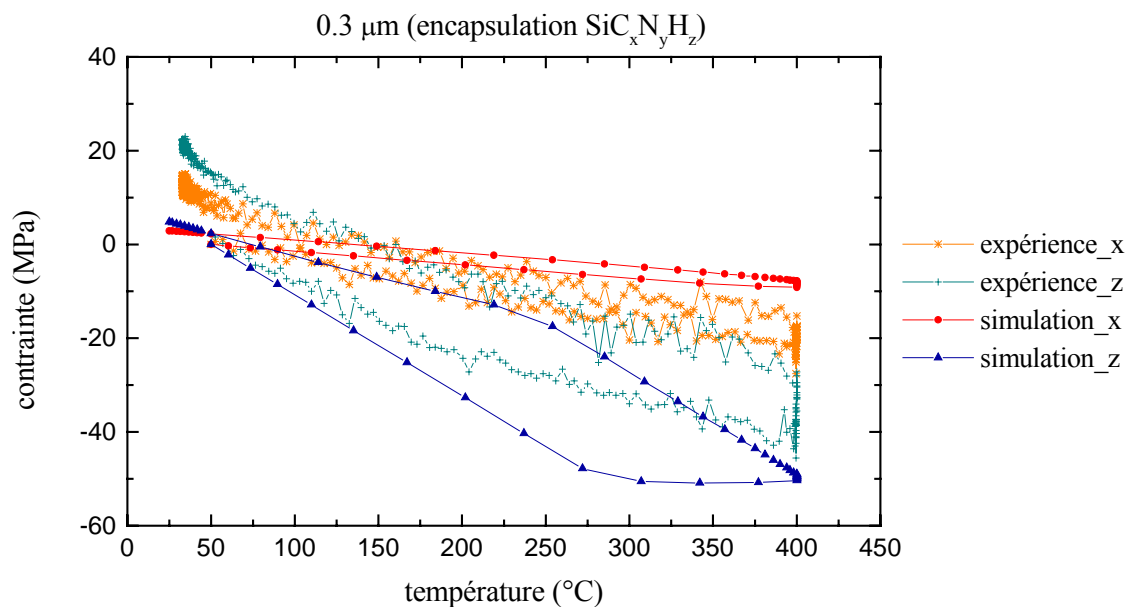


Figure V.32 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.3 μm , perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

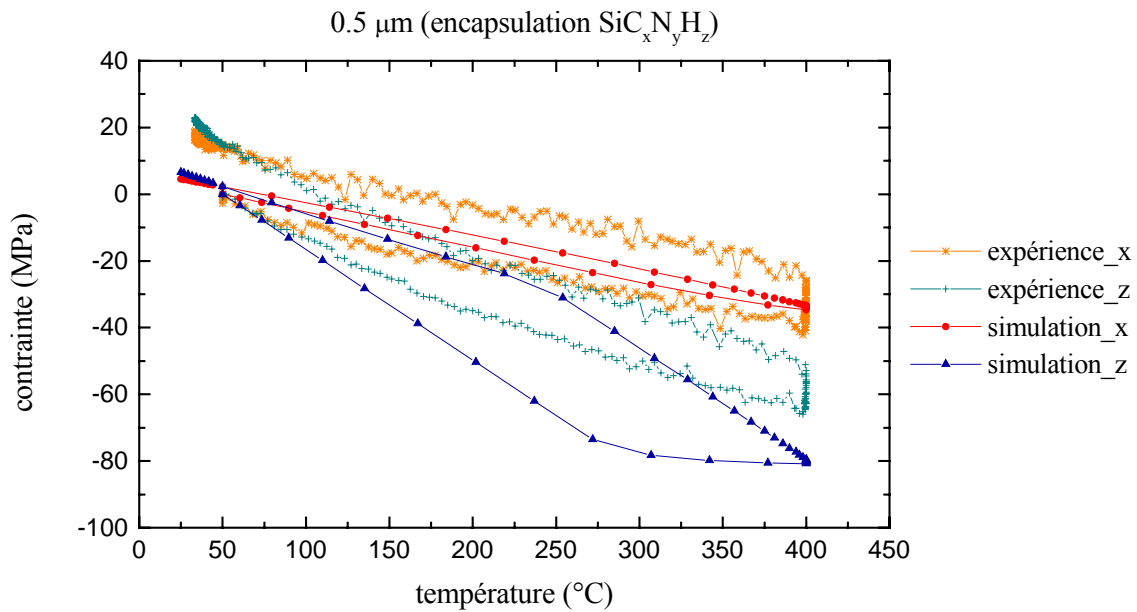


Figure V.33 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 0.5 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

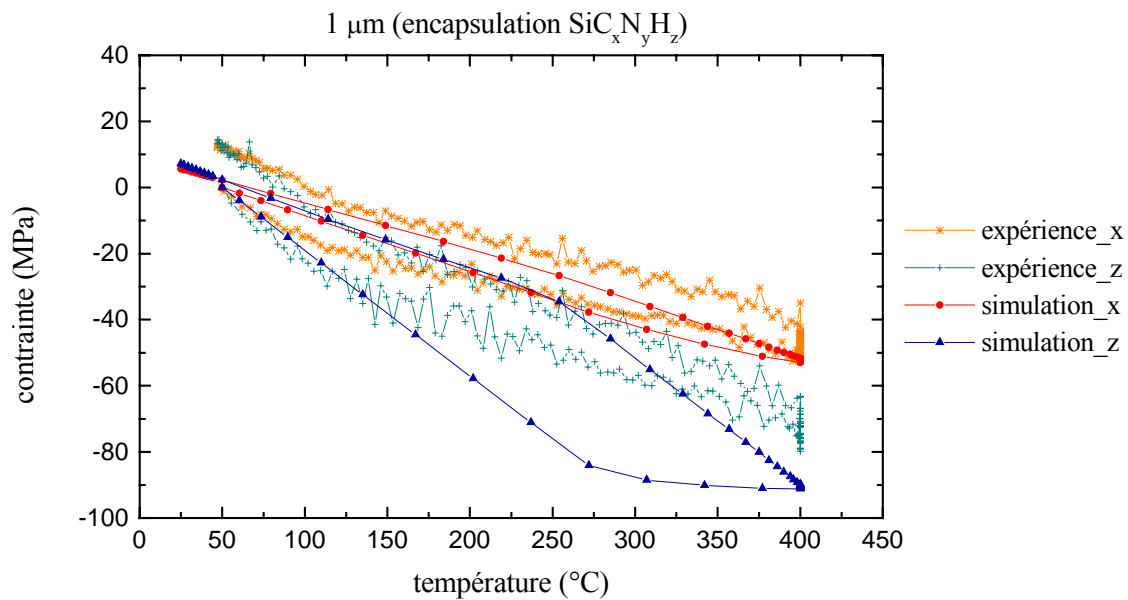


Figure V.34 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

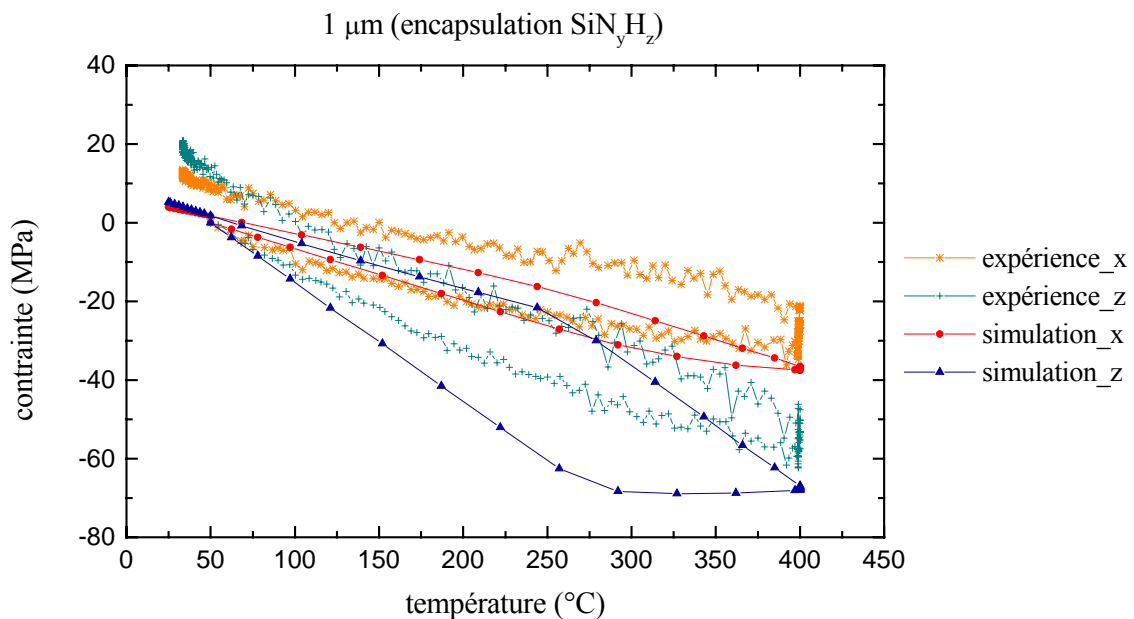


Figure V.35 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 μm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium comme encapsulation

La prise en compte de la géométrie mesurée des échantillons ne semble pas avoir un effet important sur l'allure des courbes obtenues par le calcul et l'hystérésis est toujours plus marquée pour la courbe obtenue par le calcul que pour la courbe expérimentale.

Elle affecte légèrement la variation de l'évolution de la contrainte avec la température. Comparons les figures V.32, V.33, V.34, V.35 respectivement aux figures V.15, V.16, V.17 et V.19. Dans le cas des lignes de 0.3 μm, la variation de l'évolution de la contrainte avec la température est légèrement plus faible lorsqu'elle est calculée selon la géométrie théorique des échantillons que selon leur géométrie mesurée. Dans le cas des lignes de 0.5 et 1 μm, pour les deux encapsulations, la variation de l'évolution de la contrainte avec la température est légèrement plus importante lorsqu'elle est calculée selon la géométrie théorique des échantillons que selon leur géométrie mesurée. Ces observations semblent logiques. En effet, les deux films qui influencent le plus fortement l'allure de la courbe représentant l'évolution de la contrainte avec la température sont les films d'oxyde de silicium et de cuivre (cf tableau V.14). Or, la fraction volumique de l'oxyde de silicium inférieur est plus faible que celle qui était attendue et la contrainte dans le film augmente lorsque la température augmente. Au contraire, la fraction volumique de cuivre est supérieure, sauf dans le cas des lignes de 0.3 μm, à celle attendue et la contrainte dans le film diminue lorsque la température augmente.

Dans le cas des lignes de 0.3 μm, la prise en compte de la géométrie mesurée des échantillons éloigne la courbe simulée de la courbe expérimentale selon x mais la rapproche selon z. Dans le cas des lignes de 0.5 et 1 μm, pour les deux encapsulations, la prise en compte de la

géométrie mesurée des échantillons rapproche la courbe simulée de la courbe expérimentale selon x mais l'éloigne selon z. Ces résultats sont assez surprenants puisqu'au premier abord, les modélisations réalisées selon la géométrie mesurée des échantillons auraient dû permettre un meilleur accord avec les résultats expérimentaux que les modélisations réalisées selon la géométrie théorique des échantillons.

La prise en compte de la géométrie mesurée des échantillons affecte de façon assez importante les contraintes globales de la structure. Le tableau V.18 présente les contraintes moyennes de l'ensemble de la structure, calculées selon la géométrie théorique ou la géométrie mesurée des échantillons, à la fin du dernier cycle thermique imposé, à 25°C. Les résultats sont indiqués selon x, perpendiculairement aux lignes, et selon z, parallèlement aux lignes, pour les quatre réseaux de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation et pour le réseau de lignes avec le nitrure de silicium comme encapsulation.

Tableau V.18 : Contraintes moyennes calculées de l'ensemble de la structure, à la fin du dernier cycle thermique imposé, à 25°C, selon x, perpendiculairement aux lignes, et selon z, parallèlement aux lignes, pour les quatre réseaux de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation et pour le réseau de lignes avec le nitrure de silicium comme encapsulation

Géométrie	Sens	Contraintes (MPa)				
		Lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation				Lignes de 1 μm avec le nitrure de silicium comme encapsulation
		0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm	
Théorique	selon x	- 39	- 32	- 20	- 2	- 3
Mesurée		- 18	0	6	20	- 5
Théorique	selon z	- 40	- 21	- 5	9	8
Mesurée		- 6	20	27	35	16

Les contraintes moyennes de l'ensemble de la structure sont ainsi plus élevées lorsqu'elles sont calculées selon la géométrie mesurée des échantillons que selon leur géométrie théorique, sauf dans le cas des lignes avec le nitrure de silicium comme encapsulation, selon x. Cette observation semble logique, en tout cas pour les réseaux de lignes avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation. Les films influençant le plus fortement la contrainte initiale de la structure à 50°C, mais aussi la contrainte finale à 25°C (l'évolution de la contrainte avec la température forme une hystérésis) sont les films d'oxyde de silicium, d'oxyde de silicium dopé au carbone, de nitrure de silicium, de nitrure de tantale, de tantale et de cuivre (cf tableau V.14). Pour les lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, la fraction volumique mesurée occupée par :

- le film oxyde de silicium, compressif, est plus faible que celle attendue,
- le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, tensile, est plus forte que celle attendue,

- les films de nitrure de tantale et de tantale, compressifs, est plus faible que celle attendue,
- le film de cuivre, tensile, est plus forte, sauf dans le cas des lignes de 0.3 μm , que celle attendue.

Pour les lignes avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation, la fraction volumique mesurée occupée par :

- le film oxyde de silicium, compressif, est plus faible que celle attendue,
- le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, tensile, est plus forte que celle attendue,
- le film de nitrure de silicium, tensile, est légèrement plus faible que celle attendue,
- les films de nitrure de tantale et de tantale, compressifs, est plus forte que celle attendue,
- le film de cuivre, tensile, est plus forte que celle attendue.

2.4. Loi de comportement du cuivre dans les lignes fines

Dans le cas des lignes de 3 μm , les résultats du modèle coïncident avec les mesures expérimentales. Cependant, pour les lignes dont la largeur est inférieure à 3 μm , l'allure des courbes représentant l'évolution de la contrainte en fonction de la température indique, d'après les résultats expérimentaux, un comportement quasiment élastique de la structure alors que, d'après le modèle par éléments finis, la structure a un comportement élastoplastique (y compris lorsque la géométrie mesurée des échantillons est respectée). Ce comportement plastique de la structure, d'après la modélisation, est surtout marqué dans la direction parallèle aux lignes et est dû à la déformation plastique du film de cuivre.

La loi de plasticité utilisée pour modéliser le comportement du cuivre dans les lignes est celle définie à partir des essais réalisés sur des empilements composés de films déposés uniformément sur le substrat. Or, lorsque le film est déposé sous forme de lignes et lorsque les dimensions des lignes diminuent, la taille des grains de cuivre diminue également, selon la largeur des lignes (cf chapitre IV, §4.3), réduisant ainsi la longueur de ligne des dislocations intragranulaires et leur mobilité. En dessous de 1 μm , lorsqu'il n'y a plus en moyenne qu'un grain dans la largeur de la ligne, les dislocations sont accrochées par les bords de lignes et ne sont plus mobiles. Par conséquent, lorsque les dimensions des lignes diminuent, la limite d'élasticité du film de cuivre augmente vraisemblablement (cf chapitre IV, §3.3).

Le comportement élastique du cuivre, déposé sous forme de lignes, a également été observé dans la littérature.

Ce comportement élastique a notamment été mis en évidence par Kobrinsky et al en mesurant, au cours de cycles thermiques variant jusqu'à 450°C, la courbure de réseaux de lignes cuivre / oxyde de silicium, encapsulés, de largeur comprise entre 0.3 et 0.8 μm , avant et après retrait du film de cuivre [Kobrinsky et al, 2001].

Des mesures par diffraction des rayons X ont été réalisées sur des réseaux de lignes cuivre / diélectrique (oxyde de silicium ou différents diélectriques « low-k »), encapsulés, de largeur

comprise entre 0.2 et 1 μm , au cours de cycles thermiques réalisés entre 40 et 400°C. Elles permettent d'évaluer les contraintes dans le film de cuivre. Elles indiquent également un comportement élastique du film, dans la gamme de températures étudiée, et des contraintes triaxiales. Verticalement, lorsque le diélectrique utilisé est un film « low-k », les contraintes sont tout de même assez faibles [Kasthurirangan et al, 1999; Besser et al, 1999; Rhee et al -1, 2001; Du et al, 2002; Gan et al, 2002; Rhee et al, 2003; Besser et Jiang, 2004]. De plus, ces études montrent que, dans le film de cuivre :

- à 40°C, les contraintes sont plus élevées suivant la direction des lignes, puis perpendiculairement aux lignes que verticalement,
- lorsque la température augmente, les contraintes diminuent,
- lors d'un cycle thermique, les variations de contraintes avec la température sont plus importantes parallèlement aux lignes, puis perpendiculairement que verticalement,
- lorsque la largeur des lignes diminue, les variations de contraintes avec la température, en valeur absolue, diminuent dans le sens des lignes et dans le sens perpendiculaire, et augmentent verticalement (lorsque le diélectrique est un film « low-k », ces évolutions avec la largeur des lignes peuvent être très faibles).

Baldacci et al ont également observé, par diffraction des rayons X, le comportement de lignes de cuivre, au cours de cycles thermiques réalisés entre 40 et 500°C. Les lignes de cuivre, de largeur 0.3 μm , encapsulées, ont un comportement élastique alors que les lignes plus larges auraient, comme les films minces, un comportement élasto-plastique [Baldacci et al, 2004].

Supposons que le film de cuivre ait un comportement élastique dans les lignes dont la largeur est inférieure à 3 μm . La variation de l'évolution, avec la température, de la contrainte moyenne calculée, lors du dernier cycle thermique imposé, perpendiculairement et parallèlement aux lignes, dans le cas des lignes de 1 μm est tracée à la figure V.36. La modélisation est réalisée selon la géométrie théorique des échantillons (le temps de calcul est plus court et la prise en compte de la géométrie mesurée des échantillons ne permet pas d'obtenir des résultats plus cohérents par rapport aux mesures). La courbe expérimentale est également indiquée sur cette figure.

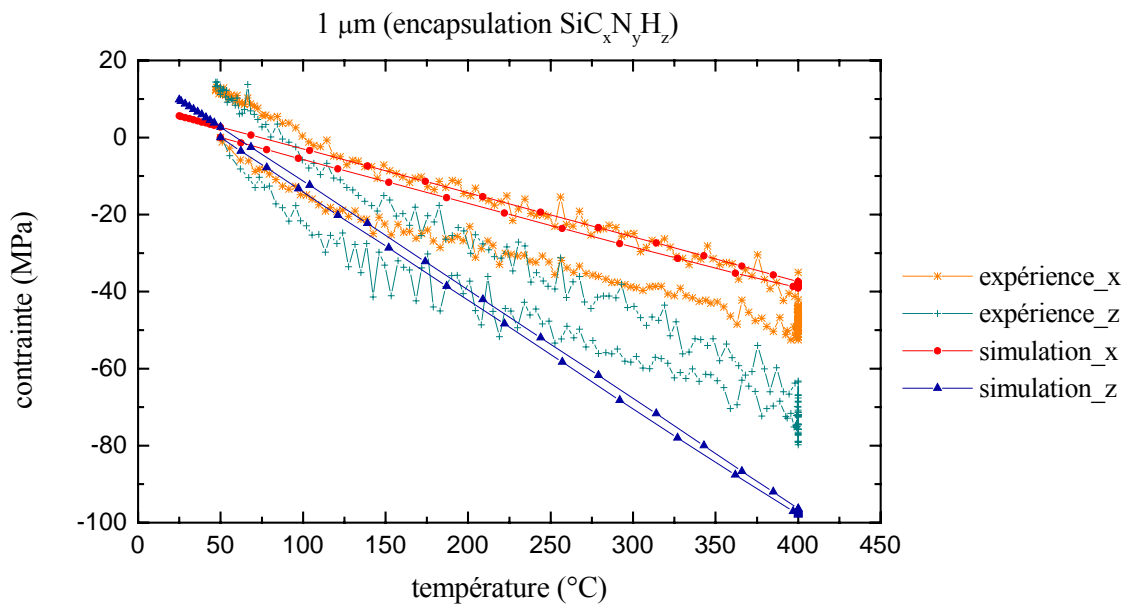


Figure V.36 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, en supposant pour les calculs une déformation du film de cuivre uniquement élastique

La forme des courbes simulées est plus proche de la courbe expérimentale, même si le modèle n'indique toujours pas de relaxation au cours de ce dernier cycle thermique. Toutefois, les variations de contraintes calculées dans la direction des lignes sont beaucoup plus grandes que les variations de contraintes mesurées.

Le cuivre est considéré comme un matériau isotrope dans les simulations. Or ce matériau est anisotrope. Lorsqu'il est déposé sous forme de film uniforme ou sous forme de lignes, le plan de base majoritaire est le plan {100} puis le plan {111} (cf chapitre IV, §4.3). Il serait alors plus rigoureux d'utiliser dans les calculs, une matrice de rigidité anisotrope, prenant en compte, grâce à un calcul d'homogénéisation, la texture du film. Ce travail est assez long et complexe. Il n'entre pas dans le cadre de cette étude.

Dans la littérature, certains auteurs observent pour le film de cuivre une forte texture telle que le plan {111} soit parallèle à la surface du film ou à la paroi inférieure des lignes (cf chapitre IV, §4.3). Les coefficients de la matrice de rigidité anisotrope du cuivre, calculés en supposant que 100 % des grains de cuivre sont orientés tels que le plan {111} soit parallèle à la surface du film ont été évalués. Ils sont tels que les relations entre les contraintes, σ , dans les 3 directions x, y et z et les déformations, ε , s'écrivent [Vinci et al, 1995; Kasthurirangan et al, 1999; Besser et al, 1999; Besser et al, 2001] :

$$\sigma_1 = C'_{11} \varepsilon_1 + C'_{13} \varepsilon_2 + C'_{12} \varepsilon_3$$

$$\sigma_2 = C'_{13} \varepsilon_1 + C'_{33} \varepsilon_2 + C'_{13} \varepsilon_3$$

$$\sigma_3 = C'_{12} \varepsilon_1 + C'_{13} \varepsilon_2 + C'_{11} \varepsilon_3$$

avec $C'_{11} = 220.3$ GPa, $C'_{12} = 104.1$ GPa, $C'_{13} = 86.8$ GPa, $C'_{33} = 237.6$ GPa, dans le système de coordonnées des réseaux de lignes défini à la figure V.14.

Dans les calculs réalisés, le module de Young utilisé a été évalué par nanoindentation, à partir de mesures réalisées sur un film mince déposé uniformément sur un substrat. La valeur indiquée correspond au module de Young moyen du film dans la direction verticale, évaluée en respectant la texture du film.

Dans le cas des lignes, une tendance telle que la direction $\langle 110 \rangle$ du plan de base soit parallèle à la direction de la ligne a été observée (cf chapitre IV, §4.3). Il semblerait qu'elle soit d'autant plus marquée que les lignes sont fines. En effet, d'après Baldacci et al, les lignes fines de $0.3 \mu\text{m}$, déposées dans les mêmes conditions que les échantillons étudiés, au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale, ont une forte orientation préférentielle telle que la direction $\langle 110 \rangle$ soit parallèle à la direction de la ligne. Mais cette orientation n'apparaît pas dans les lignes de largeur $3 \mu\text{m}$ [Baldacci et al, 2004]. Or pour un matériau massif, la direction $\langle 111 \rangle$ est la direction la plus rigide. Le module de Young est égal à 192 GPa dans cette direction. Il ne vaut plus que 131 GPa dans la direction $\langle 110 \rangle$ et 67 GPa dans la direction $\langle 100 \rangle$ [Nye, 1957; Grégoire et al -2, 2005]. Ainsi, dans la direction parallèle aux lignes et surtout dans la direction perpendiculaire aux lignes, le module de Young du cuivre est probablement plus faible que celui dans la direction verticale.

Supposons alors désormais que, de par l'orientation cristallographique du film de cuivre dans les lignes dont la largeur est inférieure à $3 \mu\text{m}$, le module de Young du film soit plus faible et égal à 100 GPa (le film est toujours considéré isotrope et élastique, sa déformation intrinsèque instantanée vaut -4.02×10^{-3}). Les figures V.37 à V.40 représentent la variation de l'évolution, avec la température, de la contrainte moyenne calculée, lors du dernier cycle thermique imposé, perpendiculairement et parallèlement aux lignes, dans le cas des lignes de 0.3 à $1 \mu\text{m}$, selon la géométrie théorique des échantillons. Les courbes expérimentales sont également tracées.

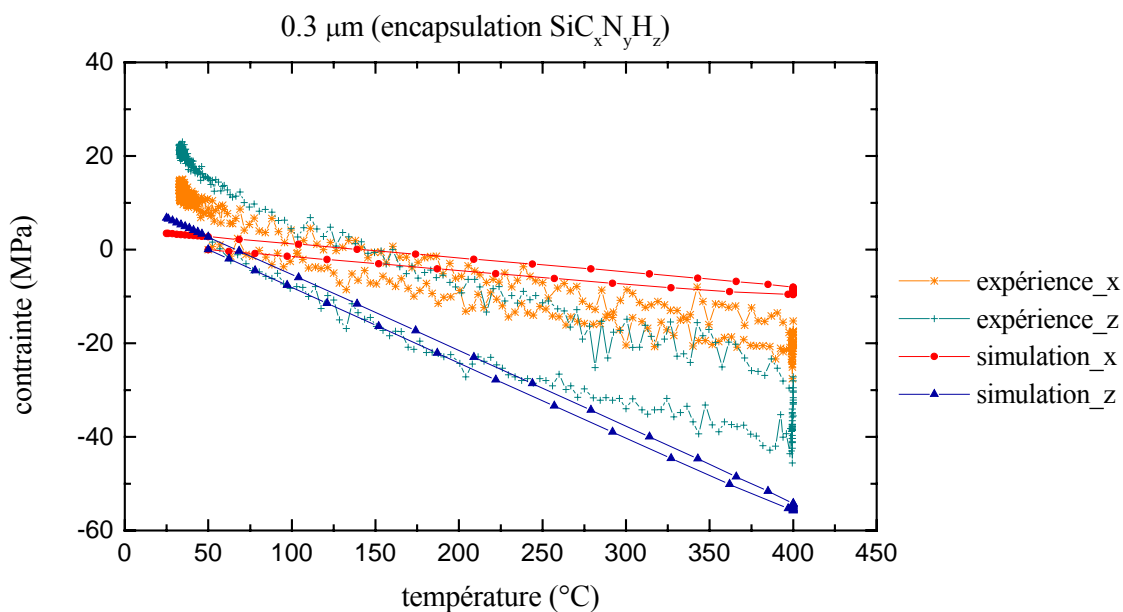


Figure V.37 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de $0.3 \mu\text{m}$, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, en supposant pour les calculs une déformation du film de cuivre uniquement élastique et un module de Young de 100 GPa

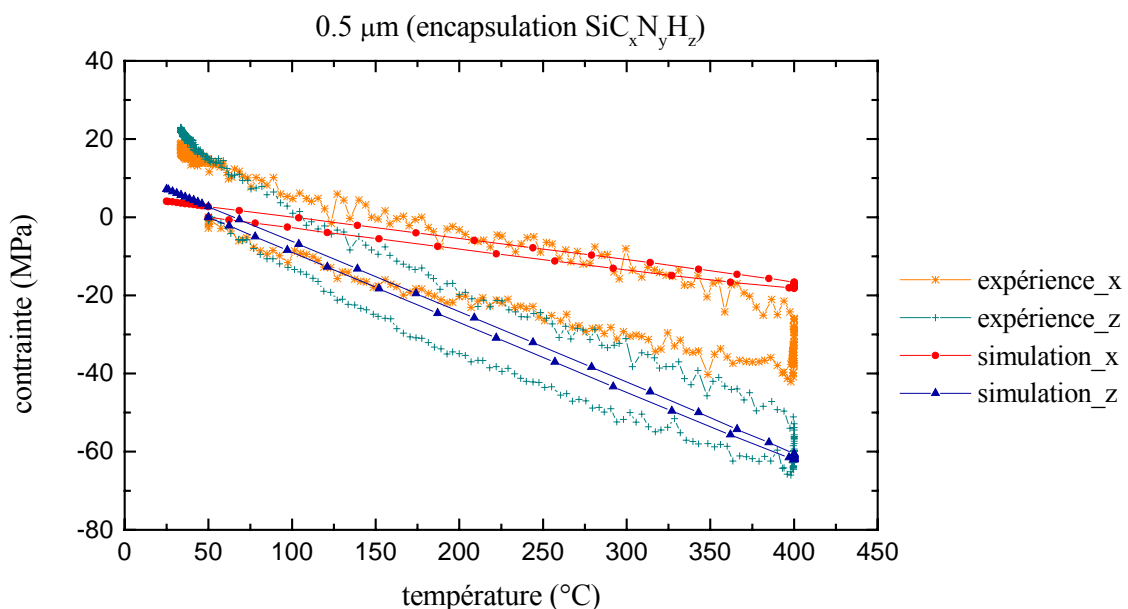


Figure V.38 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de $0.5 \mu\text{m}$, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, en supposant pour les calculs une déformation du film de cuivre uniquement élastique un module de Young de 100 GPa

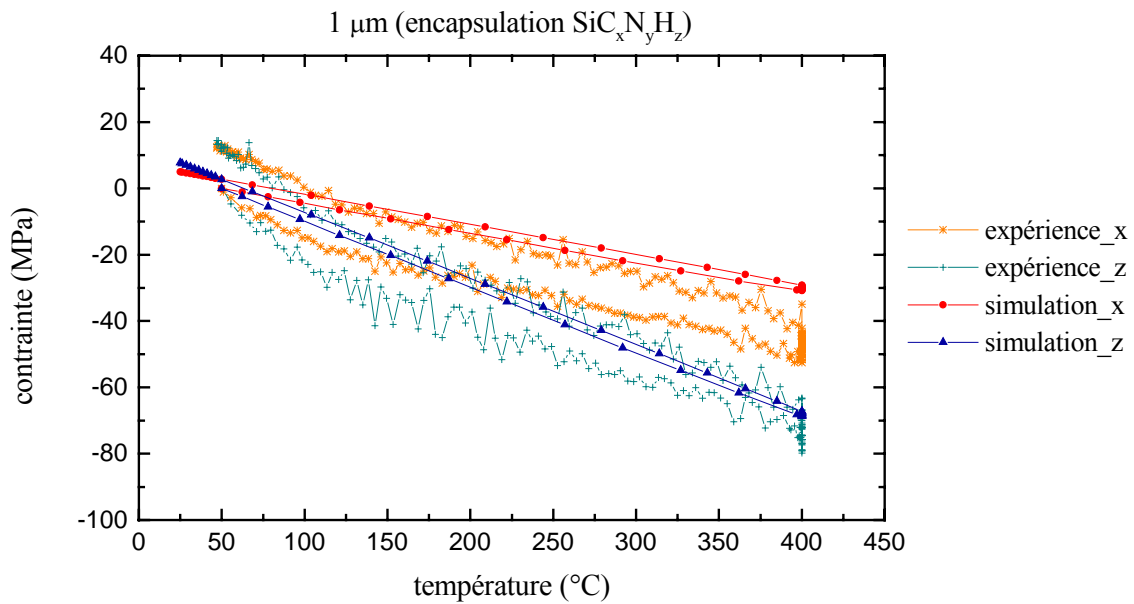


Figure V.39 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, en supposant pour les calculs une déformation du film de cuivre uniquement élastique et un module de Young de 100 GPa

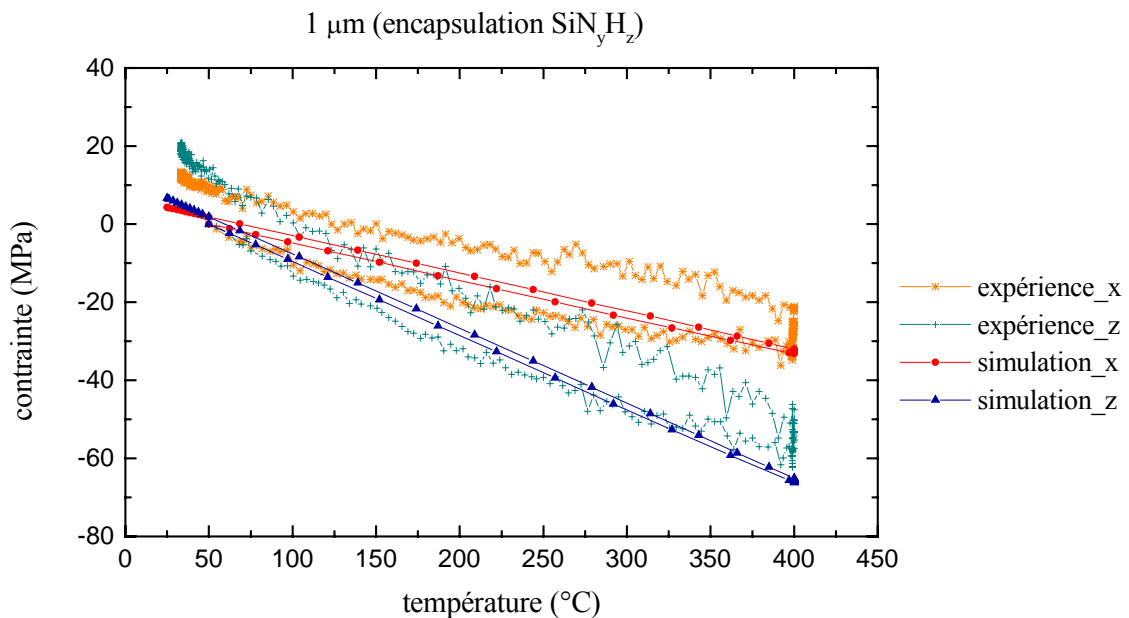


Figure V.40 : Variation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température, lors du dernier cycle thermique imposé, dans les cas des lignes de 1 µm, perpendiculairement (selon x) et parallèlement (selon z) aux lignes, avec le nitrure de silicium comme encapsulation, en supposant pour les calculs une déformation du film de cuivre uniquement élastique et un module de Young de 100 GPa

Les variations de contraintes calculées, par rapport aux variations de contraintes mesurées, sont :

- légèrement plus faibles dans la direction x et légèrement plus importantes dans la direction z pour les lignes de 0.3 μm ,
- légèrement plus faibles dans la direction x et égales dans la direction z pour les lignes de 0.5 μm ,
- légèrement plus faibles dans la direction x et égales dans la direction z pour les lignes de 1 μm avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation,
- égales dans les directions x et z pour les lignes de 1 μm avec le film de nitrure de silicium comme encapsulation.

Lorsque le cuivre est déposé sous forme de lignes dont la largeur est inférieure à 3 μm , une loi de comportement élastique avec un module de Young de 100 GPa semble conduire à des résultats plus cohérents, par rapport aux mesures, que la loi de comportement élasto-plastique utilisée avec un module de Young de 135 GPa, qui décrit le comportement du film dans les lignes de largeur 3 μm . Les écarts observés entre les simulations et les expériences sont assez faibles. Ils peuvent être liés à l'incertitude des mesures qui sont assez délicates. En particulier dans le cas de lignes de 0.3 μm , la variation de la courbure avec la température est assez faible et donc moins précise. Ces écarts peuvent aussi être dus au fait que les simulations ont été réalisées selon la géométrie théorique et non mesurée des échantillons.

3. Conclusion

Une loi de comportement permettant de décrire les films minces utilisés dans les interconnexions a été développée en couplant la modélisation par éléments finis et des mesures de courbure, réalisées sur des films et des empilements uniformément déposés sur un substrat. Cette loi permet de tenir compte des déformations intrinsèques des films et, dans le cas des films diélectriques, de leurs évolutions au cours du temps, avec la température imposée. Le comportement élasto-plastique du cuivre est décrit par un écrouissage cinématique linéaire. Les hypothèses de calcul et les conditions aux limites appliquées ont été validées sur des exemples simplifiés. Une modélisation séquentielle est réalisée afin de tenir compte des étapes de fabrication des interconnexions, et plus particulièrement des échantillons étudiés. La température de dépôt des films diélectriques, la gravure des diélectriques, le recuit sont ainsi simulés. Le polissage mécano-chimique, qui ne modifie pas les contraintes dans les films, n'est pas modélisé.

Les mesures de courbure, réalisées en fonction de la température, sur les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », sont simulées. Les courbes obtenues par simulation, selon la loi de comportement élasto-plastique, sont en accord avec les résultats expérimentaux pour les lignes de 3 μm . Pour les lignes plus fines, les variations de contraintes calculées correspondent aux variations de contraintes mesurées mais la forme des courbes diffère : la modélisation prévoit un comportement élasto-plastique de la structure alors que les

expériences indiquent un comportement quasiment élastique entre 50 et 400°C. Le film de cuivre semble donc avoir un comportement différent selon la largeur des lignes : élasto-plastique dans les lignes de 3 μm et élastique dans les lignes plus fines. Dans les lignes étroites, la limite d'élasticité est vraisemblablement plus élevée. De plus, dans les lignes étroites, l'orientation cristallographique du cuivre semble avoir un effet important sur ses caractéristiques mécaniques qu'il est nécessaire de prendre en compte. Le caractère anisotrope du film n'a pas été modélisé dans cette étude. Cependant, dans le cas des lignes de largeur inférieure à 3 μm , une loi de comportement du cuivre élastique avec un module de Young plus faible (100 GPa au lieu de 135 GPa) permet d'obtenir des résultats très cohérents par rapport aux mesures.

Chapitre VI

Comportement thermomécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k »

Sommaire

1.	Effet des procédés de fabrication	231
1.1.	Evolution des contraintes de l'ensemble de la structure au cours du procédé de fabrication.....	231
1.2.	Evolution des contraintes dans chaque film au cours du procédé de fabrication...	235
2.	Effet de l'encapsulation.....	243
3.	Contraintes dans le film de cuivre et dans le film diélectrique « low-k ».....	246
3.1.	Contraintes à 20°C, à la fin du procédé de fabrication.....	246
3.2.	Contraintes dans le film de cuivre au cours d'un cycle thermique	253
4.	Effet du diélectrique interligne.....	255
4.1.	Contraintes à 20°C, à la fin du procédé de fabrication.....	256
4.2.	Contraintes dans le film de cuivre au cours d'un cycle thermique	260
4.3.	Bilan	261
5.	Conclusion.....	262

Un modèle par éléments finis permettant d'évaluer les contraintes thermomécaniques dans les films minces des interconnexions a été développé et explicité au chapitre V. Ce modèle a notamment été adapté et utilisé pour calculer les contraintes dans des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k ». Dans ce chapitre, le comportement thermomécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » de différentes largeurs, avec deux encapsulations finales possibles (soit un film de nitrure de silicium dopé au carbone, soit un film de nitrure de silicium), présentés au chapitre IV (et schématisés à la figure IV.2), est plus particulièrement étudié. Dans le cas des lignes de 0.3 à 1 μm , les résultats présentés sont ceux des calculs réalisés selon une loi de comportement élastique pour le film de cuivre avec un module de Young de 100 GPa. Dans le cas des lignes de 3 μm , les résultats présentés sont ceux des calculs réalisés selon une loi de comportement élasto-plastique pour le film de cuivre avec un module de Young de 135 GPa (cf chapitre V). Tous les calculs sont réalisés selon la géométrie théorique des échantillons.

Tout d'abord, l'effet des procédés de fabrication ainsi que de la nature de l'encapsulation sur les contraintes dans les réseaux de lignes est évalué. Puis les contraintes dans le film de cuivre, où peuvent notamment apparaître des cavités, et dans le film diélectrique « low-k », fragile, dans lequel des fissurations peuvent se produire, sont plus particulièrement examinées. Enfin, l'évolution technologique des interconnexions nécessite d'introduire des films diélectriques dont la constante diélectrique est de plus en plus faible mais dont les caractéristiques mécaniques sont aussi de plus en plus réduites. L'effet du diélectrique interligne sur les contraintes est alors évalué : le comportement de réseaux de lignes cuivre / oxyde de silicium et cuivre / oxyde de silicium dopé au carbone poreux est modélisé.

1. Effet des procédés de fabrication

1.1. Evolution des contraintes de l'ensemble de la structure au cours du procédé de fabrication

L'évolution des contraintes dans les réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation est examinée au cours du procédé de fabrication (décrit au chapitre IV, §1.2 et rappelé au chapitre V dans le tableau V.13). Les figures VI.1 et VI.2 présentent l'évolution de la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure (cf chapitre V, équation V.15), pour les quatre réseaux de lignes de largeur 0.3, 0.5, 1 et 3 μm , selon x, c'est-à-dire perpendiculairement aux lignes, et selon z, parallèlement aux lignes, au cours des différentes étapes de fabrication de ces échantillons. Selon y, verticalement, les contraintes moyennes de l'ensemble de la structure sont nulles (d'après les conditions de bords libres). Sur ces figures, la variation de température imposée à la structure lors du procédé de fabrication est également indiquée.

L'échelle utilisée pour l'axe des abscisses, où sont représentées les étapes du procédé de fabrication des réseaux de lignes, est modifiée afin de faciliter la compréhension : elle est

dilatée lors des dépôts des films et réduite lors du recuit. Lors de la fabrication, le dépôt des films est réalisé en quelques minutes seulement alors que le recuit est modélisé avec une vitesse de chauffage de 10°C/min et un palier de 20 minutes à 400°C.

Les étapes du procédé de fabrication des échantillons sont repérées sur les graphiques par des lettres (de A à I) dont la signification est indiquée dans le tableau VI.1. Rappelons que le polissage n'est pas modélisé puisqu'il ne modifie pas l'état de contraintes dans les films.

Tableau VI.1 : Correspondance entre les lettres indiquées sur les graphiques représentant l'évolution de la contrainte dans les réseaux de lignes au cours de leur fabrication et les étapes du procédé de fabrication

Etapes	Procédé de fabrication
A	Dépôt de SiO ₂ à 400°C puis refroidissement jusqu'à 20°C
B	Dépôt de SiC _x N _y H _z - 1 (barrière située sous le diélectrique « low-k ») à 350°C puis refroidissement jusqu'à 20°C
C	Dépôt de SiO _x C _y H _z à 350°C puis refroidissement jusqu'à 20°C
D	Début de la gravure (à 20°C)
E	Fin de la gravure
F	Dépôt de TaN + Ta + Cu à 20°C
G	Début du recuit jusqu'à 400°C
H	Fin du recuit (la température vaut alors 20°C)
I	Dépôt de l'encapsulation SiC _x N _y H _z - 2 à 350°C puis refroidissement jusqu'à 20°C

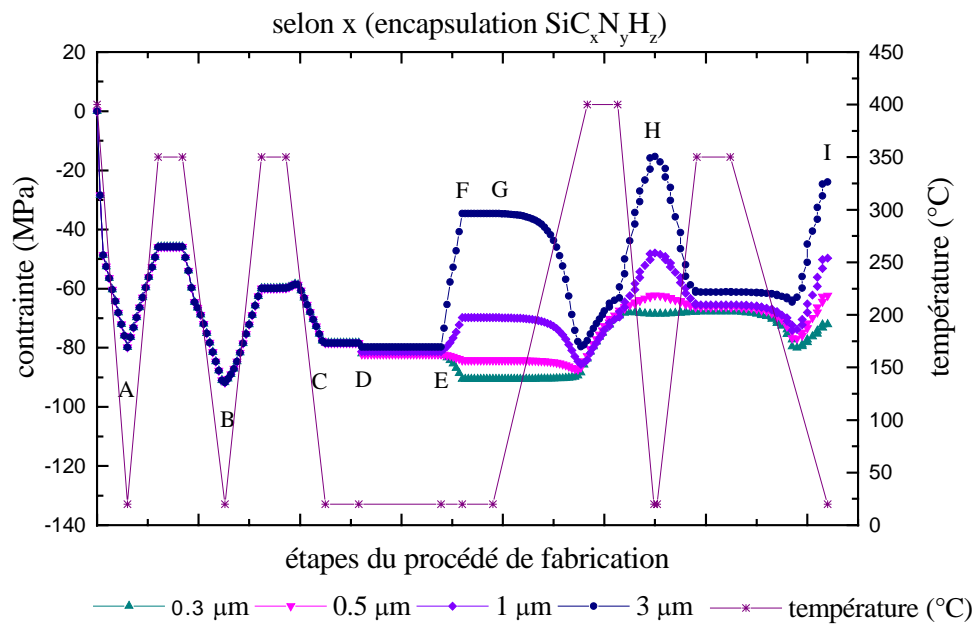


Figure VI.1 : Evolution de la contrainte moyenne de la structure, pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, selon x, perpendiculairement aux lignes, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

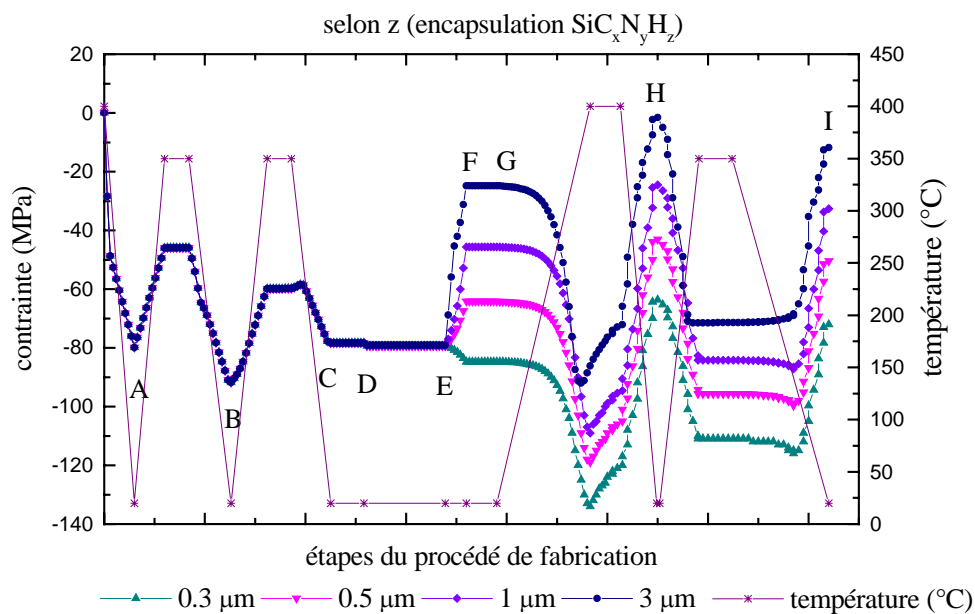


Figure VI.2 : Evolution de la contrainte moyenne de la structure, pour les quatre réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, selon z, parallèlement aux lignes, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

A l'origine, aucun film n'ayant été déposé, les contraintes dans la structure sont nulles. Ensuite, elles sont compressives tout au long du procédé de fabrication.

Lorsque le dépôt d'un film puis son refroidissement éventuel jusqu'à la température ambiante sont modélisés, le film est considéré actif, à sa température de dépôt, et sa déformation intrinsèque instantanée est appliquée en quelques secondes. Parallèlement, le film est refroidi jusqu'à la température ambiante, et interviennent alors ses déformations élastique, thermique et éventuellement plastique.

Pour l'ensemble de la structure, les contraintes :

- deviennent compressives lorsque le film d'oxyde de silicium (au point A), qui est compressif, est déposé,
- augmentent (en valeur absolue), lorsque la barrière diélectrique, elle aussi compressive, est déposée,
- diminuent (en valeur absolue), lorsque le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, tensile, est déposé,
- augmentent légèrement (en valeur absolue) lors de la gravure du film d'oxyde de silicium dopé au carbone et de la barrière diélectrique (entre les points D et E), car c'est majoritairement le film diélectrique « low-k », tensile, qui est supprimé,
- augmentent pour les lignes de 0.3 et 0.5 μm , et diminuent pour les lignes de 1 et 3 μm dans le sens perpendiculaire, augmentent pour les lignes de 0.3 μm , et diminuent pour les lignes de 0.5, 1 et 3 μm dans le sens parallèle, lors du dépôt de la barrière métallique, compressive, et du film de cuivre, tensile, (au point F),
- sont plus faibles (moins compressives) après le recuit (de G à H),
- augmentent légèrement (en valeur absolue) lorsque l'encapsulation est déposée (au point I), le film de nitrure de silicium dopé au carbone étant compressif.

Ces évolutions de la contrainte semblent logiques et cohérentes.

Ainsi :

- chaque dépôt de film (en A, B, C, F et I) modifie de façon importante la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure,
- la gravure (de D à E) entraîne une augmentation de la contrainte moyenne, qui devient plus compressive,
- le recuit (de G à H) induit une diminution de la contrainte moyenne de la structure, associée, principalement, à l'évolution des contraintes intrinsèques des films diélectriques lors du palier à 400°C.

Les contraintes sont identiques dans les deux directions x et z jusqu'à l'étape de gravure. De même, la largeur des lignes n'intervient pas. En effet, jusqu'à ce point, les films sont déposés de façon uniforme sur le substrat. La largeur des lignes et la direction n'interviennent qu'après la gravure et surtout à partir du dépôt des films métalliques.

Plus les lignes sont larges, plus les contraintes sont faibles (en valeur absolue) lorsque les films métalliques sont déposés. En effet, plus les lignes sont larges, plus la fraction volumique occupée par les barrières métalliques, compressives, diminue et plus la fraction volumique

occupée par le film de cuivre, tensile, augmente (cf chapitre V, tableau V.15). Les contraintes sont aussi, à cet instant, légèrement plus faibles (en valeur absolue) parallèlement aux lignes que perpendiculairement.

La variation des contraintes pendant le recuit est plus importante parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Elle est d'autant plus importante que les lignes sont larges, surtout dans le sens perpendiculaire aux lignes. En effet, ce sont les films de cuivre et d'oxyde de silicium qui influencent le plus fortement l'évolution de la contrainte de la structure lors d'un cycle thermique (cf chapitre V, §2.2). Le film d'oxyde de silicium est déposé de façon uniforme sur le substrat. L'évolution de sa contrainte avec la température est alors identique dans les deux directions x et z, et la largeur des lignes n'intervient pas sur sa valeur. Par contre, dans le film de cuivre, les variations de la contrainte sont plus importantes selon z, parallèlement aux lignes, que selon x, perpendiculairement. Dans le sens parallèle aux lignes, la déformation du cuivre est libre alors qu'elle est limitée par la barrière métallique et le diélectrique « low-k » dans le sens perpendiculaire. Plus les lignes sont larges, plus la fraction volumique du cuivre augmente et donc plus le film influence la contrainte de l'ensemble de la structure.

Par contre, la diminution des contraintes globales pendant le recuit (les contraintes avant le recuit, au point G, et après le recuit, au point H, sont comparées) ne dépend pas de la largeur des lignes ni du sens de mesure. Elle est en fait principalement due à l'évolution des contraintes intrinsèques des films diélectriques (films d'oxyde de silicium et de nitrure de silicium dopé au carbone) lors du palier à 400°C. Or la fraction volumique des films diélectriques est constante quelle que soit la largeur des lignes (cf chapitre V, tableau V.15). Le sens de mesure n'intervient que pour la barrière diélectrique située sous le diélectrique « low-k » dont la fraction volumique est faible par rapport à l'ensemble de la structure (2.9 %) et qui influence peu la contrainte de l'ensemble de la structure et son évolution avec la température.

A la fin du recuit et du procédé de fabrication, les contraintes sont, comme après le dépôt des films métalliques, plus faibles (en valeur absolue) parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Elles sont aussi de moins en moins compressives et diminuent (en valeur absolue) lorsque la largeur des lignes augmente, que ce soit perpendiculairement ou parallèlement aux lignes.

Ces résultats confirment l'importance de modéliser les principales étapes de fabrication des échantillons. Il apparaît notamment essentiel de tenir compte de la contrainte intrinsèque des films et de son évolution avec la température.

1.2. Evolution des contraintes dans chaque film au cours du procédé de fabrication

Evolution de la contrainte moyenne dans chaque film, dans le cas des réseaux de lignes de 1 μm , avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

L'évolution des contraintes dans chaque film constituant les réseaux de lignes de 1 μm , avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, est désormais examinée

au cours du procédé de fabrication. Les figures VI.3 à VI.9 présentent ainsi l'évolution de la contrainte moyenne dans chaque film (cf chapitre V, équation V.15), dans les trois directions x, y et z, au cours des différentes étapes de fabrication des échantillons. La variation de température imposée à la structure lors du procédé de fabrication est également indiquée. L'échelle utilisée pour l'axe des abscisses est identique à celle employée pour les figures VI.1 et VI.2.

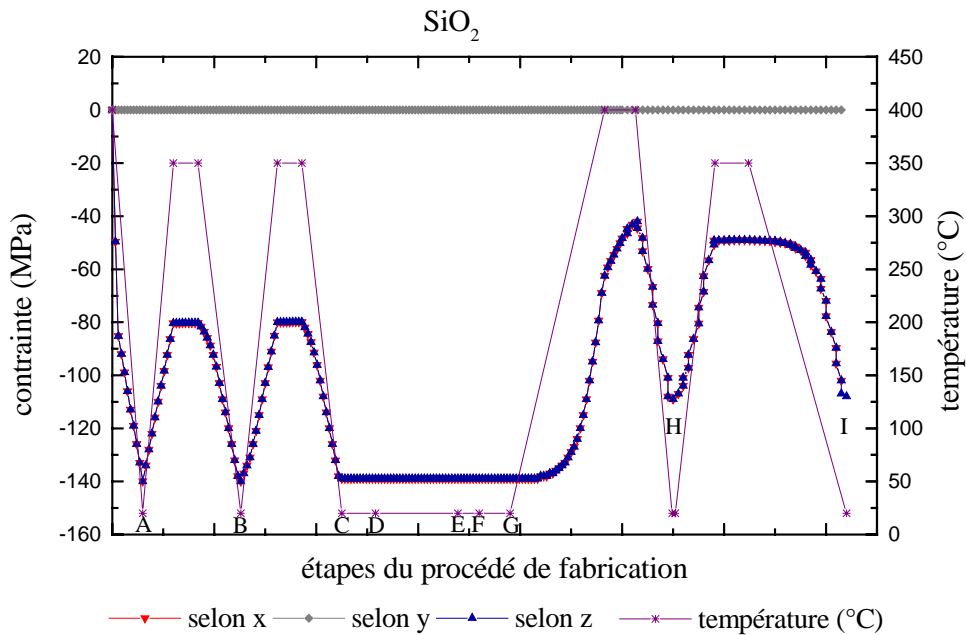


Figure VI.3 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film d'oxyde de silicium inférieur, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

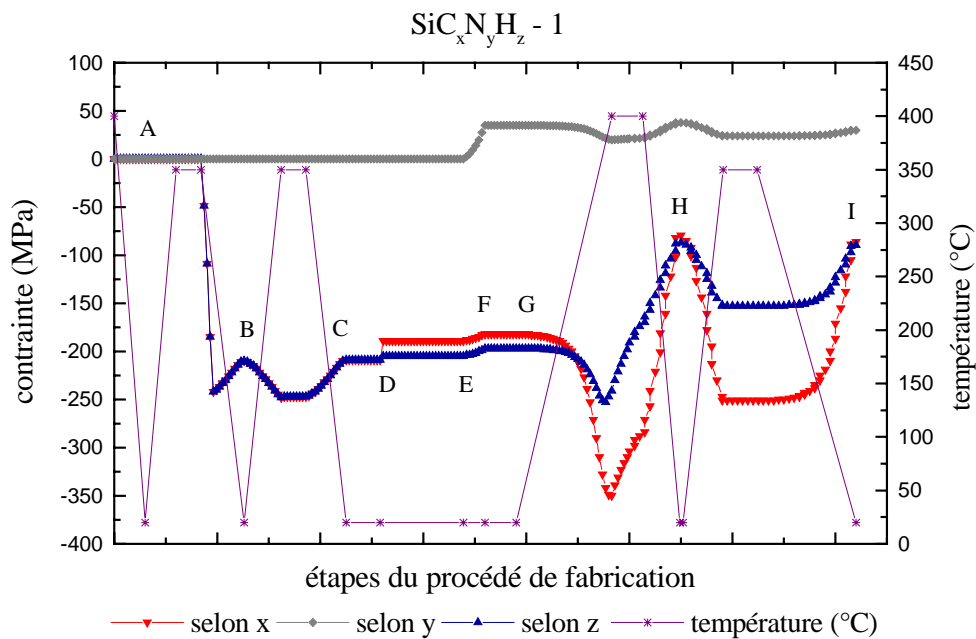


Figure VI.4 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film de nitrure de silicium dopé au carbone, situé sous le diélectrique « low-k », et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

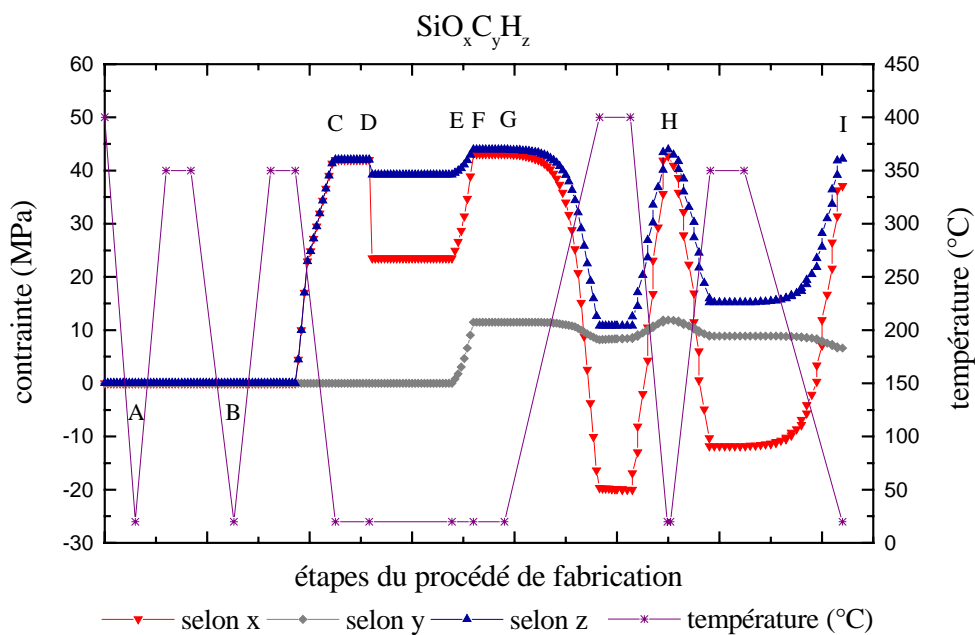


Figure VI.5 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

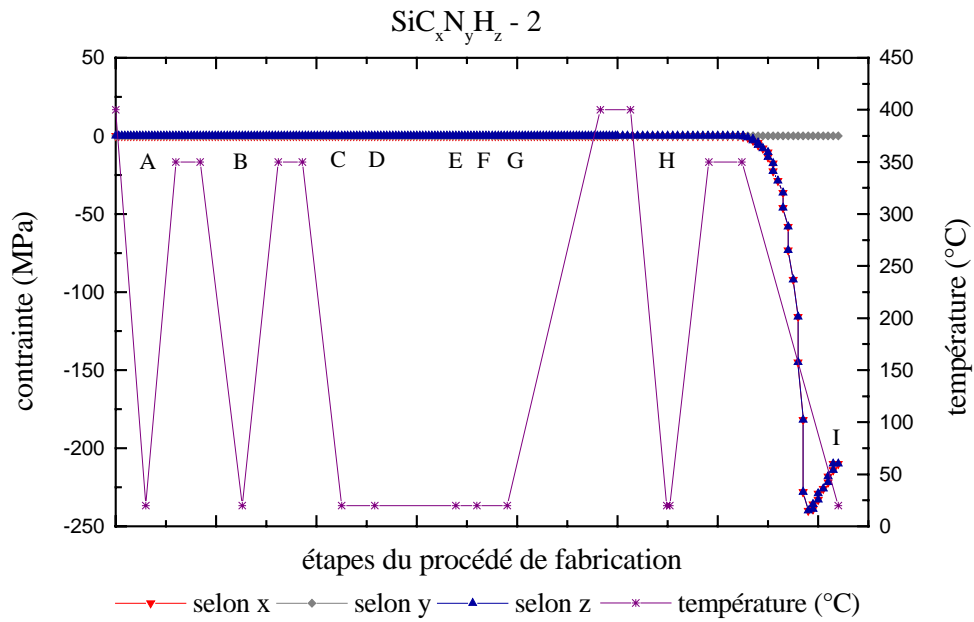


Figure VI.6 : Evolution de la contrainte moyenne dans l'encapsulation formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

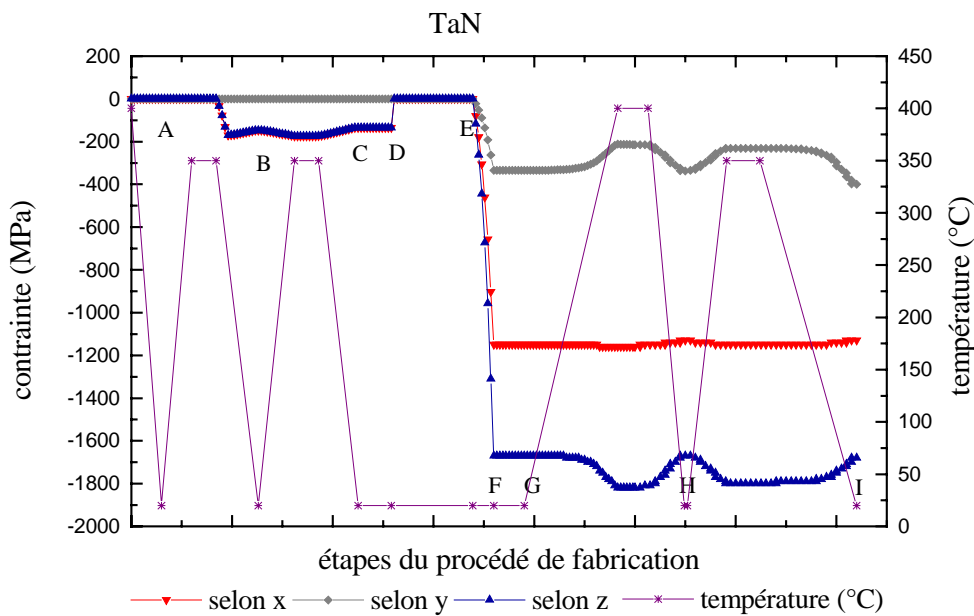


Figure VI.7 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film de nitrure de tantale, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

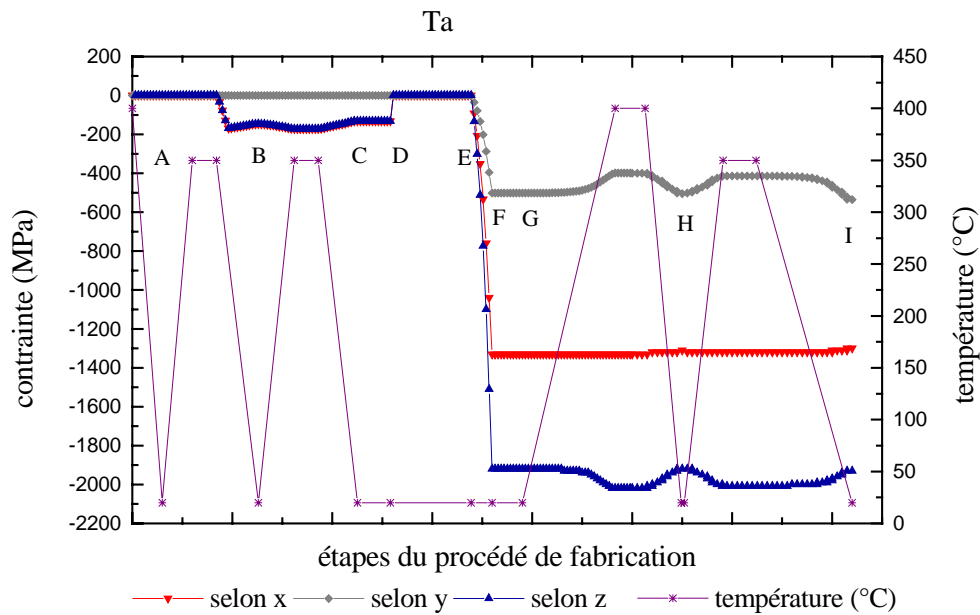


Figure VI.8 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film de tantale, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

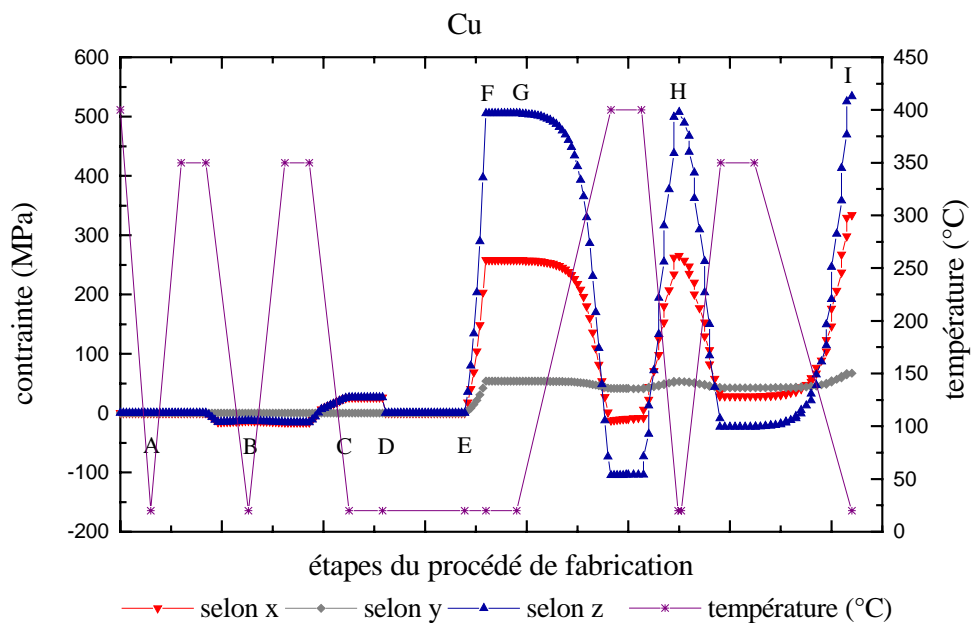


Figure VI.9 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film de cuivre, et variation de la température imposée, au cours des étapes du procédé de fabrication

Dans chaque film, jusqu'à ce que celui-ci soit déposé, les contraintes sont nulles. Néanmoins, les contraintes dans les films de nitrure de tantale, de tantale et de cuivre n'apparaissent pas comme nulles sur les figures précédentes avant le point E. En effet, toute la structure est représentée et maillée. Les éléments représentant chaque film sont ensuite désactivés ou activés afin de reproduire le cycle de fabrication des échantillons étudiés. Or, les éléments qui seront, en E (fin de la gravure), associés aux films métalliques, dont la fin du dépôt est indiquée en F (dépôt de TaN + Ta + Cu), correspondent avant l'étape de gravure (avant D), aux films de nitrure de silicium dopé au carbone et d'oxyde de silicium dopé au carbone (qui sont déposés de façon uniforme). Les variations de contrainte observées sur les figures VI.7 à VI.9 avant le point E doivent être lues comme relatives aux films de nitrure de silicium dopé au carbone et d'oxyde de silicium dopé au carbone et non aux films métalliques. C'est pourquoi, pour les films métalliques, seuls seront commentés les résultats à partir du point E où interviennent ces films.

La contrainte moyenne dans le film d'oxyde de silicium inférieur est égale selon x et z et nulle selon y car le film est déposé uniformément sur le substrat. Selon x et z, la contrainte évolue de façon réversible lors des cycles thermiques associés aux dépôts de la barrière diélectrique (au point B), du film diélectrique « low-k » (au point C) et de l'encapsulation (au point I), le film étant élastique. Elle n'est modifiée de façon irréversible que lors du recuit. Elle est plus faible (moins compressive) après ce dernier car sa contrainte intrinsèque a diminué (en valeur absolue). La contrainte est maximale, en valeur absolue, après le dépôt du film, à 20°C, et minimale, à 400°C, pendant le recuit.

Dans le film de nitrure de silicium dopé au carbone situé sous le diélectrique « low-k », la contrainte, selon x et z, compressive après son dépôt (au point B), diminue (en valeur absolue) :

- légèrement lors de la gravure, pendant laquelle elle est relaxée,
- légèrement lors du dépôt des films métalliques,
- après le recuit, car sa contrainte intrinsèque a diminué.

Les variations de contraintes sont plus importantes selon x que selon z. Selon y, la contrainte est nulle jusqu'au dépôt des films métalliques où elle devient tensile. Elle augmente également légèrement après le recuit. La contrainte est maximale, en valeur absolue, vers 340°C, pendant le chauffage appliqué lors du recuit, et minimale, en valeur absolue, à 20°C, après le recuit, dans les deux directions x et z. Selon y, la contrainte est maximale à 20°C, après le recuit et minimale (elle est nulle) jusqu'au dépôt des films métalliques.

Dans le film d'oxyde de silicium dopé au carbone, la contrainte, selon x et z, tensile après son dépôt (au point C) :

- diminue lors de la gravure, pendant laquelle elle est relaxée,
- augmente lors du dépôt des films métalliques,
- n'est pas modifiée pendant le recuit, car sa contrainte intrinsèque est constante,
- diminue très légèrement lors du dépôt de l'encapsulation.

Les variations de contraintes sont plus importantes selon x que selon z. Selon y, la contrainte est nulle jusqu'au dépôt des films métalliques où elle devient tensile. Elle n'est pas modifiée pendant le recuit. Elle diminue lors du dépôt de l'encapsulation. La contrainte est maximale à 20°C, juste avant et après le recuit, et minimale à 400°C dans les directions x et z. Selon y, la contrainte est maximale à 20°C, juste avant et après le recuit, et minimale (elle est nulle) jusqu'au dépôt des films métalliques.

Dans l'encapsulation formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone, la contrainte est compressive. Elle est égale selon x et z et nulle selon y car le film est déposé uniformément sur l'empilement.

Dans le film de nitrure de tantale et dans le film de tantale, la contrainte est compressive. En valeur absolue, elle est plus élevée selon z, puis selon x que selon y. Selon x, la contrainte évolue très peu. Selon z, elle évolue de façon réversible lors des cycles thermiques associés au recuit (les deux films sont considérés élastiques) et au dépôt de l'encapsulation. Selon y, elle évolue de façon réversible lors du cycle thermique associé au recuit et augmente très légèrement (en valeur absolue) lors du dépôt de l'encapsulation. Les contraintes varient tout de même assez peu lors du procédé de fabrication et des cycles thermiques par rapport à leur valeur initiale. Elles évoluent très peu selon x. Elles sont maximales à 400°C pendant le recuit suivant le dépôt de cuivre et minimales à 20°C selon z. Au contraire, selon y, elles sont minimales à 400°C pendant le recuit et maximales à 20°C.

Dans le film de cuivre, les variations de la contrainte sont plus importantes selon z, puis selon x que selon y. La contrainte est tensile après le dépôt. Le niveau de contrainte est identique avant et après le recuit (il s'agit d'un chauffage jusqu'à 400°C puis d'un refroidissement jusqu'à 20°C et le film de cuivre est considéré élastique dans les lignes de 1 μm). Lors du dépôt de l'encapsulation, la contrainte augmente dans les trois directions x, y et z. Le film peut être compressif ou tensile, selon la température imposée. La contrainte est minimale à 400°C pendant le recuit et maximale à 20°C, après le dépôt de l'encapsulation (dans les trois directions x, y et z).

Les contraintes moyennes dans les films constituant les réseaux de lignes sont très inégalement réparties dans la structure et varient de manière importante d'un matériau à l'autre. Les contraintes les plus importantes (en valeur absolue) sont localisées dans les barrières métalliques fortement compressives. Leurs contraintes intrinsèques sont d'ailleurs très élevées (en valeur absolue). Le film de cuivre subit également des contraintes importantes. Sa contrainte intrinsèque, tensile cette fois, est aussi très élevée. Dans les films diélectriques, les contraintes sont beaucoup moins importantes en valeur absolue. Mais les variations par rapport à leur valeur initiale peuvent être assez grandes.

Au cours du procédé de fabrication, les variations de contrainte les plus importantes se produisent dans le film de cuivre, en particulier lors des cycles thermiques associés au recuit

et au dépôt de l'encapsulation. Dans la direction y, verticalement, les contraintes dans chaque film sont beaucoup plus faibles que dans les deux autres directions.

Effet de la largeur des lignes sur l'évolution de la contrainte moyenne dans chaque film, dans le cas des réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Les contraintes moyennes, minimales et maximales, relevées dans chaque matériau (lorsqu'il est actif) et pour l'ensemble de la structure, pour les quatre largeurs de lignes, au cours du procédé de fabrication, sont indiquées dans les tableaux suivants. Seules les valeurs selon les directions x et z, c'est-à-dire respectivement perpendiculairement et parallèlement aux lignes, sont indiquées. Selon y, verticalement, les variations des contraintes au cours du procédé de fabrication sont beaucoup plus faibles.

Tableau VI.2 : Valeurs des contraintes moyennes minimales et maximales atteintes dans chaque matériau selon la direction x, pour les quatre largeurs de lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Matériaux	Contraintes minimales (MPa) selon x				Contraintes maximales (MPa) selon x			
	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	- 140	- 140	- 140	- 140	- 42	- 42	- 42	- 42
SiC _x N _y H _z - 1*	- 423	- 394	- 350	- 298	- 132	- 125	- 80	- 31
SiO _x C _y H _z	- 47	- 36	- 20	4	42	42	43	56
SiC _x N _y H _z - 2*	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210
TaN	- 624	- 840	- 1163	- 1589	- 553	- 786	- 1128	- 1532
Ta	- 697	- 961	- 1334	- 1788	- 633	- 913	- 1304	- 1743
Cu	15	9	- 13	4	227	272	334	471
ensemble	- 92	- 92	- 92	- 92	- 46	- 46	- 46	- 15

* SiC_xN_yH_z - 1 : barrière située entre les films d'oxyde de silicium inférieur et d'oxyde de silicium dopé au carbone

SiC_xN_yH_z - 2 : barrière diélectrique supérieure d'encapsulation

Tableau VI.3 : Valeurs des contraintes moyennes minimales et maximales atteintes dans chaque matériau selon la direction z, pour les quatre largeurs de lignes, avec le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation

Matériaux	Contraintes minimales (MPa) selon z				Contraintes maximales (MPa) selon z			
	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	- 140	- 140	- 140	- 140	- 42	- 42	- 42	- 42
SiC _x N _y H _z - 1	- 259	- 257	- 253	- 248	- 97	- 93	- 87	- 82
SiO _x C _y H _z	9	10	11	14	42	43	44	45
SiC _x N _y H _z - 2	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210	- 210
TaN	- 1735	- 1764	- 1817	- 1882	- 1607	- 1626	- 1668	- 1727
Ta	- 1938	- 1968	- 2022	- 2086	- 1857	- 1877	- 1918	- 1971
Cu	- 55	- 83	- 105	-27	569	542	534	584
ensemble	- 134	- 119	- 109	- 92	- 46	- 43	- 24	-2

Lorsque la largeur des lignes augmente :

- les contraintes dans les barrières métalliques augmentent, en valeur absolue, dans les deux directions x et z,
- les contraintes dans le cuivre dépendent de la loi de comportement. Lorsque la largeur des lignes augmente de 0.3 à 1 μm , les contraintes minimales diminuent dans les deux directions, en valeur relative, les contraintes maximales augmentent selon x et diminuent selon z. Dans les lignes de 3 μm , les contraintes minimales sont plus faibles (en valeur absolue) et les contraintes maximales plus élevées, selon x et z que les contraintes dans les lignes de 0.3 μm ,
- les contraintes dans la barrière diélectrique située entre les films d'oxyde de silicium et d'oxyde de silicium dopé au carbone diminuent (en valeur absolue) dans les deux directions x et z,
- les contraintes dans le film d'oxyde de silicium dopé au carbone augmentent légèrement selon x et z (en valeur relative).

Pour le film d'oxyde de silicium et l'encapsulation, les contraintes sont identiques quelle que soit la largeur des lignes (ces films sont déposés de façon uniforme sur la plaque).

Globalement, pour l'ensemble de la structure, plus les lignes sont larges, plus les contraintes sont faibles (en valeur absolue) et plus leur variation (l'écart entre les contraintes minimales et maximales) est importante, dans les deux directions x et z.

2. Effet de l'encapsulation

Les réseaux de lignes de 1 μm avec, comme encapsulation, soit un film de nitrure de silicium dopé au carbone, soit un film de nitrure de silicium, ont été caractérisés au chapitre IV et modélisés au chapitre V.

Au cours du procédé de fabrication, les contraintes moyennes de la structure sont identiques jusqu'au dépôt de la barrière diélectrique d'encapsulation. Les contraintes moyennes relevées

dans chaque matériau (cf chapitre V, équation V.15) à la fin du procédé de fabrication, dans les trois directions x, y et z sont indiquées dans les tableaux suivants.

Tableau VI.4 : Contraintes moyennes selon x, perpendiculairement aux lignes, calculées pour les réseaux de lignes de 1 μm

Matériaux	Contraintes selon x (MPa)	
	Encapsulation SiN_yH_z	Encapsulation $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$
SiO_2	- 108	- 108
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z_{-1}$	- 94	- 86
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	32	37
encapsulation	94	- 210
TaN	- 1 120	- 1 128
Ta	- 1 291	- 1 304
Cu	401	334
ensemble	- 22	- 50

Tableau VI.5 : Contraintes moyennes selon y, verticalement, calculées pour les réseaux de lignes de 1 μm

Matériaux	Contraintes selon y (MPa)	
	Encapsulation SiN_yH_z	Encapsulation $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$
SiO_2	0	0
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z_{-1}$	21	30
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	2	7
encapsulation	0	0
TaN	- 439	- 400
Ta	- 558	- 536
Cu	78	67
ensemble	0	0

Tableau VI.6 : Contraintes moyennes selon z, parallèlement aux lignes, calculées pour les réseaux de lignes de 1 μm

Matériaux	Contraintes selon z (MPa)	
	Encapsulation SiN_yH_z	Encapsulation $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$
SiO_2	- 108	- 108
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z_{-1}$	- 92	- 90
$\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$	41	42
encapsulation	94	- 210
TaN	- 1 689	- 1 682
Ta	- 1 929	- 1 925
Cu	560	534
ensemble	- 11	- 33

Les contraintes dans le film de nitrure de silicium sont tensiles alors qu'elles sont compressives dans le film de nitrure de silicium dopé au carbone. Les contraintes moyennes de l'ensemble de la structure, même si l'encapsulation n'occupe que 5.7 % du volume de la structure, sont affectées. Elles sont pour les deux encapsulations compressives selon x et z et nulles selon y. Selon x et z, elles sont plus faibles (en valeur absolue) lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium que lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone. Ce résultat est cohérent avec la valeur de la contrainte de l'encapsulation.

La nature de l'encapsulation n'affecte pas les contraintes dans le film d'oxyde de silicium. Elle n'affecte que très faiblement les contraintes dans la barrière diélectrique située sous le diélectrique « low-k » et dans le diélectrique « low-k ». Par contre, elle affecte un peu plus les contraintes dans les films métalliques. Ces films étant plus contraints (en valeur absolue) que les films diélectriques, les différences de contraintes dues à la nature de l'encapsulation apparaissent plus importantes que celles observées dans les films diélectriques. Dans la barrière métallique, lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium, les contraintes, sont (en valeur absolue) :

- légèrement plus faibles selon x,
- légèrement plus élevées selon y,
- identiques selon z,

que lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone.

Dans le film de cuivre, lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium, les contraintes sont légèrement plus élevées dans les trois directions x, y et z, que lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone.

Par conséquent, la nature de l'encapsulation affecte de façon assez importante la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure (l'une des encapsulations est tensile alors que l'autre est compressive). Mais elle modifie peu les contraintes dans les autres films de la structure, sans doute parce qu'elle est très mince (40 nm) par rapport aux films d'oxyde de silicium dopé au carbone et de cuivre (220 nm) sur lesquels elle repose principalement.

Lorsque le cycle de fabrication est modélisé, trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C ont été imposés afin de reproduire les mesures de courbure au chapitre V. Les pentes moyennes de la contrainte de l'ensemble de la structure, avec la température, dans les directions x et z, au cours du troisième cycle thermique, sont indiquées dans le tableau VI.7 pour les deux types d'encapsulation. Les résultats expérimentaux, présentés au chapitre IV, sont aussi notés.

Tableau VI.7 : Pentas de la contrainte avec la température, lors du troisième cycle thermique, pour les lignes de 1 μm ayant le nitrure de silicium ou le nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans le sens perpendiculaire (selon x) et parallèle (selon z) aux lignes

Echantillon (encapsulation)	Sens de mesure	Pente de la contrainte avec la température ($\times 10^{-3} \text{ MPa } ^\circ\text{C}^{-1}$)	
		Expérience	Simulation
SiN_yH_z	Selon x	- 108	- 97
	Selon z	- 201	- 192
$\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$	Selon x	- 143	- 92
	Selon z	- 210	- 200

Les variations de la contrainte avec la température sont assez similaires d'après les simulations et les résultats expérimentaux, sauf dans le sens perpendiculaire aux lignes, lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone.

Selon z, pour les deux types d'encapsulation, les variations de la contrainte avec la température sont assez proches. Selon x, les variations de la contrainte avec la température sont plus importantes, d'après les résultats expérimentaux, lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone que lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium mais assez proches, d'après les simulations, pour les deux encapsulations. Cette encapsulation est d'ailleurs assez mince (40 nm) par rapport à l'épaisseur de l'ensemble de la structure étudiée (environ 700 nm). L'écart observé expérimentalement, selon x, entre les deux types d'encapsulation est donc assez surprenant. Il semble peu représentatif et est probablement dû à l'incertitude des mesures de courbure.

Par conséquent, pour les deux types d'encapsulation, les variations de la contrainte avec la température sont considérées assez similaires dans les deux directions x et z.

3. Contraintes dans le film de cuivre et dans le film diélectrique « low-k »

Les contraintes thermomécaniques imposées aux films minces formant les interconnexions peuvent engendrer des défauts dans les circuits, comme des fissurations dans les films fragiles, des délaminations aux interfaces, des trous ou des excroissances dans les films métalliques (cf chapitre I, §5). Les contraintes dans le film de cuivre et dans le film diélectrique « low-k » sont alors plus particulièrement étudiées.

3.1. Contraintes à 20°C, à la fin du procédé de fabrication

Tout d'abord, les contraintes dans le film de cuivre et dans le film diélectrique « low-k » sont étudiées à la fin du procédé de fabrication, à 20°C. La figure VI.10 présente l'évolution de la contrainte dans le film de cuivre (cf chapitre V, équation V.15), à 20°C, à la fin du procédé de fabrication, en fonction de la largeur des lignes. La contrainte est calculée pour les réseaux de

lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans les trois directions x, y et z.

La contrainte moyenne, appelée aussi contrainte hydrostatique, est définie par la relation :

$$\sigma_{\text{hydrostatique}} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$$

où σ_1 , σ_2 et σ_3 représentent respectivement les contraintes dans les directions x, y et z.

Sa valeur est également indiquée sur le graphique. Dans les lignes métalliques, la formation de trous ou « voids » peut être due à des mouvements de matière créés pour relaxer la contrainte. La contrainte hydrostatique est alors souvent utilisée comme indicateur permettant d'étudier la susceptibilité du cuivre à engendrer ce défaut.

Remarque : La formation de cavités dans les lignes métalliques peut aussi être due, par exemple, à des problèmes de remplissage associés aux procédés de dépôt, en particulier dans les lignes étroites. Dans ce chapitre, nous étudions uniquement la formation des cavités liée aux contraintes mécaniques (ou « stress voiding »).

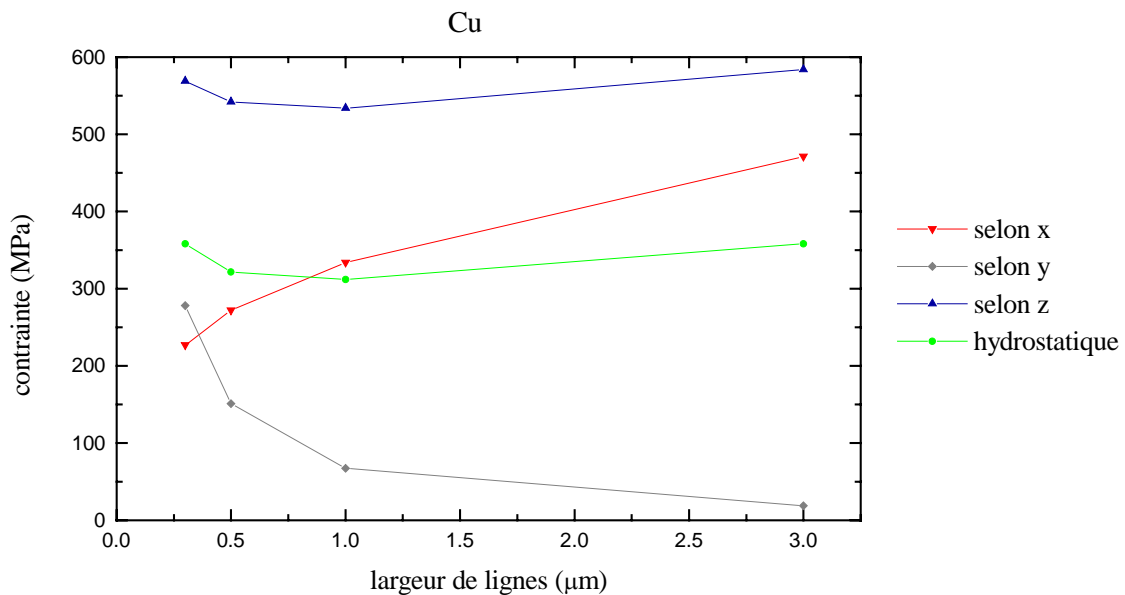


Figure VI.10 : Evolution de la contrainte dans les trois directions x, y et z et de la contrainte hydrostatique dans le film de cuivre, à 20°C, en fonction de la largeur des lignes

A 20°C, les contraintes sont tensiles dans le film de cuivre. Elles sont plus élevées suivant la direction des lignes (selon z), puis perpendiculairement aux lignes (selon x) que verticalement (selon y) lorsque la largeur des lignes est comprise entre 0,5 et 3 µm. Par contre, dans le cas des lignes de 0,3 µm, les contraintes sont plus élevées suivant la direction des lignes, puis verticalement que perpendiculairement aux lignes.

Lorsque la largeur des lignes augmente, les contraintes dans le film de cuivre :

- évoluent peu dans le sens des lignes (selon z),

- augmentent dans le sens perpendiculaire aux lignes (selon x),
- diminuent verticalement (selon y).

La contrainte hydrostatique évolue peu avec la largeur des lignes, ce qui semble indiquer qu'il n'y aurait pas d'impact de la largeur des lignes sur la formation de cavités liée aux contraintes mécaniques dans le film de cuivre (avec un film « low-k » comme diélectrique interligne).

Observons plus précisément la répartition des contraintes dans le film de cuivre. Les figures V.11 à VI.13 représentent la répartition des contraintes dans les réseaux de lignes de 1 μm , avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, respectivement dans les directions x, y et z. Les contraintes indiquées correspondent aux valeurs calculées à 20°C, à la fin du procédé de fabrication. Afin de faciliter l'observation (les contraintes sont comprises approximativement entre - 2 000 et 850 MPa), l'échelle des couleurs utilisée est modifiée et la valeur inférieure est limitée à - 200 MPa.

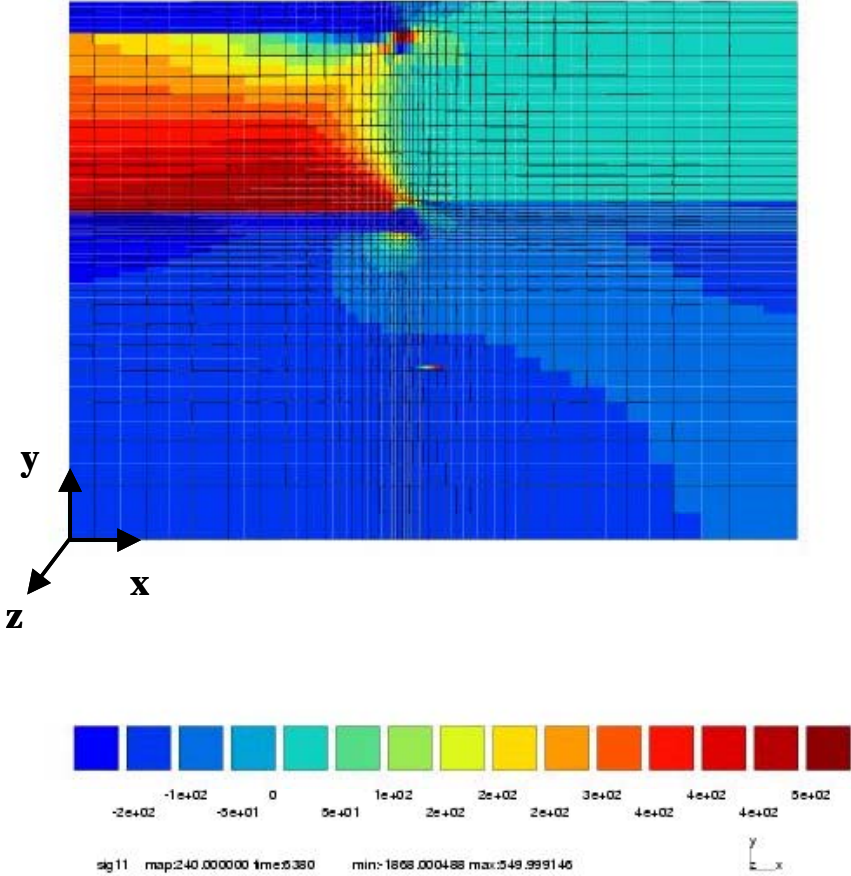


Figure VI.11 : Répartition des contraintes selon x, à 20°C, à la fin du procédé de fabrication

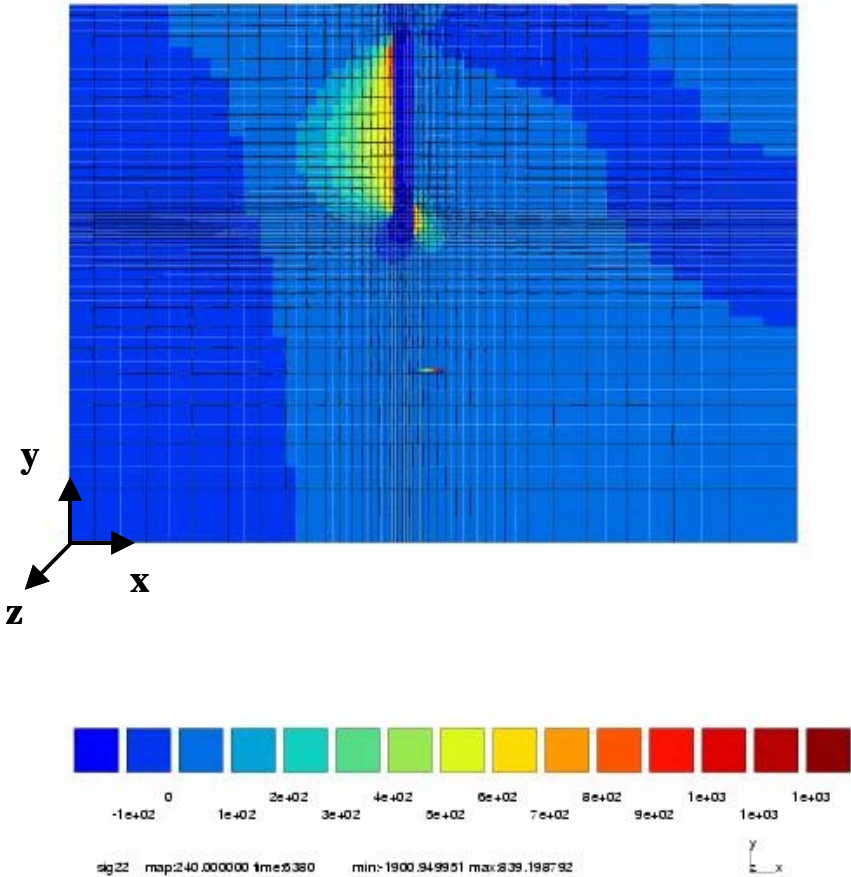


Figure VI.12 : Répartition des contraintes selon y, à 20°C, à la fin du procédé de fabrication

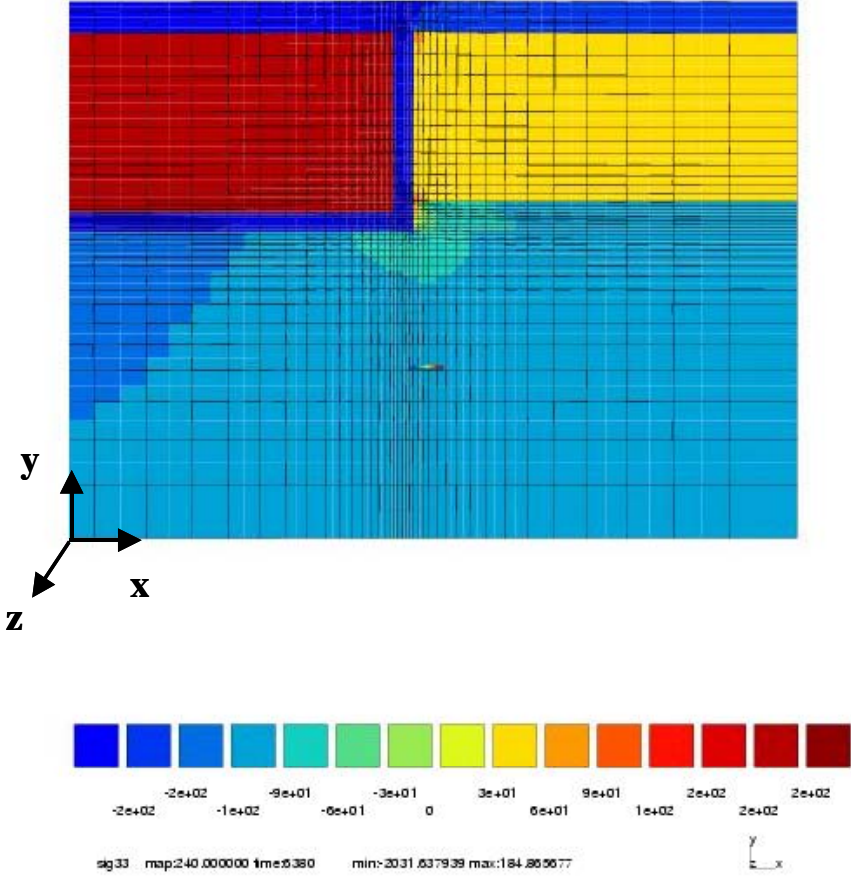


Figure VI.13 : Répartition des contraintes selon z , à 20°C, à la fin du procédé de fabrication

Dans le film de cuivre, les contraintes maximales selon x , perpendiculairement aux lignes, sont situées au niveau de la paroi inférieure des lignes, près de la barrière métallique. Selon y , verticalement, elles sont situées aux niveaux des parois latérales, à nouveau près de la barrière métallique. Selon z , dans le sens parallèle aux lignes, les contraintes apparaissent beaucoup plus uniformes. De plus, les contraintes maximales sont plus importantes selon y , puis selon x que selon z . Ce résultat semble cohérent puisque la déformation du cuivre est limitée selon x et y par la barrière métallique et les films diélectriques alors qu'elle est libre selon z . Les contraintes maximales sont donc localisées aux niveaux des parois inférieures et latérales des lignes.

La figure VI.14 présente l'évolution de la contrainte dans le film diélectrique « low-k » (cf chapitre V, équation V.15), à 20°C, à la fin du procédé de fabrication, en fonction de la largeur des lignes. La contrainte est calculée dans les trois directions x , y et z . La contrainte hydrostatique est aussi tracée.

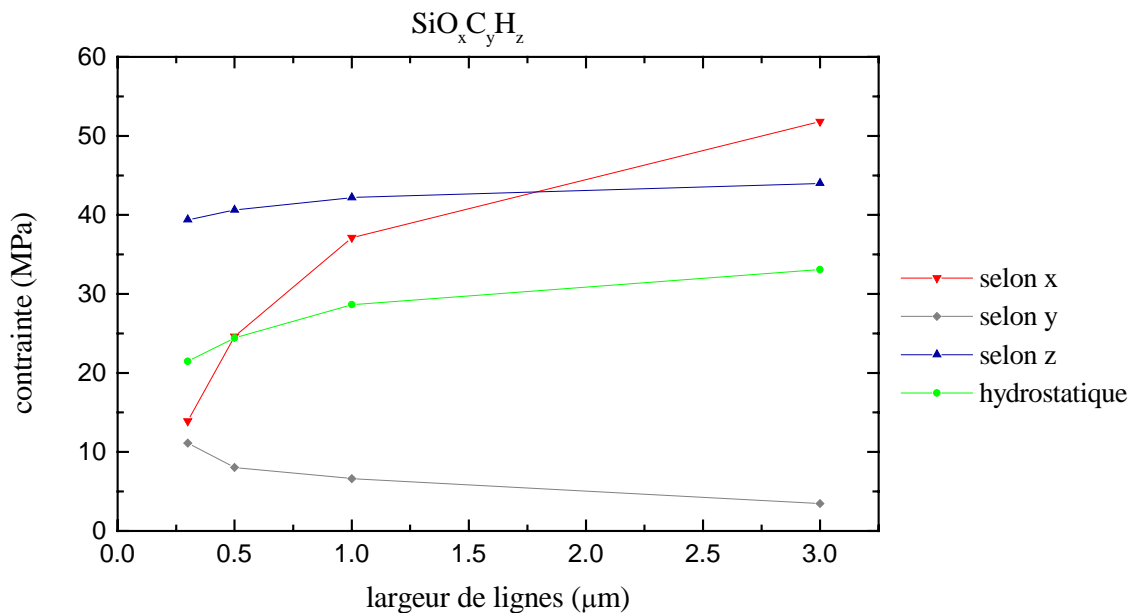


Figure VI.14 : Evolution de la contrainte dans les trois directions x , y et z et de la contrainte hydrostatique dans le film d'oxyde de silicium dopé au carbone cuivre, à 20°C, en fonction de la largeur des lignes

A 20°C, les contraintes sont tensiles dans le film diélectrique « low-k ». Elles sont plus élevées suivant la direction des lignes (selon z), puis perpendiculairement aux lignes (selon x) que verticalement (selon y) lorsque la largeur des lignes est comprise entre 0.3 et 1.8 µm environ. Par contre, lorsque la largeur des lignes est supérieure à 1.8 µm, les contraintes sont plus élevées perpendiculairement aux lignes puis parallèlement aux lignes, que verticalement. Lorsque la largeur des lignes augmente, les contraintes dans le film diélectrique :

- évoluent peu dans le sens des lignes (selon z),

- augmentent dans le sens perpendiculaire aux lignes (selon x),
- diminuent légèrement verticalement (selon y).

Ces évolutions sont similaires à celles observées dans le film de cuivre.

La contrainte hydrostatique augmente lorsque la largeur des lignes augmente.

3.2. Contraintes dans le film de cuivre au cours d'un cycle thermique

Les contraintes dans le film de cuivre sont ensuite étudiées au cours du troisième cycle thermique (cf chapitre V, équation V.15). La figure VI.15 présente l'évolution des contraintes dans le film de cuivre, calculées dans le cas des réseaux de lignes de 1 μm , avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, en fonction de la température dans les trois directions x, y et z.

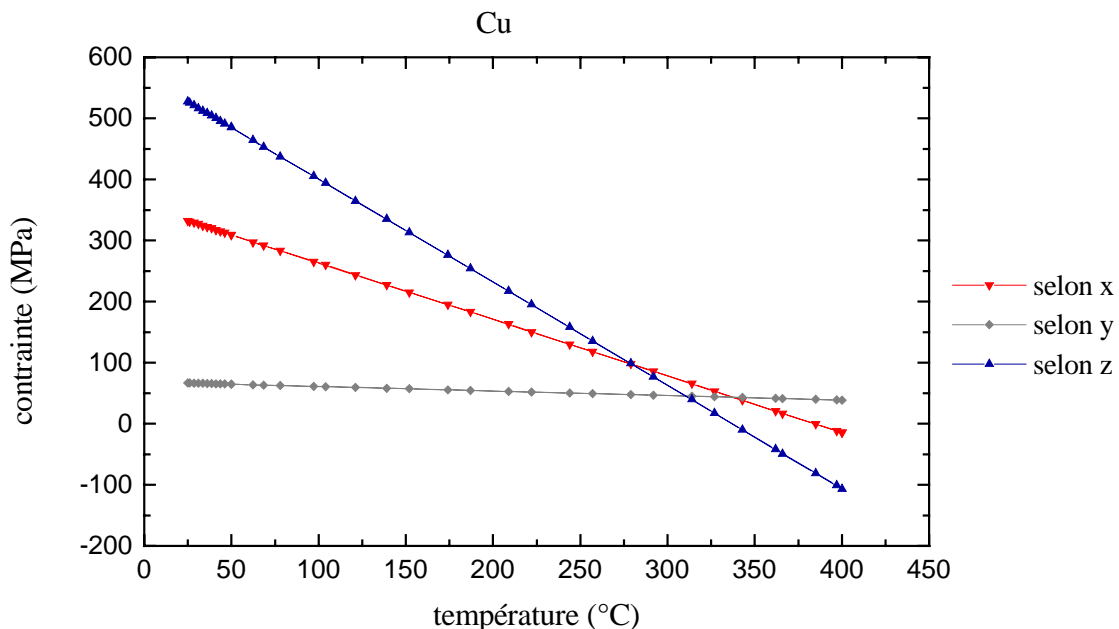


Figure VI.15 : Evolution de la contrainte moyenne dans le film de cuivre, dans le cas des réseaux de lignes de 1 μm , avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, en fonction de la température

A 20°C, les contraintes dans le film de cuivre sont plus élevées suivant la direction des lignes, puis perpendiculairement aux lignes que verticalement. Lorsque la température augmente, les contraintes diminuent. Le coefficient de dilatation thermique du cuivre est en fait plus grand que celui du silicium et des matériaux qui l'entourent. Lors d'un cycle thermique, les variations de contraintes avec la température sont plus importantes parallèlement aux lignes, puis perpendiculairement que verticalement (dans le sens parallèle aux lignes, la déformation du cuivre est libre alors qu'elle est limitée par la barrière métallique et les diélectriques dans les deux autres directions). Ces résultats sont en accord avec les mesures réalisées par

diffraction des rayons X et présentées dans la littérature [Kasthurirangan et al, 1999; Besser et al, 1999; Rhee et al -1, 2001; Du et al, 2002; Gan et al, 2002; Rhee et al, 2003; Besser et Jiang, 2004].

La figure VI.16 présente la variation de la contrainte avec la température, lors d'un cycle thermique, dans le film de cuivre en fonction de la largeur des lignes. Elle est calculée dans le cas des réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans les trois directions x, y et z.

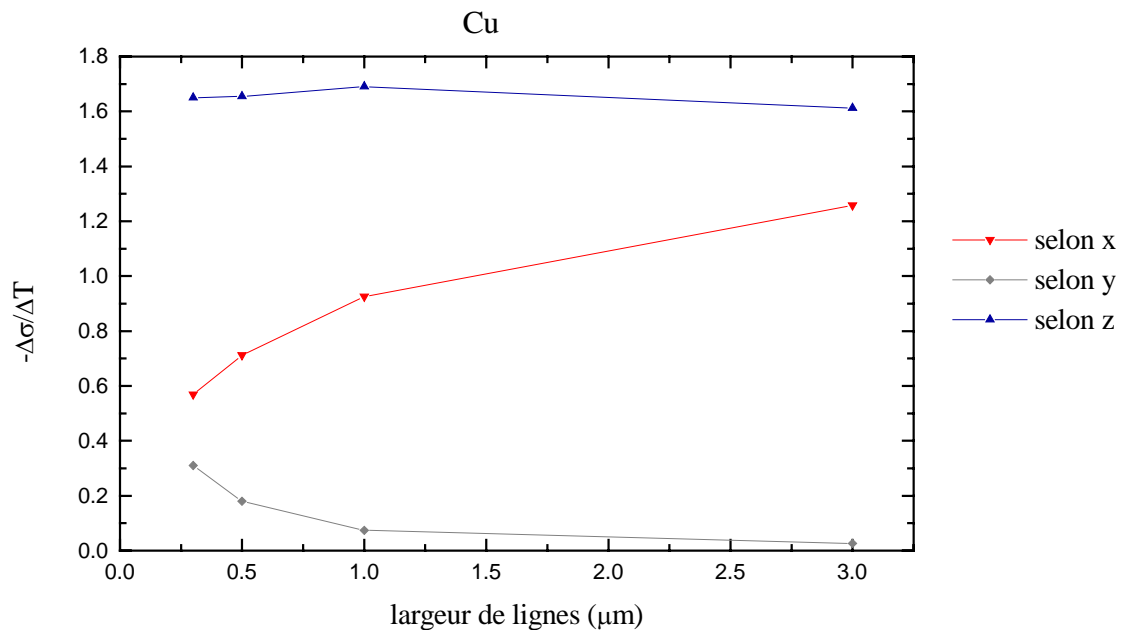


Figure VI.16 : Variation de la contrainte avec la température dans le film de cuivre en fonction de la largeur des lignes, calculée dans le cas des réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation, dans les trois directions x, y et z.

Lorsque la largeur des lignes augmente, les variations de la contrainte avec la température (en valeur absolue) :

- évoluent peu dans le sens des lignes (selon z),
- augmentent dans le sens perpendiculaire aux lignes (selon x),
- diminuent verticalement (selon y).

Ce résultat est également en accord avec les mesures réalisées par diffraction des rayons X et les calculs par éléments finis qui ont été publiés [Du et al, 2002; Gan et al, 2002; Rhee et al, 2003]. Lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k », les variations de la contrainte avec la température dépendent parfois peu, comme ici, de la largeur des lignes, notamment dans le sens des lignes. Pour Gan et al, les films « low-k », dont les caractéristiques mécaniques sont faibles, contribuent peu à « bloquer » la déformation du cuivre par rapport aux barrières métalliques et à l'encapsulation [Gan et al, 2002].

4. Effet du diélectrique interligne

L'effet du diélectrique interligne sur les contraintes mécaniques dans les réseaux de lignes est étudié, et en particulier son effet sur les contraintes dans le film de cuivre.

Le comportement mécanique des réseaux de lignes avec le film de nitrure de silicium dopé au carbone comme encapsulation est à nouveau simulé mais en remplaçant le film d'oxyde de silicium dopé au carbone par un film d'oxyde de silicium ou par un film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux. Les calculs sont réalisés pour les quatre largeurs de lignes : 0.3, 0.5, 1 et 3 μm . Comme dans le chapitre V, le procédé de fabrication est d'abord modélisé. Puis trois cycles thermiques variant de 50 à 400°C, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 10°C/min, et des paliers de 15 minutes aux deux températures extrêmes sont imposés.

Le film d'oxyde de silicium considéré est déposé par PECVD à 400°C à partir du précurseur liquide tétraéthylorthosilicate. Il a été étudié au chapitre III. Ses propriétés mécaniques ont été évaluées dans les chapitres III et V.

Le film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux est en cours d'évaluation et de développement actuellement au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale. Il sera probablement utilisé dans les interconnexions de la technologie 45 nm. Il sera peut être également employé dans les interconnexions de la technologie 65 nm, pour certains produits à haute performance. Ce diélectrique « low-k » est déposé par PECVD à 225°C à partir du précurseur diéthoxyméthylsilane et d'un porogène (matériau sacrificiel) carboné. Afin d'enlever le porogène, le film est ensuite recuit à 400°C et traité par un faisceau d'électrons. Sa constante diélectrique est de 2.5. Son module de Young et son coefficient de Poisson ont été mesurés par diffusion Brillouin. Sa contrainte résiduelle a été évaluée par une mesure de courbure à 20°C, ce qui permet de calculer la déformation intrinsèque du film (cf chapitre V, équation V.16). Son coefficient de dilatation thermique a été estimé par la société Applied Materials. Le film est supposé parfaitement élastique, comme le film d'oxyde de silicium non poreux.

Les caractéristiques mécaniques des trois films diélectriques sont indiquées dans le tableau VI.8.

Tableau VI.8 : Caractéristiques mécaniques des films diélectriques

Matériaux	SiO ₂	SiO _x C _y H _z	SiO _x C _y H _z poreux
E (GPa)	63	7.8	5.2
ν	0.23	0.15	0.29
α ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	0.8	10.8	15
T ₀ (°C)	400	350	400
$\epsilon_{\text{int}} (\times 10^{-4})$	8.75	- 20	- 25.4
$\epsilon_{\text{int,t}}^{\text{max}} (\times 10^{-4})$	- 6.5	/	/
A	500	/	/
X (K)	10 800	/	/
R (MPa)	/	/	/
C (MPa)	/	/	/

4.1. Contraintes à 20°C, à la fin du procédé de fabrication

Les contraintes dans l'ensemble des réseaux de lignes cuivre / diélectrique, dans le film de cuivre et dans le diélectrique interligne sont étudiées. Leurs valeurs calculées à 20°C (cf chapitre V, équation V.15), à la fin du procédé de fabrication, pour les quatre largeurs de lignes, dans les trois directions x, y et z sont indiquées dans les tableaux suivants. La contrainte hydrostatique dans le film de cuivre et dans le diélectrique est également calculée. A titre de comparaison, les contraintes obtenues lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium dopé au carbone sont rappelées.

Regardons tout d'abord les valeurs des contraintes dans l'ensemble de la structure, présentées dans le tableau VI.9.

Tableau VI.9 : Contraintes moyennes de l'ensemble de la structure, selon x et z, à la fin du procédé de fabrication pour les trois types de diélectriques interlignes

Diélectrique interligne	Sens de mesure	Contraintes (MPa)			
		0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	Selon x	- 60	- 43	- 31	- 18
	Selon z	- 86	- 62	- 44	- 26
SiO _x C _y H _z	Selon x	- 72	- 62	- 50	- 24
	Selon z	- 72	- 50	- 33	- 12
SiO _x C _y H _z poreux	Selon x	- 73	- 64	- 51	- 25
	Selon z	- 72	- 51	- 32	- 11

Pour l'ensemble de la structure, les contraintes sont nulles verticalement.

Quel que soit le diélectrique interligne, les contraintes sont compressives. Elles diminuent (en valeur absolue) lorsque la largeur des lignes augmente, perpendiculairement et parallèlement aux lignes. Quel que soit le diélectrique interligne « low-k », non poreux ou poreux, les contraintes moyennes dans l'ensemble de la structure sont assez similaires. Les caractéristiques mécaniques de ces deux films sont assez proches. Le film d'oxyde de silicium dopé au carbone non poreux a seulement un léger effet sur la contrainte de l'ensemble de la structure (cf chapitre V, tableau V.14). Les écarts entre les caractéristiques mécaniques des deux films « low-k », non poreux ou poreux, sont donc probablement trop faibles pour qu'un effet sur la contrainte de l'ensemble de la structure puisse être observé.

Lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium, les contraintes sont plus élevées (en valeur absolue) parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Par contre, lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k », les contraintes sont plus faibles (en valeur absolue) parallèlement aux lignes que perpendiculairement.

Dans le sens perpendiculaire aux lignes, les contraintes sont plus faibles lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium que lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k ». Au contraire, dans le sens parallèle aux lignes, les contraintes sont plus élevées lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium que lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k ».

Le tableau VI.10 présente les valeurs des contraintes dans le film de cuivre.

Tableau VI.10 : Contraintes moyennes dans le film de cuivre, selon x, y et z, et contrainte hydrostatique, à la fin du procédé de fabrication pour les trois types de diélectriques interlignes

Diélectrique interligne	Sens de mesure	Contraintes (MPa)			
		0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	Selon x	282	350	412	516
	Selon y	276	148	65	21
	Selon z	586	566	559	604
	hydrostatique	381	355	345	380
SiO _x C _y H _z	Selon x	227	272	334	471
	Selon y	278	151	67	19
	Selon z	569	542	534	584
	hydrostatique	358	322	312	358
SiO _x C _y H _z poreux	Selon x	218	261	325	465
	Selon y	275	150	67	18
	Selon z	565	538	531	581
	hydrostatique	353	316	308	355

Quel que soit le diélectrique interligne, les contraintes dans le film de cuivre sont tensiles. Lorsque la largeur des lignes augmente, les contraintes :

- augmentent selon x,
- diminuent selon y,
- évoluent peu selon z.

Lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium, les contraintes sont plus élevées parallèlement aux lignes, puis perpendiculairement aux lignes que verticalement, quelle que soit la largeur des lignes. Lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k », les contraintes sont aussi plus élevées parallèlement aux lignes, puis perpendiculairement aux lignes que verticalement mais seulement lorsque la largeur des lignes est comprise entre 0.5 et 3 μm . Dans le cas des lignes de 0.3 μm , les contraintes sont plus élevées parallèlement aux lignes, puis verticalement que perpendiculairement aux lignes.

Quel que soit le diélectrique interligne « low-k », non poreux ou poreux, les contraintes dans le film de cuivre sont assez proches.

Lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium, les contraintes sont :

- plus élevées dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- légèrement plus élevées parallèlement aux lignes,
- identiques verticalement,

que lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k ».

De même, les contraintes hydrostatiques sont légèrement plus élevées lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium que lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k ». Quel que soit le diélectrique interligne, elles sont plus importantes dans le cas de lignes de 3 μm , où le film de cuivre a un comportement élasto-plastique. Lorsque la largeur des lignes diminue de 1 à 0.3 μm , le comportement du film de cuivre est élastique, la contrainte hydrostatique augmente.

Des mesures obtenues par diffraction des rayons X et des calculs par éléments finis présentés dans la littérature ont également montré que les contraintes dans des lignes de cuivre étaient plus élevées lorsque le film diélectrique interligne était un film d'oxyde de silicium que lorsque le diélectrique était un film « low-k » [Du et al, 2002; Gan et al, 2002; Rhee et al, 2003]. Le module de Young du film d'oxyde de silicium est en fait plus élevé que celui du film « low-k » et son coefficient de dilatation thermique est plus faible. Le film d'oxyde de silicium s'oppose alors plus fortement à la déformation du cuivre que le film « low-k ».

Le tableau VI.11 indique les valeurs des contraintes dans les films diélectriques.

Tableau VI.11 : Contraintes moyennes dans le film diélectrique, selon x, y et z, à la fin du procédé de fabrication pour les trois types de diélectriques interlignes

Diélectrique interligne	Sens de mesure	Contraintes (MPa)			
		0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	Selon x	25	59	61	35
	Selon y	31	24	16	5
	Selon z	- 64	- 58	- 59	- 68
	hydrostatique	-3	8	6	-9
SiO _x C _y H _z	Selon x	14	25	37	52
	Selon y	11	8	7	3
	Selon z	39	41	42	44
	hydrostatique	21	25	29	33
SiO _x C _y H _z poreux	Selon x	17	25	37	53
	Selon y	14	9	7	4
	Selon z	43	44	47	50
	hydrostatique	25	26	30	36

Les contraintes dans le film d'oxyde de silicium sont tensiles perpendiculairement aux lignes et verticalement. Elles sont compressives parallèlement aux lignes. Les contraintes sont tensiles dans les deux films « low-k », quelle que soit la direction.

Lorsque la largeur des lignes augmente, les contraintes dans le film d'oxyde de silicium :

- augmentent selon x, mais seulement lorsque la largeur des lignes augmente de 0.3 à 1 μm ,
- diminuent selon y,
- diminuent, en valeur absolue, selon z, mais seulement lorsque la largeur des lignes augmente de 0.3 à 1 μm .

Lorsque la largeur des lignes augmente, les contraintes dans le film « low-k » :

- augmentent selon x,
- diminuent selon y,
- évoluent peu selon z.

Dans le film d'oxyde de silicium, les contraintes sont plus élevées perpendiculairement aux lignes, que verticalement. Dans les films « low-k », les contraintes sont plus élevées parallèlement aux lignes, puis perpendiculairement aux lignes que verticalement mais seulement lorsque la largeur des lignes est comprise entre 0.3 et 1 μm . Dans le cas des lignes de 3 μm , les contraintes sont légèrement plus élevées perpendiculairement aux lignes que parallèlement aux lignes.

Les contraintes dans les deux films « low-k » sont assez proches.

Les contraintes hydrostatiques sont plus élevées dans les films « low-k » que dans le film d'oxyde de silicium. Dans les films « low-k », tensiles lorsqu'ils sont déposés de façon uniforme sur un substrat, les contraintes restent tensiles dans les trois directions x, y et z lorsque les films sont sous forme de lignes. Par contre, dans le film d'oxyde de silicium,

compressif lorsqu'il est déposé de façon uniforme sur un substrat, les contraintes selon z restent compressives mais les contraintes selon x et y deviennent tensiles lorsque le film est sous forme de lignes. Dans les trois films diélectriques, les contraintes hydrostatiques évoluent peu avec la largeur des lignes.

4.2. Contraintes dans le film de cuivre au cours d'un cycle thermique

Les contraintes dans le film de cuivre sont ensuite étudiées au cours du troisième cycle thermique. Les pentes moyennes de la contrainte de l'ensemble de la structure, avec la température, dans les directions x, y et z, sont indiquées dans le tableau VI.12 pour les trois types de diélectriques interlignes étudiés.

Tableau VI.12 : Variation de la contrainte moyenne dans le film de cuivre en fonction de la température, selon x, y et z, pour les trois types de diélectriques interlignes

Diélectrique interligne	Sens de mesure	Pente de la contrainte avec la température ($\times 10^{-3}$ MPa $^{\circ}\text{C}^{-1}$)			
		0.3 μm	0.5 μm	1 μm	3 μm
SiO ₂	Selon x	- 923	- 989	- 1 111	- 1 344
	Selon y	- 491	- 265	- 105	- 36
	Selon z	- 1 827	- 1 774	- 1 762	-1 649
SiO _x C _y H _z	Selon x	- 569	- 712	- 925	- 1 257
	Selon y	- 311	- 180	- 74	- 27
	Selon z	- 1 650	- 1 654	- 1 690	- 1 612
SiO _x C _y H _z poreux	Selon x	- 534	- 684	- 911	- 1 248
	Selon y	- 275	- 162	- 68	- 25
	Selon z	- 1 627	- 1 639	- 1 683	- 1 606

Quel que soit le diélectrique interligne, la variation de la contrainte dans le film de cuivre avec la température est plus importante parallèlement aux lignes puis perpendiculairement que verticalement.

Lorsque la largeur des lignes augmente, les variations de la contrainte avec la température, en valeur absolue :

- diminuent lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium et sont presque constantes lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k » dans le sens des lignes (selon z),
- augmentent dans le sens perpendiculaire aux lignes (selon x),
- diminuent verticalement (selon y).

Les variations de la contrainte avec la température sont plus faibles lorsque le diélectrique interligne est un film « low-k » que lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de

silicium, dans les trois directions x, y et z. Elles sont aussi légèrement plus faibles lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux que lorsque le diélectrique interligne est le film d'oxyde de silicium dopé au carbone. Ces résultats sont aussi en accord avec ceux présentés dans la littérature [Gan et al, 2002; Rhee et al, 2003].

4.3. Bilan

Ainsi, l'utilisation des diélectriques « low-k » semble plutôt bénéfique puisque les contraintes dans le film de cuivre sont plus faibles que lorsque le diélectrique interligne est un film d'oxyde de silicium. Dans les technologies avancées, la formation de cavités liée aux contraintes mécaniques serait alors moins susceptible de se produire dans le film de cuivre. Néanmoins, les différences de contraintes constatées dans le film de cuivre selon la nature du diélectrique interligne sont peu importantes. De plus, il semblerait que la contrainte critique à partir de laquelle le cuivre se relaxe par formation de lacunes soit généralement plus faible dans les structures cuivre / diélectrique « low-k » que dans les structures cuivre / oxyde de silicium. La probabilité d'observer des trous (liées aux contraintes mécaniques) dans les lignes métalliques dépendrait alors à la fois de la contrainte hydrostatique dans le film de cuivre et de la contrainte critique à partir de laquelle le cuivre se relaxe [Besser et Zhai, 2004]. La présence de défauts, par exemple des impuretés apportées par le polissage mécano-chimique, peut également favoriser la nucléation de ces lacunes.

L'utilisation du film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux à la place du film d'oxyde de silicium dopé au carbone non poreux n'entraîne pas de variation de contraintes dans les réseaux de lignes ni dans le cuivre. Ce film poreux devrait donc pouvoir être intégré avec succès dans les nouvelles technologies (à condition bien sûr que la tenue de ses interfaces avec les films qui l'entourent, non considérée dans ce modèle, soit suffisante). Lorsque la largeur des lignes diminue, les contraintes dans le film « low-k » diminuent, essentiellement dans le sens perpendiculaire aux lignes. Toutefois, lorsque la largeur des lignes diminue, les contraintes moyennes dans l'ensemble de la structure constituée des réseaux de lignes augmentent. Ainsi, dans les technologies avancées, qui utiliseront ce film poreux, et où les dimensions des lignes auront diminué, les contraintes dans les interconnexions seront sans doute globalement plus élevées que celles présentes dans les interconnexions de la technologie 90 nm.

Par conséquent, la nature du diélectrique interligne affecte essentiellement les contraintes dans le film de cuivre et leur variation avec la température mais les différences sont assez faibles. Les contraintes moyennes dans l'ensemble de la structure sont peu affectées par la nature du diélectrique interligne. Dans les technologies avancées, si les endommagements observés sont plus nombreux, ils ne peuvent pas, semble-t-il, être attribués aux caractéristiques mécaniques propres des matériaux. Ils seraient plutôt liés aux règles de dessin, qui sont de plus en plus sévères, à la présence de défauts associés aux procédés de dépôts, comme la gravure ou le polissage, qui peuvent laisser des résidus et endommager la surface des films, ou encore au dépôt par PVD de la barrière métallique et de la couche

d'accroche de cuivre (réalisée avant le dépôt électrolytique, cf chapitre III, § 5.1), devenant de plus en plus critique dans les tranchées de plus en plus étroites (défaut de remplissage au niveau des parois latérales), aux propriétés de ténacité des films fragiles ou à la faiblesse des interfaces (les diélectriques « low-k » utilisés étant des films poreux, on peut supposer que leurs interfaces, avec la barrière métallique notamment, seront plus fragiles).

5. Conclusion

Le comportement thermomécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs, a été décrit au cours du procédé de fabrication. La contrainte de la structure est modifiée de façon importante lors du dépôt d'un film, à cause de la contribution de la contrainte intrinsèque de ce film. Lors de la gravure, la contrainte augmente très légèrement seulement. Pendant le recuit, les contraintes intrinsèques des films diélectriques évoluent lors du palier à 400°C, et la contrainte moyenne de l'ensemble de la structure diminue. A la fin du procédé de fabrication, les contraintes sont plus faibles parallèlement aux lignes que perpendiculairement. Elles diminuent, dans les deux directions, lorsque la largeur des lignes augmente.

Les contraintes dans chaque film ont été étudiées au cours du procédé de fabrication. Les contraintes les plus importantes (en valeur absolue) sont localisées dans les barrières métalliques fortement compressives. Les contraintes sont également assez élevées dans le film de cuivre qui est tensile à 20°C. Ce film subit aussi les variations de contraintes les plus importantes au cours du procédé de fabrication, en particulier pendant les cycles thermiques. Dans les films diélectriques, les contraintes sont beaucoup plus faibles. Dans la direction y, verticalement, les contraintes dans chaque film sont beaucoup plus faibles que dans les deux autres directions.

L'effet de l'encapsulation sur les contraintes dans les réseaux de lignes a également été étudié dans le cas des réseaux de lignes de 1 μm . Lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium (tensile), les contraintes de l'ensemble de la structure, compressives, sont plus faibles (en valeur absolue) que lorsque l'encapsulation est formée du film de nitrure de silicium dopé au carbone (compressif). Par contre, la nature de l'encapsulation modifie peu les contraintes dans les autres films de la structure, probablement parce qu'elle est assez mince par rapport aux autres films. Elle ne semble pas non plus avoir un effet sur la variation de la contrainte de l'ensemble de la structure avec la température lors d'un cycle thermique.

Les contraintes dans le film de cuivre et dans le film diélectrique « low-k » ont été examinées. Dans le film de cuivre, la contrainte hydrostatique évolue peu avec la largeur des lignes. Les contraintes maximales sont localisées aux niveaux des parois inférieures et latérales des lignes. Dans le film « low-k », la contrainte hydrostatique augmente lorsque la largeur des lignes augmente. Lors d'un cycle thermique, les variations de la contrainte dans le film de cuivre sont plus importantes parallèlement aux lignes (la déformation du film est libre), puis perpendiculairement que verticalement (dans ces deux directions, la déformation du cuivre est

limitée par les matériaux entourant le film). Lorsque la largeur des lignes augmente, les variations de contraintes avec la température (en valeur absolue) :

- évoluent peu dans le sens des lignes,
- augmentent dans le sens perpendiculaire aux lignes,
- diminuent verticalement.

Enfin, les contraintes dans les réseaux de lignes ont été calculées en remplaçant le film « low-k » par un film d'oxyde de silicium ou par un autre film « low-k », de constante diélectrique plus faible (un film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux). Quel que soit le diélectrique interligne, les contraintes dans l'ensemble de la structure sont compressives. La nature du diélectrique interligne affecte peu les contraintes moyennes dans l'ensemble de la structure. Elle modifie peu également les contraintes dans le film de cuivre et leur variation avec la température. Le film « low-k » poreux considéré devrait donc pouvoir être intégré avec succès dans les nouvelles technologies (ses caractéristiques mécaniques, et en particulier son module de Young et son coefficient de dilatation thermique, sont assez proches de celles de l'oxyde de silicium dopé au carbone non poreux), à condition que la tenue de ses interfaces soit suffisante. Cet aspect n'a pas été pris en compte dans le modèle par éléments finis développé. Mais il doit être examiné avec attention, les risques de délamination constituant un des endommagements majeurs dans les interconnexions cuivre / diélectrique « low-k ». Précisons également que les contraintes dans les réseaux de lignes augmentent lorsque la largeur des lignes diminuent. Ainsi les règles de dessin plus sévères, associées aux nouvelles technologies, entraîneront certainement des contraintes plus importantes dans les interconnexions.

Conclusion générale

L'industrie du semi-conducteur s'est tournée vers l'architecture cuivre damascène pour former les interconnexions, ce qui permet de diminuer le temps de réponse des circuits submicroniques et d'améliorer leurs performances. L'intégration du cuivre a nécessité son encapsulation par des couches barrière métallique et diélectrique. L'isolation entre les lignes et les vias métalliques est désormais assurée par des diélectriques à faible permittivité. Cependant, leurs caractéristiques mécaniques sont plus faibles que celles de l'oxyde de silicium qui était traditionnellement utilisé dans les technologies antérieures. Des fissurations dans ces films fragiles ou des délaminations aux interfaces peuvent notamment apparaître lorsque des contraintes thermomécaniques élevées sont imposées à la structure. Ces endommagements peuvent se produire lors de la fabrication des interconnexions ou lors de la mise en service des circuits intégrés. De plus, les interconnexions deviennent de plus en plus complexes : la largeur des lignes diminue, l'espace interligne diminue, le nombre de niveaux augmente. Les problèmes de fiabilité mécanique risquent alors d'être de plus en plus nombreux. Afin de mieux les appréhender, l'étude du comportement des interconnexions lors de sollicitations thermomécaniques est devenue essentielle.

Les interconnexions de la technologie 90 nm, utilisées au sein de l'Alliance STMicroelectronics - Philips - Freescale, ont été plus particulièrement étudiées au cours de cette thèse.

Tout d'abord, les caractéristiques mécaniques des matériaux et en particulier des films diélectriques ont été évaluées, ainsi que la tenue de leurs interfaces. Plusieurs techniques expérimentales, adaptées à l'étude des films minces et fragiles déposés sur un substrat de silicium, ont été utilisées. La méthodologie employée est la suivante :

- le module réduit et la dureté des films sont mesurés par nanoindentation,
- les films étudiés étant élastiques, isotropes, homogènes, et de densité connue (mesurée par pesée ou par réflectométrie des rayons X), leur module de Young et leur coefficient de Poisson sont déterminés par diffusion Brillouin,
- la mesure de l'évolution de la courbure des systèmes films sur substrat au cours de cycles thermiques est utilisée pour évaluer la contrainte résiduelle des films et leur contrainte intrinsèque. Connaissant les valeurs des modules d'Young et des coefficients de Poisson des films, cette technique permet également d'évaluer leur coefficient de dilatation thermique. Elle renseigne aussi sur le caractère élastique ou plastique des films lors d'un chargement thermique,
- l'essai de flexion quatre points est employé pour évaluer l'énergie d'adhérence de différentes interfaces rencontrées dans les interconnexions et ainsi identifier les interfaces les plus fragiles.

Quatre films diélectriques ont été étudiés :

- un film d'oxyde de silicium dopé au carbone, $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$, de faible constante diélectrique ($k = 3.0$),

- un film d'oxyde de silicium « traditionnel », SiO_2 ($k = 4.3$),
- un film de nitrure de silicium dopé au carbone, $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$, utilisé comme barrière diélectrique ($k = 5.0$),
- un film de nitrure de silicium, SiN_yH_z , utilisé également comme barrière diélectrique mais de constante diélectrique plus élevée que le film précédent ($k = 6.8$).

Le film d'oxyde de silicium dopé au carbone a une constante diélectrique et une densité plus faibles que celles de l'oxyde de silicium. Ses caractéristiques mécaniques et en particulier son module de Young, son coefficient de Poisson et sa dureté sont effectivement plus faibles que celles du film d'oxyde de silicium. Ces réductions sont liées au fait que les liaisons Si-O qui fournissent la rigidité du film d'oxyde de silicium sont remplacées par des liaisons Si-CH₃. De même, le film de nitrure de silicium dopé au carbone a une constante diélectrique et une densité plus petites que celles du film de nitrure de silicium, à cause de l'incorporation de carbone et d'hydrogène. Son module de Young, son coefficient de Poisson et sa dureté sont aussi plus petits que ceux du film de nitrure de silicium. Par contre, le coefficient de dilatation thermique des quatre films diélectriques étudiés suit une tendance inverse par rapport aux grandeurs précédemment citées : il est plus élevé pour l'oxyde de silicium dopé au carbone que pour l'oxyde de silicium non dopé et il est plus élevé pour le nitrure de silicium dopé au carbone que pour le nitrure de silicium non dopé.

Le module réduit, calculé à partir des mesures de diffusion Brillouin, est comparable à celui évalué par nanoindentation. La diffusion Brillouin offre l'avantage de pouvoir déterminer indépendamment le module de Young et le coefficient de Poisson des films lorsque leur densité est connue. Ces deux grandeurs sont indispensables pour les modélisations par éléments finis ainsi que pour le calcul du coefficient de dilatation thermique des films, à partir de la mesure de l'évolution de la courbure des systèmes films sur substrat en fonction de la température. Quant à la nanoindentation, elle permet également d'évaluer la dureté des films et d'obtenir des informations sur l'effet des procédés de dépôt sur les caractéristiques mécaniques d'un film. Cette technique peut aussi être utilisée pour étudier le comportement à la rupture de films ou d'interfaces.

L'adhérence entre les couches d'interconnexions les plus critiques de la technologie 90 nm a été évaluée en mesurant le taux de relaxation d'énergie critique lors d'essais de flexion quatre points. L'interface la plus faible qui a été identifiée est celle située entre le diélectrique « low-k » et la barrière métallique constituée de nitrure de tantale et de tantale. Cependant, ces essais sont réalisés sur des empilements sans motif. Dans les structures réelles, la densité des motifs, la géométrie des interconnexions et l'environnement extérieur ont aussi un effet sur la fiabilité des interfaces.

La méthodologie développée peut être appliquée pour caractériser de nouveaux matériaux, y compris les films diélectriques « low-k » qui seront utilisés dans les technologies futures.

Cette étude fournit également une base de données indispensable pour les modélisations par éléments finis.

Ensuite, le comportement mécanique du film de cuivre a été examiné. Des mesures de la l'évolution de la courbure en fonction de la température ont été effectuées sur des empilements, déposés uniformément sur un substrat, comprenant la barrière métallique, le cuivre, une barrière diélectrique, constituée soit d'un film de nitrure de silicium dopé au carbone, soit d'un film de nitrure de silicium. La courbure de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs, 0,3, 0,5, 1 ou 3 μm , et avec deux encapsulations finales possibles, soit un film de nitrure de silicium dopé au carbone, soit un film de nitrure de silicium, a également été évaluée. Les mesures ont été réalisées parallèlement et perpendiculairement aux lignes, au cours de cycles thermiques. La géométrie des réseaux de lignes, la microstructure du film de cuivre et l'efficacité des barrières métallique et diélectrique ont été examinées par microscopie électronique à transmission.

Enfin, un modèle par éléments finis a été développé afin d'évaluer les contraintes thermomécaniques dans les interconnexions. La loi de comportement des différents films a été déterminée en couplant la modélisation aux mesures de courbure réalisées sur les films minces et les empilements. Elle permet de tenir compte des déformations intrinsèques des films, selon deux composantes : la déformation intrinsèque instantanée, à la température de dépôt du film et pour les films diélectriques, la déformation intrinsèque, qui évolue avec la température imposée, en fonction du temps. La déformation plastique du film de cuivre est décrite par un écrouissage cinématique. Une modélisation séquentielle a été développée afin de tenir compte des différentes étapes du procédé de fabrication des interconnexions, comme la température de dépôt des films diélectriques, la gravure, le recuit. Seul le polissage mécano-chimique, qui ne modifie pas l'état de contraintes dans les films, n'est pas modélisé. Le comportement mécanique des réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k » a ensuite été modélisé. Les résultats des calculs ont été comparés aux résultats expérimentaux (mesures de courbure). Les courbes obtenues par le calcul sont en accord avec les résultats expérimentaux pour les lignes de 3 μm . Pour les lignes plus fines, la forme des courbes diffère : la modélisation prévoit un comportement élasto-plastique de la structure alors que les expériences indiquent un comportement quasiment élastique entre 50 et 400°C. Cette différence est attribuée au comportement du film de cuivre qui influence très fortement l'allure de la courbe représentant l'évolution de la contrainte de l'ensemble de la structure avec la température. Lorsque la largeur des lignes diminue, la limite d'élasticité du film de cuivre augmente vraisemblablement (la taille des grains diminue, au moins suivant la largeur des lignes, ce qui réduit la longueur de ligne des dislocations intragranulaires et leur mobilité). L'orientation cristallographique du cuivre (une tendance à la texturation a été observée par microscopie) semble également avoir un effet important sur ses caractéristiques mécaniques qu'il est nécessaire de prendre en compte dans les modélisations. Une loi de comportement du cuivre élastique avec un module de Young plus faible a été imposée, dans le cas des lignes de

largeur inférieure à 3 μm , de façon à ajuster les courbes obtenues par la modélisation aux courbes expérimentales.

Le modèle par éléments finis développé et adapté au cas des réseaux de lignes a été utilisé pour étudier l'effet des procédés de fabrication, de la nature de l'encapsulation et du diélectrique interligne sur les contraintes dans l'ensemble de la structure et dans les différents films. Les contraintes sont particulièrement élevées dans les barrières métalliques, compressives et dans le film de cuivre, tensile à 20°C. Ce dernier subit aussi les variations de contraintes les plus importantes au cours du procédé de fabrication, en particulier pendant les cycles thermiques. Dans les films diélectriques, les contraintes sont beaucoup plus faibles. Leur nature affecte peu les contraintes dans les autres films de la structure. Ainsi, la nature de l'encapsulation, constituée soit d'un film de nitrure de silicium dopé au carbone, soit d'un film de nitrure de silicium, a très peu d'effet sur les contraintes dans les réseaux de lignes, probablement parce qu'elle est très mince par rapport aux autres films. De même, la nature du diélectrique interligne, qu'il s'agisse soit d'un film d'oxyde de silicium, soit d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone non poreux, soit d'un film d'oxyde de silicium dopé au carbone poreux, affecte peu les contraintes moyennes dans l'ensemble de la structure. Lorsque la largeur des lignes diminue, les contraintes dans les réseaux de lignes augmentent.

Les limites du modèle et les perspectives de ce travail concernent le comportement du film de cuivre. Lorsque celui-ci est déposé sous forme de film mince, seuls les cycles stabilisés ont été modélisés. Toutefois, l'effet observé au cours du premier cycle aurait pu être simulé afin d'assurer une représentation plus fidèle du comportement du film. Le caractère anisotrope du film n'a pas été pris en compte dans les modélisations. Or la texture du film semble jouer un rôle important sur les caractéristiques mécaniques, notamment dans le cas des lignes. L'orientation cristallographique du cuivre pourrait être précisément identifiée, par diffraction des rayons X ou par diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD : « Electron Back-Scattering Diffraction »). Puis un calcul d'homogénéisation pourrait être effectué afin de définir la matrice de rigidité du film. La taille des grains de cuivre pourrait aussi être mesurée par diffraction des rayons X ou par diffraction des électrons rétro-diffusés. Elle pourrait alors être corrélée à la taille des motifs puis à la limite d'élasticité du film.

Le modèle a été calibré à partir des mesures de la courbure de différents échantillons, qui permettent d'étudier le comportement de l'ensemble de la structure. Le comportement du film de cuivre seul dans les réseaux de lignes pourrait être déterminé par diffraction des rayons X. Cela permettrait de vérifier le caractère élastique / plastique du film mais aussi de tester la validité du modèle en comparant les résultats des mesures à ceux calculés dans le film de cuivre. Il serait aussi intéressant d'observer le comportement du film de cuivre dans d'autres motifs, notamment dans des structures de vias, et dans des structures comportant différentes densités de métal. A l'aide d'un masque spécifique, des vias de diamètres différents pourraient par exemple être produits de manière répétitive. Les contraintes dans les vias pourraient ensuite être mesurées par diffraction des rayons X et comparées à des simulations.

Une étude plus complète de l'effet de l'encapsulation sur les contraintes dans les lignes nécessiterait de réaliser soit des mesures de l'évolution de la courbure, soit des mesures de la contrainte par diffraction des rayons X en fonction du temps, à une température donnée. Cela permettrait d'observer l'impact de l'encapsulation sur la relaxation des contraintes et de déterminer le temps à partir duquel les structures sont dans un état de contraintes stables. Le taux de relaxation des contraintes pourrait ensuite être corrélé à la durée de vie des structures évaluée lors des tests d'électromigration. L'interface entre le cuivre et la barrière diélectrique constitue le chemin de diffusion le plus rapide pouvant conduire à des endommagements par électromigration, souvent à cause des défauts engendrés par le polissage. Cette interface et la nature de cette barrière constituent alors des axes de recherche importants.

La prise en compte de la géométrie mesurée des échantillons dans le cas des réseaux de lignes modifie de façon non négligeable les contraintes de la structure, par rapport aux calculs réalisés selon la géométrie attendue. A partir de la connaissance des incertitudes d'épaisseurs liées aux procédés de dépôts, de gravure et de polissage, les contraintes minimales et maximales d'une structure donnée pourraient être calculées. Un plan d'expérience regroupant à la fois les incertitudes concernant les procédés de fabrication (épaisseurs des films, températures de dépôt) et les incertitudes liées à la détermination des caractéristiques mécaniques (module de Young, coefficient de Poisson, coefficient de dilatation thermique, déformation intrinsèque....) pourrait être imaginé afin d'identifier les paramètres les plus critiques du modèle.

Enfin, une perspective importante de ce travail porte sur la modélisation des contraintes dans le cas de géométries plus complexes, les interconnexions étant composées de plusieurs niveaux de lignes et de vias. Ce travail permettrait de faire le lien avec les problèmes de fiabilité mécanique rencontrés. Dans un premier temps, la simulation peut être utilisée pour évaluer les contraintes dans des structures comprenant plusieurs niveaux de métal. Elle pourrait ainsi aider à l'analyse des endommagements, comme les fissurations, les décohésions interfaciales, la création de trous dans les lignes métalliques... Les risques de délamination, en particulier, constituent un des endommagements majeurs dans les interconnexions cuivre / diélectrique « low-k ». Il est essentiel d'optimiser les procédés de dépôt et de fabrication des interconnexions en général, les traitements plasma intervenant lors du dépôt des films diélectriques pouvant parfois avoir une influence très nette sur la tenue d'une interface, mais aussi les nettoyages, la gravure, le polissage mécano-chimique qui peuvent laisser des résidus à la surface d'un film et l'endommager. En parallèle, la modélisation permet d'identifier les zones de concentration de contraintes importantes. La simple analyse des contraintes dans une structure est insuffisante pour appréhender ces problèmes de décohésion. Mais la modélisation permet aussi d'évaluer le taux de relaxation d'énergie critique, en créant, par exemple, une fissure artificielle à une interface. Les calculs peuvent ensuite être utilisés pour proposer des règles de dessin favorables à l'arrêt de propagation d'une fissure et une optimisation de la conception des structures. La modélisation pourrait ainsi aider à résoudre et anticiper ces défauts.

Références bibliographiques

[AIP, 1972] American Institute of Physics, American Institute of Physics handbook, 3^{ème} édition, Colonial Press, 1972

[Ashby et Jones, 1998] M.F. Ashby, D. R.H. Jones, Matériaux, Tome 1, Paris, 1998

[ASM, 1979] American Society for Metals, Grain-Boundary Structure and Kinetics, Actes du "1979 ASM Material Science Seminar" 15-16 Sept 1979, 446 - 451, 1979

[Avasthi, 1996] D.K. Avasthi, Bulletin of Materials Science 19(1), 3 - 14, 1996

[Baïlon et Dorlot, 2000] J.P. Baïlon, J.M. Dorlot, Des Matériaux, Presses internationales polytechniques, 2000

[Baker et al, 1998] S.P. Baker, R.M. Keller, A. Kretschmann, E. Arzt, Materials Research Society 516, 287 - 298, 1998

[Baker et al, 2003] S.P. Baker, R.M. Keller-Flaig, J.B. Shu, Acta Materiala 51, 3019 - 3036, 2003

[Baldacci et al, 2004] A. Baldacci, C. Rivero, P. Gergaud, M. Grégoire, O. Sicardy, O. Bostrom, P. Boivin, J.S. Micha, O. Thomas, European Solid State Device Research Conference, 105 - 108, 2004

[Barrett, 1957] C.S. Barrett, Structure des métaux - Méthodes, principes et résultats cristallographiques, Dunod, 1957

[Bec et al, 1996] S. Bec, A. Thonck, J.M. Georges, E. Georges, J.L. Loubet, Philosophical Magazine A 74(5), 1061 - 1072, 1996

[Besser et al, 1999] P.R. Besser, Y.C. Joo, D. Winter, M.V. Ngo, R. Ortega, Materials Research Society 563, 189 - 199, 1999

[Besser et al, 2001] P.R. Besser, E. Zschech, W. Blum, D. Winter, R. Ortega, S. Rose, M. Herrick, M. Gall, S. Thrasher, M. Tiner, B. Baker, G. Braeckelmann, L. Zhao, C. Simpson, C. Capasso, H. Kawasaki, E. Weitzman, Journal of Electronic Materials 30(4), 320 - 330, 2001

[Besser et Jiang, 2004] P.R. Besser, Q.T. Jiang, Materials Research Society 795, 2004

[Besser et Zhai, 2004] P.R. Besser, C.J. Zhai, Stress Induced Phenomena in Metallization, 207 - 216, 2004

[Bhattacharya et Nix, 1988] A.K. Bhattacharya, W.D. Nix, International Journal of Solids and Structures 24(12), 1287 - 1298, 1988

[Bohr, 1995] M.T. Bohr, International Electron Devices Meeting Digest, 241 - 243, 1995

- [Brantley, 1973] W.A. Brantley, *Journal of Applied Physics* 44(1), 534 - 535, 1973
- [Brillet et al, 2005] H. Brillet, S. Orain, V. Fiori, M. Dupeux, M. Braccini, *Thermal, Mechanical and Multiphysics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems EuroSimE*, 248 - 253, 2005
- [Carlotti et al, 1990] G. Carlotti, D. Fioretto, L. Palmieri, G. Socino, L. Verdini, E. Verona, *Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control* 38 (1), 56 - 61, 1991
- [Carlotti et al, 1996] G. Carlotti, L. Doucet, M. Dupeux, *Journal of vacuum science and technology B* 14(6), 3460 - 3464, 1996
- [Carlotti et al, 2005] G. Carlotti, N. Chérault, N. Casanova, C. Goldberg, G. Socino, *Thin Solid Films* 493, 175 - 178, 2005
- [Chapelon et al, 2004] L.L. Chapelon, V. Arnal, M. Broekaart, L.G. Gosset, J. Vitiello, J. Torres, *Microelectronic Engineering* 76, 1 - 7, 2004
- [Charalambides et al, 1989] P.G. Charalambides, J. Lund, J., A.G. Evans, R.M. McMeeking, *Journal of Applied Mechanics* 56(1), 77 - 82, 1989
- [Chérault et al -1, 2005] N. Chérault, G. Carlotti, N. Casanova, P. Gergaud, C. Goldberg, O. Thomas, M. Verdier, *Microelectronic Engineering* 82, 368 - 373, 2005
- [Chérault et al -2, 2005] N. Chérault, J. Besson, C. Goldberg, N. Casanova, M.H. Berger, *European Solid State Device Research Conference*, 493 - 496, 2005
- [Chiang et al, 1992] C. Chiang, G. Neubauer, A. S.Mack, K. Yoshioka, G. Cuan, P.A. Flinn, D.B. Fraser, *Materials Research Society* 265, 219 - 230, 1992
- [Dauskardt et al, 1998] R.H. Dauskardt, M. Lane, Q. Ma, N. Krishna, *Engineering Fracture Mechanics* 61, 141 - 162, 1998
- [Dax, 1996] M. Dax, *Semiconductor International*, 91 - 100, 1996
- [Doerner et Nix, 1986] M.F. Doerner, W.D. Nix, *Journal of Materials Research* 1(4), 601 - 609, 1986
- [Doerner et Nix, 1988] M.F. Doerner, W.D. Nix, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 14(3), 225 - 268, 1988
- [Doucet, 1996] L. Doucet, *Caractérisation mécanique et physico-chimique des matériaux métalliques et diélectriques dans des structures d'interconnexions destinées à la micro-électronique*, Ph.D. thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1996
- [Du et al, 2002] Y. Du, G. Wang, C. Merrill, P.S Ho, *Electronic Components and Technology Conference*, 859 - 864, 2002
- [Dupré, 1869] A. Dupré, *Théorie mécanique de la chaleur*, Gauthier-Villars, Paris, 1869

[Eberhart, 1997] J.P. Eberhart, Analyse structurale et chimique des matériaux, Dunod, Paris, 1997

[Edelstein et al, 1997] D. Edelstein, J. Heidenreich, R. Goldblatt, W. Cote, C. Uzoh, N. Lustig, P. Roper, T. McDevitt, W. Motsiff, A. Simon, J. Dukovic, R. Wachnik, H. Rathore, R. Schulz, L. Su, S. Luce, J. Slattery, International Electron Devices Meeting, 773 - 776, 1997

[Fayolle et al -1, 2002] M. Fayolle, G. Passemard, M. Assous, D. Louis, A. Beverina, Y. Gobil, J. Cluzel, L. Arnaud, Microelectronic Engineering 60, 119 - 124, 2002

[Fayolle et al -2, 2002] M. Fayolle, J. Torres, G. Passemard, F. Fusalba, G. Fanget, D. Louis, M. Assous, O. Louveau, M. Rivoire, K. Haxaire, M. Mourier, S. Maitrejean, P. Besson, L. Broussous, L. Arnaud, H. Feldis, Microelectronic Engineering 64, 35 - 42, 2002

[Field et al, 2001] D. P. Field, D. Dornisch, H. H. Tong, Scripta Materialia 45, 1069 - 1075, 2001

[Fioretto et al, 1993] D. Fioretto, G. Carlotti, L. Palmieri, G. Socino and L. Verdini, Physical Review B 47 (22), 15286 - 15289, 1993

[Fiori et Orain, 2005] V. Fiori, S. Orain, Thermal, Mechanical and Multiphysics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems EuroSimE, 648 - 655, 2005

[Fischer-Cripps, 2004] A.C. Fischer-Cripps, Nanoindentation, Springer, New-York, 2004

[Flannery et al, 2002] C.M. Flannery, S. Kim, T. Wittkowski, K. Jung, B. Hillebrands, M.R. Baklanov, Ultrasonics 1, 211 - 214, 2002

[Flannery et Baklanov, 2002] C.M. Flannery, M.R. Baklanov, International Interconnect Technology Conference, 233 - 235, 2002

[Flinn et al, 1987] P.A. Flinn, D.S. Gardner, W.D. Nix, Transactions on Electron Devices 34(3), 689-699, 1987

[François et al, 1995] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, Comportement mécanique des matériaux, Hermès, Paris, 1995

[Gan et al, 2002] D. Gan, G. Wang, P.S Ho, International Interconnect Technology Conference, 271 - 273, 2002

[Gao et al, 1992] H. Gao, C.H. Chiu, J. Lee, International Journal of Solids and Structures 29(20), 2471 - 2492, 1992

[Goldberg et al, 2002] C. Goldberg, L. Mercado, S. Filipiak, S. Crown, International Interconnect Technology Conference, 2002

[Goldberg et Wang, 2003] C.K. Goldberg, V.S. Wang, Compatibilities of dielectrics Films, Interlayer Dielectrics for Semiconductor Technologies, Elsevier, Academic Press, 77 - 119, 2003

- [Gonda et al, 2004] V. Gonda, J.M.J. Den Toonder, J. Beijer, G.Q. Zhang, W.D. van Driel, R.J.O.M. Hoofman, L.J. Ernst, *Microelectronics Reliability* 44, 2011 - 2017, 2004
- [Gouldstone et al, 1998] A. Gouldstone, Y.L. Shen, S. Suresh, C.V. Thompson, *Journal of Materials Research* 13(7), 1956 - 1966, 1988
- [Grégoire et al -1, 2005] M. Grégoire, S. Kordic, P. Gergaud, O. Thomas, M. Ignat, *Materials Research Society* 875, 2005
- [Grégoire et al -2, 2005] M. Grégoire, S. Kordic, M. Ignat, M.V. Swain, article soumis à *Thin Solid Films*, 2005
- [Henein et Wagner, 1983] G.E. Henein, W.R. Wagner, *Journal of Applied Physics* 54(11), 6395 - 6400, 1983
- [Herrmann et al, 2000] K. Herrmann, N.M. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche, R. Seemann, *Thin Solid Films* 377 - 378, 394 - 400, 2000
- [Herrmann et al, 2002] K. Herrmann, N.M. Jennett, S.R.J. Saunders, J. Meneve, F. Pohlenz, *Zeitschrift für Metallkunde* 93(9), 879 - 884, 2002
- [Hillebrands et al, 1985] B. Hillebrands, P. Baumgart, R. Mock, G. Güntherodt, P.S. Bechthold, *Journal of Applied Physics* 58(8), 3166 - 3168, 1985
- [Hillebrands et al, 1988] B. Hillebrands, S. Lee, G.I. Stegeman, H. Cheng, J.E. Potts and F. Nizzoli, *Physical Review Letters* 60(9), 832 - 835, 1988
- [Ho et al, 2003] P.S. Ho, J. Liu, M. Morgen, M. Kiene, J.-H. Zhao, *Characterization of low dielectric constant materials, Interlayer Dielectrics for Semiconductor Technologies*, Elsevier, Academic Press, 37 - 76, 2003
- [Hodgman et al, 1955] C.D. Hodgman, R.C. Weast, S.M. Selby, *Handbook of Chemistry and Physics*, 37^{ème} édition, 1955
- [Hoffman, 1966] R.W. Hoffman, *Physics of thin films* 3, Academic Press, New York, 211 - 273, 1966
- [Hughley et Cook, 2003] M.P. Hughley, R.F. Cook, *Materials Research Society* 766, 345 - 350, 2003
- [Hughley et Cook, 2004] M.P. Hughley, R.F. Cook, *Thin Solid Films* 460, 7 - 16, 2004
- [Huot et al, 1999] A. Huot, A.H. Fischer, A. von Glasow, R.A. Schwarzer, *Stress Induced Phenomena in Metallization*, 261 - 264, 1999
- [Hussein et He, 2005] M.A. Hussein, J. He, *Transactions on Semiconductor Manufacturing* 18(1), 69 - 85, 2005

[Jennett et al, 2001] N.M. Jennett, A.S. Maxwell, K. Lawrence, L.N. McCartney, R. Hunt, J. Koskinen, J. Meneve, W. Wegener, T. Muukkonen, F. Rossi, N. Gibson, Z. Xu, A.J. Bushby, S. Brookes, A. Cavaleiro, K. Herrmann, B. Bellaton, R. Consiglio, F. Augereau, O. Kolosov, D. Schneider, T. Chudoba, Indicoat final report SMT4-CT98-2249, NPL Report MATC (A) 24, 1 - 133, 2001

[Jennett et Bushby, 2002] N.M. Jennett, A.J. Bushby, Materials Research Society 695, 73-78, 2002

[Ji et al, 2004] Y. Ji, T. Zhong, Z. Li, X. Wang, D. Luo, Y. Xia, Z. Liu, Microelectronic Engineering 71, 182 - 189, 2004

[Johnson, 1985] K.L. Johnson, Contact Mechanics, Cambridge University Press, 1985

[Kasthurirangan et al, 1999] J. Kasthurirangan, Y. Du, P. Ho, C. Capasso, M. Gall, D. Jawarani, R. Hernandez, H. Kawasaki, Stress Induced Phenomena in Metallization, 304 - 314, 1999

[Keller et al, 1995] R.M. Keller, S. Bader, R.P. Vinci, E. Arzt, Materials Research Society 356, 453 - 458, 1995

[King, 1987] R.B. King, International Journal of Solids and Structures 23(12), 1657 - 1664, 1987

[Kobrinisky et al, 2001] M.J. Kobrinisky, C.V. Thompson, M.E. Gross, Journal of Applied Physics, 89(1), 91 - 98, 2001

[Krishnan et al, 1979] R.S. Krishnan, R. Srinivasan, S. Devanarayanan, Thermal Expansion of Crystals, Pergamon Press, 1979

[Kueny et Grimsditch, 1982] A. Kueny, M. Grimsditch, Physical Review B 26(8), 4699 - 4702, 1982

[Labat, 1998] S. Labat, Contraintes et déformations dans des multicouches de Au/Ni(111) : rôle des interfaces et de la microstructure, Ph.D. thesis, Université de Saint-Jérôme, Aix-Marseille III, 1998

[Lawn et Wilshaw, 1975] B.R. Lawn, T.R. Wilshaw, Fracture of brittle solids, Cambridge University Press, 1975

[Le Duc, 1999] P. Le Duc, Etudes des contraintes mécaniques dans les édifices d'interconnexions d'un procédé submicronique, Ph.D. thesis, Université des Sciences et Technologies de Lille, 1999

[Lee et Mack, 1998] J. Lee, A.S. Mack, Transactions on Semiconductor Manufacturing 11(3), 458 - 464, 1998

[Lee et al, 2005] H.J. Lee, D.I. Kim, J.H. Ahn, D.N. Lee, Thin Solid Films 474, 250 - 254, 2005

- [Lemaitre et Chaboche, 1996] J. Lemaitre, J.L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides*, Dunod, Paris, 1996
- [Leung et Ong, 2003] C. Leung, E. Ong, *Silicon-based dielectrics, Interlayer Dielectrics for Semiconductor Technologies*, Elsevier, Academic Press, 121 - 156, 2003
- [Li et al, 2004] B. Li, T.D. Sullivan, T.C. Lee, D. Badami, *Microelectronics Reliability* 44, 365 - 380, 2004
- [Liao et al, 1994] W.S. Liao, C.H. Lin, S.C. Lee, *Applied Physics Letter* 65(17), 2229 - 2231, 1994
- [Lucovsky et al, 1987] G. Lucovsky, M.J. Manitini, J.K. Srivastava, E.A. Irene, *Journal of vacuum science and technology B* 5(2), 530 - 537, 1987
- [Ma et al, 1995] Q. Ma, H. Fujimoto, P. Flinn, V. Jain, F. Adibi-Rizi, F. Moghadam, R.H. Dauskardt, *Materials Research Society* 391, 91 - 96, 1995
- [Ma et al, 1997] Q. Ma, J. Bumgarner, H. Fujimoto, M. Lane, R.H. Dauskardt, *Materials Research Society* 473, 3 - 14, 1997
- [Ma, 1997] Q. Ma, *Journal of Materials Research* 12(3), 840 - 845, 1997
- [Maeda et Nakamura, 1985] M. Maeda, H. Nakamura, *Journal of Applied Physics* 58(1), 484 - 489, 1985
- [Maex et al, 2003] K. Maex, M.R. Baklanov, D. Shamiryan, F. Lacopi, S.H. Brongersma, Z.S. Yanovitskaya, *Journal of Applied Physics* 93 (11), 8793 - 8841, 2003
- [Mencik et al, 1997] J. Mencik, D. Munz, E. Quandt, E.R. Weppelmann, M.V. Swain, *Journal of Materials Research* 12(9), 2475 - 2484, 1997
- [Mercado et al, 2002] L. Mercado, C. Goldberg, S.M. Kuo, *International Interconnect Technology Conference*, 119 - 121, 2002
- [Mercado et al, 2003] L.L. Mercado, S.M. Kuo, C. Goldberg, D. Frear, *Transactions on advanced packaging* 26(4), 433 - 440, 2003
- [Mir, 2002] S. Mir, *Conception de microsystèmes sur silicium*, Hermès Science Publications, Paris, 2002
- [Mirpuri et al, 2003] K. Mirpuri, J.Y. Cho, J. Szpunar, *Materials Science Forum* 426 - 432, 3551 - 3556, 2003
- [Mirpuri et Szpunar, 2003] K. Mirpuri, J. Szpunar, *The Physics of Metals and Metallography* 96(1), 59 - 69, 2003
- [Moore et al, 2000] T.M. Moore, C.D. Hartfield, J.M. Anthony, B.T. Ahlburn, P.S. Ho, M.R. Miller, *Characterization and Metrology for ULSI Technology* 550, 431 - 439, 2000

- [Murarka, 2003] S.P. Murarka, Dielectric properties, Interlayer Dielectrics for Semiconductor Technologies, Elsevier, Academic Press, 7 - 36, 2003
- [Nix, 1989] W.D. Nix, Metallurgical Transactions 20A, 2217 - 2245, 1989
- [Nizzoli, 1985] F. Nizzoli, the Physics of Semiconductors, 1145 - 1150, 1985
- [Nye, 1957] J.F. Nye, Physical Properties of Crystals, Clarendon Press, Oxford, London, 1957
- [Ohring, 2002] M. Ohring, Materials Science of Thin Films – Deposition and Structure, 2nd Edition, Academic Press, 2002
- [Oliver et Pharr, 1992] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Journal of Materials Research 7(6), 1564 - 583, 1992
- [Oliver et Pharr, 2004] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Journal of Materials Research 19(1), 3 - 20, 2004
- [Orain et al, 2004] S. Orain, J.C. Barbé, X. Federspiel, P. Legallo, H. Jaouen, Thermal and Mechanical Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems EuroSimE, 47 - 52, 2004
- [Paik et al, 2003] J.-M. Paik, H. Park, Y.-C. Joo, Microelectronic Engineering 71, 348 - 357, 2004
- [Pharr et Oliver, 1992] G.M. Pharr, W.C. Oliver, Materials Research Society Bulletin 17(7), 28 - 33, 1992
- [Plansky et al, 2003] J.L. Plansky, W.N. Gill, A. Jain, S. Rogojevic, Nanoporous dielectric films: fundamental property relations and microelectronics applications, Interlayer Dielectrics for Semiconductor Technologies, Elsevier, Academic Press, 261 - 325, 2003
- [Rémiat, 2003] B. Rémiat, Couches minces à faible et très faible permittivité destinées aux interconnexions des circuits intégrés, Elaboration Caractérisation Intégration, Ph.D. thesis, Université de Montpellier II, 2003
- [Retajczyk et Sinha, 1980] T.F. Retajczyk, A.K. Sinha, Applied Physics Letters 36(2), 161 - 163, 1980
- [Rhee et al -1, 2001] S.-H. Rhee, Y. Du, P.S. Ho, International Interconnect Technology Conference, 89 - 91, 2001
- [Rhee -2, 2001] S.H. Rhee, Thermal Stress Behaviors of Al(Cu)/low-k Submicron Interconnect Structures, Ph.D. thesis, University of Texas at Austin, 2001
- [Rhee et al, 2003] S.-H. Rhee, Y. Du, P.S. Hoo, Journal of Applied Physics 93(7), 3926 - 3933, 2003

- [Rojas et al, 1993] S. Rojas, L. Zanotti, A. Borghesi, A. Sassella, G.U. Pignatell, Journal of vacuum science and technology B 11(6), 2081 - 2089, 1993
- [Röll, 1976] K. Röhl, Journal of Applied Physics 47(7), 3224 - 3229, 1976
- [Royer et Dieulesaint, 1996] D. Royer, E Dieulesaint, Ondes élastiques dans les solides, Tome 1, Masson, Paris, 1996
- [Saran et al, 1998] M. Saran, R. Cox, C. Martin, G. Ryan, T. Kudoh, M. Kanasugi, J. Hortaleza, M.H. Ibnabdeljalil, M. Murtuza, D. Capistrano, R. Roderos, R. Macaraeg, International Reliability Physics, 225 - 231, 1998
- [Scherban et al, 2001] T. Scherban, B. Sun, J. Blaine, C. Block, B. Jin, E. Andideh, International Interconnect Technology Conference, 257 - 259, 2001
- [Schmidt et al, 2004] T.K. Schmidt, T.J. Balk, G. Dehm, E. Arzt, Scripta Materialia 50, 733 - 737, 2004
- [Schulz et Gessner, 2003] S.E. Schulz, T. Gessner, Spin-on Si-based low-k materials, Interlayer Dielectrics for Semiconductor Technologies, Elsevier, Academic Press, 227 - 259, 2003
- [Schut et al, 1997] H. Schut, A. Van Veen, L.V. Jorgensen, O. Dankert, K.T. Westerduin, A.H. Reader, J.C. Oberlin, Microelectronic Engineering 33, 357 - 362, 1997
- [Shen et al, 1996] Y.L. Shen, S. Suresh, I.A. Blech, Journal of Applied Physics 80(3), 1388 - 1398, 1996
- [Shen et al, 1998] Y.L. Shen, S. Suresh, M.Y. He, A. Bagchi, O. Kienzle, M. Rühle, A.G. Evans, Journal of Materials Research 13(7), 1928 - 1937, 1998
- [Shen et Ramamurty, 2003] Y.-L. Shen, U. Ramamurty, Journal of Vacuum Science and Technology B 21(4), 1258 - 1264, 2003
- [Shen et al, 2003] L. Shen, K. Zhen, Y. Wang, B. Narayanan, R. Kumar, Microelectronic Engineering 70, 115 - 124, 2003
- [Shon-Roy et al, 1998] L. Shon-Roy, A. Wiesnoski, R. Zorich, Advanced Semiconductor Fabrication Handbook, Integrated Circuit Engineering Corporation, 11.1 - 11.28, 1998
- [SIA, 1999] Semiconductor Industry Association, International Technology Roadmap for Semiconductors, 1999
- [SIA, 2003] Semiconductor Industry Association, International Technology Roadmap for Semiconductors, 2003
- [SIA, 2004] Semiconductor Industry Association, International Technology Roadmap for Semiconductors, 2004

[Sinha et al, 1977] A.K. Sinha, H.J. Levinstein, T.E. Smith, *Journal of Applied Physics* 49(4), 2423 - 2426, 1978

[Soma et Kagaya, 1999] T. Soma, H.M. Kagaya, *Thermal expansion coefficients of c-Si, Properties of Crystalline Silicon*, INSPEC, The Institution of Electrical Engineers, USA, 153 - 154, 1999

[Stadtmüller, 1992] M. Stadtmüller, *Journal of Electrochemical Society* 139(12), 3669 - 3674, 1992

[Stoney, 1909], G.G. Stoney, *Royal Society A* 82, 172 - 175, 1909

[Taylor, 1991] J.A. Taylor, *Journal of vacuum science and technology A* 9(4), 2464 - 2468, 1991

[Thurn et Cook, 2002] J. Thurn, R.F. Cook, *Journal of Applied Physics* 91(4), 1988-1992, 2002

[Thurn et al, 2004] J. Thurn, R.F. Cook, M. Kamarajugadda, S.P. Bozeman, L.C. Stearns, *Journal of Applied Physics* 95(3), 967 - 976, 2004

[Townsend et al, 1987] P.H. Townsend, D.M. Barnett, T.A. Brunner, *Journal of Applied Physics* 62(11), 4438 - 4444, 1987

[Vella et al, 2003] J.B. Vella, I.S. Adhietty, K. Junker, A.A. Volinsky, *International Journal of Fracture* 119/120, 487 - 499, 2003

[Venkatesan et al, 1997] S. Venkatesan, A.V. Gelatos, V. Misra, B. Smith, R. Islam, J. Cope, B. Wilson, D. Tuttle, R. Cardwell, S. Anderson, M. Angyal, R. Bajaj, C. Capasso, P. Crabtree, S. Das, J. Farkas, S. Filipiak, B. Fiordalice, M. Freeman, P.V. Gilbert, M. Herrick, A. Jain, H. Kawasaki, C. King, J. Klein, T. Lii, K. Reid, T. Saaranen, C. Simpson, T. Sparks, P. Tsui, R. Venkatraman, D. Watts, E.J. Weitzman, R. Woodruff, I. Yang, N. Bhat, G. Hamilton, Y. Yu, *International Electron Devices Meeting*, 769 - 772, 1997

[Viktorov, 1967] I.A. Viktorov, *Rayleigh and Lamb Waves: Physical Theory and Applications*, Plenum Press, New-York, 1967

[Vinci et Bravman, 1993] R.P. Vinci, J.C. Bravman, *Materials Research Society* 308, 337 - 341, 1993

[Vinci et al, 1995] R.P. Vinci, E.M. Zielinski, J.C. Bravman, *Thin Solid Films* 262, 142 - 153, 1995

[Volinsky et al, 2003] A.A. Volinsky, J.B. Vella, W.W. Gerberich, *Thin Solid Films* 429, 201 - 210, 2003

[Wang et al, 2003] G. Wang, C. Merrill, J.H. Zhao, S. K. Groothuis, P.S. Ho, *Transactions on device and materials Reliability* 3(4), 119 - 128, 2003

[Wikström et Gudmundson, 2000] A. Wikström, P. Gudmundson, Acta Metallurgica 48, 2429 - 2434, 2000

[Williams et Fleming, 1995] D.H. Williams, I. Fleming, Spectroscopic methods in organic chemistry, 5th Edition, University Press, Cambridge, 1995

[Winchester et Dell, 2000] K.J. Winchester, J.M. Dell, Optoelectronic and Microelectronic Materials and Devices, 117 - 120, 2000

[Wu et al, 2004] W. Wu, D. Ernur, S.H. Brongersma, M. Van Hove, K. Maex, Microelectronic Engineering 76, 190 - 194, 2004

[Yang et al, 2003] K. Yang, J.J. Waeterloos, J.-H. Im, M.E. Mills, Materials Research Society 766, 39 - 44, 2003

[Zhai et al, 2004] C J Zhai, P.R. Besser, F. Feustel, A. Marathe, R. C. Blish II, Materials Research Society 812, 275 - 280, 2004

[Zhang et al, 2001] X. Zhang, K.S. Chen, R. Ghodssi, A.A. Ayon, S.M. Spearing, Sensors and Actuators A91, 373 - 380, 2001

[Zhao et al, 2002] J.H. Zhao, W.J. Qi, P.S. Ho, Microelectronics Reliability 42(1), 27 - 34, 2002

[Zorich, 2001] R. Zorich, Advanced Technology Report: Copper Interconnect and Low-k Dielectric Technologies, Integrated Circuit Engineering Corporation, 2001

Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexions dans les circuits sub-microélectroniques

Le cuivre et des diélectriques à faible permittivité, appelés diélectriques « low-k », ont remplacé l'aluminium et l'oxyde de silicium dans les interconnexions, ce qui permet de diminuer le temps de réponse des circuits submicroniques. Cependant, les problèmes de fiabilité mécanique risquent d'augmenter. Il est nécessaire de comprendre le comportement de ces structures lors de sollicitations thermomécaniques. Ce travail repose sur un couplage entre la modélisation par éléments finis, des caractérisations mécaniques et des analyses microstructurales. Tout d'abord, les caractéristiques mécaniques du film diélectrique $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ ($k = 3,0$) et de la barrière $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ ont été déterminées et comparées respectivement à celles du film SiO_2 et de la barrière SiN_yH_z . La tenue mécanique des différentes interfaces rencontrées dans les interconnexions a été mesurée. Un modèle par éléments finis a ensuite été développé afin d'évaluer les contraintes thermomécaniques dans les interconnexions. La loi de comportement des différents films a été déterminée en couplant des mesures de l'évolution de la courbure en fonction de la température, réalisées sur des films minces et des empilements, à des modélisations par éléments finis. Elle permet de tenir compte de la déformation intrinsèque des films ainsi que de la déformation élasto-plastique du film de cuivre. Une modélisation séquentielle a été réalisée afin de prendre en compte les différentes étapes du procédé de fabrication des interconnexions. Le comportement mécanique, évalué grâce à des mesures de l'évolution de la courbure, au cours de cycles thermiques, et microstructural, observé par microscopie électronique à transmission, de réseaux de lignes cuivre / diélectrique « low-k », de différentes largeurs, a été étudié puis modélisé. Lorsque la largeur des lignes diminue, la loi de comportement du cuivre doit être ajustée : le film est élastique entre 50 et 400°C et l'effet de son orientation cristallographique sur ses caractéristiques mécaniques doit être considéré. Le modèle par éléments finis développé a ainsi permis d'étudier le comportement des différents films constituant les réseaux de lignes mais il pourra être utilisé pour modéliser des géométries plus complexes et anticiper les problèmes de fiabilité mécanique.

Mots-clés : microélectronique, interconnexions Cu / diélectrique « low-k », diélectriques, contraintes thermomécaniques, caractérisation mécanique et microstructurale, modélisation par éléments finis

Characterization and thermomechanical modeling of interconnects in submicroelectronic circuits

The introduction of copper and low-k dielectric materials in interconnects, to replace aluminium and SiO_2 , enables to reduce the RC delay and to improve the performance of submicron circuits. However, it is accompanied by an increase in mechanical reliability risks. A thorough understanding of the thermomechanical behavior of the backend structure is therefore essential. This study is done by coupling finite element modeling with mechanical and microstructural characterization. First mechanical properties of a $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$ dielectric film ($k = 3,0$) and of a $\text{SiC}_x\text{N}_y\text{H}_z$ barrier have been measured and compared with those of a SiO_2 film and a SiN_yH_z barrier. Interfacial adhesion of films utilized in interconnects has been studied. Then a finite element model has been developed to evaluate thermomechanical stresses in interconnects. The constitutive equation of all the materials has been extracted by coupling simulation and experiments, performed on blanket films and unpatterned stacks, during which the curvature of the wafer is measured as a function of temperature. Intrinsic strain of films and copper elasto-plastic behavior are taken into account. A sequential process modeling technique has been used to simulate the process steps involved during the manufacturing process. The mechanical behavior, evaluated by substrate curvature measurements during thermal cycling, and the microstructural behavior, observed by transmission electronic microscopy, of Cu / low-k lines of different widths, have been characterized and compared with finite element analysis. When lines width decreases, the copper film behaves differently and its constitutive equation must be adapted accordingly: physically the film is elastic between 50 and 400°C, in contrast to the plastic behaviour of unpatterned films and wide lines, and the effect of its grain orientation on mechanical properties must be considered. Thus the finite element model was successfully employed and calibrated to study the behavior of films in lines and can furthermore be applied to investigate the reliability of interconnects in more complex structures.

Keywords : microelectronics, Cu / low-k dielectric interconnects, dielectrics, thermomechanical stresses, mechanical and microstructural characterization, finite element modeling