



ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DES PHENOMENES DE FISSURATION DANS LES INTERCONNEXIONS DE LA MICROELECTRONIQUE

Brillet-Rouxel Helene

► To cite this version:

Brillet-Rouxel Helene. ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DES PHENOMENES DE FISSURATION DANS LES INTERCONNEXIONS DE LA MICROELECTRONIQUE. Matériaux. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007. Français. NNT : . tel-00168451

HAL Id: tel-00168451

<https://theses.hal.science/tel-00168451>

Submitted on 28 Aug 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.

THESE

présentée par

Hélène BRILLET-ROUXEL

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR
DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER-GRENOBLE 1

Spécialité : sciences et génie des matériaux

ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DES PHENOMENES DE FISSURATION DANS LES INTERCONNEXIONS DE LA MICROELECTRONIQUE

Soutenue le 15 Janvier 2007 devant la commission d'examen :

T. Pardoën	(Rapporteur)
O. Thomas	(Rapporteur)
C. Goldberg	(Examineur)
H. Jaouen	(Examineur)
D. Leguillon	(Examineur)
M. Dupeux	(Codirecteur de Thèse)
M. Braccini	(Codirecteur de Thèse)
S. Orain	(Invité)

Thèse préparée

au sein de l'équipe de Simulations Mécaniques et Thermiques de l'Alliance Crolles2
&
au sein du Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgiques de Grenoble

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Jean-Marc Chaix, Directeur du LTPCM, pour m'avoir accueillie au sein de son laboratoire et Hervé Jaouen, Responsable de l'équipe ftm-crolles modeling chez STMicroelectronics pour avoir rendu cette thèse possible.

Je remercie également Thomas Pardoën, Professeur au laboratoire IMAP à Louvain La Neuve et Olivier Thomas, Professeur au laboratoire TECSN, pour l'intérêt et l'enthousiasme qu'ils ont manifestés à mon travail et aussi pour avoir accepté d'en être les rapporteurs malgré le court délai de relecture.

Je remercie de même Cindy Goldberg, Ingénieur chez FREESCALE d'avoir accepté d'être membre de mon jury.

Je tiens particulièrement à remercier mes Directeurs de thèse, Michel Dupeux, Professeur au laboratoire LTPCM et Muriel Braccini, Chargée de recherche CNRS, pour leur confiance et leur soutien tout au long de ce travail.

J'exprime mes sincères remerciements à Stéphane Orain et à l'ensemble de l'équipe de modélisation mécanique et thermique pour les critiques constructives et l'attention qu'ils ont portés à mon travail.

Je remercie Aurélie Humbert, ingénieur chez NXP, pour l'obtention d'échantillons diélectriques, qui ont permis de commencer et de mener à bien le travail de caractérisation.

Je remercie également Solène Courtas et Jean-Pierre Gonchond, Ingénieurs de l'équipe de caractérisation physique à Crolles2, pour leur aide.

Je tiens à remercier, Marc Verdier, Chargé de recherche au LTPCM, pour m'avoir initiée à la nanoindentation et pour avoir partagé ses connaissances.

Un grand merci à Francine Roussel, Ingénieur au CMTC, pour son aide en imagerie en microscopie électronique à effet de champ.

Je remercie le groupe de recherche STRESSNET, au travers duquel j'ai pu interagir avec des scientifiques tant du domaine industriel que du domaine académique:

- Sylvain Maîtrejean, Ingénieur au CEA LETI, pour l'obtention spécifique d'échantillons
- Gérard Delette et Hervé Giraud du CEA LITEN, pour leur aide sur la multi-fissuration en flexion 4 points (la tâche était loin d'être facile).
- Dominique Leguillon, Directeur de recherche au Laboratoire de Modélisation en Mécanique de Jussieu, pour les calculs d'amorçage et aussi pour avoir accepté d'être le président du jury.

Enfin un grand merci à ma famille pour son soutien pendant ces années de thèse.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE 7

CHAPITRE I. Les Interconnexions dans les circuits intégrés :

élaboration, fiabilité 11

I.1. Généralités sur les circuits intégrés.....	13
I.1.1. Présentation des circuits intégrés	13
I.1.2. Choix de nouveaux matériaux.....	14
I.2. Réalisation des interconnexions.....	17
I.2.1. Procédés de dépôts utilisés.....	17
I.2.2. Etapes d'élaboration d'une interconnexion.....	19
I.2.3. Mise en boîtier	20
I.3. Défaillances dans les circuits intégrés	21
I.3.1. Défaillances au cours de l'élaboration	22
I.3.2. Défaillances durant la mise en boîtier de la puce.....	23
I.3.3. Défaillances lors des tests de qualification	24
I.3.4. Défaillances en fonctionnement.....	25
I.4. Conclusion et présentation de la problématique	26
I.5. Bibliographie.....	28

CHAPITRE II. Mécanique de la rupture 31

II.1. Mécanique de la rupture des matériaux homogènes.....	33
II.1.1. Analyse des fissures en élasticité linéaire bidimensionnelle	33
II.1.2. Analyse des fissures en élasto-plasticité bidimensionnelle	38
II.2. Fissure à l'interface d'un bi-matériau.....	41
II.2.1. Singularité matérielle.....	41
II.2.2. Les coefficients de Dundurs	42
II.2.3. Expression du champ des contraintes en pointe de fissure.....	43
II.2.4. Mixité modale	44
II.2.5. Expression du taux de restitution d'énergie.....	45
II.2.6. Relation entre l'énergie d'adhérence interfaciale et la mixité modale	46
II.2.7. Courbes expérimentales $G_C=f(\Psi^*)$	46
II.3. Amorçage des fissures	47
II.3.1. Critères de rupture en contrainte et en énergie, limitations	47
II.3.2. Critère de rupture généralisé.....	48
II.4. Conclusion et application aux structures d'interconnexions	51
II.5. Bibliographie	53

CHAPITRE III. Méthodes de caractérisation et de simulation 55

III.1. Contraintes résiduelles dans les circuits intégrés : origines et méthodes de mesure.....	57
III.1.1. Nature des contraintes résiduelles	57
III.1.2. Courbure d'un ensemble film + substrat sous l'effet de contraintes résiduelles dans le film	58
III.1.3. Mesure des contraintes résiduelles	59
III.2. La nanoindentation	60
III.2.1. Présentation générale de la nanoindentation	60

III.2.2. Détermination des propriétés mécaniques (essai de nanoindentation Berkovich)...	63
III.2.3. Détermination du comportement à rupture d'un film mince (test de nanoindentation coin de cube)	66
III.3. Essais de flexion (3 ou 4 points)	70
III.3.1. Description mécanique des tests de flexion	70
III.3.2. Préparation des échantillons.....	77
III.3.3. Description de l'équipement de flexion	83
III.4. Autres méthodes de caractérisation	83
III.4.1. Caractérisation mécanique	83
III.4.2. Caractérisation physico-chimique	84
III.4.3. Caractérisation topographique.....	85
III.5. Méthode des éléments finis : application à la microélectronique	87
III.5.1. Etat de contrainte des structures	87
III.5.2. Application de la mécanique de la rupture	88
III.6. Conclusion.....	95
III.7. Bibliographie	96

CHAPITRE IV. Etude de la fissuration des films diélectriques_____99

IV.1. Fissuration dans les films pré-contraints	101
IV.1.1. Description	101
IV.1.2. Modélisation analytique	103
IV.1.3. Modélisation numérique.....	106
IV.2. Fissuration sous-critique des céramiques silicatées	108
IV.3. Elaboration des films diélectriques	110
IV.3.1. Oxyde de silicium	111
IV.3.2. Oxyde de silicium dopé au carbone (SiOCH) déposé par PECVD	111
IV.3.3. Oxyde de silicium dopé au carbone (SiOCH) déposé par spin-on.....	111
IV.4. Propriétés physico-chimiques et mécaniques.....	111
IV.4.1. Propriétés physico-chimiques	111
IV.4.2. Propriétés mécaniques.....	114
IV.4.3. Effet de l'environnement.....	116
IV.5. Etude de ténacité par nanoindentation	117
IV.5.1. Etude préliminaire	117
IV.5.2. Protocole	119
IV.5.3. Films USG.....	120
IV.5.4. SiOCH PECVD.....	121
IV.5.5. SiOCH spin-on.....	123
IV.5.6. Modèle proposé	124
IV.5.7. Conclusion.....	127
IV.6. Etude de ténacité par flexion.....	127
IV.6.1. Protocole	128
IV.6.2. Films USG.....	128
IV.6.3. SiOCH PECVD.....	130
IV.6.4. SiOCH spin-on.....	134
IV.6.5. Conclusion.....	135
IV.7. Comparaison entre les deux méthodes	135
IV.8. Conclusion.....	138
IV.9. Bibliographie.....	139

CHAPITRE V. Etude de la fissuration dans les interconnexions _____ 141

V.1. Etude de l’amorçage et de la propagation de fissure dans une structure simple :	143
V.1.1. Description de la structure	143
V.1.2. Résultats expérimentaux.....	144
V.1.3. Simulations	150
V.1.4. Conclusion.....	154
V.2. Recherche d’optimisation d’architecture des interconnexions multi-niveaux	155
V.2.1. Etude d’une structure à deux niveaux	155
V.2.2. Impact du nombre de niveaux	166
V.3. Conclusion.....	179
V.4. Bibliographie	181

CONCLUSION GENERALE _____ 183

BIBLIOGRAPHIE PERSONNELLE _____ 191

INTRODUCTION GENERALE

La course à la miniaturisation et à l'optimisation des performances des circuits intégrés se traduit par la réalisation de composants de plus en plus complexes et présentant de plus en plus de fonctionnalités.

Les interconnexions, composants passifs des circuits intégrés, subissent elles aussi ces évolutions. Constituées de réseaux de lignes de cuivre isolés par un film diélectrique, elles assurent le transfert de signal entre transistors ou leur alimentation électrique.

Pour réduire le temps de propagation du signal, de nouveaux matériaux d'interconnexions ont été développés. L'oxyde de silicium est ainsi remplacé par des films de plus faible permittivité, appelés diélectriques *low-k*.

Malgré leurs performances diélectriques les films *low-k* présentent des caractéristiques mécaniques plus faibles que celles de l'oxyde de silicium.

Les problèmes de fiabilité mécanique, conduisant à des défaillances fonctionnelles, augmentent avec l'implantation de diélectriques de plus en plus fragiles.

En effet, les contraintes thermomécaniques élevées sont susceptibles d'engendrer des fissurations dans les films fragiles ou des décollements aux interfaces des structures d'interconnexions. Ces défauts apparaissent lors des étapes de fabrication des interconnexions ou lors de la mise en boîtier des puces ou encore lors du fonctionnement des circuits intégrés. Le but de ce travail est de comprendre les phénomènes de fissuration dans les interconnexions afin d'améliorer la fiabilité mécanique des circuits intégrés.

La mécanique de la rupture, introduite depuis peu dans le domaine de la microélectronique, est un excellent outil pour déterminer et décrire la résistance à rupture de structures d'interconnexions.

De ce fait, le développement d'outils spécifiques, propres à la microélectronique, tant d'un point de vue expérimental que numérique a été nécessaire et réalisé au cours de ce travail.

La démarche scientifique pour discuter de l'intégrité mécanique de structures complexes telles que les interconnexions, a été conduite en plusieurs étapes : dans un premier temps, comprendre et caractériser les mécanismes de fissurations sur les films minces fragiles de *low-k* ; puis dans un second temps, étudier une structure d'interconnexion à un niveau pour évaluer ensuite la fiabilité mécanique de structures multi-niveaux plus complexes.

Le chapitre I présente les circuits intégrés et plus particulièrement les interconnexions : leur réalisation, leurs évolutions, leurs défaillances et leurs origines.

Les principales notions utilisées pour appliquer la mécanique de la rupture aux structures d'interconnexions sont détaillées au chapitre II. Les concepts de la fissuration cohésive, au sein d'un matériau, de fissuration adhésive, à l'interface entre deux matériaux et les critères de rupture d'une structure y sont évoqués.

Les techniques expérimentales et numériques choisies et utilisées pour déterminer la résistance à rupture de films minces ou de structures plus complexes sont exposées au chapitre III.

Les résultats numériques et expérimentaux sur films minces *low-k* sont décrits au chapitre IV. Ce chapitre présente également le protocole expérimental à suivre pour déduire le comportement à rupture de films minces à partir de deux méthodes expérimentales : nanoindentation et flexion quatre points.

Le chapitre V expose les résultats expérimentaux et numériques de résistance à rupture de structures à un niveau et de structures plus complexes. Il en découle des tendances générales d'influence de l'architecture des structures étudiées sur leur risque de fissuration.

CHAPITRE I

Les Interconnexions dans les circuits intégrés : élaboration, fiabilité

Sommaire :

I.1. Généralités sur les circuits intégrés.....	13
I.1.1. Présentation des circuits intégrés	13
I.1.2. Choix de nouveaux matériaux	14
I.1.2.1. Métal	15
I.1.2.2. Isolant.....	15
I.2. Réalisation des interconnexions.....	17
I.2.1. Procédés de dépôts utilisés.....	17
I.2.1.1. Dépôt par voie chimique en phase vapeur	17
I.2.1.2. Centrifugation (Spin Coating).....	17
I.2.1.3. Dépôt physique en phase vapeur.....	18
I.2.1.4. Dépôt par voie électrolytique	18
I.2.2. Etapes d'élaboration d'une interconnexion	19
I.2.3. Mise en boîtier	20
I.3. Défaillances dans les circuits intégrés	21
I.3.1. Défaillances au cours de l'élaboration	22
I.3.2. Défaillances durant la mise en boîtier de la puce	23
I.3.3. Défaillances lors des tests de qualification	24
I.3.4. Défaillances en fonctionnement.....	25
I.4. Conclusion et présentation de la problématique	26
I.5. Bibliographie.....	28

Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord les circuits intégrés ainsi que leur amélioration liée à des choix de matériaux présentant de meilleures propriétés électriques. Nous nous focaliserons par la suite sur la réalisation des interconnexions en évoquant les différents procédés de dépôts de couches minces, puis les principales étapes de réalisation des interconnexions. Nous évoquerons les différents types de défaillances structurelles présentes dans les circuits intégrés. Puis nous préciserons les origines de ces défaillances pour en arriver à l'objectif de l'étude : l'endommagement par fissuration dans les interconnexions.

I.1. Généralités sur les circuits intégrés

I.1.1. Présentation des circuits intégrés

La fonction d'un circuit intégré implique de relier de façon précise divers composants électroniques. Ces composants actifs (principalement transistors) ou passifs (résistances, capacité..) sont réalisés sur des disques monocristallins de silicium (*wafer*). Le diamètre de ce substrat de silicium varie selon la complexité de la technologie. Actuellement les substrats ont un diamètre de 300 mm et une épaisseur de 745 μm . Pour la fabrication des composants les plus complexes et plus récents sur un même substrat, plusieurs centaines de millions de transistors peuvent être réalisés. La figure I.1 présente un transistor MOS (Métal Oxyde Semi-conducteur). La grille en polysilicium (silicium polycristallin) constitue l'électrode de surface dont le but est de moduler la conductivité électrique de surface par un champ électrique. De part et d'autre se trouvent la source et le drain, deux zones fortement dopées, qui permettent d'accéder électriquement à la zone contrôlée par la grille.

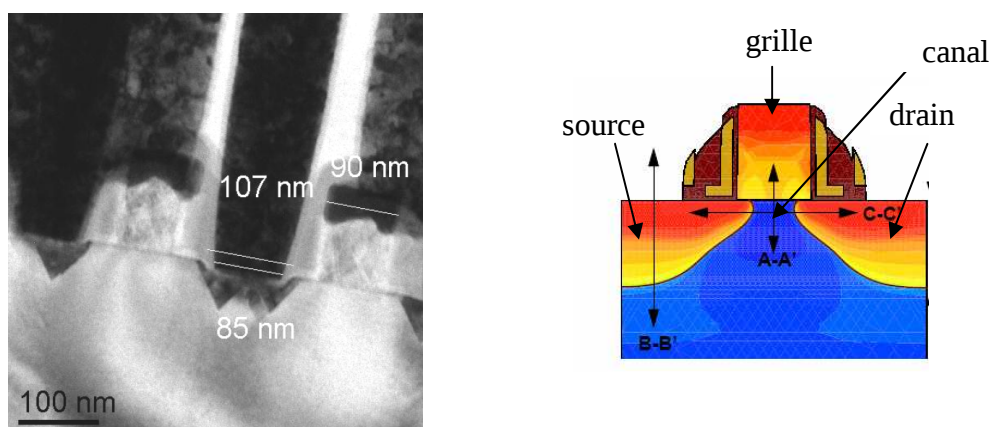


Figure I.1: Coupe en Microscopie Electronique à Transmission d'un transistor MOS de longueur de grille 90 nm et représentation schématique d'un transistor MOS [Crolles2 Alliance]

Afin de réaliser des portes analogiques entre les différents transistors ceux-ci sont reliés au moyen d'interconnexions. Ces interconnexions sont constituées de lignes métalliques destinées au transfert du signal électrique d'un transistor à l'autre. Ces lignes sont isolées entre elles par un matériau diélectrique. Actuellement le nombre de niveaux peut aller jusqu'à 10 pour certaines applications. Chaque niveau de lignes est séparé du suivant par un niveau de vias reliant les lignes entre elles d'un niveau à l'autre. L'ensemble des niveaux lignes et des niveaux vias constitue l'architecture des interconnexions.

L'étape finale de réalisation d'une puce consiste à recouvrir les interconnexions d'une couche de passivation nécessaire pour les protéger contre toute forme d'agression mécanique et physico-chimique extérieure. Sur cette couche des ouvertures sont réalisées pour créer des plots métalliques appelés *pads* permettant de câbler la puce (paragraphe I.2.2.).

Ces différents éléments décrits précédemment de manière succincte laissent imaginer la complexité de la fabrication d'une puce. A l'heure actuelle, environ 200 étapes de procédé sont nécessaires pour réaliser des puces sur l'ensemble d'un wafer.

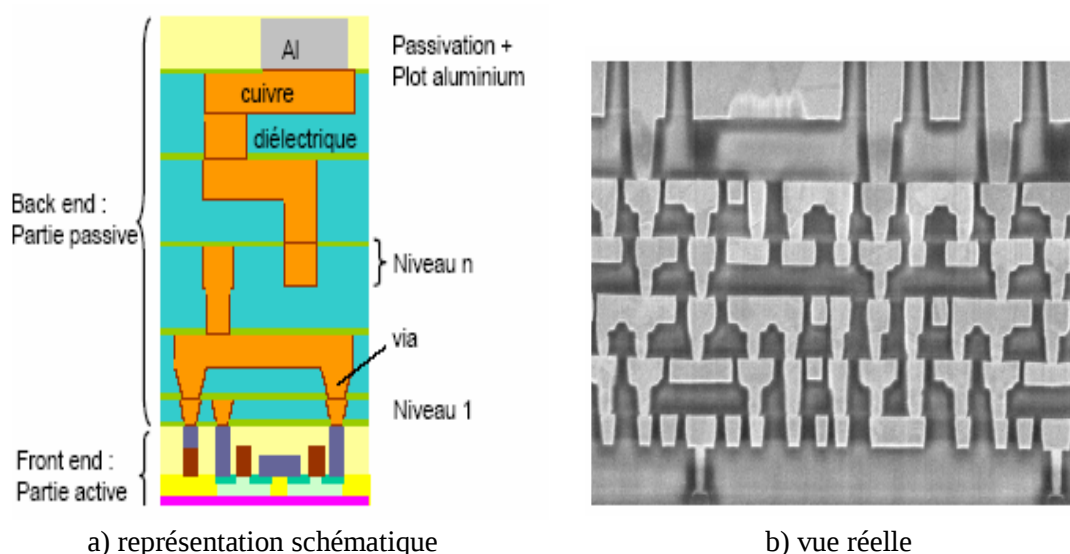


Figure I.2 : Coupe d'un empilement d'interconnexions dans un circuit intégré [Crolles2 Alliance]

I.1.2. Choix de nouveaux matériaux

L'amélioration des performances électriques dans les circuits intégrés se traduit notamment par la diminution du temps de propagation de l'information dans le circuit. Celui-ci correspond à la somme du temps lié à la communication des transistors et du temps nécessaire à la transmission du signal par les interconnexions. Deux moyens sont couplés pour y parvenir : diminuer la résistivité du conducteur et réduire la constante diélectrique de l'isolant. Après l'aluminium, le cuivre est désormais le métal utilisé dans les interconnexions; de ce fait la baisse de la constante du diélectrique est l'étape clé pour l'évolution des technologies. La figure I.3 présente l'évolution des temps d'accès dans un circuit intégré en fonction de la technologie [ITRS, 2005].

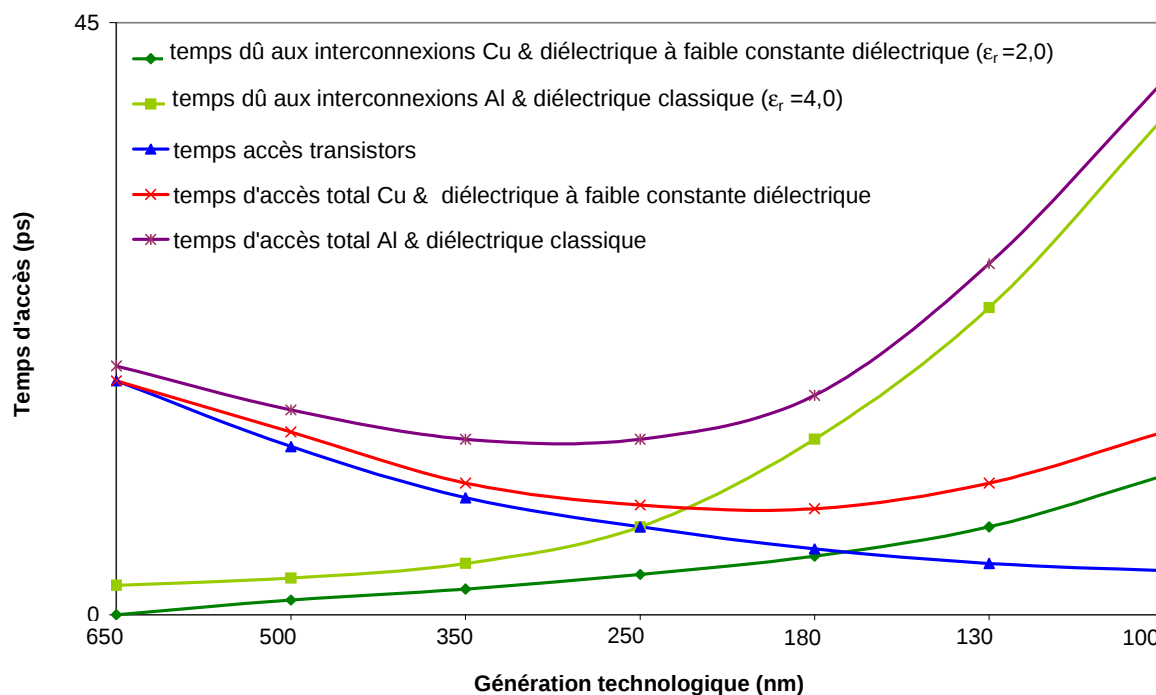


Figure I.3 : Evolution des propriétés électriques de l'isolant et du conducteur selon la technologie. [Cherault, 2006]

I.1.2.1. Métal

Depuis 2004, le cuivre a remplacé l'aluminium comme matériau conducteur. En effet, il présente un bon compromis pour répondre aux fréquences de plus en plus élevées dans les interconnexions : faible résistivité, et bonne résistance à l'électromigration. Cependant la diminution des tailles de lignes exige une amélioration continue des procédés de dépôt notamment pour les étapes de remplissage de fond de via ou fond de ligne à fort rapport d'aspect.

I.1.2.2. Isolant

L'isolant doit posséder une constante diélectrique de plus en plus faible pour diminuer le couplage entre lignes adjacentes. Le matériau de ce fait présente une polarisabilité alliée à une porosité de plus en plus faible. D'autres critères d'intégration rentrent également en compte : le matériau doit présenter une bonne stabilité chimique, des propriétés mécaniques suffisantes. Une bonne compatibilité avec les autres matériaux et les procédés de fabrication des interconnexions sont également indispensables. Les matériaux utilisés comme isolants sont classés en fonction de leurs constantes diélectriques et de leur degré de maturité technologique en quatre grandes familles. Par raccourci de langage, ils sont appelés diélectriques.

Les films inorganiques

Les films inorganiques à base de SiO_2 possèdent une constante diélectrique plus faible par introduction de fluor (FSG : FluoroSiliconGlass) et/ou d'hydrogène (HSQ : HydroSilesQuioxane). Les FSG et HSQ constituent la première génération de diélectriques succédant au dioxyde de silicium. Ces films moins denses et de polarisabilités diminuées présentent des constantes diélectriques proches de 3 [Zorich, 2001]. Les matériaux FSG, déposés par CVD sont utilisés industriellement.

Les films organiques

Ces films organiques communément appelés *low-k*, pour « faible permittivité » sont déposés généralement par CVD. Il existe deux catégories de matériaux : les céramiques organiques et les polymères organiques classiques.

Les céramiques organiques et notamment les méthylsilsesquioxanes (MSQ) de dénomination commerciales Black Diamond[®], Orion[®] présentent des constantes diélectriques comprises entre 2,5 et 3 et une bonne compatibilité avec les procédés d'intégration standard [Fayolle et al- 2, 2002].

Les polymères organiques tels le SiLK[®] présentent une polarisabilité et une densité plus faible. Leurs constantes diélectriques sont comprises entre 2 et 3. Cependant, leurs très forts coefficients de dilatation thermique rendent leur intégration difficile. Ces matériaux sont actuellement en phase de pré-industrialisation [Fayolle et al -1, 2002].

Les films organiques poreux

Ces films poreux communément appelés *ultra low-k* sont en cours de développement et doivent posséder une constante diélectrique inférieure à 2,5 [Chapelon et al, 2004]. L'introduction de porosité dans les matrices de type polymère ou MSQ permet de réduire la constante diélectrique. Déposés par PECVD ou par centrifugation, ces matériaux poreux ont des propriétés mécaniques plus faibles que les films denses similaires. Le contrôle de la taille des pores et de leur distribution est essentiel dans leur intégration.

Air Gap

Cette technique, en cours de développement consiste à créer des cavités vides entre les lignes d'interconnexions (structures *air gap*) [Hoofman, 2006]. Un diélectrique sacrificiel de type oxyde de silicium est déposé sous vide, puis décomposé par des techniques de retrait par voie chimique, créant ainsi la cavité. La simplicité et sa compatibilité avec les technologies de réalisation des interconnexions en font un excellent candidat pour atteindre une constante diélectrique inférieure à 1,5.

Dans la suite nous allons détailler la réalisation d'une interconnexion en évoquant les différents procédés de dépôts de couches minces, puis les principales étapes de réalisation des interconnexions.

I.2. Réalisation des interconnexions

I.2.1. Procédés de dépôts utilisés

I.2.1.1. Dépôt par voie chimique en phase vapeur

Le dépôt par voie chimique en phase vapeur (*Chemical Vapor Deposition* ou CVD) revient à déposer un matériau solide sur un substrat au moyen de précurseurs gazeux qui réagissent sur le substrat. Des modifications de ce procédé consistent à diminuer la température de dépôt, notamment le CVD assisté par plasma (*Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition* PECVD). Ce procédé est utilisé pour le dépôt des diélectriques (figure I.4).

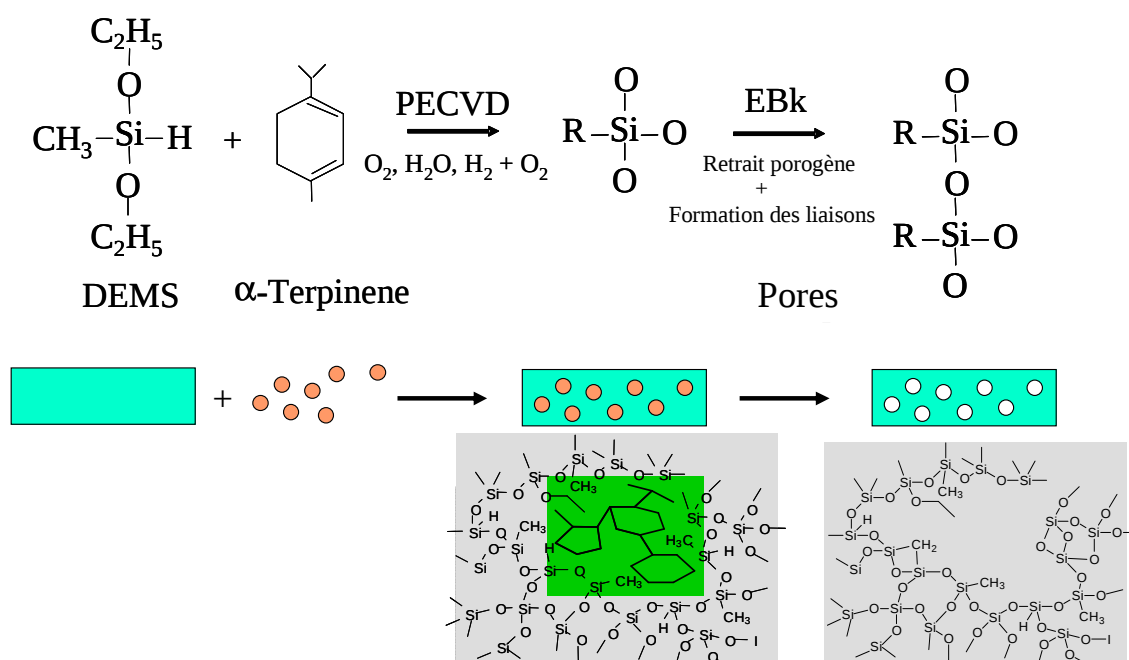


Figure I.4 : Etapes de réalisation d'un dépôt SiOCH poreux en PECVD

I.2.1.2. Centrifugation (Spin Coating)

Le dépôt par centrifugation consiste à verser une suspension stable (sol) ou un gel (résultat de l'interaction d'un solvant avec un sol) sur le substrat mis en rotation par une « tournette ». Le liquide en excès est éjecté sous l'action de la force centrifuge, et l'épaisseur du dépôt est alors fonction de la vitesse de rotation du substrat et du temps de dépôt. Ce procédé est utilisé pour le dépôt des diélectriques de nouvelle génération (figure I.5).

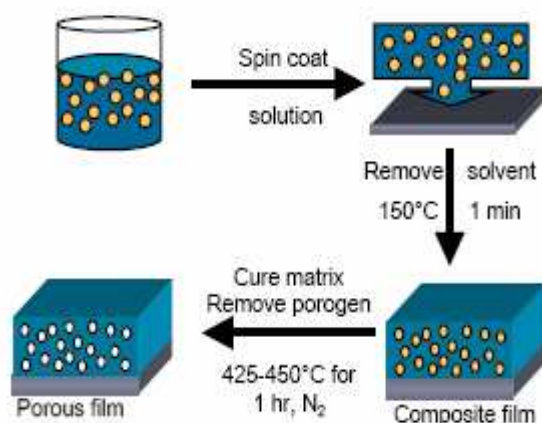


Figure I.5 : Etape de réalisation d'un dépôt SiOCH *spin-on*

I.2.1.3. Dépôt physique en phase vapeur

La pulvérisation cathodique appartient aux procédés de dépôt par voie physique en phase vapeur (*Physical Vapour Deposition*, PVD). Elle consiste à éjecter des atomes d'une cible sous l'effet d'un bombardement de plasma. Ces atomes migrent dans toutes les directions et se déposent sur la surface du substrat. Dans le cas d'une tranchée, la vitesse de croissance est plus élevée sur le haut de celle-ci, ce qui conduit à un masquage des côtés de la tranchée et ainsi à un dépôt non conforme et plus fin sur les parois de la tranchée. Le SIP (*Self Ionised Plasma*) est une amélioration de ce procédé. Cette technique permet de ioniser et d'accélérer les atomes libérés de la cible par une tension de polarisation vers le substrat. Par conséquent, le remplissage des fonds de tranchée et la couverture de marche sont améliorés. Ce procédé est principalement utilisé pour le dépôt de la barrière de diffusion et le dépôt de la couche d'accroche du cuivre (voir paragraphe I.2.2.).

I.2.1.4. Dépôt par voie électrolytique

Le dépôt électrolytique (*Electro Coating Deposition*, ECD) consiste à réduire un métal présent sous forme ionique en solution sur une cathode (dans notre cas la plaque de silicium dont la surface doit être conductrice) grâce à l'apport d'un courant extérieur. Le remplissage des lignes larges et des lignes étroites peut être optimisé en utilisant des additifs permettant d'accélérer ou d'inhiber les réactions. Ce procédé présente des qualités intéressantes pour la micro-électronique : un faible coût et des vitesses de dépôt élevées. Il est utilisé pour le dépôt du cuivre.

Dans ce travail nous allons nous attacher aux défaillances présentes au cours de l'élaboration des interconnexions et plus particulièrement aux défaillances dues uniquement à l'hétérogénéité des matériaux. De ce fait, nous allons détailler la réalisation d'une interconnexion en évoquant les différents types de dépôt utilisés, puis les différentes étapes d'élaboration.

1.2.2. Etapes d'élaboration d'une interconnexion

Ce paragraphe décrit l'élaboration d'une interconnexion de manière générale. Nous évoquerons par la suite (chapitre V), les étapes spécifiques pour les matériaux de nouvelle génération.

Le procédé damascène permet de réaliser une tranchée dans l'isolant dans laquelle le métal conducteur est ensuite déposé. Cette façon de procéder est nécessaire car le cuivre se grave difficilement. Les différentes étapes du procédé sont les suivantes :

- Le substrat est revêtu d'une couche d'arrêt de gravure déposée par PECVD. Par la suite, le diélectrique est déposé par PECVD ; celui-ci servira d'isolant entre les lignes métalliques. L'empilement obtenu est représenté sur la figure I.6.a.
- L'étape de photolithographie est réalisée : une résine photosensible est déposée. Les motifs d'un masque sont ensuite reproduits sur la résine par photolithographie (figure I.6.b).
- L'étape de gravure est effectuée: le motif est répété par gravure sur le masque. On supprime la résine. La gravure par plasma est ensuite réalisée dans le diélectrique interligne (figure I.6.c). jusqu'à la couche d'arrêt de la gravure.
- L'étape de métallisation est réalisée : Une couche de nitrure est déposée par PVD SIP. Celle-ci sert de barrière de diffusion au cuivre. En effet le cuivre diffuse facilement dans les diélectriques et le silicium. Sans barrière de diffusion, on obtiendrait une contamination par le cuivre de toute la zone active de la plaque de silicium et de ce fait une dégradation des performances du circuit intégré. Par la suite une fine couche de cuivre est déposée par PVD SIP. Cette fine couche de cuivre servira de couche conductrice pour l'étape suivante. Les lignes de cuivre sont finalement remplies entièrement de cuivre à l'aide d'un dépôt ECD (figure I.6.d). Un recuit est réalisé pour entre autres recristalliser le cuivre et améliorer l'adhérence cuivre/barrière.
- L'étape de CMP est effectuée : le cuivre en excès, la barrière métallique, sont alors polis par voie mécano-chimique (*Chemical Mechanical Polishing, CMP*) pour éroder et aplanir l'ensemble (figure I.6.e). La couche de barrière de diffusion supérieure pour le cuivre est déposée et elle servira de couche d'arrêt pour les étapes de gravure ultérieures.

Par la suite on réalise soit un nouveau niveau en réitérant en partie (approche double damascène) les étapes décrites plus haut, soit l'étape de passivation. Celle-ci permet de protéger le circuit intégré et de réaliser sa mise en boîtier. Pour relier le circuit intégré au boîtier, il est nécessaire d'avoir recours à des plots d'aluminium. En effet, il est difficile de souder directement les fils de contacts sur des plots en cuivre. La création de ces plots est réalisée par dépôt d'une bi-couche d'oxyde de silicium et de nitrure. Après lithographie des plots, cet empilement est gravé puis rempli avec de l'aluminium puis de nouveau un CMP de l'aluminium est réalisé pour aplanir l'ensemble. Finalement le produit obtenu est présenté figure I.6.f :

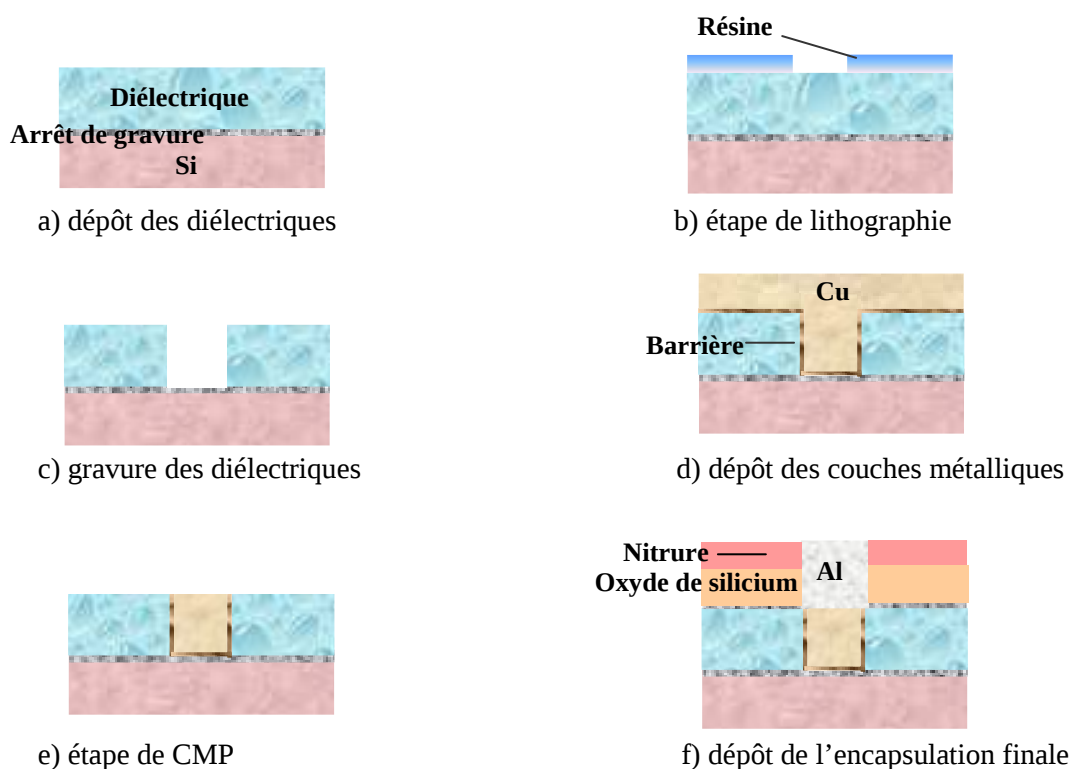


Figure I.6 : Les principales étapes de réalisation d'une interconnexion simple niveau

I.2.3. Mise en boîtier

Une fois fabriquées et testées, les puces sont mises en boîtier. Cette opération assure la protection de la puce vis à vis de son environnement de fonctionnement. Le boîtier a la double fonction de support mécanique et de connexion électrique. Il existe deux principales techniques de connexions. Le *wire-bonding* (soudage de fil) est la technique de connexion la plus répandue. Chaque *pad* est relié aux pattes externes du boîtier par des fils très fins généralement en or (figure I.7). Les connexions entre les *pads* et les futures pattes/connexions du boîtier sont réalisées par soudage ultra-sonore par contact (*bond pad*). Le moulage ou l'injection de résine époxyde, permet ensuite d'encapsuler l'ensemble pour rendre le système hermétique.

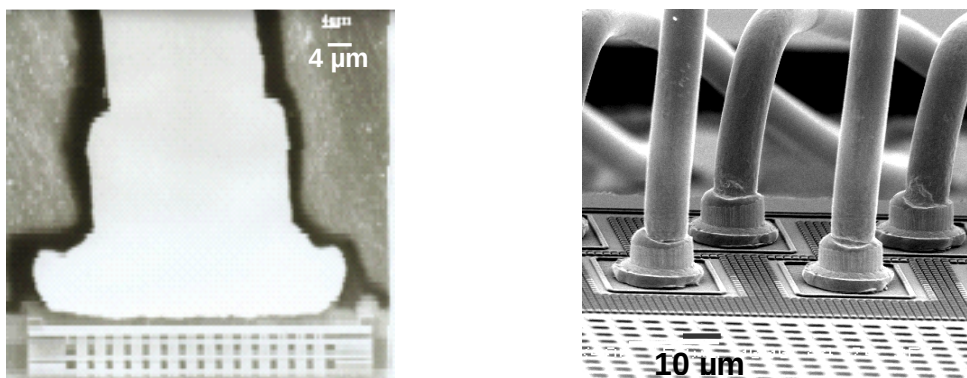


Figure I.7 : Câblage par wire-bonding a) image de Microscopie Electronique à Balayage (MEB) [Sirkanth, 2005], vue générale [Goldberg, 2005].

La seconde méthode utilisée pour des puces de haute performance est le *flip-chip* (puce retournée). La puce est placée à l'envers et les pads sont directement connectés aux points de contact de l'emballage par des billes de soudure (figure I.8). Ces contacts sont reliés aux pattes du boîtier par des lignes métalliques. La puce est ensuite recouverte de résine pour l'immobiliser.

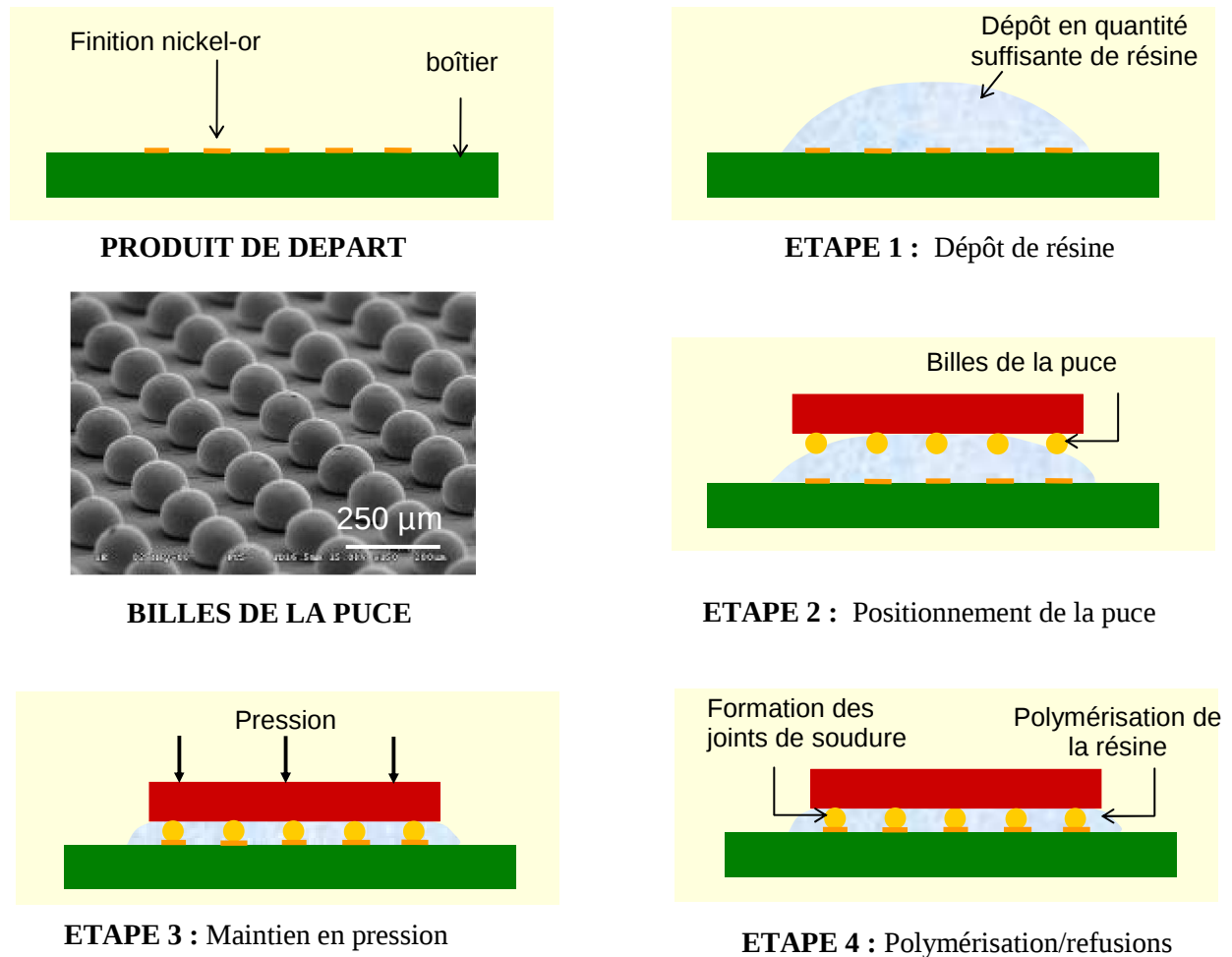


Figure I.8 : Procédé de réalisation du *flip-chip*

I.3. Défaillances dans les circuits intégrés

L'amélioration des performances électriques, l'augmentation des multi-fonctionnalités couplées à une volonté de miniaturisation se traduisent par une élaboration de plus en plus complexe des puces (tableau I.1) [ITRS, 2005]. De plus les procédés et les matériaux utilisés conduisent à une augmentation des risques de défaillances.

	2004	2007	2010	2013	2016
Technologie (nm)	90	65	45	32	22
Ecartement minimal entre lignes conductrices (nm)	410	290	205	140	100
Nombre de transistors (en millions dans une puce)	153	386	773	1546	3092
Niveaux de métal	10	11	12	12	14
Longueur totale des interconnexions active (m/cm ²)	688	1117	1784	2544	4208

Tableau I.1 : Evolution prévisionnelle de la technologie des microprocesseurs.

Au sein des puces, les défaillances se manifestent surtout au niveau des interconnexions dont le nombre et la densité ne cessent d'augmenter. D'origine électrique, chimique ou mécanique, ces défaillances peuvent conduire à la perte d'intégrité mécanique et par conséquent à la détérioration des performances électriques. Les défaillances peuvent être classées selon leur stade d'apparition, en cours de fabrication, d'emballage, de tests de qualification ou en cours de fonctionnement de la puce.

I.3.1. Défaillances au cours de l'élaboration

Lors de la fabrication d'une interconnexion, l'étape de Polissage Mécano-Chimique (voir paragraphe I.2.2.) est une étape critique. Des efforts mécaniques trop importants ainsi qu'une agressivité chimique des abrasifs trop importante peuvent conduire au décollement d'interface et/ou à l'érosion du diélectrique [Mosig, 2002] [Leduc, 2006] (figure I.9).

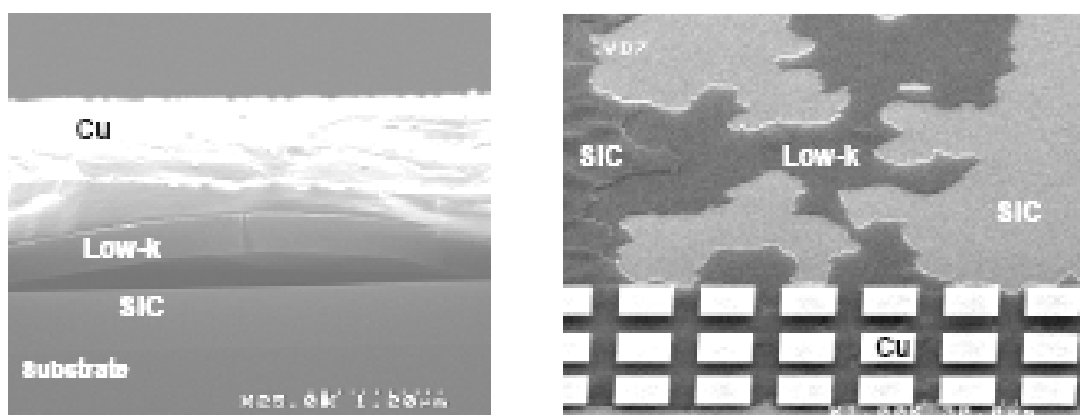


Figure I.9 : Delamination pendant l'étape de CMP [Leduc, 2006].

Le décollement spontané (figure I.10.a) entre films induit uniquement par l'hétérogénéité des matériaux et par l'augmentation des contraintes lors des dépôts consécutifs pour réaliser l'interconnexion existe mais est beaucoup plus rare de même que la fissuration (figure I.10.b) au sein d'un film induite uniquement par les contraintes résiduelles présentes après dépôt [Suo, 2002].

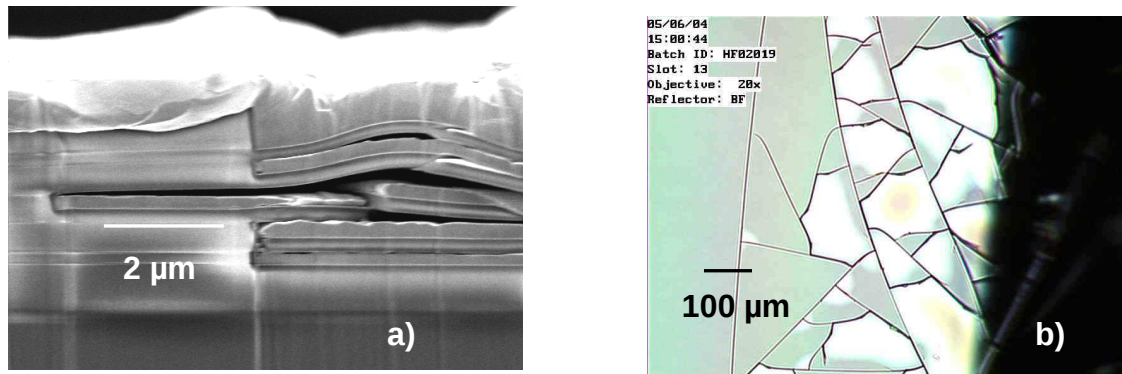


Figure I.10 : a) Décollement de dépôts diélectriques induit par les contraintes résiduelles en tension, b) Fissurations canalisées dans un film diélectrique induites par les contraintes résiduelles en tension [Crolles2 Alliance].

I.3.2. Défaillances durant la mise en boîtier de la puce

Les défaillances rencontrées lors de la mise en boîtier de la puce dépendent des techniques de mise en boîtier. Pour un procédé flip-chip, le défaut le plus couramment rencontré au niveau des interconnexions est le décollement entre diélectrique et substrat (figure I.11) [Rajagopalan, 2004].

Après les réalisations des interconnexions, les futures puces sont testées électriquement. Les tests électriques sous pointe (*probing*) peuvent induire des endommagements selon la force et la forme du contact exercé. La plupart du temps on assiste à l'arrachement de la couche d'aluminium protectrice qui conduit à la formation d'oxydation de cuivre, ce qui rendra le soudage très difficile (figure I.12) [Tran, 2003].

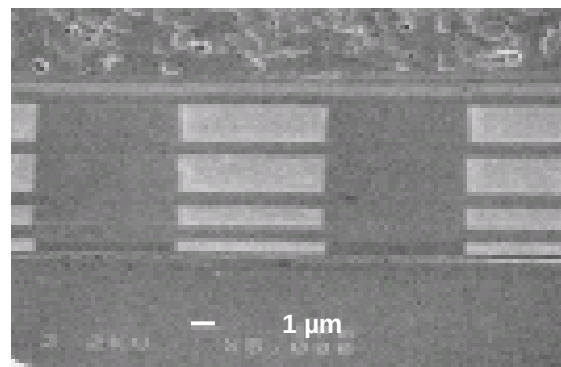


Figure I.11 : Décollement entre le substrat et le diélectrique lors d'un emballage *flip-chip* [Rajagopalan, 2004].

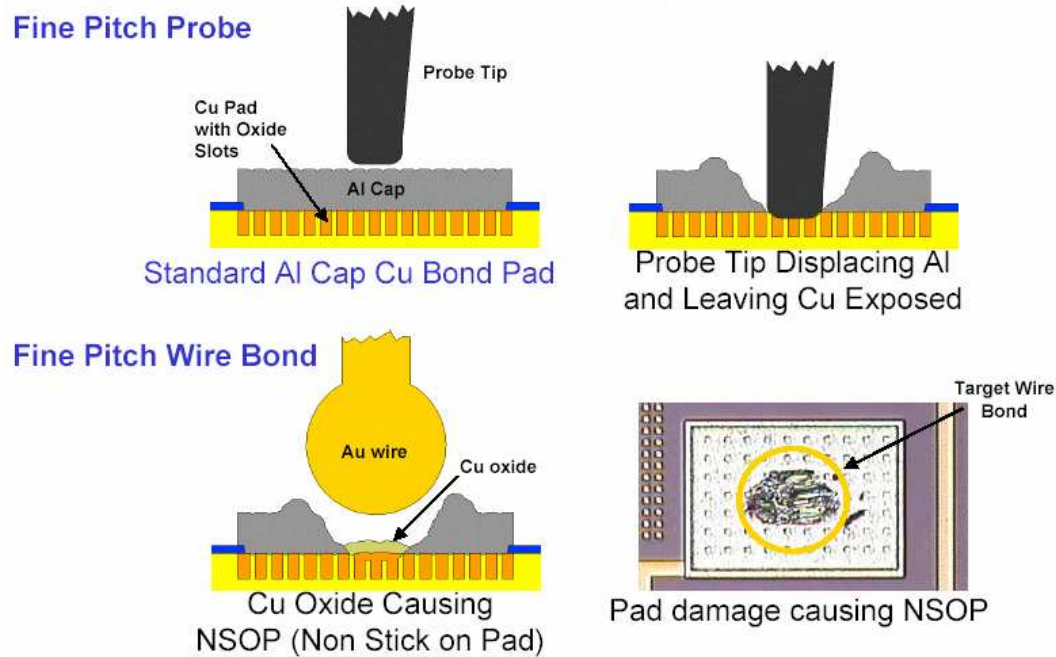


Figure I.12 : Soudage non adhérent du à la formation d'un oxyde de cuivre lors d'une mise en boîtier *wire-bonding* [Tran, 2003].

I.3.3. Défaillances lors des tests de qualification

Après la mise en boîtier, le *pull test*, test de tenue du *wire-bonding* permet de vérifier l'intégrité mécanique du câblage et par là-même de la puce (figure I.13).

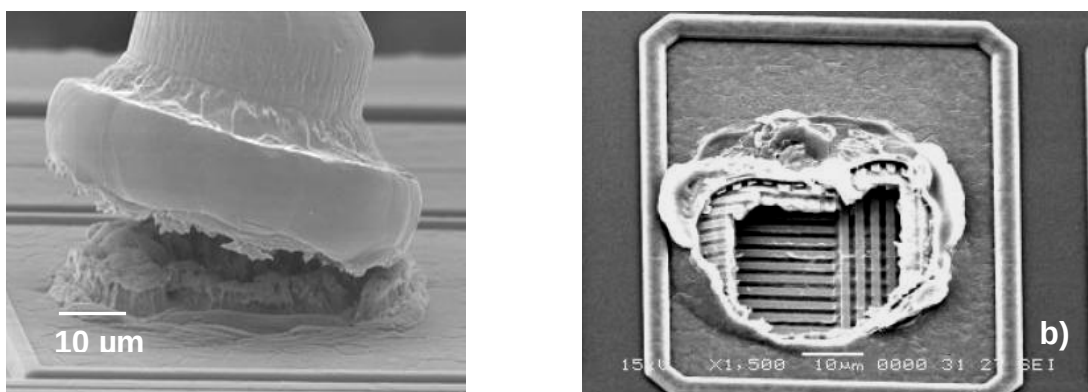


Figure I.13 : Défaillances après *pull test* a) non adhésion du *wire-bonding* b) arrachement de la puce du au *pull test* [Crolles2 Alliance].

Après mise en boîtier, les puces sont soumises à des test de fatigue thermique, la plupart du temps sous un environnement humide. Durant ces tests de vieillissement accéléré, les *pads* peuvent fluer [Suo, 2002], la dernière couche de passivation peut se fissurer ou se décoller (figure I.14) [Goldberg, 2002], des fissurations peuvent se produire au sein des interconnexions (figure I.15) [Chen, 2006].

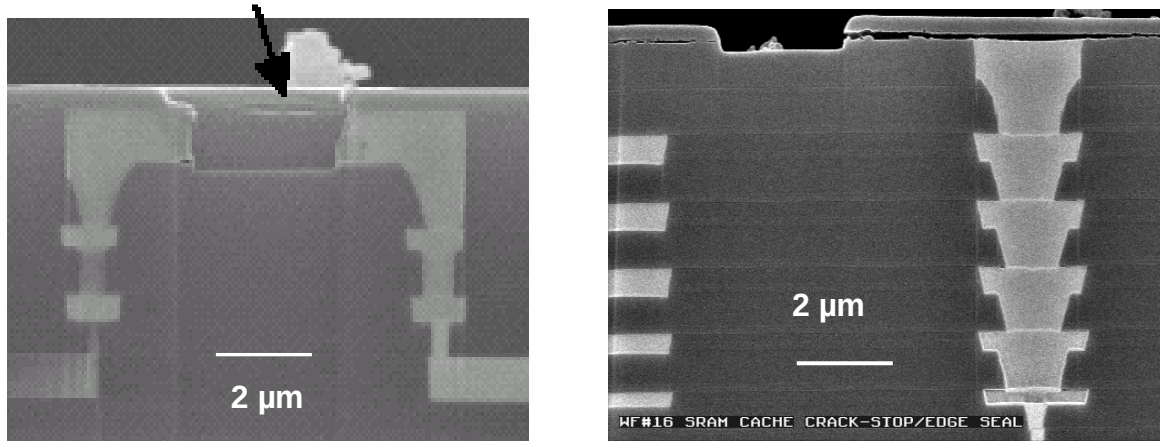


Figure I.14 : Délaminage entre le dernier niveau de diélectrique et la couche de passivation après cyclage thermique [Goldberg, 2002].

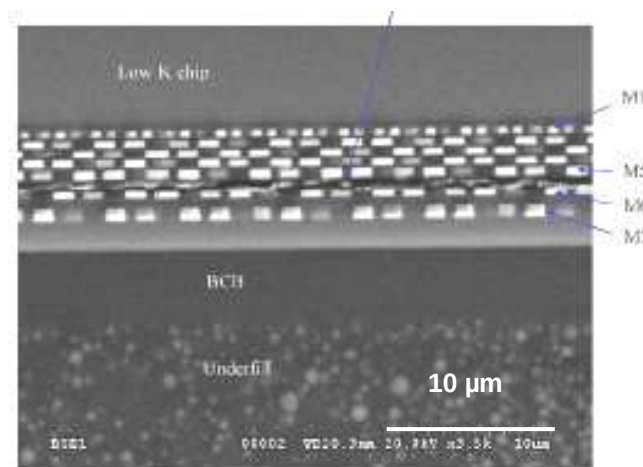


Figure I.15 : Fissuration dans une interconnexion après cyclage thermique [Chen, 2006].

I.3.4. Défaillances en fonctionnement

Durant le fonctionnement des puces, l'auto-échauffement induit par le courant conduit au grossissement de cavités dans la ligne métallique. Ce phénomène communément appelé *stress voiding* entraîne des pertes de performances électriques et des variations de contraintes dans les lignes (figure I.16.a). Le passage d'une forte densité de courant électrique dans les lignes conduit à un autre mécanisme de flux de matière, l'électromigration. Les lignes conductrices sont alors affectées par l'apparition de trous ou d'excroissances (figure I.16.b).

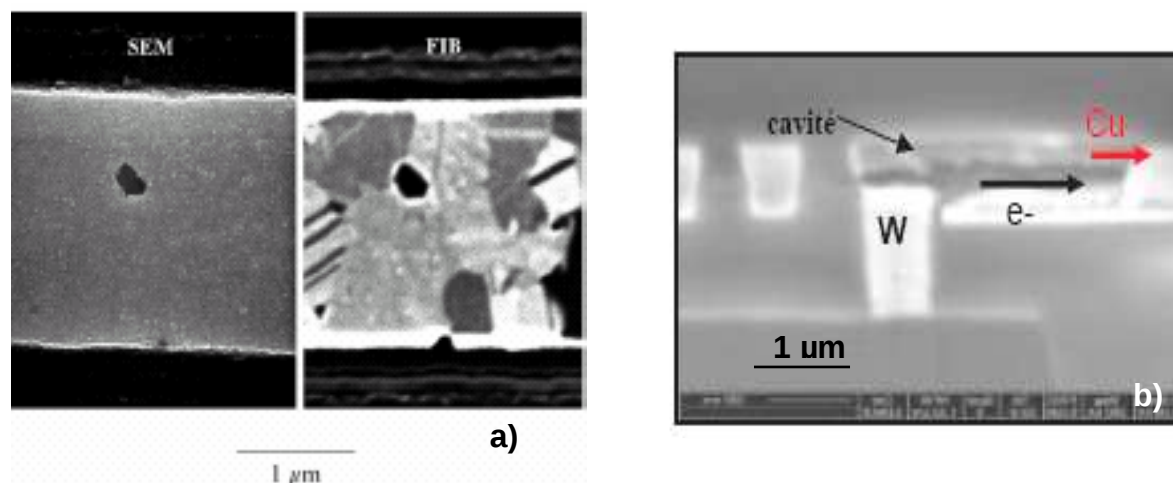


Figure I.16 : Défaillances en fonctionnement, a) Images MEB et FIB de cavité dans une ligne de cuivre [Keller, 1997], b) endommagements dans des lignes de cuivre dus à l'électromigration [STMicroelectronics].

I.4. Conclusion et présentation de la problématique

L'amélioration des propriétés diélectriques des films céramiques (SiO_2) aux films organiques (SiOCH) poreux se fait en modifiant la structure chimique. En effet le remplacement des liaisons chimiques Si-O par des liaisons C- CH_3 et l'introduction de pores réduit la polarisabilité de la structure mais par là-même sa cohésion. De ce fait, les nouveaux matériaux possèdent les propriétés thermo-mécaniques suivantes [Leung, 2003]:

- un faible module élastique
- une faible dureté
- une faible stabilité thermique
- un fort coefficient de dilatation thermique

Après dépôt sur substrat silicium ces films présentent des contraintes résiduelles en tension. En effet les contraintes résiduelles sont la somme des contraintes intrinsèques (liées au procédé) et des contraintes thermiques proportionnelles à la différence des coefficients de dilatation thermique film/silicium (voir 3.2). L'évolution des propriétés thermo-mécaniques en fonction des technologies des matériaux diélectriques est présentée sur le tableau I.2.

Propriétés	Ultra low-k $k=2.2$ SiOC Poreux	Low-k $k<3$ SiOC	Reference $k<4.5$ SiO_2
Module de Young E (GPa)	4 à 6	14	>50
Dureté H (GPa)	<0.8	1.7	>8
Coefficient de dilatation thermique α ($10^{-6}/^\circ\text{C}$)	≈ 15	≈ 10	≈ 3
Contrainte résiduelle	Tensile [Cherault, 2006]	Tensile [Cherault, 2006]	Compressive [Cherault, 2006]

Tableau I.2 : Evolution des propriétés mécaniques et des contraintes résiduelles pour différentes constantes diélectriques [Fayolle, 2003].

De plus la faible stabilité thermique, l'hydrophobie et la porosité de ces matériaux conduisent à une faible ténacité et à de faibles adhérences au niveau des interfaces (tableau I.3).

Propriétés	Ultra low-k $k=2.2$ SiOC Poreux	Low-k $k<3$ SiOC	Reference $k<4.5$ SiO ₂
Sensibilité à l'eau	Hydrophobe	Hydrophobe	hydrophile
Porosité (%)	$\approx 45\%$ (meso-porosité)	$\approx 25\%$ (micro-porosité)	Sans
Ténacité (MPa $\sqrt{m}$)	$\approx 0,05$ [Volinsky, 2003]	$\approx 0,3$ [Tan, 2005]	$\approx 0,75$ [Tan, 2005]
Adhésion diélectrique barrière (J/m ²)	≈ 3	≈ 6 [Cherault, 2006]	>8 [Lane, 2000]

Tableau I.3 : Evolution de la résistance à rupture et de l'adhésion pour différentes constantes diélectriques [Fayolle, 2003].

Tous ces paramètres mécaniques font que les films diélectriques, et au-delà les interconnexions des nouvelles générations, sont de plus en plus sensibles à la fissuration. Le but de notre étude est d'aider à appréhender les phénomènes de fissuration dans les interconnexions, pour essayer de dégager des règles de conception des circuits intégrés permettant de les éviter.

Notre démarche se décomposera en plusieurs étapes :

- tout d'abord dans le chapitre II, un rappel de la mécanique de la rupture au sein des matériaux homogènes et des bi-matériaux, permettra de proposer des critères d'intégrité mécanique d'une structure ;
- par la suite, les outils expérimentaux et numériques nécessaires à déterminer la résistance à rupture dans une structure d'interconnexions seront décrits dans le chapitre III ;
- enfin les chapitres IV et V, présenteront les résultats expérimentaux et numériques obtenus respectivement sur les matériaux diélectriques et sur des structures d'interconnexions ainsi que leur analyse.

I.5. Bibliographie

- [Chapelon et al, 2004] L. L. Chapelon, V. Arnal, M. Broekaart, L. G. Gosset, J. Vitiello, J. Torres, *Characterization and integration of a CVD porous SiOCH ($k < 2.5$) with enhanced mechanical properties for 65 nm CMOS interconnects and below*, Microelectronic Engineering, volume 76, pp.1-7, 2004.
- [Chen, 2006] K. M. Chen K.M., D. S. Jiang, N.H. Kao, J. Y. Lai, *Effects of underfill materials on the reliability of low-k flip-chip packaging*, Microelectronics Reliability, volume 46 pp.155-163, 2006.
- [Cherault, 2006] N. Cherault, *Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexion dans les circuits sub-microélectroniques*, Thèse Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [Chylak, 2003] B. Chylak, B. Kulicke, B. Soffa, *Wafer probe, wafer bond, and packaging issues for low-k dielectrics materials*, proceedings SEMICON[®], China 2003.
- [Fayolle et al -1, 2002] M. Fayolle, G. Passemard, M. Assous, D. Louis, A. Beverina, Y.Gobil, J. Cluzel, L. Arnaud, *Integration of copper with an organic low-k dielectric in 0.12- μ m node interconnect*, Microelectronic Engineering, volume 60, pp.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, *Integration of Cu/SiOC in Cu dual damascene interconnect for 0.1- μ m technology*, Microelectronic Engineering, volume 64, pp.35-42, 2002.
- [Fayolle, 2003] M. Fayolle, G. Passemard., O. Louveau, F. Fusalba, J. Cluzel, *Challenges of back end of line for sub 65 generation*, Microelectronic Engineering, volume 70, pp.225-266, 2003.
- [Goldberg, 2002] C. Goldberg, L. Mercado, S. Filipiak, S. Crown, *Interconnect Mechanical reliability with low-k dielectric as final ILD*, proceedings IITC, Burlingame, CA, USA, 2002.
- [Goldberg, 2005] C. Goldberg, S. Downey, V. Fiori, R. Fox, K. Hess, O. Hinsinger, A. Humbert, J. P. Jacquemin, S. Lee, J. B. Lhuillier, S. Orain, S. Pozder, L. Proenca, F.Quercia, E. Sabouret, T. A. Tran, T. Uehling, *Integration of a mechanically reliable 65-nm node technology for low-k and ULK Interconnects with various substrate and package types*, proceedings IITC, San Francisco, CA, USA, 2005.
- [Hoofman, 2006] R. Hoofman, R.Daamen, V. Nguyenhoang, J. Michelon, L. G.Gosset, V.Arnal, J. de Pontcharra, F. Gaillard, R.Caluwaerts, C. Bruynseraede, G. Beyer, *Benefits and Trade-offs in Multi-Level Air Gap Integration*, Material Research Society Symposium Proceedings. Volume 914, F10-01, 2006.
- [ITRS, 2005] ITRS Roadmap 2005, Semiconductor industry association.
- [Keller, 1997] R.R. Keller, J. A. Nucci, D. P. Field, *Local textures and grain boundaries in voided copper interconnects*, Journal of Electronic Materials, volume 26, pp. 996-1001, 1997.
- [Lane, 2000] M. Lane, R. H. Dauskardt, *Adhesion and reliability of copper interconnects with Ta and TaN barrier layers*, Journal of Material Research, volume 15, pp.203-211, 2000.
- [Leduc, 2006] P. Leduc, T. Farjot, M. Savoye, A.C. Demas, S. Maitrejean, G. Passemard *Effect of Ultra Low-k films number on CMP induced delamination*, Communication à la conférence Materials for Advanced Metallization, Grenoble, France, 2006.
- [Leung, 2003] C. Leung, E. Ong, *Interlayer dielectrics for semiconductor technologies, Chapter 5 Silicon-based dielectrics*, edited by S.P. Murarka, M. Eizenberg, A. K. Sinha, Elsevier, Academic Press, pp.121-156, 2003.
- [Mosig and al., 2002] K. Mosig, T. Jacobs, K. Brennan, M. Rasco, J. Wolf, R. Augur *Integration challenges of porous ultra low-k spin-on dielectrics*, Microelectronic Engineering, volume 64, pp.11-24, 2002.

- [Rajagopalan, 2004]** S. Rajagopalan, K. Desai, M. Todd, G. Carson, *Underfill for low-k silicon technology*, 29th International Electronics Manufacturing, IEEE/CPMT/SEMI[®], San José, CA, USA, 2004.
- [Srikanth, 2005]** N. Srikanth, C. T. Lim, M. Kumar, Y. M. Wong, C. J. Vath , Wire bond challenges in low-k devices, proceedings SEMICON[®], Singapore 2005.
- [Suo, 2002]** Z. Suo, *Reliability of interconnects structures, Volume 8: Interfacial and Nanoscale Failure* (W. Gerberich, W. Yang, Editors), Comprehensive Structural Integrity (I. Milne, R.O. Ritchie, B. Karimhaloo, Editors-in-Chief), Elsevier, Amsterdam, pp.265-324, 2002.
- [Tan, 2005]** J. Tan, Z. W. Zhong, H. M. Ho, *Wire bonding process development for low-k materials*, Microelectronic Engineering, volume 81, pp.75-82, 2005.
- [Tran, 2003]** T. A. Tran, L. Yong, F. Harun, and C. C. Yong, *A thermal aging study on both Au Cu and Au Al wire bonded interfaces*, proceedings ECTC 2003, New Orleans, USA, 2003.
- [Volinsky, 2003]** A.A. Volinsky, J. B. Vella, W. W. Gerberich, *Fracture toughness, adhesion and mechanical properties of low-k dielectric thin films measured by nanoindentation*, Thin Solid Films, volume 429, pp.201-210, 2003.
- [Zorich, 2001]** R. Zorich, *Advances technology report: Copper interconnect and low-k dielectric technologies*, integrated circuit engineering corporation, 2001.

CHAPITRE II

Mécanique de la rupture

Sommaire :

II.1. Mécanique de la rupture des matériaux homogènes	33
II.1.1. Analyse des fissures en élasticité linéaire bidimensionnelle	33
II.1.1.1. Notations et hypothèses	33
II.1.1.2. Les trois modes d'ouverture de fissure	34
II.1.1.3. Champ de contrainte et déplacement en pointe de fissure.....	34
II.1.1.4. Critère de la rupture fragile (ou critère de Griffith).....	35
II.1.1.5. Relation entre K et G	36
II.1.1.6. Ténacité.....	37
II.1.2. Analyse des fissures en élasto-plasticité bidimensionnelle	38
II.1.2.1. Cas de la plasticité confinée	38
II.1.2.2. Cas de la plasticité étendue	40
II.2. Fissure à l'interface d'un bi-matériau	41
II.2.1. Singularité matérielle	41
II.2.2. Les coefficients de Dundurs	42
II.2.3. Expression du champ des contraintes en pointe de fissure.....	43
II.2.4. Mixité modale	44
II.2.5. Expression du taux de restitution d'énergie.....	45
II.2.5.1. Champ des déplacements en amont de la pointe de fissure.....	45
II.2.5.2. Calcul de G	46
II.2.6. Relation entre l'énergie d'adhérence interfaciale et la mixité modale	46
II.2.7. Courbes expérimentales $G_C=f(\Psi^*)$	46
II.3. Amorçage des fissures	47
II.3.1. Critères de rupture en contrainte et en énergie, limitations	47
II.3.1.1. Critère en contrainte	47
II.3.1.2. Critère en énergie.....	48
II.3.1.3. Limitations	48
II.3.2. Critère de rupture généralisé.....	48
II.3.2.1. Critère de rupture généralisé dans le cas des mono-matériaux.....	48
II.3.2.2. Critère de rupture généralisé dans des cas complexes d'interface	50
II.4. Conclusion et application aux structures d'interconnexions	51
II.5. Bibliographie	53

Les interconnexions sont des structures multi-matériaux présentant des géométries complexes. Lors de leurs réalisations et au cours de leurs mises en boîtier, des défaillances telles que des fissures cohésives (fissure au sein d'un même matériau), des fissures interfaciales adhésives (fissures localisées à l'interface entre deux matériaux) ou mixtes (à la fois cohésives et adhésives) apparaissent.

La mécanique de la rupture est un excellent outil pour décrire et déterminer l'intégrité mécanique de ces structures. Pour pouvoir appliquer cette méthode à une structure aussi complexe, nous rappellerons dans un premier temps les principales notions de la mécanique de la rupture pour les matériaux homogènes en élasticité linéaire, en élasto-plasticité et en plasticité confinée. Puis nous évoquerons l'analyse mécanique des phénomènes de fissuration interfaciale entre deux matériaux, pour enfin déterminer les critères permettant de prédire l'apparition et la propagation de fissures dans des matériaux homogènes et ou dans des interfaces complexes.

II.1. Mécanique de la rupture des matériaux homogènes

II.1.1. Analyse des fissures en élasticité linéaire bidimensionnelle

II.1.1.1. Notations et hypothèses

La figure II.1 présente une fissure incluse dans un plan xOz . La fissure est une discontinuité où les contraintes normales sont nulles et où le déplacement présente une discontinuité, de part et d'autre des lèvres de la fissure ; l'angle entre les deux lèvres de fissure se nomme angle d'ouverture ω et est tend vers 0. Les points du plan xOy sont repérés soit par leurs coordonnées cartésiennes (x,y) , soit par leurs coordonnées polaires (r,θ) . La restriction à une représentation bidimensionnelle en xy est fonction des hypothèses faites pour la troisième dimension (contraintes planes, déformations planes).

L'hypothèse de contrainte plane, correspond à $\sigma_{zz} = 0$ et $\varepsilon_{zz} \neq 0$. Cette hypothèse est d'autant mieux vérifiée que la plaque étudiée est mince.

L'hypothèse de déformation plane, s'applique aux plaques épaisses. Elle correspond à $\varepsilon_{zz} = 0$ et par voie de conséquence à $\sigma_{zz} = \nu(\sigma_{xx} + \sigma_{yy})$ non nulle.

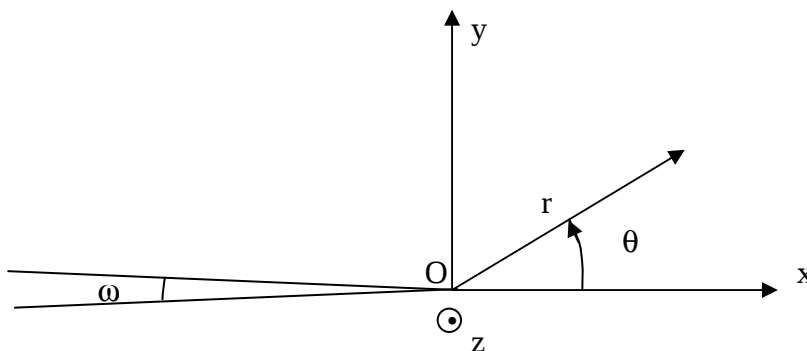


Figure II. 1 : Repère et notations pour une fissure plane.

II.1.1.2. Les trois modes d'ouverture de fissure

Tout déplacement des lèvres de fissures se réteint à la combinaison de trois modes principaux notés I, II, III (figure II.2). Le mode I correspond à un mode d'ouverture normale : les surfaces de la fissure s'écartent perpendiculairement l'une et l'autre. Ce mode est généralement le plus sévère. Dans le mode II, les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction perpendiculaire au front de fissure. Pour finir dans le mode III, les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction parallèle au front de fissure.

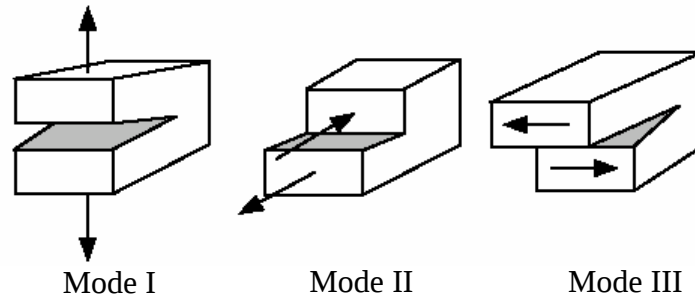


Figure II. 2 : Les trois modes de rupture [François, 1992]

II.1.1.3. Champ de contrainte et déplacement en pointe de fissure

En coordonnées polaires (r, θ) , les contraintes et déplacements au voisinage d'une fissure sollicitée en mode I, II ou III sont décrits en élasticité linéaire par [François, 2004]:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_{\alpha}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{\alpha}(\theta) + \dots \quad (\text{II.1})$$

$$u_i = \frac{K_{\alpha}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_i^{\alpha}(\theta) + \dots \quad (\text{II.2})$$

L'indice α est égal à I, II ou III, μ est le module de cisaillement, K est le facteur d'intensité de contraintes. Les termes $f_{ij}^{\alpha}(\theta)$ et $g_i^{\alpha}(\theta)$ correspondent à des fonctions angulaires sans dimension. K_I , K_{II} , K_{III} correspondent aux facteurs d'intensité de contrainte en mode I, II, III. Ces facteurs sont fonctions uniquement de la géométrie de l'éprouvette et de son chargement extérieur.

Par exemple, dans le cas d'une plaque infinie incluant une fissure de longueur $2a$ soumise à une contrainte σ perpendiculaire à la fissure, l'expression du facteur d'intensité de contrainte s'écrit de la manière suivante $K_I = \sigma\sqrt{\pi a}$ [François, 1992]. A noter que K_{α} correspond à un produit d'une contrainte par la racine carrée d'une longueur. De ce fait, le facteur d'intensité de contrainte s'exprime en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Les expressions précédentes sont le premiers terme d'un développement en série. En s'éloignant de la fissure, d'autres termes dits « réguliers » interviennent.

Quand r tend vers zéro, les termes réguliers sont négligeables et le champ des contraintes (ainsi que les déformations) diverge vers l'infini. De ce fait, la pointe de fissure correspond à une singularité géométrique.

Dans un problème réel, la fissure est sollicitée en mode mixte. Dans cette configuration, la solution est une superposition des trois modes d'ouverture élémentaire. Par conséquent, au voisinage d'une pointe de fissure, le champ des contraintes s'exprime par :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^I(\theta) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{II}(\theta) + \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{III}(\theta) \quad (II.3)$$

II.1.1.4. Critère de la rupture fragile (ou critère de Griffith)

Ce critère de rupture applicable aux matériaux fragiles, est basé sur un bilan énergétique déterminé à partir du premier principe de la thermodynamique. Dans le système considéré (figure II.3), une pièce fissurée est soumise à des forces extérieures. Ce système fermé n'échange ni chaleur, ni travail avec l'extérieur. Pour une fissure d'aire A , l'énergie constante du système inclue:

- 1) L'énergie potentielle Π qui est stockée dans la structure
- 2) L'énergie cinétique E_c . A l'équilibre ou au repos, cette énergie est nulle
- 3) L'énergie de surface $(S + 2A)\gamma_s$ où S est la surface externe et γ_s l'énergie de surface d'une surface libre.

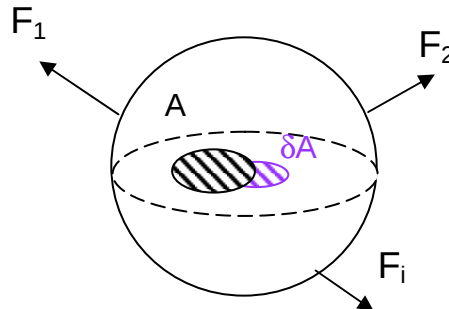


Figure II. 3 : Corps contenant une fissure d'aire A soumis à un ensemble de forces

Soit une avancée δA de la fissure ; selon le premier principe de la thermodynamique l'énergie dans le système s'exprime de la manière suivante :

$$\delta E_c + \delta \Pi + 2\gamma_s \delta A = 0 \quad (II.4)$$

La fissure est supposée avancer continûment ; l'équation (II.4) peut se réécrire pour δA tendant vers zéro, sous la forme différentielle:

$$dE_c + d\Pi + 2\gamma_s dA = 0 \quad (II.5)$$

Ou encore :

$$G = -\frac{d\Pi}{dA} = 2\gamma_s + \frac{dE_c}{dA} \quad (II.6)$$

Au repos, l'énergie cinétique est nulle. La situation critique où la fissure est sur le point de se propager s'écrit :

$$G = G_C = 2\gamma \quad (\text{II. 7})$$

G est appelé taux de restitution d'énergie. Lorsque G dépasse le seuil critique G_C , la fissure se propage. En effet, il faut que l'égalité (II.6) soit vérifiée grâce à une énergie potentielle restituable en quantité suffisante : la variation d'énergie cinétique, dE_C , ne pouvant être que positive, le terme dA est forcément positif. Inversement, si G est inférieur à 2γ , la fissure devrait se refermer ($dA < 0$ puisque $dE_C > 0$). En réalité, ce phénomène ne se réalise pas à cause de l'apparition de divers processus irréversibles (oxydation ..). En définitive, G qui est défini comme la variation de l'énergie potentielle par rapport à une avancée virtuelle infinitésimale de la fissure, correspond à l'énergie disponible en quantité suffisante ou non pour faire avancer la fissure.

II.1.1.5. Relation entre K et G

Pour une géométrie d'éprouvette fixée, on considère une fissure d'aire A se propageant sous une charge P donnée. Dans ce cas, la valeur de G est similaire aussi bien dans le cas d'une machine infiniment molle (la fissure augmente de dA à charge imposée constante) que dans le cas d'une machine infiniment rigide (la fissure augmente de dA à déplacement imposé par les mors constant) [François, 1992]. En définitive, pour un corps donné, incluant une fissure donnée et soumis à un état de contrainte donné, G est unique et indépendant de la manière dont évolue l'état de contrainte dans les phases ultérieures de la propagation. Comme G dépend uniquement de la géométrie et du système de forces mais pas de la façon dont celui-ci évolue ultérieurement, on comprend que G ne dépende uniquement de K puisque ce facteur définit précisément l'ensemble géométrie – systèmes de sollicitations extérieures.

Relation entre K_I et G

En mode I, sachant que G est indépendant de l'évolution ultérieure du système, seul le cas le cas d'un chargement en déplacements imposés est considéré. Dans cette configuration, le travail des forces extérieures est nul lorsque la fissure se propage. La variation d'énergie potentielle se réduit à la diminution de l'énergie élastique du système. Celle-ci contribue à fournir le terme $G\delta A$ correspondant à la propagation de la fissure. En considérant la réversibilité du phénomène d'ouverture et de fermeture de la fissure, la diminution d'énergie élastique est aussi égale (en valeur absolue) au travail δW nécessaire à refermer une fissure. Lors de la fermeture, les déplacements en tout point M (figure II.4) passent de u_y à 0 alors que les forces par unité d'épaisseur passent de zéro à $\sigma_{yy}dx$. u_y est le déplacement avant fermeture ($r = \delta a - x$ et $\theta = \pi$) et σ_{yy} est la contrainte après fermeture ($r = x$ et $\theta = 0$). Soient B l'épaisseur de l'éprouvette et a la longueur de fissure ; le travail et l'énergie s'expriment de la manière suivante :

$$G = \frac{\delta W}{B\delta a} \text{ avec } \delta W = 2 \frac{B}{2} \int_0^{\delta a} \sigma_{yy}(r=x, \theta=0) \cdot u_{y(r=\delta a-x, \theta=\pi)} \cdot dx \quad (\text{II.8})$$

σ_{yy} et u_y sont déterminés par les relations : $\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi x}}$ et $u_y = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{\delta a - x}{2\pi}} (\kappa + 1)$ avec $\kappa = 3 - 4\nu$ en déformations planes et $\kappa = (3 - \nu)/(1 + \nu)$ en contraintes planes, où ν est le coefficient de Poisson. En notant E le module de Young, la relation suivante entre G et K_I est établie :

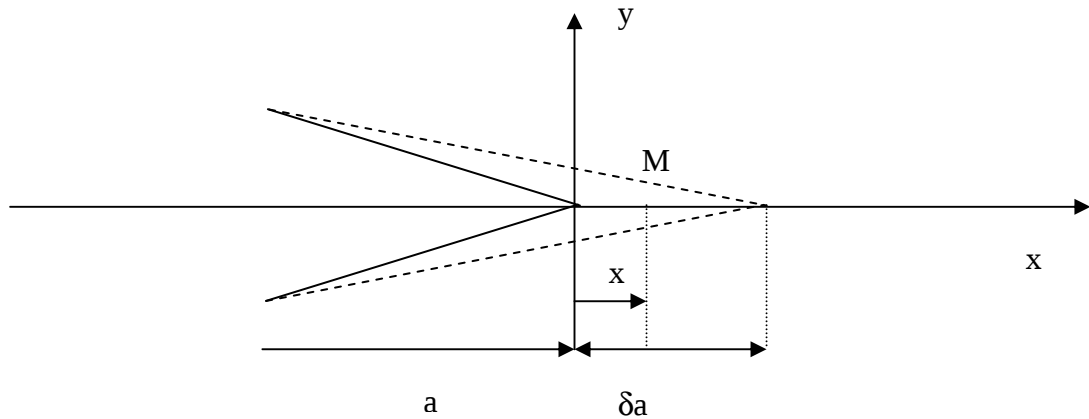


Figure II.4 : Avancée et fermeture virtuelle d'une fissure.

$$G = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E} \text{ (en déformations planes) et } G = \frac{K_I^2}{E} \text{ (en contraintes planes) (II. 9)}$$

Relation dans le cas général

En mode mixte (mode II, mode III), l'extension de la fissure ne se fait pas de manière coplanaire. En effet, la fissure dévie pour se propager hors de son plan initial, car les propagations en mode II et III sont en pratique très coûteuses en énergie.

II.1.1.6. Ténacité

Les relations (II.9) permettent de déterminer une valeur critique K_{IC} au-delà de laquelle il y a rupture. Cette valeur s'appelle « valeur critique du facteur d'intensité de contrainte » ou « ténacité ». En contraintes planes, K_{IC} est déterminé par $G_{IC}=K_{IC}^2/E$ [Leguillon, 2000]. En déformations planes, elle est déterminé par $G_{IC}=K_{IC}^2(1-\nu^2)/E$. De manière générale, K_{IC} caractérise quantitativement la résistance d'un matériau à la propagation brutale d'une fissure en mode I. Cette grandeur est indépendante des géométries de la fissure et de l'éprouvette.

Dans la plupart des cas, une fissure soumise initialement à un chargement mixte va dévier puis se propager en mode I. En effet, ce mode de rupture est celui qui est le moins coûteux en énergie. De ce fait, dans le cadre de cette théorie, le choix de la direction de propagation se fait selon le critère $K_{II}^*=0$. L'indice haut * désigne les grandeurs après branchement de la fissure. Le critère de propagation se limite alors à la donnée d'une valeur critique K_{IC} (la ténacité) de K_I^* .

II.1.2. Analyse des fissures en élasto-plasticité bidimensionnelle

II.1.2.1. Cas de la plasticité confinée

Les contraintes calculées en élasticité divergent vers l'infini en pointe de fissure. Dans la réalité, elles sont relaxées par plasticité. Ce paragraphe se limitera à présenter la plasticité confinée en pointe de fissure. En d'autres termes, la taille de la zone plastique est supposée confinée à l'intérieur d'un rayon où les champs sont dominés par la singularité.

Zone plastique en fond de fissure : modèle d'Irwin

Soit une fissure de longueur $2a$ dans une plaque infinie (condition de contraintes planes), cette plaque est soumise à un effort de traction (mode I) [Anderson, 1995]. Le matériau est supposé sans écrouissage et présente pour limite élastique R_e . La contrainte élastique σ_{yy} sur l'axe des abscisses ($\theta=0^\circ$) est égale à $K_I = \sqrt{2\pi x}$. Elle atteint la limite d'écoulement du matériau à une distance r_y . Le nouveau profil des contraintes devrait être le suivant : $\sigma_{yy} = R_e$ pour $0 < x < r_y$ et $\sigma_{yy} = K_I/\sqrt{2\pi x}$ pour $x > r_y$. Dans ce cas la distance r_y est définie par :

$$r_y = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (\text{II.10})$$

Or cette analyse est fautive. Effectivement, lors de l'écoulement plastique en pointe de fissure, les contraintes sont redistribuées de manière à satisfaire les conditions d'équilibre. En d'autres termes, la force correspondant à l'aire hachurée ABC de la figure II.5 doit être transmise. La distribution élastique des contraintes σ_{yy} est supposée translatée d'une quantité X . De ce fait, les aires ABC et BDE doivent être égales :

$$\int_0^{r_y} \left(\frac{K_I}{\sqrt{2\pi x}} - R_e \right) \cdot dx = \int_{r_y}^{r_y+X} \left(R_e - \frac{K_I}{\sqrt{2\pi x}} \right) \cdot dx + \int_{r_y+X}^{\infty} \left(\frac{K_I}{\sqrt{2\pi(x-X)}} - \frac{K_I}{\sqrt{2\pi x}} \right) \cdot dx \quad (\text{II.11})$$

Après avoir intégré l'équation précédente, on voit que X est égale à r_y . De ce fait, la dimension de la zone plastique est égale à :

$$r_p = r_y + X = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (\text{II.12})$$

La fissure accompagnée de sa zone plastique se comporte comme une fissure élastique fictive de longueur $(a+r_p)$. C'est ainsi que r_p se nomme « correction de la zone plastique d'Irwin ».

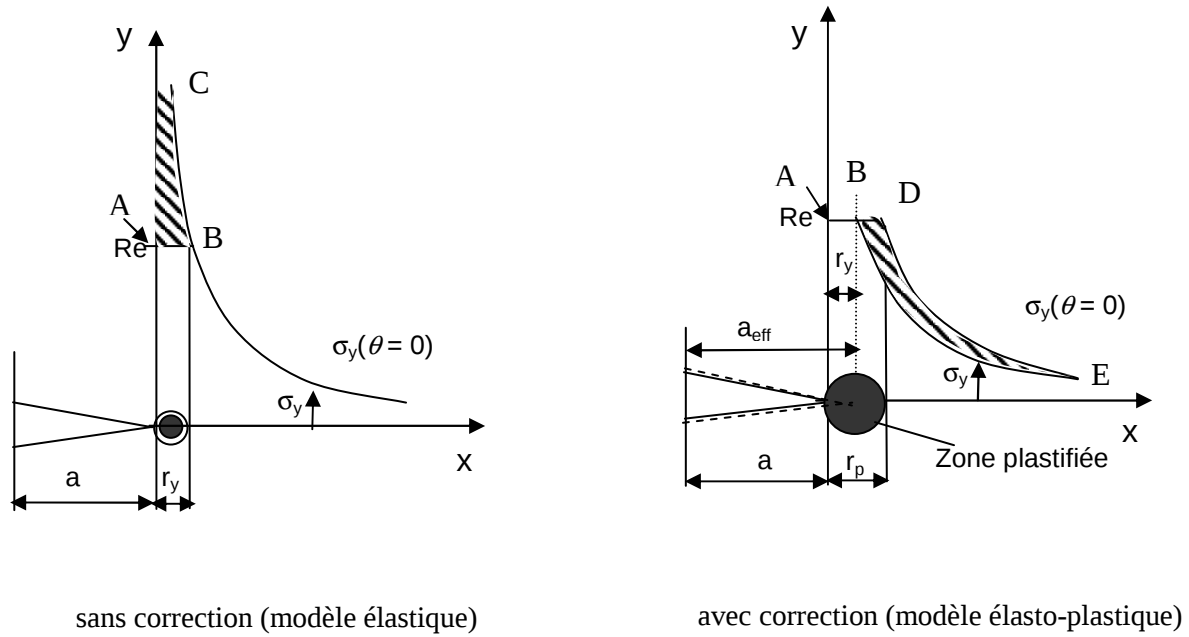


Figure II.5 : Modèle simple de déformation plastique à la pointe de la fissure, sans ou avec correction d'Irwin.

Extension du critère de Griffith : modèle d'Irwin-Orowan

La répartition des contraintes autour d'une fissure dans un corps élastique est donnée par le premier terme d'un développement limité (cf II.1.1.3). Ce premier terme est nommé singularité élastique, et représente à lui seul le champ des contraintes jusqu'à une distance r_k en avant de la pointe de fissure. Le rayon r_k appelé rayon de « k-dominance » représente l'étendue spatiale dominée par la singularité. La création de la zone plastique modifie l'état des contraintes [François, 2004]. Si le contour de la zone plastique présente une dimension moyenne plus faible que celle de la singularité ($r_p < r_k$), alors l'état des contraintes dans la partie élastique sert de condition limite pour le calcul des contraintes dans la partie plastique : la solution du calcul élasto-plastique dépend uniquement de la valeur de K . Le facteur d'intensité de contrainte continue de décrire le champ de contraintes et des déformations et de ce fait, les conditions critiques du chargement conduisant à la rupture. On peut donc parler de ténacité.

Les relations établies en élasticité sont également applicables. En considérant la déformation plastique en fond de fissure, G_{IC} s'écrit :

$$G_{IC} = E_p + 2\gamma_s \quad (\text{II. 13})$$

où E_p est l'énergie de déformation plastique dissipée par unité de surface générée lors de la propagation d'une fissure. L'utilisation de ce modèle suppose que les conditions de plasticité confinée soient vérifiées. Des calculs numériques ou l'application de la relation permettent de déterminer l'étendue de la zone déformée plastiquement en pointe de fissure.

En mode I, la relation montre que la taille de la zone plastique dépend de K_I . En mode mixte, cette zone dépend également de la proportion relative des modes élémentaires. De ce fait, le taux de restitution d'énergie critique dépendant de l'énergie plastique en pointe de fissure, sera une fonction de la mixité des modes. Dans des milieux homogènes, cette difficulté est évitée en considérant les grandeurs après branchement de la fissure en mode d'ouverture. En présence d'une direction de rupture physiquement privilégiée, le raisonnement précédent n'est plus réaliste. Ce point particulier prendra toute son importance dans le cas des fissures interfaciales.

II.1.2.2. Cas de la plasticité étendue

Les relations de la mécanique linéaire de la rupture ne peuvent s'appliquer lorsque la zone plastique devient suffisamment grande pour effacer la singularité élastique ($r_p > r_k$). Passé ce stade, la déformation plastique en pointe de fissure est de plus en plus dépendante des propriétés géométriques de l'éprouvette. De ce fait, G_{IC} n'est plus une donnée intrinsèque du matériau et K ne permet plus de décrire les contraintes en pointe de fissure. Ce problème est résolu en introduisant l'intégrale J .

Définition de l'intégrale J

Dans le cadre de l'élasticité, il existe un potentiel élastique dont dérivent les contraintes : $\sigma_{ij} = \partial W / \partial \varepsilon_{ij}$. Dans ces conditions, comme en élasticité linéaire, le calcul de l'énergie élastique restituée au cours d'une avancée virtuelle de la fissure peut être réalisé. Ce calcul suppose une propagation sans déviation, et l'absence des forces sur les lèvres de la fissure. La variation d'énergie est donc égale à la valeur d'une intégrale de contour, indépendante du contour d'intégration choisi. Rice a défini l'intégrale curviligne J de la façon suivante [Rice, 1968]:

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - \bar{T} \frac{\partial \bar{u}}{\partial x} ds \right) \quad (\text{II. 14})$$

où W est la densité d'énergie élastique définie par $\sigma_{ij} = \partial W / \partial \varepsilon_{ij}$, $\bar{T}$ est le vecteur contrainte

en un point M du contour Γ et $\bar{u}$ est le vecteur déplacement en ce point (figure II.6).

L'intégrale J possède deux propriétés remarquables. D'une part, elle est indépendante du contour choisi pourvu que Γ englobe la pointe de la fissure et parte d'un bord de la fissure et se referme sur l'autre bord de la fissure. D'autre part, dans le cas d'un corps parfaitement élastique ou dans le cas d'un corps subissant une très faible déformation plastique en fond de fissure, J est égale au taux de restitution d'énergie G .

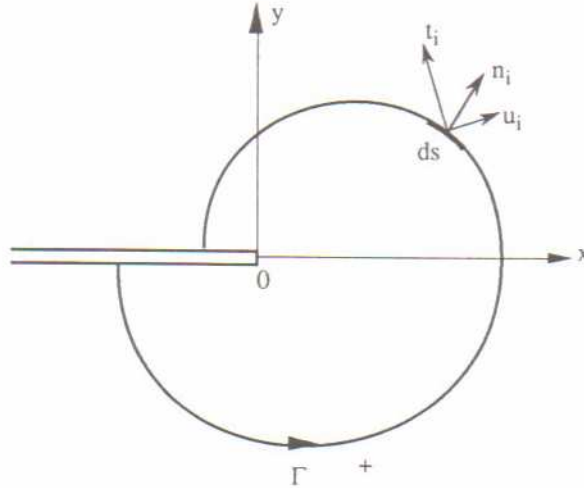


Figure II.6 : Front de fissure pour la définition de l'intégrale J de Rice.

II.2. Fissure à l'interface d'un bi-matériau

II.2.1. Singularité matérielle

Soit une éprouvette de traction constituée d'un bi-matériau ; celle-ci est sollicitée par une contrainte uniaxiale σ . Contrairement à un barreau homogène, la contrainte normale σ_{zz} parallèle à l'axe de traction n'est pas uniforme dans toute l'éprouvette et des contraintes tangentielles σ_{rz} apparaissent à l'interface (figure II.7). Les déformations radiales des matériaux 1 et 2 sont données par la relation (II.15). Du fait de la différence des coefficients d'élasticité, ces déformations ne sont pas similaires et vont induire les incompatibilités de déformation le long de l'interface :

$$\left(\frac{dr}{r} \right)_i = \frac{\nu_i \sigma}{E_i} \quad i = \{1;2\} \quad (\text{II.15})$$

Ces incompatibilités sont nulles au centre de l'éprouvette et maximum sur les bords. De ce fait, une contrainte tangentielle est générée dans l'interface σ_{rz} pour assurer la continuité du solide lors de sa déformation. Cette contrainte diverge en s'éloignant du centre du barreau mais doit rester cependant nulle sur la surface libre de l'éprouvette. Pour conserver l'équilibre des forces, la contrainte normale à l'interface doit augmenter d'intensité en se rapprochant des bords du barreau. En définitive, les contraintes tangentielles et normales à l'interface (σ_{rz} , σ_{zz}) sont couplées et divergent en s'éloignant du centre de l'éprouvette pour s'approcher de la ligne d'intersection entre l'interface et la surface libre. Ce phénomène constitue la singularité matérielle.

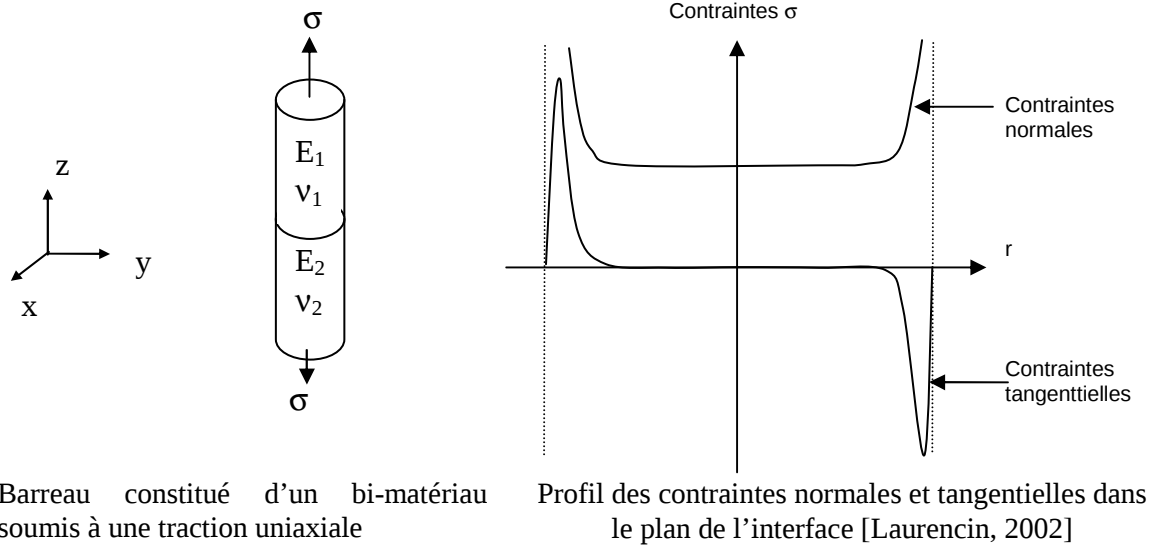


Figure II. 7 : Mise en évidence de la singularité matérielle dans un test de traction sur une éprouvette constituée d'un bi-matériau.

II.2.2. Les coefficients de Dundurs

Dundurs a montré, pour les bi-matériaux, que les problèmes en élasticité plane et isotrope dépendent de deux paramètres sans dimension (coefficient de Dundurs) [Hutchinson, 1992]. Ceux-ci s'expriment par une combinaison des coefficients d'élasticité de chacun des matériaux. Avec la convention adoptée (figure II.8), ces paramètres sont exprimés de la manière suivante :

$$\alpha = \frac{\mu_1(\kappa_2 + 1) - \mu_2(\kappa_1 + 1)}{\mu_1(\kappa_2 + 1) + \mu_2(\kappa_1 + 1)} \quad (\text{II.16})$$

$$\beta = \frac{\mu_1(\kappa_2 - 1) - \mu_2(\kappa_1 - 1)}{\mu_1(\kappa_2 + 1) + \mu_2(\kappa_1 + 1)} \quad (\text{II.17})$$

où $\kappa_i = 3 - 4\nu_i$ en déformations planes et $\kappa_i = \frac{(3 - \nu_i)}{(1 + \nu_i)}$ en contraintes planes. α et β correspondent

au contraste existant entre les coefficients d'élasticité de deux solides assemblés. Ils tendent vers une valeur nulle quand les matériaux sont similaires, et changent de signe si on intervertit le matériau du haut avec celui du bas.

Le paramètre α peut également s'écrire de la manière suivante :

$$\alpha = \frac{\overline{E_1} - \overline{E_2}}{\overline{E_1} + \overline{E_2}} \quad (\text{II. 18})$$

où $\overline{E_i} = \frac{E_i}{(1-\nu_i^2)}$ en déformations planes et $\overline{E_i} = E_i$ en contraintes planes. Au travers la relation II.18, le coefficient α mesure l'écart relatif des modules de Young au niveau de l'interface.

Il approche :

- de +1 quand le matériau du haut est extrêmement rigide comparé à celui du bas (par exemple dépôt d'une barrière sur un diélectrique poreux).
- de 0 quand les deux matériaux possèdent les mêmes modules de Young réduits.
- de -1 quand le matériau du haut est extrêmement souple comparé à celui du bas (par exemple dépôt d'un diélectrique poreux sur silicium).

En déformations planes et dans le plan (α, β) , les valeurs admissibles des paramètres α et β sont contenues à l'intérieur d'un parallélogramme défini par $\alpha = \pm 1$ et $\alpha - 4\beta = \pm 1$.

II.2.3. Expression du champ des contraintes en pointe de fissure

La figure II.8 correspond à une fissure qui s'est développée le long d'une interface séparant deux matériaux. En pointe de fissure une singularité matérielle se superpose à une singularité géométrique. Localement, les contraintes normales et tangentielles sont couplées (voir paragraphe II.2.1.). De ce fait, on ne peut plus distinguer les modes I et II. Les champs à proximité de la pointe de fissure et le facteur d'intensité de contrainte K sont définis à l'aide de fonctions complexes. La partie réelle de K est égale à K_I alors que sa partie imaginaire correspond à K_{II} . Le mode III reste découplé et s'exprime par les relations établies dans le mode homogène. En définitive, seules les interactions concernant les modes I et II seront traitées dans la suite du chapitre.

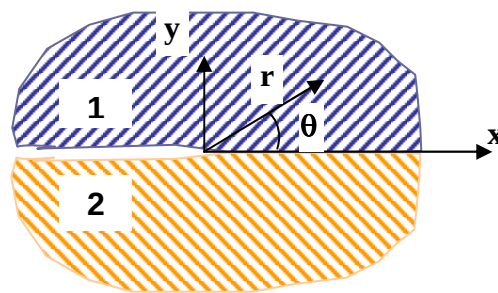


Figure II. 8 : Convention adoptée pour une fissure d'interface.

Dans un premier temps, l'expression du champ des contraintes en pointe de fissure interfaciale a été établie de manière quantitative par une approche par fonctions propres [Williams, 1959]. Ces champs présentent un caractère oscillatoire avec un maximum décroissant en $r^{-1/2}$. La forme complète des champs fut écrite ultérieurement avec l'utilisation des potentiels complexes [Hutchinson, 1987], [Rice, 1990].

Le facteur d'intensité de contrainte K est un nombre complexe égal à $K_I + i K_{II}$. Il a été introduit de manière à ce que les contraintes dans le plan de l'interface ($\theta=0$) s'écrivent :

$$(\sigma_{yy} + i\sigma_{xy})_{\theta=0^\circ} = \frac{Kr^{i\varepsilon}}{(2\pi r)^{1/2}} \quad (\text{II.19})$$

où ε s'exprime en fonction du coefficient de Dundurs β :

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left(\frac{1-\beta}{1+\beta} \right) \quad (\text{II.20})$$

ε est appelé paramètre d'hétérogénéité élastique. En déformation plane, sa valeur varie de +0,175 à -0,175.

Le champ de contrainte en pointe de fissure, peut s'écrire à partir d'équations des potentiels complexes, de la façon suivante :

$$\sigma_{ij} = \text{Re} \left\{ Kr^{-1/2} r^{i\varepsilon} f_{ij}(\theta, \varepsilon) \right\} \quad (\text{II.21})$$

où les f_{ij} sont des fonctions sans dimension de θ et ε .

II.2.4. Mixité modale

La formule (II.21) peut être décomposée en utilisant les paramètres suivants $z_1 = K r^{i\varepsilon}$ $z_2 = f_{ij}(\theta, \varepsilon)$ en utilisant le développement $\text{Re}[z_1 z_2] = \text{Re}[z_1] \text{Re}[z_2] - \text{Im}[z_1] \text{Im}[z_2]$

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{\sqrt{r}} \left\{ \text{Re}(Kr^{i\varepsilon}) B_{ij}^I(\theta, \varepsilon) + \text{Im}(Kr^{i\varepsilon}) B_{ij}^{II}(\theta, \varepsilon) \right\} \quad (\text{II.22})$$

La grandeur ψ^* appelée mixité modale permet de définir lors de l'ouverture de fissure la proportion du mode II par rapport au mode I [Leguillon, 2000] :

$$\psi^* = \text{Arg}(Kr^{i\varepsilon}) = \text{Arctg} \frac{\text{Im}(Kr^{i\varepsilon})}{\text{Re}(Kr^{i\varepsilon})} = \text{Arctg} \frac{K_{II} \cos(\varepsilon \ln r) + K_I \sin(\varepsilon \ln r)}{K_I \cos(\varepsilon \ln r) + K_{II} \sin(\varepsilon \ln r)} \quad (\text{II.23})$$

En mode I pur ψ^* est égal à zéro. Inversement, quand on se rapproche du mode II pur ψ^* tend vers $\pi/2$.

La mixité modale Ψ^* correspond à l'argument du nombre complexe $Kr^{i\varepsilon}$, elle est également une fonction de r . Cependant, sa valeur est indépendante des unités choisies pour mesurer r , contrairement à une mixité modale « simple » Ψ qui serait décrite par : $\Psi = \text{Arctg} \frac{K_{II}}{K_I}$.

La mixité modale Ψ^* peut s'écrire également sous la forme :

$$\Psi_{(r)}^* = \text{Arctg} \left(\frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}} \right)_{r, \theta=0} \quad (\text{II.24})$$

$\Psi_{(r)}^*$ représente également la mixité modale locale qui s'exerce sur une facette interfaciale du ligament à une distance r de l'apex de la fissure.

II.2.5. Expression du taux de restitution d'énergie

II.2.5.1. Champ des déplacements en amont de la pointe de fissure

Le champ des déplacements présente une solution oscillante comme celui des contraintes. Les déplacements relatifs des lèvres de la fissure (figure II.9) sont décrits par le nombre complexe suivant [Hutchinson, 1992]:

$$\Delta u_y + i\Delta u_x = \frac{1}{(1 + 2i\varepsilon) \cosh(\pi\varepsilon)} \frac{4Kr^{i\varepsilon}}{E^*} \sqrt{\frac{2r}{\pi}} \quad (\text{II.25})$$

Le module de Young effectif E^* est donné par $\frac{2}{E^*} = \frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}$ avec $\overline{E_i} = E_i$ en contraintes planes et $\overline{E_i} = E_i/(1-\nu^2)$ en déformations planes.

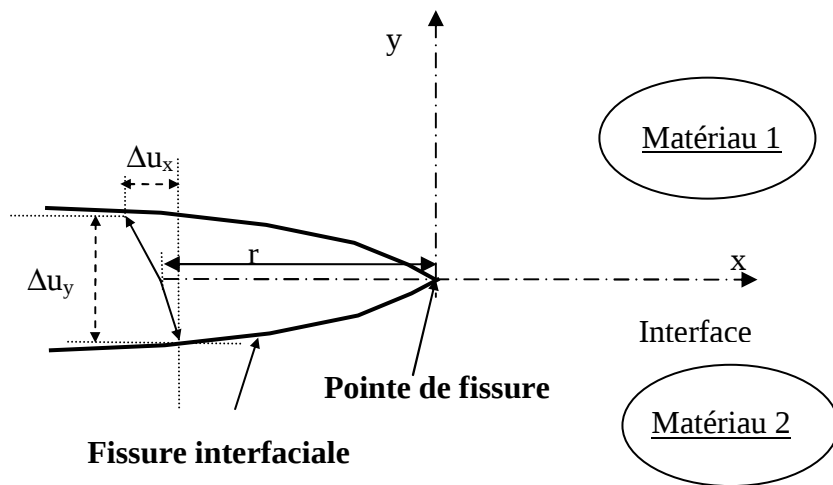


Figure II. 9 : Déplacements relatifs de la fissure [Shih, 1990].

II.2.5.2. Calcul de G

Dans de nombreux cas, la fissure est confinée à l'interface des deux matériaux. Dans cette configuration, son énergie de propagation est sensiblement plus faible que l'énergie obtenue si elle avait dévié vers le matériau 1 ou 2. De ce fait, même sous une sollicitation mixte, la fissure se propage dans son propre plan qui est celui de l'interface. Le raisonnement appliqué en milieu homogène pour calculer G_I (II.1.1.5) peut encore s'utiliser :

$$G = \frac{1}{2\delta a} \int_0^{\delta a} \left\{ \sigma_{yy}(r=x, \theta=0) \Delta u_{y(r=\delta a-x, \theta=\pi)} + \sigma_{xy}(r=x, \theta=0) \Delta u_{x(r=\delta a-x, \theta=\pi)} \right\} dx \quad (II.26)$$

Après intégration le résultat suivant est obtenu :

$$G = (1 - \beta^2) \frac{|K|^2}{E^*} \quad (II.27)$$

II.2.6. Relation entre l'énergie d'adhérence interfaciale et la mixité modale

Dans les cas idéaux comme les matériaux homogènes, fragiles, isotropes, les fissures se propagent le long des plans sur lesquels s'appliquent les chargements en mode I. Ainsi, la tenacité K_{IC} , est un paramètre suffisant pour décrire la rupture.

Pour les bi-matériaux, l'interface montre une faible résistance. La fissure est confinée dans ce plan et se propage en mode mixte : rupture adhésive. Le terme de rupture cohésive s'applique dans le cas où la propagation de la fissure se trouve à l'extérieur de l'interface.

L'énergie d'adhérence correspond au taux de restitution d'énergie critique à l'avancement d'une fissure d'interface. Ainsi, cette énergie est une fonction de la mixité des modes. En outre, une même fissure interfaciale utilise beaucoup moins d'énergie en mode I qu'en mode II. De ce fait, sous chargement, une fissure pourra se propager uniquement si la condition $G(\Psi_{(r)}^*) = G_C(\Psi_{(r)}^*)$ est satisfaite.

II.2.7. Courbes expérimentales $G_C = f(\Psi^*)$

La résistance mécanique d'une interface est totalement déterminée par l'évolution de l'énergie d'adhérence en fonction de la mixité modale et de la distance r à laquelle est calculé l'angle de phase $\Psi_{(r)}^*$. Plusieurs méthodes expérimentales permettent d'obtenir l'évolution de G_C en fonction de la mixité modale. Les principaux essais sont l'essai brésilien modifié [Wang, 1990], l'essai de flexion quatre points dissymétrique [O'Dwod, 1992], l'essai permettant le chargement biaxial d'une éprouvette DBC (Double Cantilever Beam) [Lietchi, 1992]. La figure II.10 montre l'évolution de l'énergie d'adhérence du couple résine époxyde/verre en fonction de la mixité modale.

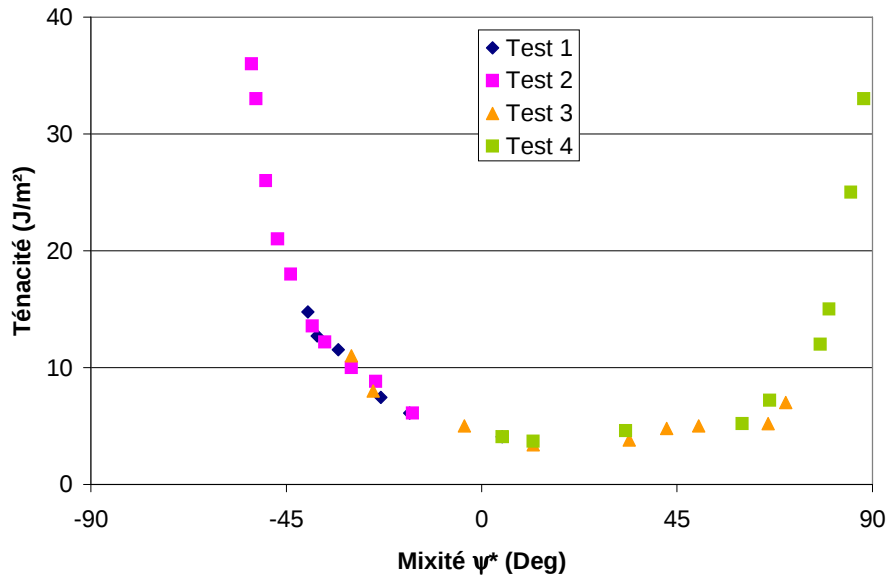


Figure II.10 : Energie d'adhérence du couple résine époxyde/verre en fonction de la mixité modale pour r égal à l'épaisseur du film de colle ($\approx 100 \mu\text{m}$) [Lietchi, 1992].

L'énergie d'adhérence augmente en fonction de la valeur absolue de la mixité modale. Il existe cependant une dissymétrie sur les courbes $G_C = \Psi_{(r)}^*$ (figure II.10). De plus ces courbes peuvent être translatées suivant l'axe des abscisses en fonction du choix arbitraire effectué pour la distance de calcul de $\Psi_{(r)}^*$.

II.3. Amorçage des fissures

Toutes les structures ne présentent pas d'origine des fissures susceptibles de devenir instables. L'amorçage de la rupture s'initie au niveau des singularités géométriques et/ou matérielles que peut présenter la structure d'interconnexions. Le paragraphe suivant a pour objectif de présenter un critère de rupture généralisé proposé par Dominique Leguillon [Leguillon, 2002]. Ce critère englobe tous les types de singularité géométrique et matérielle.

II.3.1. Critères de rupture en contrainte et en énergie, limitations

II.3.1.1. Critère en contrainte

Lorsque la contrainte appliquée (normale σ ou de cisaillement τ) dépasse une valeur critique (σ_C ou τ_C), le matériau rompt. Ce raisonnement est vérifié lors des essais de traction ou de torsion. Le paramètre s'écrit de la façon suivante :

$$\sigma \geq \sigma_C \text{ (ou } \tau \geq \tau_C) \quad (\text{II.28})$$

II.3.1.2. Critère en énergie

Un raisonnement en énergie a été décrit au paragraphe II.1.1.4. Mis sous forme différentielle, il aboutit au critère de Griffith et permet de prévoir la rupture dans le cas d'une fissure pré-existante. En utilisant la forme incrémentale du critère en énergie, le critère de Griffith s'écrit de la manière suivante:

$$G = \frac{-\delta\Pi}{\delta A} \geq G_C \quad (\text{II.29})$$

Le critère incrémental en énergie suppose connue la quantité G_C mais aussi le paramètre qui correspond à la taille de nucléation d'une fissure d'aire finie δA (ou de longueur finie δl).

II.3.1.3. Limitations

Appliqués à une fissure qui s'amorce à la pointe d'une entaille, ces deux critères pris de manière indépendante conduisent à un paradoxe. En effet le critère de Griffith ne peut prévoir un tel mécanisme : pour une entaille d'angle supérieure à 0° , le taux de restitution d'énergie tend à disparaître et ainsi n'atteint jamais la valeur critique. D'un autre côté, la pointe de fissure d'une entaille est singulière, de ce fait le champ de contrainte tend vers l'infini à proximité de ce point, et donc le critère en contrainte est toujours vérifié quelque soit le chargement.

Le critère en contrainte et celui en énergie constituent des conditions nécessaires à la rupture. La réunion des deux critères permet de déterminer des conditions suffisantes pour prévoir l'amorçage d'une fissure.

II.3.2. Critère de rupture généralisé

II.3.2.1. Critère de rupture généralisé dans le cas des mono-matériaux

Le champ singulier des déplacements en fond d'entaille rapporté à un repère, x_1, x_2, x_3 (figure II.11) est donné par une série de termes d'importance décroissantes d'ordre 1, 2, ..

$$\underline{U}(x_1, x_2) = U(0,0) + k_1 r^{\lambda_1} \underline{u}_1(\theta) + k_2 r^{\lambda_2} \underline{u}_2(\theta) + \dots \quad (\text{II.30})$$

Où k_i sont les facteurs d'intensité de contraintes généralisés, $\underline{u}_i(\theta)$ des fonctions angulaires de θ et λ_i des exposants de singularités. Le paramètre λ_1 est inférieur à λ_2 , et sa valeur varie entre 0,5 et 1. Dans le cas d'une fissure, λ_1 et λ_2 sont égaux à 0,5 : on retrouve alors l'expression qui exprime un mode I ou un mode II. Dans le cas général, le premier terme (II.30) correspond à un mode symétrique et le second à un mode antisymétrique.

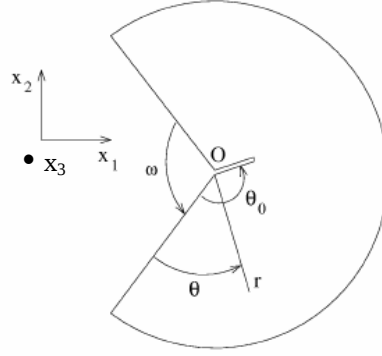


Figure II. 11 : Entaille d'angle ω , nucléation d'une fissure dans une direction d'angle θ_0 dans un mono matériau.

Dans le cas d'un mono-matériau, le terme r^{λ_2} est négligeable devant r^{λ_1} au voisinage de $r = 0$. De ce fait seul le mode symétrique correspondant à λ_1 est activé.

La variation d'énergie potentielle due à l'apparition d'une fissure de longueur ℓ de direction θ_0 est donnée par :

$$-\delta\Pi = k_I^2 A(\omega, \theta_0) \ell^{2\lambda} d + \dots \quad (\text{II.31})$$

Le coefficient $A(\omega, \theta_0)$ est un terme dépendant de la géométrie locale, ω et de la direction de la fissure θ_0 .

Le critère incrémental en énergie dans le cas d'une entaille devient :

$$-\delta\Pi \geq G_C \ell d \Rightarrow k_I^2 A(\omega, \theta_0) \ell^{2\lambda-1} \geq G_C \quad (\text{II.32})$$

Le facteur d'intensité de contrainte est proportionnel au chargement :

$$k = \kappa \sigma \quad (\text{II.33})$$

L'équation (II.32) s'écrit alors:

$$\ell^{2\lambda-1} \geq \frac{G_C}{A(\omega, \theta_0) \kappa^2 \sigma^2} \quad (\text{II.34})$$

Le critère incrémental en énergie définit une borne inférieure des longueurs de fissures nouvellement créées.

La contrainte normale $\sigma_{\theta\theta}$ prise dans le champ singulier mais à une distance ℓ du fond de l'entaille et dans une direction θ_0 s'écrit de la manière suivante :

$$\sigma_{\theta\theta}(\ell, \theta_0) = k_1 \ell^{\lambda-1} s_{\theta\theta}^1(\theta_0) + \dots \quad (\text{II.35})$$

L'application du critère en contrainte $\sigma_{\theta\theta} \geq \sigma_C$, permet d'obtenir la relation suivante

$$\sigma \geq \frac{\sigma_c \ell^{1-\lambda}}{k_1 s_{\theta\theta}^1(\theta_0)} \quad (\text{II.36})$$

Pour une valeur de ℓ suffisamment petite, la condition sera vérifiée : le critère en contrainte définit une borne supérieure des longueurs de fissure. En augmentant progressivement la contrainte appliquée, les deux critères seront vérifiés simultanément à $\ell = \ell_0$.

L'amorçage de la rupture se produit alors par la nucléation brutale d'une fissure de longueur ℓ_0 qui pourra par la suite croître continûment. En éliminant le terme σ entre les relations (II.34) et (II.36), l'expression de ℓ_0 est:

$$\ell_0 = \frac{Gcs_{\theta\theta}^1(\theta_0)^2}{A(\omega, \theta_0)\sigma_C^2} \quad (\text{II.37})$$

La rupture se produit quand le facteur d'intensité de contrainte atteint une valeur critique. En introduisant la relation (II.37) dans (II.32) ou (II.36), on obtient un critère de rupture généralisé pour une fissure qui s'amorce dans une direction θ_0 :

$$k_1(\theta_0) \geq \left\{ \frac{Gc}{A(\omega, \theta_0)} \right\}^{1-\lambda_1} \left\{ \frac{\sigma_C}{s_{\theta\theta}^1(\theta_0)} \right\}^{2\lambda_1-1} \quad (\text{II.38})$$

La création de la fissure réelle se produit suivant une direction θ_C qui correspond au minimum de la fonction $k_1(\theta_0)$. Le critère prend la forme finale suivante :

$$k_1 \geq k_C \text{ avec } k_C = \left\{ \frac{Gc}{A(\omega, \theta_C)} \right\}^{1-\lambda_1} \left\{ \frac{\sigma_C}{s_{\theta\theta}^1(\theta_C)} \right\}^{2\lambda_1-1} \quad (\text{II.39})$$

II.3.2.2. Critère de rupture généralisé dans des cas complexes d'interface

Dans notre étude, les interconnexions présentent des interfaces relativement complexes, il s'agit souvent de lignes triples, ou d'interfaces présentant une forte singularité géométrique (figure II.12).

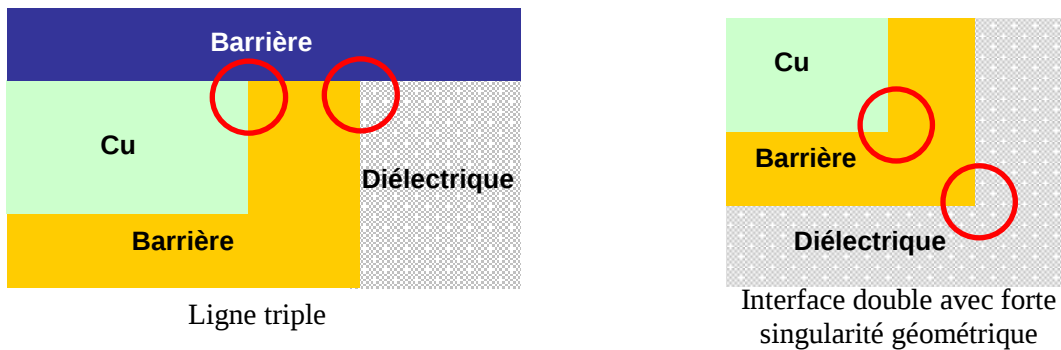


Figure II. 12 : Représentation schématique des interfaces complexes présentes dans les interconnexions.

La fissure s'amorce à partir de ces singularités géométriques et matérielles et, dans ce cas, le champ singulier des déplacements ne peut plus être décrit de manière réaliste par un seul mode. En effet, le champ des déplacements au voisinage de ces singularités est exprimé par (II.30) mais avec cette fois-ci en général $0,5 \leq \lambda_1 \leq \lambda_2 \leq 1$. De ce fait, les exposants de la singularité ne sont pas assez détachés l'un de l'autre pour qu'un mode de fissuration soit privilégié. L'amorçage de la rupture se produit donc par la nucléation d'une fissure de longueur ℓ_0 dont la valeur s'écrit :

$$\ell_0 = \frac{Gc s_{\theta\theta}(\theta_d)^2}{A(\theta_d) \sigma_C^2} \quad (\text{II.40})$$

où θ_d est la direction de rupture hypothétique, Gc le taux de restitution d'énergie critique selon la direction de rupture, σ_C résistance dans la direction de la rupture, et $s_{\theta\theta}(\theta_d)$ nombre sans dimension défini d'après (II.35) ce qui donne $\sigma = k_1 r^{\lambda_1-1} s_1(\theta) + k_2 r^{\lambda_2-1} s_2(\theta)$. Et le critère utilisé s'écrit :

$$k \geq k_C \text{ avec } k_C = \left\{ \frac{Gc}{A(\theta_d)} \right\}^{1-\lambda} \left\{ \frac{\sigma_C}{s_{\theta\theta}(\theta_d)} \right\}^{2\lambda-1} \quad (\text{II.41})$$

II.4. Conclusion et application aux structures d'interconnexions

Deux approches de la mécanique de la rupture seront utilisées dans l'étude pour déterminer l'intégrité mécanique des interconnexions. La première basée sur un critère de propagation et la seconde basée sur un critère d'amorçage.

Dans le premier cas, on suppose une fissure de longueur donnée, et de chemin déterminé. Si la fissure ne peut se propager, la structure sera alors supposée sauve. On comparera alors des données déterminées par éléments finis à des valeurs critiques déterminées expérimentalement.

Dans le cas où la fissure se trouve en milieu homogène et en absence de plasticité excessive, le critère de propagation de cette fissure sera contrôlé par un seul paramètre : la ténacité.

Lorsque ce défaut est situé à l'interface d'un bi-matériau, la fissure se propagera dans le plan de l'interface si celle-ci est suffisamment faible. Le taux de restitution d'énergie critique qui correspond dans ce cas à l'énergie d'adhérence de l'interface sera alors fonction de la mixité des modes.

Dans le cas où les valeurs critiques expérimentales ne sont pas disponibles, on utilisera le même type d'approche pour classer les architectures en fonction du risque de perte d'intégrité mécanique qu'elles présentent selon leur géométrie et/ou leurs matériaux. Cette fois-ci, on comparera les valeurs déterminées par éléments finis entre elles. Les valeurs les plus faibles correspondront aux structures les moins sensibles à la fissuration. Cependant en aucun cas, nous ne pourrions conclure sur l'état de la structure saine ou fissurée.

Dans le second cas, l'amorçage du défaut et sa propagation sont contrôlés par la réunion d'un critère incrémental en énergie et en contrainte, appelée critère de rupture généralisé.

L'amorçage de la fissure se fera à partir d'une singularité géométrique et/ou matérielle déterminée par calcul. Ce critère prévoira pour une valeur critique du chargement, comparé à des données expérimentales, l'amorçage « spontané » d'une fissure de longueur ℓ_0 qui pourra ensuite croître continûment. Si ce critère n'est pas atteint, la structure sera supposée alors sauve.

II.5. Bibliographie

- [**Anderson, 1995**] T. L. Anderson, *Fracture mechanics, fundamentals and applications*, CRC Press, Boston, 1995.
- [**François, 1992**] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux*, Hermès, volumes 1 et 2, 1992.
- [**François, 2004**] D. François, *Endommagement et rupture des matériaux*, EDP Sciences, 2004.
- [**Hutchinson, 1987**] J.W. Hutchinson, M.E Mear, J. R. Rice , *Crack paralleling an interface between dissimilar materials*, Journal of Applied Mechanics, volume 54, pp.828-832, 1987.
- [**Hutchinson, 1992**] J.W. Hutchinson, Z. Suo, *Mixed mode cracking in layered materials*, Advances in applied mechanics, volume 29, pp.63-191, 1992.
- [**Laurencin, 2002**] *Amorçage et propagation d'une fissure à l'interface d'un bi-matériau*, Mémoire ingénieur CNAM, CUEFA Grenoble, 2002.
- [**Leguillon, 2000**] D. Leguillon, S. Bein, M. Dupeux, J. Fralat, *Mixité modale pour une fissure d'interface*, Application à l'essai brésilien, Revue européenne des éléments finis, volume 9, pp. 263-276, 2000.
- [**Leguillon, 2002**] D. Leguillon, *Strength or toughness ? A criterion for crack onset at a notch*, European journal of mechanics A/solids, volume 21, pp.61-72, 2002.
- [**Liechti, 1992**] K.M. Liechti , Y.S. Chai, *Asymmetric shielding in interfacial fracture under in-plane shear*, Journal of applied mechanics, volume 59, pp.295-304, 1992.
- [**O'Dowd, 1992**] N.P. O'Dowd, M.G. Stout., C.F. Shoh, *Fracture toughness of alumina-niobium interfaces : experiments and analyses*, Philosophical magazine A, volume 66, pp.1037-1064, 1992.
- [**Rice, 1968**] J.R. Rice, *A path independent integral and the approximate analysis of concentration by notches and cracks*, Journal of Applied Mechanics, volume 35, pp. 379-386, 1968.
- [**Rice, 1990**] J.R. Rice, Z. Suo, J.S. Wang, *Mechanics and thermodynamics of brittle interfacial failure in bimaterial systems*, Metal-ceramic interfaces (M. Rühle, A.G. Evans, M.F. Ashby and J.P. Hirth, eds), Pergamon Press, New York, pp.161.-179, 1990.
- [**Shih, 1990**] C.F. Shih, *Cracks on bimaterial interfaces: elasticity and plasticity aspects*, Materials Science and Engineering, volume A143, pp.77-90, 1990.
- [**Wang, 1990**] J.S. Wang, Z. Suo, *Experimental determination of interfacial toughness curves using brazil-nut-sandwiches*, Journal of Applied Physics, volume 83, pp.3574-3582, 1990.

CHAPITRE III

Méthodes de caractérisation et de simulation

Sommaire :

III.1. Contraintes résiduelles dans les circuits intégrés : origines et méthodes de mesure	57
III.1.1. Nature des contraintes résiduelles.....	57
III.1.1.1. Contraintes d'origine thermique	57
III.1.1.2. Contraintes intrinsèques.....	57
III.1.2. Courbure d'un ensemble film + substrat sous l'effet de contraintes résiduelles dans le film.....	58
III.1.3. Mesure des contraintes résiduelles.....	59
III.2. La nanoindentation	60
III.2.1. Présentation générale de la nanoindentation	60
III.2.1.1. Mécanique du contact.....	60
III.2.1.2. Types d'indenteurs	62
III.2.1.3. Description d'un nanoindenteur [Cherault, 2006]	62
III.2.2. Détermination des propriétés mécaniques (essai de nanoindentation Berkovich). ..	63
III.2.2.1. Analyse d'un test de nanoindentation Berkovich.....	63
III.2.2.2. Incertitudes liées à l'essai [Cherault, 2006].....	65
III.2.3. Détermination du comportement à rupture d'un film mince (test de nanoindentation coin de cube)	66
III.2.3.1. Système de fissures créé par nanoindentation	66
III.2.3.2. Détermination de la ténacité	68
III.2.3.3. Incertitudes lors de l'essai.....	69
III.3. Essais de flexion (3 ou 4 points).....	70
III.3.1. Description mécanique des tests de flexion.....	70
III.3.1.1. Flexion quatre points	70
III.3.1.2. Flexion trois points symétrique.....	75
III.3.1.3. Application des deux types d'essais de flexion	76
III.3.2. Préparation des échantillons	77
III.3.2.1. Le substrat.....	77
III.3.2.2. Description de la géométrie des échantillons.....	78
III.3.2.3. Découpe des échantillons.....	78
III.3.2.4. Configuration des échantillons en fonction des tests	80
III.3.3. Description de l'équipement de flexion	83
III.4. Autres méthodes de caractérisation	83
III.4.1. Caractérisation mécanique.....	83
III.4.1.1. Mesure de l'épaisseur	83
III.4.1.2. Mesure des propriétés mécaniques.....	84
III.4.2. Caractérisation physico-chimique.....	84
III.4.3. Caractérisation topographique	85

III.4.3.1. Microscope MEB-FEG	85
III.4.3.2. FIB.....	86
III.4.3.3. AFM	86
III.5. Méthode des éléments finis : application à la microélectronique.....	87
III.5.1. Etat de contrainte des structures	87
III.5.1.1. Structure : film mince + substrat.....	87
III.5.1.2. Structure d'interconnexion	88
III.5.2. Application de la mécanique de la rupture	88
III.5.2.1. Pointe de fissure	89
III.5.2.2. Méthodes numériques de détermination des facteurs d'intensité de contrainte [François, 1992].....	90
III.6. Conclusion.....	95
III.7. Bibliographie	96

III.1. Contraintes résiduelles dans les circuits intégrés : origines et méthodes de mesure

III.1.1. Nature des contraintes résiduelles

Le dépôt des films minces sur des substrats comme le silicium entraîne l'apparition de contraintes à la fois dans le film et dans le substrat. Ces contraintes sont dites résiduelles puisqu'elles subsistent en l'absence de chargements extérieurs. Dans le cas des multicouches étudiées, les contraintes ont pour origine physique des incompatibilités de déformations entre matériaux déposés et substrat, de nature thermo-mécanique ou intrinsèque, bien qu'il soit devenu habituel de parler de contraintes résiduelles.

L'hypothèse d'un état de contraintes planes équibiaxiales dans le plan du film est unanimement admise ; elle est vérifiée par l'expérience loin des bords du dépôt et en l'absence de fissure.

III.1.1.1. Contraintes d'origine thermique

Le dépôt du film sur le substrat se produit à une température T_0 différente de la température ambiante T . Le dépôt correspond à l'assemblage de deux matériaux ayant des coefficients de dilatation thermique différents. A température de dépôt, film et substrat sont supposés à l'état neutre (= sans contrainte).

Dans le cas réel à deux dimensions où le film est homogène et a un comportement élastique isotrope, la contrainte équibiaxiale dans le plan du film ramené à T s'exprime, dans une hypothèse de contraintes planes par, l'expression suivante :

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

où α_f et α_s sont les coefficients de dilatation du film et du substrat, supposés indépendants de la température. E_f et ν_f sont respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson du film. T la température courante, T_0 la température initiale à laquelle le film et le substrat sont dans un état libre de contraintes.

III.1.1.2. Contraintes intrinsèques

Les contraintes intrinsèques apparaissent au cours du dépôt, lors de la croissance du film sur le substrat. Elles correspondent à une évolution des propriétés du film, notamment de son volume spécifique, pendant le dépôt. Elles peuvent être modifiées au cours de certains épisodes de la vie du film, qui affectent sa nature, sa structure, sa masse volumique : désorption, densification, réaction entre phases (elles sont qualifiées alors parfois de contraintes « extrinsèques »). Celles-ci ne sont pas directement calculables comme les contraintes thermiques puisqu'il n'existe pas de modèle général de leur apparition. Cependant, elles s'obtiennent par différence entre la contrainte résiduelle mesurée et la contrainte thermique :

$$\sigma_{\text{résiduelle}} = \sigma_{\text{intrinsèque}} + \sigma_{\text{thermique}} \quad (\text{III. 2})$$

III.1.2. Courbure d'un ensemble film + substrat sous l'effet de contraintes résiduelles dans le film

Le dépôt d'un film contraint sur une seule face d'un substrat plan conduit systématiquement à une courbure du système. La méthode de mesure par déflexion de plaque s'appuie sur ce phénomène et permet l'évaluation de la contrainte résiduelle du film.

La relation entre le rayon de courbure et la contrainte résiduelle dans un film mince déposé sur un substrat épais est décrite par l'équation de Stoney (III.3) [Stoney, 1909] :

$$\sigma_f^0 = \frac{1}{6} \frac{E_s}{(1-\nu_s)} \frac{h_s^2}{h_f} \frac{1}{R} \quad (\text{III. 3})$$

où R est le rayon de courbure du système, h_f l'épaisseur du film et h_s l'épaisseur du substrat.

Pour aboutir à cette équation, un certain nombre d'hypothèses sont formulées :

- Le substrat est homogène, isotrope, et élastique, et le film est homogène et isotrope
- L'épaisseur du film est uniforme et reste très inférieure à celle du substrat
- Les dimensions transversales sont très grandes par rapport aux épaisseurs
- Un état de contraintes planes équibiaxiales (les composantes perpendiculaires au plan de l'interface sont identiquement nulles) règne aussi bien dans le film que dans le substrat. L'intensité des contraintes est uniforme dans l'épaisseur du film
- Les déformations et rotations sont infiniment petites
- On se place loin des bords libres du film et du substrat

De manière générale, un film en tension présente une contrainte résiduelle positive et le rayon de courbure associé est compté positivement (concavité du film) et inversement pour un film en compression.

Cette courbure résiduelle et la formule de Stoney (III.3) sont à la base de la méthode la plus simple et la plus courante pour la détermination des contraintes résiduelles dans une couche mince sur un substrat plan (cf. III.1.3.). Il est à noter qu'aucune hypothèse sur les propriétés mécaniques du film n'est nécessaire pour appliquer la formule de Stoney (seule h_f doit être connue) : le substrat joue le rôle d'un dynamomètre dont la courbure est produite par la résultante des contraintes dans le film.

La contrainte dans le substrat est négligeable par rapport à celle du film. Elle s'exprime de la manière suivante :

$$\sigma_s = -6\sigma_0 \frac{h_f}{h_s^2} \left(Y + \frac{h_s}{6} \right) \quad (\text{III. 4})$$

avec Y correspondant à la distance au plan moyen dans le substrat.

Remarque : le plan neutre du substrat dans ce cas de sollicitation est située à $Y = -\frac{h_s}{6}$

La figure III.3 représente la distribution des contraintes dans le cas d'un film mince en tension :

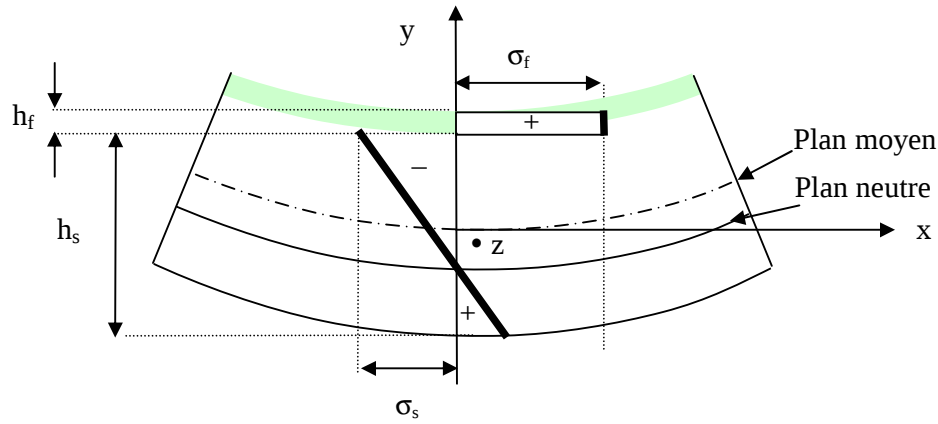


Figure III.1 : Distribution des contraintes dans le cas d'un film en tension (schéma en coupe transversale).

III.1.3. Mesure des contraintes résiduelles

La technique de mesure de courbure d'un échantillon, la plus commune, repose sur une technique de réflexion laser. Cette méthode non destructive et facile d'utilisation s'applique aussi bien à des matériaux amorphes et cristallins.

Son mode de fonctionnement est le suivant : un rayon laser est réfléchi sur un miroir rotatif qui effectue un balayage de la surface de l'échantillon (figure III.2). La position du rayon réfléchi sur un détecteur linéaire en fonction de l'angle du miroir permet de calculer le rayon de courbure de la plaque (III.5):

$$\frac{1}{R} = \frac{d\theta}{dx} \quad (III.5)$$

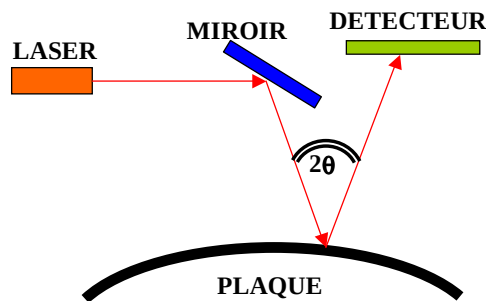


Figure III.2 : Principe de la mesure du rayon de courbure d'un système déformé.

Afin de déterminer la contrainte dans le film, il est nécessaire de déterminer au préalable la courbure initiale du substrat qui sera soustraite par la suite à la courbure totale du système (film+substrat). Les substrats utilisés dans cette étude sont des substrats de silicium orientés suivant le plan cristallographique {100}. Les courbures des systèmes (film+substrat) sont toujours mesurées suivant les mêmes directions cristallographiques du plan. Cependant, cette technique peut présenter quelques restrictions:

- un film présentant une contrainte trop élevée pourra se fissurer, ce qui entraînera des erreurs de mesures,
- au contraire, un film peu contraint peut présenter une faible variation du rayon de courbure (avant/après dépôt) qui sera déterminée de manière imprécise,
- la lumière réfléchie par le film peut être trop faible pour être détectée.

Le système de mesures type « FLEXUS » permet d'effectuer des mesures sur des plaques entières de diamètre 300 mm, sans les détruire, et de réaliser un balayage sur un diamètre de la plaque.

III.2. La nanoindentation

III.2.1. Présentation générale de la nanoindentation

La nanoindentation est la méthode habituellement utilisée *pour* déterminer les propriétés mécaniques locales de films minces déposés sur un substrat. Actuellement, elle est l'unique méthode pouvant générer des déformations locales. Cette méthode permet d'évaluer des grandeurs comme le module élastique et la dureté [Doerner, 1986], ainsi que d'accéder au comportement à la rupture des matériaux par formations des fissures [Lawn, 1975] (évaluation de la ténacité), de mesurer l'adhérence entre des films minces [Volinsky, 1999] [Sanchez, 1999] (évaluation du taux critique de restitution d'énergie).

Les propriétés mécaniques sont évaluées à partir de charges ponctuelles et de mesures de 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.

III.2.1.1. Mécanique du contact

Lors d'un essai d'indentation, le contact élastique entre l'indenteur et le matériau est le plus facile à analyser. Hertz [Hertz, 1896] a défini la variation des contraintes et la variation des déformations du matériau sollicité en fonction du type d'indenteur utilisé pour l'essai. Dans notre étude, nous utiliserons deux types d'indenteurs pyramidaux qui peuvent, par simplification grossière être assimilés à des indenteurs coniques. De manière générale, la géométrie de contact entre un indenteur de forme conique et un matériau est représentée sur la figure III.3 [Sneddon, 1948].

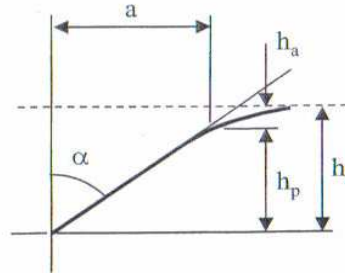


Figure III.3 : Représentation schématique du contact avec un indenteur conique.

Ici α est le demi-angle du cône, a le rayon du cercle de contact, h_t l'épaisseur totale de pénétration, h_a est la profondeur du cercle de contact à partir de la surface libre de l'échantillon et h_p est la distance entre l'apex du contact et le cercle de contact.

La pression de contact pour un indenteur conique dépend uniquement de l'angle du cône. Les déplacements sous la surface dûs au contact de l'indenteur sont donnés par :

$$u_z = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{a} \right) \cot \alpha \quad (\text{III.6})$$

L'évolution des contraintes hydrostatiques [Fischer-Cripps, 2000] dans un matériau dûe à un contact élastique pour un indenteur conique est représentée figure III.4.

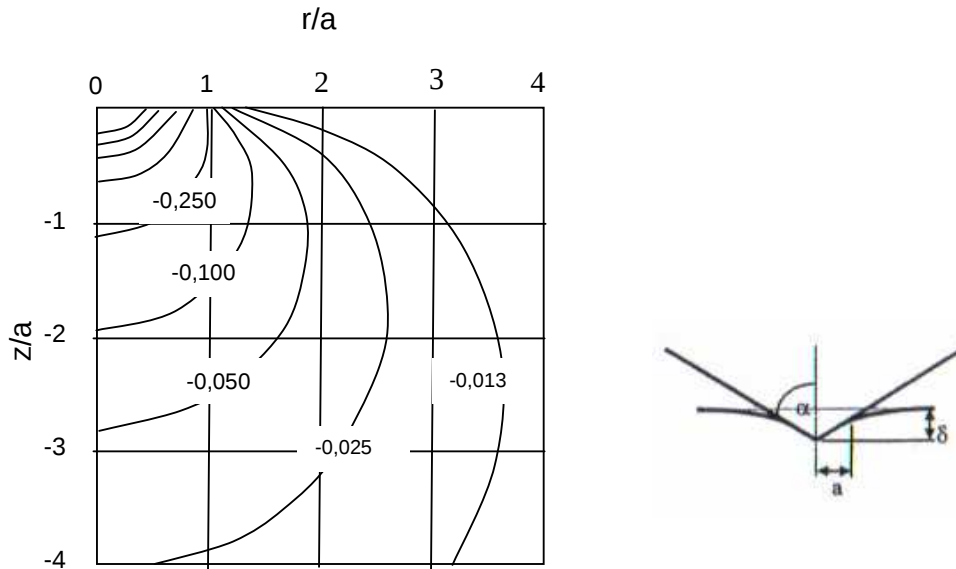


Figure III.4 : Evolution du champ de contrainte pour un indenteur conique ; représentation des isovaleurs de contrainte hydrostatique, les distances z et r sont normalisées par rapport au rayon de l'angle de contact a [Fisher-Cripps, 2000].

III.2.1.2. Types d'indenteurs

La géométrie des deux types d'indenteurs pyramidaux utilisés pour notre étude, indenteur Berkovich et indenteur coin de cube, est présentée Figure III.5.

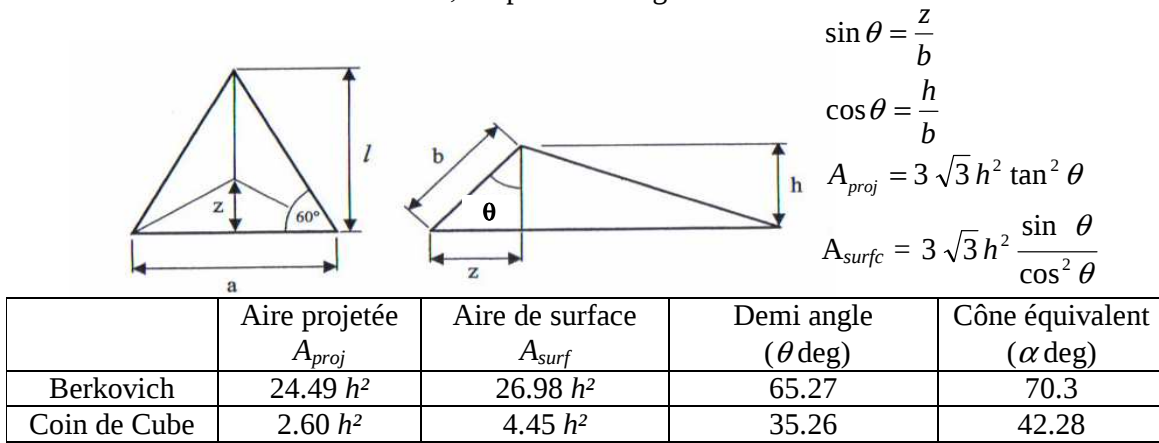


Figure III. 5 : Caractéristiques des indenteurs Berkovich et coin de cube.

Selon la géométrie de l'indenteur, leur application peut être différente dans les tests de nanoindentation.

L'indenteur Berkovich présentant une pyramide à trois faces avec un grand angle entre les faces, permet d'avoir une meilleure précision dans l'essai de nanoindentation. De ce fait cet indenteur est couramment utilisé pour déterminer les propriétés mécaniques (module de Young et dureté) des films minces.

L'indenteur coin de cube présente quant à lui un angle plus aigu (90°) entre les faces qui permet d'amorcer des fissures plus facilement dans le film. Cet indenteur est donc utilisé pour déterminer le comportement à la rupture des films minces. [Fischer-Cripps, 2004]

III.2.1.3. Description d'un nanoindenteur [Cherault, 2006]

« Les essais sont réalisés à l'aide d'un nanoindenteur XP de MTS (figure III.6). Le pilotage de la machine s'effectue en imposant la force, et non le déplacement du pénétrateur. La force appliquée grâce à un système électromagnétique incluant une bobine et un aimant, est directement proportionnelle au courant passant dans la bobine. L'indenteur est monté sur une colonne suspendue par des ressorts flexibles calibrés qui transmettent l'effort. Le déplacement de l'indenteur est mesuré par un capteur de capacité. Grâce à un applicateur de force inductif, une large gamme de force (de $0,1$ à $5.10^5 \mu\text{N}$) est exploitable en conservant une bonne résolution (par rapport aux systèmes de type électrostatique ou piézoélectrique où la force varie de 5.10^{-2} à $5.10^3 \mu\text{N}$).

La charge maximale applicable sur ce dispositif est de $0,5 \text{ N}$ avec une résolution de 50 nN . La résolution du déplacement de l'indenteur est quant à elle de $0,1 \text{ nm}$. Lors des essais avec l'appareil utilisé, en tenant compte des paramètres environnementaux telle la dérive de la température, les vibrations et le rapport signal sur bruit, les déplacements sont déterminés à quelques fractions de nm et la force à quelque $0,1 \mu\text{N}$. »

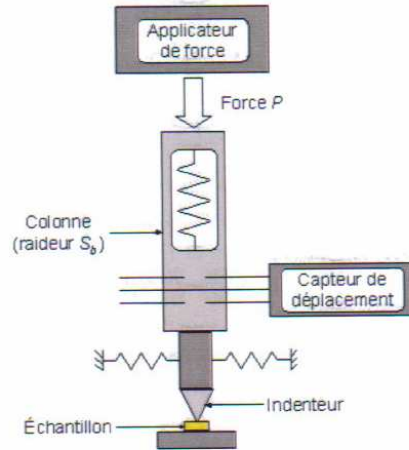


Figure III. 6 : Schéma de principe du fonctionnement d'un nanoindenteur.

III.2.2. Détermination des propriétés mécaniques (essai de nanoindentation Berkovich).

III.2.2.1. Analyse d'un test de nanoindentation Berkovich

Courbe de charge-décharge

« Lors de l'essai d'indentation, la charge est appliquée localement dans 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 au niveau immédiat de l'indenteur et entraîne, lors de la décharge totale, la formation d'une empreinte rémanente de profondeur h_r . La figure figure III.7 représente pour un indenteur Berkovich la réponse de surface du matériau lors de la charge et de la décharge ainsi que la courbe typique de la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur h enregistrée au cours d'un tel essai.

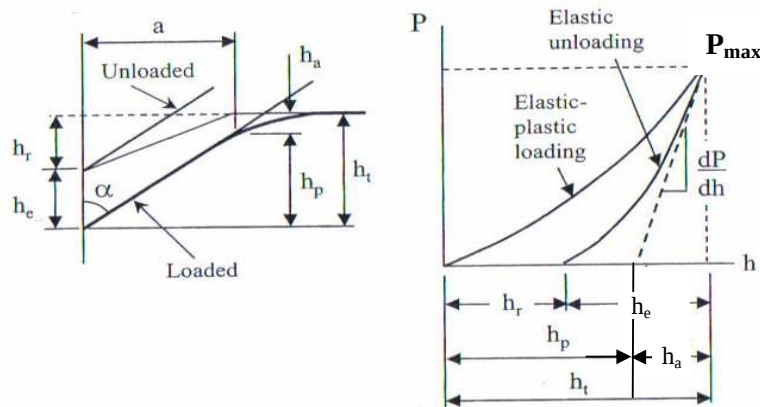


Figure III. 7 : Représentation schématique de la réponse de surface du matériau et courbe de charge en fonction de la profondeur de l'indenteur enregistrée lors d'un essai de nanoindentation Berkovich d'après [Fisher-Cripps, 2004]

A partir de l'acquisition et du traitement d'une courbe charge-pénétration, l'essai de nanoindentation permet de mesurer la dureté apparente et le module de Young apparent d'un film mince sur des épaisseurs de l'ordre du nanomètre.

Détermination du module de Young (E) et de la dureté (H) [Cherault, 2006]

L'essai de nanoindentation consiste à réaliser un cycle complet de charge et décharge continu. Afin de s'affranchir des mécanismes de déformation dépendant du temps et non réversibles (tel le fluage ou la viscoélasticité) un maintien sous charge constante est réalisé avant la décharge.

Les trois grandeurs mesurées sont :

- la charge P
- la profondeur de pénétration h
- la rigidité de contact, S , déterminée à partir de la décharge (en régime élastique).

Lors de l'essai, la rigidité de contact est mesurée de manière continue grâce à une méthode dynamique. Celle-ci consiste à imposer, en plus de la force appliquée sur l'indent, des petites oscillations et de mesurer pour la même fréquence le déplacement correspondant de l'indent. Cette technique qui permet également une mesure continue du module d'élasticité biaxial (ou module réduit $\frac{E}{(1-\nu^2)}$) du film en fonction de la profondeur de l'indenteur, a permis de

décrire la courbe de décharge pour tous types de matériaux par une fonction puissance [Oliver, 2002] :

$$P = C(h - h_r)^m \quad (\text{III. 7})$$

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

Le module de Young et la dureté sont déterminés lors de la décharge où le contact entre l'indenteur et le matériau peut être associé à un contact élastique. De plus on suppose que le comportement de l'indenteur Berkovich peut être modélisé par un indenteur conique et que l'écrasement du matériau sous l'indenteur est négligeable, le déplacement élastique de la surface s'écrit :

$$h_a = \varepsilon \frac{P_{\max}}{dP/dh} \quad (\text{III. 8})$$

avec ε constante égale à 0,75.

A partir de la figure III.7, la profondeur de contact est définie par :

$$h_p = h_t - \varepsilon \frac{P_{\max}}{dP/dh} \quad (\text{III. 9})$$

L'aire de contact sous la charge, A , correspond à l'aire de la surface de contact projetée entre l'indenteur et le matériau, et est fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur, h_p , [Doerner, 1986]:

$$A = 24,5 h_p^2 \quad (\text{III. 10})$$

dans le cas d'un indenteur Berkovich de géométrie parfaite.

Connaissant l'aire de contact, la dureté est déterminé par

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (\text{III. 11})$$

où P_{max} est la force maximale appliquée à l'indenteur (N) et A l'aire de contact (mm²). H est alors exprimée en MPa.

Le module de Young est déterminé à partir de l'aire de contact et de la rigidité de contact, S , la pente de la portion initiale de la courbe de décharge, pendant les premiers stades de la décharge.

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{max} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A} E_r^* \quad (\text{III. 12})$$

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

$$\frac{1}{E_r^*} = \frac{1 - \nu_0^2}{E_0} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (\text{III. 13})$$

E_0, ν_0, E, ν , correspondant respectivement aux modules de Young et aux coefficients de Poisson de l'indenteur et du matériau étudié. La valeur du module réduit E_r^* , peut être déterminée Connaissant les propriétés élastiques de l'indenteur (pour le diamant $E_0=1141$ GPa et $\nu_0=0,07$ [Pharr, 1992]),

King a introduit un facteur correctif, β , déterminé par calculs éléments finis dans l'expression de la rigidité de contact pour prendre en compte de la géométrie triangulaire de l'indenteur Berkovich [King, 1987] :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{max} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \sqrt{A} E_r^* \quad (\text{III. 14})$$

Oliver et Pharr conseillent d'utiliser comme valeur de β 1,05 [Oliver, 2004].

III.2.2.2. Incertitudes liées à l'essai [Cherault, 2006]

« La calibration et la mesure de l'aire de surface de contact A sont nécessaires pour déterminer avec précision le module de Young et la dureté du matériau. Deux méthodes sont couramment utilisées, la première consiste à mesurer la géométrie précise de l'indenteur, la seconde consiste à réaliser des essais sur un matériau de référence dont les caractéristiques sont connues et supposées indépendantes de la profondeur de l'indentation. La deuxième méthode est celle utilisée dans cette étude. La rigidité du bâti peut être déterminée grâce à des indentations dans un matériau élastique, isotrope et homogène, et la relation réelle entre h_p (fournie par l'expérience) et A (nécessaire pour le calcul de H ou E^* en est déduite). »

Dans cette étude, la calibration est effectuée en suivant la méthode et la valeur de β proposées par Oliver et Pharr [Oliver, 2004] à partir du matériau de référence qui est la silice recuite. Dans un premier temps, la rigidité du bâti est déterminée 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 . Par la suite l'aire de contact est déterminée à partir de l'essai sur la silice recuite, en supposant son module de Young et coefficient de Poisson connus ($E = 72$ MPa, $\nu=0,17$ [Oliver, 2004]).

« Pour un système film substrat, le module apparent et la dureté apparante mesurés sont fonctions de la profondeur de pénétration de l'indenteur : pour une importante pénétration, les valeurs obtenues sont proches des valeurs du substrat.

Divers modèles ont été proposés pour déduire les caractéristiques du film seul à partir des mesures réalisées sur le système film substrat. Certains modèles analytiques permettent de déduire 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 [Doerner, 1986], [Gao, 1992], [Mencik, 1997]. Des modèles empiriques déduits de calcul numérique peuvent 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, 1988].

Ces modèles amènent à envisager généralement que 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 systèmes couche/substrat cette limite est excessive. »

III.2.3. Détermination du comportement à rupture d'un film mince (test de nanoindentation coin de cube)

La nanoindentation est également une méthode de mesure locale pour déterminer la ténacité de matériaux et d'interfaces. La courbe de charge-décharge obtenue lors d'un essai d'indentation coin de cube est de forme similaire à celle de la figure III.7, mais l'utilisation d'un indenteur coin de cube permet d'initier très facilement des fissures dans un matériau à caractère fragile.

III.2.3.1. Système de fissures créé par nanoindentation

Pendant la charge, des contraintes en traction sont introduites lorsque le rayon de la zone plastique augmente. Pendant la décharge, des contraintes additionnelles s'ajoutent lorsque le matériau déformé élastiquement autour de la zone plastique essaye de reprendre sa forme originelle, mais en est empêché par la déformation permanente associée à la zone plastique. En général, trois types de fissures apparaissent au cours de l'essai de nanoindentation : fissures radiales, fissures latérales et fissures médianes. Les fissures radiales et médianes se raccordent pour former des fissures de type *half penny* (figure III.8).

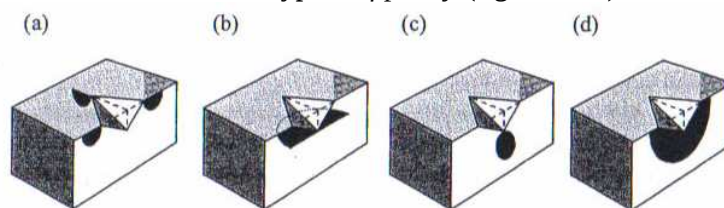


Figure III.8 : Types de fissure lors d'un essai de nanoindentation (a) fissures radiales, (b) fissures latérales, (c) fissures médianes, (d) fissures « half-penny » [Fischer-Cripps, 2004].

L'évolution du réseau de fissures durant un test de nanoindentation de type Vickers est décrite par la figure III.9. L'évolution du réseau de fissures est transposable dans le cas d'un test d'indentation coin cube, à la symétrie près.

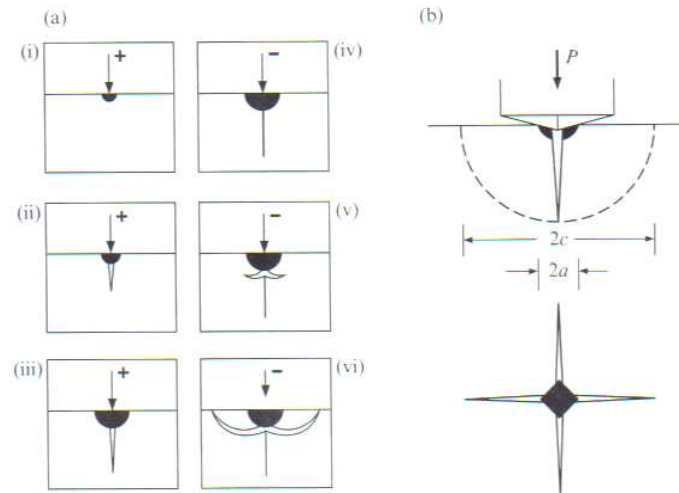


Figure III.9 : (a) Evolution du réseau de fissure dans le cas d'un test d'indentation Vickers pendant la charge (+) et la décharge (-). La zone sombre représente la zone de déformation inélastique. (b) Paramètres géométriques des fissures [Lawn, 1975].

(i) l'indenteur induit une déformation inélastique, irréversible du matériau, (ii) à partir d'une force critique un ou plusieurs défauts naissant de la zone de déformation plastique deviennent instables et se raccordent pour former des fissures radiales sous la surface, sur les plans médians de contrainte (plans contenant l'axe de charge) ; (iii) en augmentant le chargement la fissure se propage de haut en bas. (iv) lors de la décharge, les fissures médianes se ferment sous la surface mais s'ouvrent simultanément dans le champ de contrainte résiduelle au niveau de la surface lorsque le contact redevient élastique ; (v) juste avant le retrait de l'indenteur le champ de contrainte résiduelle devient dominant, de ce fait les fissures radiales s'étendent et un second système est initié et se propage latéralement. (vi) l'expansion des fissures continue jusqu'au retrait complet de l'indenteur ; les deux systèmes de fissures (radial et médiane) finalement tendent à former deux fissures de type *half penny* centrées environ au point de chargement.

La figure III. 10 montre l'évolution du système des fissures radiale et latérale pour la silice lors d'un essai d'indentation.

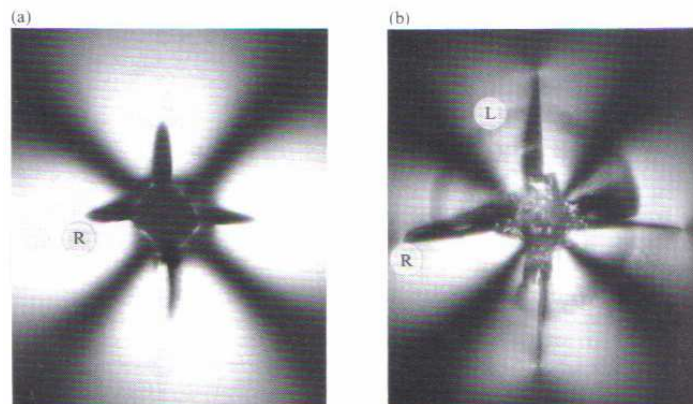


Figure III.10 : Evolution des fissures latérales et radiales pour de la silice (a) lors de la charge apparition des fissures radiales, (b) pendant la décharge création du système de fissure radiales et latérales qui donnent naissance aux fissures de type *half-penny* [Lawn, 1975].

III.2.3.2. Détermination de la ténacité

La ténacité du matériau se détermine à partir du chargement maximal lors de l'essai de nanoindentation $P_{\max}$ et de la longueur de fissure radiale après test.

La figure III.11 représente les paramètres de fissure pour un indenteur coin de cube.

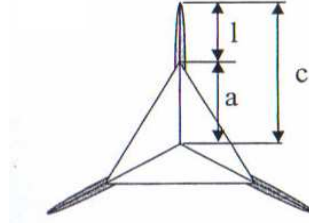


Figure III. 11 : Paramètres de fissure pour un indenteur coin de cube

Les trois paramètres de fissure, c longueur de la fissure mesurée à partir du centre de contact jusqu'à l'extrémité de la fissure, a longueur de l'empreinte résiduelle, l longueur de la fissure, peuvent être utilisés pour déterminer la ténacité du matériau.

Lawn, Evans et Marshall [Lawn, 1980] ont formulé une relation (III. 15) où ils traitent la forme complète de la fissure et ont trouvé que le rapport $\frac{P}{c^{3/2}}$ est une constante, qui dépend

uniquement de la nature du matériau. La ténacité est déterminée par la formule :

$$Kc = \beta \left(\frac{E}{H} \right)^n \frac{P}{c^{3/2}} \quad (\text{III.15})$$

où β est une constante empirique de calibration qui dépend de la forme de l'indenteur, E et H sont respectivement le module de Young et la dureté du matériau et n un exposant égal à 0,5 [Anstis, 1981]

Laugier [Laugier, 1987] propose une formule (III.16) prenant en compte l'empreinte résiduelle de l'indenteur et la longueur réelle de fissure ; la ténacité est trouvée par la formule suivante :

$$Kc = 1,073x_v \left(\frac{a}{l} \right)^{1/2} \left(\frac{E}{H} \right)^{2/3} \frac{P}{c^{2/3}} \quad (\text{III. 16})$$

où $x_v = 0,015$

Field [Field, 2003] propose une formule proche, où cette fois-ci la dureté prise en compte est la dureté de Meyer H_M .

$$Kc = \psi (\cot \theta)^{2/3} \left(\frac{E}{H_M} \right)^{1/2} \frac{P}{(\pi c)^{3/2}} \quad \text{avec} \quad H_M = \frac{P_{\max}}{h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_r)} \quad (\text{III. 17})$$

Où ψ est une constante égale à 0,025, θ correspond à l'angle du cône équivalent, et $\varepsilon = 0,75$.

Dans le chapitre IV, nous présenterons une étude de détermination de ténacité comparative pour les différentes formules citées précédemment sur des échantillons de silicium d'orientation $\langle 100 \rangle$ et nous comparerons ces valeurs à la ténacité théorique du silicium. La formule (III.15) couramment utilisée pour déterminer la ténacité des matériaux est celle qui

donne des résultats de ténacité les plus proches de la littérature. Elle sera donc choisie pour déterminer la ténacité.

III.2.3.3. Incertitudes lors de l'essai

La formule précédente a été établie dans des conditions restrictives pour des matériaux massifs [Anstis, 1981]:

- les essais de nanoindentation doivent être restreints à des matériaux isotropes, qui présentent « un bon comportement ».
- Lors de l'essai, la gamme de charge choisie doit être suffisamment importante pour provoquer des fissures bien développées. C'est-à-dire que la longueur de fissure doit être au moins deux fois plus grande que l'empreinte résiduelle de l'indenteur ($c > 2a$)
- La surface testée ne doit présenter aucune contrainte avant l'essai de nanoindentation.

L'application de cette formule à des films minces conduit donc à une forte incertitude sur la valeur de la ténacité. Tout d'abord pour obtenir une valeur de ténacité représentative du film l'essai de nanoindentation doit être confiné dans l'épaisseur du film, afin d'avoir une réponse du film seul. En effet pour de trop fortes charges, le film peut se délaminer du substrat. La figure III.12 illustre la délamination du film à partir d'une micrographie et de la courbe de nanoindentation correspondant à l'essai.

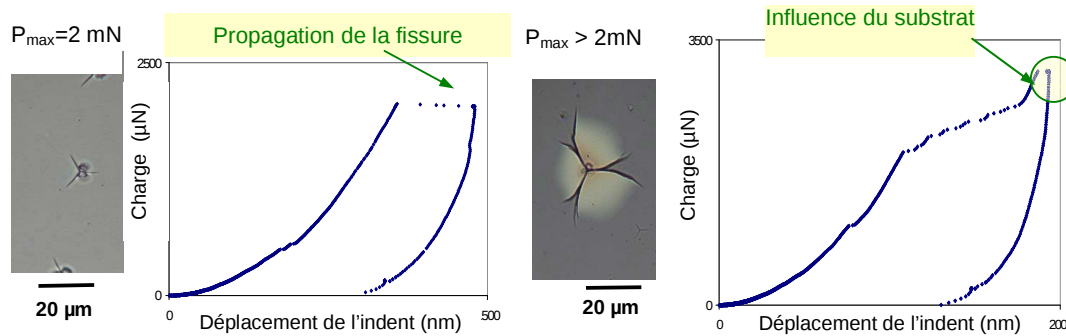


Figure III.12 : Délamination d'un film mince et pénétration de l'indenteur dans le substrat, lors d'un essai d'indentation coin de cube, diagnostiqués à partir d'images optiques et de la courbe d'essai de nanoindentation.

En considérant que la dureté du matériau établie par indenteur Berkovich soit proche de celle obtenue par un indenteur coin de cube, nous pouvons déduire la gamme de charges dans laquelle nous devons travailler pour que la zone plastique induite lors l'essai reste confinée dans l'épaisseur du film. Pour cela on supposera que la profondeur de pénétration ne doit pas atteindre l'épaisseur du film lors de l'essai ; l'épaisseur du film doit donc être telle que :

$$H \geq \frac{P_{\max}}{2,6h_f^2} \quad (\text{III. 18})$$

Avec H la dureté du film mesurée par indenteur Berkovich, et 2,6 le facteur de l'aire projetée de l'indenteur coin de cube (figure III.5) et h_f l'épaisseur du film.

La forme des fissures étant supposées *half-penny*, ou radiales en forme de demi-cercles, les essais où c est 1,8 fois supérieur à l'épaisseur du film seront exclus : dans ce cas il y aurait une forte probabilité d'avoir une délamination entre le film et le substrat (figure III.13).

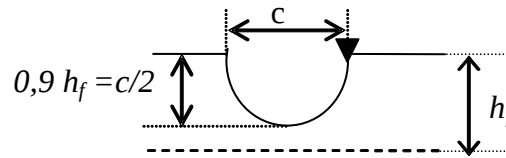


Figure III.13 : Représentation schématique d'une fissure pouvant entraîner la délamination entre le film et le substrat.

L'utilisation des valeurs du module de Young et de la dureté du matériau déterminées par indentation Berkovich présente les incertitudes exposées dans le paragraphe (III.2.2.2). D'autre part la longueur de la fissure, c , déterminée à partir de clichés MEB-FEG ou AFM, est prise égale à la moyenne des longueurs de fissures, c , pour l'ensemble des indents ayant la même charge.

III.3. Essais de flexion (3 ou 4 points)

Les essais de flexion (3 ou 4 points) permettent d'avoir une approche globale sur le comportement à rupture des films minces.

- Les essais de flexion 4 points permettent de déterminer et de mesurer en fonction de la configuration des échantillons la résistance à rupture des films minces [Ma, 1998] ainsi que l'adhérence entre deux couches minces [Ma, 1995].
- Les essais de flexion 3 points, sont utilisés pour évaluer la résistance à rupture d'une structure d'interconnexions.

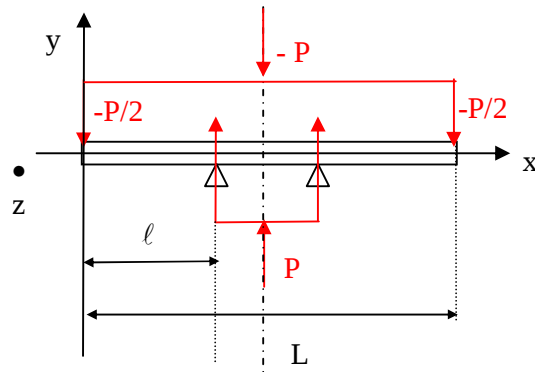
III.3.1. Description mécanique des tests de flexion

Dans cette partie nous rappellerons les calculs de résistance des matériaux d'une part pour un test de flexion quatre points dans le cas d'une plaque monomatériau, puis le cas de notre essai c'est à dire une plaque « substrat+film ». La même démarche sera réalisée dans le cadre de la flexion 3 points dans le cas d'un monomatériau, puis dans le cas de notre essai de structure : plaque « substrat+ interconnexions ».

III.3.1.1. Flexion quatre points

Application à une plaque mono-matériau

Dans notre configuration d'essai pour une plaque monomatériau, la plan supérieur est en traction. La figure III.14 présente la modélisation de l'essai où ℓ est la distance entre les appuis externes et internes, L la distance entre les deux appuis extérieurs et P la valeur du chargement total sur les deux appuis symétriques inférieurs.

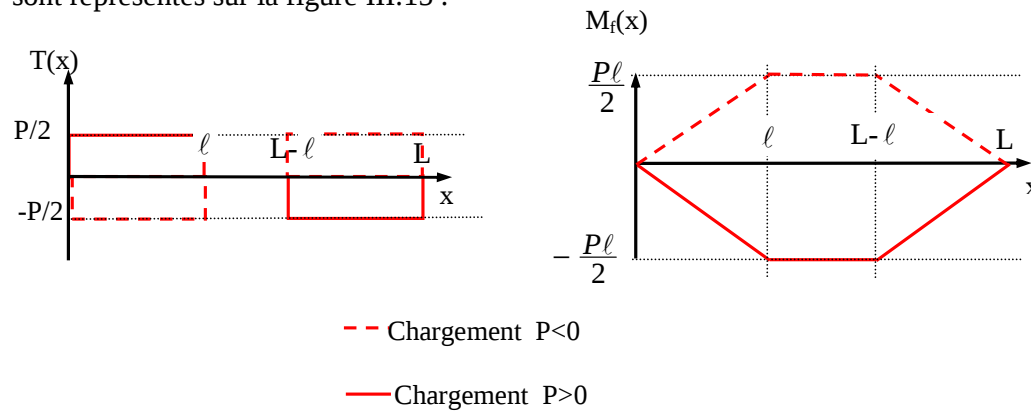
**Figure III.14 :** Modélisation de l'essai de flexion quatre points.

L'analyse statique du système permet de déterminer les équations des efforts tranchants $T(x)$ et du moment fléchissant $M_f(x)$, selon trois zones. Les résultats sont présentés dans le tableau III.1:

$0 < x < \ell$	$\ell < x < L - \ell$	$L - \ell < x < L$
$T(x) = P/2$	$T(x) = 0$	$T(x) = -P/2$
$M_f(x) = -Px/2$	$M_f(x) = -P\ell/2$	$M_f(x) = -P(L-x)/2$

Tableau III.1 : Equations des efforts tranchants et des moments fléchissants.

De ce fait les diagrammes des efforts tranchants $T(x)$ et du moment fléchissant $M_f(x)$ obtenus sont représentés sur la figure III.15 :

**Figure III.15 :** Diagrammes des efforts tranchants et des moments fléchissants.

Dans les limites de l'hypothèse de Navier-Bernoulli (toute section droite plane reste une section droite plane après déformation), les déformations dans la direction x sont proportionnelles à la distance Y du point considéré au plan neutre dans l'épaisseur de la plaque :

$$\varepsilon_x = -Y \frac{d\theta}{dx} = -Y.R = \frac{-Y M_f(x) (1 - \nu^2)}{I E} \quad (\text{III. 19})$$

où I est le moment d'inertie d'une section de la plaque et R son rayon de courbure local.

Dans le cas d'une plaque en flexion quatre points, la zone où le moment fléchissant est constant et maximum en valeur absolue ($|M_f| = P\ell/2$) constitue notre zone d'étude. La contrainte dans la plaque est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_{xx} = -\frac{M_f(x)Y}{I} \quad (\text{III. 20})$$

où I est le moment d'inertie de la plaque est donné par $I = \frac{bh_s^3}{12}$ où b est la largeur de la plaque et h_s son épaisseur.

Le plan neutre est donc aussi le plan moyen ($Y=0$) ; la contrainte maximale en valeur absolue dans la plaque est atteinte pour $Y = \pm \frac{h_s}{2}$ et $\ell < x < \ell - L$, est donc égale à :

$$\sigma_{xx} \left(\frac{h_s}{2} \right) = \pm \frac{3Pl}{bh_s^2} \quad (\text{III. 21})$$

La figure III.16 montre le diagramme de répartition des contraintes σ_{xx} dans le cas d'un chargement positif :

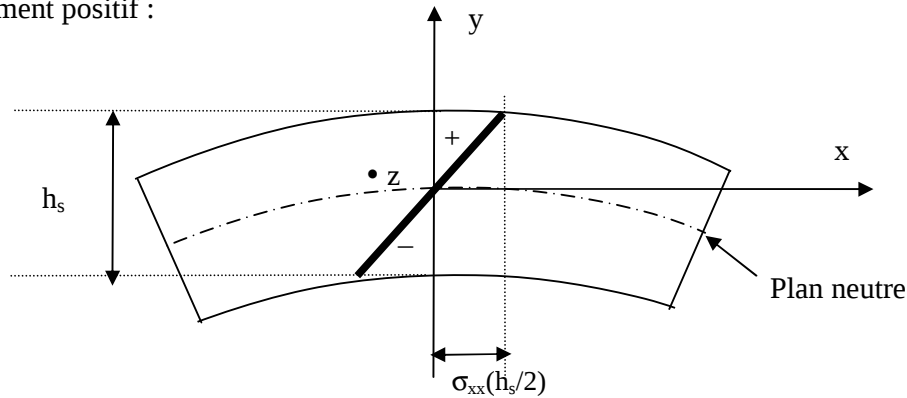


Figure III. 16 : Diagramme de répartition des contraintes pour la flexion quatre points σ_{xx} , lors d'un chargement P positif.

Application à une plaque film + substrat

Pour décrire ce cas, en vertu du principe de superposition des états d'équilibre, il suffit d'ajouter les déformations dues au dépôt du film (équation de Stoney) aux déformations induites par la flexion quatre points sous chargement extérieur P imposé.

Sachant que l'on suppose le problème élastique cela revient à ajouter algébriquement chaque terme des tenseurs des contraintes ou des déformations en chaque point du film et du substrat.

Contraintes décrites par l'équation de Stoney :

voir paragraphe III.1.2

Contraintes dans le film dues à la flexion quatre points :

La contrainte produite dans le substrat par la flexion quatre points est donnée par (III.20).

A $Y = h_s/2$ les déformations longitudinales dans le film et dans le substrat sont identiques aussi longtemps que l'adhérence parfaite film/substrat est assurée:

$$\varepsilon_f = \varepsilon_s(Y = \frac{h_s}{2}) \quad (\text{III. 22})$$

De ce fait ε_s est déterminée par :

$$\varepsilon_s = \frac{\sigma_s(h_s/2)(1-\nu_s^2)}{E_s} = \frac{-h_s M_f (1-\nu_s^2)}{2E_s I} \quad (\text{III. 23})$$

Les contraintes s'écrivent de la manière suivante :

Pour le film :

$$\sigma_f = -\frac{E_f (1-\nu_s^2)}{E_s (1-\nu_f^2)} \frac{h_s M_f}{2I} \quad (\text{III. 24})$$

Pour le substrat:

$$\sigma_s = \frac{-Y M_f}{I} \quad (\text{III. 20})$$

Addition algébrique des contraintes résiduelles (définies par Stoney) et des contraintes dues à la flexion quatre points

En ajoutant la contrainte résiduelle σ_0 à (III.24) la contrainte totale dans le film s'écrit:

$$\sigma_f = \sigma_0 - \frac{E_f (1-\nu_s^2)}{E_s (1-\nu_f^2)} \frac{h_s M_f}{2I} \quad (\text{III. 25})$$

en ajoutant (III.4) et (III.20) la contrainte dans le substrat s'écrit:

$$\sigma_s = -Y \left(6\sigma_0 \frac{h_f}{h_s^2} + \frac{M_f}{I} \right) - \sigma_0 \frac{h_f}{h_s} \quad (\text{III. 26})$$

Formulations finales

Il est dès lors possible d'expliciter les valeurs de M_f et I dans la zone d'étude de la plaque revêtue dans les formules (III.25) et (III.26). Comme l'épaisseur du film est négligeable par rapport à celle du substrat, le moment d'inertie sera calculé sur l'épaisseur du substrat seul, et Y maximal sera égal à $h_s/2$. Dans l'optique de la propagation en mode I de fissures canalisées dans le film, nous nous placerons toujours dans le cas où le film est sur la face du substrat mise en tension par la flexion en quatre points. ($P > 0$ d'où $M_f < 0$)

Nous distinguerons deux cas : le premier où la contrainte interne et le moment fléchissant sont du même signe, le second où la contrainte et le moment fléchissant sont de signe opposé.

1) *Premier cas : σ_0 et M_f sont de même signe ($\sigma_0 < 0$ et $M_f < 0$):*

De ce fait la contrainte dans le film s'écrit :

$$\sigma_f = \sigma_0 + \frac{E_f(1-\nu_s^2)}{E_s(1-\nu_f^2)} \frac{3Pl}{bh_s^2} \quad (\text{III. 27})$$

et la contrainte maximale dans le substrat est

$$\sigma_{s\max} = \frac{1}{h_s} \left(-4\sigma_0 h_f + \frac{3Pl}{bh_s} \right) \quad (\text{III. 28})$$

La position du plan neutre est égale à:

$$Y = \frac{\sigma_0 h_f h_s}{6 \left(-\sigma_0 h_f + \frac{Pl}{bh_s} \right)} \quad (\text{III. 29})$$

Dans ce cas le diagramme de répartition des contraintes est le suivant (figure III.17) :

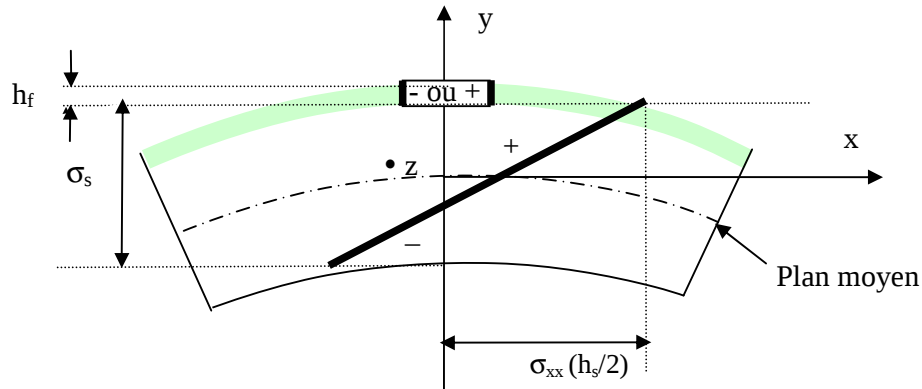


Figure III. 17 : Répartition des contraintes dans le cas M_f et σ_0 négatifs.

2) *Second cas : σ_0 et M_f sont de signe opposé ($\sigma_0 > 0$ et $M_f < 0$):*

De ce fait la contrainte dans le film s'écrit :

$$\sigma_f = \sigma_0 + \frac{E_f(1-\nu_s^2)}{E_s(1-\nu_f^2)} \frac{3Pl}{bh_s^2} \quad (\text{III. 30})$$

et la contrainte maximale dans le substrat est selon les caractéristiques de l'essai :

$$\sigma_{s \max} = \frac{1}{h_s} \left(-4\sigma_0 h_f + \frac{3Pl}{bh_s} \right) \quad (\text{III. 31})$$

La position du plan neutre est donnée par :

$$Y = \frac{-\sigma_0 h_f h_s}{6 \left(-\sigma_0 h_f + \frac{Pl}{bh_s} \right)} \quad (\text{III. 32})$$

Dans ce cas le diagramme de répartition des contraintes est le suivant (figure III.17) :

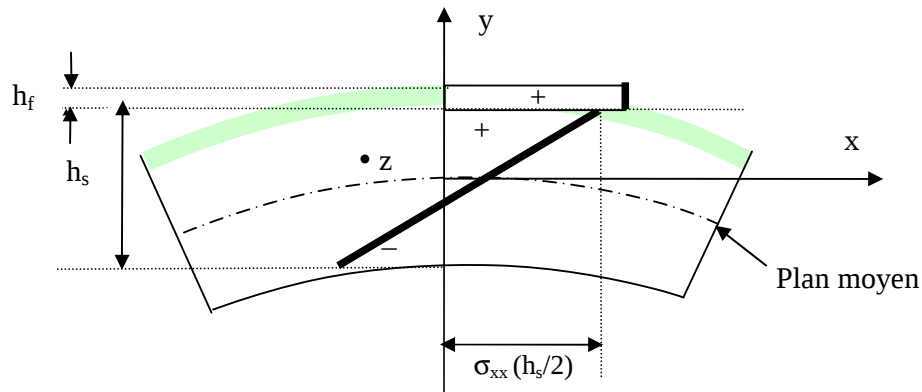


Figure III. 18 : Répartition des contraintes dans le cas σ_0 positif et M_f négatif.

III.3.1.2. Flexion trois points symétrique

Application à une plaque mono-matériau

Dans notre configuration d'essai pour une plaque monomatériau, le plan supérieur est en traction. La figure III.19 présente la modélisation de l'essai où L est la distance entre les deux appuis extérieurs et P la valeur du chargement total sur l'appui inférieur.

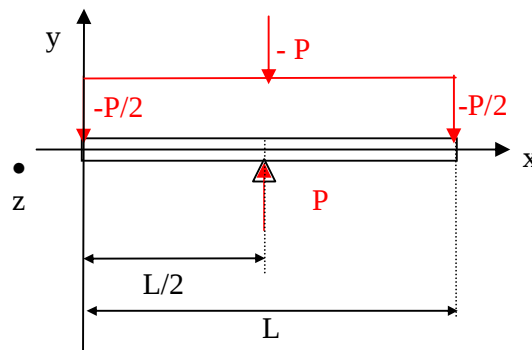


Figure III. 19 : Modélisation de l'essai de flexion trois points symétrique.

L'analyse statique du système permet de déterminer les équations des efforts tranchants $T(x)$ et du moment fléchissant $M_f(x)$, selon deux zones. Les résultats sont présentés dans le tableau III.2 :

$0 < x < L/2$	$L/2 < x < L$
$T(x) = P/2$	$T(x) = -P/2$
$M_f(x) = -Px/2$	$M_f(x) = +Px/2 - PL/2$

Tableau III. 2 : Equations des efforts tranchants et des moments fléchissants.

De ce fait les diagrammes des efforts tranchants $T(x)$ et du moment fléchissant $M_f(x)$ obtenus sont représentés sur la figure III.20:

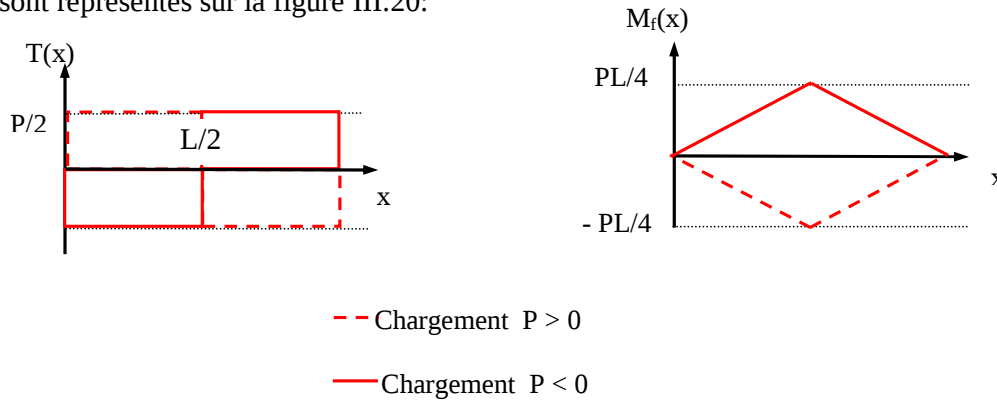


Figure III. 20 : Diagrammes des efforts tranchants et des moments fléchissants.

La contrainte maximale dans la plaque atteinte pour $Y = \pm \frac{h_s}{2}$ et pour $x = L/2$ est donc égale à :

$$\sigma_{xx} \left(\frac{h_s}{2} \right) = \pm \frac{3PL}{2bh_s^2} \quad (\text{III. 33})$$

La répartition en Y des contraintes σ_{xx} dans le cas d'un chargement positif au niveau de l'appui central peut être représentée par la figure III.16. Plus on s'éloignera de l'appui central plus ces contraintes, proportionnelles à $M_f(x)$, seront faibles et nulles lorsque l'on sera au niveau d'un des appuis extérieurs. Dans le cas où une couche mince (homogène ou hétérogène) est déposée sur la face en traction d'une telle plaque en flexion 3 points, nous ferons également l'hypothèse d'une transmission intégrale des déformations du substrat à la couche.

III.3.1.3. Application des deux types d'essais de flexion

Lors des tests de flexion quatre points, le moment de flexion, M_f , reste constant entre les appuis intérieurs (figure III.15), donc les contraintes et les déformations le sont également dans cette zone. Dans cette région lors des tests de ténacité par flexion, on pourra imposer une déformation constante connue dans le substrat (III.30) et par là-même dans le film (III.31) en fonction du chargement appliqué. Ce type d'essai pourra être utilisé pour des mesures de ténacité de film (paragraphe IV.6) en déterminant la déformation – donc la contrainte dans le

film – qui provoquera ou non la propagation de fissures canalisées multiples dans la zone étudiée.

Lors des tests de flexion trois points, le moment de flexion, M_f , varie de manière proportionnelle en fonction du chargement appliqué et de la distance entre l'appui extérieur et l'appui central (figure III.16). Dans cette configuration de test, sur des échantillons structuraux, on pourra espérer déterminer en un seul essai, en fonction de la distance entre appui extérieur et zone observée, la déformation seuil dans le silicium qui, transmise à la couche d'interconnexions déposée, initiera ou non des fissures dans la structure d'interconnexions. Il est à noter que dans ce cas, la valeur de la déformation à l'aplomb de l'appui central – théoriquement maximale – est en pratique inexploitable, justement en raison de la proximité immédiate de l'appui.

III.3.2. Préparation des échantillons

Les films minces et les structures destinés à nos expériences ont été élaborés en salle blanche à STMicroelectronics ou au CEA-LETI, dans le cadre de la pré-industrialisation de circuits intégrés de technologie avancée.

Tous les systèmes se composent d'un substrat de silicium et d'un ou plusieurs films d'épaisseur maximale 4 μm , déposés sur le substrat selon les procédés présentés dans le paragraphe (I.2.1).

III.3.2.1. Le substrat

Le substrat utilisé est un substrat de silicium monocristallin d'orientation $\langle 100 \rangle$ et dopé p (bore). Il existe deux catégories de substrat de silicium, les substrats *prime* et les substrats *reclaimed*. Les substrats *prime* répondant à des conditions chimiques et structurales de surface strictes sont de qualité supérieure. Quant aux substrats *reclaimed*, il est difficile de connaître précisément leurs propriétés mécaniques, spécialement la ténacité et la résistance à la rupture puisque celles-ci dépendent de leurs états de surface et de l'histoire thermique et chimique du substrat [Coletti, 2005]. Par défaut les propriétés mécaniques utilisées pour les wafers seront celles déterminées pour du silicium monocristallin [Brantley, 1973], [Yonenaga, 1998]. Les orientations cristallographiques sont repérées par une encoche (figure III.21).

Les substrats *reclaimed* utilisés à STMicroelectronics ont un diamètre de 12'' (300 mm) et une épaisseur d'environ 725 μm . Les substrats «prime» utilisés au CEA-LETI ont un diamètre de 8'' (200 mm) et une épaisseur de 725 μm .

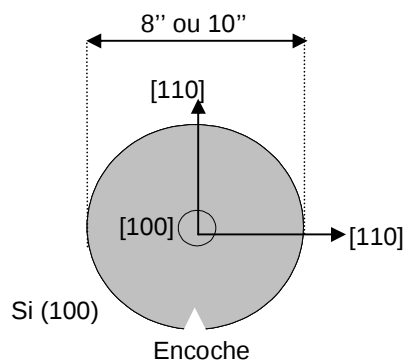


Figure III. 21 : Substrat silicium d'orientation $\langle 100 \rangle$ dopé p.

III.3.2.2. Description de la géométrie des échantillons

Description des motifs

Les essais mécaniques présentés dans la suite ont été conduits soit sur des films uniformes soit sur des motifs de lignes de cuivre isolées de diélectrique correspondant à une structure d'interconnexion premier niveau (présentée au paragraphe I.2.2.) Ces lignes parallèles et régulièrement espacées constituent des réseaux sur tout le substrat. Les lignes sont parallèles à la direction [110] du substrat de silicium monocristallin (figure III.22).

Répartition des motifs sur le substrat

Les motifs de lignes ont été élaborés à partir d'un masque spécifique «CuRX » au CEA-LETI. Ce masque permet d'obtenir, sur la totalité d'un substrat, quatre motifs différents de 100 mm² chacun. Chacun des motifs présente une largeur de ligne spécifique égale à l'espace interligne. Les quatre réseaux ont des largeurs de lignes respectivement égales à 0,3 μ m, 0,5 μ m 1 μ m et 3 μ m. Ces échantillons sont représentés schématiquement sur la figure III.22.

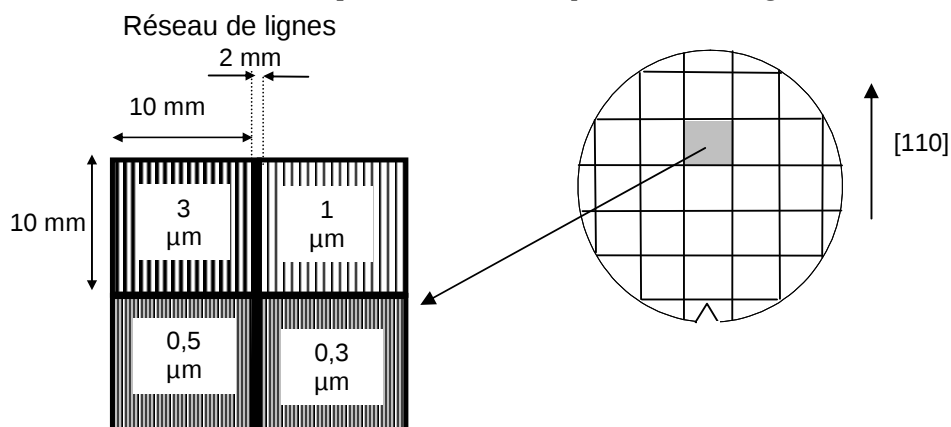


Figure III. 22 : Schéma des réseaux de lignes de cuivre.

III.3.2.3. Découpe des échantillons

A partir des équations de flexion rappelées dans le paragraphe précédent, on se rend compte que la contrainte maximale que l'on peut atteindre dans le film est fonction de la contrainte maximale applicable sur les substrats de silicium. D'autre part le wafer complet ne peut être soumis à de la flexion. Il faut y prélever des lames : de ce fait on est obligé de découper les wafers pour prélever les échantillons.

Le silicium comme tous les matériaux fragiles, est sensible aux effets d'entaille. De plus il présente des défauts de nature et de localisation très diverses. De ce fait, si la rupture s'amorce sur les défauts préexistants, les propriétés de résistance à rupture présentent un caractère aléatoire.

L'approche de Weibull est l'outil de statistique de référence pour analyser la rupture des matériaux fragiles. Cette analyse permet de déterminer le mode de découpe le moins endommageant pour obtenir des lames de silicium [Weibull, 1951].

Les hypothèses de cette analyse sont les suivantes :

- le matériau est supposé isotrope et statistiquement homogène, c'est à dire que la probabilité de trouver un défaut d'une taille donnée dans un volume arbitrairement petit est la même que dans tout le volume
- la rupture arrive de manière catastrophique par la propagation du défaut de plus grande taille ; c'est le principe du maillon de chaîne le plus faible.

En supposant l'homogénéité, l'isotropie du matériau et l'indépendance statistique des différents éléments de volume (et de surface), quand les défauts en volume sont dominants, l'expression d'une probabilité de rupture s'écrit de la manière suivante :

$$P = 1 - \exp \left(- \frac{1}{V_0} \iiint_V \left[\frac{\sigma(x, y, z)}{\sigma_w} \right]^m dx dy dz \right) \quad (\text{III. 34})$$

A l'inverse, si les défauts de surface prédominent, la distribution s'exprime de la façon suivante :

$$P = 1 - \exp \left(- \frac{1}{A_0} \iint_A \left[\frac{\sigma(x, y)}{\sigma_w} \right]^m dx dy \right) \quad (\text{III. 35})$$

V_0 et A_0 sont le volume et la surface de référence alors que V et A sont le volume et la surface de l'éprouvette ; $\sigma(x, y, z)$ et $\sigma(x, y)$ correspondent aux distributions en contrainte en volume et surface. De manière générale, seules les contributions de traction de ces distributions sont considérées. σ_0 représente une valeur de contrainte caractéristique. Pour finir, le paramètre m correspond à une donnée expérimentale appelée module de Weibull.

Généralement la rupture du silicium est gouvernée par les défauts de surface [Bohm, 2004] dans ce cas la forme (III.35) est utilisée pour l'analyse de la rupture.

Lors d'un essai de flexion la contrainte n'est pas homogène ; un traitement mathématique permet d'exprimer la probabilité de rupture en fonction de la contrainte maximale $\sigma_{\max}$ en flexion évaluée à partir de la relation (III.20) et en considérant une fonction adimensionnelle qui correspond à la distribution de contrainte :

$$P = 1 - \exp \left(- \frac{A}{A_0} \iint_A \left[\frac{\sigma_{\max}}{\sigma_w} \right]^m \int_0^1 s^m g(s) ds \right) \quad (\text{III. 36})$$

Les expressions suivantes permettent de déterminer l'intégrale de la fonction de densité de contrainte pour l'essai de flexion :

$$\text{3 points} \quad \int_0^1 s^m g(s) ds = \frac{1}{2(m+1)} \left[\frac{b}{b+h} + \frac{h}{b+h} \frac{1}{m+1} \right] \quad (\text{III. 37})$$

$$\text{4 points} \quad \int_0^1 s^m g(s) ds = \frac{1}{2(b+h)} \left[b(L-2\ell) + \frac{(b+h)L-2\ell h}{m+1} + \frac{hL}{(m+1)^2} \right] \quad (\text{III. 38})$$

Bohm *et al* ont exprimé les paramètres de la distribution de Weibull pour des éprouvettes de silicium prélevées dans des wafers et testées en flexion 3 points.

Les valeurs obtenues sont :

- $m = 5,4$
- $\sigma_w = 449 \text{ MPa}$
- $A_0 = 45,6 \text{ mm}^2$

Ces valeurs pourront être utilisées dans l'expression (III.38) pour évaluer la probabilité de rupture d'une éprouvette quelconque sollicitée en flexion 4 points en tenant compte de la relation (III.36). Dans cette formule on posera A_0 égale à $45,6 \text{ mm}^2$ et A l'aire totale de l'échantillon. La figure III.23 permet de comparer les résultats obtenus sur les échantillons sciés et clivés : la contrainte moyenne (correspondant à une probabilité de rupture de 50%) est de 300 MPa pour les éprouvettes clivées contre 280 MPa pour les éprouvettes sciées.

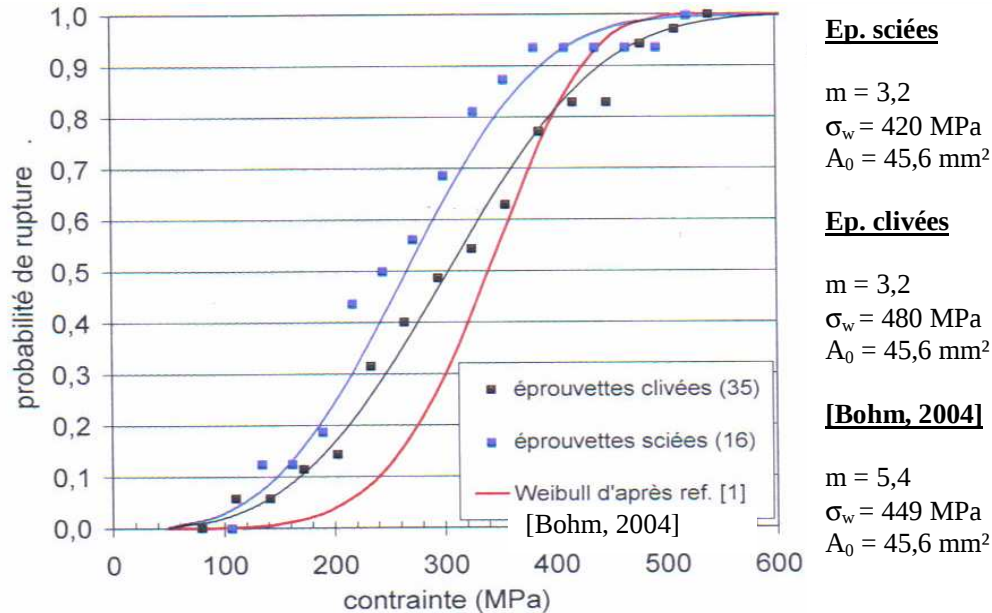


Figure III. 23 : Probabilité de rupture de plaquettes silicium en fonction de leur moyen de prélèvement [Delette, 2005]

Au vu de ces résultats le mode de prélèvement des échantillons dans le wafer sera réalisé de préférence par clivage.

III.3.2.4. Configuration des échantillons en fonction des tests

Fissuration adhésive

Une configuration d'échantillon assez complexe présentée sur la figure III.24, soumis à de la flexion quatre points permet de mesurer quantitativement et de manière reproductible l'adhérence entre des films déposés sous forme de couches minces [Ma, 1995], [Dauskardt, 1998], [Huang, 2005]. L'échantillon est conçu de manière à ce que le multicouche étudié se trouve au niveau de la fibre neutre ; pour cela on contre-colle une autre plaque de silicium sur l'ensemble multicouches/substrat. Une entaille est ensuite réalisée sur la partie supérieure de la contre-plaque pour amorcer la propagation de la fissure adhésive.

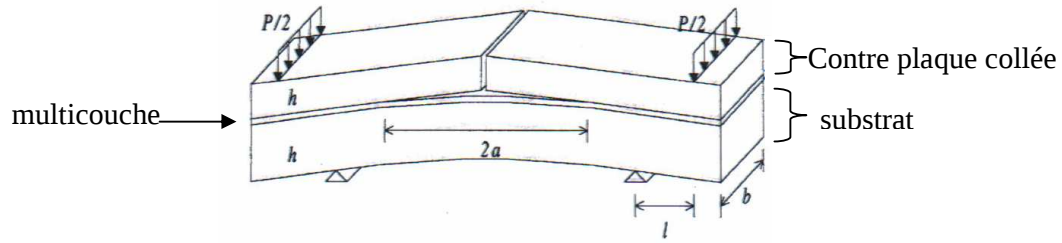


Figure III. 24 : Schéma de principe du système de flexion quatre points pour des tests de fissuration adhésive [Ma et al, 1995]

Le test présente quatre phases mécaniques distinctes (figure III.25) :

- 1) jusqu'à la force P_R , la structure sandwich se déforme élastiquement
- 2) lorsque $P=P_R$, le ligament restant en fond d'entaille de la contre-plaque supérieure se rompt
- 3) bifurcation et amorçage de fissure au niveau de l'interface la plus faible où la propagation nécessite le moins d'énergie
- 4) propagation de la fissure pour un chargement constant P_C .

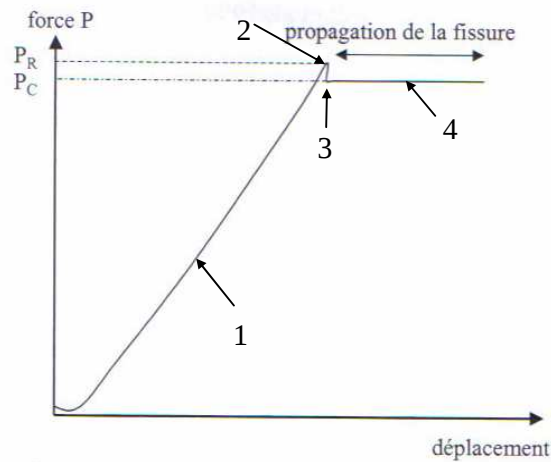


Figure III. 25 : Courbe typique enregistrée lors d'un essai de flexion quatre points pour des tests de fissuration adhésive [Cherault, 2006]

En supposant 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, le taux de restitution d'énergie peut être déterminé. Lorsque la fissure atteint le régime de fissuration permanente, pour un chargement P_C et si la fissure est suffisamment loin de l'entaille verticale initiale, le taux critique de restitution d'énergie, G_C , est indépendant de la longueur de fissure. Il est déterminé par l'équation suivante [Charalambides, 1989]:

$$G_C = \frac{21(1 - \nu_s^2)P_C^2 l^2}{16E_s b^2 h^3} \quad (\text{III. 39})$$

Dans cet essai la mixité modale ψ^* est environ égale à 43° . Dans la suite de notre étude, nous utiliserons seulement des données issues de tests réalisés au laboratoire de Freescale

Semiconductor à Austin aux Etats-Unis ou au CEA-LETI à Grenoble, déterminées sur des empilements spécifiques.

D'autres techniques peuvent être utilisées pour mesurer l'adhérence comme la technique de chargement en mode mixte [Merill, 2004], l'indentation d'une sur-couche [Volinsky, 2003] ou la nanoindentation transverse [Sanchez, 1999].

Fissuration cohésive

Une configuration plus simple est utilisée pour cet essai. Des échantillons de type « film+substrat » ont été découpés par clivage puis soumis à un chargement de flexion quatre points (paragraphe III.3.1.1) de manière à ce que le film se trouve sur la face de l'échantillon soumise à une extension. Lors de la mise en charge, nous pouvons déterminer par l'observation un niveau de contrainte dans le film qui permet la propagation spontanée des amorces de fissure dues aux défauts de clivage confinés au film mince (figure III.26) [Ma, 1998].

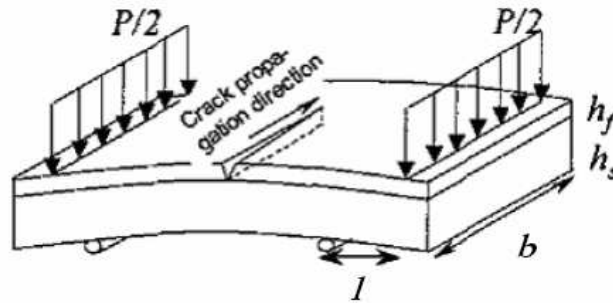


Figure III. 26 : Représentation schématique de fissuration cohésive dans un film mince appelée fissuration canalisée *channel cracking* [Ma, 1998].

La fissure s'étend dans le film et se propage perpendiculairement à la direction de sollicitation. Lorsque la longueur de fissure est plusieurs fois supérieure à l'épaisseur du film, la fissure atteint le régime permanent de fissuration. Selon Suo et Hutchinson [Hutchinson, 1992], le taux de restitution d'énergie peut être déterminé en utilisant l'analyse dimensionnelle et les conditions de contraintes planes et est égal à :

$$G = Z \frac{(1 - \nu_f^2) \sigma_f^2 h_f}{E_f} \quad (\text{III. 40})$$

où Z est un paramètre adimensionnel fonction de la différence des propriétés élastiques entre le film et le substrat et où σ_f est définie à partir de l'équation (III.27) ou (III.30). Une mise en œuvre de cette méthode figurera dans le chapitre suivant, présentant notamment le calcul du paramètre Z et les résultats obtenus sur certains films minces.

Etude de structure d'interconnexions

La configuration des échantillons est proche de celle présentée dans le paragraphe précédent. Cette fois-ci, des échantillons de type « substrat + premier niveau d'interconnexions » sont clivés et soumis à de la flexion trois points. Le but de cet essai est de déterminer le lieu de

l'amorçage de fissures dans une structure de premier niveau d'interconnexions, ainsi que de déterminer un niveau de contrainte dans le substrat et par là-même dans les interconnexions qui permet la propagation spontanée de fissure. Les essais de structure seront présentés au chapitre V.

III.3.3. Description de l'équipement de flexion

Les essais de flexion sont réalisés à l'aide d'une micro-machine de flexion conçue au laboratoire LTPCM, dont le schéma de principe est donné sur la figure III.27.

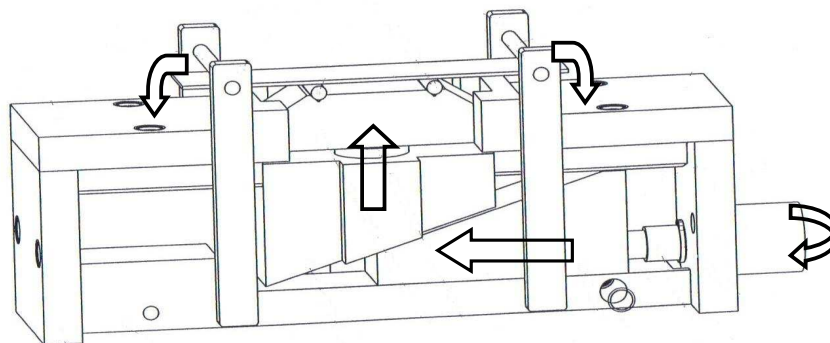


Figure III. 27 : Schéma de principe de la micro-machine de flexion.

Le déplacement latéral de la partie basse du plan incliné assuré par une vis micrométrique permet un déplacement vertical de la partie haute du plan incliné et par là-même des appuis centraux. L'échantillon placé entre les appuis centraux et extérieurs se trouve d'autant plus fléchi que le déplacement vertical des appuis centraux est important. Un capteur piezo-électrique permet de mesurer la force appliquée durant l'essai de flexion. La gamme de charge peut varier 0 à 120 N avec une précision de 0,1 N. Les appuis centraux étant une partie mobile interchangeable, la micro-machine est utilisée aussi bien pour de la flexion 3 points que 4 points.

L'encombrement réduit de ce dispositif permet d'étudier *in-situ* des échantillons sous microscope optique et sous AFM. Durant les tests, le pilotage de la machine s'effectue en imposant la force appliquée.

III.4. Autres méthodes de caractérisation

III.4.1. Caractérisation mécanique

III.4.1.1. Mesure de l'épaisseur

L'ellipsométrie est une méthode optique non destructive de mesure de l'épaisseur de films minces. Dans cette étude, les mesures d'épaisseur sont indispensables à l'interprétation des essais de nanoindentation, de flexion 4 points et aux mesures de courbure. Cette méthode est basée sur l'interprétation du changement de polarisation de la lumière après réflexion par la surface de l'échantillon. Considérons une onde lumineuse, monochromatique et polarisée

rectilignement envoyée sur un échantillon en incidence oblique, le champ électrique de l'onde possède deux composantes : 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 modification du champ électrique après 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.

Connaissant ces deux grandeurs, et en utilisant un modèle mathématique de dispersion se rapprochant le plus possible de la couche étudiée, l'épaisseur du film étudié peut être déterminée.

Pour déterminer l'épaisseur du film, on effectue 21 pointés uniformément répartis sur l'ensemble de la plaque. Cette méthodologie permet de constater de probables défauts d'uniformité d'épaisseur.

III.4.1.2. Mesure des propriétés mécaniques

La diffusion Brillouin est une méthode non destructive qui permet la caractérisation élastique de films minces et de multicouches, éventuellement déposés sur un substrat [Nizzoli, 1985]. Cette méthode est basée sur la diffusion inélastique de la lumière. Lorsqu'un faisceau de lumière monochromatique est focalisé sur l'échantillon, une interaction se crée entre les photons de la lumière incidente et les phonons acoustiques. La fréquence de la lumière diffusée par la surface du solide et par le volume peut être directement reliée à la vitesse des ondes acoustiques.

Dans le cas d'un film mince sur substrat trois ondes acoustiques sont présentes :

- l'onde de surface de Rayleigh
- l'onde guidée longitudinale
- l'onde longitudinale de volume.

Connaissant les vitesses de propagation des ondes de Rayleigh et longitudinales, les constantes élastiques du film minces sont déterminées à partir d'équations établies par Viktorov [Viktorov, 1967] ; le film mince est supposé élastique, isotrope et homogène et de masse volumique connue. La connaissance des vitesses permet alors de déduire le module de Young, E , et le coefficient de Poisson, ν , du film.

III.4.2. Caractérisation physico-chimique

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) est une méthode non destructive couramment utilisée pour déterminer la structure chimique des films minces et notamment des films *low-k*. En effet la nature des liaisons chimiques dans le film influence son comportement mécanique et sa stabilité thermique.

Cette analyse est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques entre deux atomes d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques [Williams, 1995]. Chaque bande d'absorption présente sur le spectre correspond en effet à la dégénérescence des niveaux énergétiques des liaisons inter-atomiques des phases présentes.

L'obtention du spectre FTIR se fait par soustraction du spectre du silicium précédemment enregistré et à partir de 5 pointés sur l'ensemble de la plaque.

III.4.3. Caractérisation topographique

Ce paragraphe présente les méthodes de caractérisation utilisées pour détecter, analyser et dimensionner les fissures présentes dans nos échantillons induits par les essais mécaniques. La préparation des échantillons est similaire pour les trois méthodes. Aucune métallisation n'a été utilisée pour éviter l'obstruction des fissures. Les échantillons ont été simplement nettoyés à l'isopropanol, et séchés à l'air comprimé.

III.4.3.1. Microscope MEB-FEG

Le MEB-FEG est un microscope MEB (microscope électronique à balayage) possédant un canon à émission de champ (FEG *Field Emission Gun*). Le champ électrique est produit par « effet de pointe » et les électrons sont extraits de la pointe par « effet tunnel ».

Le MEB-FEG utilisé pour notre étude est un Zeiss Ultra 55 à cathode chaude (l'émission du champ est assistée thermiquement). Ce microscope permet d'obtenir de très bonnes résolutions ($< 10\text{nm}$) à haute et à très faible tension. Le MEB-FEG est utilisé en mode imagerie secondaire pour l'étude afin d'obtenir des images de topographie de surface de nos échantillons. En fonction de la distance de travail et du courant appliqué dans la colonne et de l'interaction électron-matière on utilisera un des deux types de détecteurs d'électrons (figure III.28):

- le détecteur classique d'électrons secondaires (décalé par rapport à la colonne) sera utilisé préférentiellement pour des courants et des distances de travail classiques.
- le détecteur In-lens (présent dans la colonne) sera utilisé préférentiellement pour des faibles courants et de faibles distances de travail.

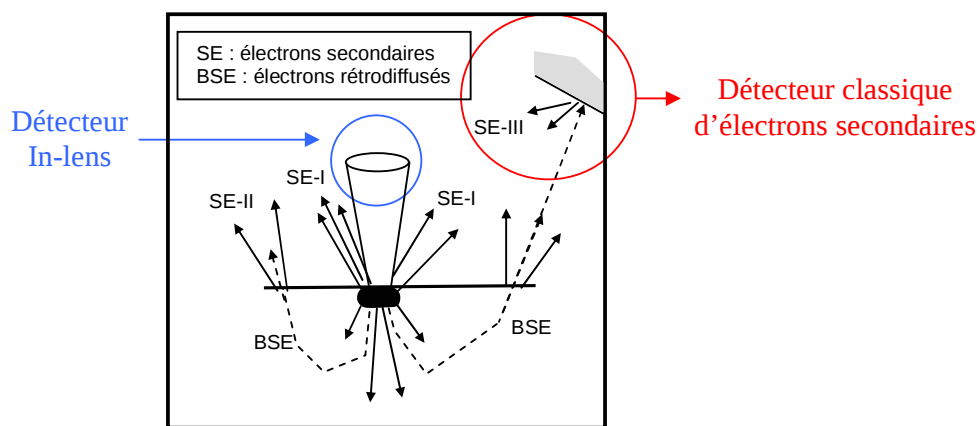


Figure III. 28 : Schéma présentant les deux types de détecteurs d'électrons secondaires et leurs sensibilités aux électrons en présence.

III.4.3.2. FIB

Le principe du microscope FIB (Focused Ion Beam) est proche du MEB ; seule la source d'électrons est remplacée par un canon à ions de gallium. L'avantage d'un faisceau d'ions gallium par rapport au faisceau d'électrons réside dans le fait que ces ions possèdent une masse beaucoup plus élevée et que leur interaction avec l'échantillon est ainsi plus forte. Un tel canon permet d'arracher la matière de manière très précise à la surface d'un matériau (*sputtering*). Le microscope FIB permet entre autres l'analyse en coupe des défauts.

Le microscope FIB utilisé combine en une seule installation un FIB avec un microscope électronique à balayage classique et différents dispositifs d'injection de gaz. Ce type d'installation, dénommé Dual-Beam-FIB, combine les avantages du FIB à ceux de la microscopie électronique à balayage classique. Le MEB-FIB utilisé pour notre étude est un MEB-FIB CrossBeam 1540EsB de la marque Zeiss®.

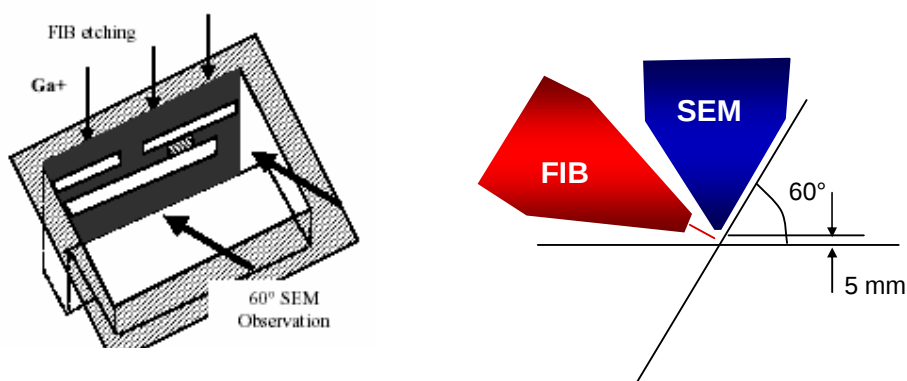


Figure III. 29 : Schéma de principe d'une analyse Dual-Beam-FIB.

III.4.3.3. AFM

Le principe de l'AFM consiste à mesurer les différentes forces d'interaction entre une pointe idéalement atomique fixée à l'extrémité d'un bras de levier (cantilever) et les atomes de la surface d'un matériau (forces de répulsion ionique, forces de van der Waals, forces électrostatiques, forces de friction, forces magnétiques...). La déflexion du cantilever est suivie en envoyant un faisceau laser sur la face supérieure du cantilever; le faisceau est réfléchi sur un miroir puis arrive sur des photodétecteurs qui enregistrent le signal lumineux. Les déplacements x, y, z du cantilever se font grâce à une céramique piézo-électrique. Le balayage en x, y peut aller de quelques nanomètres à $140\ \mu\text{m}$. La sensibilité en z est de l'ordre de la fraction de nanomètre et le déplacement en z peut aller jusqu'à $3,7\ \mu\text{m}$.

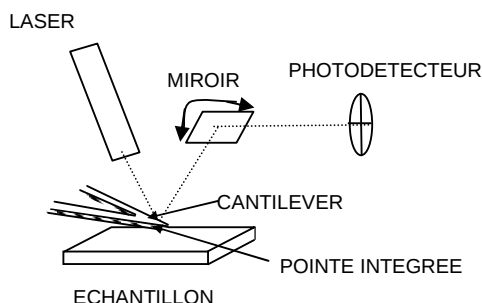


Figure III. 30 : Schéma de principe de l'AFM

Dans notre étude l'AFM est utilisé en mode *tapping*. Le cantilever oscille en surface de l'échantillon à une fréquence proche de sa fréquence de résonance et l'amplitude d'oscillation est choisie suffisamment élevée (typiquement supérieure à 20 nm) de façon à ce que la pointe traverse la couche de contamination habituellement présente sur toute surface analysée. La pointe ne vient que périodiquement en contact avec l'échantillon et les forces de friction sont ainsi évitées.

L'image en hauteur représente la topographie de la surface. La variation de l'amplitude d'oscillation est utilisée comme signal d'asservissement afin de corriger le déplacement en z, pour conserver l'amplitude constante et ainsi suivre la morphologie de surface.

L'AFM permet l'analyse topographique tridimensionnelle d'un échantillon avec une très haute résolution latérale et verticale. L'AFM utilisé pour notre étude est un AFM Nanoscope 2 de la marque Digital Instruments[®]. Les applications dans notre étude seront le dimensionnement des fissures induites lors des tests de nanoindentation coin de cube, et la détection de fissures sur des structures de premier niveau.

III.5. Méthode des éléments finis : application à la microélectronique

L'augmentation de la complexité des procédés et la diminution croissante des tailles des composants font que le risque de fissure est de plus en plus important dans les structures d'interconnexions. La méthode des éléments finis est utilisée ici pour évaluer le risque de fissure d'une structure d'interconnexion en comparant les valeurs critiques déterminées de manière expérimentale aux valeurs déterminées par éléments finis (paragraphe II.3). Les calculs éléments finis utilisés pour cette étude ont été réalisés sur le code commercial ANSYS[®].

Le principe général de résolution des problèmes de mécanique par méthode des éléments finis consiste à rechercher numériquement les valeurs des composantes du champ des déplacements en un réseau de points couvrant le solide étudié. Pour cela, les équations exprimant l'équilibre mécanique du solide, soumis à des conditions aux limites connues, sont exprimées sous une forme discrétisée appropriée, qui revient à un système d'équations linéaires. Ce système d'équations linéaires, d'autant plus volumineux que la discrétisation est fine, est inversé grâce à des méthodes numériques appropriées. La connaissance du champ des déplacements permet ensuite de calculer les déformations et les contraintes. Le calcul par éléments finis s'impose donc dès que les géométries étudiées sont trop complexes pour permettre des résolutions analytiques.

III.5.1. Etat de contrainte des structures

Pour notre étude nous devons dans un premier temps déterminer l'état de contrainte d'une structure après réalisation.

III.5.1.1. Structure : film mince + substrat

Pour un film mince déposé sur substrat, l'état de contrainte est déterminé de manière expérimentale (paragraphe III.1.3). Le niveau de contrainte ainsi obtenu est par la suite directement implanté dans le calcul avec l'aide de la commande « ISTRESS », qui permet de définir la contrainte résiduelle dans un matériau.

III.5.1.2. Structure d'interconnexion

Dans le cas d'une structure complexe (type interconnexions) deux options sont utilisées pour déterminer le niveau de contraintes. Tout au long de l'étude on supposera élastique le comportement des matériaux présents dans les interconnexions.

La première, la plus couramment utilisée, consiste à réaliser l'ensemble de l'architecture étudiée et à lui appliquer la dernière rampe de refroidissement que subit la structure [Rzepka, 1997].

La seconde, développée par l'équipe de simulation mécanique et thermique de l'Alliance Crolles 2 consiste à prendre en compte les étapes de procédé [Orain, 2004]. Lors du procédé damascène (paragraphe I.2) les étapes principales sont la réalisation du dépôt, la gravure et la rampe thermique. La méthodologie de simulation peut être divisée en 3 étapes numériques quelle que soit l'étape de procédé (dépôt (ajout) ou gravure (retrait)).

- 1) Tout d'abord la géométrie de la structure initiale, les propriétés thermo-mécaniques des matériaux, doivent être fournis avec l'état de contraintes correspondant au chargement thermique-mécanique réalisé avant le retrait ou l'ajout du matériau.
- 2) Par la suite, la nouvelle structure est alors construite en fonction de l'étape de procédé considérée. Dans le cas d'une gravure, les éléments correspondant au matériau enlevé sont désactivés. Dans le cas d'un dépôt, les éléments correspondant au matériau déposé seront activés. L'ajout ou le retrait de matière est réalisé par la commande « Birth and Death » de ANSYS[®]. Cette commande enlève ou rajoute de manière virtuelle les matériaux en divisant (ou en multipliant) leurs matrices de rigidité par un facteur 10^8 . L'équilibre mécanique de la structure globale (la structure initiale plus « le matériau ajouté » ou moins « le matériau enlevé ») est ainsi déterminée.
- 3) Pour finir la structure globale est refroidie à la température ambiante où les derniers états de contraintes sont déterminés pour fournir les conditions initiales à l'étape de procédé suivante.

III.5.2. Application de la mécanique de la rupture

Une fois défini l'état de contrainte dans la structure, nous pouvons y appliquer les outils de la mécanique de la rupture. Dans ce paragraphe nous présenterons tout d'abord les procédures numériques classiques, puis les différentes procédures testées sur ANSYS[®]. Il faut rappeler qu'actuellement le code ANSYS[®] ne présente pas de module spécifique pour réaliser des calculs de mécanique de la rupture pré-programmés, mais simplement quelques fonctions spéciales (calcul de J et de K,..).

III.5.2.1. Pointe de fissure

Maillage en toile d'araignée

Une pointe de fissure est une singularité géométrique. A son voisinage, la valeur des contraintes et déplacements divergent. Pour décrire au mieux le fort gradient des champs en pointe de fissure, il est essentiel d'utiliser un maillage en « toile d'araignée ». Ce maillage est créé à partir d'éléments quadrangles disposés en cercles concentriques autour de la pointe de la fissure (figure III.31). Le centre du maillage est composé par des éléments triangles. Ce maillage permet une transition progressive entre les éléments fins de la pointe de la fissure et les éléments de l'éprouvette.

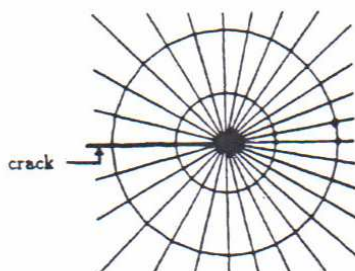


Figure III. 31 : Représentation du maillage en pointe de fissure [O'Dowd, 1992].

Eléments spéciaux

Pour des problèmes de mécanique de la rupture à deux dimensions, Shih [Shih, 1990] préconise l'utilisation d'éléments quadrangles à 9 nœuds. Il est possible de générer des éléments qui décrivent la singularité en contrainte ou en déformation de pointe de fissure. En élasticité, la singularité est de la forme $1/\sqrt{r}$. Selon Barsoum [Barsoum, 1976] et Henshell et Shaw [Henshell, 1975], ce type de comportement peut être décrit avec une meilleure précision en modifiant légèrement des éléments quadratiques à 8 (ou 9) nœuds. La figure III.32 montre un élément quadrangle à 8 nœuds qui a été dégénéré en triangle à 6 nœuds pour décrire une pointe de fissure.

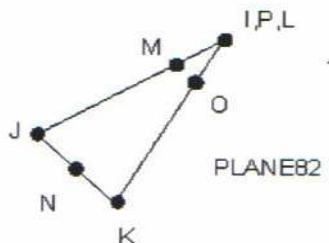


Figure III. 32 : Eléments spéciaux présents dans le code ANSYS®.

III.5.2.2. Méthodes numériques de détermination des facteurs d'intensité de contrainte [François, 1992]

Extrapolation du champ des contraintes ou des déplacements

Cette méthode est fondée sur la connaissance du champ des contraintes et des déplacements. L'utilisation d'éléments très fins est nécessaire de façon à bien représenter les forts gradients en pointe de fissure. Généralement, les éléments spéciaux sont utilisés pour donner les singularités en $1/\sqrt{r}$. Cette technique permet d'approcher K par défaut en utilisant le champ des contraintes, et d'approcher K en excès en exploitant le champ des déplacements. Néanmoins, cette méthode reste moins fiable que les méthodes basées sur un calcul énergétique.

Méthodes énergétiques

Cette catégorie de méthode est basée sur la relation K et G et sur la dérivation de l'inverse de la raideur. Cette méthode est relativement coûteuse, puisque deux maillages sont nécessaires. De plus leurs finesses doivent être comparables, afin d'éviter des erreurs numériques. Il est à noter que la quantité calculée est G et que dans le cas de modes mixtes (I+II), il est délicat de déterminer directement K_I et K_{II} .

Méthode de perturbation :

Cette méthode est basée sur le calcul de la variation d'énergie en déplaçant le nœud correspondant à l'extrémité de la fissure. Cette méthode, proposée par Parks [Parks, 1974], n'exige pas d'éléments spéciaux en pointe de fissure. Par ailleurs, elle est moins coûteuse que la méthode d'extrapolation du champ de contraintes ou de déplacements n'utilisant que la solution correspondant à une longueur de fissure donnée. En outre, elle est assez facile d'emploi pour des problèmes tridimensionnels.

Cette méthode est présentée sur la figure III.33. De manière schématique, on y voit, un maillage correspondant à la position initiale de la fissure et un maillage déplacé lors d'une avancée δl de la fissure, par rapport au maillage initial en pointillés. Le contour Γ_I reste inchangé ; seul le contour Γ_0 , au voisinage immédiat de la fissure est déplacé lorsque la fissure est avancée de δl .

Soit $[K]$ la matrice de raideur, Parks a montré que le taux de restitution d'énergie se détermine à l'aide de la formule suivante :

$$G = -\frac{1}{2} {}^t u \frac{d[K]}{dl} u \quad (\text{III. 41})$$

où ${}^t u$ correspond au vecteur déplacement transposé de u avec,

$$[K] = \sum_{i=1}^{N_c} [k_i^c] \quad (\text{III. 42})$$

où $[k_i^c]$ correspond à la matrice de raideur d'un élément situé entre les contours Γ_0 et Γ_I et N_c est le nombre de ces éléments de la région perturbée. A la différence de la méthode précédente, on modifie seulement quelques éléments de la matrice raideur.

Bien que cette méthode présente des avantages, les inconvénients sont similaires à ceux de la méthode d'extrapolation du champ des contraintes ou des déplacements dans le cas où la fissure est soumise à des modes d'ouverture mixtes. En effet, elle est également basée sur le calcul de G .

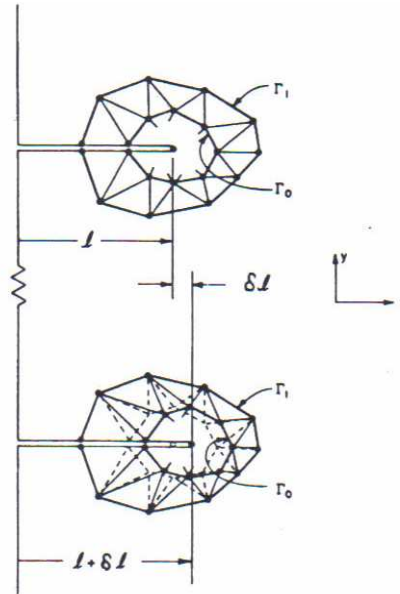


Figure III.33 : Représentation schématique de la méthode de perturbation [François, 1992].

Méthode faisant appel à l'intégrale J

Cette méthode a l'avantage de s'appliquer à un grand nombre de cas (élastique, plastique ou viscoplastique). Elle fait appel à l'intégrale de contour J qui représente l'énergie élastique restituée au cours d'une avancée virtuelle infinitésimale de la fissure. Cette méthode est de ce fait proche de la précédente (voir paragraphe II.1.2.2).

Méthode VCCT (Virtual Crack Closure Technique)

La méthode VCCT utilise le produit des forces nodales et de la différence des déplacements des nœuds pour calculer tous les éléments du taux de restitution d'énergie pour chaque mode. Cette méthode est basée sur deux principales hypothèses [Krueger, 2004]:

- L'énergie restituée (ΔE) quand la fissure (figure III.34) s'étend de Δa de $(a + \Delta a)$ (nœud i) à $(a + 2\Delta a)$ (nœud k) est identique à l'énergie nécessaire pour fermer la fissure entre les positions i et k, et les forces requises pour fermer la fissure sont identiques aux forces agissant sur la surface haute et basse de la fissure fermée.
- Une extension de fissure de $(a + \Delta a)$ à $(a + 2\Delta a)$ n'affecte pas de manière significative l'état en pointe de fissure. C'est pourquoi, les déplacements relatifs des 2 lèvres derrière la pointe de fissure au nœud i quand la fissure se trouve au nœud k, sont approximativement égaux aux déplacements relatifs derrière la pointe de fissure au nœud ℓ quand la fissure se trouve au nœud i.

Dans ce modèle à deux dimensions, les composantes des modes I et II du taux de restitution d'énergie sont calculés de manière suivante :

$$G_I = \frac{1}{2\Delta a} Z_i \cdot (w_\ell - w_\ell^*)$$

$$G_{II} = \frac{1}{2\Delta a} X_i \cdot (u_\ell - u_\ell^*)$$
(III. 43)

où Δa est la longueur de fissure, X_i et Z_i sont respectivement les forces de cisaillement et d'ouverture à la pointe de fissure au nœud i . Les déplacements relatifs derrière la pointe de la fissure, Δu_ℓ , Δw_ℓ respectivement les déplacements de cisaillement et d'ouverture, sont calculés à partir des déplacements de la face de fissure supérieure u_ℓ, w_ℓ pour le nœud ℓ et des déplacements des nœuds de la face de fissure inférieure u_ℓ^* et w_ℓ^* pour le nœud ℓ^* . L'exposant * traduit la position du nœud sur la face inférieure de la fissure.

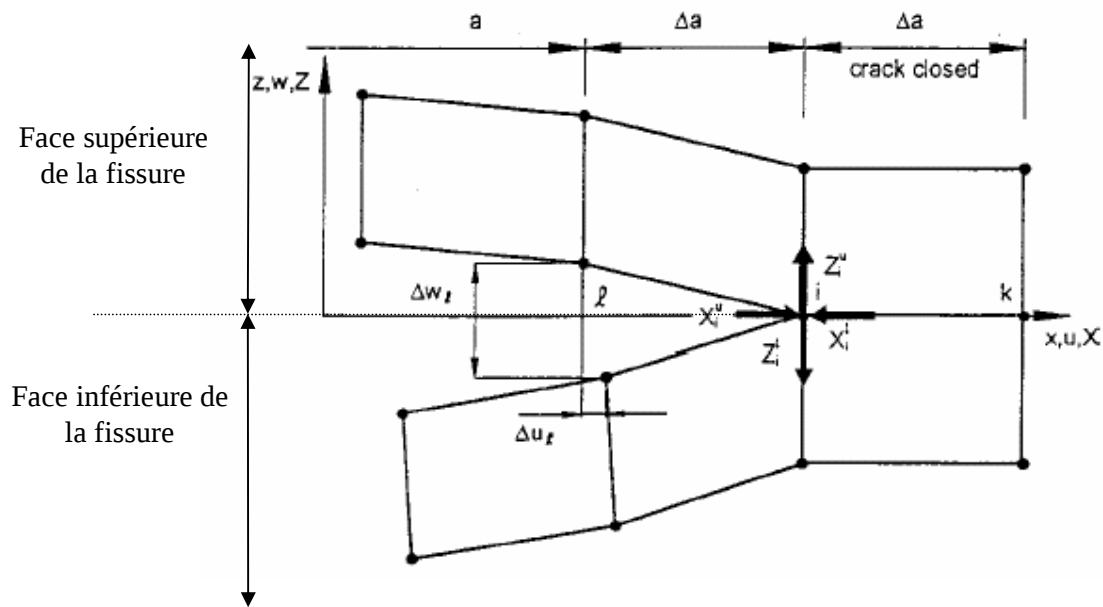


Figure III. 34 : Utilisation de la méthode VCCT en 2D [Krueger, 2004].

Méthode Ambrico

Ambrico [Ambrico, 2002] propose une technique nécessitant deux programmes éléments finis. Le premier programme consiste à évaluer les contraintes le long de l'interface pour la structure intacte, le second permet d'évaluer les déplacements relatifs des 2 faces de l'interface étudiée dans la structure fissurée. Le taux de restitution d'énergie est déterminé à partir de :

$$G_{ss} = \frac{1}{2h} \int_0^h \left[\sigma(z) (u_n^+(z) - u_n^-(z)) + \tau(z) (u_t^+(z) - u_t^-(z)) \right] dz \quad (\text{III. 44})$$

où z est la distance le long de la fissure, σ et τ la contrainte normale et de cisailage agissant sur le plan de la fissure avant son ouverture ; u_n et u_t sont les déplacements normal et tangentiel des lèvres de la fissure lors de la fissuration. h est la longueur de la fissure étudiée. Les exposants (+/-) traduisent le fait que le déplacement des lèvres n'est pas forcément symétrique sur les lèvres de la fissure.

Nodal Release Energy (NRE)

Cette méthode développée par l'équipe de simulation mécanique et thermique de l'Alliance Crolles2 est une amélioration de la méthode précédente [Fiori, 2005]. Elle nécessite deux programmes, le premier sur la structure non fissurée qui permet de déterminer les forces et le second qui permet de déterminer les déplacements sur la structure fissurée. Pour chaque nœud i , sur une fissure de longueur Δa , le taux de restitution d'énergie est égal à :

$$G_{tot} = \frac{1}{2\Delta a} \sum_{i=1 \text{ à } n} (F_i \cdot (u_i^+ - u_i^-)) \quad (\text{III. 45})$$

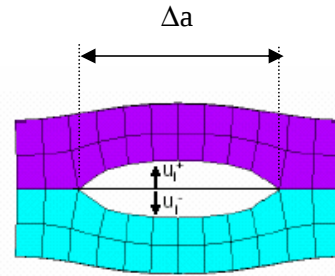


Figure III. 35 : Représentation de la méthode NRE

Comparatif et méthode choisie

Le paragraphe suivant résume pour chaque méthode utilisée ses avantages et ses inconvénients.

Extrapolation des champs de contraintes

Cette méthode présente l'avantage d'utiliser un seul programme où le maillage et le calcul de K utilisent des fonctions déjà implantées dans ANSYS®. Cependant, les cas de calculs sont limités à des mono-matériaux, et à des chargements non thermiques, dans l'hypothèse d'un comportement élastique.

Intégrale J

Cette méthode comme la précédente ne nécessite qu'un seul programme avec un maillage en toile d'araignée au niveau de la pointe de fissure avec des éléments spéciaux. Elle n'est pas applicable lors des chargements thermiques : en effet il peut y avoir de brusques variations dans la direction du chargement appliqué, ce qui ne peut pas être intégré correctement avec la formule (II.14). De plus son application en 3D est difficile à mettre en place en raison de la complexité d'application de l'intégrale de contour en 3D.

Méthode VCCT

Cette méthode nécessite un seul programme qui doit permettre de faire la distinction entre la partie haute et basse de la fissure, et un maillage spécifique en toile d'araignée à la pointe de la fissure. A l'aide de ce programme il est possible de dissocier les différentes composantes du taux de restitution d'énergie. Cependant lorsque l'on aborde un problème à 3D, la formulation du taux de restitution d'énergie est beaucoup plus complexe ainsi que la représentation géométrique de la fissure dans le modèle Eléments Finis.

Méthode Ambrico

Cette méthode nécessite deux programmes pour déterminer la formule (III. 44), sans maillage spécifique en pointe de fissure. Cette méthode permet également de distinguer la contribution normale et tangentielle de l'énergie et par là-même de déterminer la mixité modale qui s'exerce sur une fissure. Cependant cette formule utilise l'extraction de contraintes qui sont des extrapolations numériques des forces appliquées aux nœuds de la structure.

Méthode NRE

Cette méthode, développée à partir de la méthode Ambrico, permet un calcul plus rigoureux du taux de restitution d'énergie moyenné sur l'ensemble de la fissure. Cette méthode est relativement simple à appliquer à un problème à 3D. Cependant cette formulation ne permet pas de distinguer la mixité modale qui s'exerce sur une fissure.

Méthodes choisies

Pour cette étude, les deux méthodes numériques choisies pour calculer le taux de restitution moyenné sur la longueur de fissure sont la méthode Ambrico et la méthode NRE. Les résultats de calculs obtenus pour la détermination de taux de restitution moyenné pour des structures films minces sur substrat seront présentés dans le chapitre IV. Les résultats d'analyse de la tenue mécanique de structures d'interconnexions seront quant à eux présentés au chapitre V.

III.6. Conclusion

Ce paragraphe présente les méthodes de caractérisation et de simulation utilisées pour notre étude.

Pour déterminer la résistance à rupture des films diélectriques (chapitre IV), on procédera tout d'abord à leurs caractérisations physico-chimique et mécaniques. La mesure de leur épaisseurs nécessaire pour déterminer les propriétés mécaniques sera réalisée par ellipsométrie, les caractéristiques physico-chimiques seront quant à elles analysées au FTIR. Le module de Young réduit et la dureté seront déterminés par nanoindentation Berkovich et le coefficient de Poisson par spectroscopie Brillouin. La résistance à la rupture proprement dite de ces matériaux sera déterminée par nanoindentation coin cube et par flexion 4 points sur des échantillons préalablement clivés.

La résistance à rupture des structures d'interconnexions (chapitre V) sera évaluée expérimentalement par flexion 3 points sur des échantillons structuraux préalablement clivés, puis la détection des fissures sera réalisée par analyse topographique MEB-FEG, FIB ou AFM. L'intégrité mécanique des interconnexions basée sur le critère de propagation ou sur le critère d'amorçage sera réalisée à partir de calculs numériques réalisés à partir des méthodes Ambrico ou NRE. Les résultats obtenus seront comparés si possible aux mesures de fissuration adhésive déterminées en flexion 4 points et aux résultats de fissuration cohésive sur films diélectriques.

III.7. Bibliographie

- [**Ambrico, 2002**] J.M. Ambrico, E.E. Jones, M.R Begley, *Cracking in thin multi-layers with finite-width and periodic architectures*, International Journal of Solids and Structures, volume 39, pp. 1443-1462, 2002.
- [**Anstis, 1981**] G.R. Anstis, P.Chantikul, B.R. Lawn, and D.B. Marshall, *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness : I Direct crack measurements*, Journal of the American Ceramic Society, volume 64, pp.535-538, 1981.
- [**Barsoum, 1976**] R.S. Barsoum, *On the use of isoparametric finite element in linear fracture mechanics*, International Journal for Numerical Methods in Engineering, volume 10, pp.25-37,1976.
- [**Bhattacharya, 1988**] A.K. Bhattacharya, W.D. Nix, *Finite analysis for cone indentation*, International Journal of Solids and Structures, volume 24, pp. 1287-1298, 1988.
- [**Bohm, 2004**] C. Bohm, T. Hauck, W.H. Muller, A. Juritza, *Probability of silicon fracture in molded packages*, 5th International conference on thermal and mechanical Simulation and Experiments in Micro-electronics and Micro-systems, Proceedings of Eurosime2004, édité par L.J Ernst, G.Q. Zhang, P. Rodgers, M. Meuwissen, S. Marco, O. de Saint-Leger.
- [**Brantley, 1973**] W.A. Brantley, *Calculated elastic constant for stress problem associated with semiconductor devices*, Journal of Applied Physics, volume 44, pp.534-535, 1973.
- [**Brongersma, 2004**] S.H. Brongersma, D. Degryse, J. Souiller, B. Vandeveld, K. Maex, *Cross-section nano-indentation for rapid adhesion evaluation*, Materials Research Society Symposium Proceedings, volume 812, F5.5, 2004.
- [**Charalambides, 1989**] P.G. Charalambides, J. Lund, A.G. Evans, R.M. McMeeking, *A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interface*, Journal of Applied Mechanics, volume 56, pp. 77-82, 1989.
- [**Cherault, 2006**] N. Cherault, *Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexion dans les circuits sub-microélectroniques*, Thèse Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [**Coletti, 2005**] G. Coletti, C.J.J. Tool and L. J. Geerligs, *Mechanical strength of silicon wafers and its modelling*, 15th Workshop on Crystalline Silicon Solar Cells & Modules: Materials and Processes, Vail Colorado, USA, communication orale, 2005.
- [**Dauskardt, 1998**]. R.H. Dauskardt, M. Lane, Q. Ma, N. Krishna, *Adhesion and debonding of multi-layer thin film structures*, Engineering Fracture Mechanics, volume 61, pp. 141-162, 1998.
- [**Delette, 2005**] G. Delette, H. Giraud, *Caractérisation de la résistance mécanique en flexion 4pts de substrats en silicium en fonction du mode de prélèvement*, Rapport technique CEA, 2005.
- [**Doerner, 1986**] M.F. Doerner, W.D. Nix, *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*, Journal of Materials Research, volume 1, pp. 601-609, 1986.
- [**Field, 2003**] J.S Field, M.V Swain, R.D Dukino, *Determination of fracture toughness from extra penetration produced by nanoindentation induced pop-in*, Journal of Materials Research, volume 18, pp 1412-1419, 2003.
- [**Fiori, 2005**] V. Fiori, X. Zhang, T.Y Tee, *Multilevel numerical analysis on the reliability of the Cu/Low-k interconnect in FCBGA Package*, 7th electronics packaging technology conference, Singapore, communication orale, 2005
- [**Fisher-Cripps, 2000**] A.C. Fisher-Cripps, *Introduction to contact mechanics*, Springer-Verlag, New-York, 2000.

- [**Fischer-Cripps, 2004**] A.C. Fisher-Cripps, *Nanoindentation*, Springer, New-York, 2004.
- [**François, 1992**] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux*, Hermès, volume 1 et 2, 1992.
- [**Gao, 1992**] H. Gao, C.H. Chiu, J. Lee, *Elastic contact versus indentation modeling of multilayered materials*, International Journal of Solids and Structures, volume 29, pp.2471-2492, 1992.
- [**Guyer, 2006**] E.P. Guyer, M. Patz, R.H. Dauskardt, *Fracture of nanoporous methyl silsesquioxane thin-film glasses*, Journal of Materials Research, volume 21, pp. 882-894, 2006.
- [**Henshell, 1975**] R.H. Henshell, K.G. Shaw, *Crack tip finite elements are unnecessary*, International Journal of Numerical Methods in Engineering, volume 9, pp. 495-507, 1975.
- [**Hertz, 1896**] :H. Hertz, *On the contact of elastic solids*, J. Reine Angew. Math. volume 92, 1881, pp.156-171,. Translated and reprinted in English in Hertz's miscellaneous papers, Macmillan &Co., London, 1896.
- [**Huang, 2005**] Z. Huang, Z. Suo, G. Xu, J.He, J.H. Prévost, N. Sukumar, *Initiation and arrest of an interfacial crack in a four-point bend test*, Engineering Fracture Mechanics, volume 72, pp. 2584-2601, 2005.
- [**Hutchinson, 1992**] Hutchinson J.W., Suo Z., *Mixed mode cracking in layered materials*, Advances in Applied Mechanics, volume 29, pp.63-191, 1992.
- [**King, 1987**] R.B. King, *Elastic Analysis of some punch problems for a layered medium*, International Journal of Solids and Structures, volume 23, pp.1657-1664, 1987.
- [**Krueger, 2004**] R. Krueger, *Virtual crack closure technique : history, approach and applications*, Applied mechanics review, volume 57, pp 109-143, 2004.
- [**Laugier, 1987**] M.T. Laugier, *Palmqvist indentation in WC-Co composites*, Journal of Materials Science Letters, volume 6, pp.897-900, 1987.
- [**Lawn, 1975**] B.R. Lawn, T.R. Wilshaw, *Fracture of brittle solids*, Cambridge University Press, Londres, 1975.
- [**Lawn, 1980**] B.R. Lawn, A.G. Evans, and D.B. Marshall, *Elastic/plastic indentation damage in ceramics : the median/radial crack system*, Journal of the American Ceramic Society, volume 63, pp. 574-581, 1980.
- [**Ma, 1995**] Q. Ma, H. Fujimoto, P. Flinn, V. Jain, F. Adibi-Rizi, F. Moghadam, R.H. Dauskardt, *Quantitative measurement of interface fracture energy in multi-layer thin film structures*, Materials Research Society Symposium Proceedings, volume 391, pp. 750-780, 1995.
- [**Ma, 1998**] Q. Ma, J. Xie, S. Chao, S. El-Mansy, R. McFadden, H. Fujimoto, *Channel cracking technique for toughness measurement of brittle thin films on silicon substrates*, Material Research Society Symposium Proceedings, volume 516, pp. 331-336, 1998.
- [**Mencik, 1997**] J. Mencik, D. Munz, E. Quandt, E.R. Weppelmann, M. V. Swain, *Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation*, Journal of Materials Research, volume 12, pp. 2475-2484, 1997.
- [**Merill, 2004**] C.C. Merrill, P.S. Ho, *Effect of mode-mixity and porosity on interfacial fracture of low-k dielectrics*, Materials Research Society Symposium Proceedings, volume 812, F5.7, 2004.
- [**Nizzoli, 1985**] F. Nizzoli, *Effective elastic constants of superlattices of any symmetry*, Proceedings of the 17th International Conference on the Physics of Semiconductors, edited by J. D. Chadi and W. A. Harrison (Springer-Verlag, New York, 1985), p. 1145-1150.
- [**O'Dowd, 1992**] N.P. O'Dowd, C.F. Shih, M.G. Stout, *Test geometries for measuring interfacial fracture toughness*, International Journal of Solids Structures, volume 29, pp. 571-598, 1992.

- [**Oliver, 1992**] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, Journal of Materials Research, volume 7, pp. 1564-1583, 1992.
- [**Oliver, 2004**] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation*, Journal of Materials Research, volume 19, pp. 3-20, 2004.
- [**Orain, 2004**] S. Orain, J-C Barbé, X. Ferderspiel, P. Legallo, H. Jaouen, *FEM-based method to determine mechanical stress evolution during Process flow in microelectronics. application to stress –voiding*, 5th International Conference on Thermal and Mechanical Simulation and Experiments in Micro-electronics and Micro-systems, Proceedings of Eurosime2004, édité par L.J Ernst, G.Q. Zhang, P. Rodgers, M. Meuwissen, S. Marco, O. de Saint-Leger.
- [**Parks, 1974**] D.M. Parks, *A stiffness derivative finite element technique for determination of crack tip stress intensity factor*, International Journal of Fracture, volume 10, pp. 487-502, 1974.
- [**Pharr, 1992**] G.M. Pharr, W.C. Oliver, *Measurement of thin-film mechanical properties using nanoindentation*, Materials Research Society Bulletin, volume 17, pp. 28-33, 1992.
- [**Rzepka, 1997**] S. Rzepka, *Three-dimensional finite elements simulation of electro and stress migration effects in interconnect lines*, Material Research Society Symposium Proceedings, volume 473, pp. 632-638, 1997.
- [**Sanchez, 1999**] J.M. Sanchez, S. El-Mansy, B.Sun, T. Sherban, N. Fang, D.Pantuso, W.Ford, M.R. Elizalde, J.M. Martinez-Esnaola, A. Martin-Meizoso, J. Gill-sevillano, M. Fuentes, J. Maiz, *Cross-sectional nanoindentation: a new technique for thin film interfacial adhesion characterization*, Acta Materialia, Volume 47, pp. 4405-4413, 1999.
- [**Shih, 1990**] C.F. Shih, *Cracks on bimaterials interfaces : elasticity and plasticity aspect*, Materials Science and Engineering, volume A143, pp.77-90, 1990.
- [**Sneddon, 1948**] I.N. Sneddon, *Boussineq's problem for a rigid cone*, Proc. Cambridge Philos. Soc., volume 44, pp 492-507, 1948.
- [**Stoney, 1909**] G. G. Stoney, *The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis*, Proceedings of the Royal Society of London, vol. A82, pp.172-175, 1909.
- [**Townsend, 1987**] P.H. Townsend, D.M. Barnett, T.A. Brunner, Journal of Applied Physics, volume 62, pp. 4438-4444, 1987.
- [**Viktorov, 1967**] I.A Viktorov, *Rayleigh and Lamb Waves*, Physical Theory and Applications, Plenum Press, New-York, 1967.
- [**Volinsky, 1999**] A.A Volinsky, N.I Tymiak, M.D. Kreise, W.W. Gerberich and J. W Hutchinson, *Quantitative modeling and measurement of copper thin film adhesion*, Materials Research Society symposium, volume 539, pp 277-290, 1999.
- [**Volinsky, 2003**] A.A. Volinsky, J.B. Vella, W.W. Gerberich, *Fracture toughness, adhesion and mechanical properties of low-k dielectric thin films measured by nanoindentation*, Thin Solid Films, volume 429, pp.201-210, 2003.
- [**Weibull, 1951**] W.Weibull, *A statistical strength distribution function of wide applicability*, Journal of Applied Mechanics, pp. 293-297, 1951.
- [**Williams, 1995**] D.H. Williams, I. Fleming, *Spectroscopic methods in organic chemistry*, 5th Edition, University Press, Cambridge, 1995.
- [**Yonenaga, 1998**] I. Yonenaga, *Mechanical Strength of Silicon wafers*, Material Japan, volume 37, pp.1018-1021, 1998.

CHAPITRE IV

Etude de la fissuration des films diélectriques

Sommaire :

IV.1. Fissuration dans les films pré-contraints	101
IV.1.1. Description	101
IV.1.1.1. Constante de force motrice Z et épaisseur critique h_c	101
IV.1.1.2. Types de fissures dans les films pré-contraints	101
IV.1.2. Modélisation analytique	103
IV.1.2.1. Fissuration canalisée complète	103
IV.1.2.2. Fissuration canalisée partielle	105
IV.1.3. Modélisation numérique	106
IV.2. Fissuration sous-critique des céramiques silicatées	108
IV.3. Elaboration des films diélectriques	110
IV.3.1. Oxyde de silicium	111
IV.3.2. Oxyde de silicium dopé au carbone (SiOCH) déposé par PECVD	111
IV.3.3. Oxyde de silicium dopé au carbone (SiOCH) déposé par spin-on	111
IV.4. Propriétés physico-chimiques et mécaniques	111
IV.4.1. Propriétés physico-chimiques	111
IV.4.1.1. Oxyde de silicium	111
IV.4.1.2. SiOCH PECVD	112
IV.4.1.3. SiOCH spin-on	113
IV.4.2. Propriétés mécaniques	114
IV.4.3. Effet de l'environnement	116
IV.5. Etude de ténacité par nanoindentation	117
IV.5.1. Etude préliminaire	117
IV.5.2. Protocole	119
IV.5.3. Films USG	120
IV.5.4. SiOCH PECVD	121
IV.5.5. SiOCH spin-on	123
IV.5.6. Modèle proposé	124
IV.5.7. Conclusion	127
IV.6. Etude de ténacité par flexion	127
IV.6.1. Protocole	128
IV.6.2. Films USG	128
IV.6.3. SiOCH PECVD	130
IV.6.4. SiOCH spin-on	134
IV.6.5. Conclusion	135
IV.7. Comparaison entre les deux méthodes	135
IV.8. Conclusion	138
IV.9. Bibliographie	139

IV.1. Fissuration dans les films pré-contraints

IV.1.1. Description

IV.1.1.1. Constante de force motrice Z et épaisseur critique h_c

Soit une fissure (adhésive ou cohésive) dans une couche mince sur substrat. Une constante adimensionnelle Z est définie de manière à ce que le taux de restitution d'énergie pour la fissure s'écrive sous la forme :

$$G = \frac{Z\sigma^2 h}{E_f} \quad (\text{IV. 1})$$

Cette écriture est analogue à celle d'une fissure dans un matériau homogène (paragraphe II.1.1.).

Le nombre Z est sans dimension et indique la tendance (*driving force*) à la propagation d'une fissure dans une configuration donnée. Il dépend uniquement de la géométrie de la fissure et des différences de propriétés élastiques entre le film et le substrat.

L'équation (IV.1) fournit un paramètre géométrique limitant qui correspond à l'épaisseur critique de film h_c . En effet connaissant les propriétés mécaniques et la contrainte pour un système film/substrat, toute fissuration est impossible si l'épaisseur du film est plus petite que l'épaisseur critique donnée par l'équation (IV.2) :

$$h_c = \frac{Z\sigma^2 G_c}{E_f} \Leftrightarrow \text{d'où à épaisseur donnée } \sigma_c^2 = \frac{Eh}{ZG_c} \quad (\text{IV. 2})$$

où G_c correspond au taux de restitution critique du matériau du film.

IV.1.1.2. Types de fissures dans les films pré-contraints

Les types de fissures les plus couramment rencontrés dans les films précontraints sont présentés sur la figure IV.1, où les valeurs de Z sont précisées pour les différentes fissures dans le cas où le film et le substrat ont les mêmes propriétés élastiques. De plus le substrat est supposé semi-infini.

Dans le cas général, Z doit être calculé par une procédure numérique (paragraphe IV.1.3).

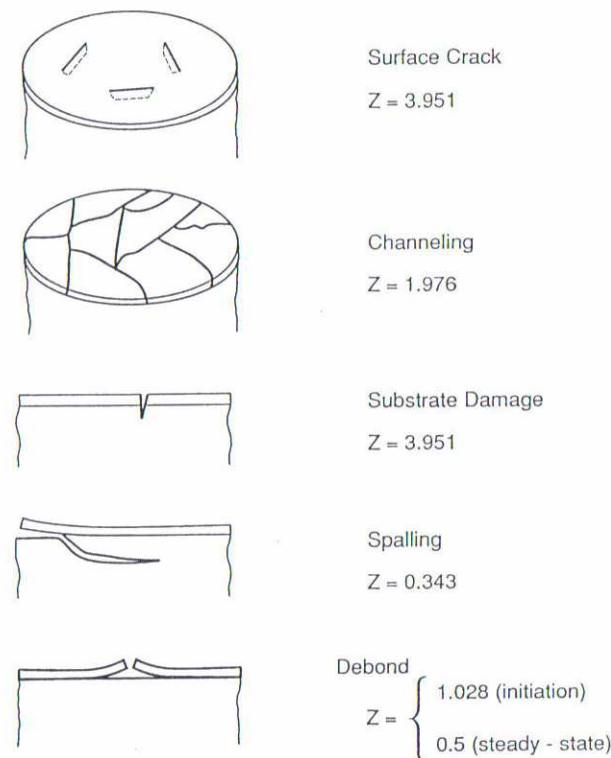


Figure IV.1 : Type de fissures les plus couramment observées dans les films minces pré-contraints. Pour chaque géométrie de fissure Z est précisé dans le cas où le film et le substrat possèdent les mêmes propriétés élastiques [Hutchinson, 1992].

La fissure de surface (Surface crack)

La fissure de surface est nucléée à partir d'un défaut de surface et arrêtée par l'interface. Cependant la contrainte n'est pas suffisante pour la fissuration canalisée le long du film. La force motrice pour les fissures de surface est élevée, comme indique la forte valeur de Z (donc la contrainte suffisante pour les provoquer est faible).

La fissure canalisée (Channeling)

La fissuration canalisée est instable. Une fois activée, elle ne s'arrêtera que si la fissure rencontre le bord du film ou une autre fissure. De ce fait, un réseau peut être créé par connexion des fissures, et le film sera complètement fissuré comme l'indique la figure IV.2 (faïençage).

Endommagement du substrat (Substrate damage)

Les fissurations dans le film peuvent endommager le substrat. La valeur de Z est la plus élevée de la liste avec celle de la fissure de surface. De telles fissures peuvent être stabilisées à une certaine profondeur lorsque la contrainte de traction est localisée dans le film. Cependant, la fissure peut dévier et s'orienter parallèlement à l'interface.

Fissuration dans le substrat parallèle à l'interface (Spalling)

La fissure est amorcée à partir d'un bord puis se propage dans l'interface et est déviée dans le substrat. A partir d'une certaine profondeur, la fissure choisit une direction où elle reste parallèle à l'interface (trajet de fissuration gouverné par $K_{II}=0$).

Délaminage entre film et substrat (Debond)

Le délaminage peut être amorcé à partir des défauts de bords ou des fonds de fissures canalisées. Cette fissuration est stable : en effet la force motrice est plus forte pour amorcer la fissure que pour la propager le long du chemin de délaminage. Ce type de fissure est utilisé pour le test de délaminage (paragraphe III.3.2.4).

Notre étude se limitera à la fissuration canalisée partielle ou complète des films minces.

IV.1.2. Modélisation analytique

Lors de la fissuration canalisée complète ou partielle des films minces, les faces de la fissure sont soumises avant décohésion à un chargement uniformément réparti, σ . Pour la mécanique de la rupture, ceci est équivalent à la rupture d'un film soumis à une contrainte uniforme avant l'introduction de la fissure. Cette contrainte peut être une contrainte résiduelle dans le film, d'origine thermique ou intrinsèque, thermique ou une contrainte appliquée. Les deux géométries de fissures étudiées - fissuration canalisée complète ou partielle - sont représentées sur la figure IV.2.

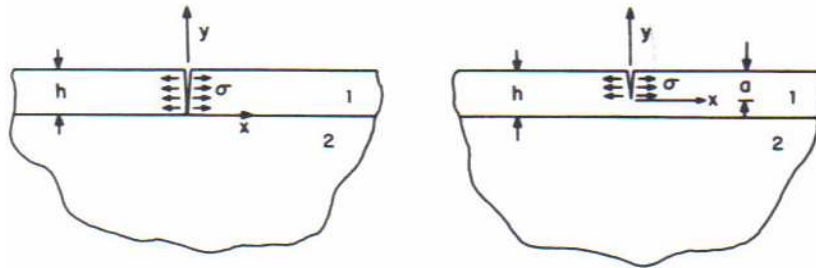


Figure IV.2 : Géométrie de la fissuration canalisée complète ou partielle [Beuth, 1992].

Dans les deux cas on considère un problème élastique en déformations planes où une seule fissure est introduite dans un film isotrope (matériau 1) d'épaisseur h qui est adhérent à un substrat semi-infini isotrope (matériau 2).

IV.1.2.1. Fissuration canalisée complète

Dans ce cas, la pointe de fissure se trouve au niveau de l'interface et les contraintes en pointe de fissure sont de la forme

$$\sigma_{xx}(0, y) = C_1 \frac{\sigma h^s}{(-y)^s} \quad (IV. 3)$$

où C_I est une fonction adimensionnelle dépendant de α et de β (coefficients de Dundurs). L'exposant de singularité, s , est une fonction de α et de β et satisfait l'équation suivante :

$$\cos(s\pi) - 2 \frac{\alpha - \beta}{1 - \beta} (1 - s)^2 + \frac{\alpha - \beta^2}{1 - \beta^2} = 0 \quad (\text{IV. 4})$$

Où s prend la valeur 0,5 dans le cas où le film et le substrat ont les mêmes propriétés élastiques. Pour la géométrie, le facteur d'intensité de contrainte (en mode I pour des raisons de symétrie de chargement) est défini comme :

$$K_I = \lim_{y \rightarrow 0} \left[(-2\pi y)^s \sigma_{xx}(0, y) \right] \quad (\text{IV. 5})$$

Où K_I a pour dimension la contrainte multipliée par (longueur)^s.

La solution présentée par Beuth pour le problème d'un film mince complètement fissuré introduit les quantités adimensionnelles suivantes :

$$f(\alpha, \beta) = \frac{K_I}{\sigma(\pi h)^s}, \quad (\text{IV. 6}) \quad g(\alpha, \beta) = \frac{\int_0^h \delta(y) dy}{\pi \frac{\sigma}{E_1} h^2} \quad (\text{IV. 7}) \quad \delta^*(\alpha, \beta) = \frac{\delta(h)}{\frac{\sigma}{E_1} h} \quad (\text{IV. 8})$$

E_1 est le module biaxial du film, $\delta(y)$ est le déplacement relative des lèvres de fissures à une ordonnée y , $f(a, b)$ est le facteur d'intensité de contrainte adimensionnel, $g(a, b)$ est l'intégrale du déplacement de la fissure adimensionnel. $\delta^*(\alpha, \beta)$ est le déplacement de l'ouverture de fissure adimensionnel évalué à la surface du film ($y=h$). Vlassak [Vlassak, 2003] a déterminé pour différents rapports d'épaisseur de films sur substrats les fonctions $f(\alpha, \beta)$, $g(\alpha, \beta)$. Dans le cas où n'existe aucune différence de propriétés élastiques, la valeur obtenue peut être déduite de ΔE , la variation d'énergie élastique par unité de profondeur dans le système film/substrat. ΔE est déduit de la formule :

$$\Delta E = \frac{\sigma}{2} \int_0^h \delta(y) dy \quad (\text{IV. 9})$$

Dans les conditions d'équilibre, la fissure canalisée se propage transversalement sur toute l'épaisseur, la fissure se décrit alors en trois dimensions (figure IV.3). Le facteur d'intensité de contrainte sur le front de fissure qui progresse dans un matériau s'exprime en $\text{MPa.m}^{0.5}$ selon la formule (II.1) avec Z défini comme sur la figure IV.1.

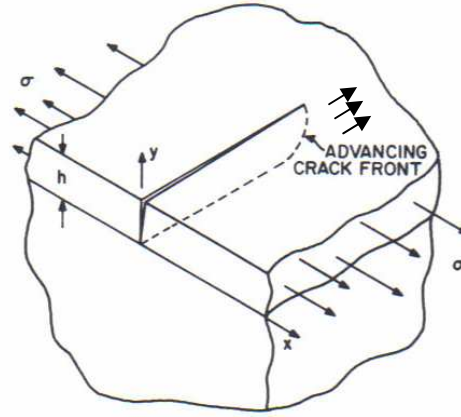


Figure IV.3 : Fissuration canalisée complète le long d'un film dans des conditions d'équilibre [Beuth, 1992]

Le taux de restitution d'énergie d'une fissure canalisée en propagation stationnaire lorsque la fissure canalisée est suffisamment développée, peut être obtenu sans avoir recours à une analyse tridimensionnelle. Nakamura et Kamath [Nakamura, 1992] ont montré que si la fissure avait une longueur deux fois plus grande que l'épaisseur du film, on se trouve dans des conditions stationnaires.

Dans ce cas le travail total dépensé par unité de longueur de fissure peut être déterminé par la soustraction de l'énergie stockée dans un plan de coupe (xy) loin derrière le front de fissure par rapport à un plan de coupe (xy) loin devant le front de fissure. Le travail total libéré par unité de fissure est égal à ΔE . La quantité $\Delta E/h$ doit être alors égale au taux de restitution d'énergie pour la fissuration canalisée stationnaire, G_{ss} . En utilisant la définition de $g(\alpha, \beta)$ (IV.7), le taux de restitution d'énergie pour le mode I dans les conditions stationnaires est donné par :

$$G_{ss} = \frac{1}{2} \frac{\sigma^2 h}{E_1} \pi g(\alpha, \beta) \text{ ou } K = \sqrt{Zh} \sigma \quad (\text{IV. 10})$$

IV.1.2.2. Fissuration canalisée partielle

Puisque la pointe de fissure se trouve dans le film, le film partiellement rompu présente une singularité de contrainte de la forme $r^{-1/2}$. Dans ce cas le facteur d'intensité de contrainte est défini de la manière suivante :

$$K_I = \lim_{y \rightarrow 0^-} \left[\sqrt{(-2\pi y)} \sigma_{xx}(0, y) \right] \quad (\text{IV. 11})$$

Pour la fissuration partielle deux quantités analogues à f et g sont définies :

$$F(\alpha, \beta, \frac{a}{h}) = \frac{K_I}{\sigma(\pi h)^{1/2}}, \quad (\text{IV. 12}) \quad G(\alpha, \beta, \frac{a}{h}) = \frac{\int_0^h \delta(y) dy}{\pi \frac{\sigma}{E_1} ah} \quad (\text{IV. 13})$$

Z. Suo [Suo, 1989] propose une formule approchée pour définir la fonction F dans les configurations films souples sur substrat rigide:

$$\frac{K}{\sigma\sqrt{\pi h}} = F\left(\alpha, \beta, \frac{a}{h}\right) \propto \left(\frac{a}{h}\right)^{1/2} \left(1 - \frac{a}{h}\right)^{1/2-s} \left(1 + \frac{\lambda a}{h}\right) \quad (\text{IV. 14})$$

Où α et β sont les coefficients de Dundurs qui permettent de déterminer la singularité s et λ un paramètre d'approximation. L'expression de F est définie de manière à satisfaire les critères suivants :

- F doit approcher $1,1215\left(\frac{a}{h}\right)^{1/2}$ pour le cas où film et substrat ont les mêmes propriétés élastiques.
- F doit approcher $1,1215\left(\frac{a}{h}\right)^{1/2}$ quand $\left(\frac{a}{h}\right)$ tend vers 0.
- F doit avoir une singularité de la forme $(1/2-s)$ quand $\left(\frac{a}{h}\right)$ tend vers 1.

IV.1.3. Modélisation numérique

Dans notre étude, nous nous limiterons à la détermination du taux de restitution d'énergie dans les conditions stationnaires (longueur de fissure au moins deux fois plus grande que l'épaisseur du film) dans le cas d'une fissuration canalisée complète. En effet ce cas ne présente pas de solution analytique permettant d'évaluer le taux de restitution ou le facteur d'intensité de contrainte dans le cas où les propriétés élastiques du film et du substrat sont différentes.

L'analyse s'effectue en deux dimensions en déformations planes (suivant l'axe z) ; les matériaux, film et silicium sont supposés isotropes. Afin de simplifier l'analyse, un demi modèle est étudié qui correspond à la coupe du modèle complet selon le plan de la fissure. Cette dernière est réalisée en laissant des conditions libres de déplacement le long de l'épaisseur du film et en imposant une contrainte bi-axiale dans le film. Les conditions aux limites sur le modèle (figure IV.4) sont les suivantes :

- le long du plan de normale y situé à la partie gauche du modèle, un déplacement horizontal nul est imposé sur toute l'épaisseur du silicium.
- Le long du plan de normale x situé sur la partie basse du modèle, un déplacement vertical nul est imposé tout le long du silicium
- Le point de référence ($x=0, y=0$) est bloqué : un déplacement horizontal nul et vertical nul sont imposés.

De plus, la fissure étant supposée isolée et le substrat semi-infini, on fixe la longueur du modèle et l'épaisseur de modèle à une valeur au moins 50 fois plus grande que l'épaisseur du film. Pour le maillage, la zone proche de la fissure est maillée de manière à ce que les éléments aient une dimension maximale d'un vingtième de l'épaisseur du film, afin d'avoir un résultat indépendant du maillage. Pour le reste du modèle, la taille des éléments est 2 fois plus

grande que l'épaisseur du film. La figure IV.4 représente le modèle d'éléments finis utilisés pour calculer le taux de restitution d'énergie.

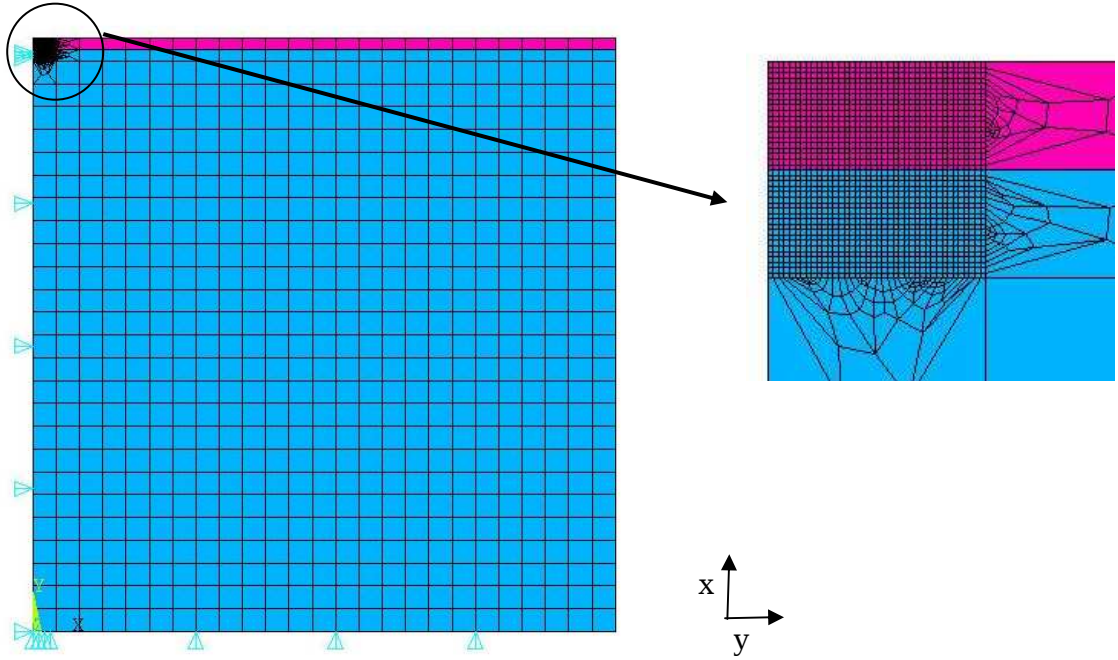


Figure IV.4 : Modèle d'éléments finis utilisés pour le calcul du taux de restitution d'énergie.

Le taux de restitution d'énergie est calculé par la formule (IV.15) pour le modèle éléments finis (formule similaire à (III.44) dans ce cas d'étude σ est constante).

$$G_{ss} = \frac{\sigma}{2h} \int_0^h \delta(y) dy \quad (IV. 15)$$

La constante de force motrice de la fissuration Z est déterminée de la manière suivante :

$$Z = \frac{G_{ss} \bar{E}_1}{\sigma^2 h} \quad (IV. 16)$$

Les valeurs de Z calculées avec notre procédure sont comparées aux abaques établies par Beuth à partir de la formule (IV.17) :

$$Z = \frac{\pi}{2} g(\alpha, \beta) \quad (IV.17)$$

La figure IV.5 représente un comparatif entre les valeurs de Z calculées par éléments finis avec notre méthode et les résultats de Beuth en fonction de α pour $\beta=0$.

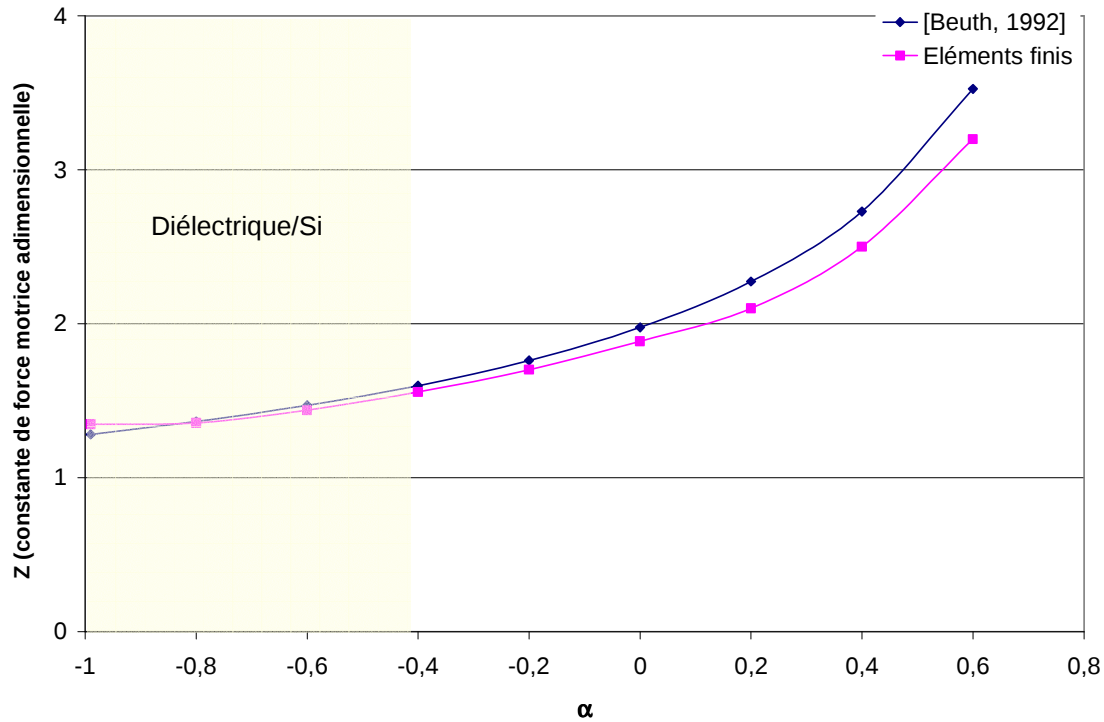


Figure IV.5 : Comparaison entre les valeurs de Z calculées par le modèle et la théorie pour $\beta=0$.

Dans le cas où α est supérieur à + 0,2, cas où le film est beaucoup plus rigide que le substrat, les valeurs de Z calculées se trouvent estimées avec une erreur d'environ 10%.

Dans le cas où α est négatif, lorsque le film est moins rigide que le substrat, les valeurs de Z sont définies avec moins de 5% d'erreur par rapport aux valeurs établies par Beuth.

Cette méthode sera donc utilisée pour calculer le taux de restitution des films diélectriques étudiés qui présentent un α variant de -0,40 à -0,95 par rapport au substrat de silicium.

IV.2. Fissuration sous-critique des céramiques silicatées

Les films minces utilisés dans notre étude sont des céramiques silicatées. Pour ces matériaux contrairement aux matériaux métalliques et au silicium, une fissure peut se propager lentement même si le facteur de concentration de contrainte reste inférieur à la valeur critique K_{IC} . La rupture brutale ne se produit que lorsque la plus grande des fissures atteint la taille critique correspondant à la contrainte appliquée. La propagation lente de fissures peut conduire à une rupture différée après la mise sous contrainte du matériau. Ce phénomène d'affaiblissement sous contrainte est connu sous le nom de « fatigue statique », « vieillissement sous contrainte » ou peut s'appeler « croissance sous-critique » des fissures.

Sous une contrainte trop faible pour provoquer instantanément la rupture lors de la mise sous charge, les fissures se propagent lentement à une vitesse qui est fonction du facteur de concentration de contrainte, de l'environnement chimique (surtout l'hygrométrie (figure IV.6.a)) et de la température (figure IV.6.b).

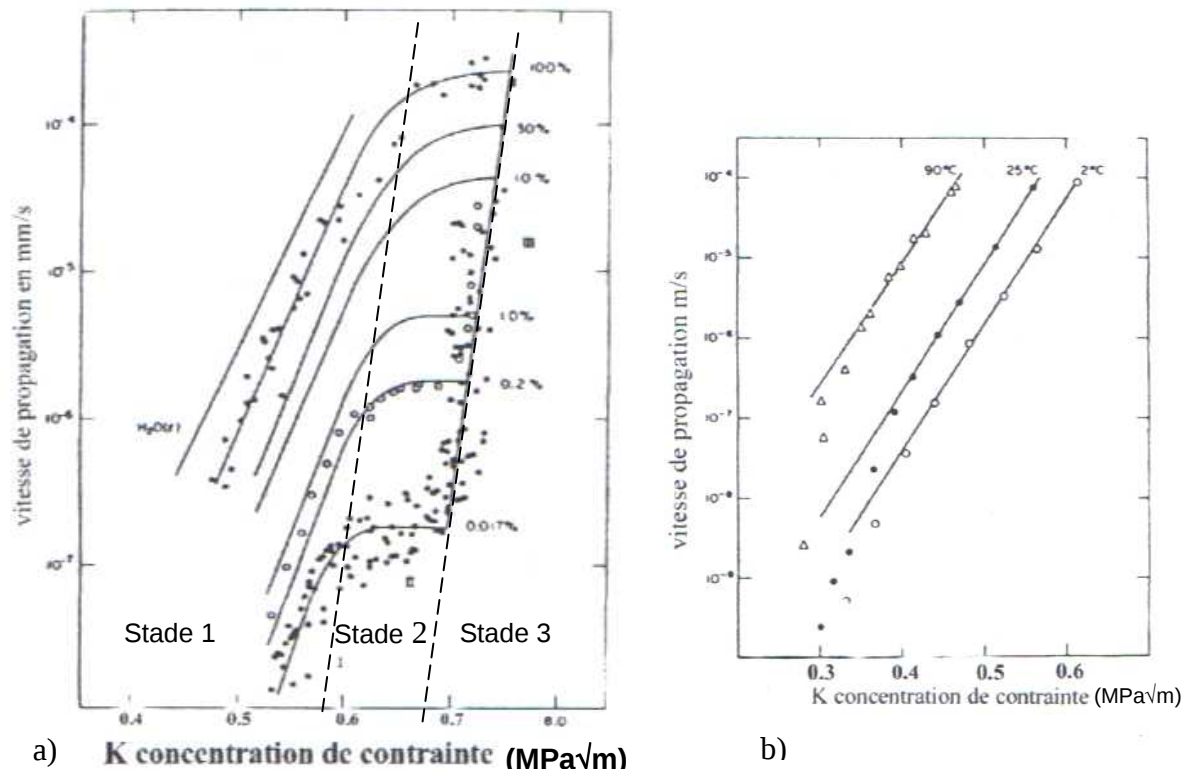


Figure IV.6 : Evolution de la vitesse des fissures en fonction du facteur d'intensité de contrainte pour la silice fondue en fonction de l'hygrométrie (a) [Wiederhorn, 1967] et en fonction de la température (b) [Wiederhorn, 1970].

Trois régimes de vitesse de fissuration dénommés habituellement 1, 2, 3 sont représentés sur la figure IV.7.

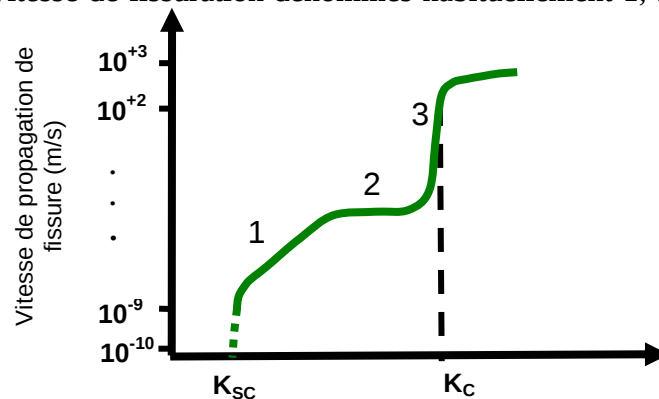


Figure IV.7 : Représentation schématique de l'évolution de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte.
Stade 1 et 2 : propagation sous-critique, Stade 3 : propagation critique.

Stade 1

Pour les films à base de silice, les fissures ne peuvent se propager pour une valeur inférieure à K_{SC} qui correspond au seuil de la fissuration sous critique. Pour des valeurs supérieures à K_{SC} , dans le régime 1, la vitesse de fissure est gouvernée par la cinétique de la réaction de corrosion sous contrainte au niveau du front de fissure. La vitesse de fissure V croît en fonction du facteur de concentration de contrainte K suivant la formule analytique suivante [Haussonne, 2005] :

$$V = A \left(\frac{K_I}{K_0} \right)^n \exp \left(- \frac{Q_{app}}{RT} \right) \quad (IV. 18)$$

Dans laquelle A est une constante, K_0 une constante de normalisation, n l'exposant de croissance sous-critique et Q_{app} l'énergie d'activation apparente de la cinétique de fissuration sous-critique.

Sous environnement humide, les molécules d'eau diffusent et s'adsorbent en tête de fissure. Dans la structure relativement ouverte de la silice, ce mécanisme est facilité. En effet, en tête de fissure, les molécules d'eau ont un accès « direct » aux liaisons Si-O. Après adsorption et pour diminuer les déformations des liaisons Si-O-Si, ces dernières se rompent pour être remplacées par deux liaisons Si-OH.

Stade 2

Dans ce régime, la vitesse est pratiquement indépendante de la contrainte ou du facteur d'intensité de contrainte. La vitesse de croissance de la fissure n'est plus limitée par la réaction des molécules d'eau sous contrainte en « tête » de fissure mais par la cinétique de diffusion des molécules vers le front de fissure.

Stade 3

Ce régime est proche de la ruine du matériau et la vitesse de propagation avoisine la vitesse de propagation du son dans le matériau. L'apparition du stade 3 définit la valeur critique du facteur d'intensité de contrainte K_C , au sens habituel de la mécanique de la rupture. (cf. II.1.1.6)

IV.3. Elaboration des films diélectriques

Les films diélectriques étudiés ici sont :

- un oxyde de silicium « classique »
- un oxyde de silicium dopé au carbone déposé en PECVD
- un oxyde de silicium dopé au carbone déposé en *spin-on*

Le film d'oxyde de silicium « classique » utilisé dans les technologies 180 et 120 nm, servira de référence pour la comparaison de la tenue mécanique entre les différents films diélectriques. L'oxyde de silicium dopé au carbone déposé par PECVD sera utilisé comme diélectrique interligne de la technologie 65 nm et 45 nm. L'oxyde de silicium dopé au carbone déposé en *spin-on* est un matériau diélectrique interligne en cours de développement au CEA-LETI pour la technologie 45 nm et 32 nm. Les procédés de fabrication des ces différents diélectriques sont décrits ci-dessous :

IV.3.1. Oxyde de silicium

L'oxyde de silicium est déposé à 400°C à partir du précurseur liquide tétraéthylorthosilicate, d'oxygène et d'hélium comme gaz porteur. L'oxyde de silicium déposé s'appelle USG pour « Undoped Silicate Glass ». Comme son nom l'indique, seuls des groupements SiO_4 sont présents dans sa structure physico-chimique (voir paragraphe IV.4). Les films étudiés ont été élaborés au CEA-LETI, sur des substrats de silicium *prime*.

IV.3.2. Oxyde de silicium dopé au carbone (SiOCH) déposé par PECVD

Ce film d'oxyde de silicium dopé au carbone est déposé par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) en utilisant comme précurseur le diethoxymethylsilane. Il est ensuite traité par faisceau d'électrons afin d'éliminer les liaisons porogènes (voir paragraphe I.2.1.1.) et d'obtenir un matériau poreux. Les films étudiés ont été élaborés à Crolles 2 sur des substrats de silicium *reclaimed*.

IV.3.3. Oxyde de silicium dopé au carbone (SiOCH) déposé par spin-on

Cet oxyde de silicium dopé au carbone est réalisé à partir d'une solution de précurseur methylsilsesquioxane (MSQ). Le mélange de matrice et d'agent porogène est mis en solution dans un solvant puis déposé à la tournette sur le substrat silicium. Un premier traitement à 150°C permet d'enlever le solvant. Le traitement final permettant d'enlever les porogènes pour obtenir le matériau poreux est réalisé à 450°C et assisté par un traitement UV. Le film étudié a été réalisé au CEA-LETI sur des substrats de silicium *prime*.

IV.4. Propriétés physico-chimiques et mécaniques

Une fois réalisés, les films sont étudiés et caractérisés d'une part sur le plan physico-chimique par analyse FTIR et d'autre part mécaniquement pour mesurer leurs propriétés mécaniques (module de Young et dureté) ainsi que leur contrainte résiduelle.

IV.4.1. Propriétés physico-chimiques

Les figures IV.8 à IV.11 présentent les spectres d'absorption infrarouge des trois matériaux étudiés. Ces spectres donnent accès à la nature des liaisons chimiques en présence dans le matériau. Pour tous les matériaux, les pics des vibrations des liaisons Si-O-Si sont présents, ce qui explique le vieillissement sous contraintes de ces films (paragraphe IV.2).

IV.4.1.1. Oxyde de silicium

Pour ce spectre (figure IV.8), trois pics apparaissent aux faibles nombres d'onde. Ces pics correspondent aux vibrations des groupements SiO_4 . Les pics représentent des mouvements spécifiques de la liaison Si-O-Si.

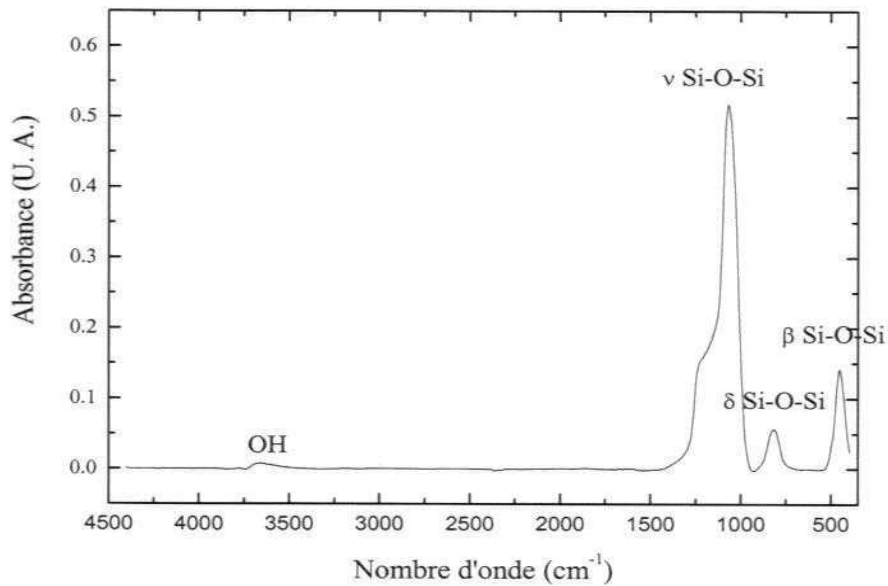


Figure IV.8 : Spectre FTIR du matériau d'un film USG [Cherault, 2006]

IV.4.1.2. SiOCH PECVD

La figure IV.9 représente le spectre de référence pour le matériau non traité et celui du matériau traité par faisceau d'électrons. Ces spectres présentent des pics d'absorbance supplémentaires par rapport au spectre FTIR de l'USG. Ces pics correspondent aux mouvements spécifiques des liaisons C-H_n (n=1 à 3) et Si-(CH₃)_n (n=1 à 3) présentes dans des films d'oxyde de silicium dopé au carbone. Cependant le spectre montre une variation des liaisons Si-O-Si entre l'état déposé et l'état traité : ceci est dû à une évolution du squelette silicate entre une structure fermée (cage) [Lucovski, 1986] et une structure ouverte (échelle) [Loboda, 1998].

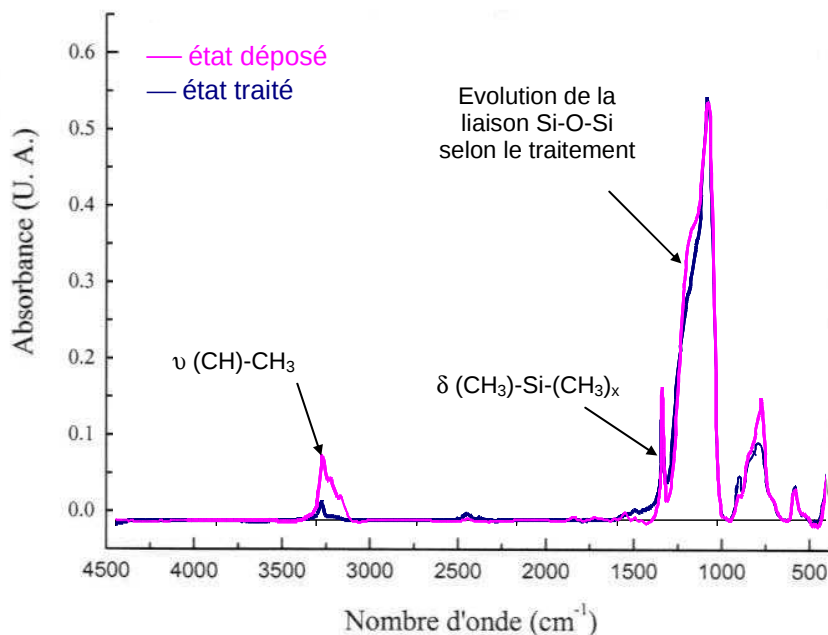


Figure IV.9 : Spectre FTIR du matériau d'un film SiOCH PECVD.

Les films SiOCH épais sont réalisés en procédant à des dépôts et traitements consécutifs du même matériau. La vérification de la stabilité de la structure chimique du matériau pour les trois épaisseurs étudiées est réalisée en comparant le rapport entre les pics d'absorbance des liaisons caractéristiques du matériau ; deux mesures sont réalisées par film (figure IV.10).

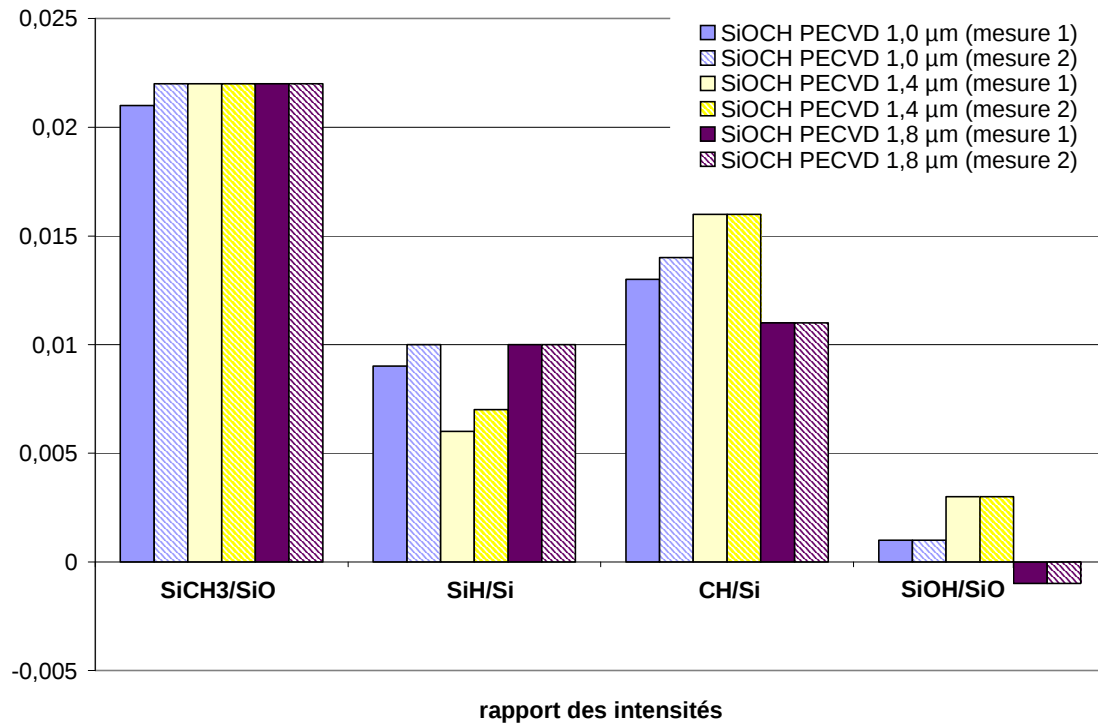


Figure IV.10 : Rapport des pics d'absorbance des liaisons caractéristiques des films SiOCH PECVD pour les trois épaisseurs.

IV.4.1.3. SiOCH spin-on

La figure IV.11 représente le spectre de référence pour le matériau traité par rayonnement ultra-violet. Le spectre obtenu est proche du précédent et présente les pics caractéristiques des liaisons Si-O-Si.

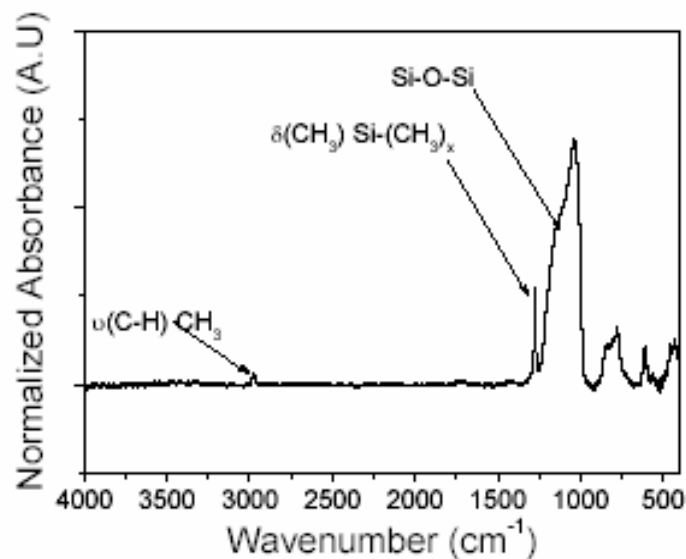


Figure IV.11 : Spectre FTIR SiOCH *spin-on* [Ciaramella, 2005].

IV.4.2. Propriétés mécaniques

L'épaisseur des films est tout d'abord déterminée par ellipsométrie (paragraphe III.4.1.1). Le module de Young et la dureté sont déterminés à partir de tests de nanoindentation Berkovich. Dans cette étude, on utilise le protocole basé sur celui déterminé par Jennett *et al* lors du projet européen Indicoat. Ce protocole permet l'évaluation des propriétés des films diélectriques déposés sur un substrat plus dur et plus rigide [Jennett, 2001].

La procédure utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques d'un film mince sur un substrat rigide, tel un film diélectrique sur du silicium, est la suivante :

- La surface de contact et la rigidité du bâti sont calibrées en utilisant de la silice recuite comme matériau de référence.
- L'échantillon film+substrat est clivé afin d'obtenir une surface d'étude égale à 10 mm².
- Au cours de chaque essai réalisé à l'air et à température ambiante, 9 indentations par échantillons sont effectuées afin d'avoir une bonne estimation des propriétés mécaniques du film.
- Les valeurs pour lesquelles la profondeur de contact, h_p , est inférieure à 40 nm sont exclues, pour s'affranchir des effets dus aux défauts de la pointe et à la rugosité du film.
- On trace le module réduit composite mesuré, E_r^* et la dureté du composite, H en fonction du rapport profondeur de contact h_p , sur épaisseur du film t_f .
- On effectue une régression linéaire des points obtenus pour $0,06 < h_p/t_f < 0,12$ puis une extrapolation vers l'axe des ordonnées.
- Le module réduit du film et sa dureté sont égaux respectivement aux valeurs de E_r^* et H pour lesquelles le rapport h_p/t_f est nul.

Les figures IV.12 et IV.13 représentent respectivement la détermination de la dureté et du module réduit pour un film SiOCH PECVD d'épaisseur 1,0 μm

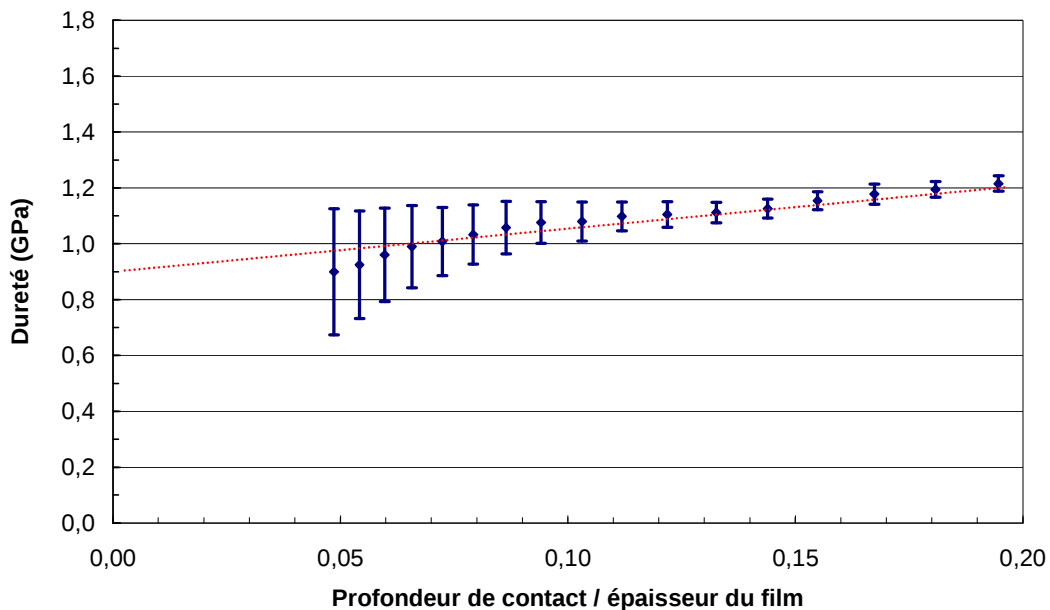


Figure IV.12 : Evolution de la dureté en fonction du rapport profondeur de contact/épaisseur du film pour un film SiOCH PECVD d'épaisseur 1,0 μm .

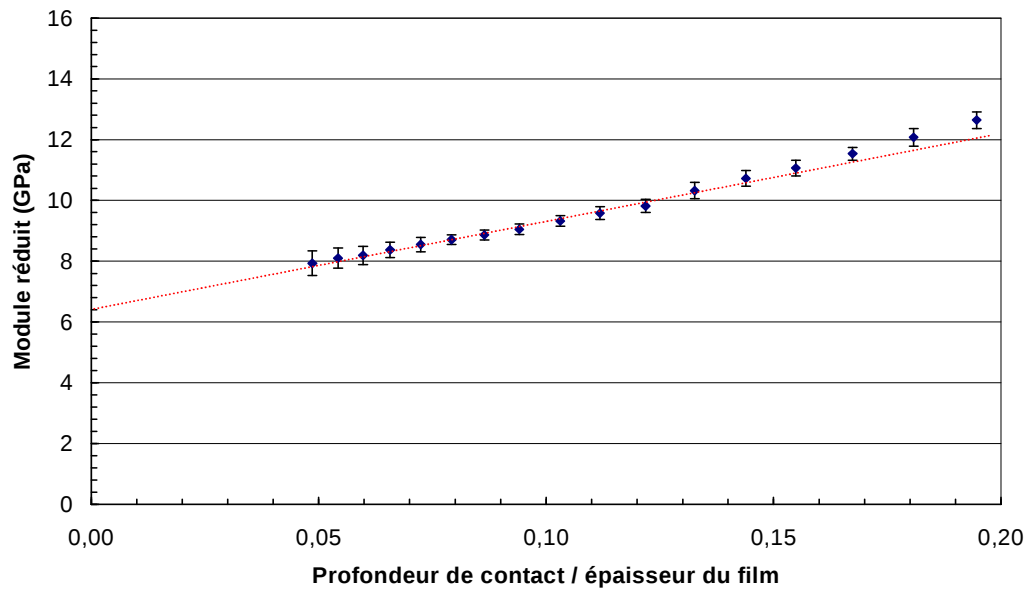


Figure IV.13 : Evolution du module réduit en fonction du rapport profondeur de contact/épaisseur du film pour un film SiOCH PECVD d'épaisseur 1,0 μm .

Les valeurs obtenues pour le module réduit, E_r^* , et la dureté H , pour les diélectriques étudiés sont indiquées sur le tableau IV.1. Le coefficient de Poisson pour le diélectrique SiOCH PECVD a été mesuré par spectroscopie Brillouin (paragraphe III.4.1.2), ce coefficient de Poisson sera également utilisé pour les propriétés élastiques du diélectrique SiOCH *spin-on*. Les propriétés élastiques du diélectrique USG et du silicium sont quant à elles déduites de la littérature.

Diélectrique	Epaisseur (μm)	Module réduit $E_r^* = \frac{E}{(1-\nu^2)}$ (GPa)	Coefficient de Poisson ν	Dureté H (GPa)	Module de Young E (GPa)
Silicium (volumique)	750	176	0,25 [Ma, 2004]	12,5 [Jang, 2005] [Ma, 2004]	165 [Jang, 2005] [Ma, 2004]
USG	2,0	75	0,17 [Ma, 2004]	7,6 [Fisher-Cripps, 2002] [Morris, 2004]	72,5 [Fisher-Cripp, 2002] [Morris, 2004]
	4,0				
SiOCH PECVD	1,0	6,2 $\pm$ 0,4 **	0,29 *	0,9 $\pm$ 0,2 **	5,7 $\pm$ 0,4 **
	1,4	6,3 $\pm$ 0,3 **		1,0 $\pm$ 0,2 **	6,0 $\pm$ 0,3 **
	1,8	6,6 $\pm$ 0,4 **		0,9 $\pm$ 0,1 **	5,8 $\pm$ 0,4 **
SiOCH Spin-on	1,0	2,2 $\pm$ 0,2 **	0,29 *	0,3 $\pm$ 0,1 **	2,0 $\pm$ 0,2 **

Tableau IV.1 : Propriétés élastiques des films diélectriques étudiés (module réduit, module de Young, coefficient de Poisson et dureté), * communication interne Crolles2 Alliance, ** présent travail.

Les paramètres caractérisant les différences des propriétés élastiques entre les films étudiés et le substrat de silicium (coefficients de Dundurs, singularité de pointe de fissure, force motrice dans le cas d'une fissuration canalisée) sont représentés sur le tableau IV.2. Pour déterminer ces coefficients, le silicium est supposé isotrope, le module de Young et le coefficient de Poisson utilisés sont les valeurs volumiques (tableau IV.1).

Système	α	β	s	λ	Z
USG / silicium	-0,40	-0,18	0,40	0,04	1,41
SiOCH PECVD / silicium	-0,93	-0,27	0,30	0,08	1,11
SiOCH spin-on / silicium	-0,98	-0,40	0,29	0,08	1,07

Tableau IV.2 : Hétérogénéité des propriétés élastiques pour les différents systèmes étudiés et calcul de Z par éléments finis.

IV.4.3. Effet de l'environnement

Les contraintes résiduelles ont été déterminées à partir de mesures de courbure (paragraphe III.1.2). Les différentes valeurs obtenues pour les films étudiés sont présentées sur le tableau IV.3. De plus on a vérifié que les contraintes résiduelles après stockage à l'ambiante sont inchangées au bout d'un mois [Brillet-Rouxel-1, 2006]. Les films « d'oxyde de silicium classiques », USG, en compression présentent très peu de variation de leurs contraintes résiduelles en fonction de l'hygrométrie [Ehlaney, 2004]. Les films de SiOCH, quant à eux élaborés avec des traitements de surface par faisceau d'électrons ou UV, présentent une surface hydrophobe, qui limite l'absorption d'humidité. Cet état de surface permet de stabiliser l'état des contraintes résiduelles dans ces films poreux.

Diélectrique	Epaisseur (μm)	Contraintes résiduelles $\sigma_0(\text{MPa})$
USG	2,0	-110
	4,0	-103
SiOCH PECVD	1,0	52
	1,4	52
	1,8	52
SiOCH spin-on	1,0	33

Tableau IV.3 : Valeurs des contraintes résiduelles des films diélectriques étudiés.

Cependant, un comportement de fissuration sous-critique est attendu pour tous ces films présentant des liaisons Si-O puisque les molécules d'eau peuvent diffuser et s'adsorber en tête de fissure.

IV.5. Etude de ténacité par nanoindentation

Les expériences de nanoindentation avec un indenteur coin de cube ont été réalisées par les moyens décrits au paragraphe III.2.3.

IV.5.1. Etude préliminaire

Une étude préliminaire a été réalisée sur le silicium massif {100} afin de valider la détermination la ténacité grâce au test de nanoindentation. Pendant les tests, une des fissures induites par l'indenteur reste parallèle à la direction cristallographique <100> (figure IV.14).

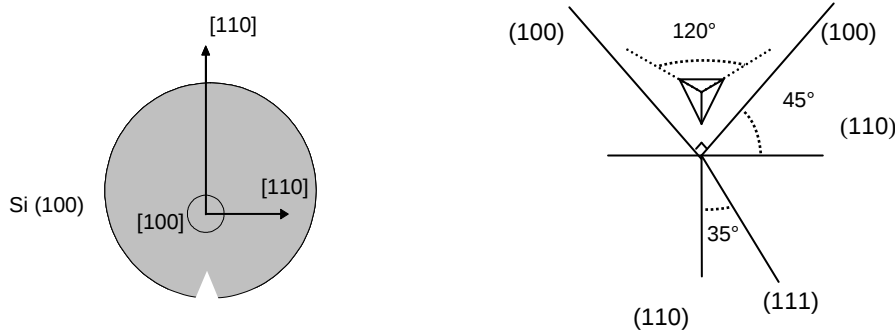


Figure IV.14 : Orientation des wafers de silicium et orientation des indents sur le wafer.

Dans cette étude, 5 indents par niveaux de charge sont réalisés. Pour chaque charge, on détermine les paramètres géométriques des fissures à partir d'images MEB-FEG ou AFM, puis la ténacité pour chaque charge est déterminée par les formules (III.15) à (III.17) présentées dans le paragraphe III.2.3.2.

La figure IV.15 représente pour chaque charge la valeur moyenne de la charge maximale en fonction de la valeur moyenne de la longueur de fissure élevée à la puissance 3/2. Ces points doivent décrire une fonction linéaire passant par l'origine où χ est le coefficient directeur de la droite. Ceci est vérifié par l'expérience quelle que soit la formule utilisée (III.15) à (III.17) (figure IV.15) La ténacité est déterminée à partir de :

$$K_{ICnano} = \frac{\beta}{\chi} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \quad (IV.19)$$

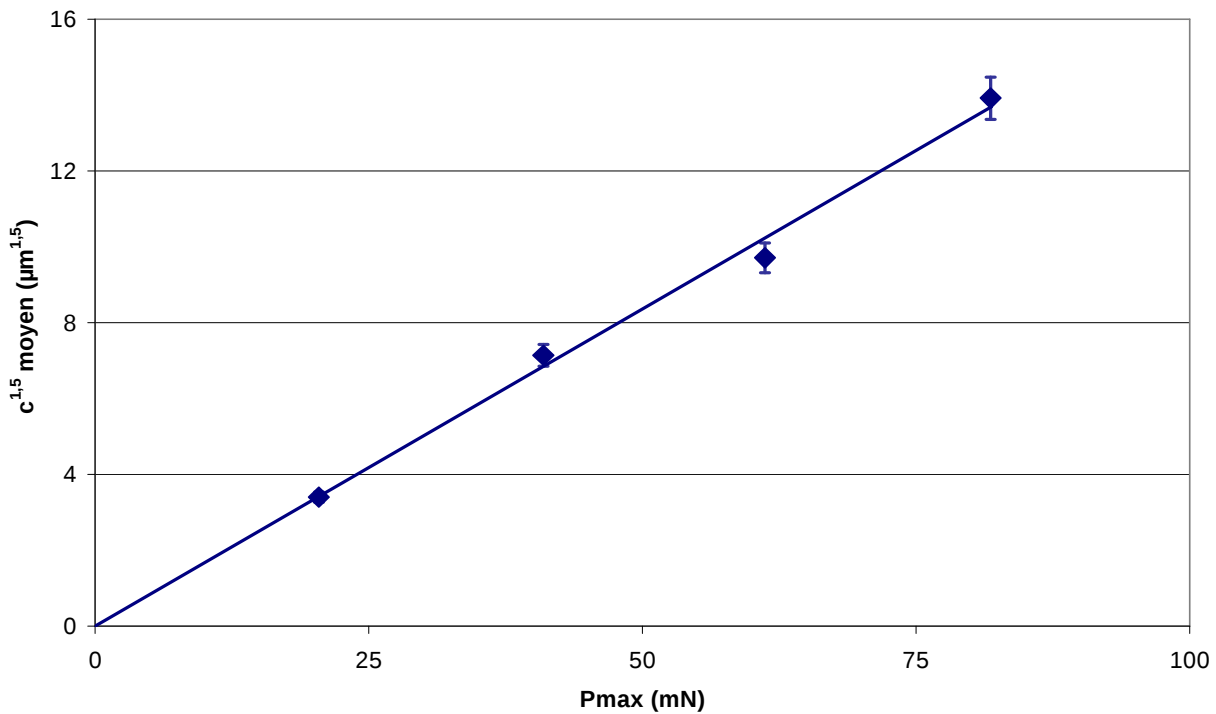


Figure IV.15 : Longueur de la fissure à la puissance 3/2 en fonction du chargement maximal lors de l'essai pour le silicium massif orienté {100}.

Les résultats obtenus sont comparés aux résultats de ténacité déduits de la littérature (flexion de type DCB et nanoindentation) [Yonenaga, 1998] (figure IV.16).

La formulation de Lawn donne des résultats plus proches des valeurs de la littérature. Cette formule sera donc utilisée dans la suite pour déterminer la ténacité au test de nanoindentation.

Dans un premier temps, en prenant β , la constante dépendante de la géométrie de l'indenteur, égale à 0,036 [Morris, 2004], les valeurs de ténacité obtenues correspondent à la borne inférieure du domaine de ténacité du silicium fournit par la littérature. Pour obtenir la borne supérieure du domaine de ténacité, β doit être prise égale 0,042. Le domaine de β , utilisé pour l'étude variera donc entre 0,036 et 0,042, et est proche des valeurs préconisées par Lawn [Lawn, 1975] dans le cas d'un indenteur coin de cube.

Les valeurs de ténacité ainsi obtenues par nanoindentation pour le silicium massif sont égales à $0,85 \pm 0,14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (figure IV.15).

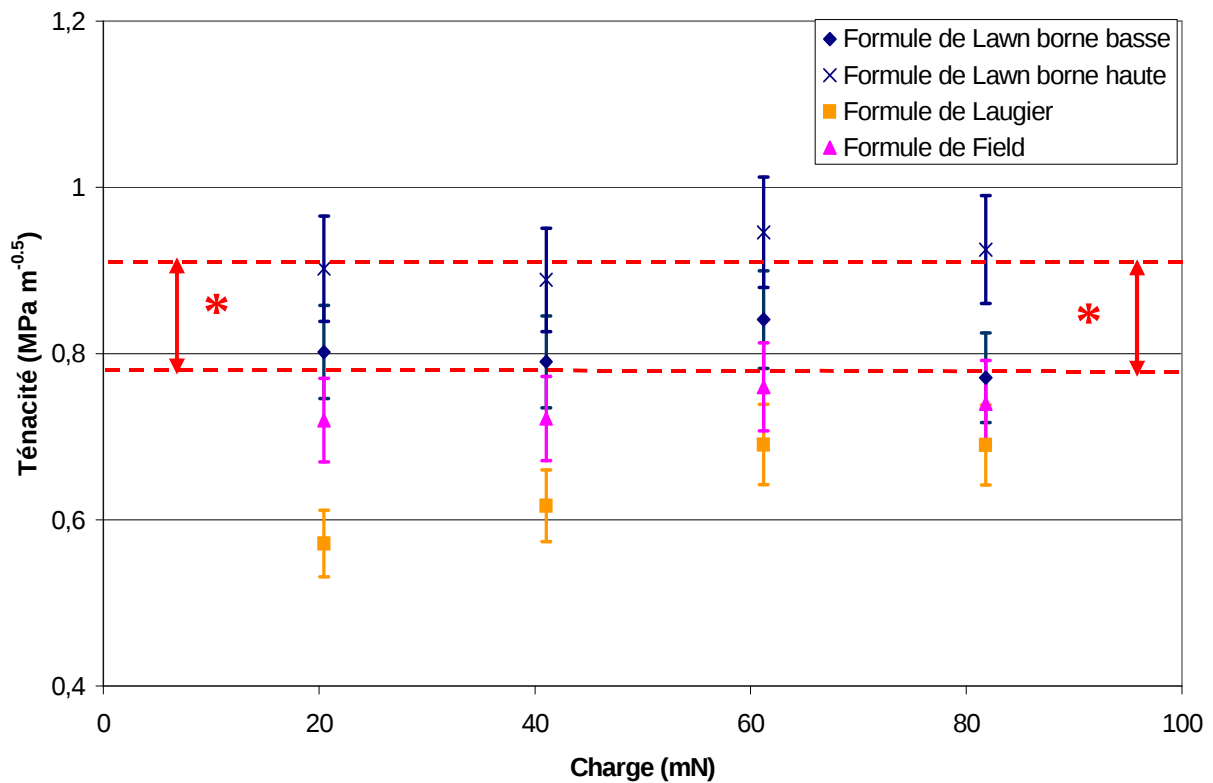


Figure IV.16 : Détermination de la ténacité du silicium massif en utilisant différentes analyses, $\updownarrow^*$ intervalle des valeurs de ténacité du silicium données par [Yonenaga, 1998].

IV.5.2. Protocole

Le protocole utilisé pour déterminer la ténacité des films minces à partir des essais de nanoindentation a été établi à partir de l'étude préliminaire sur le silicium et des différents essais réalisés sur les films minces :

- La surface de contact et la rigidité du bâti sont calibrées en utilisant de la silice recuite comme matériau de référence.
- L'échantillon film+substrat est clivé afin d'obtenir une surface d'étude égale à 10 mm^2 .
- Au cours de chaque essai réalisé à l'air et à température ambiante, une matrice carrée ou rectangulaire présentant au moins quatre indents pour chaque charge et au moins quatre charges, est réalisée de manière à pouvoir par la suite identifier sans ambiguïté les indents lors des fractographies AFM ou MEB (figure IV.17).

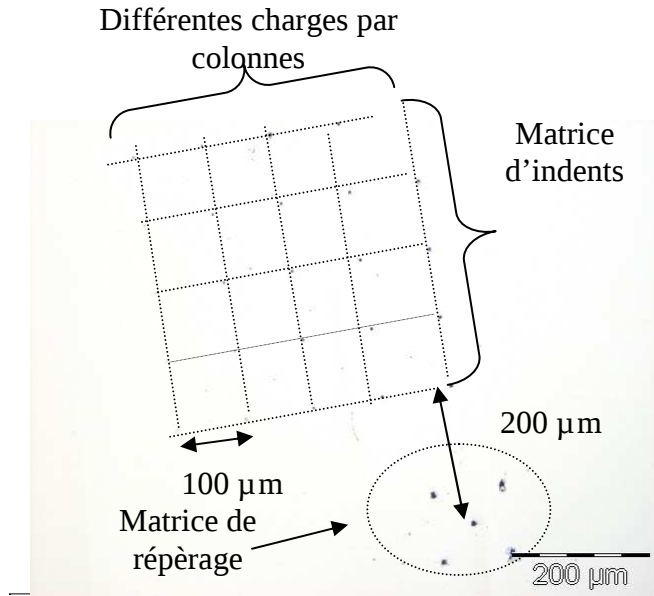


Figure IV.17 : Repérage sur une matrice d'indents pour les essais de ténacité.

- Chaque indent est imagé par AFM ou MEB-FEG. Les configurations d'imagerie optimales pour le MEB-FEG changent en fonction du matériau à analyser : la distance de travail varie de 7 à 4 mm et le courant de faisceau varie de 3 à 1,5 keV.
- Les charges étudiées seront inférieures à la charge maximale P_{max} déterminée à partir de la formule (III.18).
- Pour chaque charge, on détermine la longueur moyenne de fissure et la charge maximale moyenne.
- Les valeurs des charges d'essai P sont représentées en fonction de la longueur de fissure moyenne élevée à la puissance $3/2$ et une régression linéaire est effectuée sur ces différents points en imposant le passage de la droite par l'origine des axes.
- Tout point présentant une longueur de fissure plus grande que 1,8 fois l'épaisseur du film est exclu de la régression linéaire $\frac{P_{max}}{c^{3/2}}$ (paragraphe III.2.3.3).
- Connaissant le facteur directeur χ de la droite $P_{max} = f\left(c^{3/2}\right)$, la ténacité est déduite à partir de la formule (IV.19), en prenant les valeurs moyennes de E et H déterminées par nanoindentation Berkovich (Tableau IV.1).

IV.5.3. Films USG

A partir de la formule (III.18), la charge maximale pour que la distance de contact soit inférieure à l'épaisseur du film le plus mince étudié est 75 mN. Pour ce matériau, le domaine d'étude variera pour des charges comprises entre 20 mN et 60 mN. Les valeurs de ténacité à partir de la formule (IV.18) semblent indépendantes de l'épaisseur du film. La valeur de ténacité est égale à $0,82 \pm 0,13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et est en bon accord avec les valeurs de la littérature obtenues sur de la silice fondue massive par nanoindentation [Morris, 2004] et essai DCB [With, 1989].

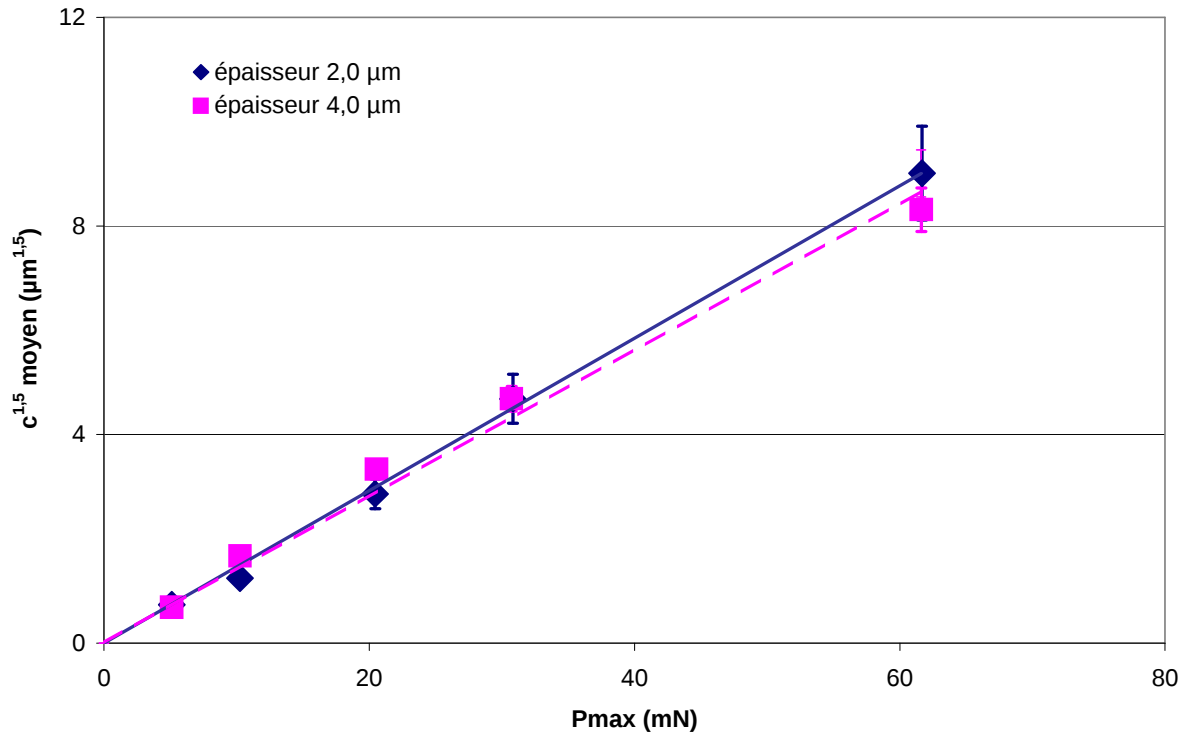


Figure IV.18 : Longueur moyenne de fissure élevée à la puissance 3/2 en fonction de la charge maximale lors de l'essai de nanoindentation sur les films USG.

IV.5.4. SiOCH PECVD

Les films SiOCH PECVD sont très fragiles, et la gamme de charges classique utilisée pour les essais sur le silicium ou l'USG est trop forte pour obtenir des fissures confinées seulement dans l'épaisseur du film. En effet, la formule (III.18) préconise de travailler avec des charges inférieures à 2mN pour le film d'épaisseur 1,0 μm. Cependant ce niveau de charge est encore trop élevé, puisque les indents présentent un cratère dans le film et une délamination entre le film et le substrat (zones plus claires près des fissures) (figure IV.19).

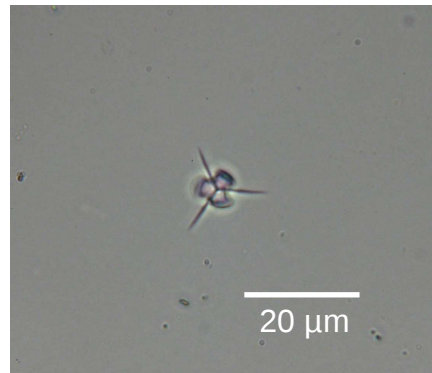


Figure IV.19 : Vue optique d'un indent après test de nanoindentation coin cube avec une charge de 2 mN dans du SiOCH PECVD.

De ce fait, la gamme de charges a été choisie entre 0,2 mN et 1,4 mN afin d'éviter le délaminage du film. La Figure IV.20 présente la longueur de fissure moyenne élevée à la puissance 3/2 en fonction des chargements maximums appliqués pour trois épaisseurs différentes. Pour être sûr que la fissure reste confinée dans l'épaisseur du film, seules les fissures ayant une longueur plus petite que 1,8 fois l'épaisseur du film sont considérées dans la régression linéaire. Les autres résultats sont mis entre parenthèses. Contrairement aux résultats obtenus pour les films USG, l'épaisseur du film semble affecter le comportement à rupture du matériau. Les résultats obtenus sont $0,046 \pm 0,007 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $1\mu\text{m}$; $0,031 \pm 0,006 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $1,4\mu\text{m}$ et $0,015 \pm 0,002 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $1,8\mu\text{m}$. Les valeurs de ténacité semblent augmenter quand l'épaisseur du film diminue. Ces résultats ne sont pas satisfaisants puisque la ténacité est une propriété intrinsèque du matériau.

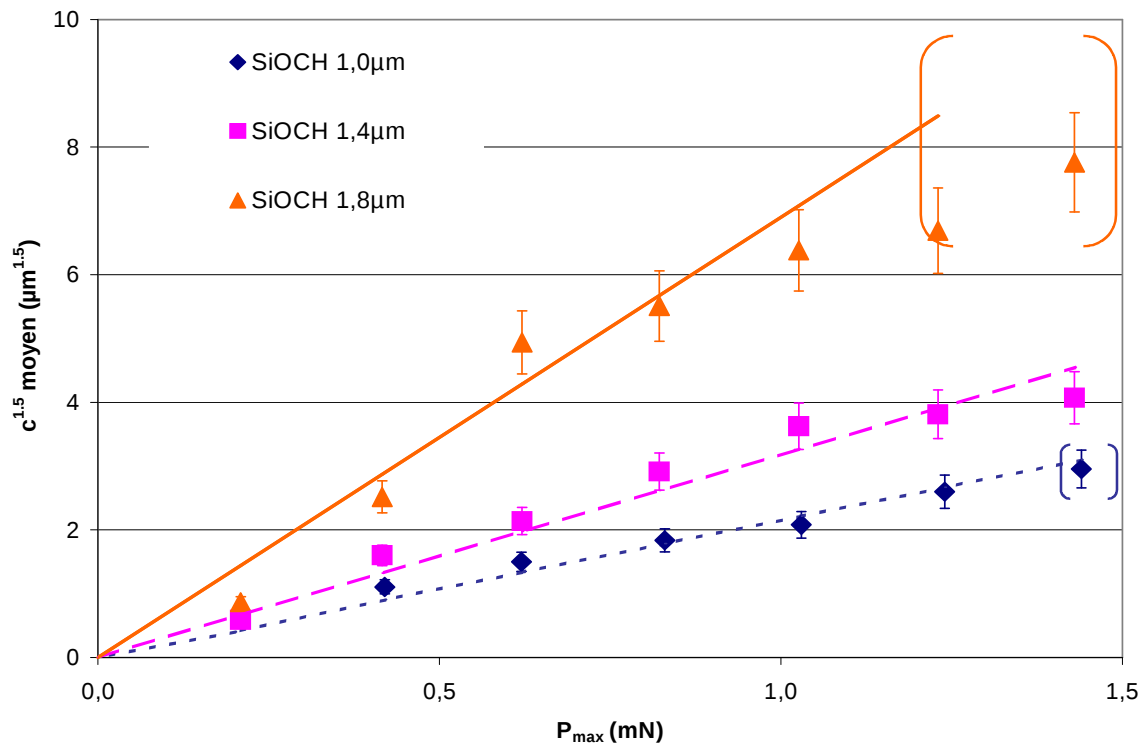


Figure IV.20 : Longueur moyenne de fissure élevée à la puissance 3/2 en fonction de la charge maximale lors de l'essai de nanoindentation pour les films SiOCH PECVD.

Des essais pour différents temps de maintien sous une charge de 1,0 mN sur du SiOCH PECVD d'épaisseur $1,8\mu\text{m}$ ont été réalisés. Le but de ces essais est de montrer que le facteur de ténacité de contrainte obtenu lors des essais de nanoindentation est bien indépendant du temps. C'est à dire que les valeurs obtenues par nanoindentation correspondent bien à des valeurs de ténacité critique et non sous-critique. Trois temps de maintien ont été réalisés : 10 secondes (essai classique), 100 s et 1000 s. Sur les fractographies MEG-FEG présentées sur la figure IV.21 on ne note aucune variation significative des longueurs de fissures entre un temps de maintien classique et un temps de maintien de 1000 s.

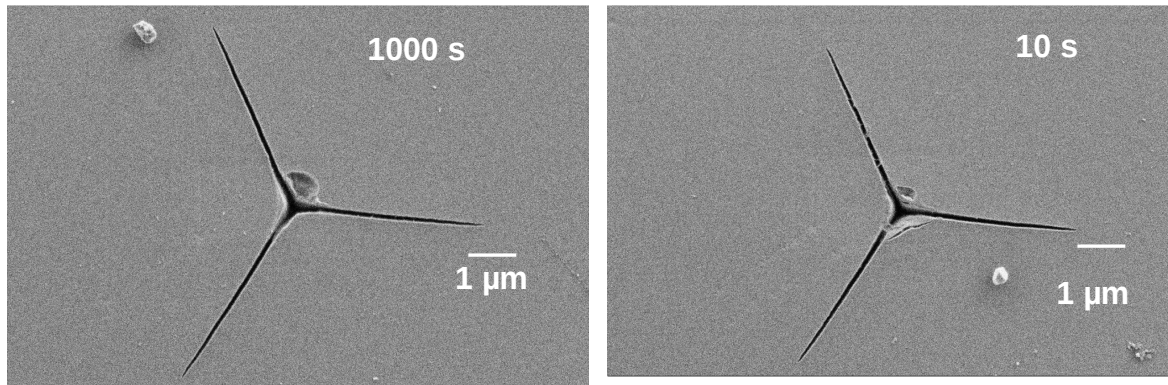


Figure IV.21 : Fractographie sous charge 1,0 mN d'un film SiOCH PECVD pour deux temps de maintien de charge différents.

IV.5.5. SiOCH spin-on

Pour ces films très fragiles, la formule III.18, préconise de travailler sous une charge de 1 mN. La gamme de charges a été choisie entre 0,2 mN et 1,0 mN. La Figure IV.22 présente la longueur de fissure moyenne élevée à la puissance 3/2 en fonction des chargements maximums appliqués, les fissures de longueur supérieure à 1,8 fois l'épaisseur du film sont mises entre parenthèses. Sur ce graphique, deux types de fissurations dans le film sont visibles : la première entre 0,2 mN et 0,6 mN correspond à une fissuration cohésive et la seconde pour des charges supérieures à 0,8 mN correspond à un délaminage entre le film et le substrat. Les clichés MEB-FEG de la figure IV.23 montrent la différence de comportement de résistance à la fissure pour ces deux gammes de charges. Les résultats de ténacité obtenus sont $0,020 \pm 0,002 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour un film d'épaisseur 1,0 μm .

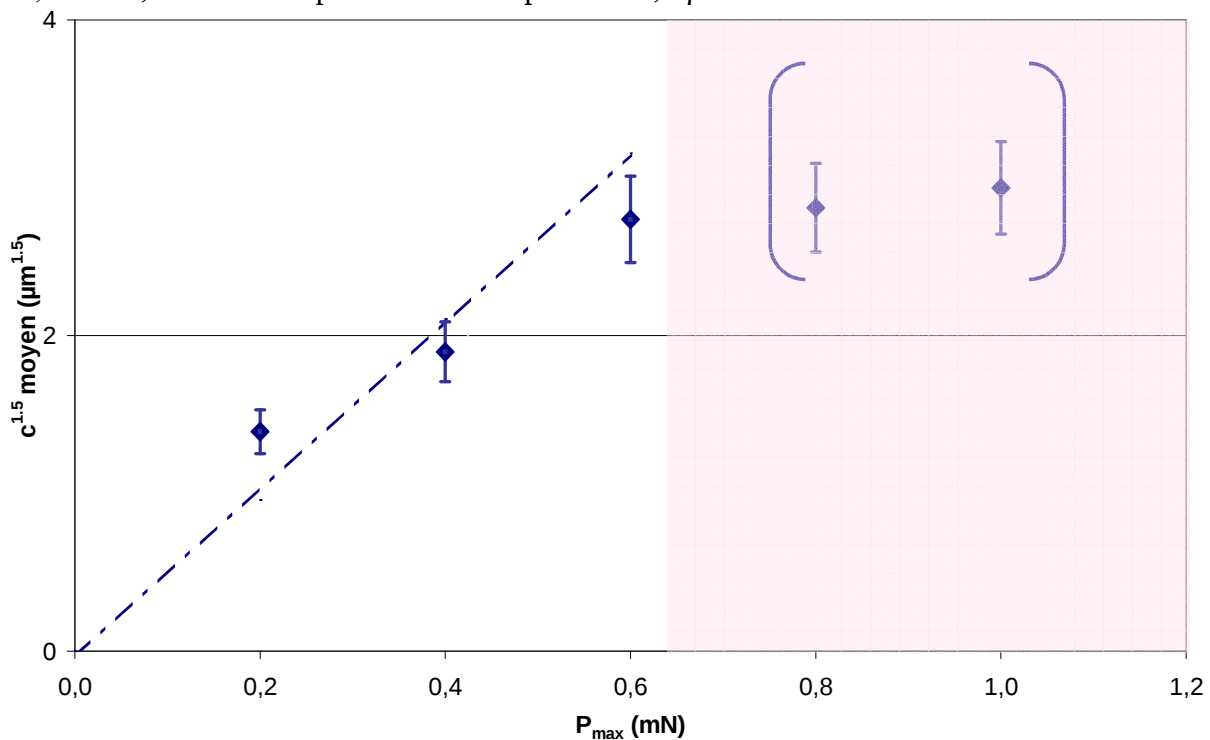


Figure IV.22 : Longueur moyenne de fissure élevée à la puissance 3/2 en fonction de la charge maximale lors de l'essai de nanoindentation pour les films SiOCH PECVD.

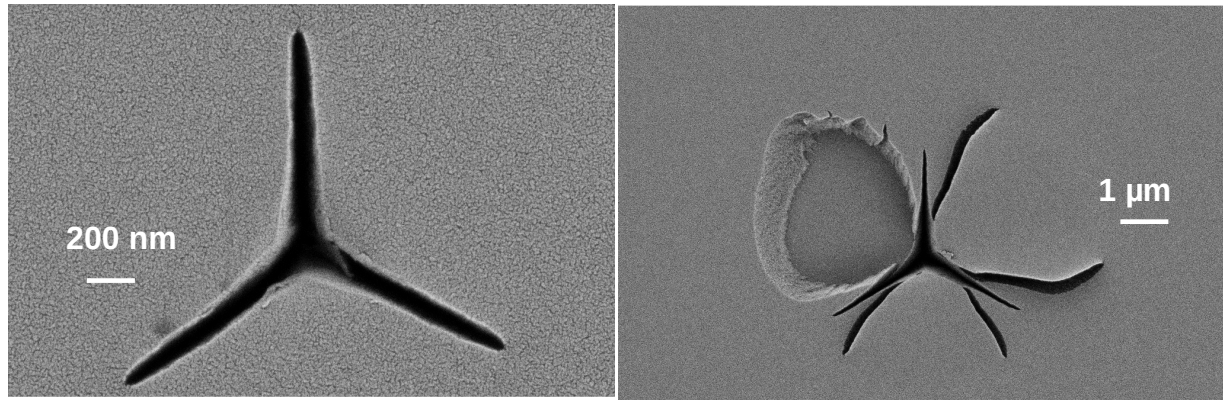


Figure IV.23 : Clichés MEB-FEG d'indents dans du SiOCH *spin-on* sous différentes charges
a) 0,2 mN : les fissures restent confinées dans le film, b) 1 mN : délaminage visible entre le film et le substrat.

IV.5.6. Modèle proposé

Les ténacités obtenues pour les films SiOCH PECVD semblent dépendre de l'épaisseur du film. La formule (IV.19) a été établie dans le cas de fissure semi-circulaire dans des matériaux massifs sans contrainte en surface et sous certaines conditions (paragraphe III.2.3.3.). D'un point de vue expérimental, la forme de la fissure peut être également supposée semi-circulaire dans le cas d'un système film+ substrat lorsque la longueur de fissure c est inférieure à 1,8 fois l'épaisseur du film (figure IV.24).

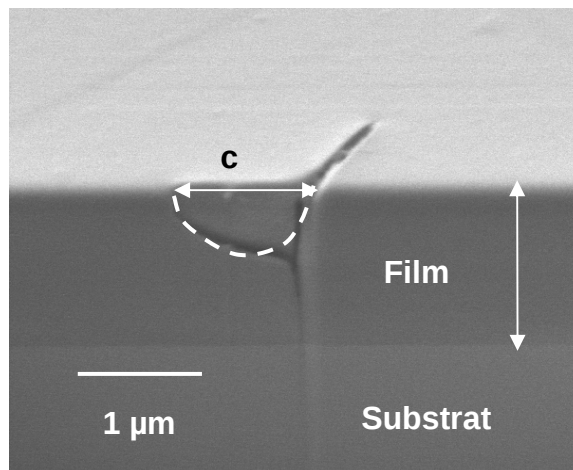


Figure IV.24 : Coupe FIB dans le plan d'une fissure radiale après un essai de nanoindentation coin de cube dans un film de SiOCH PECVD d'épaisseur 1,8 μm sous une charge 0,4 mN

En particulier, la formule (IV.19) ne prend pas en compte l'effet d'éventuelles contraintes résiduelles dans le film. Afin de déterminer l'effet des contraintes résiduelles qu'elles exercent sur les longueurs de fissures, le facteur d'intensité de contraintes dans le cas de fissures semi circulaires dans un matériau massif peut être estimé [Sih, 1973] (figure IV.25):

$$K_R = \sigma \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} \quad (\text{IV.20})$$

Avec :

$$Q = \frac{\varphi^2}{1,21} ; \quad \varphi = \int_0^{\pi/2} \left(1 - \frac{\left(\frac{c}{2}\right)^2 - a^2}{a^2} \sin^2 \theta \right)^{1/2} d\theta \quad (\text{IV.21})$$

où $c = 2a$ pour une fissure semi-circulaire, $\varphi = \pi/2$

$$K_0 = \sigma \sqrt{\frac{\pi a}{2,04}} = 1,24 \sigma \sqrt{a} \quad (\text{IV.22})$$

Les contraintes résiduelles sont ici supposées équi-biaxiales et uniformes dans l'épaisseur du film ; elles sont de révolution autour d'une normale au plan du film, et par conséquent au plan de toute fissure transversale :

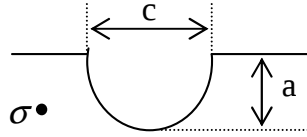


Figure IV.25 : Vue schématique d'une fissure semi-circulaire dans un matériau massif.

L'effet du confinement éventuel dû au substrat peut être déduit des équations établies pour une fissuration canalisée partielle (voir paragraphe IV.1.2.2.). De ce fait, le facteur d'intensité de contrainte peut être déterminé pour une fissure semi-circulaire soumise à une contrainte résiduelle dans le cas d'un film sur substrat.

$$\frac{K}{\sigma \sqrt{\pi h}} = F\left(\alpha, \beta, \frac{a}{h}\right) \propto \left(\frac{a}{h}\right)^{\frac{1}{2}} \left(1 - \frac{a}{h}\right)^{\frac{1}{2}-s} \left(1 + \frac{\lambda a}{h}\right) \quad (\text{IV.23})$$

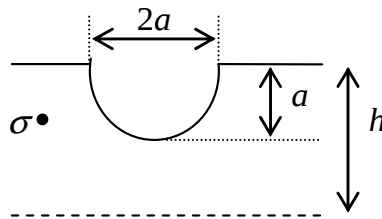


Figure IV.26 : Vue schématique d'une fissure semi-circulaire dans un film sur substrat.

Lorsque $\frac{a}{h} \rightarrow 0$ la formule doit correspondre au cas massif décrit par (IV.22), ce qui mène à:

$$K_R = \underbrace{\sigma \sqrt{\frac{\pi}{2.04}} h}_{K_o} \left(\frac{a}{h} \right)^{\frac{1}{2}} \left(1 - \frac{a}{h} \right)^{\frac{1}{2}-s} \left(1 + \frac{\lambda a}{h} \right) \quad (\text{IV.24})$$

Où s est l'exposant de singularité de contrainte déterminé par (IV.4) et λ est un paramètre de lissage (voir paragraphe . IV1.2.2) par la littérature [Beuth, 1992].

La ténacité déterminée par nanoindentation pour un film avec des contraintes résiduelles peut donc être exprimée comme la somme des facteurs d'intensité de contrainte déterminés par les équations (IV.19) et (IV.24).

$$K_C = K_{C_{nano}} + K_R \quad (\text{IV.25})$$

Les facteurs d'intensité de contrainte sont calculés à partir de la formule (IV.25) pour les différents systèmes film+substrat étudiés. Les paramètres d'hétérogénéité élastique pour la formule (IV.24) sont présentés dans le tableau IV.3 pour les systèmes étudiés. Pour chaque longueur, K_R est calculé et une valeur moyenne est utilisée pour déterminer le facteur d'intensité de contrainte et l'impact de la contrainte résiduelle et de la proximité du substrat de silicium pour chaque système et chaque épaisseur. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.4.

Système	USG/silicium		SiOCH PECVD silicium			SiOCH <i>spin-on</i> silicium
Epaisseur (μm)	2,0	4,0	1,0	1,4	1,8	1,0
$K_{C_{nano}}$ ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	0,79±0,08	0,85±0,15	0,046±0,007	0,031±0,006	0,015±0,002	0,020±0,003
K_R ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	-0,15	-0,12	0,04	0,045	0,05	0,024
$K_C = K_{C_{nano}} + K_R$ ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	0,64±0,08	0,73±0,15	0,086±0,007	0,076±0,006	0,065±0,002	0,044±0,003

Tableau IV.4 : Facteurs d'intensité de contrainte pour les différents systèmes film+substrat étudiés corrigés par le modèle proposé qui prend en compte les contraintes résiduelles dans le film et la proximité du substrat.

IV.5.7. Conclusion

Le modèle proposé [Brillet-Rouxel-2, 2006] permet de prendre en compte l'épaisseur des films et également leurs contraintes résiduelles. Ainsi les facteurs d'intensité de contraintes pour chaque système sont moins dépendants de l'épaisseur du film, spécialement pour le système SiOCH PECVD/silicium. L'utilisation de ce modèle permet également de classer les films en fonction de leurs facteurs d'intensité de contrainte obtenus à partir de la nanoindentation. Une valeur moyenne de la ténacité est déduite pour chaque système :

- $0,72 \pm 0,16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour USG/silicium
- $0,078 \pm 0,015 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour SiOCH PECVD/silicium
- $0,044 \pm 0,003 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le SiOCH *spin-on*/silicium.

Nous avons comparé ces valeurs de ténacité à celles obtenues par fissuration canalisée sur les mêmes films diélectriques.

IV.6. Etude de ténacité par flexion

Les trois films diélectriques sont sensibles au vieillissement sous contrainte. Cette étude, par rapport à l'étude de nanoindentation, permet de déterminer non seulement leur ténacité critique ou sous-critique mais aussi la gamme de contraintes de traction nécessaire dans le film pour qu'une fissure se crée et se propage. Pour les trois diélectriques, une étude de tenue mécanique en flexion 4 points a été réalisée. Des échantillons ont été clivés de manière à obtenir des lames d'environ 40 mm x 10 mm. Ces échantillons sont soumis à de la flexion quatre points. Pendant le chargement, la contrainte dans le film permet la propagation spontanée de fissures canalisées transverses amorcées par des défauts de clivage. Le chargement appliqué est mesuré par un dynamomètre et les contraintes dans le film et le substrat sont déterminées à partir des relations (III.26) et (III.27). Les tests ont été réalisés dans un environnement ambiant où l'hygrométrie variait de 40% à 60 % H.R. à une température ambiante de 25°C. Les fissures observées au microscope optique se trouvent dans des conditions stationnaires. De plus, comme aucune dissymétrie de sollicitations ne s'exerce sur les fissures et puisque le film est supposé présenter une contrainte résiduelle équi-biaxiale constante, aucune contrainte de cisaillement sur le plan de la fissure ne peut être justifiée, ni en mode II, ni en mode III. De ce fait, la fissure canalisée se propage en mode I. Le taux de restitution d'énergie exprimé par la formule (IV.10) peut donc être exprimé en facteur d'intensité de contrainte au moyen de la formule suivante :

$$G_{ss} = \frac{K_I^2 (1 - \nu_f^2)}{E_f} \text{ avec } K_I = \sigma \sqrt{Zh_f} \text{ et } \sigma = \sigma_0 + \sigma_f \quad (\text{IV.26})$$

IV.6.1. Protocole

Le protocole utilisé a été mis au point à partir des différents essais réalisés au cours de ce travail :

- Le capteur de force est étalonné à partir d'essais en compression réalisés sur une machine de traction Zwick®.
- Les échantillons film+substrat sont clivés afin d'obtenir des lames de longueur égale à environ 45 mm et de largeur égale à environ 9 mm.
- Les dimensions réelles des échantillons sont mesurées à l'aide d'un pied à coulisse.
- Au cours de chaque essai réalisé à l'air et à température ambiante sous microscope optique, la vitesse de montée en charge moyenne est de 10 N pour 1 min ; tous les 10 N la charge est maintenue afin de pouvoir procéder à la mise au point de l'image optique.
- Arrivé au niveau de charge souhaité, la charge est maintenue le temps nécessaire pour que les premières fissures visibles se propagent sur l'ensemble de la zone observable.
- La détermination de la vitesse de propagation de fissure se fait en prenant des clichés à une fréquence appropriée et la détermination du taux de restitution d'énergie correspondant est réalisée à partir de la formule (IV.26) pour la charge maintenue.
- On s'abstiendra d'analyser les fissures dans une zone proche des appuis intérieurs. En effet la concentration de contrainte à proximité de cette zone fait évoluer les fissurations canalisées sous un chargement mal défini.

IV.6.2. Films USG

Les essais de flexion quatre points sur ces échantillons ont été réalisés au CEA-LITEN dans le cadre du projet de recherche « Stressnet ». Seuls les échantillons de films USG mesurant 2 μm ont été testés.

Dans un premier temps des éprouvettes présentant un simple dépôt d'USG ont été soumises à de la flexion quatre points. La figure IV.27 représente les contraintes maximales atteintes dans le silicium classées par ordre croissant lors des essais pour différentes éprouvettes. Les éprouvettes rompues lors de la montée en charge sont représentées en bleu. Les éprouvettes ayant subi un maintien de la contrainte de flexion sont représentées en marron.

Pour ces échantillons, la contrainte maximale dans le substrat lors d'un maintien en charge est égale à 750 MPa, ce qui correspond à une contrainte dans le film de 210 MPa. Cependant pour ce niveau de contrainte aucune propagation de fissure n'a été détectée. Le facteur d'intensité de contrainte exercé par ce chargement sur une fissure canalisée éventuelle aurait été égal à 0,35 MPa $\sqrt{\text{m}}$.

Dans un second temps des éprouvettes d'USG avec une sous-couche d'alliage cuivre-aluminium ont été testées. Selon Elhaney [Elhaney, 2004], une telle sous-couche semble permettre de renforcer la tenue mécanique du substrat et faciliter l'ouverture de fissures canalisées. La figure IV.28 représente les niveaux de contrainte atteints dans le substrat sur ce système.

Pour ces échantillons, la contrainte maximale dans le substrat lors d'un maintien en charge est égale à 1420 MPa, soit une contrainte maximale dans le film de 490 MPa. Cependant pour ce niveau de contrainte aucune propagation de fissure n'a été détectée, pas plus que dans le cas précédent. Dans cette configuration de test le taux de restitution d'énergie est égal à [Elhaney, 2004]:

$$G_{ss} = \left(\frac{\sigma_f}{\sqrt{3}\sigma_Y} + Z \right) \frac{(1 - \nu_f^2)\sigma_f^2 h_f}{E_f} \quad (\text{IV.27})$$

Avec σ_Y la contrainte d'écoulement dans la sous-couche métallique. Ne connaissant pas la valeur de cette contrainte d'écoulement le taux de restitution d'énergie peut être approximé par la formule (IV.26). Le facteur d'intensité de contrainte peut donc être calculé par cette formule, et aurait été égal à 0,82 MPa $\sqrt{\text{m}}$ sur une éventuelle fissure canalisée.

Les essais précédents ne permettant pas d'observer de fissuration canalisée dans le film, des amorces de fissures ont été réalisées sur les films de 2 et 4 μm par nanoindentation, en appliquant une charge de 60 mN. Cependant pour un maintien en charge correspondant à une contrainte dans le substrat de 800 MPa (soit 270 MPa dans le film), aucune propagation de fissure à partir de l'empreinte n'a été observée. Les autres éprouvettes ont systématiquement rompu pour des charges supérieures.

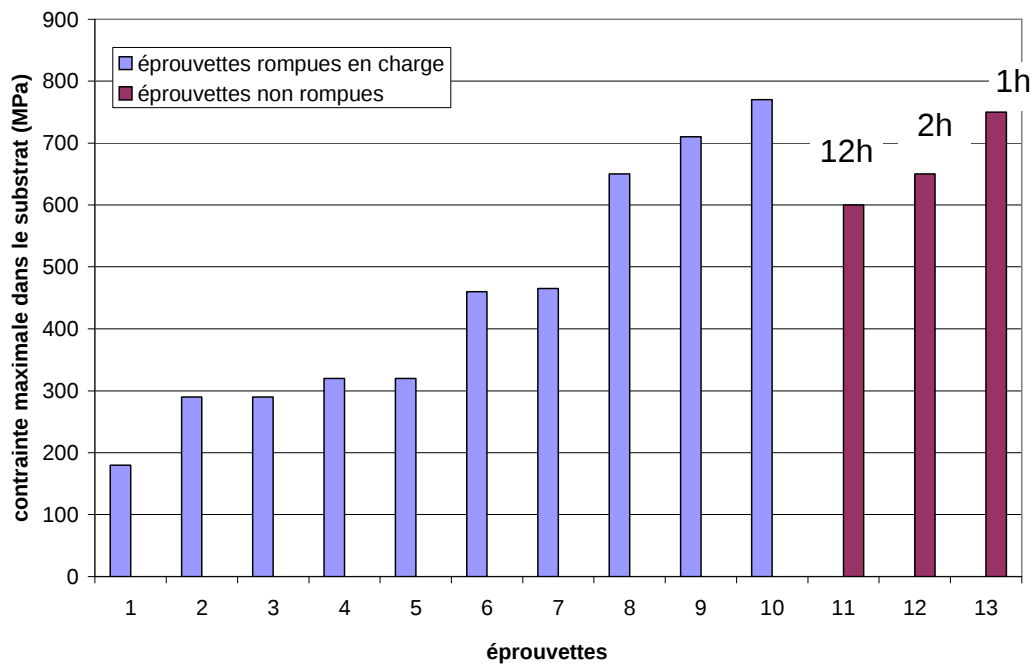


Figure IV.27 : Conditions de chargement en flexion quatre points des éprouvettes présentant un simple dépôt USG de 2 μm (contraintes maximales dans le substrat *prime*) [Delette, 2005]

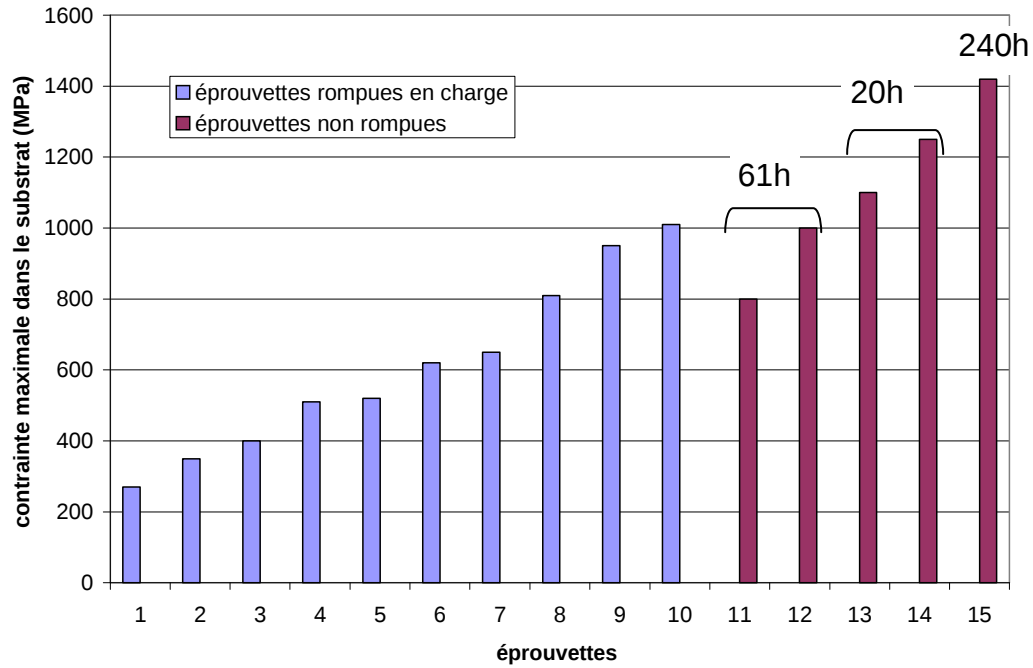


Figure IV.28 : Conditions de chargement en flexion quatre points des échantillons présentant un dépôt USG de 2 μm avec une sous-couche Al-Cu de 1,8 μm (contraintes maximales dans le substrat *prime*) [Delette, 2005].

IV.6.3. SiOCH PECVD

La figure IV.29 présente l'évolution de fissurations canalisées à partir d'images prises au microscope optique. Ces clichés ont été pris avec un intervalle de 20 minutes.

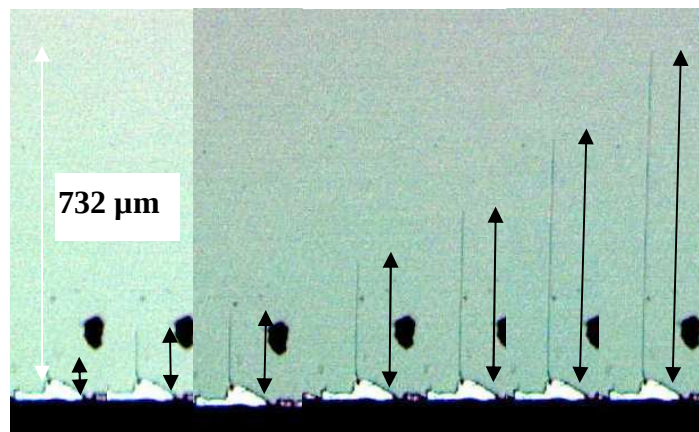


Figure IV.29 : Evolution de fissurations canalisées (une image toutes les 20 minutes) dans un film SiOCH PECVD d'épaisseur 1,8 μm .

Les évolutions de la vitesse de fissure en fonction de la contrainte dans le film (figure IV.30) et en fonction du facteur d'intensité de contrainte (figure IV.31) ont été déterminées à partir de l'équation (IV. 26), des valeurs des contraintes résiduelles (tableau IV.2) et de Z (tableau IV.3) pour les films SiOCH PECVD.

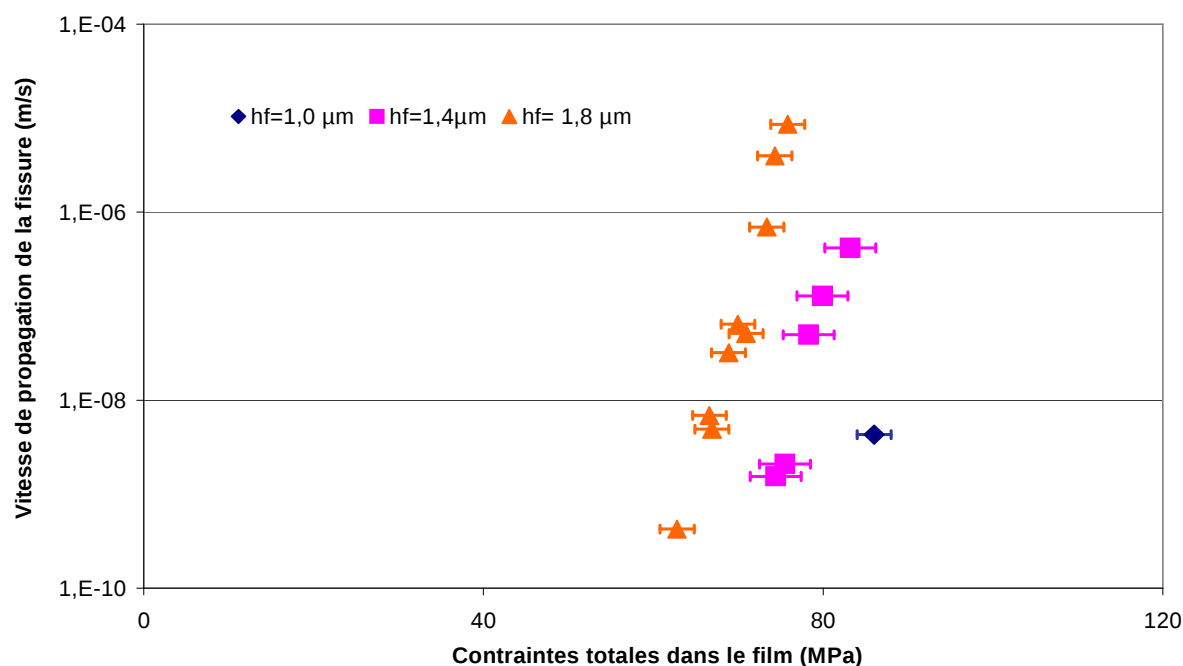


Figure IV.30 : Evolution de la vitesse de propagation de fissure en fonction de la contrainte dans le film.

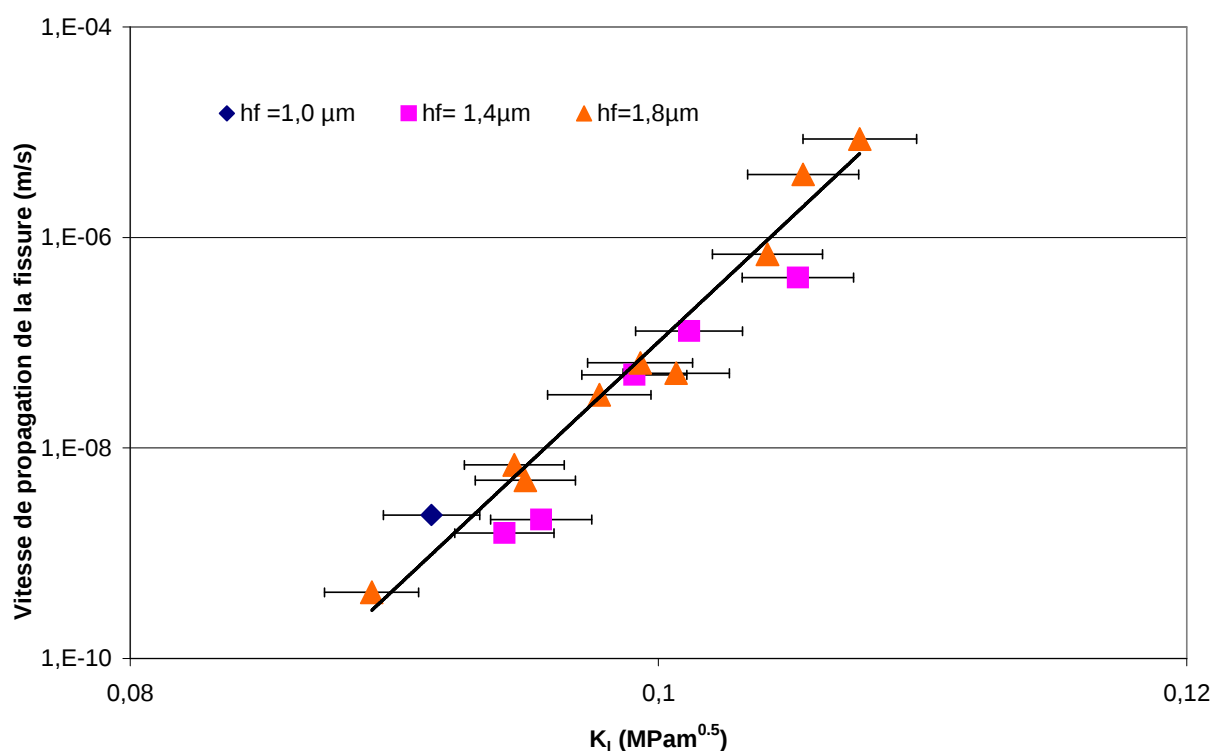


Figure IV.31 : Evolution de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte.

Comme le montre la figure IV.30, plus le film est épais, plus la propagation de fissure est facilitée. La relation entre le facteur d'intensité de contrainte et la vitesse de propagation de fissure, elle, est indépendante de l'épaisseur du film (figure IV.31). Le facteur d'intensité de contrainte pour une vitesse de fissure variant de 10^{-9} à 10^{-4} m/s est de l'ordre de $0,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

De plus, pour des problèmes de fiabilité, il semble intéressant de déterminer pour chaque épaisseur de film, à quelle vitesse la fissure peut se propager dans un environnement ambiant sous une contrainte donnée. A partir des formules (IV.18) et (IV.26), la vitesse de propagation de fissure V en fonction de la contrainte dans le film peut être déterminée pour chaque épaisseur à partir des résultats expérimentaux. L'équation devient alors:

$$\ln(V) = n \ln K_I + B \quad \text{où } B = \ln A - n \ln K_0 - \frac{Q_{app}}{RT} \quad (\text{IV.28})$$

n et B sont des paramètres déduits des résultats expérimentaux (figure IV.32).

En utilisant la formule (IV.28), la vitesse de propagation des fissures en fonction des contraintes dans le film pour une épaisseur fixée est déterminée dans un environnement ambiant (40-60 %HR et une température proche de 25°C), à partir de la formule :

$$V = \sigma^n (Zh)^{\frac{n}{2}} \exp B \quad (\text{IV.29})$$

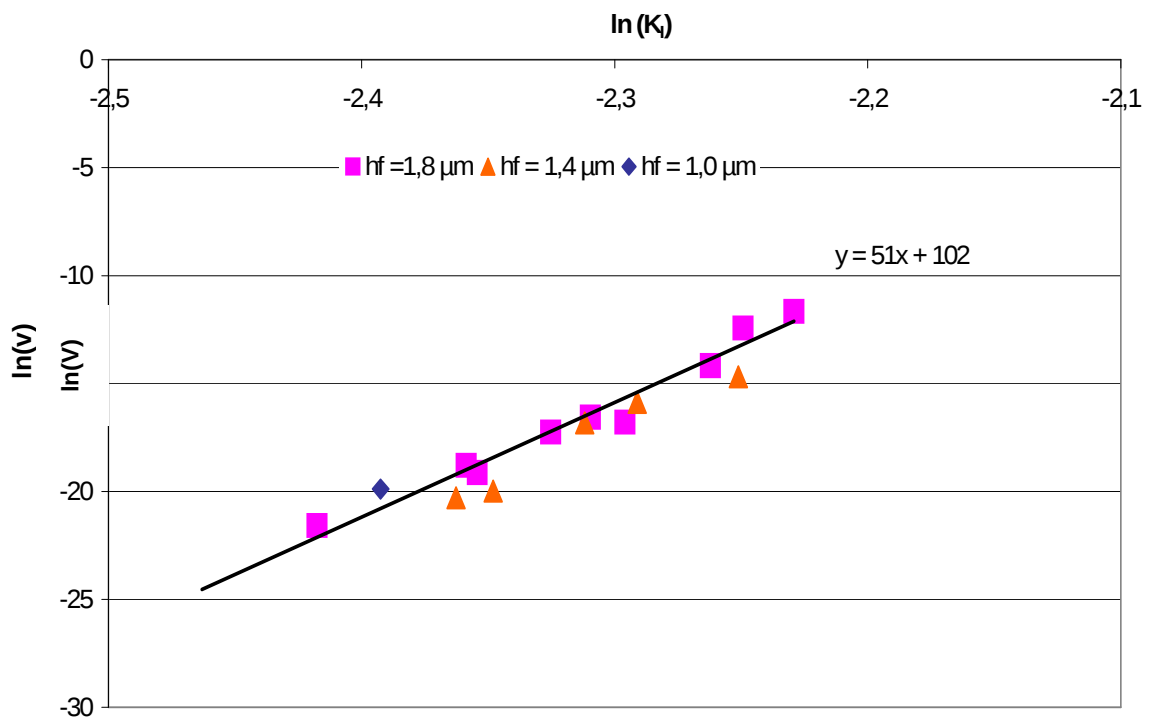


Figure IV.32 : Détermination des paramètres $n = 51$ et $B = 102$ à partir de la formule (IV.29).

La figure IV.33 montre alors une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et le modèle analytique déduit de l'équation (IV.29).

Pour une épaisseur de film donnée, lorsque la contrainte dans le film augmente de 20 %, la vitesse des propagations des fissures est multipliée par un facteur 10^4 . Pour une vitesse de propagation des fissures fixée, lorsque l'épaisseur du film est multipliée par 1,8, la contrainte nécessaire pour fissurer le film à la même vitesse est diminuée de 35%.

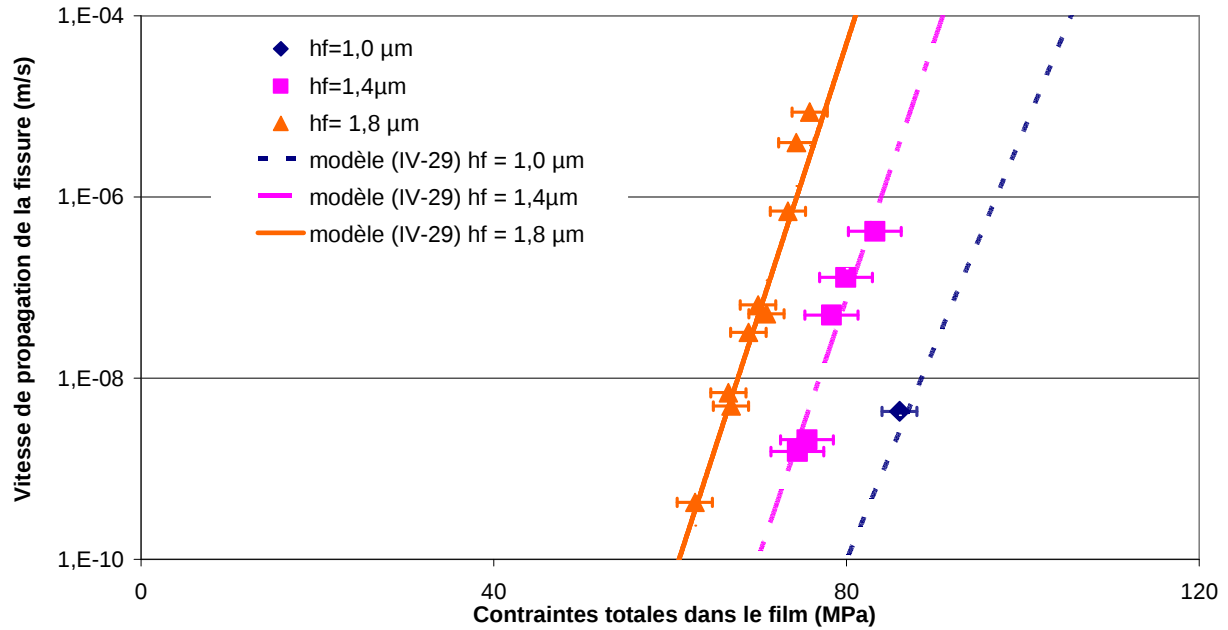


Figure IV.33 : Evolution de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte ; comparaison modèle-expérience.

Il est à noter que les vitesses de propagation de fissures pour cette étude ont été déterminées dans la zone centrale de l'éprouvette loin des appuis de flexion. En effet, la concentration de contrainte dans la zone des appuis, fait évoluer les fissures canalisées cohésives vers des fissures mixtes (adhésion+cohésion) au cours de l'essai (figure IV.34). Cependant, les vitesses de propagation du front des fissures canalisées ne semblent pas être affectées par le décollement du film. On peut y voir un effet de l'hygrométrie ambiante sur l'adhérence interfaciale diélectrique/Si, à rapprocher des observations de Tsui [Tsui, 2006] lors d'essais d'adhérence.

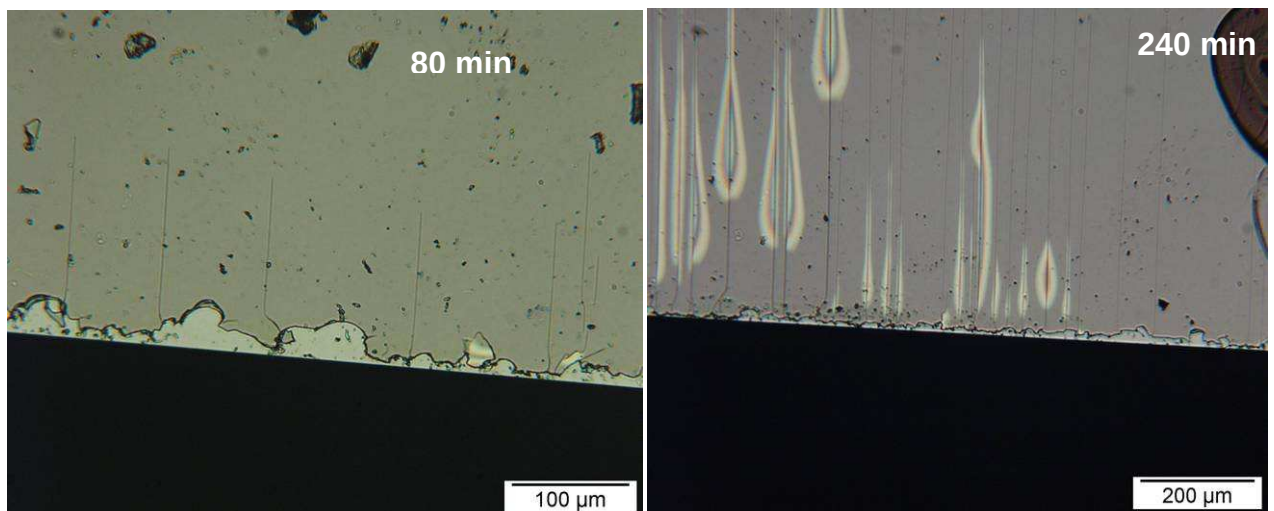


Figure IV.34 : Evolution de fissures canalisées cohésives en fissures mixtes (cohésives+adhésives) dans la zone proche des appuis après un temps de maintien de 240 min.

IV.6.4. SiOCH spin-on

Les essais de flexion quatre points sur ces échantillons ont été réalisés au CEA-LITEN dans le cadre du projet de recherche « Stressnet ». La figure IV.35 représente la contrainte maximale atteinte dans le silicium lors de l'essai.

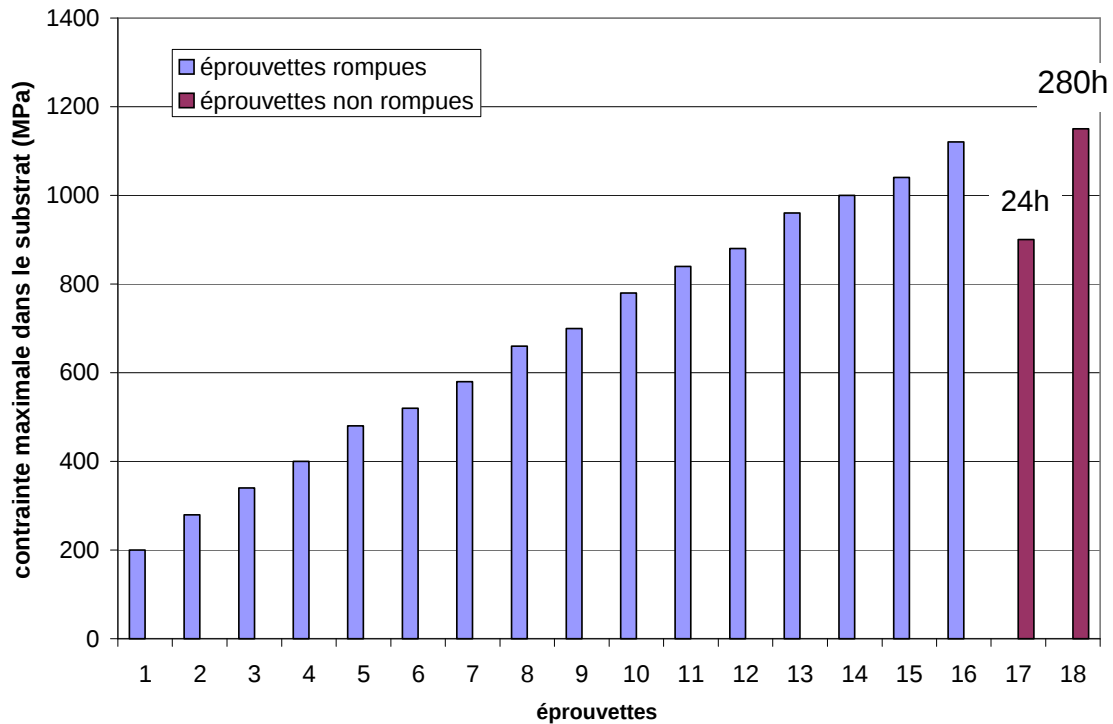


Figure IV.35 : Conditions de chargement en flexion quatre points des éprouvettes présentant un dépôt SiOCH *spin-on* de 1 μm (contraintes maximales dans le substrat *prime*) [Delette, 2005].

Lors des essais, une éprouvette ayant subi un maintien sous une contrainte de 900 MPa dans le substrat (ce qui correspond à une contrainte en traction dans le film de 40 MPa et un facteur d'intensité de contrainte de 0,041 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) pendant 24 heures n'a pas révélé de propagation de fissure.

En revanche, une éprouvette ayant subi un maintien sous une contrainte de 1150 MPa dans le silicium (soit 43 MPa dans le film), a permis d'étudier la fissuration dans ce dépôt. Le facteur d'intensité de contrainte correspondant est égal à 0,045 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Le CEA-LITEN ne possédant pas de système de flexion 4 points in-situ, les vitesses de propagation de fissure ont été analysées à partir d'images au microscope optique sur l'échantillon une fois déchargé. La vitesse de propagation déduite est égale à $1,1 \cdot 10^{-1} \text{ms}^{-1}$.

IV.6.5. Conclusion

La méthode de fissuration canalisée est une méthode longue et délicate à mettre en œuvre pour déterminer la fissuration sous-critique des films diélectriques. Le problème majeur de cette méthode consiste à fissurer le film avant de fissurer le substrat. La fissuration sous-critique du film USG n'a pu être observée même en facilitant l'amorçage de fissures. En effet, ce film présente d'une part une contrainte résiduelle compressive, et d'autre part une ténacité proche de la ténacité du silicium. Cependant une borne inférieure du facteur d'intensité des contraintes peut être déterminée. Pour les films SiOCH PECVD ou *spin-on*, plus fragiles, la fissuration sous-critique a pu être observée d'autant plus facilement que le film était épais. Pour un film donné, le comportement sous-critique pour une épaisseur fixée peut être prédit à partir d'un modèle ajusté sur les données expérimentales [Brillet-Rouxel-1, 2006]. L'ordre de grandeur du facteur d'intensité de contrainte pour obtenir une vitesse de fissuration variant de $10^{-10} \text{ m s}^{-1}$ à 10^{-4} m s^{-1} est supérieur à $0,83 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$ pour l'USG, de l'ordre de $0,10 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$ pour le SiOCH PECVD et de l'ordre de $0,05 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$ pour le SiOCH *spin on*.

IV.7. Comparaison entre les deux méthodes

Les figures IV.36 à IV.38 représentent pour chaque système (film diélectrique sur silicium) les plages d'incertitude des facteurs d'intensité de contrainte déterminés par nanoindentation (avec les corrections établies par le modèle proposé) d'une part, et par fissuration canalisée d'autre part.

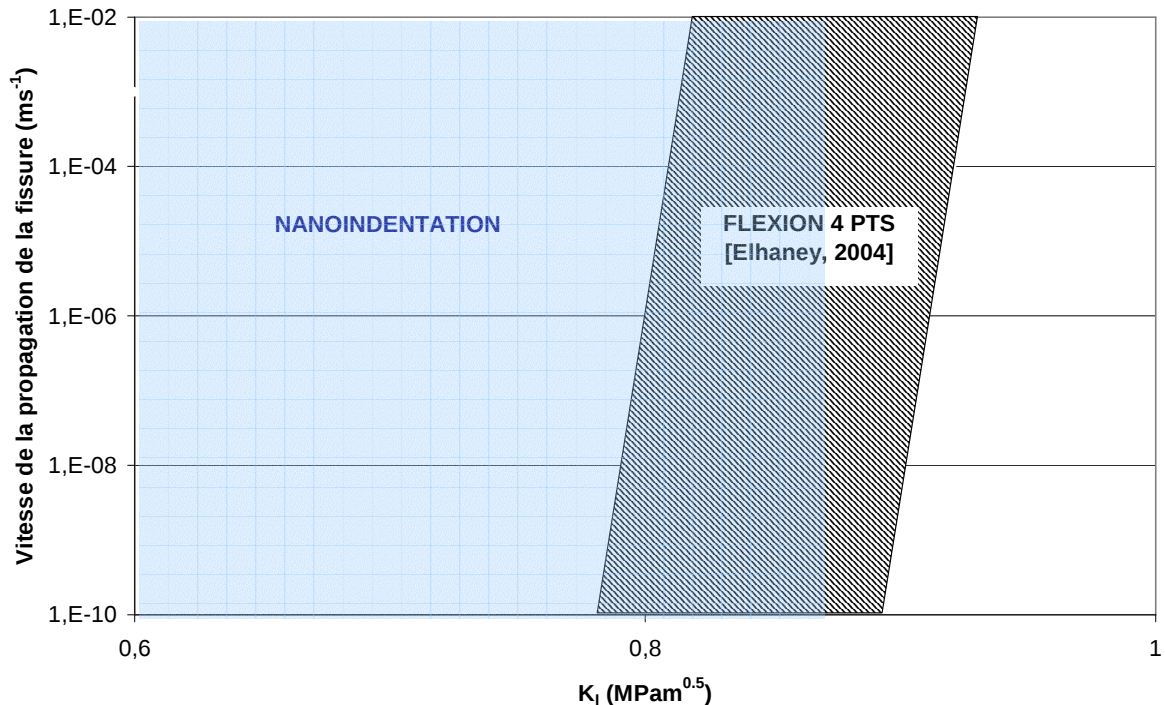


Figure IV.36 : Comparaison entre les valeurs de facteur d'intensité de contraintes sous-critiques et les valeurs de ténacité critique corrigées par le modèle pour le système USG/silicium.

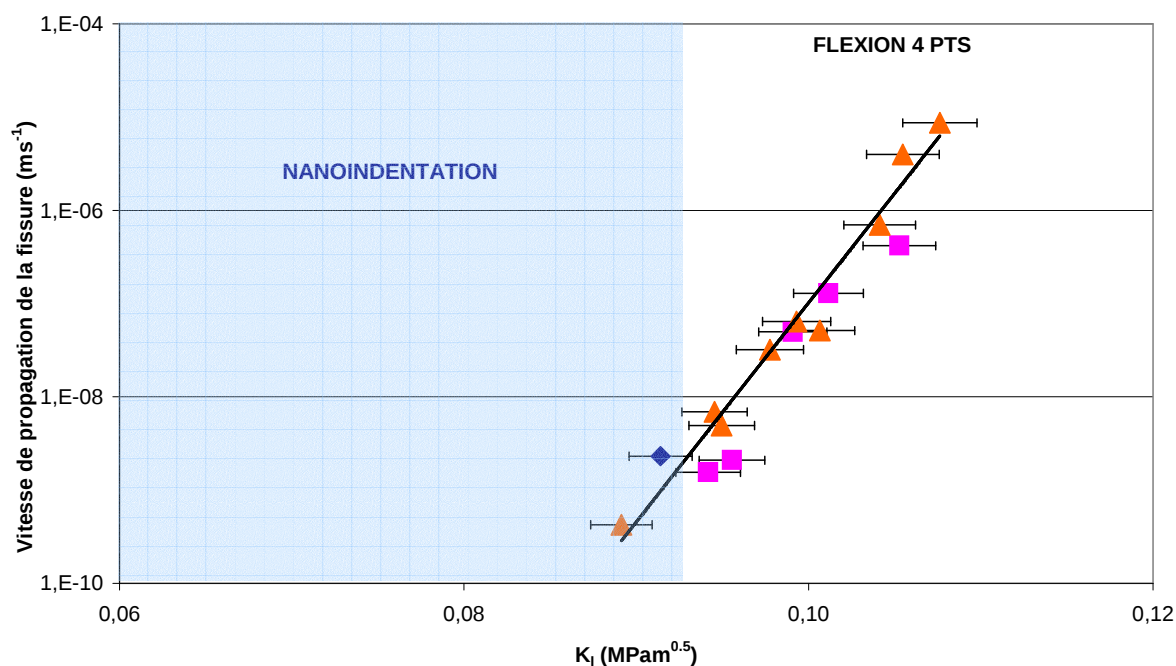


Figure IV.37 : Comparaison entre les valeurs de facteur d'intensité de contraintes sous-critiques et les valeurs de ténacité critique corrigées par le modèle pour le système SiOCH PECVD/silicium.

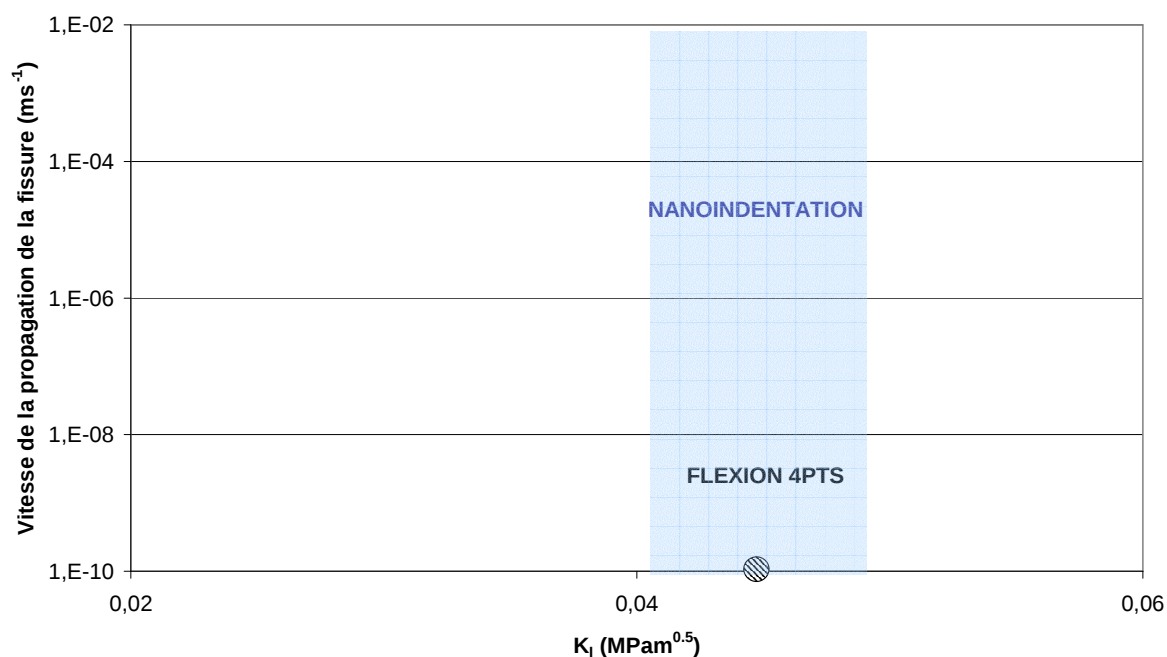


Figure IV.38 : Comparaison entre les valeurs de facteur d'intensité de contraintes sous-critiques et les valeurs de ténacité critique corrigées par le modèle pour le système SiOCH spin-on/silicium.

Le tableau IV.5 récapitule les valeurs numériques de ténacité obtenues par nanoindentation, corrigées ou non par le modèle, les valeurs de ténacité obtenues par flexion quatre points et les valeurs de ténacité tirées de la littérature pour les matériaux étudiés.

Matériaux	Nanoindentation (MPa√m)	Nanoindentation + corrections (MPa√m)	Flexion 4 pts (MPa√m)	Littérature (MPa√m)	Porosité %
Silicium massif	0,85 ± 0,14	-	-	0,79-0,90 [Yonenaga, 1989]	0
USG/Silicium	0,86 ± 0,14	0,72 ± 0,16	> 0,83	0,73-0,80 [Morris, 2004] 0,78-0,96 [Elhaney, 2004]	0
SiOCH PECVD/ Silicium	0,033 ± 0,020	0,078 ± 0,015	0,083-0,108	-	26 %
SiOCH <i>spin-on</i> / Silicium	0,020 ± 0,003	0,044 ± 0,003	0,04	-	35 %

Tableau IV.5: Récapitulatif des valeurs de ténacité obtenues par nanoindentation (avec ou sans corrections), par flexion 4 points et venant de la littérature.

L'ordre de classement des matériaux étudiés selon la ténacité est le même quelle que soit la méthode utilisée : nanoindentation avec ou sans correction, flexion quatre points.

De plus, pour tous les systèmes étudiés, les valeurs de ténacité obtenues par la méthode de nanoindentation avec correction et flexion 4 points sont du même ordre de grandeur et proches des valeurs de la littérature quand elles existent. Cependant pour tous les systèmes, les valeurs de ténacité obtenues par nanoindentation et corrigées sont légèrement inférieures aux valeurs obtenues dans le cas de la fissuration sous-critique. En fait les valeurs de ténacité corrigées correspondant à des valeurs de ténacité critique devraient être supérieures aux valeurs obtenues pour de la fissuration sous-critique.

Une des hypothèses pour la sous-estimation des valeurs de ténacité corrigées obtenues par nanoindentation est liée aux propriétés élastiques (module de Young et dureté) utilisées pour les diélectriques poreux. En effet lors de l'essai de ténacité, l'indenteur pénètre dans le film au-delà d'une profondeur de contact supérieure à 10% de l'épaisseur et vient compacter de manière locale le film mince. De ce fait les propriétés déterminées par la méthode du paragraphe IV.4.2, notamment la dureté, ne correspondraient plus aux propriétés du film dans la zone fissurée. La dureté serait sur-estimée de 20 %, ce qui correspondrait à une augmentation de la ténacité sans correction de 10%, soit à une augmentation maximale de 0,005 MPa√m. Cette augmentation n'est cependant pas suffisante pour expliquer l'écart et l'inversion entre les valeurs de ténacité déterminées par nanoindentation avec le modèle et les valeurs de fissuration sous-critique obtenues par flexion 4 points. De plus, elle ne s'appliquerait pas aux films USG dont la porosité est nulle.

On peut supposer que le test de nanoindentation induit, par lui-même, un endommagement des films minces, qui est mal traduit par les formules (III.15) à (III.17), et fournit systématiquement des valeurs sous-estimées de la ténacité critique.

IV.8. Conclusion

La nanoindentation est une méthode rapide pour estimer la ténacité d'un film mince. Nous tentons d'améliorer son interprétation avec un modèle qui propose des corrections pour la prise en compte de la contrainte résiduelle du film et de l'hétérogénéité élastique film/substrat. Cependant le modèle proposé ne possède pas un degré de raffinement suffisant pour déterminer de manière précise la ténacité des films minces qu'il semble encore sous-estimer systématiquement.

La méthode de fissuration canalisée est quant à elle beaucoup plus longue à mettre en œuvre pour déterminer la gamme de facteurs d'intensité de contrainte correspondant à la fissuration sous-critique du film mince. Afin de fissurer le film facilement, sans fissurer le substrat, ce film devra présenter de préférence les caractéristiques suivantes :

- dépôt sur substrat *prime*
- contrainte résiduelle de tension
- épaisseur supérieure à $1,8 \mu\text{m}$
- ténacité estimée inférieure à $0,1 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$

Malgré ces limites, cette méthode permet de prévoir les contraintes bi-axiales dans le film nécessaires à la fissuration sous-critique de ce dernier à une vitesse donnée pour une épaisseur fixée, à condition de calculer la constante de force motrice Z par éléments finis. Elle peut prédire, également à partir de différents essais sous hygrométrie, pH et/ou température imposées, l'évolution du comportement à rupture d'un film d'épaisseur définie sous un environnement défini [Guyer, 2006].

IV.9. Bibliographie

- [Beuth, 1992] J.L. Beuth, *Cracking of thin bonded films in residual tension*, International Journal of Solids and Structures, volume 29, pp. 1657-1675, 1992.
- [Brillet-Rouxel-1, 2006] H. Brillet-Rouxel, M. Dupeux, M. Braccini, S. Orain, *Channel cracking technique for toughness measurement of SiOCH low-k films*, Material Research Society Proceedings, volume 914, F3.5, 2006.
- [Brillet-Rouxel-2, 2006] H. Brillet-Rouxel, M. Verdier, M. Braccini, M. Dupeux, S. Orain, *Methodology to determine the toughness of a brittle thin film by nanoindentation*, Material Research Society Proceedings, volume 914, F2.7, 2006.
- [Cherault, 2006] N. Cherault, *Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexion dans les circuits sub-microélectroniques*, Thèse Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [Ciaramella, 2005] F. Ciaramella, V. Jousseau, S. Maitrejean, M. Verdier, B. Remiat, A. Zenasni and G. Passemard, *Crosslinking impact of mesoporous MSQ films used in microelectronic interconnections on mechanical properties*, Materials Research Society Symposium Proceedings, volume 862, B1.4, 2005.
- [Delette, 2005] G. Delette, H. Giraud, *Compte rendu d'essais de fissuration cohésive dans les films diélectriques minces en flexion 4 points*, Rapport technique CEA, 2005.
- [Elhaney, 2004] K.W. Mc Elhaney, Q. Ma *Investigation of moisture-assisted fracture in SiO₂ films using a channel cracking technique*, Acta Materialia, volume 52, pp.3621-3629, 2004.
- [Fisher-Cripps, 2002] A.C. Fisher-Cripps in *Nanoindentation*, edited by Springer (Mechanical Engineering Serie), 2002.
- [Guyer, 2006] E.P. Guyer, M. Patz, R.H. Dauskardt, *Fracture of nanoporous methyl silsesquioxane thin-film glasses*, Journal of Materials Research, volume 21, pp. 882-894, 2006.
- [Haussonne, 2005] J.M. Haussonne, C. Carry, P. Bowen, J. Barton, dans *Céramiques et verres : Principes et techniques d'élaboration, Traité des matériaux*, volume 16, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, Suisse, 2005.
- [Hutchinson, 1992] J.W. Hutchinson, Z. Suo, *Mixed mode cracking in layered materials*, Advances in Applied Mechanics, volume 29 , pp. 63-191, 1992.
- [Jang, 2005] J.Jang, M.J. Lance, S.Wen, T.Y. Tsui, G.M. Pharr, *Indentation-induced phase transformations in silicon: influences of load, rate and indenter angle on the transformation behavior*, Acta Materialia, volume 53, pp. 1759-1770, 2005.
- [Jennett, 2001] N.M. Jennett, A.J. Bushby, *Adaptative protocol for robust estimates of coatings properties by nanoindentation*, Materials research society symposium proceedings, volume 695, L3.1, 2001.
- [Lawn, 1975] B.R. Lawn, T.R. Wilshaw, *Fracture of brittle solids*, Cambridge University Press, Londres, 1975.
- [Loboda, 1998] M.J. Loboda, C.M. Grove, R.F. Schneider, *Properties of a-SiO_x:H thin films deposited from hydrogen silsesquioxane resins*, Journal of the Electrochemical Society, volume 145, pp. 2861-2866, 1998.
- [Lucovski, 1986] G. Lucovski, P.D. Richard, D.V. Tsu, S.Y. Lin, R.J. Markunas, *Deposition of silicon dioxide and silicon nitride by remote plasma enhanced chemical vapour deposition*, Journal of vacuum science & technology A: vacuum, surfaces, and films, volume 4, pp. 681-688, 1986.
- [Morris, 2004] D.J. Morris, R.F. Cook, *In situ cube-corner indentation of soda-lime glass and fused silica*, Journal of the American Ceramic Society, volume 87, pp. 1494-1501, 2004.

- [Nakamura, 1992]** T. Nakamura, S.M. Kamath, *Three-dimensional effects in thin film fracture mechanics*, Mechanics of Materials, volume 13, pp. 67-77, 1992.
- [Sih, 1973]** G.C. Sih, *Handbook of stress intensity factors*, Institut of Fracture and Solid Mechanics, Lehigh University, Bethlehem, PA, 1973.
- [Suo, 1989]** Z. Suo, *Singularities with interfaces and cracks*, International Journal of Solids and Structures, volume 25, pp. 101-114, 1989.
- [Tsui, 2006]** T.Y. Tsui, A.J. McKerrow, J.J. Vlassak, *the effect of water diffusion on the adhesion of organosilicate glass film stacks*, Journal of Mechanical and Physics of Solids, volume 54, pp.887-903.
- [Vlassak, 2003]** J.J Vlassak, *Channel cracking in thin films on substrates of finite thickness*, International Journal of Fracture, volume 119/120, pp. 299-323, 2003.
- [Wiederhorn, 1967]** S. M. Wiederhorn, *Influence of water vapour on crack propagation in soda-lime glass*, Journal of the American Ceramic Society, volume 50, pp. 407-414, 1967.
- [Wiederhorn, 1970]** S. M. Wiederhorn, L. H. Bolz, *Stress corrosion and static fatigue of glass*, Journal of the American Ceramic Society, volume 53, pp 543-548, 1970.
- [With, 1989]** G. de With, *Small-Specimen Double-Cantilever-Beam Test Applicable to Monoliths and Joints*, Journal of the American Ceramic Society, volume 72, pp. 710-713, 1989.
- [Yonenaga, 1998]** I. Yonenaga, *Mechanical strength of silicon wafers*, Materials Japan, volume 37, pp.1018-1021, 1998.

CHAPITRE V

Etude de la fissuration dans les interconnexions

Sommaire :

V.1. Etude de l'amorçage et de la propagation de fissure dans une structure simple :	143
V.1.1. Description de la structure	143
V.1.2. Résultats expérimentaux	144
V.1.2.1. Protocole	144
V.1.2.2. Résultats	145
V.1.3. Simulations	150
V.1.3.1. Singularités	150
V.1.3.2. Résistance à la rupture de la structure	152
V.1.3.3. Comparaison entre l'expérience et la simulation	153
V.1.4. Conclusion	154
V.2. Recherche d'optimisation d'architecture des interconnexions multi-niveaux	155
V.2.1. Etude d'une structure à deux niveaux	155
V.2.1.1. Modèle	155
V.2.1.2. Résultats	158
V.2.1.3. Situations critiques :	165
V.2.1.4. Conclusion	165
V.2.2. Impact du nombre de niveaux	166
V.2.2.1. Modèle	166
V.2.2.2. Chargement de type 1	168
V.2.2.3. Influence de la localisation de fissure et du chargement sur la résistance à rupture des structures	173
V.2.2.4. Situations critiques	177
V.2.2.5. Fissuration horizontale de l'interface diélectrique/barrière	177
V.2.2.6. Conclusion	179
V.3. Conclusion	179
V.4. Bibliographie	181

En s'appuyant sur les caractéristiques de ténacité des films diélectriques et des interfaces dans les interconnexions déterminées dans le chapitre précédent, il est désormais possible de prédire la résistance à rupture de structures d'interconnexions en utilisant des outils numériques, en comparant les résultats de simulations et les résultats expérimentaux. Dans ce chapitre nous allons considérer trois types de structures : tout d'abord une structure simple damascène qui permettra de corréler les résultats numériques et expérimentaux puis deux structures plus complexes à deux et six niveaux se rapprochant d'une architecture *PAD*, qui serviront à rechercher des règles de dessin pour éviter la fissuration dans les architectures complexes d'interconnexions.

V.1. Etude de l'amorçage et de la propagation de fissure dans une structure simple :

V.1.1. Description de la structure

La structure étudiée présente des motifs de lignes de cuivre isolées de diélectrique *ultra-low-k* SiOCH *spin-on*, correspondant à une structure d'interconnexion premier niveau (présentée au paragraphe I.2.2.). Ces lignes parallèles constituent sur tout le substrat des motifs de 1 cm^2 où les lignes sont régulièrement espacées respectivement de $0,3 \mu\text{m}$; $0,5 \mu\text{m}$; $1 \mu\text{m}$; $3 \mu\text{m}$. (voir paragraphe III.3.2.2). La figure V.1 présente les dimensions de la structure pour une période de deux fois la largeur de ligne w . Les propriétés élastiques du diélectrique ont été obtenues par nanoindentation Berkovich (voir paragraphe IV.4.2) (Tableau V.1), les ténacités des films ont été obtenues par nanoindentation (voir paragraphe IV.5), et les énergies de fissuration interfaciales par flexion 4 points [Trouvé, 2003]. Le tableau V.1 présente les énergies de fissuration de l'*ultra low-k* et des interfaces les plus fragiles. Le substrat de silicium est quant à lui supposé en première approximation isotrope ; les propriétés élastiques utilisées sont les propriétés élastiques volumiques.

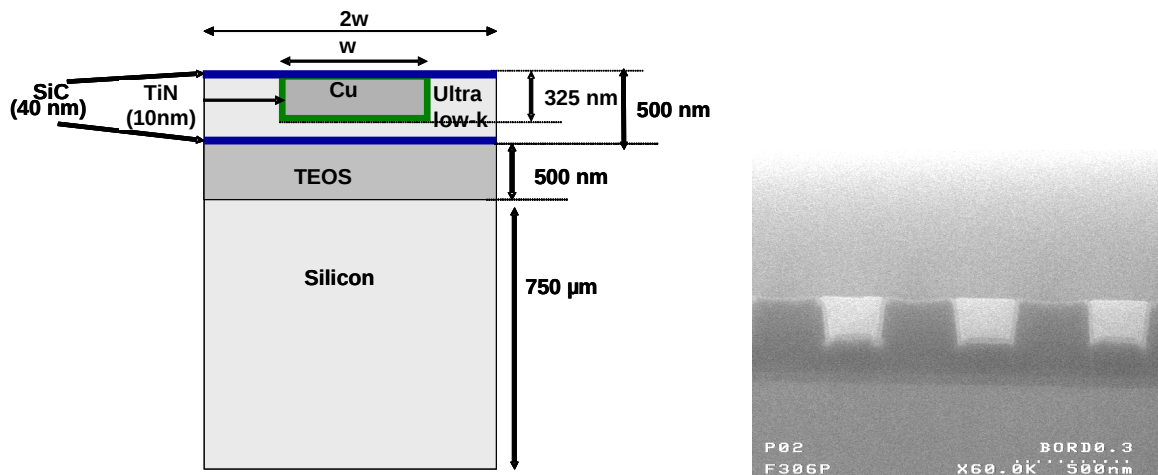


Figure V.1 : Représentation schématique et image FEG en coupe de la structure étudiée ($w = 0,3 \mu\text{m}$).

Matériaux	E (GPa)	ν		
SiC	24	0,14		
TiN	320	0,25		
Cu	128	0,33		
SiOCH spin-on	2	0,15		
Silicium	165	0,25		
TEOS	63	0,23		

	Gc (J/m²)
SiOCH spin-on	0,5 (déduit de la nanoindentation sans correction)
SiOCH spin-on/ SiC	3 [Trouvé, 2003]
SiOCH spin-on/ TiN	8 [Trouvé, 2003]

Tableau V.1 : Propriétés élastiques des matériaux présents dans la structure et énergie de rupture des interfaces et du matériau les plus fragiles dans la structure.

V.1.2. Résultats expérimentaux

Des lames rectangulaires ont été prélevées dans les *wafers* de manière à ce que les réseaux de lignes soient situés sur la face en extension et parallèles au moment de flexion, donc perpendiculaires à la contrainte de traction maximale qui en résulte. Chaque lame a été soumise à un moment de flexion grâce au dispositif de flexion 3 points (voir paragraphe. III.3.3) et analysée selon le protocole suivant.

V.1.2.1. Protocole

Le protocole utilisé a été établi à partir des différents essais réalisés au cours de ce travail :

- Le capteur de force est étalonné à partir d'essais en compression réalisés sur une machine de traction Zwick®.
- Les échantillons film+substrat sont clivés afin d'obtenir des lames de longueur environ égale soit à 46 mm, soit à 58 mm et de largeur égale à environ 10 mm. Ces différentes longueurs d'échantillon permettent d'avoir le maximum de contrainte soit au niveau du changement de motif, soit en milieu de motif (figure V.2).

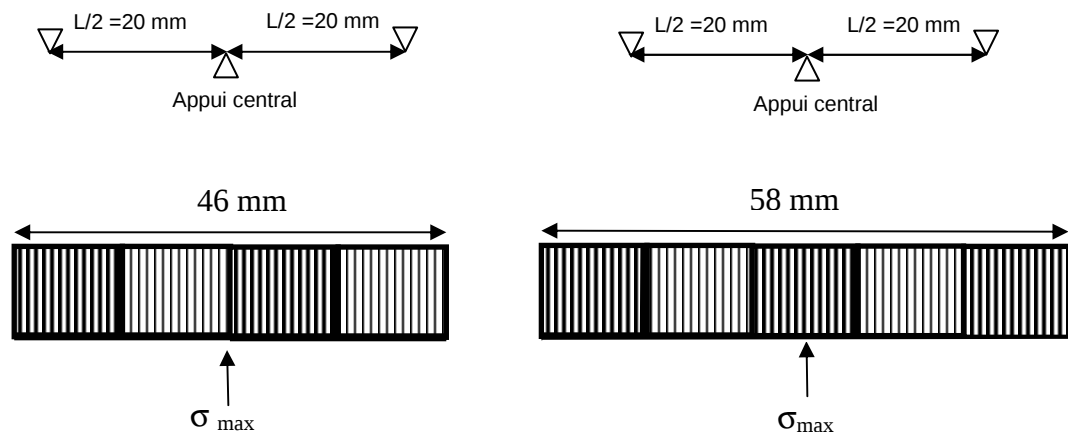


Figure V.2 : Répartition de la contrainte maximale en fonction du type d'échantillon.

- Les dimensions réelles des échantillons sont mesurées à l'aide d'un pied à coulisse.
- Au cours de chaque essai réalisé à l'air et à température ambiante, la vitesse moyenne de montée en charge est de 10 N pour 1 min.
- Arrivé au niveau de charge souhaité, la charge est maintenue le temps désiré pour l'essai.

- L'échantillon est par la suite déchargé, et observé par microscopie FEG et/ou AFM, ou par coupe FIB, pour déterminer le lieu d'amorçage des fissures. La déformation seuil nécessaire pour faire croître les défauts est explorée en partant du centre, en observant des zones de plus en plus proches d'un appui extérieur. En effet, en connaissant la position de la zone où les défauts ne sont plus visibles on peut déterminer la contrainte locale dans le substrat, donc la déformation transmise à la couche d'interconnexions-minimale nécessaire pour produire des fissures dans la couche.

V.1.2.2. Résultats

La force appliquée est mesurée par le capteur de force. Le maximum de contrainte dans une section donnée de plaque de silicium peut être calculé pour une position x à partir des relations établies dans le paragraphe III.3.1, soit :

$$\sigma_{xSi} = \frac{3 P (x)}{b h_s^2} \quad (V.1)$$

avec P la charge appliquée, x la distance entre l'appui extérieur gauche et la position étudiée (dans ce cas $0 < x < L/2$), h_s l'épaisseur et b la largeur de la plaque. Dans des conditions de déformations planes, le maximum de déformation appliqué sur le haut de la surface de la plaque est égal à

$$\varepsilon_{x \max} = \frac{\sigma_{xSi} (1 - \nu_{Si}^2)}{E_{Si}} \quad (V.2)$$

où E_{Si} et ν_{Si} sont respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat. La déformation est supposée être imposée à l'ensemble de la structure d'interconnexion par la surface de la plaque à chaque position de x le long de la plaque. La valeur maximale $\varepsilon_{x \max}$ au niveau de l'appui central ($x = L/2$) est :

$$\varepsilon_{x \max} = \frac{3PL}{2bh_s^2} \frac{(1 - \nu_{Si}^2)}{E_{Si}} \quad (V.3)$$

Les figures V.3 à V.7 représentent les contraintes maximales atteintes sur le haut des plaques de silicium, classées par ordre croissant lors des essais, respectivement pour des réseaux de lignes 0,3 μm , 0,5 μm , 1 μm et 3 μm . Les éprouvettes ayant rompu lors de la montée en charge sont présentées en bleu. Les éprouvettes ayant subi un maintien de flexion sont quant à elles présentées en marron.

La déformation maximale et la contrainte maximale pour chaque période correspondant à une zone proche de l'appui central sont présentées dans le tableau V.2.

Largeur de la ligne de cuivre	$\sigma_{Si \text{ max}}$ (MPa)	$\epsilon_{Si \text{ max}} = \epsilon_{x \text{ max}}$
3 μm	1190	0,68
1 μm	1190	0,68
0,5 μm	940	0,53
0,3 μm	940	0,53

Tableau V.2 : Contrainte et déformation maximales atteintes pour chaque période dans une zone proche de l'appui central.

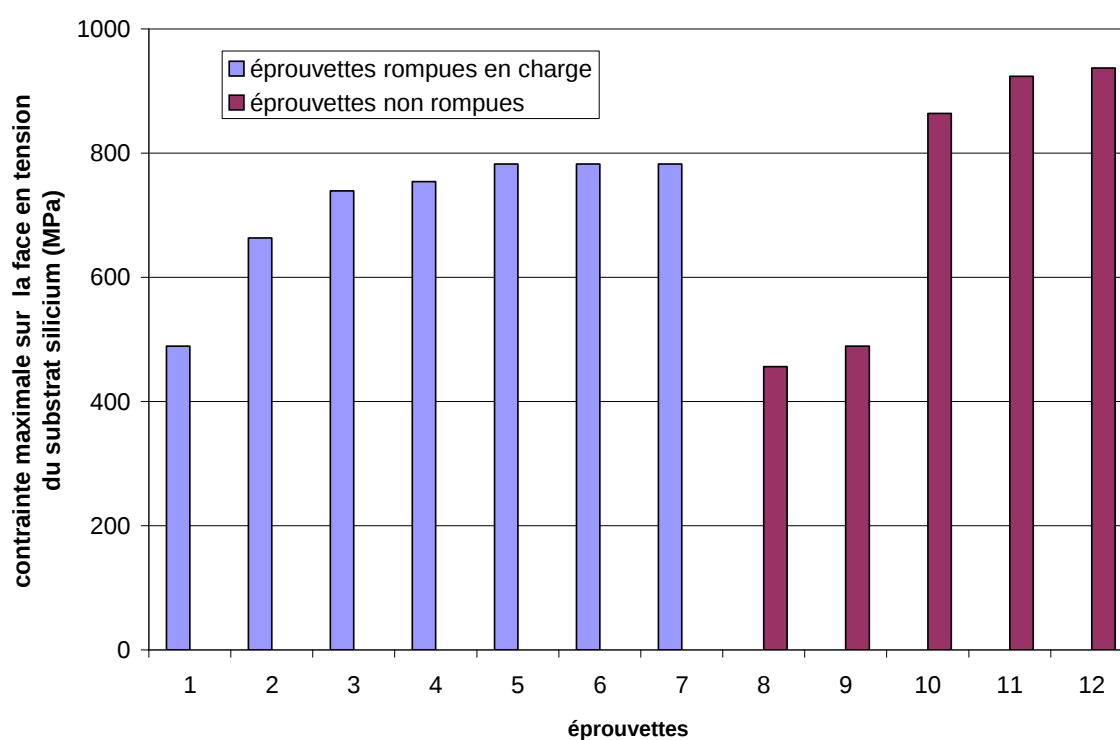


Figure V.3 : Contraintes maximales sur la face en tension du substrat de silicium *prime* obtenues pour un réseau de lignes de 0,3 μm .

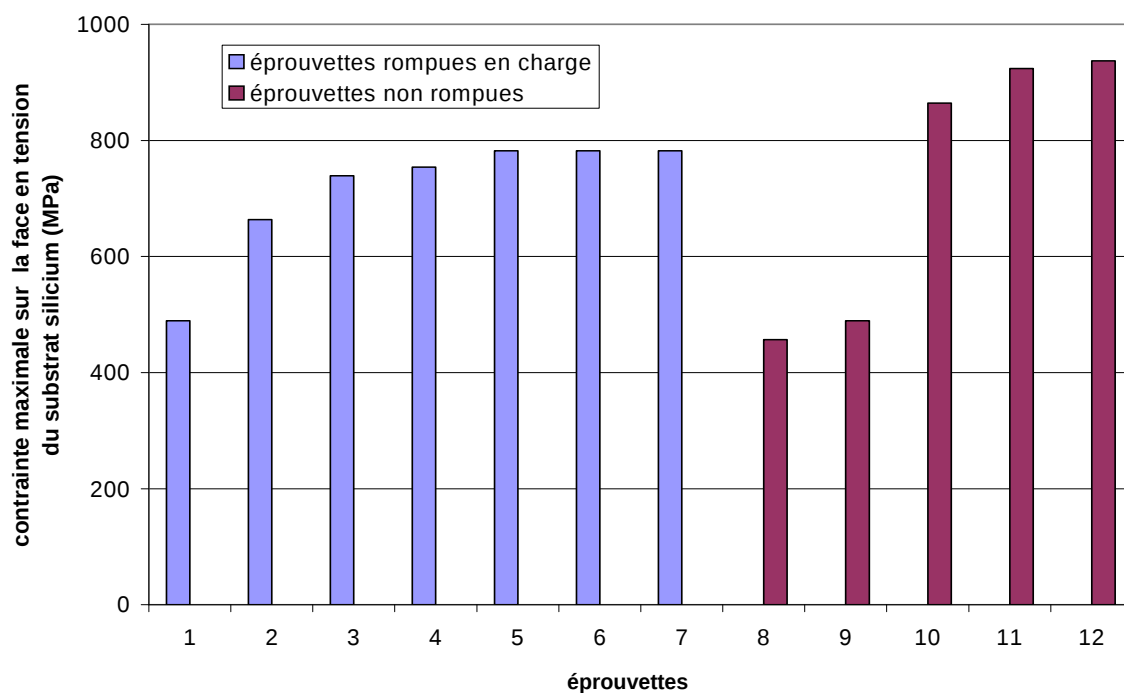


Figure V.4 : Contraintes maximales sur la face en tension du substrat *prime* obtenues pour un réseau de lignes de 0,5 μm .

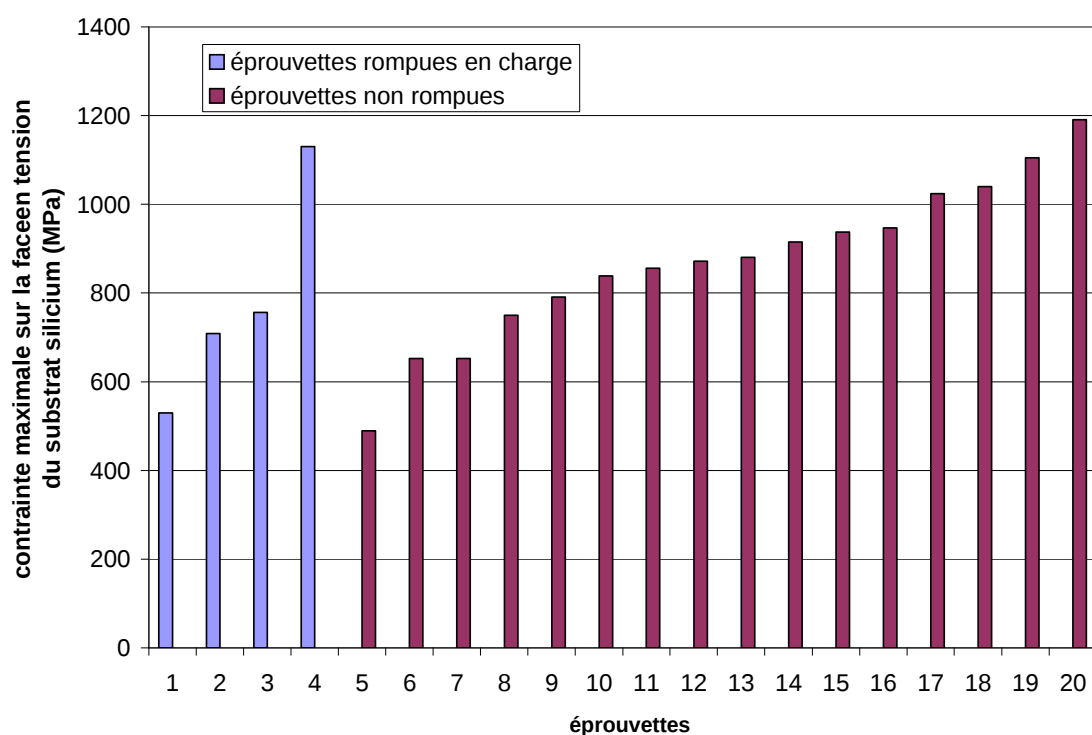


Figure V.5 : Contraintes maximales sur la face en tension du substrat *prime* de silicium obtenues pour un réseau de lignes de 1 μm .

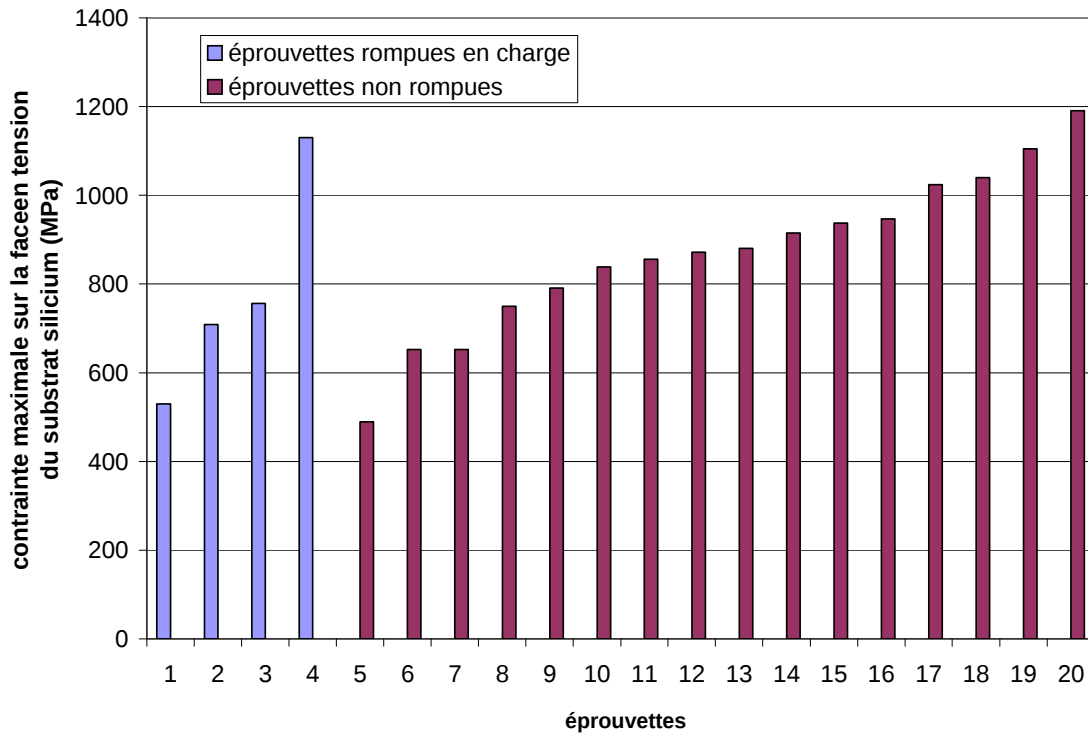


Figure V.6 : Contraintes maximales sur la face en tension du substrat *prime* de silicium obtenues pour un réseau de lignes de 3 μm .

Après flexion, les échantillons ont été observés au MEB-FEG après coupe FIB et à l'AFM et comparés à des échantillons non chargés. Pour chaque échantillon et pour chaque période de réseau, différentes zones ont été observées du centre de l'échantillon aux bords des appuis extérieurs. Même pour les chargements maximaux, proches de la rupture du silicium, ni fissures cohésives ni fissures adhésives n'ont été détectées. La figure V.7 présente des clichés comparatifs MEB-FEG après coupe FIB, pour une structure 1 μm de référence et ayant subi une contrainte maximale de 1100 MPa dans le silicium ; la zone observée est la zone de contrainte maximale.

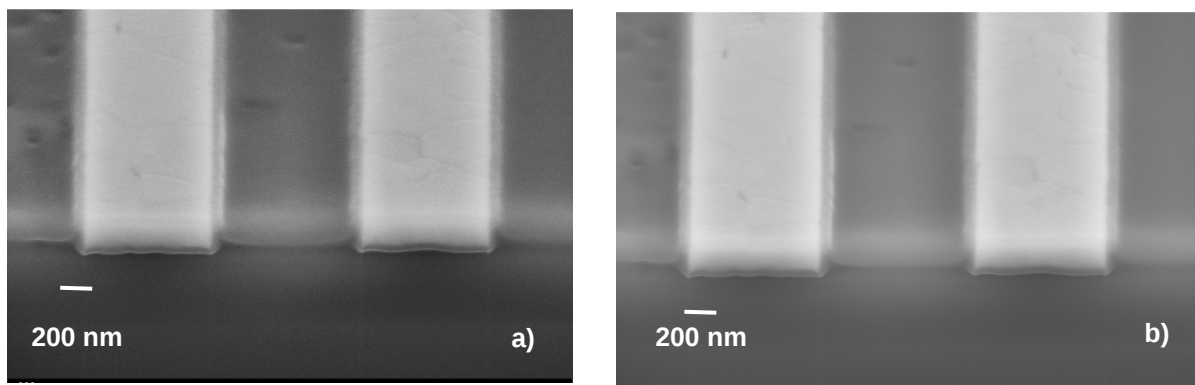
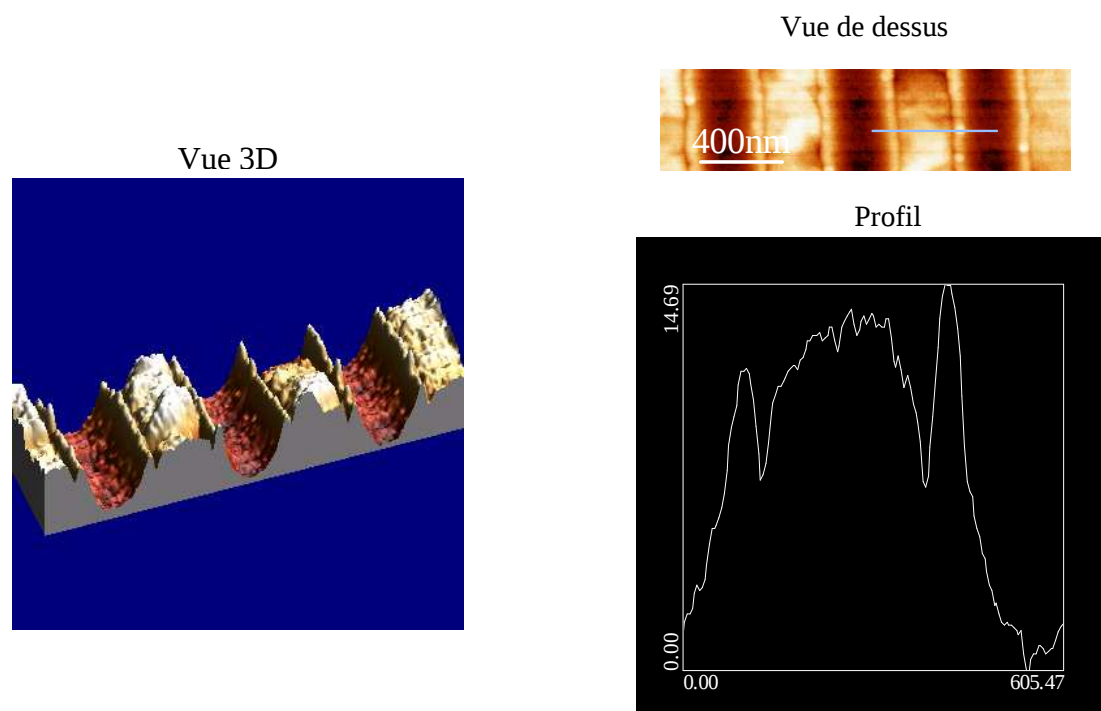
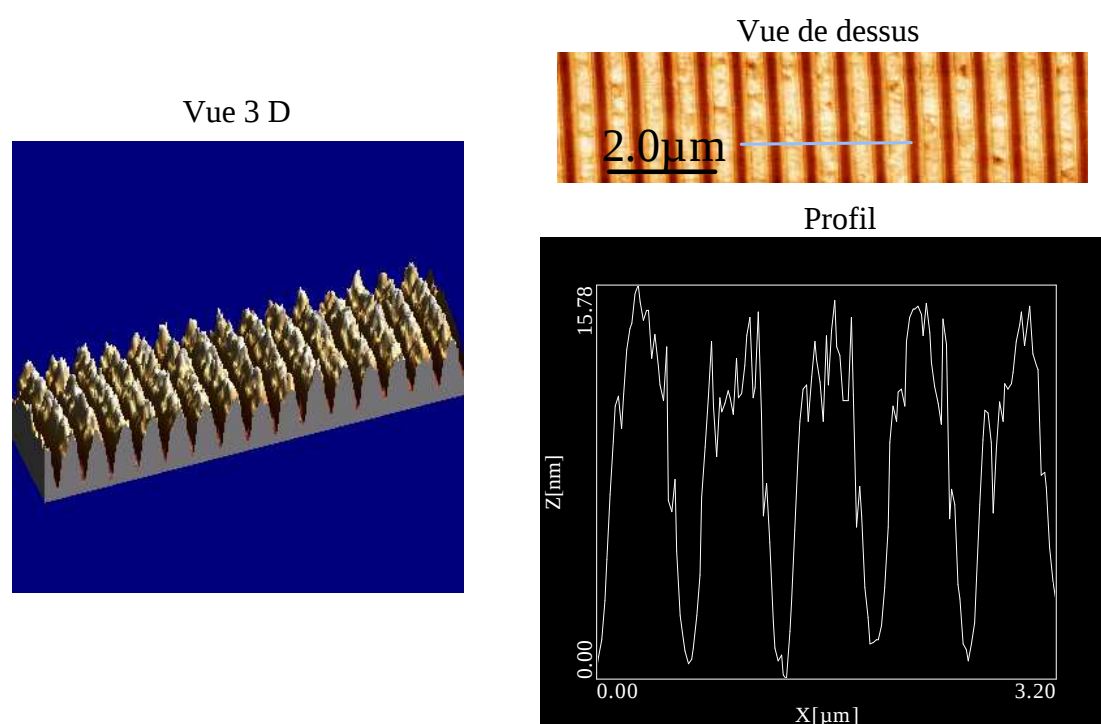


Figure V.7 : MEB-FEG après coupe FIB, structure 1 μm , a) état de référence, b) après une contrainte de 1100 MPa dans le silicium.

La figure V.8 présente une analyse comparative par AFM, pour une structure 0,3 μm , de référence et ayant subi une contrainte maximale de 1100 MPa dans le silicium ; la zone observée est la zone de contrainte maximale.



a) Etat référence



b) après une contrainte de 900 MPa

Figure V.8 : Analyse AFM d'une structure de $0,3\mu\text{m}$ a) état de référence, b) après une contrainte de 900 MPa.

Des tests complémentaires, couplant nanoindentation par coin de cube et flexion, ont été réalisés afin de provoquer des fissures et de détecter leur propagation sous chargement. De plus, ces tests ont été reproduits sous une hygrométrie de 100% ou sous un environnement basique proche d'un pH=11, pour sensibiliser l'interface barrière/diélectrique à la fissuration [Guyer-1, 2005]. Cependant aucune propagation cohésive ou adhésive n'a été détectée. Seul un écaillage superficiel de la barrière SiC est visible dans une zone proche des indents (figure V.9).

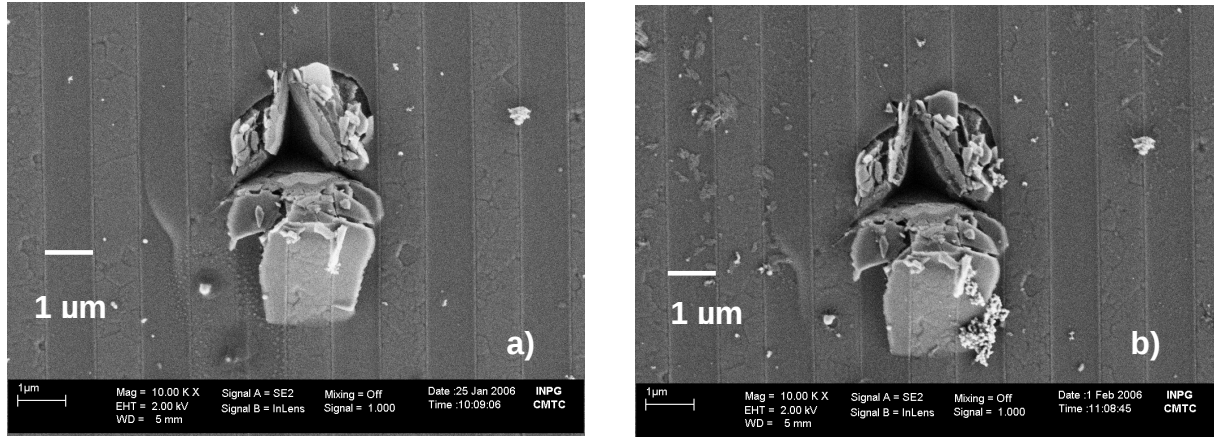


Figure V.9 : Tests complémentaires couplant nanoindentation coin de cube et flexion a) état initial, b) flexion sous pH=11.

Pour provoquer une éventuelle propagation de fissure en régime sous-critique nous avons également maintenu la charge appliquée pendant 15 jours. Cependant aucune propagation cohésive ou adhésive n'a été détectée.

Nous allons confronter cette observation aux résultats de simulation numérique.

V.1.3. Simulations

V.1.3.1. Singularités

Les calculs présentés ont été effectués en collaboration avec D. Leguillon du Laboratoire de Modélisation Mécanique de l'université de Paris VI, Jussieu.

Dans un premier temps, nous nous attacherons à déterminer la zone d'amorçage de la fissure. A partir de l'expression du champ de déformation dans la zone singulière (II.30), le champ de contrainte dans la zone singulière s'exprime de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = k r^{\lambda-1} \underline{\underline{s}}(\theta) + \dots \quad (V.4)$$

où k est le facteur généralisé de contrainte, proportionnel au chargement appliqué, λ est l'exposant de la singularité, $\underline{\underline{s}}(\theta)$ une fonction angulaire de (θ) . Le champ des contraintes tend vers l'infini quand $r \rightarrow 0$, c'est à dire qu'il devient de plus en plus important à l'approche du point singulier.

Par exemple dans la structure simplifiée présentée dans la figure V.10, le coin 2 est critique avec un exposant de singularité $\lambda^{(2)} = 0,654$. Cette valeur dépend de la géométrie et des

modules élastiques des différents matériaux de la structure. Dans le coin 1, où l'interface est proche du bord libre, l'exposant de singularité prend pour valeur $\lambda^{(1)} = 0,836$. Ceci montre que le coin 2 est plus critique que le coin 1 : plus l'exposant de singularité est voisin de 0,5 plus il conduit par la formule V.4 à un champ des contraintes à divergence rapide. Nous allons maintenant examiner plus en détail la situation au coin 2.

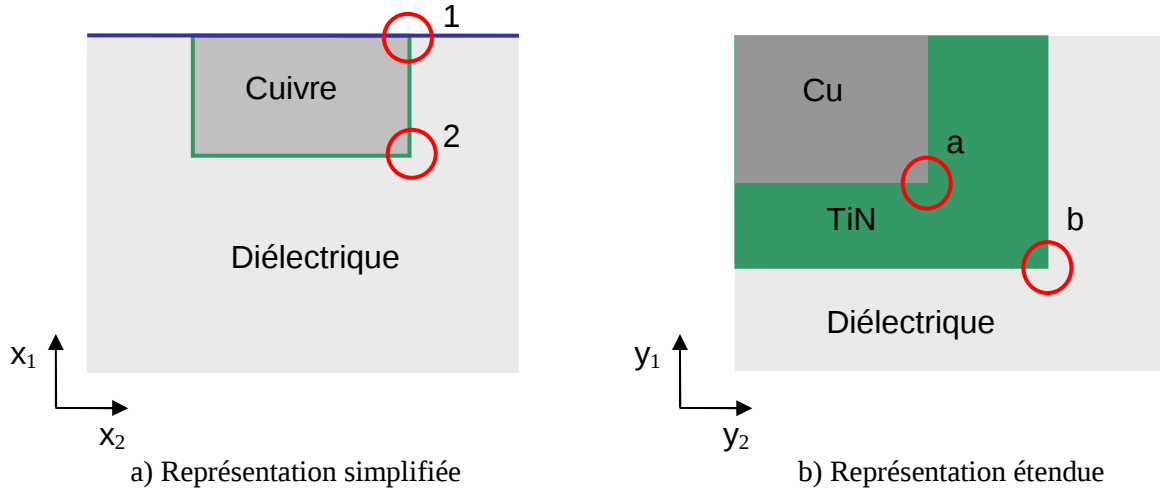


Figure V.10 : Représentation schématisée des singularités présentes dans la structure a) représentation simplifiée, b) représentation détaillée

La structure simplifiée, présentée sur la figure V.10 a, ignore les barrières TiN et SiC de très faible épaisseur, qui représentent une perturbation caractérisée par l'épaisseur e de ces barrières par rapport au champ présent dans la structure simplifiée. Le champ singulier des déplacements exacts $\underline{U}^e$ doit dépendre de ces paramètres. Une solution $\underline{U}$, calculée dans la structure simplifiée (figure V.10) (correspondant à une taille de perturbation $e = 0$), constitue une approximation.

$$\underline{U}^e(x_1, x_2) = \underline{U}(x_1, x_2) + \text{correction} \quad (\text{V.5})$$

Le champ $\underline{U}$ est appelé champ lointain, et est seulement valable loin des interfaces et appliqué à l'échelle macroscopique.

L'échelle microscopique est nécessaire pour obtenir plus d'informations sur la solution, spécialement près des points singuliers. Pour cela, une dilatation par $1/e$ est réalisée au niveau du coin 2, ce qui conduit à un domaine sans limite (puisque $e \rightarrow 0$) illustré dans la figure V.10.b. Dans ce domaine dilaté, une procédure de raccordement des champs asymptotiques singuliers permet de développer la solution dans les termes de variables adimensionnelles dans l'espace dilaté $y_i = x_i/e$

$$\underline{U}^e(x_1, x_2) = \underline{U}^e(ey_1, ey_2) = \text{Const.} + k e^\lambda \underline{V}(y_1, y_2) + \dots \quad (\text{V.6})$$

C'est l'approximation du champ proche, où $\underline{V}$ est une fonction indépendante de la géométrie globale de la structure et particulièrement des chargements appliqués, qui interviennent uniquement dans le calcul du facteur d'intensité de contrainte k . La dilatation conduit au calcul des vraies singularités que subit la structure au coin 2 notées respectivement a et b (figure V.10.b) avec comme exposants de singularités respectifs $\lambda^{(a)} = 0,829$, $\lambda^{(b)} = 0,627$.

Encore une fois d'un point de vue purement comparatif, l'arête TiN/diélectrique est plus exposée à la fissure que l'arête Cu/TiN. Le facteur d'intensité de contraintes généralisé K pour ces deux singularités est établi à partir de la relation en champ lointain par [Leguillon, 2003]

$$K^{(a)} = k e^{\lambda - \lambda^{(a)}} \kappa^{(a)} ; K^{(b)} = k e^{\lambda - \lambda^{(b)}} \kappa^{(b)} \quad (V.7)$$

où κ sont des constantes déduites de la fonction $\underline{V}$ dans l'équation (V.6). Par conséquent, le terme significatif dans l'équation (V.7) est le facteur macroscopique k ; les autres coefficients sont des constantes dépendantes des propriétés locales.

V.1.3.2. Résistance à la rupture de la structure

La prédiction d'apparition de la fissure est couramment basée sur un critère en énergie et un critère en contrainte qui peuvent être combinés dans le cas de l'amorçage d'une singularité (paragraphe II.3.2.1).

Lorsque l'amorçage brutal sur une longueur $\ell = \ell_0$ (avec ℓ_0 définie dans (II.37)) est matériellement impossible, les fissures apparaissant sur une longueur $\ell < \ell_0$ sont gouvernées uniquement par le critère en énergie qui s'écrit sous la forme générale :

$$-\Delta W_p \geq G_c \Delta S \quad (V.8)$$

où ΔW_p est la variation de l'énergie potentielle avant et après l'amorçage de la nouvelle fissure et ΔS la surface de la fissure créée.

Dans le modèle utilisé, le substrat de silicium est ignoré, vu son épaisseur disproportionnée et une déformation ε_x de 0,1% est appliquée au volume représentatif de la figure V.11, qui décrit les déplacements imposés dans les calculs le long de la face inférieure et sur la face droite (flèches sur la figure V.11). La face supérieure est sans contrainte et la face de gauche est un axe de symétrie. Les calculs sont réalisés pour les 4 largeurs de lignes de cuivre: $w = 0,3 \mu\text{m}$, $0,5 \mu\text{m}$, $1 \mu\text{m}$ et $3 \mu\text{m}$.

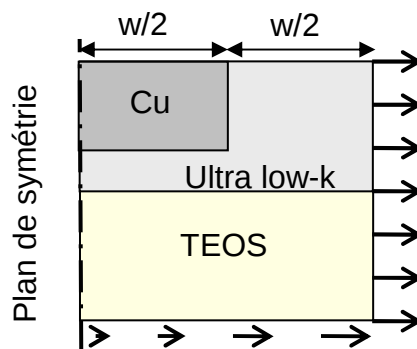


Figure V.11 : Structure étudiée où sont présentées les conditions aux limites.

Le tableau V.3 montre que plus la ligne de cuivre est étroite, plus le facteur d'intensité de contrainte généralisé est bas pour le coin 2 pour une déformation $\varepsilon_x = 0,1\%$. Une largeur de ligne deux fois plus faible, réduit le facteur d'intensité de contrainte d'environ 25%.

w	0,3 μm	0,5 μm	1 μm	3 μm
k	0,0057	0,0067	0,0087	0,0148

Tableau V.3 : valeurs de k au coin 2 pour différentes largeurs de lignes de cuivre soumises à une déformation de $\varepsilon_x = 0,1\%$.

L'énergie libérée par une rupture complète de l'interface cuivre/diélectrique peut être calculée. Pour une ténacité donnée de l'interface, il est possible de déterminer le minimum de déformation qui peut causer une telle fissure en utilisant l'inégalité (V.8). Pour ceci, les données du tableau V.1 montrent que la ténacité du diélectrique est plus faible que celle de l'interface TiN/diélectrique. C'est pourquoi la valeur la plus faible retenue correspond à $G_c = 0,5 \text{ J.m}^{-2}$; dans cette hypothèse la fissure se propagerait à une faible distance de l'interface dans le diélectrique mais parallèlement à l'interface.

Le tableau V.4 montre que plus la ligne de cuivre est étroite plus la résistance à la rupture est importante. De plus, les déformations critiques estimées pour la couche contenant la fissure sont largement supérieures aux déformations admissibles pour le substrat de silicium (tableau V.2). Ceci suffirait à expliquer l'absence de fissurations détectables expérimentalement.

w	0,3 μm	0,5 μm	1 μm	3 μm
$\varepsilon_{x\max}(\%)$	3,0	2,4	1,7	1,1

Tableau V.4: Déformation critique causant la rupture de l'interface en fonction de sa périodicité et pour une ténacité d'interface égale à $G_c = 0,5 \text{ J.m}^{-2}$.

Le tableau V.5 montre l'influence de la ténacité d'interface sur la déformation nécessaire pour fissurer la structure pour une largeur de ligne de cuivre donnée. La longueur critique déduite de l'équation (II.37) varie de 80 nm à plus de 800 nm selon la ténacité du *low-k*. Pour une ténacité G_c égale ou supérieure à $0,5 \text{ J.m}^{-2}$, la longueur critique d'amorçage est largement supérieure à la hauteur de l'interface barrière/diélectrique (275 nm). De ce fait on considérera comme longueur critique de l'amorçage la longueur de l'interface verticale barrière/diélectrique.

	$G_c = 0,1 \text{ J.m}^{-2}$	$G_c = 0,5 \text{ J.m}^{-2}$	$G_c = 1 \text{ J.m}^{-2}$
$\varepsilon_{x\max}(\%)$	0,8%	1,8%	2,5%
ℓ_0	80 nm	400 nm	800 nm

Tableau V. 5: Déformation critique causant la rupture de l'interface pour une période donnée $w = 1 \mu\text{m}$ et pour $\sigma_c = 50 \text{ MPa}$. La seconde ligne correspond à la longueur caractéristique de cette fissure ℓ_0 déduite de l'équation (II.37).

V.1.3.3. Comparaison entre l'expérience et la simulation

Sous le chargement considéré, la fissuration verticale le long de l'interface TiN/diélectrique est le scénario le plus réaliste. Cependant, en prenant en compte les données matériaux et les conditions de chargements, il semble donc impossible qu'une fissure soit présente dans la structure sans que le silicium soit préalablement rompu [Brillet-Rouxel, 2006]. Ce constat est renforcé par le fait que les calculs ont été réalisés avec des valeurs de ténacité du SiOCH *spin-on* déduites de la nanoindentation sans correction. La valeur de ténacité considérée pour le

SiOCH *spin-on* est plutôt proche de 1 J/m^2 . De ce fait les valeurs de déformations à considérer seraient 1,4 fois plus élevées (voir tableau V.5).

D'autres scénarios de fissures peuvent être envisageables. Une fissure verticale peut partir de l'angle 2, remontant le long de l'interface et descendant dans le diélectrique, ce qui conduirait à une fissuration complète du diélectrique. Cependant, après calculs, on observe que les résultats ne sont pas beaucoup modifiés : une plus grande quantité d'énergie est relaxée par la fissure, mais une plus grande partie est consommée en raison de l'augmentation de l'aire de la fissure.

Des scénarios encore plus divers peuvent être envisagés sur ce type de structure, comme des amorçages de fissure cohésive en mode I dans le diélectrique ou d'autres amorçages de fissures interfaciales à partir des arêtes singulières. Ce type d'étude mené sur notre géométrie [Arfan, 2005] a permis de vérifier que l'amorçage étudié dans les pages précédentes était bien le plus critique.

V.1.4. Conclusion

Pour une structure d'interconnexion avec un chargement donné, une procédure numérique appropriée permet de calculer les paramètres caractéristiques de toutes les singularités qui peuvent apparaître le long des lignes à l'interface des différents matériaux.

Une classification de ces singularités peut alors être faite pour détecter la singularité la plus critique. L'amorçage de la fissure se fera en accord avec un critère qui combine les conditions d'intensité de contrainte et de taux de restitution d'énergie.

Compte tenu des dimensions, des matériaux utilisés et des distances de propagation disponibles lors de l'amorçage des fissures, l'amorçage dans une structure d'interconnexion à 1 niveau est intrinsèquement gouverné par les conditions de taux de restitution d'énergie pour la structure complète, indépendamment des valeurs locales de contraintes qui peuvent être très hautes à proximité des singularités.

A cause de cela, les fissures courtes sont très difficiles à amorcer et à propager dans un seul niveau d'interconnexion. Mais elles deviennent de plus en plus probables lorsque l'on ajoute des niveaux supplémentaires, parce que :

- de plus en plus d'énergie élastique est stockée par unité d'aire du substrat lorsque le nombre de niveaux s'accroît,
- de plus longues distances sont possibles pour la propagation de la fissure [Goldberg, 2002],
- l'élaboration des niveaux supplémentaires peut faire évoluer défavorablement l'énergie emmagasinée dans les premiers niveaux.

Au cours de cette étude, les contraintes résiduelles dues au procédé d'élaboration et les contraintes thermiques en service ne sont pas considérées.

Notons enfin que même sur une structure à un seul niveau, d'autres types de chargement peuvent provoquer des fissures sur de grandes distances, notamment lorsque le plan moyen de la fissure est parallèle au plan de la couche [Guyer-2, 2005]. Cette observation (en sollicitation adhésive par flexion 4 points) n'est pas contradictoire avec nos résultats en flexion 3 points.

V.2. Recherche d'optimisation d'architecture des interconnexions multi-niveaux

Connaissant le lieu le plus probable d'amorçage et de propagation d'une fissure dans une structure simple damascène chargée en traction dans son plan moyen, nous allons tout d'abord déterminer les paramètres géométriques de la structure influents pour la propagation de fissure dans une structure à deux niveaux mais cette fois-ci pour un chargement d'origine thermo-mécanique. Puis sur une structure à six niveaux, qui se rapproche plus d'une architecture PAD réelle, nous allons étudier l'impact de la disposition des niveaux, et de l'emplacement hypothétique de la fissure.

V.2.1. Etude d'une structure à deux niveaux

V.2.1.1. Modèle

La figure V.12 présente la géométrie, les dimensions et les matériaux de cette architecture damascène à deux niveaux. Une fissure est introduite le long de l'interface barrière/diélectrique, lieu de propagation le plus probable selon le paragraphe précédent et selon la littérature : ces fissures peuvent se propager en fissures tunnel qui restent confinées entre deux couches [Lane, 2003]. Sur la structure étudiée, seules les largeurs de lignes et la période varient ; les autres paramètres sont fixés en fonction de la technologie du procédé. Dans la figure V.12, w_1 et w_2 correspondent respectivement aux largeurs de lignes du 1^{er} et du 2nd niveau et L à la période de la structure globale. De plus, différentes dispositions pour le 2nd niveau sont étudiées. Quatre structures sont envisagées : la première où les bords de ligne du côté gauche du 1^{er} et du 2nd niveau de métal sont alignés et les trois autres où les niveaux de métal sont décalés avec des densités de métal identiques aux deux niveaux (figure V.13).

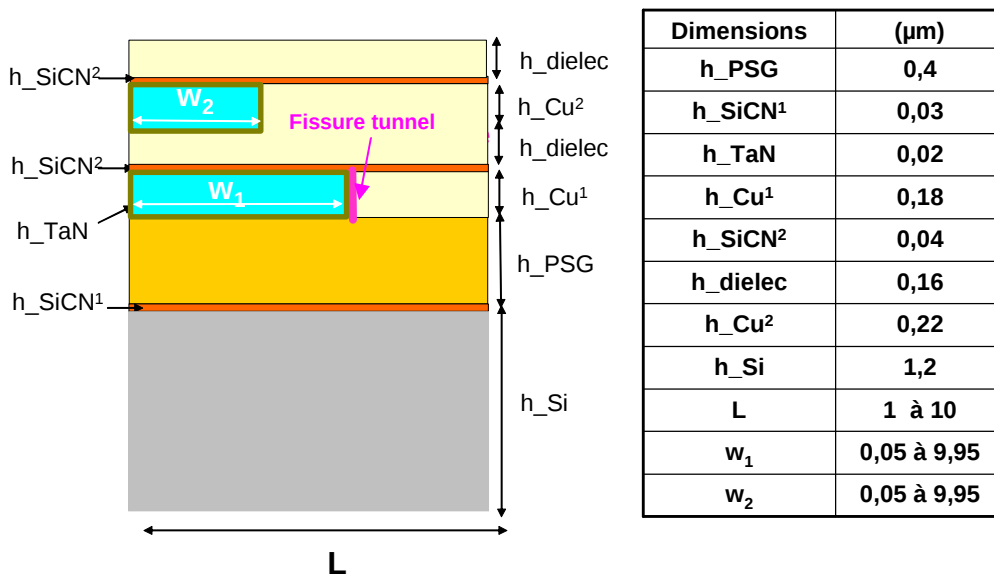


Figure V.12 : Représentation schématique de la structure étudiée (seule une période est représentée). Une fissure tunnel est implantée tout le long de l'interface diélectrique/barrière au 1^{er} niveau.

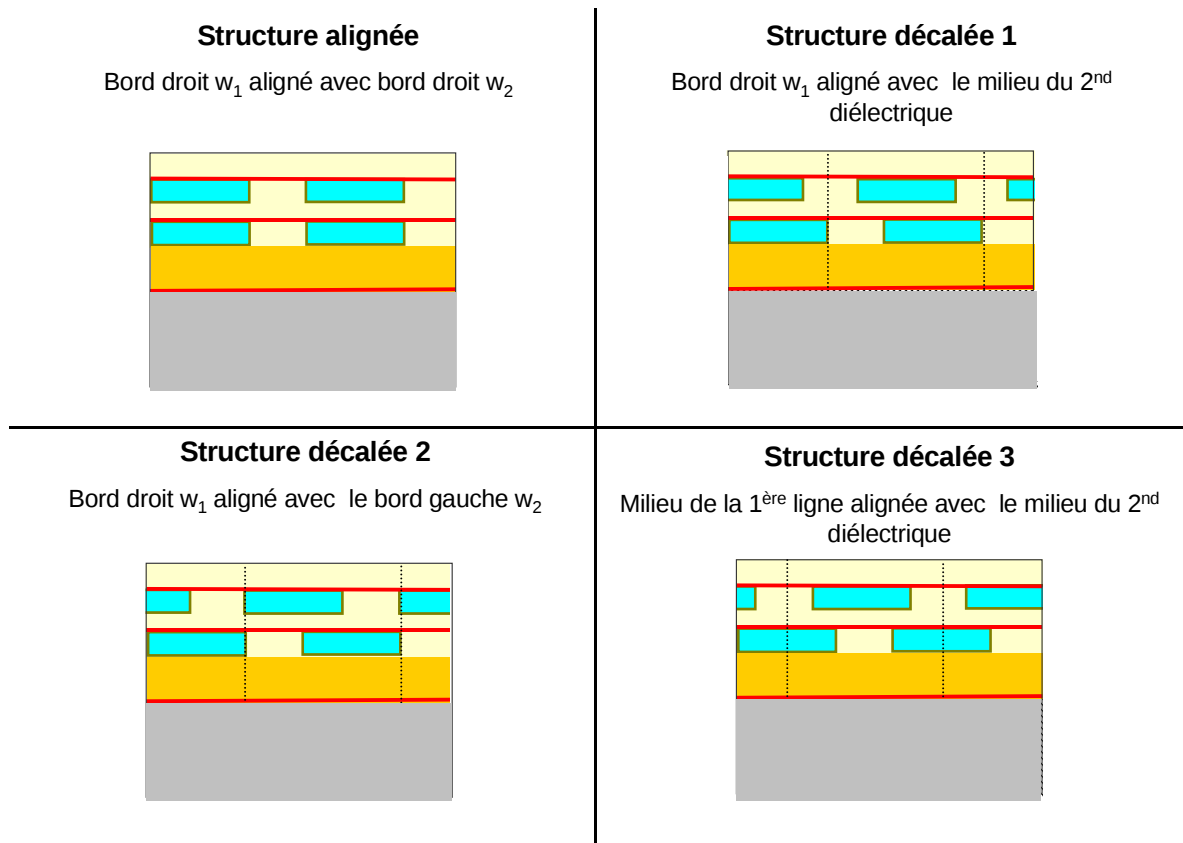


Figure V.13 : Différentes dispositions du 2nd niveau, une alignée, les 3 autres décalées à largeur de lignes identiques $w_1 = w_2$.

Pour simuler le procédé la structure est construite étape par étape en considérant les dépôts consécutifs et leurs températures. Les principales étapes et le cycle thermique du procédé sont précisés dans les figures V.14 et V.15. Afin de limiter le temps de calcul, la structure est modélisée suivant l'hypothèse de déformations planes bidimensionnelles dans le plan des sections perpendiculaires aux lignes. La périodicité de la structure est prise en compte en imposant des déplacements identiques sur la face gauche et droite. Tous les matériaux sont supposés purement élastiques à cause des faibles températures du procédé. Leurs propriétés sont données dans le tableau V.6. Deux méthodes de simulation ont été comparées pour décrire le chargement thermo-mécanique : avec ou sans procédé (voir paragraphe III.5.1.2). Le cycle thermique durant le procédé est illustré sur la figure V.15. Comme la fissuration tunnel le long de l'interface *low-k* / TaN-Ta peut arriver seulement après l'étape de procédé 12, seules les étapes de refroidissement et de gravure ultérieures pourront nous intéresser et sont entourées d'un cercle rouge sur la figure V.15. Les résultats présentés ont été optimisés pour générer des valeurs numériques qui sont indépendantes de la taille du substrat et de la densité de maillage [Ambrico, 2002]. La méthode utilisée pour déterminer le taux de restitution d'énergie est la méthode Ambrico présentée dans le paragraphe III.5.2.2. La quantité calculée ici est l'énergie élastique restituée lors de l'ouverture d'une fissure tunnel dans l'interface *low-k*/TaN-Ta du côté droit de la ligne au niveau 1, rapportée à l'aire de fissure. Dans la suite nous désignerons cette quantité sous le nom de « taux de restitution d'énergie moyen » G_{moy} .

Matériaux	E(GPa)	ν	CTE (ppm/°C)
SiCN	67	0,15	3,0
PSG	60	0,25	3,7
TaN	130	0,25	6,5
SiOCH	8	0,15	10,0
Cu	128	0,33	16,5
Si	130	0,28	3,0

	Gc(J/m²)
SiOCH PECVD	1 **
SiOCH PECVD / TaNTa	3 *
SiOCH PECVD / SiCN	> 30 *

Tableau V.6 : Propriétés thermo-élastiques des matériaux utilisés pour la simulation.* communication interne ST, ** présent travail.

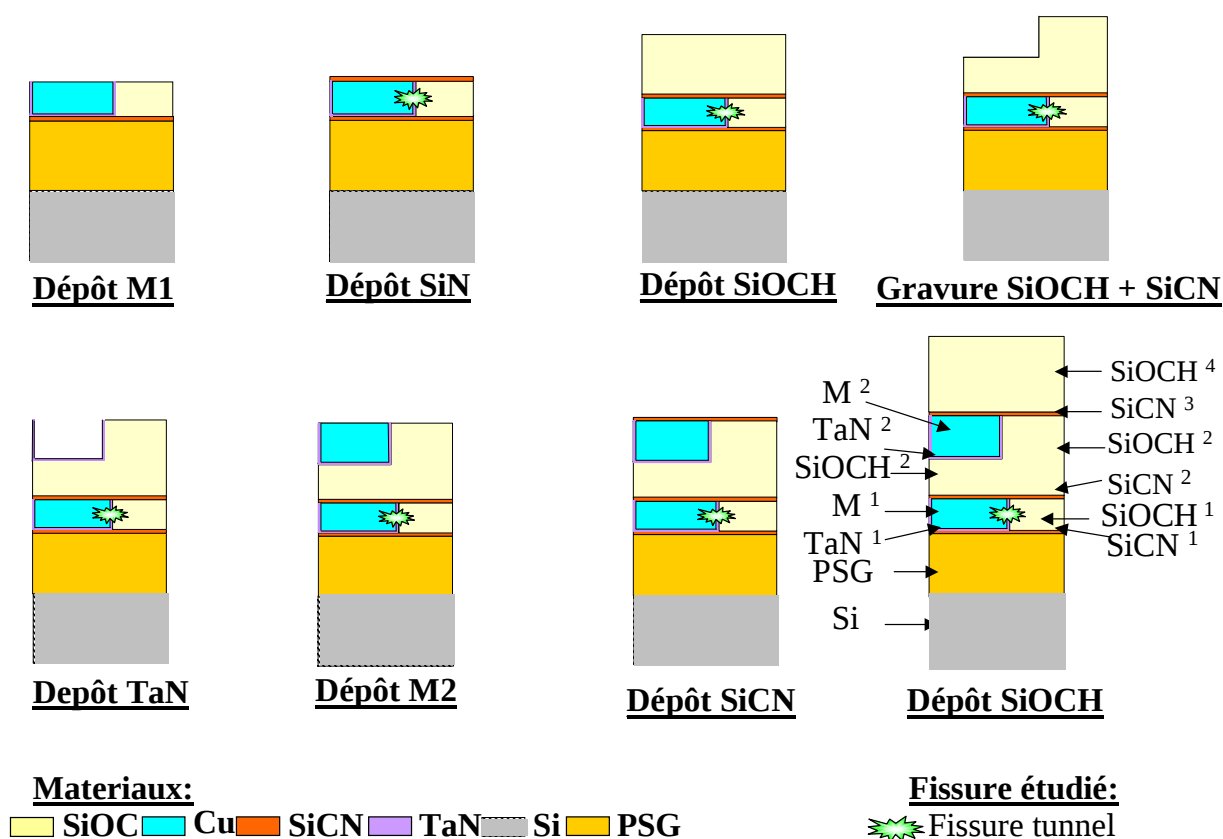


Figure V.14 : Principales étapes simulées lors du procédé.

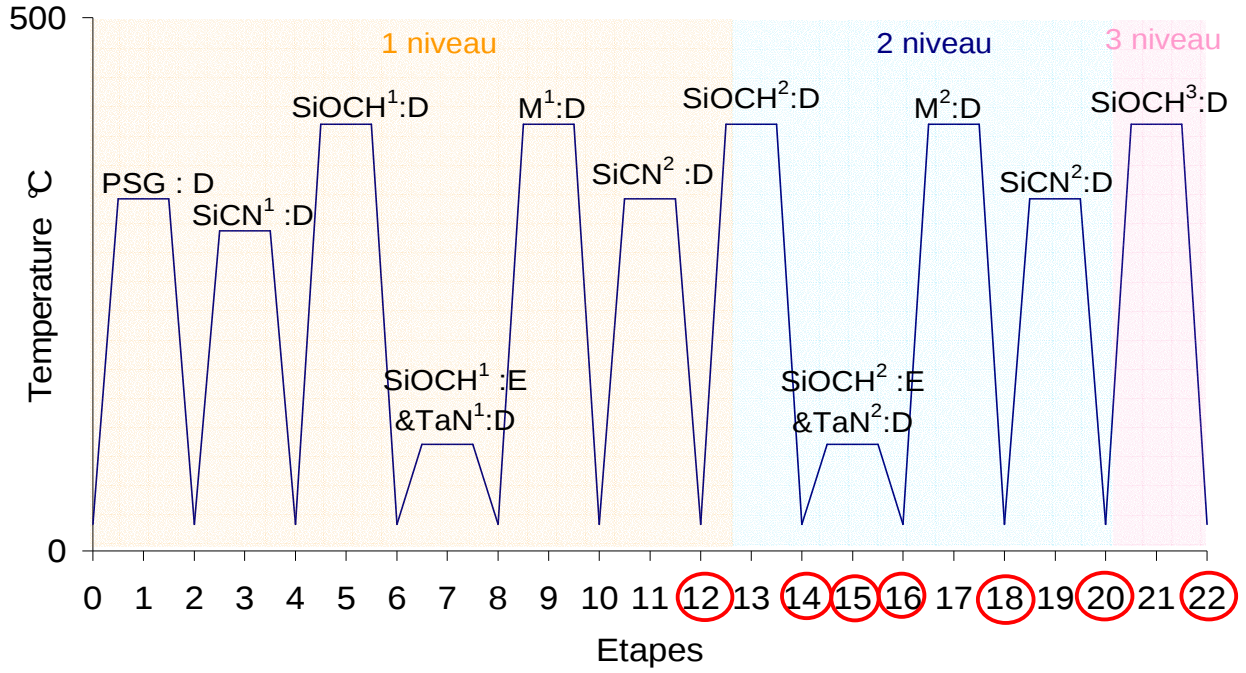


Figure V.15 : Simulation du procédé (D et E correspondent respectivement aux étapes de dépôts ou de gravure).

Afin de pouvoir raisonner sur une grandeur comparative sans dimension, le taux de restitution d'énergie moyen G_{moy} est normalisé par G_0 , qui correspond à l'énergie élastique emmagasinée par unité d'aire pour un film *low-k* lors de son dépôt sur substrat de silicium (III.1). G_0 est déterminé par :

$$G_0 = \frac{\sigma^2 h}{E_0^*} \quad (V.9)$$

où σ est la contrainte d'origine thermique dans le film *low-k*, h est l'épaisseur du film, et E_0^* le module biaxial du film *low-k*.

V.2.1.2. Résultats

Dans le paragraphe suivant les résultats du taux de restitution d'énergie moyen sont présentés en fonction de la densité du niveau de métal, w_1/L et w_2/L qui correspondent respectivement aux largeurs de lignes des niveaux 1 ou 2, normalisées par la période L .

Impact de la densité de métal au 1^{er} niveau

La figure V.16 montre l'évolution du taux d'énergie moyen normalisé en fonction de la densité du 1^{er} niveau pour quatre cas qui correspondent aux bornes du domaine étudié :

- une structure à 2 niveaux où le 2nd niveau est remplacé par un film uniforme de *low-k* pour les périodes extrêmes $L=1 \mu m$ et $L=8 \mu m$
- une structure à 2 niveaux où le 2nd niveau correspond à une ligne de cuivre de densité 90 % pour les périodes $L=1 \mu m$ et $L=8 \mu m$.

Ces structures sont respectivement nommées sans ou avec 2nd ligne. G_{moy}/G_0 est relativement insensible aux variations de la densité de métal du 1^{er} niveau sauf pour les densités w_1/L

voisines de 0 et 1 pour les deux structures. L'augmentation de la période de $L=1\ \mu\text{m}$ à $L=8\ \mu\text{m}$ pour w_1/L , semble faire diminuer G_{moy}/G_0 pour les deux structures. L'effet opposé de L semble se produire pour un faible w_1/L , inférieur à 0,6.

La forme des courbes est similaire dans une structure avec ou sans 2nde ligne. Cependant pour de larges périodes, une structure avec 2nde ligne pour w_1/L supérieur à 0,9 semble augmenter G_{moy}/G_0 pour w_1/L fixé.

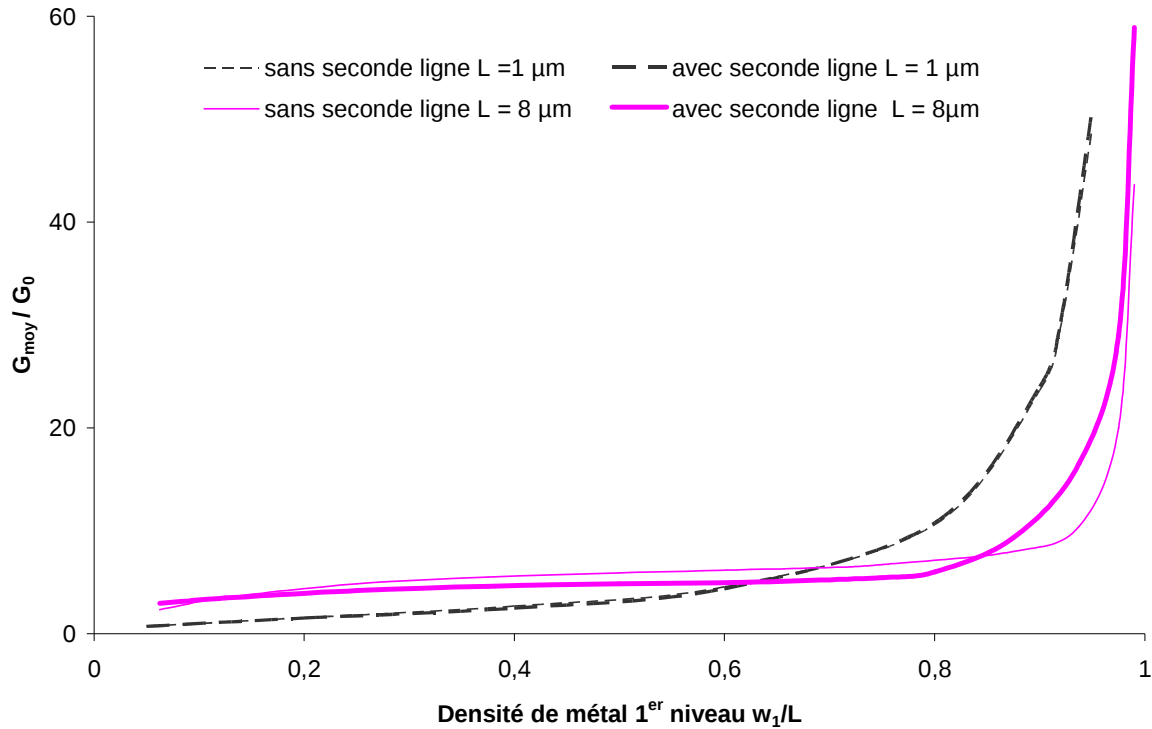


Figure V.16 : Taux de restitution d'énergie moyen normalisé pour une structure avec ou sans 2nde ligne (densité de métal 90%) pour des périodes extrêmes de $L = 1\ \mu\text{m}$ et $L = 8\ \mu\text{m}$.

Impact de la densité de métal au 2nd niveau

Nous allons à présent nous intéresser à l'impact de la densité de métal du 2nd niveau pour trois densités de métal au premier niveau : 10%, 50% et 70%. La figure V.17 illustre l'interaction entre les lignes du 1^{er} niveau et du 2nd niveau. Pour une densité de métal fixe au 1^{er} niveau le taux de restitution d'énergie moyen normalisé passe par un maximum puis un minimum en fonction de w_1/L . Les positions des extrema (minimum et maximum) et les amplitudes varient légèrement avec la période et plus encore avec la densité de métal au 1^{er} niveau. De plus, la distance entre le minimum et le maximum diminue avec l'augmentation de w_1/L , tandis que leurs amplitudes semblent augmenter.

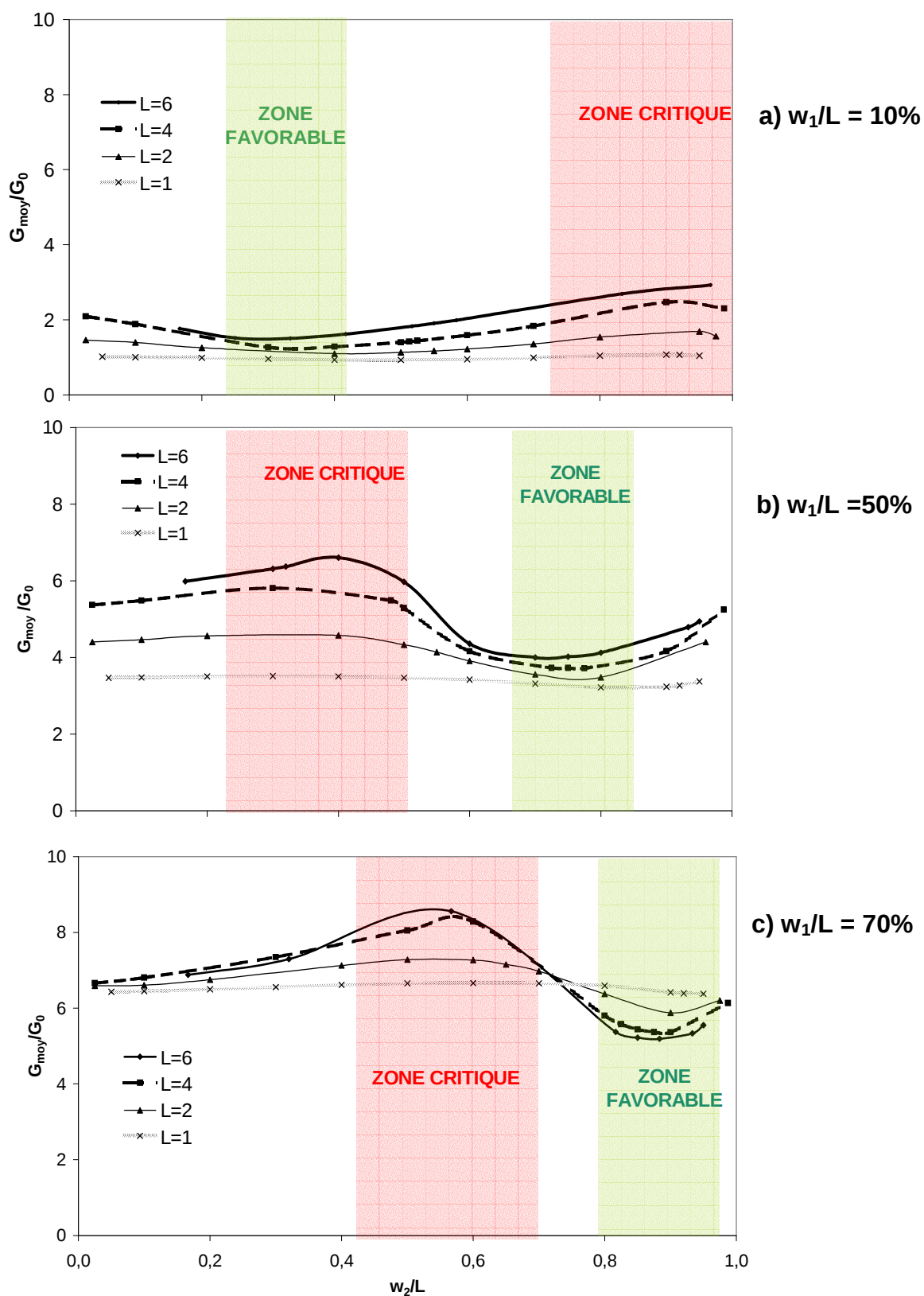


Figure V.17: Taux de restitution d'énergie moyen normalisé pour un 1er niveau fixé (a) 10%, b) 50% c) 70% en fonction de la densité de 2nd niveau).

Impact de la disposition du 2nd niveau

L'impact de la disposition du 2nd niveau est étudié dans le cas où la densité de métal du 1^{er} et du 2nd niveau sont identiques et égales à 67%. La figure V.18 montre l'évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la période pour chaque type de structure.

La structure alignée montre une faible variation du taux de restitution et la structure décalée numéro 1 semble être la plus sensible à la fissure. Ces résultats sont en bon accord avec les interactions entre lignes schématisées sur la figure V.19.

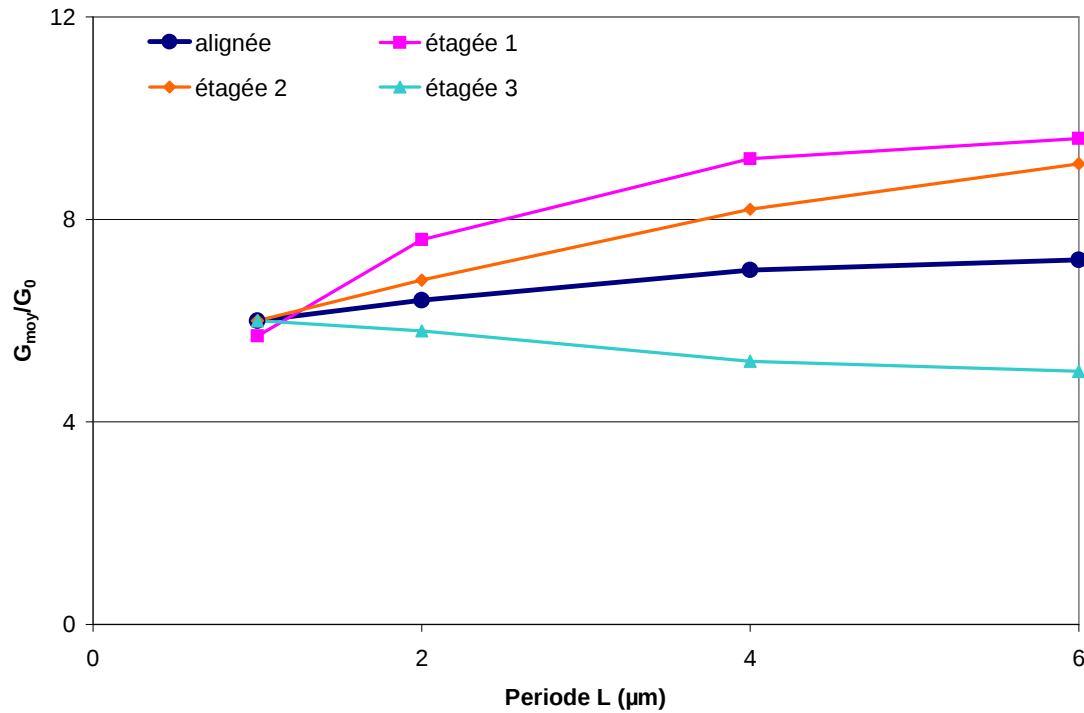
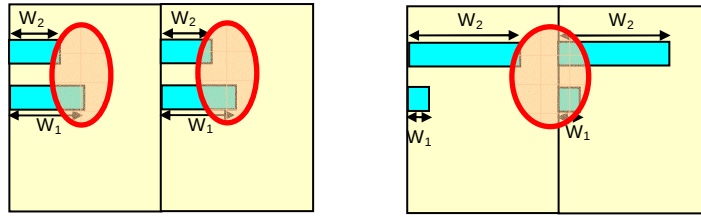


Figure V.18 : Taux de restitution d'énergie pour une densité de métal fixé à 67 % pour le 1^{er} et le 2nd niveau, en fonction de la période pour quatre configurations du 2nd niveau.

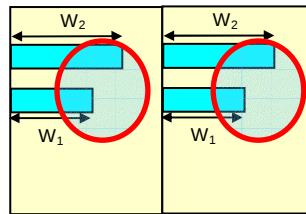
Analyse globale des interactions

Une situation extrême de G_{moy}/G_0 dépend de la disposition du 2nd niveau par rapport à la zone fissurée. Une situation critique correspondant à une zone critique pour les valeurs G_{moy}/G_0 , se produit lorsque la fissure au bord de la ligne 1^{er} niveau est coiffée au 2nd niveau par une zone de diélectrique (figure V.19 ou structure décalée 1 et 2). Inversement une situation favorable correspondant à une zone favorable dans le calcul de G_{moy}/G_0 , se produit cette fois-ci lorsque la fissure au bord de la ligne du 1^{er} niveau est coiffée au 2nd niveau par une zone métallique (figure V.19 b ou structure étagée 3). Pour des petites périodes, différentes interactions peuvent se compenser et conduire à une plus faible variation de G_{moy}/G_0 . Cette analyse simple aide à comprendre les variations couplées du taux de restitution d'énergie moyen normalisé avec L et w_2/L . Mais des études spécifiques sont nécessaires pour quantifier la prépondérance parmi toutes les interactions (entre le 1^{er} et le 2nd niveau et entre les lignes au même niveau).

a) Situation critique



b) situation favorable



zone diélectrique



zone cuivre

Figure V.19 : Explication schématique de l'interaction entre la 1^{er}e et la 2nde ligne, a) situation critique = effet maximal, b) situation favorable = effet minimal.

Effet du procédé

Les résultats précédents du taux de restitution d'énergie moyen normalisé ont été obtenus dans le cas où toute la structure subit uniquement la dernière étape de refroidissement. Les contraintes dans ce cas sont différentes de celles réellement accumulées durant tout le procédé. Afin de déterminer l'impact du procédé, on compare des structures qui subissent ou non ce procédé en totalité. A cause d'un temps de calcul multiplié par 100, ces comparaisons sont faites uniquement dans deux cas :

- pour une densité de métal du 1^{er} niveau variable et w_2/L et une période fixée ($w_2/L = 0,24$, $L = 8\mu\text{m}$)
- pour une densité de métal du 2nd niveau variable et w_1/L et une période fixée ($w_1/L = 0,5$, $L = 4\mu\text{m}$).

L'impact de ce procédé peut être vu avec les cartographies de contraintes. En effet σ_x correspond à la contrainte normale agissant sur la fissure et intervient à plus de 90 % dans la détermination du taux de restitution d'énergie moyen normalisé [Brillet, 2005]. L'évolution de la contrainte σ_x subie par la structure est représentée sur la figure V.20. Les niveaux de contraintes sont maximaux en fin de refroidissement après le dépôt du métal pour le 2nd niveau (étape 18) et en fin de refroidissement après le dernier niveau de *low-k* (étape 22). Sur l'ensemble du procédé, ces deux opérations semblent être les plus génératrices de contraintes thermo-élastiques.

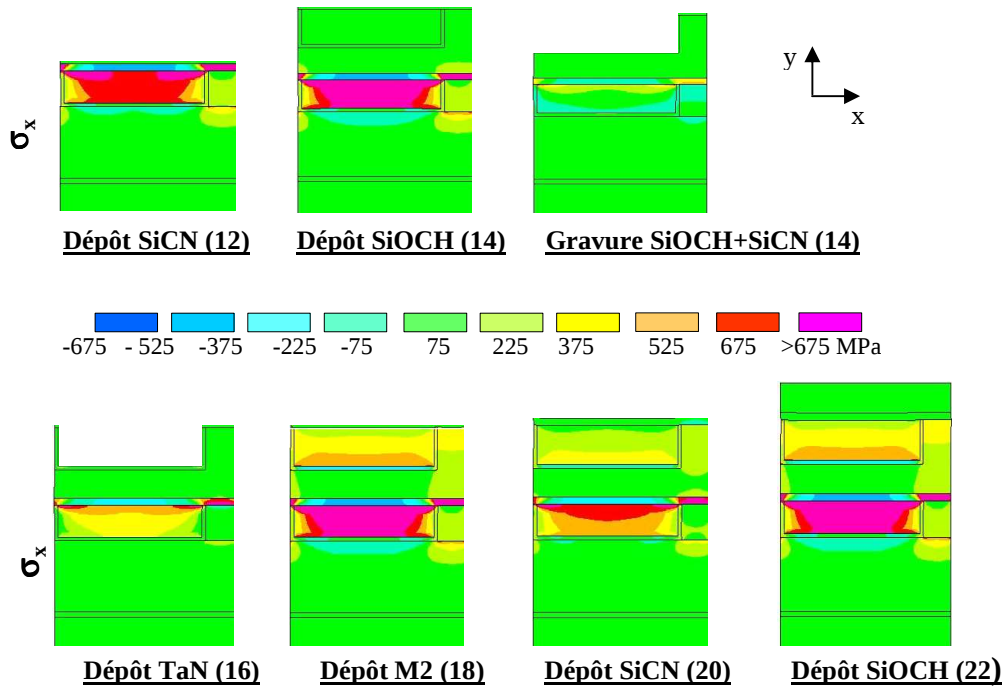


Figure V.20 : Contraintes normales σ_x agissant sur la fissure pendant le procédé.

La figure V.21 présente les différents niveaux de contrainte σ_x et σ_{xz} pour deux chargements thermo-mécaniques appliqués sur l'ensemble de la structure. Le cas avec procédé représente le résultat de l'ensemble des chargements thermo-mécaniques subi par la structure pendant l'élaboration. Le cas sans procédé correspond à la dernière étape de refroidissement sur l'ensemble de la structure. Le cas avec procédé présente des gradients plus importants et des niveaux de contrainte plus importants sur l'interface où est implantée la fissure.

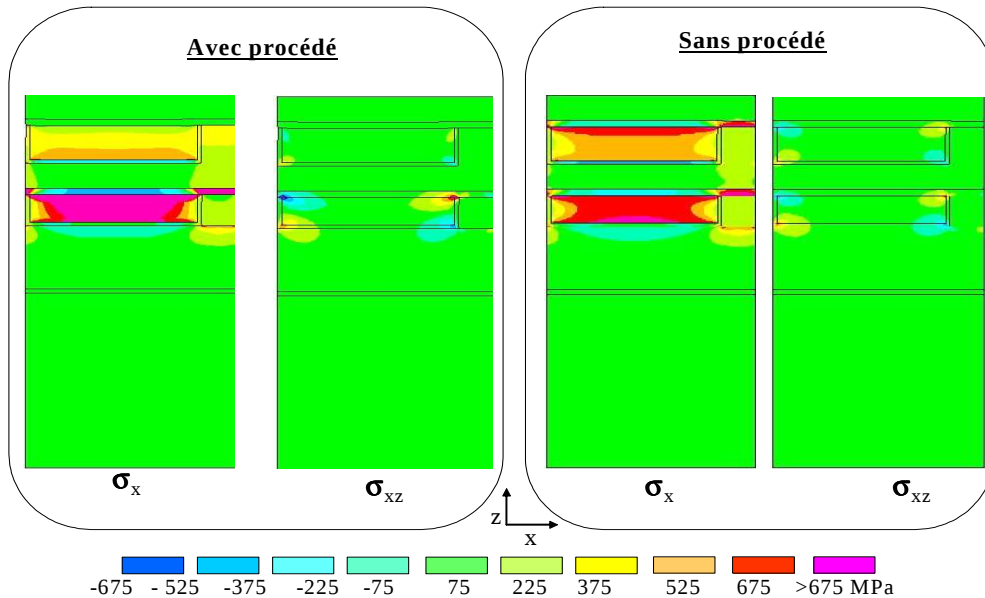


Figure V.21 : Comparaison de la contrainte dans la structure dans le cas avec ou sans simulation du procédé.

L'impact du procédé est donc globalement visible sur l'état des contraintes d'une structure. Voyons maintenant plus en détails, l'impact du procédé sera montré sur différentes dispositions : d'abord pour une densité de métal de 2nd niveau fixée et différentes densités de

métal pour le 1^{er} niveau, deuxièmement pour une densité de métal du 1^{er} niveau fixée et différentes densités de métal pour le 2nd niveau.

La figure V.22 montre l'impact de la variation de la densité du 1^{er} niveau pour une période fixée $L = 8 \mu\text{m}$ et une densité de métal du 2nd niveau fixée $w_2/L = 24\%$ pour les deux cas de chargements. La forme générale de la courbe du taux de restitution d'énergie moyen semble être conservé. Le taux de restitution d'énergie moyen semble s'accroître avec les étapes de procédé. Le taux de restitution d'énergie moyen est divisé par 2 dans le cas sans procédé pour toutes les densités de ligne de 1^{er} niveau.

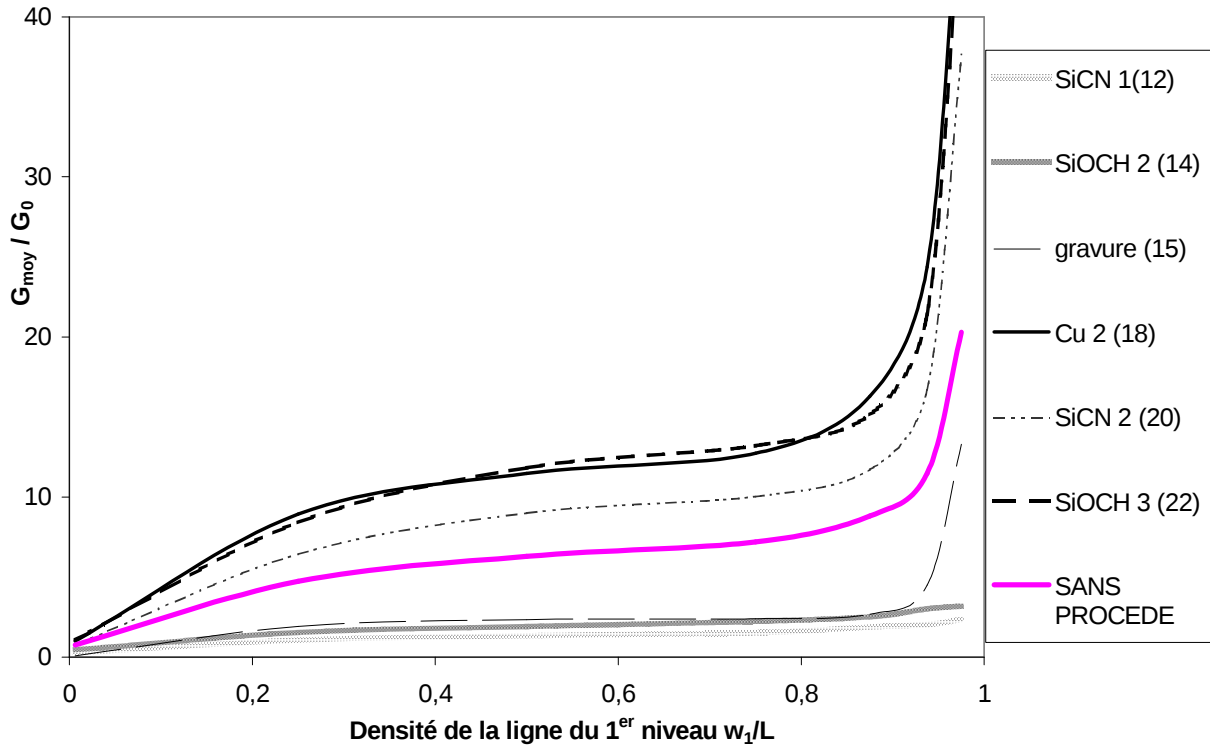


Figure V.22 : Taux de restitution d'énergie pour $w_2/L = 24\%$ et $L = 8 \mu\text{m}$ fixés, en fonction de la densité de métal au 1^{er} niveau avec ou sans procédé.

La figure V.23 montre l'impact de la variation de la densité de métal du 2nd niveau, pour les deux cas de chargements thermo-mécaniques avec ou sans procédé. Les emplacements des extremum sont les mêmes pour les deux chargements. Cependant, comme précédemment, le taux de restitution d'énergie moyen normalisé est largement sous estimé dans le cas où le procédé est ignoré.

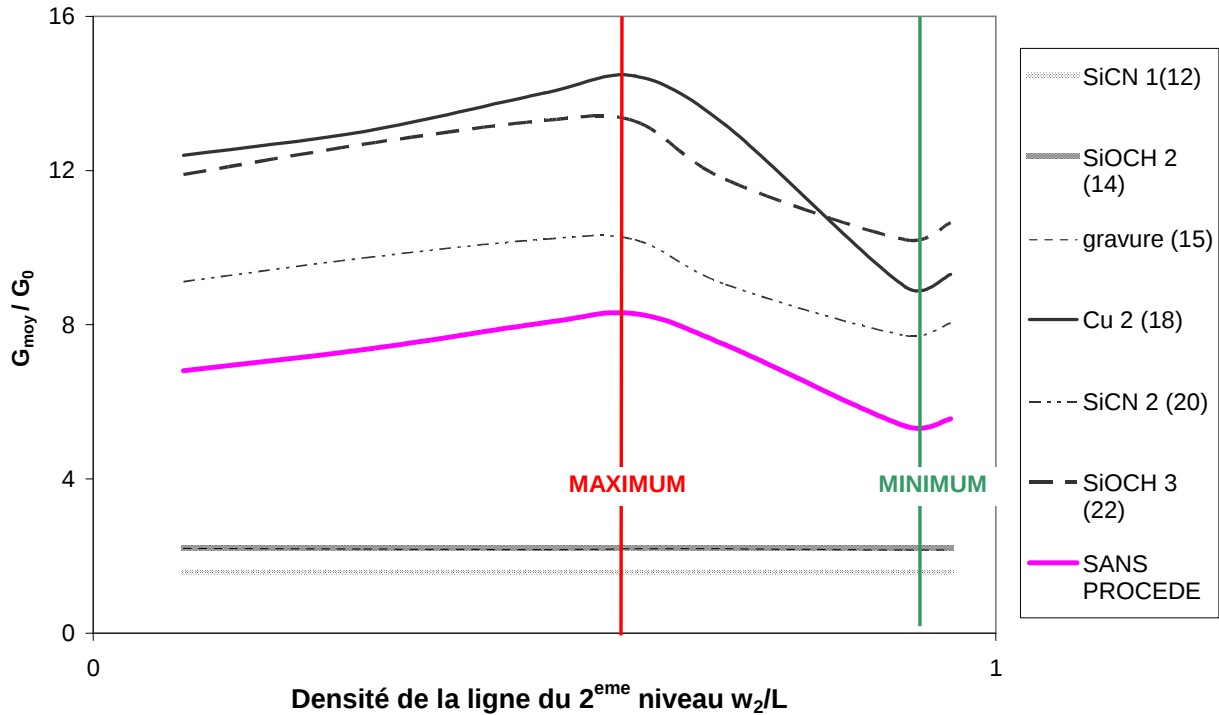


Figure V.23 : Taux de restitution d'énergie pour $w_1/L = 50\%$ et $L = 4 \mu\text{m}$ fixé en fonction de la densité de métal du 2nd niveau avec ou sans procédé.

V.2.1.3. Situations critiques

Si on souhaite discuter ces résultats en termes de chargement limite admissible pour éviter l'apparition d'une fissure au 1^{er} niveau de métal, la valeur de ténacité à retenir est la plus faible et correspond à la ténacité du *low-k* : elle est proche de $G_C = 1 \text{ J/m}^2$, ce qui donne une énergie critique normalisée G_C/G_0 égale à 60 (V.9). Nous pouvons faire une comparaison entre les résultats de simulation et cette valeur de ténacité. Cependant, il est à noter que nos calculs correspondent à un bilan d'énergie moyen avant et après fissuration. Nous ne prenons pas en compte la phase d'amorçage de la fissure ; les valeurs du taux de restitution proche de la singularité, correspondant à des valeurs élevées, sont atténuées par le calcul d'un taux de restitution moyen le long de la fissure. D'un point de vue qualitatif, les structures avec une forte densité de métal au 1^{er} niveau ($w_1/L > 0,9$) (figures V.16 ou V.22) ont une forte chance de présenter une fissure au niveau de l'interface verticale diélectrique/barrière puisque les valeurs G_{moy}/G_0 sont proches de 60.

V.2.1.4. Conclusion

Une structure à deux niveaux où la fissure est implantée au niveau de l'interface *low-k*/TaN-Ta du 1^{er} niveau, est étudiée. La procédure de simulation basée sur le taux de restitution d'énergie moyen permet de discuter les risques de perte d'intégrité mécanique des structures d'interconnexions. Les calculs permettent de déterminer l'impact de la disposition et du procédé sur les contraintes et le risque de fissuration. Les structures qui présentent une densité de métal au 1^{er} niveau supérieure à 95 % (hautement improbable en pratique) et une densité de métal au 2nd niveau inférieure à celle du 1^{er} niveau sont très sensibles à la fissure surtout pour

les petites périodes. De plus, les calculs de taux de restitution d'énergie qui ne prennent pas en compte les étapes de procédé conduisent à des sous-estimations.

Une manière efficace pour analyser une structure consiste dans un premier temps à déterminer l'impact de la géométrie sans prendre en compte le procédé et dans un second temps déterminer le taux de restitution d'énergie moyen dans les situations critiques avec le procédé. En effet, l'impact de la géométrie est qualitativement le même avec ou sans procédé et l'exécution des premiers calculs sans le procédé permet de diminuer considérablement le temps de calcul.

V.2.2. Impact du nombre de niveaux

Nous allons étudier, pour différents emplacements de la fissure, l'impact du nombre de niveaux, l'intégrité mécanique de la structure dans différentes structures périodiques comportant jusqu'à 6 niveaux, pour des chargements thermo-mécaniques, des chargements de flexion et les deux chargements couplés.

V.2.2.1. Modèle

Dans cette étude, le modèle correspond à une structure à six niveaux. Quatre structures sont étudiées : la première où les niveaux de métal sont alignés et les trois autres où les niveaux de métal sont décalés. La figure V.24 présente les différentes géométries. Les dimensions et les matériaux des interconnexions de ces architectures sont les mêmes que pour la figure V.1. Une fissure est introduite dans une interface barrière/diélectrique de droite comme précédemment. Selon le niveau où elle est introduite, le taux de restitution d'énergie moyen pourra varier. Sur les structures étudiées, la densité de métal est fixée à 50% par niveau ; seule la période varie proportionnellement à la largeur de ligne. Les dimensions et les matériaux utilisés pour le 1^{er} niveau sont identiques pour tous les niveaux. On notera que l'architecture décalée 3 est globalement équivalente à l'architecture décalée 1, compte tenu de la périodicité. Seul l'emplacement de la fissure hypothétique étudiée est différent, à l'aplomb du diélectrique ou à l'aplomb du cuivre.

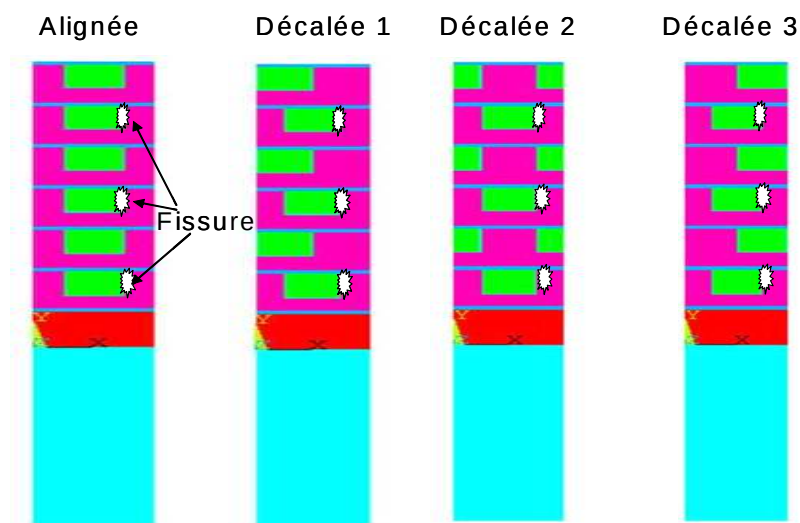


Figure V.24 : Description schématique des structures étudiées (dispositions des niveaux et des emplacements des fissures).

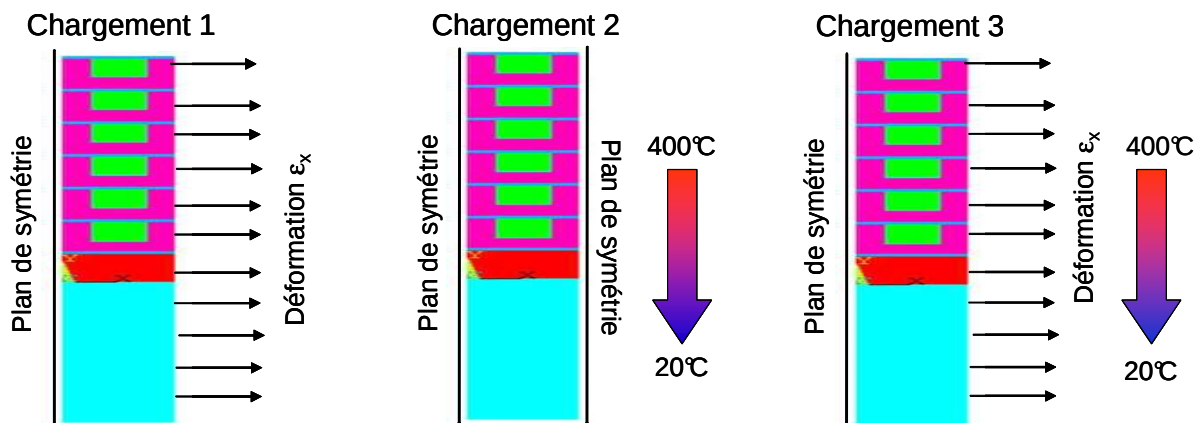
Trois types de chargement seront étudiés.

Tout d'abord, le chargement 1 simule des sollicitations appliquées par flexion du substrat. Des déformations ϵ_x de 0,4 %, 0,53% ou 0,68% et 1% sont appliquées ; ces valeurs de déformations correspondent respectivement à la valeur moyenne et maximale lors des résultats de flexion présentés au paragraphe V.1.2.2 et valeur correspondant à la rupture du silicium [Schönfelder, 2005]. Ces déformations sont appliquées au modèle sur la face droite. La face supérieure est sans contrainte et la face de gauche est un plan de symétrie.

D'autre part, un chargement thermique, chargement 2, correspondant à la dernière étape de réalisation de la structure, est appliqué à l'ensemble pour simuler de manière simplifiée les contraintes induites lors de la réalisation. Dans ce cas les faces de gauche et de droite seront des plans de symétrie.

Le dernier chargement étudié, chargement 3, correspond au couplage du chargement thermique et de la déformation imposée sur le bord droit de la structure.

L'ensemble des chargements est présenté sur la figure V.25. Les calculs ont été optimisés pour générer des résultats indépendants de la taille du substrat et de la densité de maillage. Les taux de restitution d'énergie moyens sont quant à eux calculés avec la procédure NRE décrite au paragraphe III.5.2.2. L'étude n'a pu être menée dans le cas d'un chargement thermo-mécanique correspondant à l'ensemble du procédé de fabrication, par manque de données sur certaines étapes de procédé. Il faut rappeler également que ces calculs seraient très lourds vu le nombre de niveaux de la structure (temps de calcul au moins multiplié par 1000).



		Déformation ϵ_x	Contraintes dans le silicium (MPa)
Déformation moyenne expérimentale		0,40 %	700
Déformation maximale expérimentale	$w = 0,3$ ou $0,5 \mu\text{m}$	0,53 %	940
	$w = 1$ ou $3 \mu\text{m}$	0,68 %	1190
Déformation critique [Schönfelder, 2005]		1,00 %	1760

Figure V.25 : Chargements thermo-mécaniques étudiés.

V.2.2.2. Chargement de type 1

Ce chargement est le même que celui étudié au paragraphe V.1. Le but de cette étude est de détecter la structure qui serait la plus sensible à la fissuration sous ce chargement.

Structure alignée à un seul niveau

Sur cette structure, nous déterminerons les paramètres géométriques : longueur de lignes, niveaux de métal, emplacement de la fissure, rendant la structure plus sensible à la fissuration.

Tout d'abord sur une structure simple damascène (un seul niveau de métallisation), nous déterminerons le taux de restitution d'énergie moyen en fonction de la déformation et de la largeur de ligne métallique pour compléter les résultats obtenus avec ceux au paragraphe V.1. Sur une structure à un seul niveau, de largeur de ligne fixée à $3\mu\text{m}$, on étudie l'évolution du taux de restitution d'énergie moyen, en fonction de différentes déformations exercées sur la structure (figure V.25). Les résultats sont présentés sur la figure V.26. Le taux de restitution d'énergie moyen augmente avec le carré de la déformation.

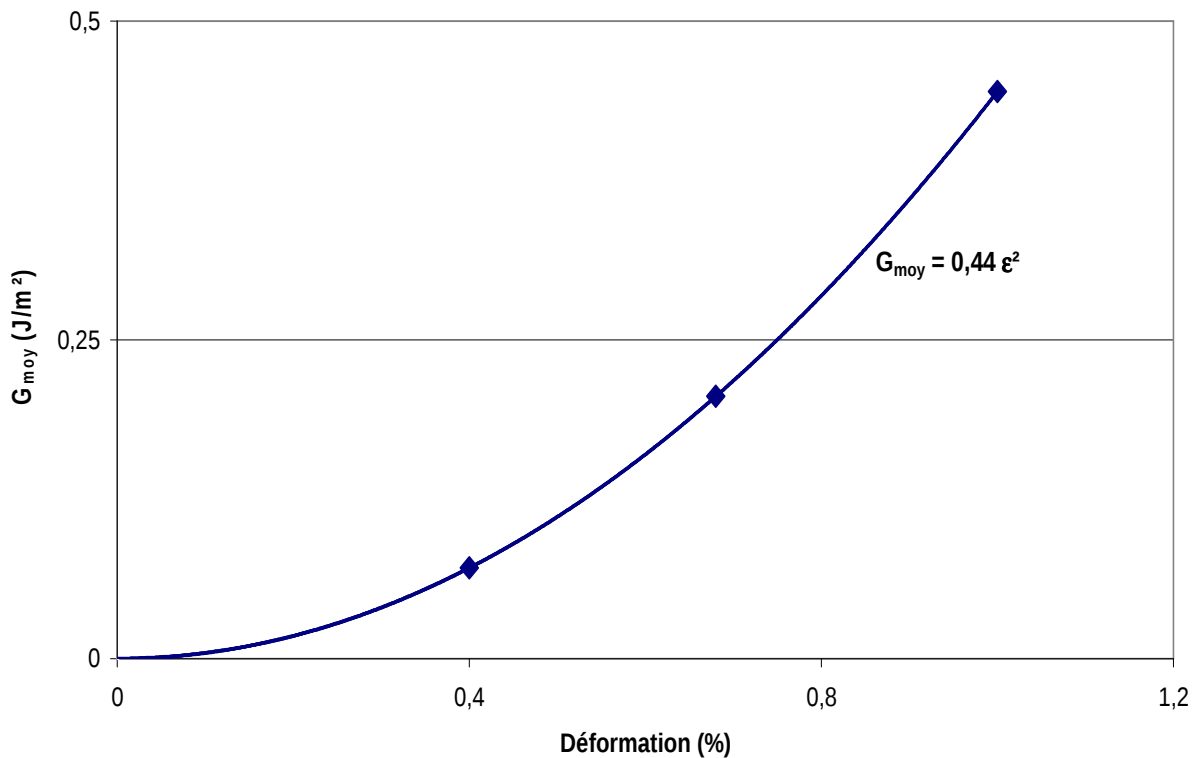


Figure V.26 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction de la déformation pour une structure à un niveau avec un chargement de type 1.

Puis, on étudie l'évolution du taux de restitution moyen en fonction de la largeur de ligne dans cette structure à un niveau. La déformation ϵ_x , égale à 1 %, est exercée sur la structure (cette déformation correspond à la contrainte à rupture du silicium). Le taux de restitution d'énergie moyen augmente linéairement avec la largeur de la ligne de cuivre (figure V.27), ce qui est cohérent avec l'évolution croissante du facteur généralisé de contrainte mise en évidence par le tableau V.3.

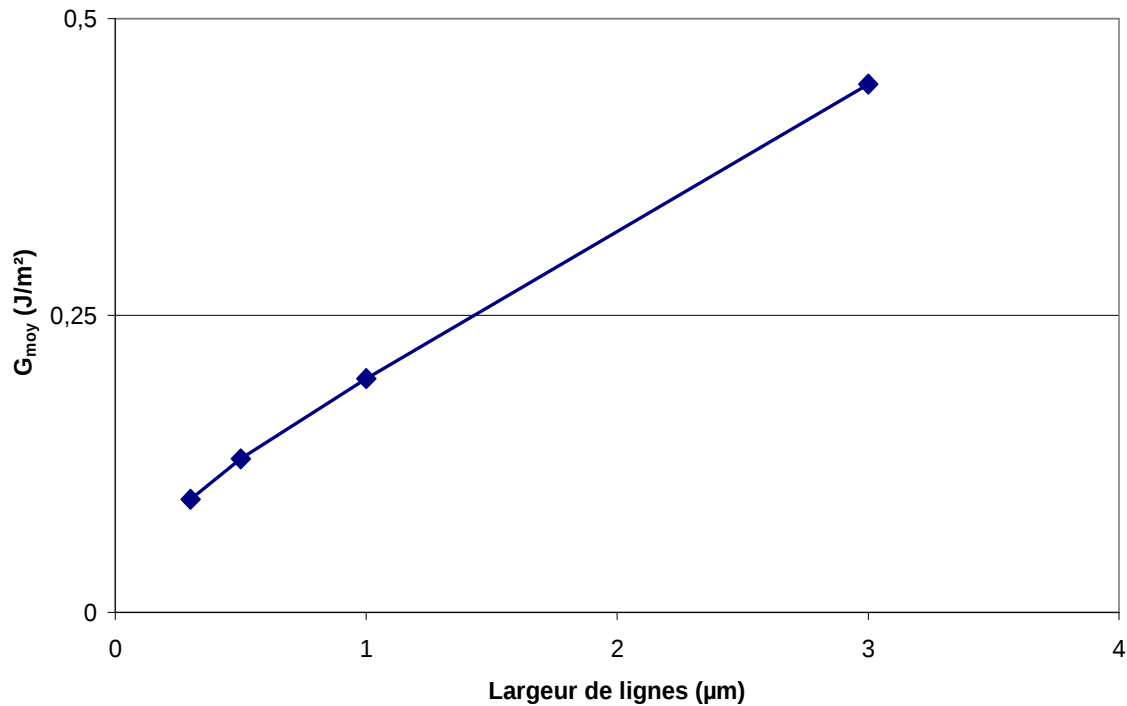


Figure V.27 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction de la largeur de ligne pour une structure à un niveau avec un chargement de type 1, $w = 3 \mu\text{m}$.

Structure alignée à plusieurs niveaux

Nous allons évaluer l'évolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction du nombre de niveaux de la structure et de l'emplacement de la fissure, pour une déformation ε_x fixée et égale à 1%. Sur la figure V.28, la fissure reste toujours le long de l'interface barrière/diélectrique au premier niveau. Le taux de restitution d'énergie moyen dans cette configuration semble alors peu sensible à l'augmentation du nombre des niveaux.

Sur la figure V.29, on reporte l'évolution du taux de restitution moyen en fonction de l'emplacement de la fissure pour une structure alignée de largeur de ligne $3 \mu\text{m}$ ou de $0,3 \mu\text{m}$, soumise à une déformation de 1%. Pour une déformation imposée et une structure alignée, plus la fissure est proche de la surface, moins cette structure est sensible à la fissure. Ce phénomène est amplifié avec la largeur de ligne.

Pour conclure, cette structure alignée soumise à un chargement de type 1 présente un risque de fissuration maximum lorsque la fissure est située le long de l'interface barrière/diélectrique au premier niveau et que le niveau de déformation exercé ainsi que la largeur de ligne sont élevés. L'impact du nombre de niveaux de la structure semble être quant à lui assez faible.

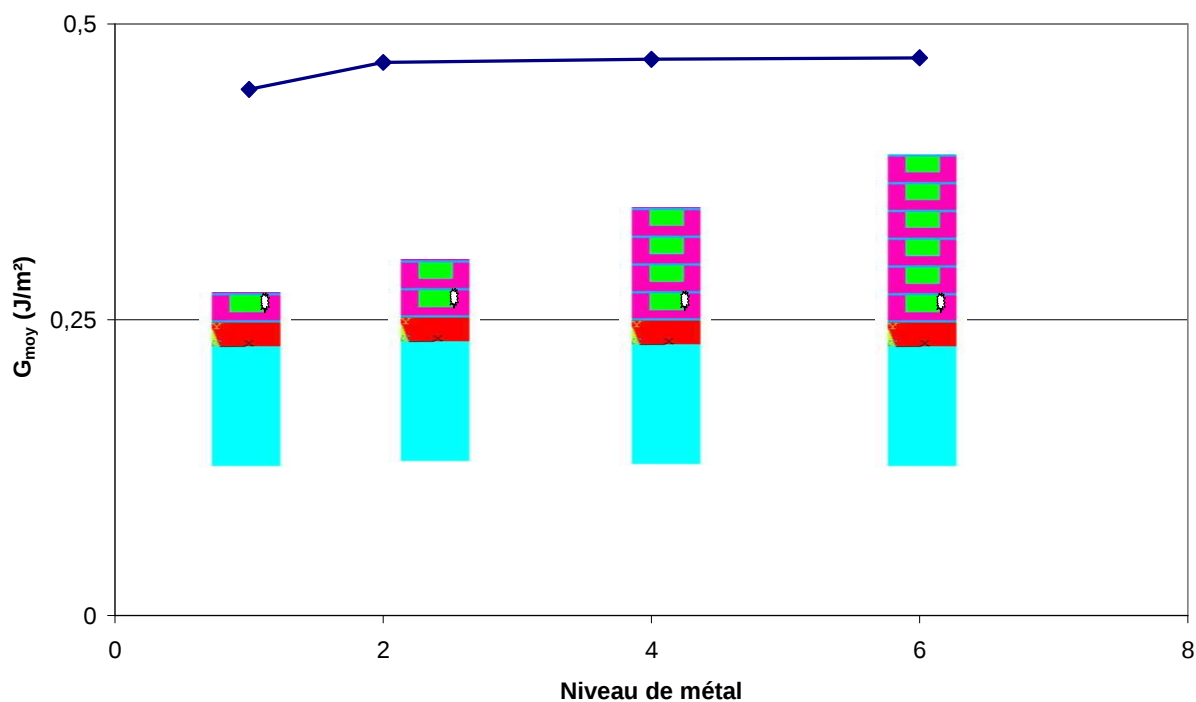


Figure V.28 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction du nombre de niveaux pour une structure alignée avec un chargement de type 1 et une fissure diélectrique/barrière verticale implantée tout le long de l'interface au 1^{er} niveau, $w = 3 \mu\text{m}$.

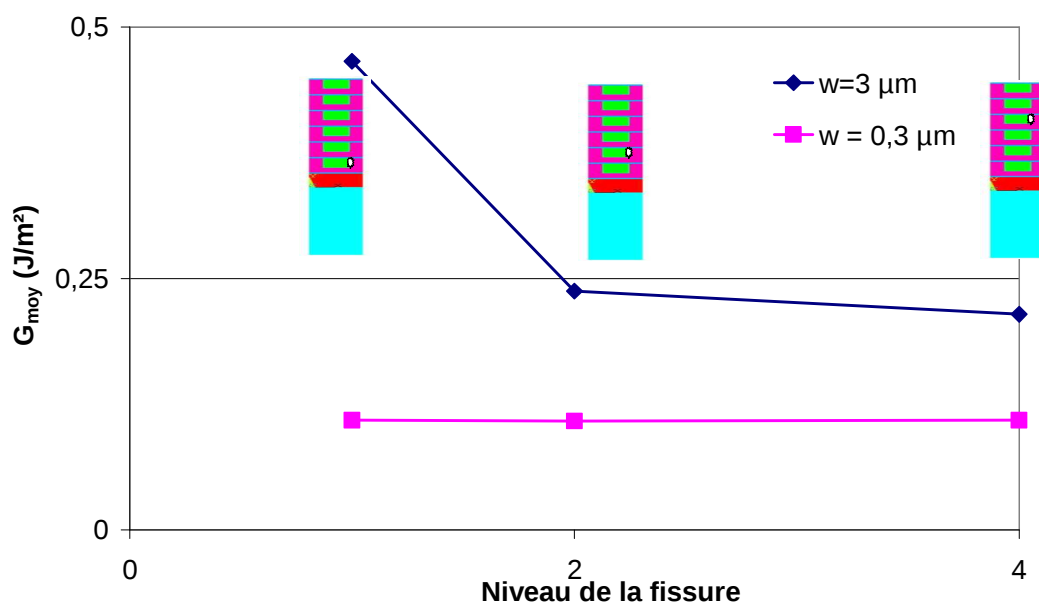


Figure V.29 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction du niveau où est implantée la fissure dans l'interface diélectrique/barrière pour une structure alignée avec un chargement de type 1 pour deux largeurs de ligne $w = 3 \mu\text{m}$ et $w = 0,3 \mu\text{m}$.

Impact de l'architecture

Pour les quatre types d'architecture à 6 niveaux étudiés, où la fissure est implantée le long de l'interface verticale de droite diélectrique/barrière au 1^{er} niveau, on compare le taux de restitution moyen pour une déformation imposée de 1 % en fonction de la largeur de la ligne. Pour trois structures : décalée 3, alignée et décalée 1, les figures V.31 et V.32 présentent les cartographies de contrainte σ_x , et de déplacements u_x , correspondant respectivement à la contrainte normale agissant sur la fissure et aux déplacements normaux des lèvres de la fissure.

La contrainte σ_x et les déplacements u_x , sont à examiner attentivement puisqu'ils interviennent à plus de 90 % dans la détermination du G_{moy} ,

Selon les cartographies de contrainte σ_x , la structure décalée 1 semble présenter la plus grande concentration de contrainte le long de l'interface considérée et serait ainsi la structure la plus sensible à la fissuration.

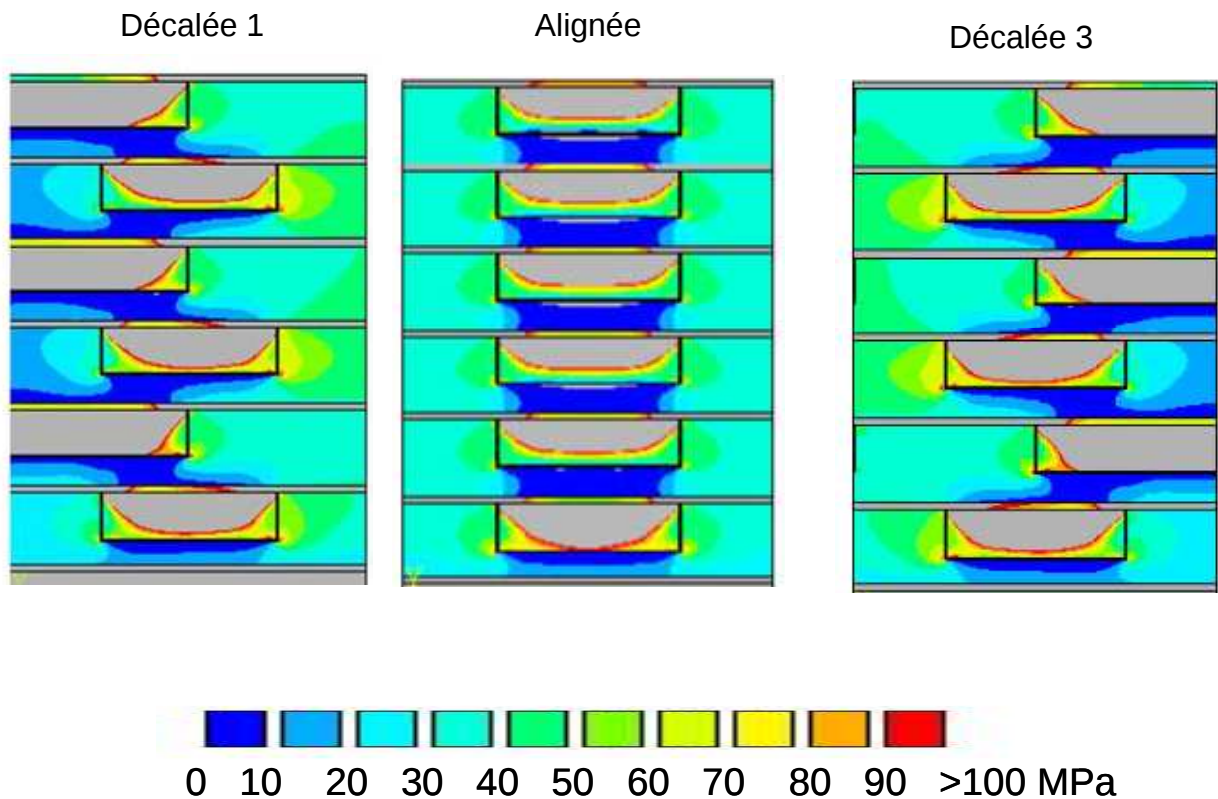


Figure V.30 : Contraintes normales σ_x agissant sur la fissure pour différentes structures à 6 niveaux où une fissure diélectrique/barrière est implantée à l'interface verticale droite au 1^{er} niveau et pour un chargement de type 1.

Selon les cartographies des déplacements en u_x , la structure décalée 3 cette fois-ci, semble présenter la plus grande concentration de déplacement le long de l'interface considérée, mais montre la plus faible ouverture de fissure.

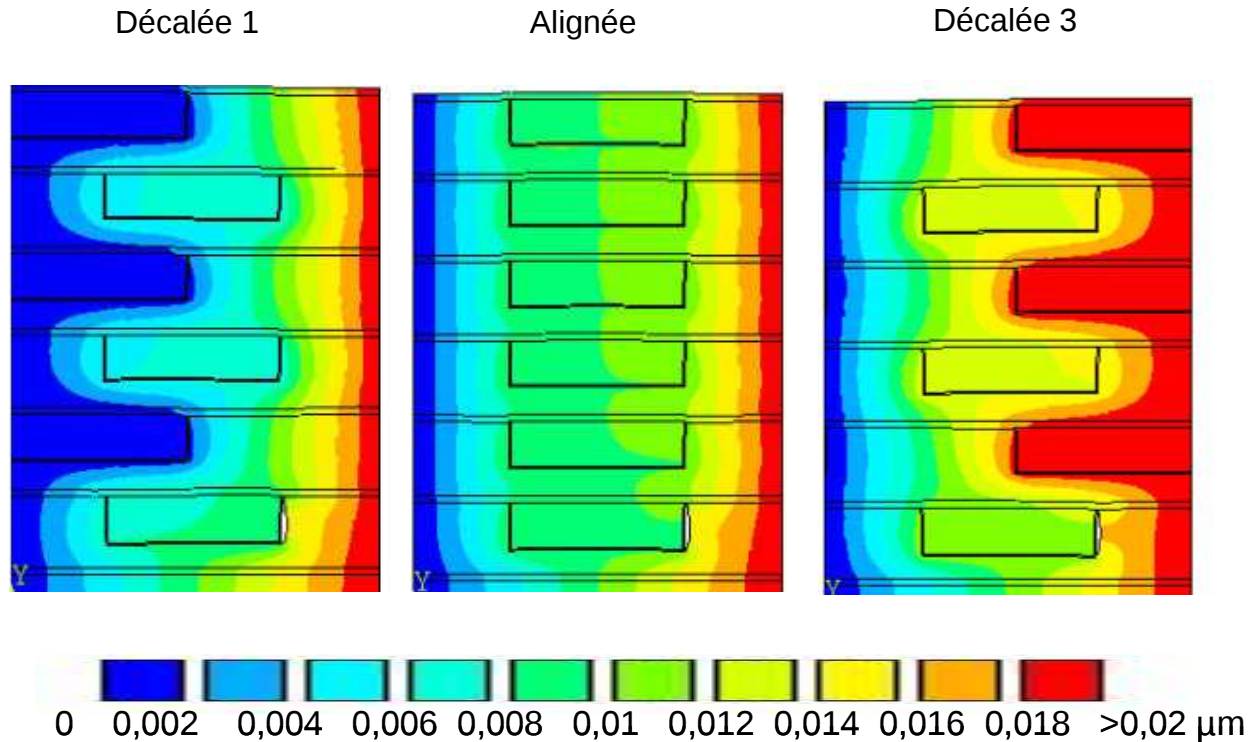


Figure V.31 : Déplacements normaux u_x agissant sur la fissure pour différentes structures à 6 niveaux où une fissure diélectrique/barrière est implantée à l'interface droite au 1^{er} niveau et pour un chargement de type 1.

Bien qu'elle concrétise de manière visuelle l'ensemble des effets mécaniques, la seule analyse des cartographies des contraintes σ_x et des déplacements u_x , n'est ni suffisante ni assez précise pour raisonner sur le comportement à rupture d'une structure. Dans ce but, nous considérons que le paramètre le plus pertinent est très probablement le taux de restitution d'énergie, qui intègre le travail des contraintes dans le champ des déplacements tout au long de l'aire de fissure. De ce fait un calcul du taux de restitution d'énergie moyen G_{moy} , permet de comparer les comportements à rupture de la structure de manière plus claire et surtout de manière quantitative.

La figure V.32 montre que pour une déformation imposée, l'architecture semble avoir un effet plus important sur l'énergie disponible que le nombre de niveaux : en effet dans ce cas le taux de restitution moyen atteint des valeurs beaucoup plus élevées. Cet effet est d'autant plus amplifié que la largeur de ligne est élevée. La structure décalée 1 semble la plus sensible à la fissure et la structure décalée 3 semble la moins sensible à la fissure. En effet ces deux configurations se rapprochent respectivement de l'effet d'interaction maximal et minimal entre les lignes schématisées sur la figure V.19 a) et b).

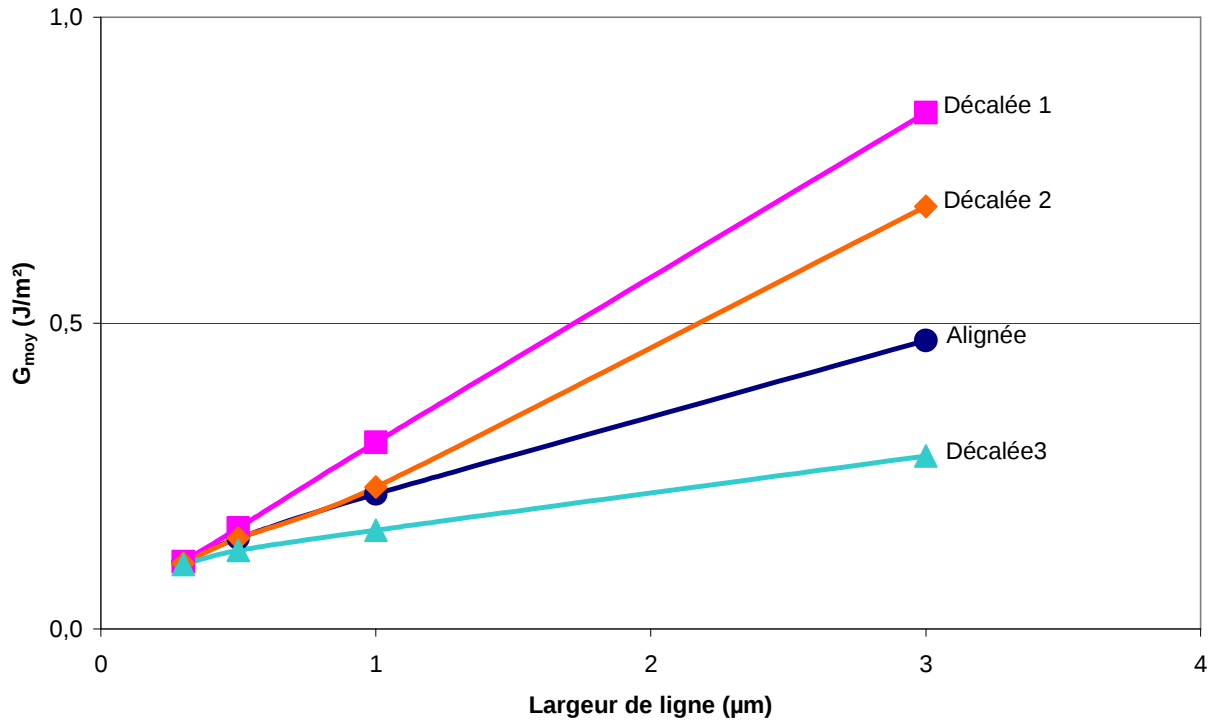


Figure V.32 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction de la largeur de ligne pour différentes structures à 6 niveaux où une fissure diélectrique/barrière est implantée au 1^{er} niveau et pour un chargement de type 1.

V.2.2.3. Influence de la localisation de fissure et du chargement sur la résistance à rupture des structures

Impact de la localisation de la fissure

Comme nous l'avons fait sur la figure V.29, pour les quatre types d'architecture à 6 niveaux étudiés, on compare le taux de restitution moyen pour une déformation imposée de 1% en fonction du niveau de l'implantation de la fissure verticale diélectrique/barrière, pour une largeur de ligne de cuivre égale à 1 μm.

Pour la structure décalée 1, plus la fissure est proche de la surface libre, plus le risque de fissure est important. Pour les structures alignée et décalée 3, c'est l'inverse, plus la fissure est proche de la surface, plus le risque de fissure est faible.

Quant à la structure décalée 2, le taux de restitution d'énergie semble passer par un maximum au 3^{ème} niveau.

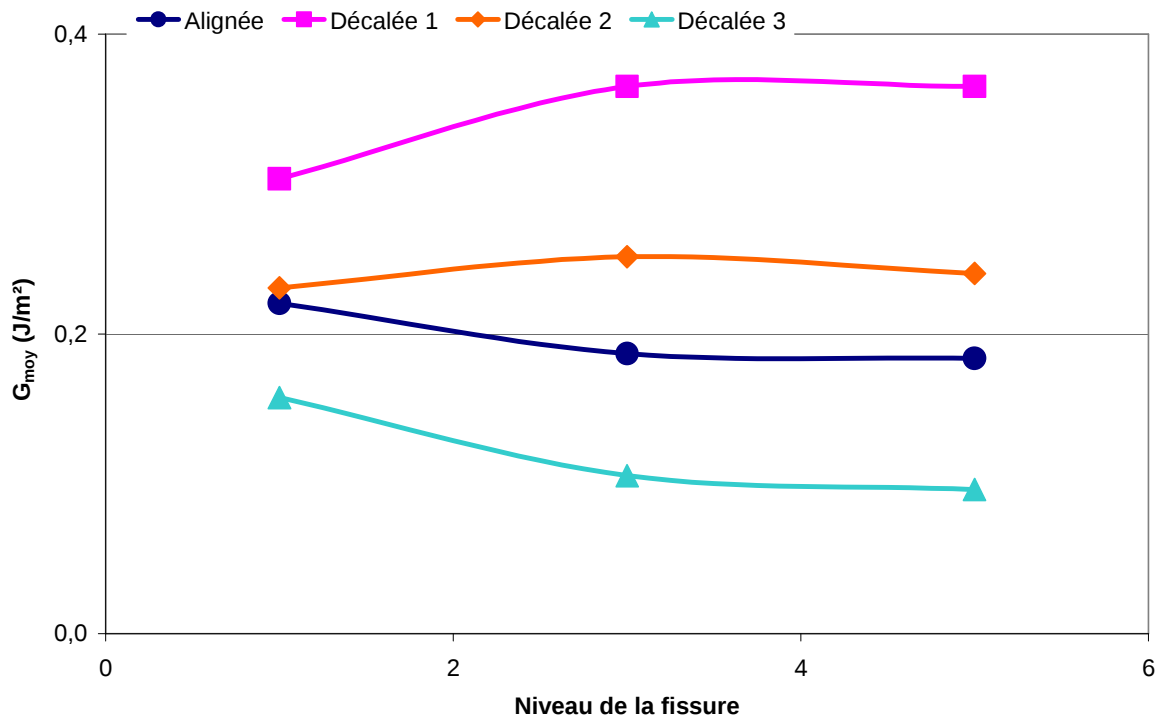


Figure V.33 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction du niveau d'implantation de la fissure diélectrique/barrière pour différentes structures 6 niveaux, pour chargement de type 1 et une largeur de ligne $w = 1\mu\text{m}$.

Impact du chargement

Dans un premier temps, on suppose la fissure le long de l'interface diélectrique/barrière au 1^{er} niveau, pour des structures présentant une largeur de ligne de cuivre de $1\mu\text{m}$. On compare alors les trois types de chargement, pour les quatre types de structure, ainsi que pour une structure à un seul niveau.

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure V.34. Le chargement 2, correspondant à la dernière rampe de refroidissement sur la structure pour représenter de manière simplifiée les contraintes dues au procédé, augmente les valeurs du taux de restitution d'énergie moyen, par rapport à un chargement 1, correspondant à un chargement de flexion. Le chargement 3, qui est la somme des chargements 1 et 2, est quant à lui le plus critique. Il est à noter que pour les trois types de chargement la tendance est la même. La structure la plus sensible à la fissure est la structure décalée 1 (6 niveaux) et la structure la moins sensible est la structure simple damascène (à un seul niveau) du paragraphe V.1.

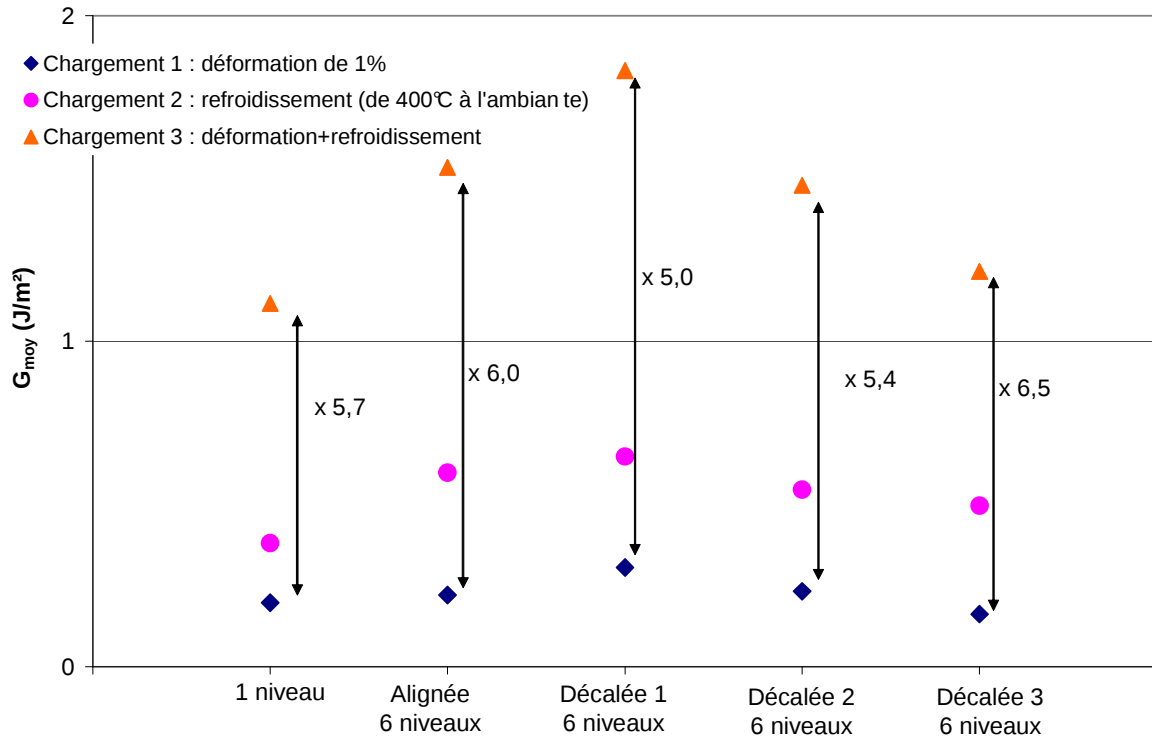


Figure V.34 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction de différentes structures et de différents chargements ; la fissure diélectrique/barrière est implantée à la l'interface du 1^{er} niveau, pour une largeur de ligne $w = 1\mu\text{m}$.

Localisation et chargement

On étudie maintenant pour les quatre structures l'impact de l'emplacement de la fissure verticale à l'interface diélectrique/barrière en fonction du chargement. La figure V.35 présente les résultats obtenus.

Le chargement 2 augmente les valeurs du taux de restitution d'énergie moyen, le chargement 3 est quant à lui le chargement le plus critique. Pour tous les cas les tendances obtenues pour les chargements 2 et 3 sont les mêmes que celles obtenues pour le chargement 1.

Pour tous les chargements, les structures décalée 1 et 2 sont plus sensibles à la fissure lorsque la fissure est proche de la surface. Pour tous les chargements les structures alignée et décalée 3 sont moins sensibles à la fissure quand la fissure est proche de la surface. De manière générale la structure décalée 1 est la structure la plus sensible à la fissuration puisqu'elle présente les taux de restitution d'énergie moyens les plus élevés pour tous les types de chargement et tous les niveaux d'implantation de la fissure étudiés.

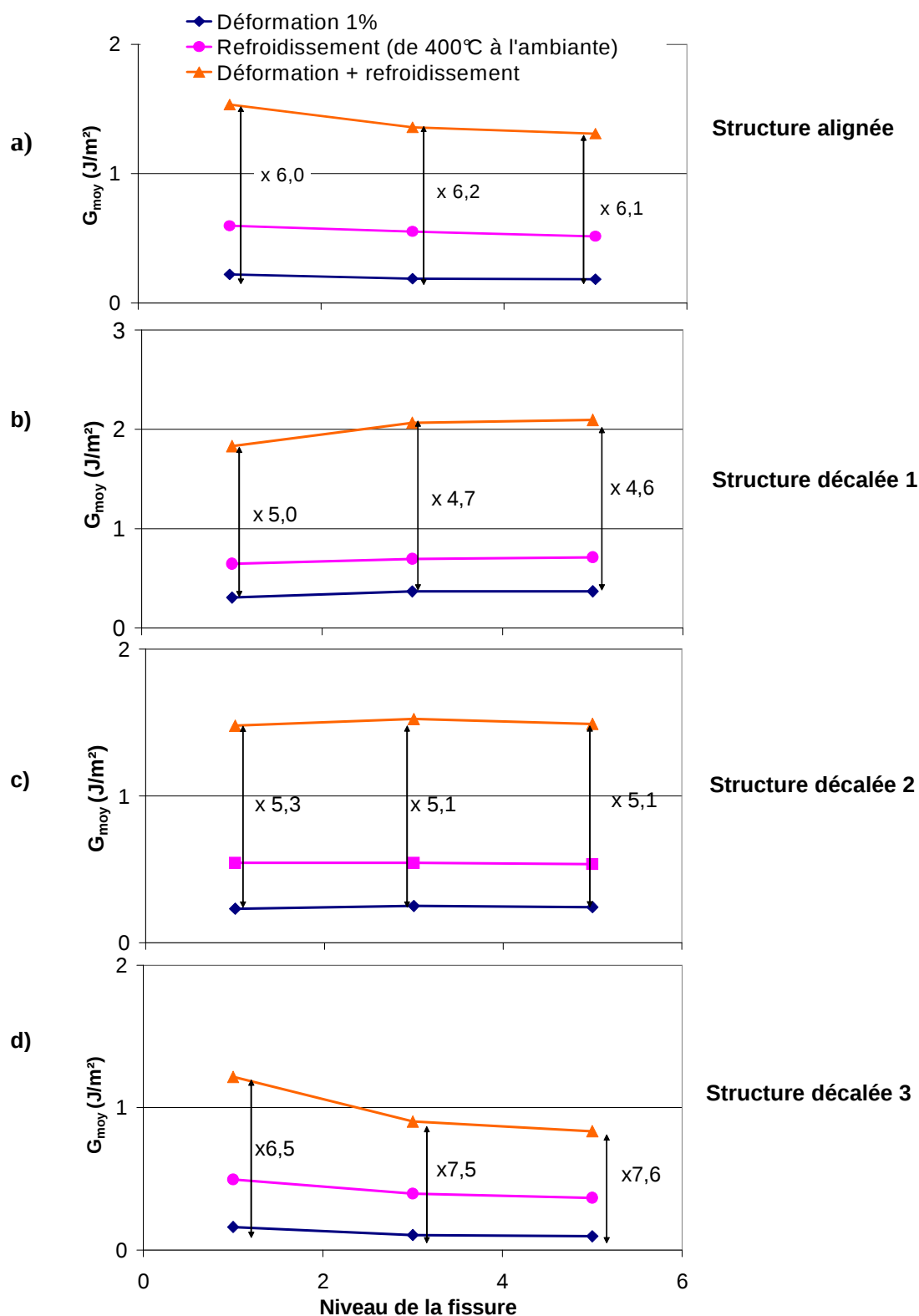


Figure V.35 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen pour différentes structures à 6 niveaux, pour différents chargements et en fonction du niveau de l'implantation de la fissure pour une largeur de ligne $w = 1\mu\text{m}$.

V.2.2.4. Situations critiques

La valeur de ténacité retenue est la plus faible et correspond à la ténacité du *low-k*, elle est proche de 1 J/m^2 . D'un point de vue qualitatif (voir paragraphe V.2.1.3), les structures ayant un taux de restitution d'énergie moyen proche de 1 J/m^2 présenteront un fort risque de fissuration aux niveaux des interfaces diélectrique/barrière. Les quatre structures étudiées auront une forte chance de fissurer uniquement sous un chargement de type 3 : c'est-à-dire sous un chargement de flexion en y ajoutant de manière simplifiée l'état de contrainte des structures après procédé. Sous ce chargement l'emplacement probable d'apparition de la fissure en fonction des structures à 6 niveaux sera le suivant dans l'ordre décroissant des criticités :

- 1) structure décalée 1 : fissure au 5^{ème} niveau
- 2) structure alignée : fissure au 1^{er} niveau
- 3) structure décalée 2 : fissure au 3^{ème} niveau
- 4) structure décalée 3 : fissure au 1^{er} niveau

En réalité comme nous l'avons signalé en V.2.2.1 les structures 1 et 3 sont équivalentes : seule la position de la fissure change entre l'une et l'autre. Dans une telle architecture décalée, la rupture serait gouvernée par la configuration 1 plus critique que la 3.

V.2.2.5. Fissuration horizontale de l'interface diélectrique/barrière

Le but de ce paragraphe est de savoir si la structure sera endommagée préférentiellement dans une interface diélectrique/barrière verticale ou horizontale, et si cet endommagement sera préférentiellement au même niveau pour les fissures verticales ou horizontales, pour un chargement donné.

On suppose deux types de fissures interfaciales horizontales (figure V.36), la première tout le long de l'interface horizontale diélectrique/barrière et la seconde partant du coin droit de la ligne sur une longueur de 275 nm (longueur égale à la hauteur de ligne de cuivre). La structure considérée est une structure alignée uniquement soumise au chargement 2.

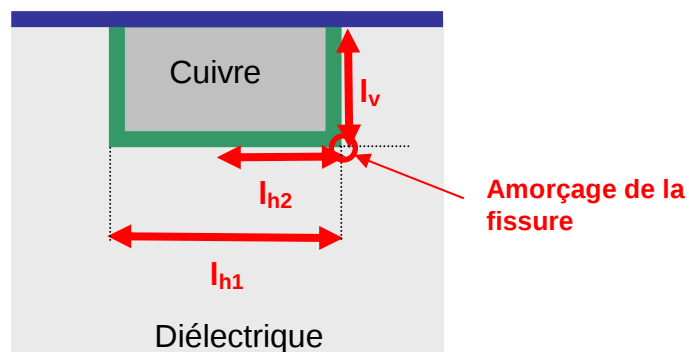


Figure V.36 : Configuration des fissures étudiées, l_v fissure à l'interface diélectrique/barrière de longueur 275 nm, l_{h1} fissure à l'interface diélectrique/barrière de longueur w , l_{h2} fissure à l'interface diélectrique/barrière de longueur 275 nm.

Les figures V.37 et V.38 présentent l'évolution du taux de restitution d'énergie moyen en fonction de l'emplacement de la fissure pour une structure à 6 ou 3 niveaux pour les deux longueurs de fissures horizontales.

Pour une fissure horizontale sur tout le long de l'interface *low-k*/barrière, dans une structure 3 niveaux le taux de restitution d'énergie moyen diminue lorsque la fissure se rapproche de la surface ; dans une structure à 6 niveaux le taux de restitution moyen semble passer par un maximum lorsque la fissure se trouve au 3^{ème} niveau.

Pour une fissure horizontale de 0,275 μm , pour une structure à 3 ou 6 niveaux le taux de restitution d'énergie semble diminuer lorsque la fissure se rapproche de la surface.

Pour une fissure de longueur 0,275 μm , que la fissure soit placée de manière verticale ou horizontale, l'endommagement de la fissure se fera préférentiellement au 1^{er} niveau.

La comparaison avec les valeurs calculées dans le cas d'une structure où la largeur de ligne est égale à 1 μm sous chargement 2, pour une fissure verticale de longueur 275 nm (figure V.33.a) montre que la fissure verticale ($G_{\text{moy}} = 0,60 \text{ J/m}^2$) aurait un probabilité d'apparition nettement supérieure à la fissure horizontale de longueur 275 nm ($G_{\text{moy}} = 0,11 \text{ J/m}^2$).

L'endommagement pour une fissure implantée tout le long de l'interface horizontale sera quant à lui réalisé préférentiellement au 3^{ème} niveau pour une structure 6 niveaux et au 1^{er} niveau pour une structure 3 niveaux.

De ce fait, il paraît difficile de généraliser le niveau d'endommagement préférentiel, pour une structure donnée soumise au même chargement, sans connaître la direction de la fissure.

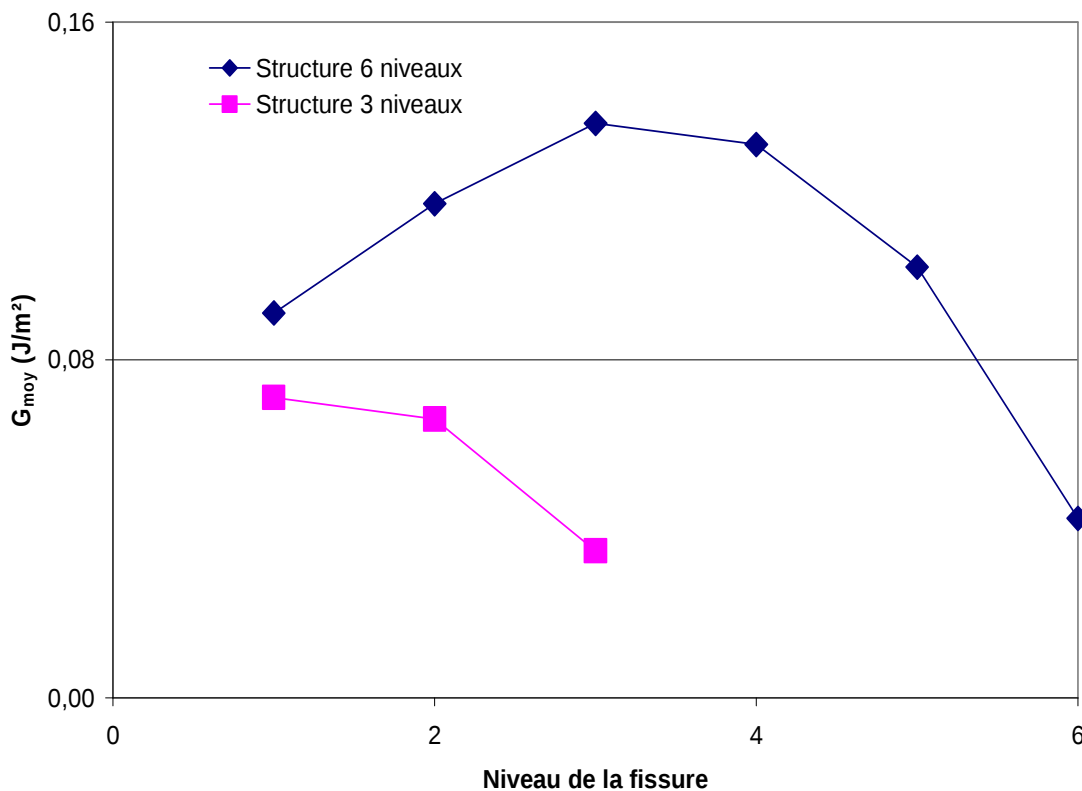


Figure V.37 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen pour une structure alignée à 3 et 6 niveaux avec une largeur de ligne 1 μm , en fonction du niveau d'implantation de la fissure interfaciale de longueur w , pour un chargement de type 2.

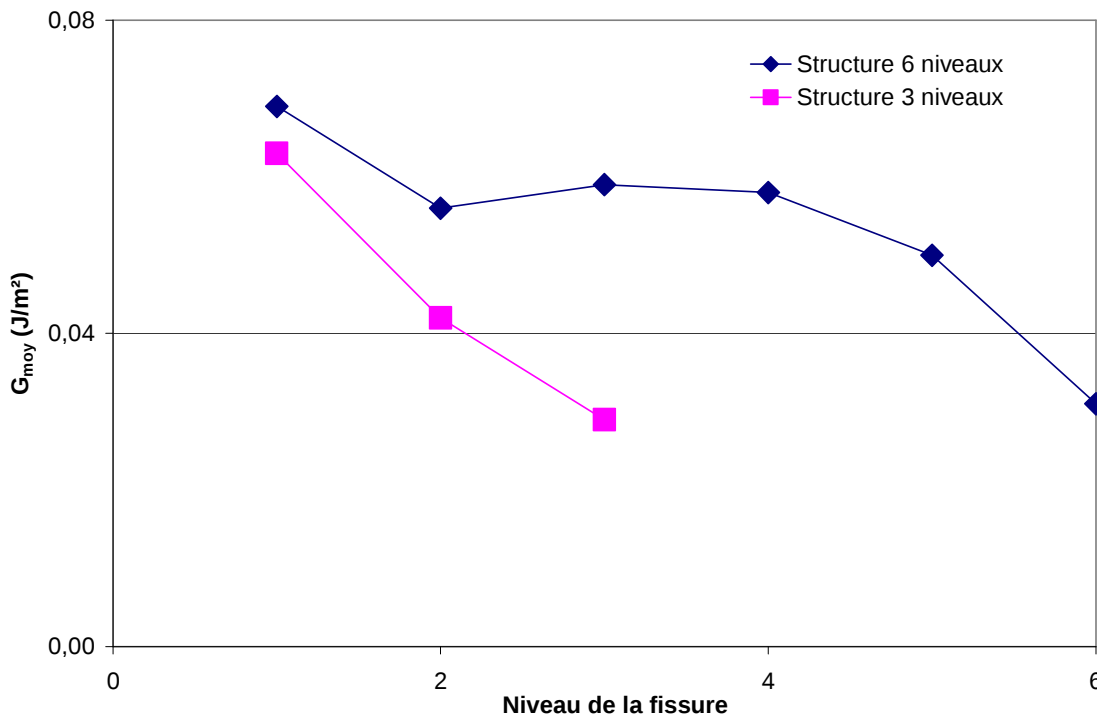


Figure V.38 : Evolution du taux de restitution d'énergie moyen pour une structure alignée à 3 et 6 niveaux avec une largeur de ligne 1 μ m, en fonction du niveau d'implantation de la fissure interfaciale de longueur 0,275 μ m, pour un chargement de type 2.

V.2.2.6. Conclusion

Connaissant l'interface la plus sensible à la fissure grâce aux calculs du paragraphe V.I et les conditions sur le 1^{er} niveau et sur les dispositions du 2nd niveau pour qu'une structure soit résistante à ce type de fissure, nous avons étudié l'impact de l'emplacement de la fissure et du nombre de niveaux sur l'intégrité mécanique d'une structure multi-niveaux en fonction de différents chargements.

Pour les trois chargements étudiés, la structure la plus sensible à la rupture est la même (décalée 1) et le niveau d'endommagement le plus probable pour une fissure verticale diélectrique/barrière est le même pour les trois chargements (5^{eme} niveau).

V.3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons proposé deux procédures pour évaluer le risque de rupture d'une structure.

La première, dans le paragraphe V.1, est basée sur un critère d'amorçage. Dans un premier temps sur une structure nous avons déterminé par calcul des paramètres de singularités le lieu d'amorçage de la fissure. Puis, selon le type de chargement imposé sur la structure et les valeurs de ténacité expérimentale, nous avons déterminé à partir du critère (II.41) la valeur du chargement critique pour lequel la structure simple damascène sera fissurée et la longueur de fissure correspondante.

La seconde méthode utilisée, dans le paragraphe V.2, est basée sur un critère énergétique comparatif de propagation. Cette fois-ci, pour une fissure de longueur donnée on détermine par éléments finis avec la procédure Ambrico ou NRE, le taux de restitution d'énergie moyen sur l'aire de la fissure pour différentes architectures plus complexes allant de 1 à 6 niveaux. On compare les résultats obtenus à la ténacité la plus faible. Si les valeurs numériques sont proches ou supérieures à la ténacité, on peut supposer que la structure sera très probablement fissurée. Il est à noter que les procédures de calcul ne prennent pas en compte les valeurs du taux de restitution à proximité immédiate de la singularité, atténuées par le calcul du taux de restitution moyen le long de la fissure.

Sur les structures étudiées, le taux de restitution d'énergie critique utilisé est celui du diélectrique proche de 1 J/m^2 que ce soit pour le SiOCH PECVD ou *spin-on*, déduit des résultats de nanoindentation avec correction (chapitre IV). En effet cette valeur de ténacité est la plus faible pour les matériaux et les interfaces constituant la structure. La fissure se propagera alors à une faible distance de l'interface diélectrique/barrière dans le diélectrique, parallèlement à l'interface.

Dans la mesure du possible, nous avons déterminé l'état de contraintes de la structure après réalisation en considérant le procédé (III.5.1). Les calculs à partir d'un simple refroidissement sur l'ensemble de la structure (correspondant à la dernière étape de dépôt) donnent des valeurs du taux de restitution d'énergie moyen sous estimées, mais d'un point de vue comparatif donnent une bonne approximation sur l'impact de l'architecture.

La résistance à rupture d'une structure dépend du chargement, de la disposition des niveaux, du nombre de niveaux. De ce fait, il paraît difficile de généraliser la localisation la plus probable de la fissure pour des architectures différentes soumises au même chargement, ou pour des structures identiques soumises à des chargements différents, sans vérification par simulation numérique. Grâce à des simulations, nous avons cependant pu dégager un certain nombre de tendance.

Dans une structure d'interconnexion indépendamment du nombre de niveaux, le lieu le plus probable d'amorçage de la fissure se trouve à l'arête inférieure de la ligne de cuivre, le long de l'interface diélectrique/barrière. En effet il faut rappeler que le diélectrique présente des propriétés mécaniques très faibles et les propriétés mécaniques de la barrière sont proches de celles du cuivre.

Pour une fissure tunnel le long de l'interface diélectrique/barrière :

- les structures présentant des densités de métal supérieures à 95 % sont à proscrire.
- lorsque le bord droit de la ligne inférieure (où est implantée la fissure) est aligné avec une plage importante de diélectrique au niveau supérieur, la structure est très sensible à fissure.
- le niveau de l'endommagement dépend de la configuration de l'architecture (décalages éventuels des niveaux supérieurs et nombre de niveaux).
- la structure la plus sensible à la rupture dans notre étude est de type décalée 1 et le niveau d'endommagement le plus probable se trouve alors au 5^{ème} niveau pour une structure 6 niveaux.

V.4. Bibliographie

[Ambrico, 2002] J. M. Ambrico, E. E. Jones, M.R. Begley, *Cracking in thin multi-layers with finite-width and periodic architectures*, International Journal of Solids and Structures, volume 39, pp. 1443-1462, 2002.

[Arfan, 2005] E. Arfan, *Etude des phénomènes de fissuration dans les multi-matériaux de la microélectronique*, rapport de Master 2, Laboratoire de mécanique et technologie, Université de Paris VI, 2005.

[Brillet, 2005] H. Brillet, S. Orain, M. Dupeux, M. Braccini, *Design Rules to Avoid Tunnel Cracking in VLSI interconnects during Process Flow*, 6th International Conference on Thermal and Mechanical Simulation and Experiments in Micro-electronics and Micro-systems, Proceeding of Eurosime2005, édité par L. J. Ernst, G. Q. Zhang, P. Rodgers, M. Meuwissen, S. Marco, O. de Saint-Leger.

[Brillet-Rouxel, 2006] H. Brillet-Rouxel, E. Arfan, D. Leguillon, M. Dupeux, M. Braccini, S. Orain, *Crack initiation in Cu-interconnect structures*, Communication à la conférence Materials for Advanced Metallization, Grenoble, France, 2006.

[Goldberg, 2002] C. Goldberg, L. Mercado, S. Filipiak, S. Crown, *Interconnect Mechanical reliability with low-k as final ILD*, proceedings IITC, Burlingame, CA, USA, 2002.

[Guyer-1, 2005] E. P. Guyer, R.H. Dauskardt, *Effect of solution pH on subcritical crack growth in low-k dielectric thin-films*, Journal of Materials Research, volume 20, pp. 680-687, 2005.

[Guyer-2, 2005] E. P. Guyer, C. Litteken, D. Maidenberger, and R. H. Dauskardt, *Reliability of Thin-Film Structures for Device Technologies: Adhesion, New Materials and Length Scale Challenges*, Interfaces In Electronic Materials, Electrochemical Society, 2005. In press.

[Lane, 2003] M. Lane, R. Rosenberg, *Interfacial relationships in microelectronics devices*, Material Research Society Symposium Proceedings, volume 766, pp. 177-183, 2003.

[Leguillon 2003] D. Leguillon, *Failure initiation in an epoxy joint between two steel plates*, European Journal of Mechanics A/Solids, volume 22, pp. 509-524, 2003.

[Leguillon, 2002] D. Leguillon, *Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch*, European Journal of Mechanics A/Solids, volume 21, pp. 61-72, 2002.

[Schönfelder, 2005] S. Schönfelder, J. Bagdahn, M. Ebert, M. Petzold, K. Bock, C. Landesberger, *Investigations of strength properties of ultra-thin silicon*, 6th International Conference on Thermal and Mechanical Simulation and Experiments in Micro-electronics and Micro-systems, Proceeding of Eurosime2005, édité par L. J. Ernst, G. Q. Zhang, P. Rodgers, M. Meuwissen, S. Marco, O. de Saint-Leger.

[Trouvé, 2003] H. Trouvé, *Mesure d'adhérence de couches minces par système de flexion quatre points : Interconnexions avancées*, rapport de DRT, Université de Nantes, 2003.

CONCLUSION GENERALE

Afin d'améliorer les performances des circuits intégrés, l'industrie de la microélectronique s'est tournée vers des interconnexions de nouvelle génération : réseaux de lignes de cuivre enchevêtrés isolés par des diélectriques à faible permittivité.

Ces matériaux aux faibles propriétés mécaniques rendent les interconnexions de plus en plus sensibles à la fissuration tant au cours de leur élaboration que lors de leur mise en boîtier ou de leur fonctionnement.

De plus ces interconnexions deviennent de plus en plus complexes : la largeur de ligne diminue, l'espace interligne est réduit, le nombre de niveaux augmente. Les problèmes de fiabilité mécanique et par là-même électrique deviennent alors de plus en plus nombreux. Afin de mieux les appréhender et de les éviter, nous avons utilisé une approche basée sur la mécanique de la rupture pour étudier les interconnexions, à la fois sur le plan expérimental et à l'aide de simulations numériques.

Tout d'abord, les caractéristiques mécaniques des matériaux impliqués et en particulier des films diélectriques ont été évaluées : elles constituent en effet des données indispensables à toute simulation numérique.

Les techniques classiques de détermination du module de Young et de la dureté par nanoindentation, ou de détermination du coefficient de Poisson et du module de Young par spectroscopie Brillouin ont été exploitées. Elles ne sont cependant pas suffisantes pour caractériser le comportement à la rupture des films diélectriques.

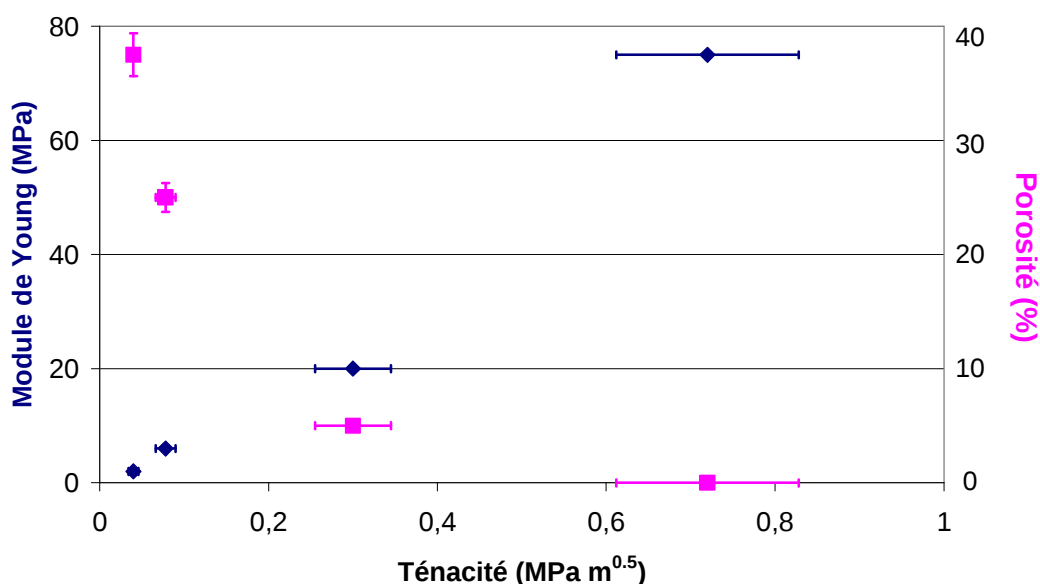
Dans ce but, deux méthodologies ont été développées et mises au point au cours de l'étude :

- la nanoindentation avec indenteur coin de cube ;
- la multifissuration canalisée en flexion quatre points.

Les résultats ont été obtenus sur les trois catégories de films analysés :

- film d'oxyde de silicium « traditionnel » SiO_2
- film d'oxyde de silicium dopé au carbone SiOCH PECVD
- film d'oxyde de silicium dopé au carbone SiOCH *spin-on*

Ils montrent, pour les deux méthodes de mesure, que leur ténacité (valeur critique du facteur d'intensité de contrainte) décroît en même temps que leur rigidité (module de Young), ces deux caractéristiques étant corrélées à l'augmentation du taux de porosité de ces matériaux.



La nanoidentation est une méthode rapide pour estimer la ténacité d'un film mince. Une tentative d'amélioration a été conduite au cours de ce travail pour optimiser son interprétation à l'aide d'un modèle original qui propose des corrections pour prendre en compte la contrainte résiduelle du film et l'hétérogénéité élastique film/substrat. Les résultats de ces mesures sont satisfaisants en ordre de grandeur et classement comparatif. Cependant le modèle proposé ne possède pas encore un degré de raffinement suffisant pour déterminer de manière précise la ténacité des films minces, qu'il semble encore sous-estimer systématiquement par rapport à d'autres techniques.

Parmi celles-ci, la méthode de fissuration canalisée est beaucoup plus longue à mettre en œuvre. Elle donne cependant des informations plus précises sur la gamme de facteurs d'intensité de contrainte correspondant à des vitesses de propagation de fissures en régime sous-critique dans le film mince : on peut ainsi avoir accès si nécessaire aux effets d'environnement sur la ténacité des matériaux testés.

Le problème majeur de cette méthode consiste à fissurer le film avant de fissurer le substrat lorsque celui-ci est fragile, comme c'est le cas du silicium. Malgré ces limites, cette méthode nous a permis de prévoir les vitesses de fissuration sous-critique de nos trois types de films diélectriques pour une épaisseur fixée et sous une contrainte appliquée donnée. Le modèle utilisé implique au passage le calcul par éléments finis d'une *constante de force motrice* Z représentative de la configuration de fissuration étudiée et des matériaux impliqués.

A partir de différents essais sous hygrométrie et/ou température imposées, nous proposons un modèle capable de rendre compte de l'évolution du comportement à rupture d'un film d'épaisseur donnée sous un environnement défini.

Il est à remarquer que les résultats de ténacité obtenus pour la rupture cohésive des films *low-k* sont nettement plus faibles que ceux obtenus par les essais d'adhérence pour la ténacité des interfaces barrière/diélectrique. De ce fait les valeurs-seuils à utiliser dans les modélisations pour déterminer l'intégrité d'une structure seront basées dans notre étude sur les ténacités cohésives des films *low-k*, qui fournissent ainsi la condition la plus critique.

Pour estimer les risques de rupture d'une structure d'interconnexion, deux méthodes ont été utilisées :

- l'une basée sur un critère d'amorçage,
- la seconde sur un critère énergétique de propagation.

Par la première méthode, sur une structure de géométrie et matériaux donnés, il est possible de déterminer par calcul la singularité géométrique et matérielle la plus critique, lieu d'amorçage le plus probable de la fissure. Puis à partir du type de chargement imposé sur la structure et des valeurs de ténacité expérimentales, selon le critère proposé par D. Leguillon, la valeur du chargement critique et la longueur de fissure correspondante peuvent être estimées. Les résultats numériques ainsi obtenus sur une structure simple damascène (un seul niveau d'interconnexion) sont en bonne corrélation avec les observations expérimentales : une structure à un seul niveau d'interconnexions s'avère d'autant plus difficile à fissurer que ses dimensions caractéristiques sont réduites, y compris lorsqu'elle contient des matériaux à très faible ténacité comme les diélectriques *low-k*.

Dans la seconde approche, une fissure de longueur donnée est implantée dans un modèle numérique d'éléments finis le long de l'interface la plus critique (déterminée grâce à l'approche précédente et éventuellement validée par l'observation), avec la procédure Ambrico ou NRE.

Le taux de restitution d'énergie moyen sur l'aire de la fissure est déterminé pour différentes architectures de plus en plus complexes. Les résultats obtenus sont comparés à la ténacité du *low-k*. Si les valeurs numériques sont proches de celle-ci ou supérieures, on peut supposer que la structure sera fissurée. On peut en outre, à l'aide de tels résultats, interclasser de manière comparative différentes architectures ou configurations, en faisant l'hypothèse raisonnable qu'une augmentation de l'énergie élastique restituable lors de la fissuration augmente le risque d'apparition de la fissure postulée.

Il est à noter que les procédures de calcul ne prennent pas en compte les valeurs locales du taux de restitution proches des singularités ; leurs contributions sont atténuées dans le calcul du taux de restitution moyen le long de la fissure.

Dans la mesure du possible, nous avons déterminé et pris en compte l'état de contraintes de la structure après réalisation en considérant le procédé. Les calculs à partir d'un simple refroidissement sur l'ensemble de la structure (correspondant à la dernière étape de dépôt) donnent des valeurs du taux de restitution d'énergie moyen sous estimés, mais d'un point de vue qualitatif et comparatif, une bonne approximation de l'impact de l'architecture.

Dans le cas d'une fissure tunnel très proche d'une interface verticale diélectrique/barrière le long d'une ligne de cuivre, nous avons pu établir que :

- les structures présentant des densités de métal supérieures à 95 % sont à proscrire.
- lorsque le bord droit de la ligne inférieure (où est implantée la fissure) est aligné avec une plage importante de diélectrique au niveau immédiatement supérieur, la structure est très sensible à la fissure.
- Dans une structure d'interconnexions multi-niveaux, celui où apparaît préférentiellement l'endommagement dépend de la configuration de l'architecture (disposition relative des niveaux supérieurs et nombre de niveaux). Chaque cas doit alors faire l'objet d'une étude spécifique qui risque d'être d'autant plus longue que la structure est complexe et les scénarios de rupture à envisager nombreux. Les règles générales énoncées ci-dessus devraient néanmoins pouvoir accélérer la définition de structures plus fiables.

D'un point de vue plus général, le présent travail est à re-situer dans la perspective d'une approche méthodologique visant à l'optimisation des structures d'interconnexion : grâce à une modélisation prédictive, elle devrait être capable de fournir aux concepteurs des règles de dessin adaptées aux matériaux et aux procédés actuellement utilisés, en évitant trop d'essais-et-erreurs coûteux sur des circuits prototypes. Le fil conducteur de cette approche pourrait être résumé comme suit :

- les objectifs en termes de performances des interconnexions multi-niveaux, intégrant éventuellement des matériaux et des procédés innovants, associés aux retours d'expérience en matière de défaillances en cours d'élaboration, de mise en boîtier ou en service, constituent la base de départ de la démarche.
- Sur cette base, combinée à la connaissance et au savoir-faire actuels de l'entreprise, des hypothèses d'architectures d'interconnexions (géométrie, matériaux, combinaisons de « briques fonctionnelles » élémentaires, ...) peuvent être faites, répondant aux performances électriques requises.
- En parallèle avec les éventuelles modélisations électriques ou électroniques, chacune de ces « briques » élémentaires ainsi que leurs combinaisons peuvent alors faire l'objet de modélisations thermo-mécaniques, prenant en compte le procédé d'élaboration dans toute la mesure où ses détails sont connus.

- Nous avons mis en place et fait fonctionner plusieurs des outils nécessaires à cette modélisation : entre autres, la procédure de discussion des risques d'amorçage de fissures aux arêtes singulières (en collaboration avec D. Leguillon), et le calcul des taux moyens de restitution d'énergie pour diverses localisations de fissures dans diverses hypothèses d'architecture, ce qui permet d'en comparer le degré de criticité.
- Toute modélisation nécessitera toujours impérativement des données fiables ; dans ce domaine expérimental également, nous avons mis en œuvre et acquis l'expérience de techniques de caractérisation mécanique qui n'avaient jamais été pratiquées localement, même si leur utilisation était déjà rapportée dans la littérature : c'est le cas pour les déterminations de ténacité par nanoindentation et de vitesse de fissuration sous-critique par multifissuration en flexion 4-points.
- Une mise en œuvre systématique de telles modélisations devrait permettre de générer un corpus de résultats d'« expériences numériques » d'où pourraient émerger certaines règles générales de dessin comme celles que nous avons tenté de formuler : par exemple, un bord de ligne métallique auquel on superpose un intervalle de diélectrique au niveau immédiatement supérieur constitue une configuration potentiellement critique.
- De toute évidence, l'expérience ainsi acquise devrait être remise en cause à chaque nouvelle génération d'interconnexion (où l'ensemble géométrie + matériaux + procédés change), et faire l'objet d'un nouveau cycle complet de caractérisations expérimentales et de validations numériques.

Pour ce qui concerne la génération actuelle, le comportement mécanique des diélectriques *low-k* et *ultra low-k* en couches minces est loin d'être complètement caractérisé et compris : effet des traitements de surface, comportement en température, effet de la fraction et de la taille des pores, effet de l'hygrométrie, du pH et du maintien à l'air, comportement sous sollicitations complexes, adhérence aux couches adjacentes, etc...

Toujours sur le plan expérimental, les phénomènes de fissuration ne constituent pas le seul mécanisme de défaillance des interconnexions de circuits intégrés : l'apparition de cavités ou d'aspérités sous contraintes (*stress voiding*, *hillocks*) ou l'électromigration dans les lignes conductrices en sont d'autres exemples, où existe une forte interaction entre l'état de contrainte local et les mécanismes d'endommagement. Certaines des modélisations thermo-mécaniques que nous avons proposées pourraient certainement être utilisées avec profit pour contribuer à la compréhension de ces phénomènes.

Sur le plan de la modélisation numérique, une perspective importante de ce travail porte sur l'évolution des méthodes numériques pour déterminer la résistance à rupture d'une structure d'interconnexion complexe du type *PAD*. Au prix d'un temps de calcul probablement conséquent, on pourrait déterminer ainsi des structures plus résistantes à l'endommagement lors de la mise en boîtier d'une puce. De plus, les simulations pour dimensionner la résistance à rupture d'un *PAD* après mise en boîtier doivent nécessairement prendre en compte de manière précise toutes les phases de procédé d'élaboration de l'architecture et de la mise en boîtier. Des procédures de calcul multi-échelles seront évidemment à mettre en œuvre pour alléger ces simulations.

Certaines des influences que semblent révéler nos modélisations (par exemple l'effet favorable de la réduction de la taille des structures sur les risques d'amorçage ou l'effet du nombre de niveaux superposés) devront d'une part être confirmées par des calculs plus précis, prenant en compte le déroulement du procédé et donc là plus lourds et d'autre part confrontés à l'expérience, ce qui exigera la préparation d'échantillons spécifiques. Actuellement nous

sommes en mesure de déterminer la zone d'amorçage de la fissure, mais son orientation doit être postulée sous forme de plusieurs scénarios. Des méthodes numériques devraient pouvoir être mises en place pour définir l'orientation vraisemblable de la fissure et déterminer du même coup le taux de restitution d'énergie local, sans en faire la moyenne le long de tout un chemin de fissure.

En optimisant les procédures numériques et en les calant sur les nombreux résultats expérimentaux, l'objectif à moyen terme est de réduire la quantité de *wafers* et de « test-véhicules » servant à qualifier l'intégrité mécanique de la puce seule ou mise en boîtier.

BIBLIOGRAPHIE PERSONNELLE

Publications

Channel cracking technique for toughness measurement of SiOCH low-k films,
H. Brillet-Rouxel, M. Dupeux, M. Braccini, S. Orain,
Material Research Society Proceedings, volume 914, F3.5, 2006.

Methodology to determine the toughness of a brittle thin film by nanoindentation,
H. Brillet-Rouxel, M. Verdier, M. Braccini, M. Dupeux, S. Orain,
Material Research Society Proceedings, volume 914, F2.7, 2006.

Crack initiation in Cu-interconnect structures,
H. Brillet-Rouxel, E. Arfan, D. Leguillon, M. Dupeux, M. Braccini, S. Orain,
Microelectronic Engineering, volume 83 , numéro 11-12 , 2006.

Design rules to avoid tunnel cracking in VLSI interconnects during process flow,
H. Brillet, S. Orain, M. Dupeux, M. Braccini,
6th International Conference on Thermal and Mechanical Simulation and Experiments in Micro-electronics and Micro-systems, Proceeding of Eurosime2005, édité par L. J. Ernst, G. Q. Zhang, P. Rodgers, M. Meuwissen, S. Marco, O. de Saint-Leger.

Résumé :

Ce travail a pour objectif de mieux comprendre et maîtriser les défaillances mécaniques par fissuration liées à la réduction d'échelle des circuits intégrés appliquant la mécanique de la rupture à la microélectronique. La démarche scientifique pour discuter de l'intégrité mécanique de structures complexes telles que les interconnexions, a été conduite en deux étapes.

- Comprendre et caractériser les mécanismes de fissurations sur les films minces fragiles de *low-k* par deux méthodes expérimentales, nanoindentation coin de cube et multifissuration canalisée en flexion 4 points. Les valeurs de ténacités obtenues, étant les plus critiques, servent ainsi de valeurs seuils pour estimer les risques de rupture d'une structure d'interconnexion.
- Estimer les risques de perte d'intégrité d'une structure par des approches numériques par Eléments finis. L'une est basée sur un critère d'amorçage de fissure aux singularités géométriques et matérielles, la seconde sur un critère énergétique de propagation de fissure pré-existante.

Les résultats obtenus permettent d'établir les tendances générales d'influence de l'architecture des structures sur leur risque de fissuration.

MOTS-CLES : diélectrique low-k, nanoindentation, flexion 4 points, interconnexions, critère de rupture, amorçage de rupture, propagation de rupture.

Summary :

The aim of this work is to better understand and predict the mechanical failures, by crack initiation and propagation due to the scale reduction in integrated circuits, using fracture mechanics applied to microelectronic. The scientific approach to discuss the mechanical integrity of complex structures such as interconnects, is conducted in two steps.

- Understanding and characterizing crack phenomena in brittle low-k thin films by two experimental methods nanoindentation and multicracking by four points bending test. The toughness values thus obtained, as the most severe, are necessary to estimate the failure risk of an interconnect structure.
- With the help of Finite Element numerical techniques, estimating the risk of structure integrity loss. A first one is based on nucleation criterion at geometrics and materials singularities. A second one is based on pre-existing crack propagation energy criteria.

These results obtained allow establishing general features for the influence of interconnect architecture on their failure risk.

MOTS-CLES : low-k dielectric, nanoindentation, 4-point bending test, interconnects, failure criteria, crack nucleation, crack propagation.