



**HAL**  
open science

# Étude du polissage mécano-chimique du cuivre et modélisation du processus d'enlèvement de matière

Pierre Paul Bernard

► **To cite this version:**

Pierre Paul Bernard. Étude du polissage mécano-chimique du cuivre et modélisation du processus d'enlèvement de matière. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Centrale de Lyon, 2006. Français. NNT: . tel-00632222

**HAL Id: tel-00632222**

**<https://theses.hal.science/tel-00632222>**

Submitted on 26 Jan 2012

**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.



École Centrale de Lyon



Laboratoire de Tribologie et  
Dynamique des Systèmes



ALTIS Semiconductor

## THÈSE

### *Étude du polissage mécano-chimique du cuivre et modélisation du processus d'enlèvement de matière*

présentée dans le cadre de l'École Doctorale Matériaux de Lyon (EDML)  
pour l'obtention du grade de

Docteur de l'École Centrale de Lyon

par

Pierre BERNARD

soutenue le mardi 19 décembre 2006 devant le jury composé de

Cécile LANGLADE ..... présidente  
Pierre PONTIAUX ..... rapporteur  
Hamid ZAÏDI ..... rapporteur  
Sébastien DAVEAU ..... encadrant industriel  
Philippe KAPSA ..... directeur de thèse  
Stéphane VALETTE ..... co-encadrant de thèse



à Jean, qui m'a appris  
à jouer aux petites voitures



# Remerciements

« Ô Capitaine, mon Capitaine... »

*La thèse, c'est comme un voyage en bateau...*

Je voudrais donc remercier toutes celles et tous ceux qui m'ont permis d'arriver à bon port.

Un grand merci donc à Sébastien Daveau, Philippe Kapsa, Stéphane Valette et Jean-Christophe Abry qui m'ont aidé à tenir le cap. Ils ont su me prévenir contre les récifs ou m'indiquer les bons courants. Merci aussi à Christelle Macé pour m'avoir empêché de me laisser tenter par les îles désertes.

Une pensée particulière pour Timothée Coudé, qui m'a fait visiter le navire pendant mon stage de DEA, ce qui m'a donné envie de partir dans ce voyage.

Merci également à tous ceux qui par leurs discussions, leurs commentaires, et leurs idées, sont venus aérés ma grand voile : Pierrot, Julia, Jean-Marie, Cédric et d'autres encore.

Merci à mes compagnons d'aventure, thésards et autres, Étienne, Nicolas, Fabrice, Louis, Mathilde, Karim, Houcine, Mohammed, et j'en oublie au LTDS ; mais aussi Francis Picoré, Patrick Tabary, et j'en oublie aussi, chez ALTIS.

Merci à tout l'équipage du LTDS pour son accueil et son aide. Matthieu, Benoit, Béatrice, Gérard, Micaël, Suzanne, Marinella, et les différentes vagues de stagiaires pour leur bonne ambiance.

Pour cette expérience ECLATante, Viviane et Juliane tout d'abord, mais également Mélanie, Marion, Maxime et Jean-Hubert.

Pour cette escale à San Diego, Sandrine, Christophe et Vincent.

Et comme une bonne course a besoin d'arbitres et de juges, merci aux membres de mon jury tout d'abord pour avoir accepté d'en faire partie, mais également pour leurs remarques et indications pour la suite de l'aventure.

Enfin, *last but not least*,

Un grand merci à toute ma famille pour le coaching et à ma chérie pour le soutien.



# Résumé

Le polissage mécano chimique est très largement utilisé dans l'industrie des semiconducteurs pour aplanir des surfaces de divers matériaux. Sa grande capacité d'aplanissement et le grand nombre de paramètres sur lequel on peut jouer font de lui à la fois un procédé très utile et efficace, mais également un procédé difficile à maîtriser.

De par justement le très grand nombre de paramètres, la modélisation de ce procédé a été difficile et s'est longtemps appuyée sur une loi proposée en 1927 par Preston et décrivant le polissage de lentilles de verres. Elle relie linéairement la pression et la vitesse à la vitesse d'enlèvement de matière.

L'introduction de ce procédé dans l'univers des semiconducteurs a pris place dans les années 1980. Depuis, les matériaux polis ont énormément évolué, répondant aux besoins de l'industrie quant à la diminution de tailles et l'amélioration des propriétés (électriques surtout). Cette loi est empirique, et n'explique pas les phénomènes physicochimiques sous-jacents.

Le principe du CMP (Chemical Mechanical Polishing, polissage mécano chimique) est de venir transformer par une action chimique la surface qu'on veut polir, et ensuite enlever cette surface transformée par abrasion mécanique.

Notre étude porte sur la compréhension du phénomène d'enlèvement de matière et sur sa modélisation, dans le polissage mécano chimique de surface de cuivre.

Pour cela, nous avons mis en place un dispositif expérimental plus simple et moins coûteux que les machines de polissage utilisées en ligne de production. Nos échantillons sont des carrés de  $5\text{cm}^2$  découpés dans les tranches de 20 cm de diamètre. Ils sont placés sur le tissu de polissage (pad) qui est en rotation sur lui-même, et sur lequel sont amenés les liquides de polissages (slurries) contenant de l'oxydant, du BTA, du surfactant, de l'eau et des particules abrasives. On applique une pression sur le porte-échantillon.

La couche superficielle de cuivre est transformée sous l'action des oxydants présents dans les slurries. Le cuivre se transforme en oxyde de cuivre ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ), qui a des propriétés mécaniques et physiques différentes. C'est justement ces différences qui vont rendre plus facile l'enlèvement de la couche d'oxyde par rapport à la couche de cuivre.

Les particules abrasives en solution sont à l'origine de l'enlèvement de matière à proprement dit. Elles viennent enlever un petit volume de la surface, dépendant de leur dimension, leur enfoncement et leur vitesse. Par ailleurs, on peut relier leur enfoncement à la pression qu'elles subissent. Finalement, notre modélisation aboutit à une expression dans laquelle la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) est proportionnelle au produit  $P^q.V$ , avec P la pression, V la vitesse de polissage et q un exposant égal à 1,19, et dépendant de la portance du tissu de polissage et de la profondeur d'indentation des particules dans la couche d'oxyde de cuivre.

La couche d'oxyde n'est pas toute enlevée à chaque interaction de la surface avec une particule abrasive, cela va dépendre de l'épaisseur de cette couche. Cette épaisseur dépend de la durée entre deux interactions successives, durée qui permet l'action de la chimie, et donc la formation de la couche d'oxyde. Par ailleurs, de faibles concentrations en oxydant donnent des faibles épaisseurs et des fortes concentrations des épaisseurs plus importantes. La vitesse d'attaque du cuivre atteint un palier pour des concentrations en oxydant supérieures à 20 g/L : les particules abrasives ne peuvent pas enlever plus qu'un volume maximal dépendant de leur indentation maximale.

Les morceaux d'oxyde de cuivre arrachés de la surface se retrouvent sous forme de débris englobés dans des micelles de surfactant, et sont évacués.

Le CMP est utilisé pour aplanir les surfaces. Pour des motifs profonds, le pad ne touche pas le fond des motifs et l'enlèvement ne se fait que dans les parties hautes. Ensuite, à partir d'une marche  $D_X$ , qui dépend de la géométrie, de la pression et des propriétés élastiques du pad, il y a contact partout sur le wafer et l'enlèvement de matière va dépendre de la hauteur de la marche. On aboutit à une expression en exponentielle décroissante, qui se retrouve très bien dans l'expérience.

On a cherché également à expliquer comment se déroule le surpolissage, mais nos équations, bien que donnant les bonnes allures, nous donnent des valeurs bien trop importantes par rapport aux essais. La difficulté de la modélisation vient principalement de la présence d'un nouveau matériau, le tantale, dont on connaît mal le processus d'enlèvement.

Finalement, notre modélisation explique bien les processus d'enlèvement de matière et d'aplanissement.

# Table des matières

Remerciements	v
Résumé	vii
Table des matières	ix
Introduction	1
<b>I Étude bibliographique</b>	<b>9</b>
<b>I.1 Le principe du CMP</b>	<b>11</b>
<b>I.2 Les différents paramètres</b>	<b>12</b>
I.2.1 Paramètres d'entrée et de sortie . . . . .	12
I.2.1.1 Paramètres d'entrée . . . . .	12
I.2.1.2 Paramètres de sortie . . . . .	13
I.2.2 Dimensions caractéristiques . . . . .	13
I.2.2.1 Aspects macroscopiques . . . . .	13
I.2.2.2 Interactions microscopiques . . . . .	14
I.2.3 Remarque . . . . .	14
<b>I.3 Aspects chimiques</b>	<b>14</b>
I.3.1 La constitution des slurries . . . . .	14
I.3.2 Oxydants . . . . .	15
I.3.3 Inhibiteur de Corrosion . . . . .	16
I.3.4 Agents tensioactifs . . . . .	18
I.3.5 Sels . . . . .	21
I.3.6 Stabilité des slurries . . . . .	21
I.3.7 Passivation du cuivre . . . . .	22
I.3.7.1 Composition de la couche . . . . .	22
I.3.7.2 Épaisseur de la couche . . . . .	23
I.3.7.3 Propriétés de la couche . . . . .	23
I.3.8 Passivation du tantale . . . . .	24
I.3.9 Effets thermiques . . . . .	24

<b>I.4</b>	<b>Aspects mécaniques</b>	<b>24</b>
I.4.1	Les particules abrasives . . . . .	24
I.4.1.1	Concentration en particules solides . . . . .	25
I.4.1.2	Taille des particules . . . . .	25
I.4.1.3	Types de particules . . . . .	25
I.4.1.4	Utilisation d'un slurry <i>abrasive free</i> . . . . .	26
I.4.2	Débits de slurries . . . . .	26
I.4.3	Vitesse d'Attaque . . . . .	26
I.4.4	Influence de la Pression et de la Vitesse . . . . .	27
<b>I.5</b>	<b>Le tissu de polissage</b>	<b>28</b>
I.5.1	Structure du pad . . . . .	28
I.5.2	Rugosité du pad . . . . .	29
I.5.3	Usure du pad . . . . .	30
I.5.4	Propriétés mécaniques . . . . .	30
<b>I.6</b>	<b>Topologie</b>	<b>31</b>
I.6.1	Dishing . . . . .	31
I.6.2	Défectivité - État de surface . . . . .	32
I.6.3	Enlèvement du tantale . . . . .	33
<b>I.7</b>	<b>Interface et contact</b>	<b>33</b>
I.7.1	Interactions avec la surface . . . . .	33
I.7.2	Différents types de contact envisageables . . . . .	33
I.7.3	Hypothèses d'enlèvement de matière . . . . .	35
<b>I.8</b>	<b>Lois et modèles existant</b>	<b>35</b>
I.8.1	Loi de Preston (1927) . . . . .	35
I.8.2	Loi de Zhao (1999) . . . . .	36
I.8.3	Modèle de Luo et Dornfeld . . . . .	36
I.8.4	Modèle de Fu et Chandra . . . . .	37
<b>I.9</b>	<b>Conclusions</b>	<b>37</b>
<b>II</b>	<b>Dispositif expérimental et résultats</b>	<b>39</b>
<b>II.1</b>	<b>Dispositif expérimental</b>	<b>41</b>
II.1.1	Le dispositif en ligne de production . . . . .	41
II.1.2	Les paramètres auxquels on s'intéresse . . . . .	43
II.1.2.1	Paramètres d'entrée . . . . .	43
II.1.2.2	Paramètres de sortie . . . . .	44
II.1.3	Le dispositif mis en place . . . . .	44
II.1.3.1	Le dispositif . . . . .	45
II.1.3.2	Homogénéisation du polissage . . . . .	47
II.1.3.3	Mesures réalisées . . . . .	48

II.1.4 Les échantillons . . . . .	50
II.1.4.1 Description d'une couche de métallisation . . . . .	50
II.1.4.2 Dimensions des échantillons . . . . .	51
II.1.4.3 Découpe des wafers . . . . .	51
II.1.4.4 Zones de mesure . . . . .	52
II.1.5 Procédure de polissage . . . . .	52
II.1.6 Conditions standards d'essai . . . . .	54
<b>II.2 Résultats expérimentaux . . . . .</b>	<b>55</b>
II.2.1 Couche d'oxyde . . . . .	55
II.2.2 Vitesse d'enlèvement du cuivre . . . . .	57
II.2.2.1 Influence de la pression et de la vitesse sur le cuivre . . . . .	57
II.2.2.2 Influence de la concentration en oxydant sur le cuivre . . . . .	58
II.2.3 Vitesse d'aplanissement . . . . .	58
II.2.4 Coefficient de frottement . . . . .	60
II.2.5 Résidus de polissage . . . . .	61
II.2.6 Conclusions . . . . .	67
<b>III Modification chimique de la surface . . . . .</b>	<b>69</b>
<b>III.1 Transformation du Cuivre . . . . .</b>	<b>71</b>
III.1.1 Procédé expérimental . . . . .	71
III.1.2 Couche passivée à l'air . . . . .	73
III.1.3 Couche passivée par une réaction courte . . . . .	74
III.1.4 Couche passivée par une réaction longue . . . . .	75
III.1.5 Conclusions . . . . .	77
<b>III.2 Différences entre <math>Cu</math> et <math>Cu_2O</math> . . . . .</b>	<b>79</b>
III.2.1 Vitesses d'enlèvement . . . . .	79
III.2.2 Création d'une interface . . . . .	80
III.2.3 Propriétés mécaniques . . . . .	80
III.2.4 Interaction avec le BTA . . . . .	81
III.2.5 Conclusions . . . . .	81
<b>IV Enlèvement de matière . . . . .</b>	<b>83</b>
<b>IV.1 Processus de polissage . . . . .</b>	<b>85</b>
IV.1.1 Influence des abrasifs . . . . .	85
IV.1.2 Propriétés du tissu de polissage . . . . .	86
IV.1.2.1 Description du tissu de polissage . . . . .	86
IV.1.2.2 Courbe de portance . . . . .	87
IV.1.2.3 Viscoélasticité . . . . .	89
IV.1.2.4 Diffusion de l'eau . . . . .	90

IV.1.2.5 Conclusion sur les propriétés du pad . . . . .	91
IV.1.3 Modélisation . . . . .	92
IV.1.3.1 Les hypothèses . . . . .	92
IV.1.3.2 Lien entre l'enfoncement du pad et la pression . . . . .	93
IV.1.3.3 Lien entre l'enlèvement de matière, la vitesse et la pression . . . . .	95
IV.1.4 Vérification expérimentale . . . . .	100
IV.1.4.1 Influence de la pression $P$ . . . . .	100
IV.1.4.2 Influence de la vitesse linéaire $V$ . . . . .	101
IV.1.4.3 Produit $P^q.V$ . . . . .	101
IV.1.5 Coefficient de frottement . . . . .	103
IV.1.6 État de Surface . . . . .	104
IV.1.7 Épaisseur enlevée . . . . .	106
IV.1.8 Conclusions sur l'enlèvement du cuivre . . . . .	108
<b>IV.2 Aplanissement</b>	<b>111</b>
IV.2.1 Rôle de la différence de pression . . . . .	111
IV.2.1.1 Principe . . . . .	111
IV.2.1.2 Modèle . . . . .	112
IV.2.1.3 Vérification expérimentale . . . . .	116
IV.2.2 Influence de quelques paramètres . . . . .	117
IV.2.2.1 Pression $P$ . . . . .	117
IV.2.2.2 Vitesse linéaire $V$ . . . . .	118
IV.2.3 Conclusion sur l'aplanissement . . . . .	119
<b>IV.3 Surpolissage</b>	<b>121</b>
IV.3.1 Modification de la couche de tantale . . . . .	121
IV.3.2 Vitesse d'enlèvement du tantale . . . . .	123
IV.3.2.1 Concentration en oxydant . . . . .	123
IV.3.2.2 Vitesse Linéaire . . . . .	124
IV.3.2.3 Pression . . . . .	124
IV.3.3 Formation du dishing . . . . .	125
IV.3.3.1 Modèle . . . . .	125
IV.3.3.2 Vérification expérimentale . . . . .	128
IV.3.4 Conclusions sur le surpolissage . . . . .	130
<b>IV.4 Conclusions sur l'enlèvement de matière</b>	<b>131</b>
<b>Conclusion et Perspectives</b>	<b>135</b>
<b>Annexes</b>	<b>141</b>
<b>A Vocabulaire et Nomenclature</b>	<b>143</b>
A.1 Vocabulaire . . . . .	143

A.2	Nomenclature des variables . . . . .	143
<b>B</b>	<b>La cinématique de polissage</b>	<b>145</b>
<b>C</b>	<b>Dispositifs d'étude</b>	<b>149</b>
C.1	Principe des analyses XPS . . . . .	149
C.2	Mesure d'épaisseur de matière . . . . .	150
C.2.1	Principe . . . . .	150
C.2.2	Remarques . . . . .	151
C.2.3	Aspects pratiques . . . . .	152
C.2.4	Précision de la mesure . . . . .	153
C.3	Principe des observations MET . . . . .	154
C.4	Principe des mesures AFM . . . . .	155
C.5	Coefficient de frottement . . . . .	155
C.5.1	Mesure du coefficient de frottement . . . . .	155
C.5.2	Endpoint . . . . .	156
	<b>Liste des figures</b>	<b>159</b>
	<b>Liste des tableaux</b>	<b>163</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>165</b>



# Introduction



Pour suivre la loi de Moore [1] (Figure 1), qui dit que tous les dix-huit mois, la puissance des microprocesseurs double<sup>1</sup>, l'industrie des semiconducteurs doit trouver des méthodes et des procédés de plus en plus efficaces. Cela passe notamment par la miniaturisation de ses puces, mais fait également intervenir un grand nombre de paramètres, qui vont du choix des matériaux<sup>2</sup>, à l'amélioration des procédés industriels eux-mêmes.

Le procédé de polissage mécano chimique (en anglais CMP pour Chemical Mechanical Polishing, polissage mécano chimique) a d'abord été mis en place pour polir des lentilles de verre. Les premières tentatives de modélisation ont d'ailleurs été réalisées par Preston dès 1927 [3]. Il s'agissait d'un modèle purement phénoménologique, mais qui a pu être repris, voire modifié, pour être utilisé dans le CMP.

Le procédé CMP a été ensuite introduit – vers la fin des années 80 – dans l'industrie des semiconducteurs afin d'obtenir un bon aplanissement. Il a permis d'augmenter le rendement, et de diminuer les dimensions des semiconducteurs. Au début, les industriels étaient réticents à l'implémentation d'un tel procédé dans les chaînes de production, car il était jugé trop « sale ». En effet, l'abrasion arrache de la matière, qui se retrouve sous la forme de particules en suspension, considérées comme des impuretés. La moindre impureté ou poussière, dans une salle blanche où la dimension des motifs fabriqués est de l'ordre du nanomètre, peut causer de grands défauts sur les surfaces. C'est finalement les vitesses de polissage relativement élevées de ce procédé qui l'ont fait introduire dans les salles blanches.

Le polissage mécano chimique est aujourd'hui très largement utilisé dans l'industrie des semiconducteurs. Il permet d'obtenir des surfaces très planes avec des durées de polissage relativement faibles. Cette planéité est primordiale : elle permet à l'étape suivante (dépôt de matière ou gravure) de s'effectuer dans les meilleures conditions. En effet, des défauts de topologie peuvent entraîner des courts-circuits dans les couches supérieures, ou des dysfonctionnements de la puce une fois celle-ci terminée (la fonction résistive ou

---

<sup>1</sup>On révisé actuellement cette estimation à un doublement tous les 2 ans, voire 2,5 ans.

<sup>2</sup>Le cuivre a remplacé l'aluminium comme conducteur en raison de sa plus faible résistivité :  $\rho_{Cu} = 17 \Omega.m$  et  $\rho_{Al} = 27 \Omega.m$ .

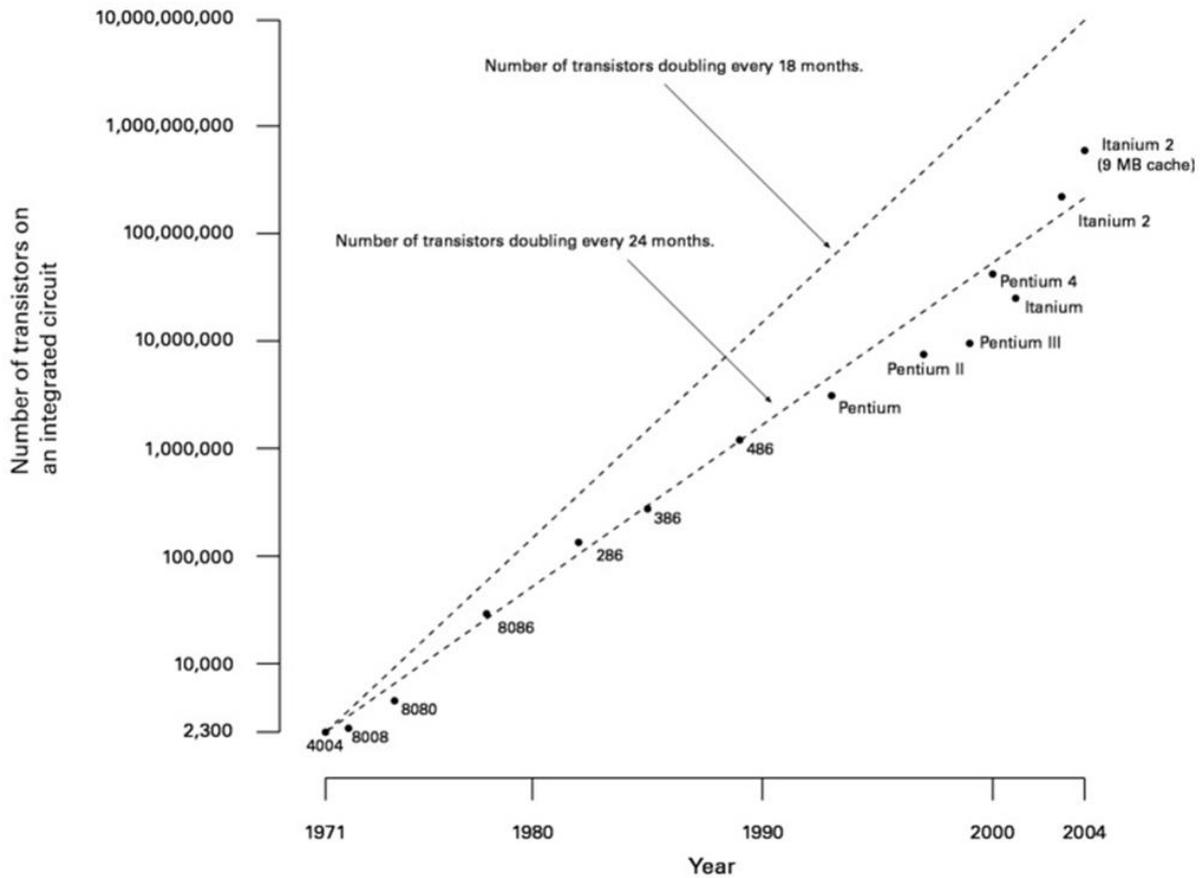


FIGURE 1 – Loi de Moore [2]

capacitive d'une zone peut être affectée). La figure 2 montre un profil idéal et un profil présentant une série de défauts topologiques qui se sont répercutés sur les différentes couches successivement.

Le CMP fait intervenir des agents chimiques qui font réagir la surface et la transforment, et des particules abrasives qui viennent enlever cette couche de matière transformée. C'est cette transformation chimique qui permet à la fois d'accélérer et d'améliorer le polissage, par rapport à un simple polissage mécanique. Il existe de nombreux CMP différents, faisant intervenir plus ou moins la partie chimique ou la partie mécanique du polissage.

La fabrication des puces électroniques se fait sur des tranches de silicium. On met en place une première couche de transistors, qui sera ensuite successivement recouverte par une série de couches de cuivre, oxyde de silicium et tantale, assurant les connections entre ces différents transistors. Chacune de ces couches successives est appelée « couche de métallisation ». Elles servent à créer des fonctions résistives, capacitatives, etc. qui recréent le schéma électronique désiré. La figure 3 montre en coupe une puce électronique ; on y voit sept couches successives de métallisation sur une couche de transistor.

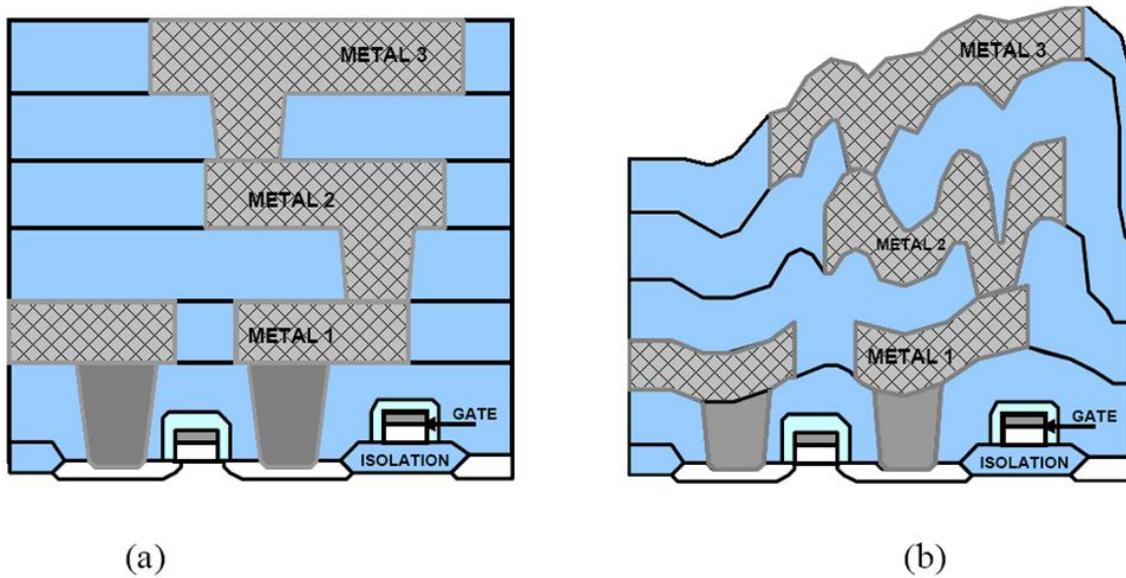


FIGURE 2 – Schémas d'un profil idéal (a) et d'un profil avec défauts (b) [4]

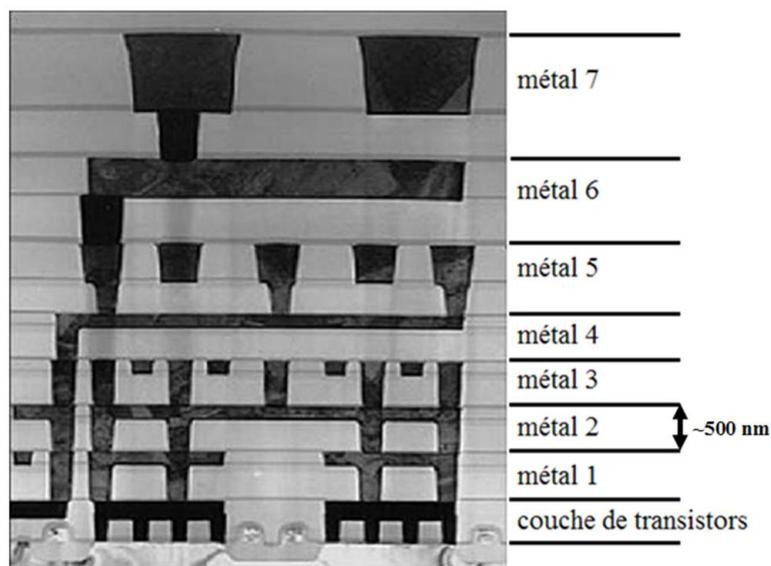


FIGURE 3 – Coupe d'une puce électronique : sept couches successives de métallisation sur une couche de transistor

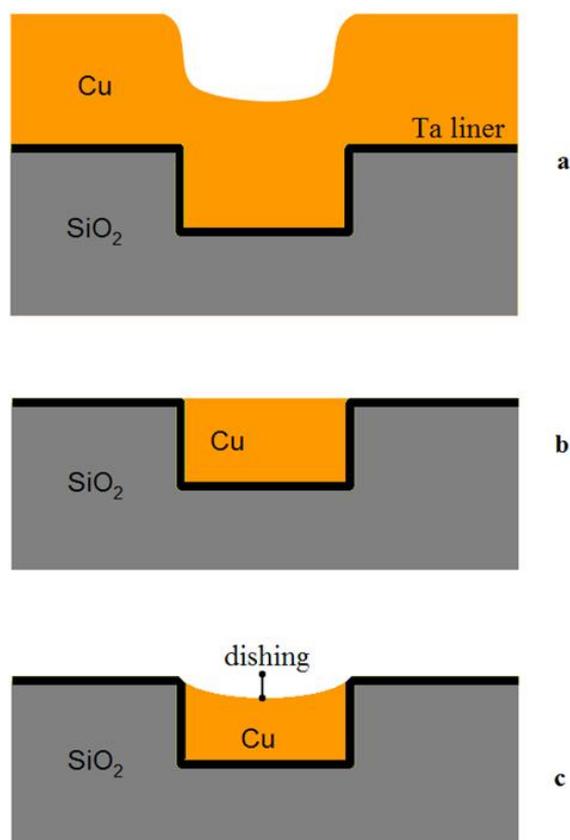
Comme nous l'avons déjà dit, le CMP est largement utilisé dans l'industrie des semi-conducteurs, mais il a été mis en place dans des chaînes de production avant d'avoir été étudié de manière plus approfondie<sup>3</sup>. Par conséquent, les mécanismes précis de l'enlève-

<sup>3</sup>Les premières modélisations datent des années 90 alors que le procédé est utilisé en production depuis les années 80.

ment de matière restent encore mal expliqués, voire mal compris. L'utilisation de *recettes* en est un des éléments révélateurs. Ces *recettes* correspondent à un ensemble de valeurs de paramètres permettant d'obtenir un polissage de qualité ; il n'y a pas toujours d'explications physiques à une valeur particulière : il s'agit avant tout d'une approche empirique.

Le procédé CMP est utilisé pour polir des surfaces très différentes, allant des oxydes de silicium au cuivre, en passant par l'aluminium et d'autres matériaux. Notre étude s'intéresse au CMP de surfaces de cuivre.

Le CMP est à l'origine d'un certain nombre de défauts topologiques, le plus visible étant le *dishing* (figure 4). Il s'agit de la formation d'une cuvette au niveau des plots de cuivre. Elle se forme lors de la phase de surpolissage, nécessaire à l'enlèvement du cuivre sur l'intégralité de la surface du wafer, et est principalement due à la différence de matériau à polir (cuivre et tantale).



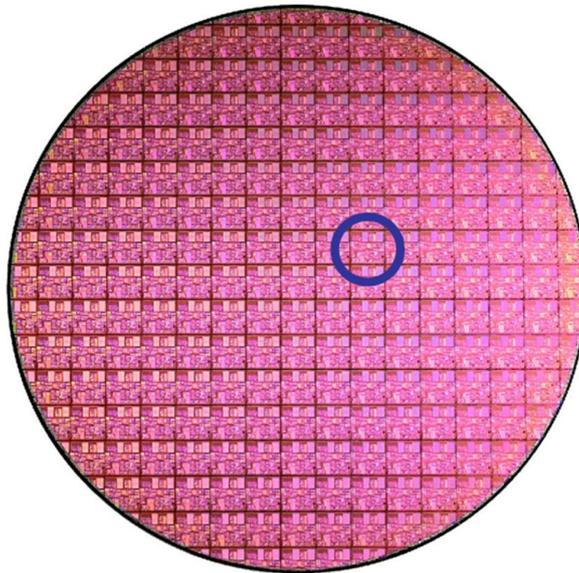
**FIGURE 4** – Profil avant CMP (a), Profil idéal post-CMP (b), et Profil réel obtenu avec dishing (c)

Pour comprendre la formation de topologie au cours du CMP ou, ce qui revient au même, à l'obtention de surfaces non parfaitement planes, il faut d'abord appréhender

le processus de l'enlèvement de matière. En effet, la topologie en fin de polissage est directement liée à la façon dont la matière est enlevée.

Cette étude portera donc sur la compréhension de l'enlèvement de matière au cours du polissage mécano-chimique. Il y a plusieurs types de matériaux qui vont devoir être enlevés, notamment le cuivre et le tantale. Nous nous intéresserons dans un premier temps à l'enlèvement du cuivre, mais nous présenterons également des résultats concernant le tantale, cela nous permettant de mieux comprendre la formation de certains défauts particuliers.

Les échantillons sur lesquels nous travaillons sont constitués d'une couche d'oxyde de silicium gravée, sur laquelle a été déposée une fine épaisseur de tantale (50 nm) recouverte par une épaisse couche de cuivre (1  $\mu\text{m}$ ). Cette dernière couche, épaisse, permet de s'assurer de ne laisser aucune zone non recouverte. Ils sont fabriqués sur des tranches de 20 cm de diamètre (le wafer). On retrouve un très grand nombre de motifs identiques sur les wafers, comme le montre la figure 5.



**FIGURE 5** – Surface d'un wafer, présentant toutes une série de motifs identiques

La première partie présente un état des lieux des recherches sur le sujet. Afin de faciliter l'accès à cette partie, nous avons classé les résultats de la littérature par grands thèmes correspondant aux différents paramètres.

Après la partie bibliographique, nous présenterons le nouveau dispositif expérimental mis en place. Nous présentons donc dans cette deuxième partie le dispositif expérimental et sa mise en œuvre. Le chapitre II.1 présente ce dispositif, tel qu'il a été implémenté au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes. Il cherche à reproduire à plus petite échelle les dispositifs de production utilisés par ALTIS sur le site de Corbeil-Essonnes. Il a en effet été nécessaire de mettre en place un dispositif moins coûteux, mais permettant d'obtenir des résultats satisfaisants. Le chapitre II.2 présente les premiers résultats obtenus grâce à ce dispositif.

Nous avons voulu séparer afin de faciliter la compréhension, la présentation des résultats en deux grandes parties.

La troisième partie présente les résultats concernant la partie chimique du polissage. Afin de mieux comprendre la formation de la couche passivée, nous avons dans un premier temps fait des observations XPS afin de connaître la composition chimique de la couche. Nous avons ensuite essayé de connaître l'effet de la variation de la concentration de certains constituants sur la vitesse de polissage.

La quatrième partie s'intéresse au processus d'enlèvement de la matière. On a séparé cette partie en 3 sous-parties correspondant chacune à une étape du polissage.

Nous commencerons par expliquer le phénomène de l'enlèvement du cuivre sur des surfaces planes, faisant intervenir les particules abrasives qui viennent arracher la surface transformée. Nous présenterons un modèle macroscopique d'enlèvement de matière reliant la vitesse et la pression à la vitesse d'enlèvement de matière, ainsi que sa vérification expérimentale. Nous nous intéresserons également à quelques questions plus pratiques sur l'enlèvement de matière (la couche est-elle toute enlevée ?, que deviennent les débris de cuivre ?, etc.)

La deuxième sous-partie concerne la phase d'aplanissement. En effet, après avoir traité le problème de l'enlèvement de matière pour des surfaces planes, nous traiterons dans cette partie des phénomènes liés à la différence de hauteurs sur la surface. Nous présenterons plus profondément le modèle de Fu et Chandra, ainsi que sa vérification expérimentale. Nous poursuivrons l'étude par la présentation de l'influence de trois grands paramètres sur l'aplanissement, à savoir la pression, la vitesse linéaire et la concentration en oxydant.

La dernière sous-partie présentera la phase de surpolissage. Durant cette étape, on ne polit plus seulement du cuivre, mais également du tantale, et cette mixité de matériau est à l'origine de défauts de topologie tels que le dishing.

Notre étude s'efforcera donc de modéliser le processus d'enlèvement de matière à travers l'étude de l'influence de la vitesse et de la pression, mais également de la concentration en oxydant. Nous intégrerons également l'influence des grands phénomènes intervenant au cours du polissage (différence de hauteur, de matériau, etc.).

Le principe d'une modélisation est de proposer un système pouvant expliquer et prévoir ce qui n'est pas toujours observable. Notre modèle permet d'expliquer un grand nombre de phénomènes intervenant au cours du polissage mécano chimique.

Première partie  
Étude bibliographique



## I.1 Le principe du CMP

Le procédé de polissage mécano chimique fait intervenir deux grands types d'interactions :

- **une interaction chimique** qui vient transformer la surface pour en changer la structure chimique et donc les propriétés mécaniques.
- **une interaction mécanique** qui vient arracher par le biais de particules abrasives présentes dans les liquides de polissage (*slurries*) la couche transformée chimiquement.

Bien évidemment, ces deux parties ne sont pas indépendantes l'une de l'autre et un grand nombre de compétitions et synergies peuvent intervenir. D'autre part, de nombreux procédés différents sont considérés CMP, alliant à des niveaux différents les parties mécaniques et chimiques. Notre étude porte sur le polissage du cuivre principalement mais également du tantale. L'étude bibliographique s'est donc surtout intéressée à la modification et à l'enlèvement de ces deux matériaux.

La figure I.1 présente un dispositif schématique du polissage mécano chimique. Le système est composé d'une tête et d'un plateau tournant sur eux-mêmes. La tête, qui maintient le wafer à polir grâce à un système de pression, peut également effectuer un mouvement de balayage par rapport au plateau afin de faire varier le champ de vitesse. Sur le plateau, on colle un pad (tissu à base de polyuréthane). Des liquides de polissage (*slurries*) sont amenés sur le pad : un slurry chimique transformera la surface et un slurry contenant des particules abrasives arrachera cette couche transformée.

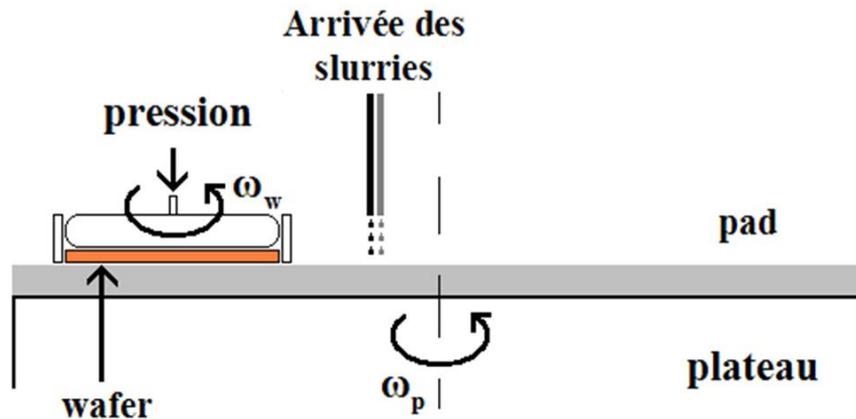


FIGURE I.1 – Principe du dispositif de polissage mécano chimique

## I.2 Les différents paramètres

On appelle paramètre toute propriété physique, mécanique ou chimique qui joue un rôle dans le processus d'enlèvement de matière. Singh et Bajaj [5] proposent une liste des paramètres intervenant dans le CMP. Ils vont de la pression appliquée en face arrière à la température du plateau, de la dimension des particules abrasives au choix des réactifs chimiques. Ils sont très nombreux, et leurs interactions et/ou synergies sont elles aussi très nombreuses. Luo et Dornfeld [6] remarquent tout de même que les paramètres les plus importants sont le wafer (matériaux, motifs, etc.), les slurries (composition, etc.), le pad (propriétés mécaniques, composition, etc.), la pression et la vitesse.

### I.2.1 Paramètres d'entrée et de sortie

On peut séparer tous ces paramètres en deux grandes catégories : les paramètres d'entrée et les paramètres de sortie. Les paramètres d'entrée seront toutes les propriétés qui sont choisies et imposées par l'opérateur. Les paramètres de sortie sont les propriétés qu'on mesure ou détermine au cours ou après le polissage et qui sont la conséquence des paramètres d'entrée.

#### I.2.1.1 Paramètres d'entrée

Ce sont les paramètres que l'on peut faire varier. On peut les mesurer et les contrôler. On choisit leurs valeurs.

Voici une liste étendue des paramètres d'entrée :

- *Caractéristiques liées aux particules en suspension* (taille moyenne, distribution des tailles, forme, propriétés mécaniques, chimie, dispersion, concentration, etc.)
- *Caractéristiques liées à la chimie des slurries* (oxydants, stabilisateurs de pH, agents complexant, dispersants, concentrations, pH, inhibiteurs de corrosion, etc.)
- *Caractéristiques du pad* (propriétés mécaniques, rugosité, ravivage, vieillissement, etc.)
- *Caractéristiques du wafer* (dimensions et densités des motifs, etc.)
- *Pression appliquée sur le wafer*
- *Vitesse linéaire*
- *Débites des slurries*
- *Température*

On peut voir les paramètres d'entrée comme les variables d'un système. On étudie alors le problème en changeant les valeurs des variables et en observant les variations que ces changements opèrent sur le système.

D'autres paramètres pourront avoir une influence sur le polissage, qui ne sont pas listés ici.

### **I.2.1.2 Paramètres de sortie**

Ce sont toutes les données que l'on mesure et qui sont les conséquences des choix des paramètres d'entrée. Cependant, certains de ces paramètres se comportent comme des paramètres « en amont » : ils sont à la fois conséquences des paramètres d'entrée et causes d'autres paramètres de sortie (par ex. la sélectivité, qui est le rapport de la vitesse d'attaque du cuivre et du tantale).

Parmi les paramètres de sortie, les plus importants sont :

- *Vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière)*
- *Aplanissement*
- *État de surface*
- *Sélectivité*

## **I.2.2 Dimensions caractéristiques**

On peut également s'intéresser à une vision macroscopique (*wafer scale* ou *die scale*), ou essayer de comprendre les phénomènes au niveau microscopique (*feature scale*).

### **I.2.2.1 Aspects macroscopiques**

Ce sont les paramètres qui concernent les interactions macroscopiques entre le pad et le wafer. On considère ici l'enlèvement de matière à l'échelle du wafer. Les dimensions

caractéristiques sont de l'ordre du millimètre ou du centimètre.

- *Pad* (aire de contact, pressions sur le pad)
- *Particules sur le pad* (pression, taux de couverture)
- *Concentrations chimiques et distribution de tailles d'abrasifs*
- *Mode de contact* (élastique, EHD, hydrodynamique)

#### I.2.2.2 Interactions microscopiques

Ce sont toutes les interactions qui se produisent à l'échelle de l'atome ou du débris de matière, que ce soit chimique ou mécanique. Les dimensions caractéristiques sont ici de l'ordre du micron, voire du nanomètre.

- *Attaque chimique* (composition de la couche passivée, vitesse de réaction)
- *Abrasion mécanique* (dimensions d'un débris de matière arraché, etc.)

### I.2.3 Remarque

Cette énumération, proposée par Singh et Bajaj [5], n'a pour but que d'éclaircir un peu le problème, et ne liste pas l'intégralité des paramètres. Elle n'est donc pas exhaustive, et chacun peut y rajouter d'autres paramètres pouvant rentrer dans cette catégorisation.

Nous allons par la suite présenter les influences des différents paramètres d'entrée. Nous parlerons également de la formation de certains défauts (paramètres de sortie) dans le paragraphe I.6 sur la topologie.

## I.3 Aspects chimiques

### I.3.1 La constitution des slurries

Il existe de très nombreux slurries différents, qui contiennent des éléments chimiques particuliers. La présence ou l'absence de certains de ces constituants, ainsi que leur concentration peuvent parfois être déterminants. D'autres éléments, comme les catalyseurs, les inhibiteurs de corrosion (BTA par ex.) ou encore des agents tensioactifs (surfactants) vont également influencer le polissage, ou plutôt le réguler.

Voici la liste des constituants des slurries que Singh [5, 7] propose : oxydants, surfactants, additifs polymères, stabilisateurs de pH, sels, dispersants.

Nous nous intéresserons par la suite à certains de ces éléments, qui ont une influence particulière sur le polissage.

### I.3.2 Oxydants

Les oxydants sont les responsables de la transformation chimique de la surface de cuivre en oxyde. Cette transformation est nécessaire, car elles changent les propriétés de la couche de surface, afin de faciliter son enlèvement par abrasion.

L'oxydant le plus souvent utilisé (ou au moins étudié) est le peroxyde d'hydrogène  $H_2O_2$ . Cependant, ALTIS utilise du nitrate ferrique  $Fe(NO_3)_3$ . Nous allons présenter les différents résultats concernant le peroxyde d'hydrogène, ainsi que certains résultats trouvés dans la littérature sur le nitrate ferrique.

#### Péroxyde d'hydrogène

Fayolle et Romagna [8] expliquent que le peroxyde d'hydrogène donne de meilleurs résultats en terme d'aplanissement, tandis que le nitrate ferrique permet une plus grande vitesse de polissage et une meilleure sélectivité.

Zeidler explique la diminution de la vitesse d'attaque du cuivre lorsqu'on augmente la concentration en  $H_2O_2$  (voir figure I.2) par un possible changement de structure de la surface passivée [9]. Seal envisage plutôt un changement dans la solubilité de cette couche [10].

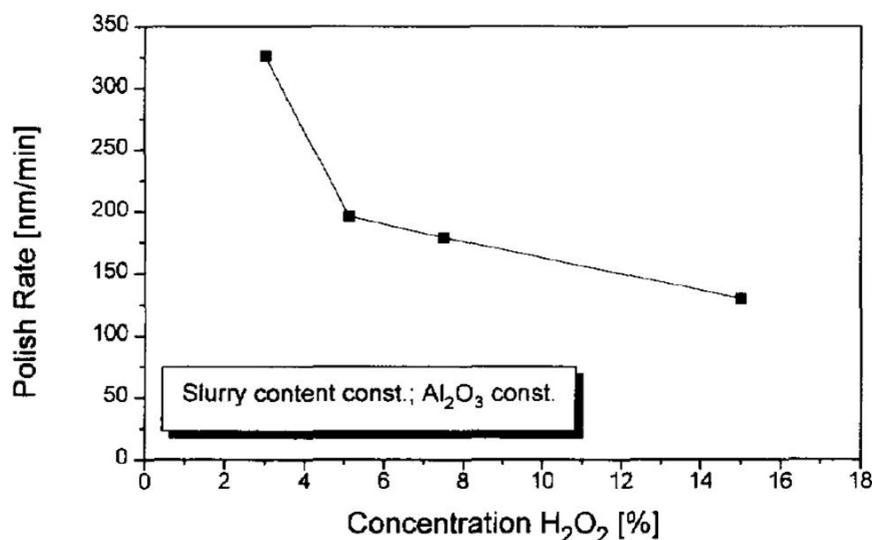


FIGURE I.2 – Vitesse d'Attaque du Cuivre en fonction de la concentration en  $H_2O_2$  [9]

Ein-Eli [11] parle d'augmentation de la vitesse de dissolution du cuivre dans un slurry eau +  $H_2O_2$  (1 à 3 % vol.), puis d'une diminution de cette vitesse pour de trop fortes concentrations en peroxyde [12–14]. De nombreux groupes de recherche [9, 12–16] suggèrent que cette baisse de la vitesse de dissolution pourrait être due à la formation d'une couche de passivation. Il faut remarquer que l'efficacité du CMP ne vient pas d'une vitesse de dissolution élevée, mais d'une vitesse d'enlèvement de matière par abrasion élevée.

On peut également remarquer que l'utilisation du  $H_2O_2$  a un intérêt commercial certain non seulement pour la fourchette de pH dans laquelle on peut l'utiliser, entre 4 et 5, mais également en raison de l'absence de contamination en ions métalliques étrangers [17]. Ein-Eli [11] signale également que les slurries à base de peroxyde n'ont pas besoin d'un nettoyage particulier, puisque ses réactions ne font intervenir que de l'oxygène, de l'hydrogène ainsi que des ions hydroxyde et de l'eau. C'est pour cette raison que de nombreux slurries uniquement constitués d'eau et de peroxyde d'hydrogène sont parfois utilisés. Ces slurries contiennent entre 1 et 30 % vol. en  $H_2O_2$  (pH allant de 4,5 à 3,5) [16].

### Nitrate ferrique

Le potentiel de corrosion et la densité de courant de corrosion augmentent avec l'augmentation de la concentration en  $HNO_3$  (venant du nitrate ferrique) [18]. Le  $HNO_3$  est un fort oxydant pour le cuivre, et les mesures montrent que, lorsqu'il est utilisé seul, il n'y a pas formation d'un film de passivation sur le cuivre : le cuivre se dissout littéralement dans les solutions de  $HNO_3$ . Si aucun film protecteur n'est formé (par l'ajout d'agent tensioactif par exemple), le cuivre se dissout en  $Cu^{2+}$ , et une corrosion par piqûration s'étend et peut aller jusqu'à la détérioration de la surface.

La réaction de formation de la couche de  $Cu_2O$  est la suivante :



Finalement, l'oxydant, quelqu'il soit, est à l'origine de la transformation de la couche d'oxyde. Cependant, utilisé seul, il a tendance à corroder la surface. C'est donc pour cela que l'on rajoute d'autres éléments au slurry, tels que des inhibiteurs de corrosion et des surfactants.

## I.3.3 Inhibiteur de Corrosion

ALTIS utilise du Benzotriazole (BTA), comme la majorité des fabricants de semiconducteurs.

Le BTA (benzotriazole) est une molécule formée d'azote, de carbone et d'hydrogène. Sa formule chimique est  $C_6N_3H_4$ . Sa configuration moléculaire est présentée par la figure I.3.

C'est un inhibiteur de corrosion bien connu [12] utilisé avec le cuivre. Il s'adsorbe chimiquement à la surface du cuivre en formant une couche protectrice de CuBTA [11, 12, 19–22]. Cette couche adsorbée est en partie enlevée lors du polissage, mais elle se reforme très vite, puisque la vitesse d'adsorption du BTA sur le cuivre est grande.

Le taux d'adsorption du BTA (quantité de BTA adsorbée à la surface du cuivre par unité de surface) augmente lorsque la concentration en BTA augmente et le pH du slurry diminue [12].

Une des actions de ce film de BTA est de diminuer la vitesse de corrosion du cuivre : plus on met de BTA, plus cette vitesse de corrosion diminue [13]. Il y a cependant une saturation de cet effet de passivation à partir d'une concentration d'environ 0,01 M dans

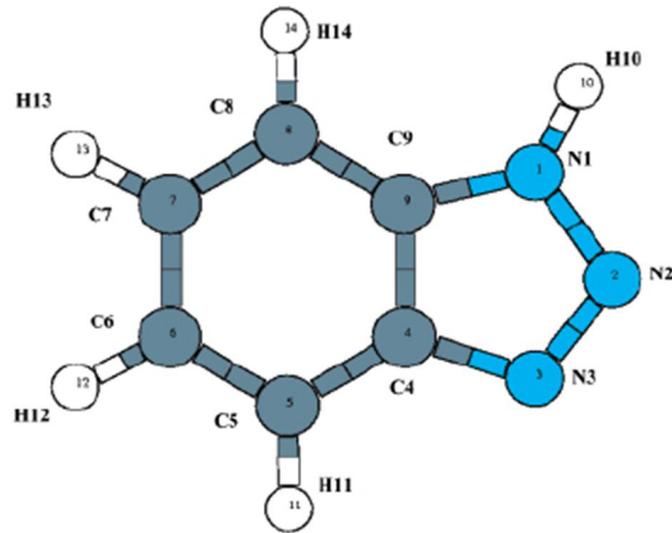


FIGURE I.3 – Configuration de la molécule de BTA dans le vide [19,20]

un slurry à 3% vol. de  $HNO_3$  [13]. Le BTA a également une action sur la dissolution du cuivre : de par la formation de complexe Cu-BTA, il limite sa dissolution [23].

Concrètement, on peut voir l'effet du BTA comme une passivation de l'oxyde [7]. Il diminue la vitesse de réaction de passivation et diminue également l'épaisseur de la couche passivée [7] (voir figure I.4).

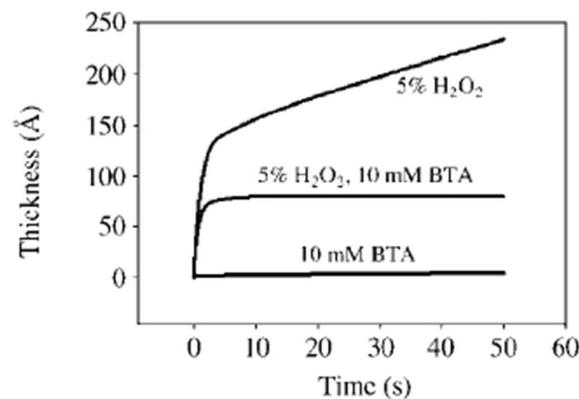


FIGURE I.4 – Épaisseur de la couche passivée en fonction du temps [7]

L'utilisation du BTA lors du polissage du cuivre en milieu acide a d'autres avantages, notamment celui de permettre d'ajuster la vitesse d'attaque du cuivre et d'avoir une vitesse d'attaque du diélectrique<sup>1</sup> très faible [12], ce qui confère une grande sélectivité au slurry. L'utilisation du BTA réduit donc considérablement la profondeur de dishing [17], quelle que soit la dimension du motif (voir figure I.5).

<sup>1</sup>Qui joue le rôle d'isolant face au cuivre conducteur

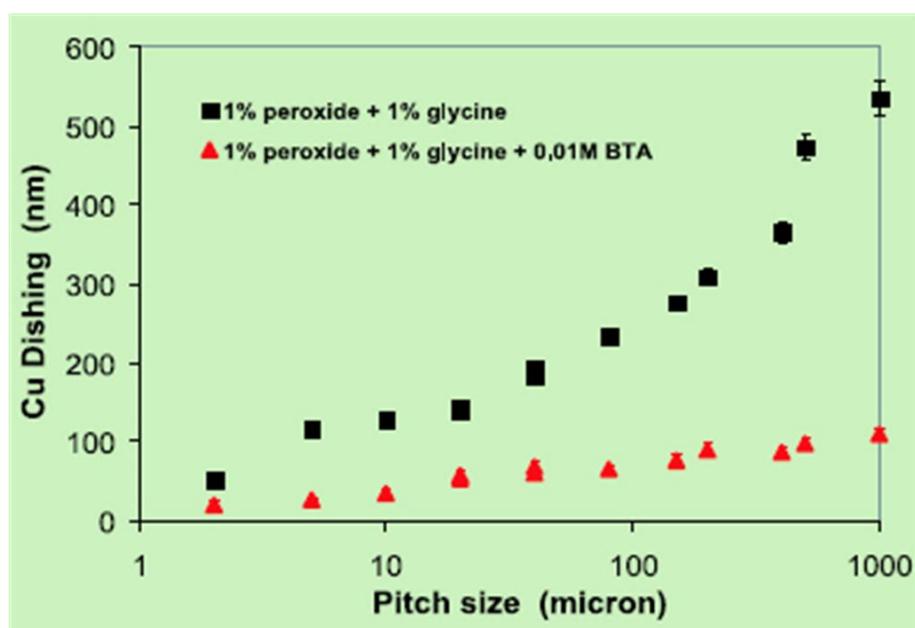


FIGURE I.5 – Influence du BTA sur le dishing en fonction de la dimension du motif [17]

Enfin, les molécules de BTA restant sur le wafer permettent d'obtenir une excellente protection contre la corrosion bien après le polissage [12].

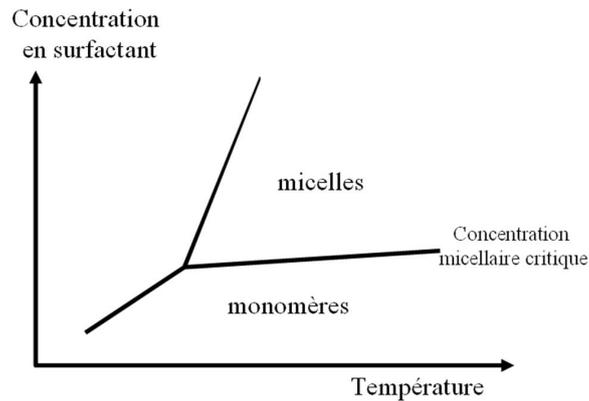
### I.3.4 Agents tensioactifs

Les surfactants sont des agents tensioactifs, qui comme leur nom l'indique font varier la tension superficielle du liquide dans lequel ils se trouvent.

Ils s'adsorbent à la surface des tranches et permettent de protéger la surface contre l'agression des trop grosses molécules. Ils s'adsorbent aussi à la surface des débris de matière arrachés, facilitant leur évacuation lors du nettoyage [24]. On peut cependant noter que certains pensent plutôt que les débris de matière arrachés sont dissous dans le slurry avant d'être évacués [25].

Les surfactants font diminuer la corrosion en protégeant la surface de cuivre par adsorption électrostatique ou par chimisorption. À ce titre, ils agissent comme le BTA. Les parties de surface que chacun de ces deux éléments (BTA et surfactant) se laisse l'un à l'autre restent à évaluer. Le type d'adsorption dépend de la charge de la surface et de l'énergie nécessaire à faire passer les têtes polaires de la solution à la surface, et est dû à la formation de liaisons covalentes ou électrostatiques entre les atomes à la surface du métal et les molécules s'adsorbant [26]. En ce qui concerne le n-octyl sulfate de sodium, l'adsorption est de type électrostatique, vraisemblablement sur la couche de  $Cu^{2+}$ , qui elle-même est fixée sur la surface de cuivre. L'adsorption se ferait alors difficilement au début du polissage, lorsqu'il n'y a pas ou peu de  $Cu^{2+}$  disponible en solution, et deviendrait plus facile ensuite.

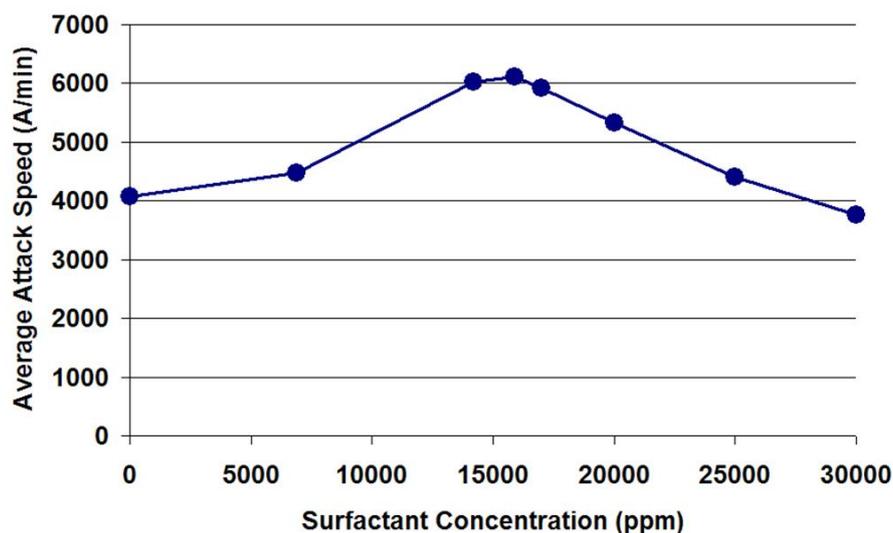
ALTIS utilise du n-octyl sulfate de sodium.



**FIGURE I.6** – Variation de la concentration micellaire critique en fonction de la température

Sa formule chimique est  $CH_3(CH_2)_7SO_4^{2-} + Na^+$ . Sa concentration micellaire critique (concentration à partir de laquelle il peut s'arranger en solution sous forme de micelles) est aux alentours de 70ppm. La figure I.6 montre la variation de la concentration micellaire critique (CMC) en fonction de la température.

Nous avons déjà publié les résultats de travaux antérieurs sur l'influence du n-octyl sulfate de sodium [24]. Ces résultats portaient principalement sur le dishing et la vitesse d'attaque du cuivre. On a observé que la concentration en surfactant avait une grande influence sur ces deux paramètres (figures I.7 et I.8). On a vu apparaître un intervalle de valeurs dans lequel la concentration en surfactant permettait l'obtention de très bons résultats.



**FIGURE I.7** – Influence de la concentration en surfactant sur la VA moyenne du cuivre [24]

Cela peut s'expliquer par le fait que la couche de surfactant se comporte comme un

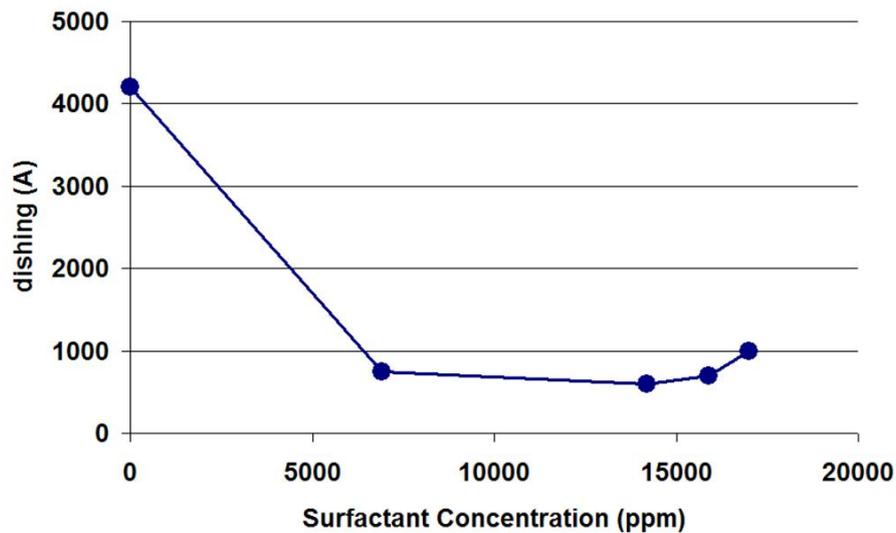


FIGURE I.8 – Influence de la concentration en surfactant sur le dishing du cuivre [24]

filtre vis-à-vis de la chimie des slurries. En effet, lorsque l'on ne met pas assez de surfactant, la défektivité augmente (figure I.9) et la vitesse d'attaque du cuivre diminue, car alors la chimie attaque trop fortement le cuivre en surface et la couche passivée est trop épaisse : les particules d'abrasifs ont alors du mal à l'arracher en totalité. De même, lorsque l'on met trop de surfactant, la chimie n'a pas le temps ou la force d'opérer (de traverser le filtre) et de transformer la couche de cuivre, et donc on aboutit à un simple polissage mécanique, donnant lieu à beaucoup de défauts et une vitesse d'attaque faible.

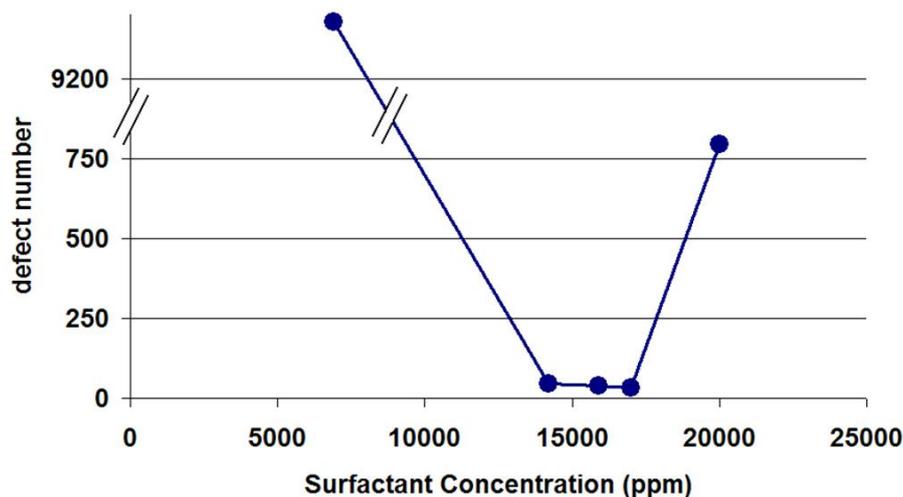


FIGURE I.9 – Influence de la concentration en surfactant sur la défektivité [24]

Il est par ailleurs vraisemblable que ce rôle de filtre joue également sur la sélectivité du slurry. En effet, si la couche adsorbée de surfactant ralentit le polissage d'un des maté-

riaux, sans altérer la vitesse d'attaque d'un autre, la sélectivité va changer. On peut avoir confirmation de cela par le fait que le dishing varie avec la concentration en surfactant.

Hong *et al.* [27] soulignent que l'ajout de surfactant diminue la dissolution du cuivre et l'expliquent par une interaction plus forte de la surface avec le surfactant qu'avec l'eau. L'eau interagit donc moins avec la surface, limitant ainsi la dissolution.

On peut remarquer que l'action passivante du surfactant peut être comparée à celle du BTA. La principale différence réside dans le fait que le surfactant s'adsorbe au  $Cu^{2+}$  au lieu du  $Cu$ .

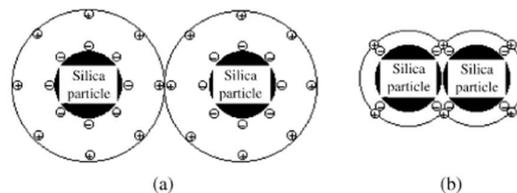
### I.3.5 Sels

D'autres éléments sont en général utilisés dans les slurries, tels que des sels ( $Na_2SO_4$ ,  $NaCl$ , ...). Dans le procédé d'ALTIS, les sels sont à l'origine des résidus de la synthèse du surfactant. Cependant, ils ont une influence sur le polissage et il s'est donc avéré nécessaire de maîtriser leur concentration afin de mieux contrôler le procédé. Nos travaux [24] ont montré que la concentration en sels joue sur la Vitesse d'Attaque (VA) et a une influence sur les défauts de type dishing. Augmenter la teneur en sel augmente la VA. Augmenter la teneur en  $Na_2SO_4$  augmente le dishing (vrai aussi pour le  $NaCl$ , mais dans des proportions moins importantes).

Les sels influent sur la stabilité, en jouant sur la double couche électrique (cf. paragraphe I.3.6), et par conséquent sur la stabilité des slurries.

### I.3.6 Stabilité des slurries

La stabilité est un problème important. En effet, une solution instable peut mener à l'adhésion de particules sur la surface des wafers (dans le cas de charges opposées des surfaces et des particules), ou à l'agrégation de particules conduisant à la formation de grosses particules (dans le cas d'un manque de répulsion) responsables d'une plus grande défektivité [7]. D'autre part, une suspension stable permet une plus grande reproductibilité du procédé.



**FIGURE I.10** – Double couche électrique pour des particules dispersées (a) et pour des particules agglomérées (b) [28]

L'ajout de sels conduit à une floculation des slurries, du fait de la diminution de la taille de la double couche électrique. La théorie DLVO (Derjaguin, Landau, Verwey and Overbeek) prédit que les particules chargées sont stables en solution grâce à une répulsion mutuelle due à leur double couche électrique [7]. Si cette double couche répulsive diminue (cf. figure I.10), les particules peuvent s'agréger et donc former de plus grosses particules, qui déstabilisent les suspensions. D'autres problèmes interviennent également lorsque la taille des particules d'abrasifs descend en dessous de 100 nm : en raison d'effet de courbure, la double couche électrique est comprimée [7]. Ainsi, la stabilité, basée uniquement sur la répulsion électrostatique, doit décroître lorsque les particules deviennent de plus en plus petites.

Par ailleurs, l'addition d'un mélange de surfactants ioniques et non ioniques s'est avérée être un bon moyen pour stabiliser les particules abrasives d'alumine en présence de concentrations élevées d'espèces chargées. Cela a été expliqué par une adsorption avancée d'un surfactant non ionique en utilisant un surfactant ionique fortement adsorbant comme liant [29].

Afin d'obtenir une stabilité suffisante, l'utilisation de surfactants, dont les effets compensent et contrebalancent ceux de l'ajout de sels, permet d'obtenir de bons résultats [24].

## I.3.7 Passivation du cuivre

Sous l'effet d'un oxydant, la couche de cuivre en surface se transforme. On parle de **passivation** lorsque l'épaisseur de la couche d'oxyde, sous le seul effet chimique, finit par ne plus augmenter dans le temps : les molécules de l'oxydant finissent par ne plus pouvoir interagir avec les atomes de cuivre, du fait de l'épaisseur de la couche déjà transformée. Il faut remarquer que toute couche formée sous l'action d'un oxydant n'est pas une couche de passivation. Toute oxydation n'est pas une passivation. On prendra l'exemple de Singh [7] qui montre que si l'on ne met que du peroxyde d'hydrogène sans BTA, la couche se forme (presque) indéfiniment : il ne s'agit donc pas de passivation, juste d'oxydation. La figure I.4 montre que, même si le BTA seul ne crée pas la couche passivée, il ralentit voire stoppe la formation de la couche.

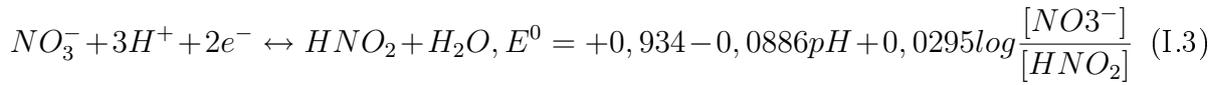
### I.3.7.1 Composition de la couche

La couche de passivation est constituée d'oxyde de cuivre. On transforme le cuivre à cœur en fonction de la présence ou non d'agents complexant en  $Cu_2O$  (avec agents complexant) ou en  $CuO$  (sans agents complexant) [14]. On pourrait expliquer cela en disant que les agents complexant s'opposent à l'effet oxydant du  $H_2O_2$ , et ralentissent la transformation du  $Cu(0)$  en  $Cu(II)$  (sous forme  $CuO$ ).

La demi-réaction de formation de  $Cu_2O$  est la suivante [30] :



et celle de transformation du  $NO_3^-$  :



### I.3.7.2 Épaisseur de la couche

On peut jouer sur l'épaisseur de la couche en faisant varier la concentration en oxydant, mais également la présence et la concentration d'éléments chimiques divers (BTA, surfactant, agents complexant, etc.). Et bien évidemment la durée d'exposition de la couche va également jouer sur l'épaisseur de la couche.

Hernandez *et al.* [14] expliquent que l'épaisseur de la couche d'oxyde augmente avec la concentration en oxydant.

Singh signale que l'épaisseur de la couche de passivation est généralement de l'ordre de 2 nm [7]. Cette épaisseur doit être maintenue dans un intervalle de valeurs, car si elle est trop faible (<1 nm), on aboutira à un simple polissage mécanique, et si elle est trop épaisse (>2-10 nm), les capacités du slurry à aplanir la surface seront diminuées [7]. Ainsi, une couche suffisamment épaisse (de l'ordre de 2 nm) et qui se forme assez rapidement permet une diminution de la défektivité.

Dans des circonstances optimales, le temps de passivation de la surface (c.-à-d. le temps de formation d'une surface complètement passivée) devrait être beaucoup plus petit que le temps entre deux interactions successives de particules abrasives en un point donné de la surface [7] (cf. paragraphe I.7.1 sur les interactions avec la surface).

L'épaisseur de la couche va dépendre de la quantité d'oxydant en solution, mais aussi de la présence et de la quantité de BTA et de surfactant, qui sont des ralentisseurs de passivation.

### I.3.7.3 Propriétés de la couche

La couche d'oxyde qui se forme est dure et fragile [31].

La dureté de la couche passivée augmente avec le pH et la concentration en  $H_2O_2$  [32]. Cette couche passivée protège les zones basses des motifs du wafer<sup>2</sup>.

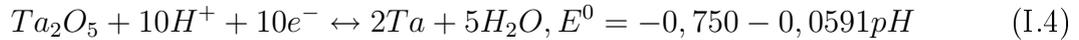
En raison de la nature fragile de l'oxyde de cuivre, le mécanisme d'enlèvement de matière dans un film d'oxyde métallique doit être la conséquence de l'enlèvement total du film au-delà d'une certaine force de cisaillement critique et/ou d'une contrainte normale [7].

Cependant, même si la couche d'oxyde est de nature fragile, une étude de Bifano *et al.* [33] ont montré que pour des indentations très peu profondes (<1  $\mu\text{m}$ ), il pouvait y avoir un comportement plastique. Or les particules abrasives entrant en jeu dans le CMP sont de l'ordre de 200 nm. On se trouverait donc bien dans le domaine plastique.

<sup>2</sup>Voir figure I.11 page 27 pour la définition des zones hautes et basses.

### I.3.8 Passivation du tantale

Le tantale est lui aussi transformé. La demi-réaction d'oxydation du tantale est la suivante [30] :



### I.3.9 Effets thermiques

La température joue un rôle très important dans la partie chimique du CMP, qu'elle peut activer ou freiner. La température de polissage augmente en raison du frottement, mais également des réactions chimiques ayant lieu [34]. On note également que le débit de slurry joue un rôle sur la température atteinte par la tranche [35], de par ses propriétés caloporteuses.

Sorooshian *et al.* [34] proposent de transformer la relation de Preston (équation I.7 page 35), en écrivant le facteur

$$K_P = \kappa \exp\left(\frac{-E_{comb}}{RT}\right) \quad (I.5)$$

avec  $E_{comb}$  une énergie d'activation combinée intégrant non seulement les éléments chimiques, mais également mécaniques, affectés par la température,  $\kappa$  le nouveau coefficient « thermiquement indépendant », R la constante des gaz parfaits, et T la température.

Ils trouvent expérimentalement une énergie d'activation combinée de  $E_{comb} = 0,52 eV$ .

Kwon *et al.* [28] signalent que la température joue sur la dimension de la double couche électrique répulsive (cf. figure I.10 page 21) et favorise la formation de grosses particules, provenant de l'agrégat des particules abrasives en suspension.

## I.4 Aspects mécaniques

### I.4.1 Les particules abrasives

Les slurries contiennent des particules abrasives, chargées d'abraser la surface passivée. On peut jouer sur leur concentration, composition (alumine ou silice principalement), tailles, ... Typiquement, on a entre  $10^{13}$  et  $10^{15}$  particules par  $cm^3$ , avec des dimensions entre 200 nm et 1  $\mu m$ .

ALTIS utilise des particules d'alumine  $Al_2O_3$ .

### I.4.1.1 Concentration en particules solides

Lorsque l'on augmente la concentration en particules abrasives d'alumine ( $Al_2O_3$ ) dans le slurry, la vitesse d'enlèvement de matière augmente [36]. De plus, le nombre de rayures est plus important pour de faibles concentrations. On observe même autour des faibles concentrations en alumine une valeur seuil, à partir de laquelle les VA du cuivre et du tantale augmentent très vite [17]. Ainsi, une concentration un peu plus élevée (entre 4 et 6 %) permet d'optimiser le temps et la qualité du polissage [12].

### I.4.1.2 Taille des particules

Les paramètres jouant un rôle important sur la défektivité de type rayures sont la taille et la distribution de taille des particules en suspension dans les slurries [7], et plus particulièrement la proportion en grosses particules. Pour avoir un ordre d'idée, une grosse particule fait  $0,5 \mu m$  de diamètre minimum. Singh [7] précise tout de même que même une faible concentration en très grosses particules peut avoir des effets désastreux. Cook [37] propose une équation qui relie la profondeur d'indentation (et donc la capacité d'abrasion) d'une particule à sa taille, et à la pression qu'elle subit.

$$\delta = \frac{3x}{4} \left( \frac{P_{app}}{2KE} \right)^{2/3} \quad (I.6)$$

où  $\delta$  est la profondeur d'indentation,  $P_{app}$  la pression apparente,  $x$  le diamètre des particules,  $K$  la concentration en particules normalisée, et  $E$  le module de Young de la couche de surface. Il s'agit d'une indentation élastique dans le wafer.

Au-delà de la présence de particules de grande taille, il y a également le problème de la stabilité des slurries, dans lesquels l'agrégation de particules peut mener à la formation de particules indésirables de plus grande taille encore (cf. paragraphe I.3.6 sur la stabilité des slurries).

Par contre, il est important de remarquer que les particules trop petites ne vont pas influencer sur le polissage; Luo et Dornfeld [38] introduisent (ou utilisent) le concept de particules abrasives actives, en évoquant également l'importance de la distribution de la taille de ces particules « actives ». Les particules trop grosses ou trop petites ne vont pas influencer sur le polissage, on peut donc ne pas les considérer dans l'enlèvement de matière. Les particules trop petites n'arrivent pas à aggraver la surface; les particules trop grosses ont des rayons de courbure trop importants.

### I.4.1.3 Types de particules

En général, les particules d'abrasifs sont en alumine ( $Al_2O_3$ ) ou en silice ( $SiO_2$ ). On peut faire varier les configurations cristallines ( $\alpha$ ,  $\theta$ ,  $\gamma$ , etc.), qui déterminent les propriétés des particules (porosité, densité, dureté, etc.) [17]. Les slurries à base d'alumine donnent une plus grande vitesse d'attaque que les slurries à base de silice [17]. Cependant, ces slurries peuvent avoir des problèmes de stabilité et faire des rayures sur les tranches.

La dureté des particules a une très grande influence sur la vitesse d'attaque du cuivre, et sur l'état de surface. En effet, Li et al. [39] montrent que la vitesse d'attaque augmente avec la dureté des particules abrasives.

### I.4.1.4 Utilisation d'un slurry *abrasive free*

La couche se formant au cours des polissages faisant intervenir des abrasifs est une couche d'oxyde de cuivre. Elle est dure et fragile [31]. C'est pour cela que l'on utilise des abrasifs de type céramique pour l'enlever. Cependant, ces abrasifs conduisent à la formation de nombreux défauts. Par ailleurs, le cuivre forme des complexes résistants à la corrosion, qui sont plus mous que l'oxyde de cuivre. L'idée alors est de former une couche de complexe qui pourra être enlevée par l'action du pad uniquement [31].

Un tel slurry est composé d'agents complexant avec le cuivre, de contrôleurs de pH, d'oxydants, et de catalyseurs [31].

## I.4.2 Débits de slurries

Faire varier le débit de slurry n'affecte pas le mode de contact, car on se trouve en général toujours en lubrification limite ; le coefficient de frottement moyen lors du polissage ne varie pratiquement pas [35].

On observe une meilleure vitesse d'attaque pour des débits de slurries plus faibles [35].

Pour ce qui est de l'influence du débit sur la température de contact, on observe une baisse de la température sur le pad et sur le wafer avec l'augmentation des débits. On peut donc s'attendre à une baisse de la vitesse de polissage lorsque le débit augmente [35]. La baisse de la température est due au fait que le slurry est un meilleur liquide caloporteur que l'air (cf. paragraphe I.3.9 pour les aspects thermiques).

Sampurno [40] dit que la position du jet des slurries est importante. Afin d'augmenter la vitesse d'attaque du cuivre, il faut limiter le mélange des slurries fraîchement apportées sur le pad avec les liquides encore présents sur les tranches.

## I.4.3 Vitesse d'Attaque

La vitesse d'attaque correspond à la quantité de matière enlevée par unité de temps, pour un matériau donné. On la mesure en épaisseur enlevée par unité de temps ( $\text{\AA}/\text{min}$ ). Pour le cuivre, elle est en général de 2000 à 8000  $\text{\AA}/\text{min}$  ; pour le tantale, de 20 à 50  $\text{\AA}/\text{min}$  [7]. La composition du slurry joue également un rôle très important, puisqu'il joue sur la passivation, et que c'est la couche passivée qui est enlevée. La vitesse de plateau<sup>1</sup> et la pression jouent également un rôle prépondérant. Le choix des abrasifs est important également.

---

<sup>1</sup>La vitesse de plateau est en réalité la vitesse relative du pad par rapport au wafer, à ne pas confondre avec la Vitesse d'Attaque (VA), qui est la vitesse d'enlèvement de matière.

Lorsqu'on ajoute du surfactant, on augmente la VA du cuivre jusqu'à un maximum, ensuite on retombe à des valeurs proches de celles pour des slurries sans surfactant [24] (cf. paragraphe I.3.4 sur l'influence des surfactants).

L'augmentation de la concentration en  $H_2O_2$  fait diminuer la VA du cuivre, cela étant dû à la formation d'une couche passivée moins soluble [10]. Zeidler parlait de changement de structure de cette couche [9].

Moon [41] fait une rapide étude pour voir la relation existant entre coefficient de frottement (COF) et VA : VA et COF augmentent ensemble. Cela tend à prouver que la partie mécanique du CMP du cuivre reste importante.

La vitesse d'attaque de cette couche passivée est plus importante dans les zones hautes que dans les zones basses (cf. figure I.11 pour la définition des zones hautes et basses), à cause de la différence de pression [7, 42]. En effet, le pad appuie de manière moins importante sur les zones basses. Or justement la VA dépend de la pression.

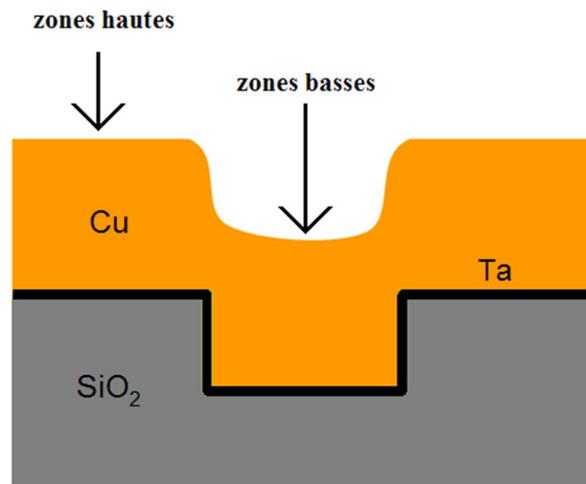


FIGURE I.11 – Zones hautes et basses sur le profil

Le modèle le plus communément utilisé est le modèle de Preston [3], qui donne une relation linéaire entre la VA, la vitesse et la pression ( $\dot{h} = KP V$ ). D'autres modélisations ont modifié cette relation et notamment rajouté un exposant à la pression (Zhao :  $\dot{h} = KP^{2/3} V$  [43]). Voir paragraphe I.8 sur les différents modèles.

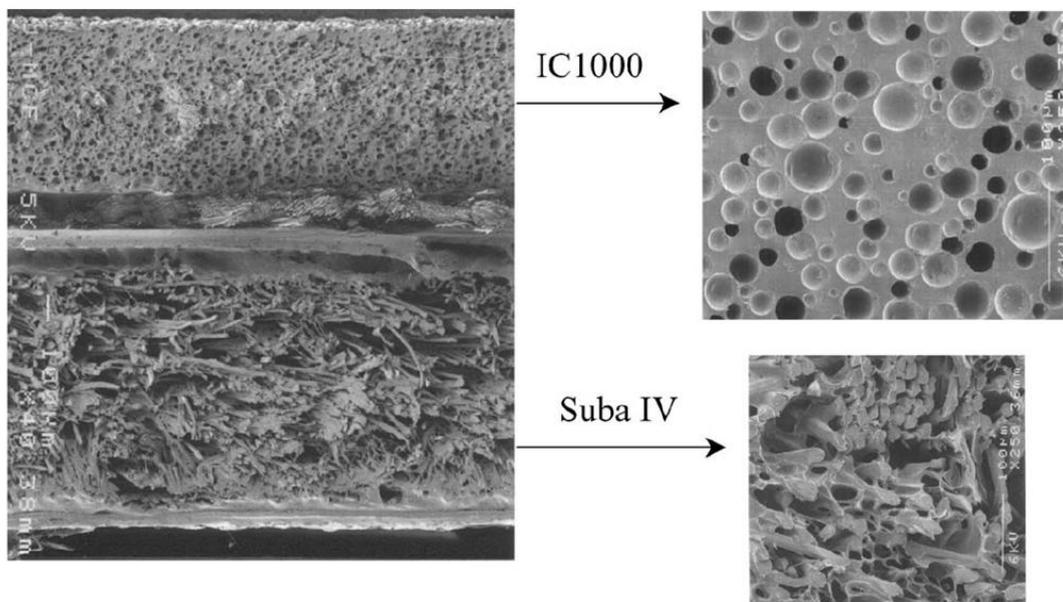
#### I.4.4 Influence de la Pression et de la Vitesse

La pression et la vitesse sont les deux paramètres ayant l'influence la plus importante dans l'enlèvement de matière. Ils jouent un grand rôle sur la vitesse d'attaque : la vitesse d'attaque du cuivre augmente avec la pression et avec la vitesse. On y revient un peu plus dans le paragraphe sur les modèles existants page 35. La sélectivité diminue avec

l'augmentation de la vitesse et l'augmentation de la pression [14].

## I.5 Le tissu de polissage

Le *pad* est un tissu de polissage à base de polyuréthane sur lequel on vient polir le wafer. Le pad le plus utilisé et étudié (et d'ailleurs utilisé également par ALTIS) est un pad IC1000. Un sous-pad (SUBA IV) est parfois utilisé, afin d'améliorer l'uniformité du polissage (figure I.12).



**FIGURE I.12** – Photo MEB d'un pad IC1000 en coupe, avec la partie SUBA IV [44]

De nombreuses études révèlent l'importance du choix de pad : les pads absorbent les slurries à des vitesses différentes ; les slurries réagissent aussi avec les pads ; et les propriétés mécaniques des pads dépendent de l'orientation des rainures du pad [45], ainsi que de leur humidification.

### I.5.1 Structure du pad

Le pad, même s'il est appelé tissu, a une structure poreuse (voir figure I.13), qui lui permet de transporter les slurries vers le wafer, et donc facilite l'action chimique [46]. On comprend donc qu'un pad dense aura tendance à moins irriguer la surface du wafer et donc à diminuer la vitesse d'enlèvement de matière.

Les pads IC1000 ont une densité de 0,75 et une dimensions moyennes de pores de 30 à 40  $\mu\text{m}$  [47].

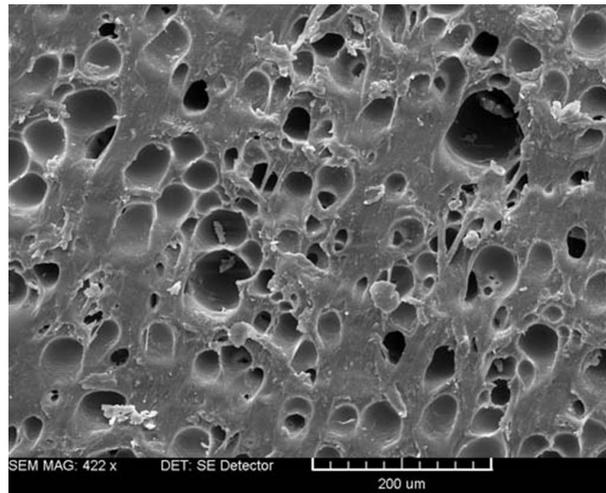


FIGURE I.13 – Photo MEB de la surface d’un pad IC1000 neuf

## I.5.2 Rugosité du pad

La rugosité moyenne d’un pad IC1000 neuf est de  $R_a = 8$  à  $20 \mu m$  [44,47]. La rugosité va jouer notamment sur le dishing, celui-ci diminuant lorsque la rugosité diminue. Par ailleurs, la rugosité va diminuer durant le polissage. Le ravivage<sup>1</sup> est donc nécessaire pour revenir à une rugosité initiale.

La figure I.14 présente la rugosité d’un pad IC1000.

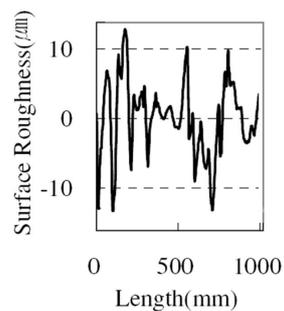


FIGURE I.14 – Rugosité d’un pad IC1000 [47]

<sup>1</sup>Le ravivage (ou conditionning) est une opération qui consiste à enlever la couche supérieure du pad, polluée par le polissage. On vient abraser la surface du pad à l’aide d’un outil diamanté, qui a pour effet de recréer une topologie proche de la topologie d’origine. Comme la structure interne du pad n’est pas affectée par le polissage [44], le conditionning, qui enlève une certaine épaisseur de pad, permet de retrouver ses propriétés initiales.

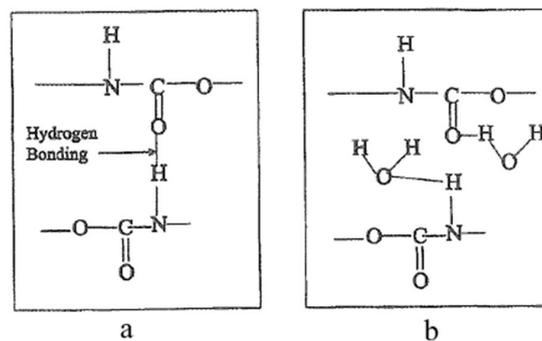
### I.5.3 Usure du pad

Le pad, tout comme le wafer, s'use au cours du polissage. Des débris d'usure s'accumulent dans les pores et les aspérités sont lissées (Castillo-Mejia [48] et Lu [44]). Si l'on ne ravive pas le pad régulièrement, la vitesse de polissage a tendance à diminuer.

Liang *et al.* [49] signalent que l'usure (du pad comme du wafer) est principalement due à une déformation plastique.

### I.5.4 Propriétés mécaniques

Le module de Young d'un pad IC1000 en condition sèche est d'environ 600 MPa [50]. Mais la température et le taux d'humidité du pad peuvent faire baisser cette valeur d'un facteur 3 à 5 [51], en raison de la plastification du pad par l'eau. En condition d'utilisation normale, on peut donc considérer que le pad a un module de Young d'environ 120 MPa<sup>2</sup> (conditions humides, 20°C). La relaxation du module d'un pad IC1000 a été décrite par Borucki [51]. On peut donc dire que le pad a des propriétés viscoélastiques, c'est-à-dire que son module de Young augmente avec la fréquence de sollicitation.



**FIGURE I.15** – Liaisons hydrogène dans le pad (a) et rupture de ces liaisons due à l'eau (b) [48]

Castillo-Mejia *et al.* [48] expliquent que l'eau plastifie le polyuréthane, et donc fait baisser son module élastique, ce qui a pour effet de faire diminuer la vitesse de polissage. L'eau pénètre dans le pad et réduit son module élastique en rompant les liaisons hydrogène présentes entre les chaînes de polymère adjacentes. La figure I.15 A montre schématiquement les liaisons hydrogène présentes dans le pad. La figure I.15 B montre l'intervention des molécules d'eau qui viennent rompre les liaisons existantes. Les chaînes peuvent alors se mouvoir plus librement l'une par rapport à l'autre, facilitant un compor-

<sup>2</sup>Pour comparer,  $E_{Cu} \approx 120GPa$  et  $E_{Al_2O_3} \approx 390GPa$ .

tement élastique.

## I.6 Topologie

La topologie est une conséquence du polissage. Elle est très influencée par les différences de matériau. Nous présenterons d'abord brièvement des résultats concernant les défauts topologiques tels que le dishing et la défektivité avant de passer à l'enlèvement du tantale.

### I.6.1 Dishing

Le dishing est un défaut se formant au moment du surpolissage. Une fois que l'on a enlevé tout le cuivre et que l'on débouche sur le liner de tantale, il y a hétérogénéité des vitesses d'attaque, le tantale étant beaucoup moins rapidement poli que le cuivre. Par conséquent, les zones où l'on trouve du cuivre continuent à s'user alors que les zones où l'on trouve du tantale ne s'usent pas (ou très peu), d'où la création de cuvettes aux endroits où se trouve le cuivre : c'est le dishing (voir figure 4).

Nguyen [15] explique que la densité de motifs a une influence très faible sur le dishing. Par contre, la dimension (largeur) du motif a une influence importante, le dishing augmente avec la largeur [8,15,52] (cf. figure I.16). Le temps de surpolissage est très important

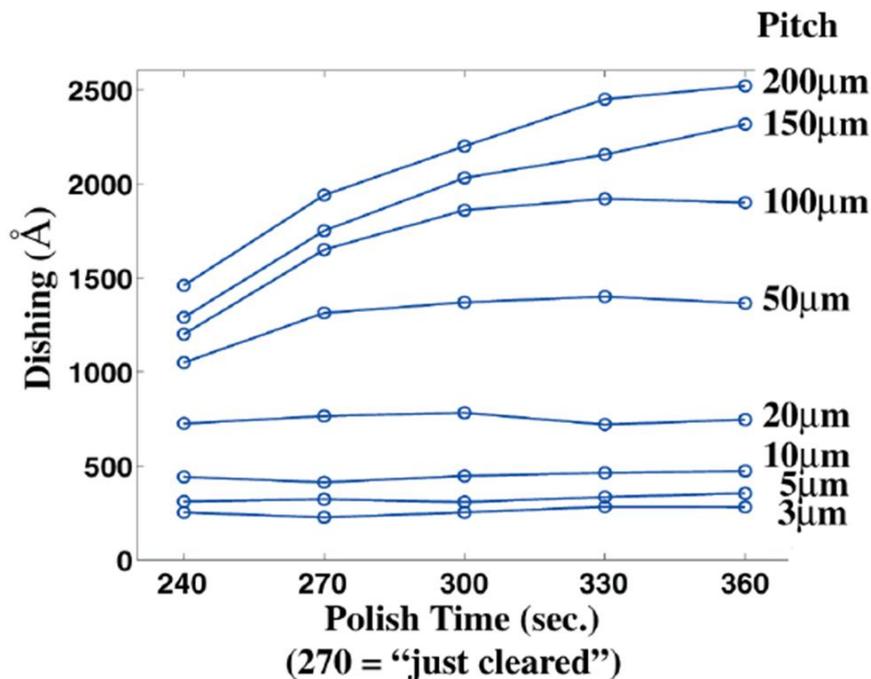


FIGURE I.16 – Dishing en fonction du temps de polissage et de la largeur des motifs (pitch) [52]

également [8, 15, 52] (cf. également figure I.16). La concentration en oxydant a un impact important sur le dishing : pour une concentration en  $H_2O_2$  variant de 8 à 15 % en volume, le dishing diminue avec la concentration en oxydant [15].

Warnock [53] considère que le pad atteint plus ou moins les zones basses du motif en fonction de sa flexion et de sa rugosité. Cela aura une influence sur le dishing, puisque plus un pad est capable d'aller dans le fond du motif, moins la différence de pression, et donc de VA, entre les parties basses et hautes sera importante.

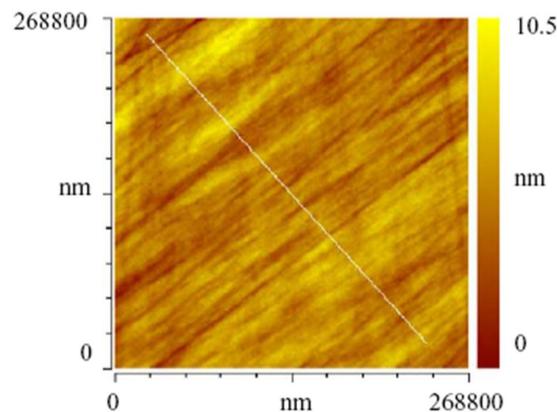
Le dishing augmente avec le temps de surpolissage, mais finit par atteindre un palier, comme s'il y avait un effet de saturation [52, 54] ; on retrouve en fait les résultats théoriques de la modélisation de Fu et Chandra [55], qui donne une allure exponentielle asymptotique à l'évolution temporelle du dishing.

## I.6.2 Défectivité - État de surface

On peut contrôler la défectivité de type rayures en contrôlant la taille et la distribution des tailles de particules dans les slurries [7]. Plus les particules sont grosses, même en faible concentration, plus les dégâts qu'elles créent sont grands (voir paragraphe I.4.3 sur la vitesse d'attaque). Li et al. [39] montrent que l'état de surface dépend de la taille des particules abrasives, mais aussi de leur dureté.

L'ajout de surfactant permet également de diminuer fortement la défectivité, d'un rapport 100 environ [24].

Enfin, on peut signaler que le polissage sans oxydant est à l'origine d'un très grand nombre de rayures (figure I.17), cela étant dû au fait que le polissage du cuivre est alors uniquement mécanique [39].



**FIGURE I.17** – État de surface pour un polissage sans oxydant (les particules abrasives sont de la silice) [39]

### I.6.3 Enlèvement du tantale

Le polissage du tantale est en réalité le polissage d'une couche de  $Ta_2O_5$ , qui se forme sous l'action de la chimie, mais dont la transformation ne dépend pas du pH (i.e. de l'oxydant) [56]. Vijayakumar *et al.* [57] proposent un processus d'enlèvement du tantale par les abrasifs présents en solution dans lequel il y aurait formation de liaisons Ta-O-Si à la surface entre les particules abrasives de silice et le tantale. Cette liaison favoriserait l'arrachage de  $Ta_2O_5$  par blocs, permettant une plus grande vitesse de polissage du tantale.

## I.7 Interface et contact

### I.7.1 Interactions avec la surface

Au cours du processus d'enlèvement de matière, une bonne réactivité de surface ne suffit pas. Elle permet effectivement la transformation de la couche de cuivre, mais la partie mécanique est nécessaire pour venir arracher la matière.

On a estimé que l'intervalle de temps moyen entre deux interactions consécutives d'une particule du slurry et d'un point donné de la surface est de l'ordre de  $0,01 < t_{int} < 0,4$  s, et dépend de la concentration en particules, de leur taille, de l'aire de contact du pad, et de la nature de la dispersion [7].

Entre deux interactions (0,01 à 0,4 s) en un point donné, l'épaisseur de couche passivée idéale doit être de 2 nm [7], soit une vitesse d'environ 6000 Å/min (pour  $t=0.2$  s). Ce qui donne une vitesse cohérente avec les valeurs communément obtenues (2000 à 8000 Å/min).

### I.7.2 Différents types de contact envisageables

Le pad et le wafer sont en mouvement relatif constant l'un par rapport à l'autre. En présence de slurries (i.e. de liquides de polissage), ils peuvent interagir de trois manières différentes :

1. Portance par un film de liquide,
2. Contact semi-direct,
3. Contact direct.

Dans le premier cas, la charge est entièrement supportée par une couche continue de liquide. Dans le deuxième cas, la charge se répartie entre un contact pad-wafer et une pression hydrodynamique sur le slurry. Dans le dernier cas, la charge est entièrement supportée par le contact pad-wafer. Du fait de la très grande difficulté de modéliser le deuxième cas, la plupart des modèles de la littérature s'appuient sur le premier (Runnels [58]) ou le dernier cas (Warnock [53]).

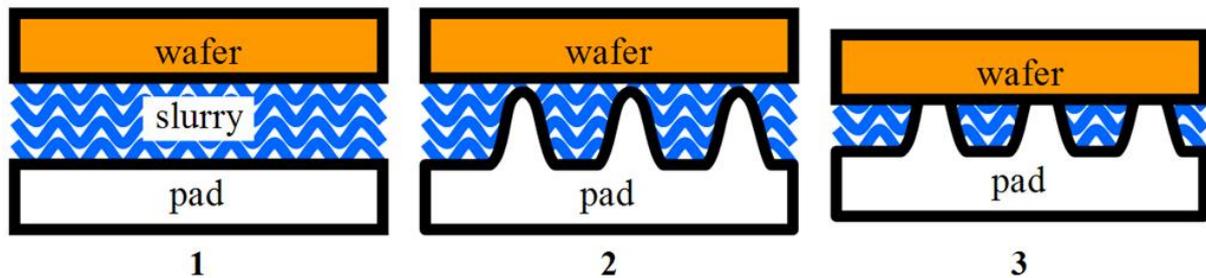


FIGURE I.18 – Schéma des différents modes de contact : portance (1), semi-direct (2), direct (3)

La pression sera bien évidemment distribuée de manière différente en fonction du mode réel de contact. Par conséquent, la façon dont la matière est enlevée dépendra de ce mode de contact, et donc des conditions du procédé CMP considéré.

L'hypothèse de contact direct mène à un autre choix d'hypothèse : qu'est-ce qui est en contact ? Il faut faire attention à cette question, car suivant qu'on se place à un niveau macroscopique ou microscopique, on ne considèrera pas les mêmes choses. Au niveau macroscopique, ce qui peut être en contact, ce seront les zones hautes ou basses des motifs du wafer. Au niveau microscopique, on s'intéressera plutôt à la position des abrasifs dans le contact.

En se plaçant au niveau macroscopique, Chekina [59] et Elbel [60] proposent que seules les régions hautes du wafer sont en contact avec le pad, et que les régions basses ne sont pas polies (car justement pas en contact). Cependant, beaucoup plus d'articles supposent qu'il y a contact partout, mais que la pression de contact varie en fonction des zones hautes ou basses (Vlassak [61], Fu et Chandra [55], Luo et Dornfeld [38], etc.).

Au niveau microscopique, Luo et Dornfeld [38] ou Qin [62] considèrent que ce sont les abrasifs qui assurent le contact entre le pad et le wafer. Il y aurait cependant contact également du pad avec le wafer, mais cela permettrait juste de connaître la pression subie par les abrasifs. En effet, s'il y a contact partout, la pression subie par les abrasifs (et qu'ils transmettent au wafer) est proportionnelle à la surface occupée par ces abrasifs.

D'autres facteurs et hypothèses peuvent être importants. Par exemple, Nguyen *et al.* intègrent les aspérités du wafer dans leur modèle et utilisent les probabilités de contact [63]. D'autres enfin développent des modèles à différentes échelles (Tugbawa [64] et Park [65]<sup>1</sup>).

En fin de compte, une large majorité d'articles et d'auteurs s'accordent pour dire que les hypothèses les plus plausibles sont le cas d'un contact direct se faisant au travers des abrasifs et du pad. Les abrasifs seraient les responsables de l'enlèvement de matière.

<sup>1</sup>Nous avons déjà évoqué ces différentes échelles dans la modélisation quand nous parlions de dimensions caractéristiques, cf. paragraphe I.2.2.

### I.7.3 Hypothèses d'enlèvement de matière

Un autre choix d'hypothèse à faire sera de savoir si, à la suite de la passivation chimique, la couche est enlevée par abrasion mécanique [15, 22], ou si les particules présentes dans le slurry ne font que fournir de l'énergie pour casser les liaisons des molécules ayant réagi [66]. Certains disent que le procédé CMP du cuivre est majoritairement mécanique [12], et d'autres qu'après arrachage mécanique, il doit y avoir dissolution chimique des débris [21, 67]. D'autres enfin proposent que le matériau arraché s'adsorbe à la surface des particules abrasives [39].

Quoiqu'il en soit, on peut lister les différents mécanismes d'enlèvement de matière, afin d'évaluer par la suite le ou lesquels interviennent :

- Rupture fragile
- Délamination par cisaillement
- Fatigue plastique
- Usure adhésive
- Usure abrasive
- Usure par corrosion
- Dissolution

## I.8 Lois et modèles existant

### I.8.1 Loi de Preston (1927)

Cette loi donne la relation entre la vitesse d'attaque (ou taux d'enlèvement de matière)  $\dot{h}$  ( $h$  représente l'épaisseur de la couche), la pression moyenne de contact  $P$ , et la vitesse relative  $V$  :

$$\dot{h} = K_P P V \quad (\text{I.7})$$

où  $K_P$  est une constante incluant tous les autres paramètres.

Cette équation, écrite en 1927 [3], est simple et a été énormément utilisée depuis. Cependant, elle comporte deux gros problèmes. Le premier est qu'elle a été écrite pour décrire le polissage mécanique uniquement, sans tenir compte des possibles effets synergétiques dus à la chimie des slurries. Ensuite, comme il s'agit d'une loi empirique, elle ne permet pas d'expliquer le processus d'enlèvement de matière [5]. De plus, comme le signalent Qin *et al.* [62],  $K_P$  dépend de la chimie impliquée dans le procédé.

### Modifications de la loi de Preston

Il y a eu ensuite quelques modifications à cette équation. On vint tout d'abord lui ajouter une ordonnée à l'origine, ce qui nous donne

$$\dot{h} = K_P PV + \dot{h}_0 \quad (\text{I.8})$$

Cependant, aucune explication physique ou expérimentale n'expliquent ce  $\dot{h}_0$ . En réalité, on peut séparer la courbe en deux phases (faibles pressions et grandes pressions) et obtenir deux relations linéaires différentes [38]. On peut remarquer tout de même que Sorrooshian *et al.* [34] l'utilisent pour l'évaluation de la contribution chimique au polissage, estimant qu'il correspond à la simple attaque chimique du matériau.

Puis, Zhang et Busnaina proposèrent une variation non linéaire

$$\dot{h} = K\sqrt{PV} \quad (\text{I.9})$$

Les modifications suivantes ont eu pour objet la valeur des exposants associés à V et P. On a abouti au modèle de Zhao.

### I.8.2 Loi de Zhao (1999)

Cette deuxième loi (1999) est partie du constat expérimental que la relation entre  $\dot{h}$  et P n'était pas tout à fait linéaire, et elle introduit un exposant :

$$\dot{h} = KP^{2/3}V \quad (\text{I.10})$$

Tout comme pour le modèle de Preston, les influences des autres paramètres ne sont pas étudiées, et la loi ne permet toujours pas d'expliquer le processus du polissage. Il est à noter cependant que Zhao a ensuite introduit dans son équation une pression de seuil  $P_S$ , qui dépend de nombreux facteurs [43], en particulier du surfactant.

$$\dot{h} = K(P^{2/3} - P_S^{2/3})V \quad (\text{I.11})$$

Cette pression de seuil est d'ailleurs responsable de la différence de sélectivité en fonction des matériaux (différents seuils pour les différents matériaux).

### I.8.3 Modèle de Luo et Dornfeld

Luo et Dornfeld proposent une modélisation [38] en considérant l'enlèvement de matière créé par une particule abrasive, puis en réalisant une statistique sur la distribution de tailles de ces particules dans les slurries.

$$\dot{h} = \lambda \int N(x)Vol(x)dx \quad (\text{I.12})$$

où  $N(x)$  est le nombre de particules de dimension  $x$ ,  $\text{Vol}(x)$  le volume enlevé par une particule de dimension  $x$  et  $\lambda$  un paramètre sans dimension.

Ils supposent que les particules abrasives s'indentent dans le pad et sont maintenues. Cela se justifie simplement par la comparaison des duretés du pad d'une part, et du wafer ou des abrasifs d'autre part.

Ils aboutissent à une expression de la VA de la forme :

$$\dot{h} = C_1 \left(1 - \Phi \left(3 - C_2 P^{1/6}\right)\right) P^{1/3} V \quad (\text{I.13})$$

où  $\Phi$  est une fonction de type gaussienne et les différentes constantes intègrent les différents paramètres considérés, autres que  $P$  et  $V$ .

## I.8.4 Modèle de Fu et Chandra

Fu et Chandra [55] proposent un modèle dans lequel le pad est considéré comme élastique et la loi d'enlèvement de matière est de type Preston (équation I.7). Le pad étant élastique, il se comporte comme un ressort, et donc

$$P = Kh \quad (\text{I.14})$$

Ils aboutissent à une expression du dishing de type exponentielle asymptotique, permettant de souligner que le dishing ne peut dépasser une certaine valeur maximale  $D_{max}$  :

$$D(t) = D_{max}(1 - e^{-Bt}) \quad (\text{I.15})$$

où  $t$  est le temps de surpolissage et  $B$  un facteur intégrant les propriétés élastiques du pad et les coefficients de Preston des différents matériaux. Nous pouvons remarquer que l'on retrouve la même allure que pour la figure I.16 page 31.

Guo et Chandra [50] ont modifié légèrement ce modèle en considérant le pad comme viscoélastique. Ils aboutissent à des résultats similaires, même si plus nuancés.

## I.9 Conclusions

La dénomination CMP (pour Chemical Mechanical Polishing) regroupe un très grand nombre de polissages différents. En effet, puisque le nombre de paramètres est particulièrement important, le nombre de possibilités quant au choix des constituants des slurries, de leur concentration ou de la valeur de la pression, est grand. On peut cependant remarquer que tous les CMP fonctionnent de la même manière : la surface à polir est transformée, afin de faciliter son enlèvement. Bien évidemment, la transformation de la couche ne se fait pas forcément de la même façon d'un CMP à l'autre, et la manière d'enlever cette couche va varier également. Un procédé optimisé sera celui pour lequel les deux phénomènes sont les plus adaptés l'un à l'autre.

Notre étude porte sur le CMP du cuivre. Essayons de faire une synthèse rapide des éléments mis à notre disposition par la littérature.

Le cuivre, sous l'action des oxydants, se transforme en oxyde de cuivre  $Cu_2O$ . C'est cette couche qui est ensuite enlevée par abrasion. Les particules abrasives et/ou le pad viennent arracher des morceaux de cette couche. La façon précise de l'arrachage de matière reste difficile à évaluer. L'idée qui ressort le plus reste cependant que les particules abrasives s'indentent dans le pad. Ce dernier vient les faire frotter contre la surface. Ce sont donc à la fois les propriétés rigides des particules abrasives et élastiques du pad qui sont à l'origine de l'enlèvement de matière.

Toutefois, on ne connaît pas encore précisément le processus précis de l'enlèvement de la matière par les particules abrasives. De nombreuses hypothèses existent, parmi lesquelles on trouve la rupture fragile, la délamination par cisaillement, la fatigue, la corrosion, la dissolution. Certains évoquent même des affinités chimiques entre les surfaces des particules abrasives et le tantale.

De même, de nombreux détails quant à l'enlèvement de matière restent à éclaircir, en ce qui concerne par exemple l'enlèvement total ou partiel de la couche passivée, ou le mode de contact à l'interface.

Malgré tout, un grand nombre de phénomènes sont étudiés et expliqués dans la littérature. En effet, l'influence de la pression et comment le pad s'enfonce dans les motifs commence à être bien compris.

Enfin, même si de nombreux modèles sont proposés, il semble qu'ils restent pratiquement tous des modèles empiriques, qui n'expliquent pas les phénomènes physicochimiques sous-jacents.

## Deuxième partie

### Dispositif expérimental et résultats



## II.1 Dispositif expérimental

Nous décrirons dans cette partie le dispositif de polissage utilisé en ligne de production, les paramètres importants et leur mesure, pour finalement présenter le dispositif expérimental mis en place.

### II.1.1 Le dispositif en ligne de production

Le principe du polissage CMP a déjà été évoqué dans l'introduction. Il s'agit de polir un échantillon de wafer sur un pad, avec l'aide de slurries abrasifs et chimiques. Pour cela, on utilise un plateau tournant (à une vitesse  $\omega_p$ ), sur lequel est fixé le pad. Le wafer est maintenu sur un *carrier* (porte-wafer), qui réalise deux mouvements distincts : une rotation sur lui-même (vitesse  $\omega_w$ ) et un balayage. Les slurries sont déposés au centre du plateau. Leur composition est contrôlée afin de correspondre aux « recettes »<sup>1</sup> de l'entreprise. Le schéma du dispositif est présenté par la figure II.1.

Les machines utilisées en production sont de marque EBARA, et peuvent polir jusqu'à une trentaine de tranches par heure. Ces tranches sont des disques de 20 cm de diamètre (voir figure 5 dans l'introduction). Le plateau de polissage sur lequel est fixé le pad fait 58 cm de diamètre. Les machines EBARA intègrent d'autre part d'autres fonctionnalités, comme le nettoyage<sup>2</sup> des tranches après le polissage. Elles permettent de plus un très

---

<sup>1</sup>Ensemble de valeurs de paramètres, cf. introduction

<sup>2</sup>Le nettoyage s'avère nécessaire pour supprimer les résidus éventuels de chimie présents sur la surface ainsi que les restes potentiellement abrasifs (particules abrasives, débris de matière, restes de pad arrachés).

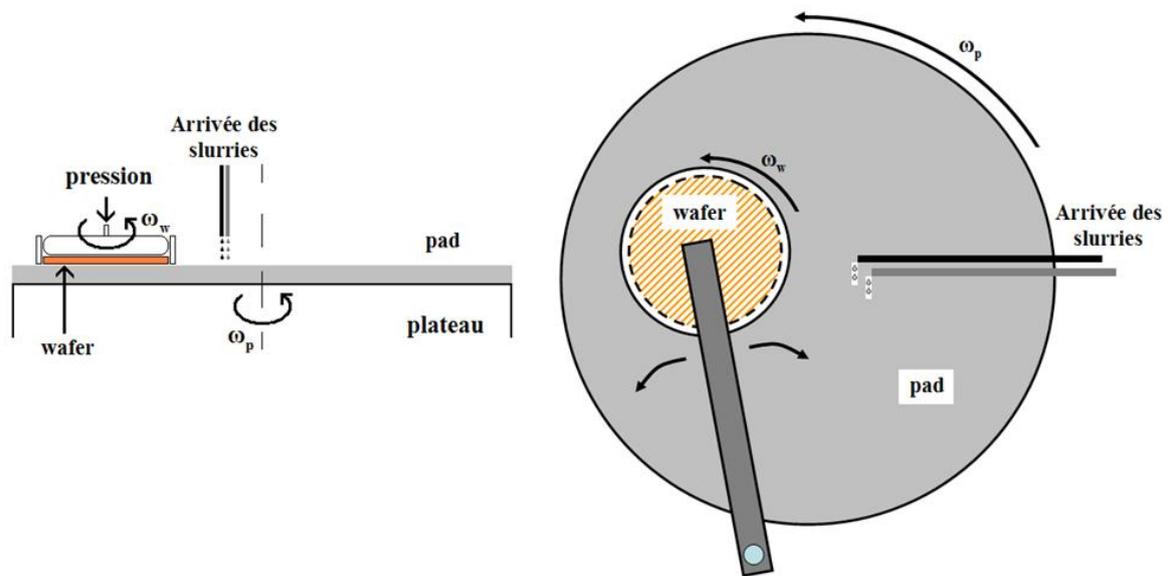


FIGURE II.1 – Schéma du dispositif de polissage en ligne de production

grand nombre de mesures et de contrôles. On peut faire varier de manière automatique de nombreux paramètres, avec une fiabilité et une reproductibilité excellentes. On mesure le courant fourni à la table, qui est asservie en vitesse. Ce courant est relié au coefficient de frottement et sa mesure permet de mettre en place un *endpoint*<sup>3</sup>, et de suivre ainsi de plus près le polissage.

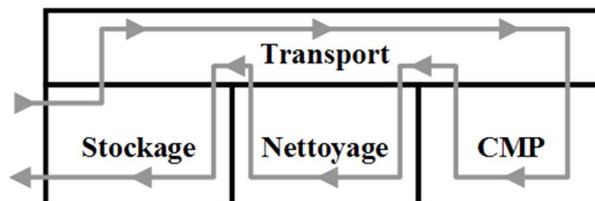


FIGURE II.2 – Schéma de fonctionnement d'une machine EBARA

Ces machines sont par ailleurs très simples d'utilisation. La figure II.2 présente un schéma du fonctionnement global d'une machine EBARA. On place les tranches dans la zone de stockage, et on les récupère dans cette même zone de stockage après polissage et nettoyage.

<sup>3</sup>L'endpoint est une méthode permettant de connaître, en fonction du suivi d'un paramètre (coefficient de frottement, température à l'interface...), l'évolution précise du polissage et de déterminer à quel moment l'arrêter (*end point*). Pour plus de détails, voir le paragraphe C.5.2 page 156.

## II.1.2 Les paramètres auxquels on s'intéresse

Tous les paramètres ou presque sont critiques, il nous faut donc en contrôler le plus grand nombre possible afin de limiter au maximum les dérives. De plus, le contrôle précis et la stabilité du dispositif permettront une meilleure reproductibilité des expériences.

D'autre part, et afin d'appuyer les recherches de notre étude, il faut savoir quelles sont les données dont nous aurons besoin. Notre étude portant sur l'enlèvement de matière (cf. introduction), certains paramètres s'avèreront plus intéressants à mesurer que d'autres.

### II.1.2.1 Paramètres d'entrée

Nous nous intéresserons ici aux paramètres d'entrée, c'est-à-dire à tous les paramètres que l'on fixe. Nous préciserons ici l'utilité du contrôle, mais pas la méthode de mesure, qui fera l'objet du paragraphe II.1.3.3.

#### Composition des slurries

La partie bibliographique a bien montré que la composition des slurries était un paramètre particulièrement important. Par conséquent, son contrôle est critique. La procédure de contrôle passe notamment par le fait que les mélanges sont toujours réalisés par le même opérateur.

Pour des raisons de stabilité, on utilise deux slurries, qui ne se mélangent que sur le pad : un slurry abrasif (partie A, contenant les particules abrasives en suspension dans de l'eau), et un slurry chimique (partie B, contenant les réactifs chimiques). Le tableau II.1 liste la composition de ces deux slurries.

<b>SLURRY ABRASIF (A)</b> (pour 1 L)	
<i>BTX (solution contenant les particules abrasives)</i>	150 mL
<i>Eau déionisée</i>	850 mL
<b>SLURRY CHIMIQUE (B)</b>	
<i>BTA</i>	2,44 g/L
<i>Nitrate Ferrique</i>	40 g/L
<i>Surfactant</i>	17,7 g/L
<i>Sels</i>	–
<i>Eau déionisée</i>	–

TABLEAU II.1 – Tableau de composition des slurries

#### Pression et Vitesse

La bibliographie nous dit que la pression et la vitesse sont deux paramètres très importants à contrôler. Nous allons donc devoir les mesurer et les contrôler précisément.

### II.1.2.2 Paramètres de sortie

Nous nous intéresserons ici à tous les paramètres que nous allons observer et mesurer.

#### Compositions chimiques

La nature chimique des couches polies est un facteur important dans la compréhension du phénomène de l'enlèvement de matière. Nous avons à notre disposition différentes méthodes d'analyse. Pour connaître la composition chimique des couches transformées sous l'action de l'oxydant, on utilisera un spectromètre rayons X (XPS, *X-Ray Photoelectron Spectrometry*). Pour évaluer les natures chimiques des éléments présents dans les résidus de polissage, nous utiliserons un microscope électronique à transmission.

#### Épaisseurs de matière enlevées

Nous avons besoin de connaître la vitesse d'attaque. Pour cela, nous mesurerons l'épaisseur de matière sur nos échantillons avant et après polissage. La mise en place d'un dispositif de mesure des épaisseurs de matière reproductible et fiable s'avère donc nécessaire. Le paragraphe C.2 page 150 explique plus en détails cette mesure.

#### Coefficient de frottement

Pour pouvoir suivre l'évolution du polissage, nous mesurons le coefficient de frottement nous donnera comme information quel matériau nous sommes en train de polir, tantale ou cuivre. En effet, les coefficients de frottement pour une même recette de polissage sont différents pour les deux matériaux.

### II.1.3 Le dispositif mis en place

Pour des raisons de coût et de facilité de mise en œuvre des expériences, il a été décidé la mise en place d'un nouveau dispositif, plus petit et plus maniable. En effet, la fabrication de chaque wafer de 20 cm représente un coût relativement élevé. L'utilisation d'échantillons plus petits permettra un plus grand nombre d'expériences. On découpera les wafers en carré de  $5\text{ cm}^2$ . Ainsi, à partir d'un wafer, on peut obtenir jusqu'à 40 échantillons. D'autre part, la grande taille des wafers en ligne entraîne une grande difficulté dans la gestion de l'uniformité de polissage à travers celui-ci. Des échantillons plus petits permettent ainsi de limiter les hétérogénéités.

La mise en place du dispositif passe par le choix d'une polisseuse de plus petite taille, mais également par l'implémentation d'un certain nombre d'outils de mesure adéquats. La phase de mise en place, délicate à réaliser, a nécessité l'élaboration de trois dispositifs successifs.

Le premier dispositif ne permettait pas la rotation du porte-échantillon sur lui-même ni la mesure de la force de frottement. Les polissages étaient très hétérogènes, et il était difficile de savoir quand on devait l'arrêter. En effet, les polissages à temps constants, du

fait des différences, même petites, entre les échantillons, donnaient des résultats médiocres en terme de reproductibilité.

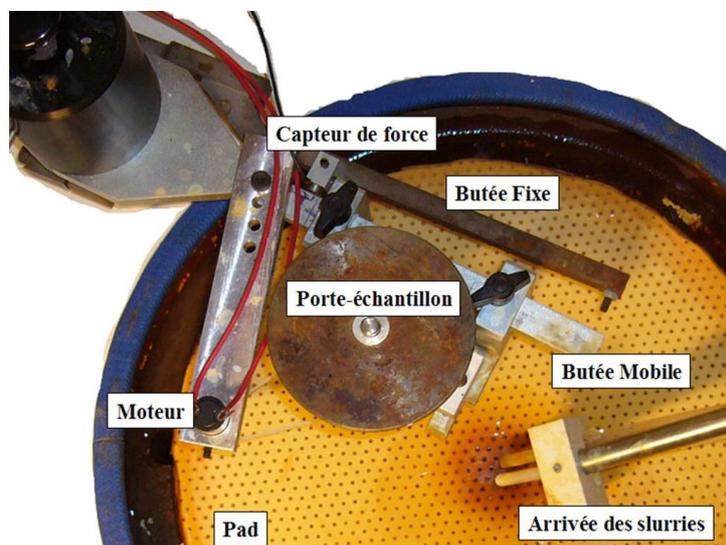
Le deuxième dispositif permettait la mesure de la force de frottement. Le porte-échantillon était libre de tourner sur lui-même. Cependant, les hétérogénéités dans le polissage subsistaient. Deux raisons à cela. Tout d'abord (1) la rotation du porte-échantillon était libre et non pas forcée : la vitesse de rotation pouvait varier au cours du polissage. Ensuite (2) les échantillons n'étaient pas libres de se placer parallèlement au pad : il existait toujours un angle entre le pad et l'échantillon.

Le troisième dispositif permet à l'échantillon de se placer de manière parfaitement parallèle au pad, en suivant les éventuels changements d'orientation de celui-ci, tout en assurant une rotation forcée du porte-échantillon sur lui-même. Nous avons même rajouté un insert, afin d'obtenir une meilleure homogénéité (voir page 48).

En fin de compte, les hétérogénéités ont été grandement diminuées. On peut remarquer ainsi que les hétérogénéités ont été diminuées par l'ajout d'un insert, mais surtout par une meilleure utilisation de la cinématique de polissage (Voir Annexe B), et une plus grande liberté de se placer de l'échantillon sur le pad.

### II.1.3.1 Le dispositif

Nous avons essayé de reproduire la cinématique<sup>4</sup> de polissage que les machines de production réalisent, en intégrant le mieux possible les paramètres à contrôler et à mesurer.



**FIGURE II.3** – Photo du dispositif tel qu'il est installé au laboratoire

Nous avons donc utilisé une polisseuse PRESI MECAPOL P320, à laquelle nous avons adjoint un système de pompes péristaltiques permettant l'arrivée des slurries. La figure II.3 représente une photo de l'installation du dispositif au laboratoire. On peut y voir le plateau

<sup>4</sup>La cinématique de polissage est assez complexe. Pour plus de détails, cf. Annexe B.

de polissage sur lequel est fixé le pad, le porte-échantillon, la butée mobile assurant la stabilité de celui-ci ainsi que la butée fixe sur laquelle est fixée le capteur de force. Les slurries sont amenées au centre du pad. Le moteur assure la rotation du porte-échantillon.

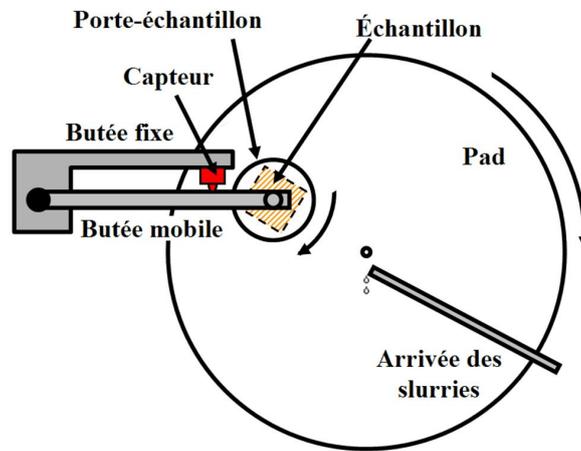


FIGURE II.4 – Dispositif expérimental vu de dessus

La figure II.4 présente le schéma du dispositif expérimental. On peut y voir comment on utilise deux butées, l'une fixe, et qui supporte le capteur, l'autre mobile, et qui vient appuyer sur le capteur, permettant ainsi de mesurer la force tangentielle. En divisant par la force normale (le poids des masses, qui ne varie pas au cours de l'essai), on obtient ainsi une mesure en temps réel du coefficient de frottement.

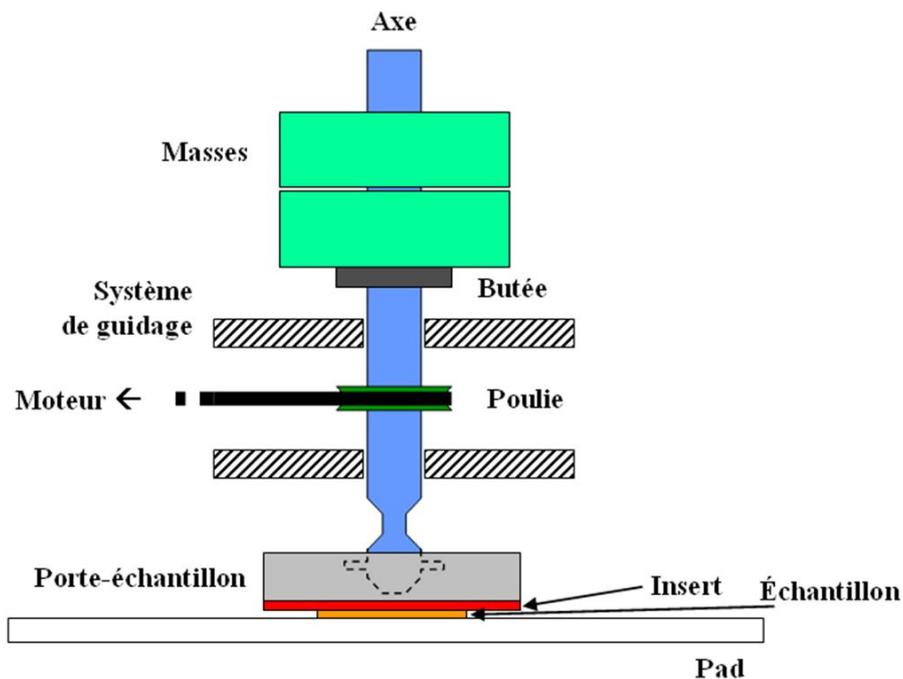


FIGURE II.5 – Porte-échantillon et dispositif d'entraînement

La figure II.5 présente le schéma du porte-échantillon et son dispositif d'entraînement. Un élastique relie la poulie au moteur, assurant ainsi à la fois la rotation de l'axe sur lui-même et son maintien en position verticale contre le système de guidage. L'axe, donc, ne peut se déplacer que verticalement ou en rotation. Il transmet le poids des masses directement sur la face supérieure du porte-échantillon. La rotation est transmise grâce à une petite tige coincée dans l'axe du porte-échantillon.

	<b>en ligne de production</b> EBARA	<b>au laboratoire</b> PRESI MECAPOL
<b>diamètre du plateau</b>	58 cm	30 cm
<b>vitesse linéaire référence</b>	$\approx 100m/min$	$\approx 50m/min$
<b>vitesse de rotation du wafer</b>	$75tr/min$	$8tr/min$
<b>pression de contact</b>	432 hPa	450 hPa
<b>pression face arrière</b>	216 hPa	–
<b>échantillons</b>	wafer MOTA ou Blanket	
	disque	carré
	diamètre 20 cm	surface 5 cm <sup>2</sup>
<b>débits des slurries</b>	partie chimique : 90 cc/min	
	partie abrasive : 180 cc/min	
<b>compositions des slurries</b>	identiques	
<b>phase de nettoyage</b>	à l'acide oxalique	à l'eau
<b>ravivage</b>	mécanique	à la main

TABLEAU II.2 – Différences et similitudes entre les dispositifs

Le tableau II.2 reprend les principales différences d'échelle entre le dispositif de production utilisé en ligne par ALTIS, et le dispositif expérimental mis en place au laboratoire.

### II.1.3.2 Homogénéisation du polissage

Nous nous intéresserons ici à un certain nombre de paramètres qui nous ont permis d'obtenir une meilleure homogénéité de polissage. Les hétérogénéités observées étaient principalement causées par le fait que les échantillons ne tournaient pas sur eux-mêmes, et par la non-utilisation d'un insert.

#### Cinématique de polissage

Le mouvement relatif du wafer par rapport au pad est relativement complexe. Il fait intervenir deux rotations d'axes parallèles mais distincts. Les vitesses de rotation sont elles-mêmes différentes. Afin de mieux comprendre les enjeux de ce paramètre, nous y avons consacré l'annexe B. Retenons simplement que la mise en place d'une petite vitesse de rotation du wafer donne une non-uniformité en vitesse d'attaque de seulement 0,7 %.

### Utilisation d'un insert

L'insert est un petit coussinet que l'on place entre l'échantillon et le porte-échantillon. Il sert à homogénéiser le polissage [16], au même titre que la partie SUBA IV du pad IC1000 (voir dans la partie bibliographique page 28).

Il adoucit le procédé, en jouant sur la répartition de pression sur l'échantillon. Concrètement, un polissage réalisé sans insert donne lieu à de nombreuses hétérogénéités (des parties entières des échantillons sont bien moins polies que d'autres). Un polissage avec insert limite ces différences de polissage entre les différentes parties de l'échantillon.

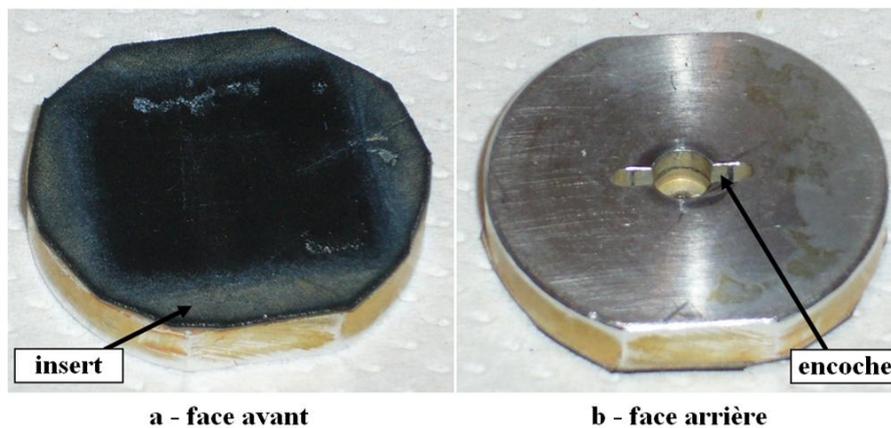


FIGURE II.6 – Photo du porte-échantillon

La figure II.6 montre une photo des deux faces du porte-échantillon. On y voit l'insert (en noir sur la face avant (a)), ainsi que l'encoche dans laquelle la tige de l'axe de rotation vient se positionner pour permettre l'entraînement en rotation (b).

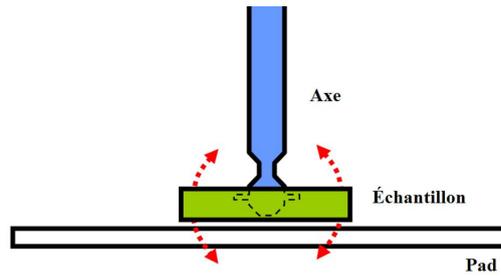
### Parallélisme de l'échantillon et du pad

Lorsqu'un angle fixe est laissé entre le pad et l'échantillon, la répartition de pression ne peut pas être homogène sur la surface de ce dernier. Par conséquent, le parallélisme entre le pad et les échantillons est très important à assurer. Notre solution a été de permettre à l'échantillon de se mouvoir par rapport au pad, tout en s'assurant de la rotation du porte-échantillon. On a donc réalisé une petite encoche dans la face arrière du porte-échantillon (figure II.6 à droite). L'effort normal est transmis au centre du porte-échantillon, permettant à celui-ci de se mouvoir par rapport au pad (figure II.7).

### II.1.3.3 Mesures réalisées

#### Calcul de la Pression P

La pression est mesurée simplement en faisant le rapport entre l'effort appliqué et la surface de l'échantillon. L'aire des échantillons ne varie pas au cours des essais, on considère donc que la pression est constante.



**FIGURE II.7** – Schéma des mouvements que le porte-échantillon peut faire grâce au système d'encoche

### Mesure de la Vitesse $V$

La vitesse  $V$  correspond à la vitesse de rotation du plateau. Afin de pouvoir comparer nos résultats avec ALTIS, nous avons choisi comme unité pour la vitesse  $V$  les mètres par minutes. Nous mesurons en tr/min. L'axe de rotation de notre porte-échantillon se trouve à 6,5 cm de l'axe de rotation du plateau. Par conséquent, 1 tr/min=0,41 m/min.

Les valeurs de vitesse de rotation du plateau indiquées tout au long de cette étude ont une précision de 2%. Par ailleurs, la vitesse est très stable, avec une variation temporelle de 2% également.

### Mesure du Coefficient de Frottement

Pour mesurer le coefficient de frottement, un capteur de force mesure la force tangentielle  $F_T$  causée par le polissage. Le coefficient de frottement est alors calculé en divisant la force mesurée par le poids des masses du dispositif :  $\mu = F_T/F_N = F_T/mg$ .  $F_N = mg$  est la force normale,  $m$  la masse appliquée et  $g$  l'accélération de la gravité.

### Épaisseurs de matière

Bien que non implémentée sur la polisseuse, mais à côté, la mesure d'épaisseur est importante. Afin de calculer la vitesse d'enlèvement de matière, qui correspond à la variation de l'épaisseur de la couche de cuivre, nous mesurons cette épaisseur par la méthode de mesure de résistivité 4 pointes. Cette méthode est présentée au paragraphe C.2 page 150.

### Compositions chimiques

Les slurries sont mélangés à partir des différents constituants (oxydant, BTA, surfactant, eau, etc.). C'est toujours le même opérateur qui les réalise, toujours en suivant le même protocole.

## II.1.4 Les échantillons

### II.1.4.1 Description d'une couche de métallisation

Nous avons utilisé deux types d'échantillons : des « Blanket » qui sont constitués d'une seule couche d'un seul matériau ( $\approx 1\mu\text{m}$  pour le cuivre, et  $\approx 50\text{nm}$  pour le tantale), et des « MOTA », qui sont des échantillons patternés : une fois la couche de  $\text{SiO}_2$  déposée et photogravée (figure II.8 a), on vient déposer une couche de Tantale par *Physical Vapor Deposition* (figure II.8 b). La profondeur de la gravure est d'environ 400 nm, et l'épaisseur de la couche de tantale de 50 nm. On dépose ensuite une fine couche de cuivre par *Chemical Vapor Deposition*, qui servira d'amorce à la couche de cuivre en excès, déposée par *ElectroChemical Deposition*. La figure II.8 c montre un profil d'échantillon terminé.

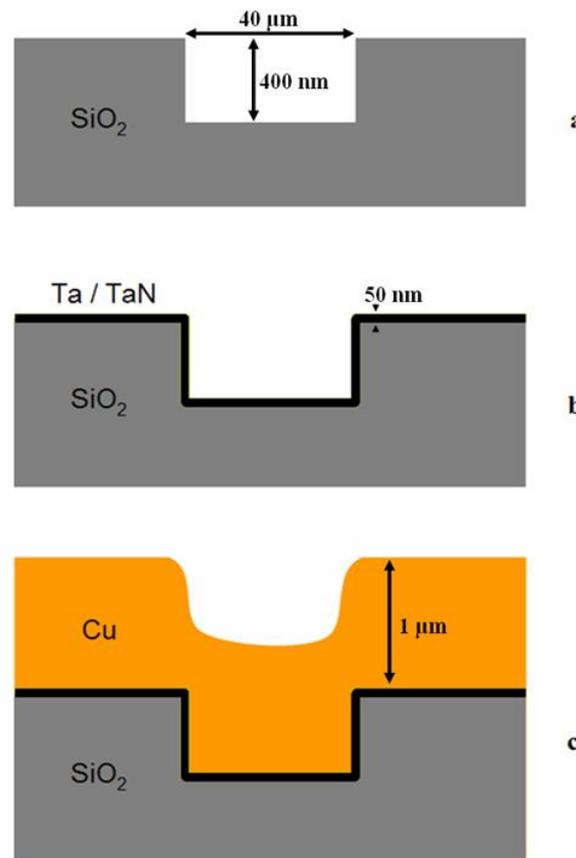


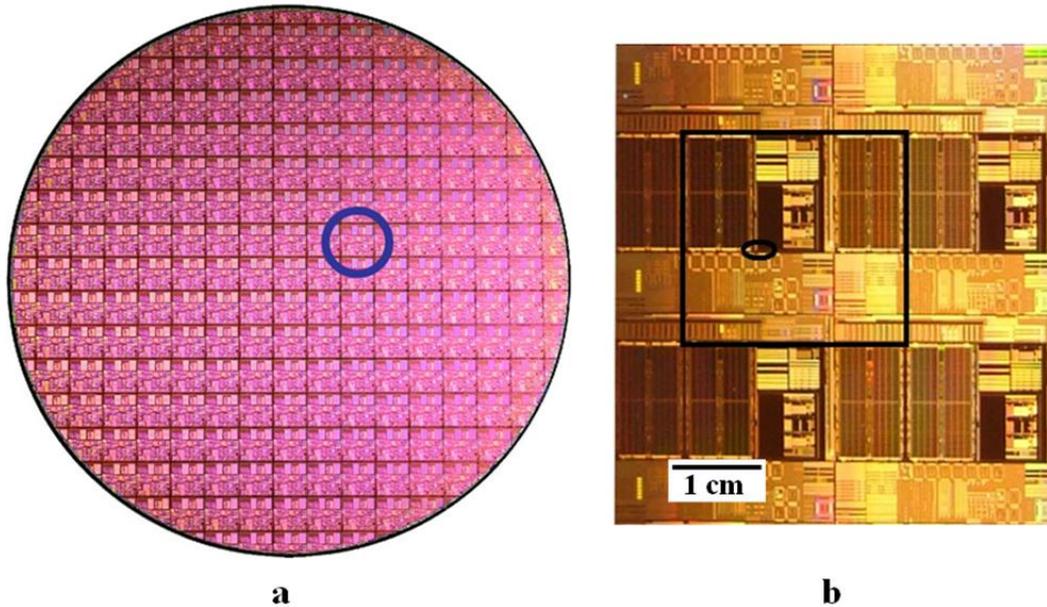
FIGURE II.8 – Profils des échantillons au cours de l'élaboration

Le dépôt de cuivre est conforme et reproduit la topologie de la gravure. C'est donc pour cela que le polissage mécano-chimique est important, il vient supprimer cette topologie.

### II.1.4.2 Dimensions des échantillons

Le coût de fabrication des wafers de 20 cm de diamètre est relativement élevé (environ 1000 euros). Afin de pouvoir réaliser un plus grand nombre d'essais, la décision a été prise de découper ces tranches en échantillons de dimensions plus petites (de l'ordre de la taille d'un motif).

Ce changement dans les dimensions et formes des échantillons fait apparaître deux problèmes : des effets d'échelle et des effets de forme. Passer de tranches de 20 cm de diamètre (soit  $314 \text{ cm}^2$ ) à des échantillons de  $5 \text{ cm}^2$  va forcément avoir une influence. De même que de passer d'un disque à un rectangle. Cependant, puisque tous nos échantillons sont similaires, on peut s'affranchir de ces problèmes dans un premier temps. La figure II.9 présente la position des motifs sur le wafer (a) et un agrandissement de ces motifs (b). Sur l'agrandissement, la zone encadrée correspond à nos échantillons. La zone encerclée correspond à la zone de mesure (voir plus loin).



**FIGURE II.9** – a : wafer de 20 cm de diamètre présentant un grand nombre de motifs. b : agrandissement de ces motifs, la partie encadrée correspond à nos échantillons, la zone encerclée correspond à la zone de mesure.

### II.1.4.3 Découpe des wafers

Pour découper des échantillons de petites tailles dans les disques que sont les wafers, on réalise une petite entaille sur le bord du disque à l'aide d'une pointe diamantée, et ensuite une petite pression sur les bords permet la propagation d'une fracture le long d'un plan de clivage. On se retrouve donc avec des découpes à angle droit.

Afin d'obtenir toujours le même motif et approximativement les mêmes dimensions, on découpe des échantillons de 2,2 cm environ de côté en suivant plus ou moins les lignes

des motifs. Comme nous le disions dans l'introduction, on trouve sur les wafers patternés un grand nombre de fois le même motif, ce qui facilite l'opération de découpe.

### II.1.4.4 Zones de mesure

Afin de pouvoir comparer les mesures, on définit une zone de mesure que l'on retrouve toujours au même endroit sur tous les échantillons. Ce sont des plots de cuivre de  $40 \times 80 \mu\text{m}$  de côté. On réalise toujours les mesures sur le même plot (figure II.10).

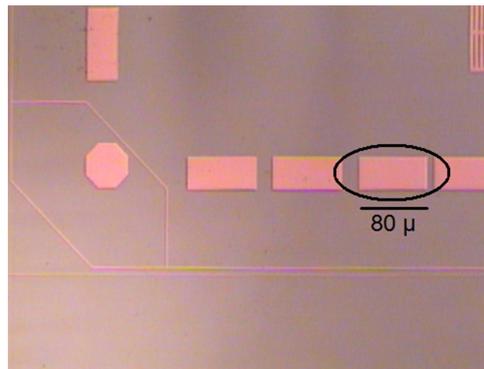


FIGURE II.10 – Grossissement de la zone de mesure

## II.1.5 Procédure de polissage

Afin de s'assurer que le plus grand nombre de paramètres ne varie pas entre chaque polissage, une méthodologie de polissage a été mise en place. Nous en détaillons ici les étapes :

### 1. Ravivage

L'opération de ravivage consiste à venir abraser la surface du pad avec un outil diamanté plan. Elle permet de retrouver un pad ayant les mêmes propriétés à chaque nouveau polissage. À la fin du ravivage, on s'assure que le pad est recouvert d'une couche d'eau, afin d'éviter que des poussières extérieures viennent dans les pores du pad.

### 2. Préparation de l'échantillon

Juste après la phase de ravivage, on prépare l'échantillon. Chaque échantillon a été découpé dans le wafer (voir II.1.4.3). La découpe étant réalisée à la main, de petites divergences peuvent apparaître dans les dimensions précises de ces échantillons. On mesure donc l'échantillon, et on choisit en conséquence la masse à appliquer pour obtenir la pression désirée.

Le collage de l'échantillon sur le porte-échantillon se fait avec du scotch double-face, que l'on colle sur toute la face arrière de l'échantillon en prenant bien soin de ne pas

le faire se recouvrir. On le colle ensuite sur l'insert du porte-échantillon, en prenant soin d'appuyer bien au centre.

### 3. Préparation des slurries

Les slurries doivent avoir été préparés au préalable. Les mélanges sont réalisés à partir des *recettes* de l'entreprise, ou de proportions propres si l'on veut faire varier la teneur d'un des constituants.

### 4. Arrivée des slurries sur le pad

Les slurries sont amenés par des pompes péristaltiques depuis les bidons de mélange au centre du pad. L'arrivée se fait toujours au même endroit sur le pad.

### 5. Mise en place du porte-échantillon

Le porte-échantillon (voir figure II.6 page 48) est déposé face échantillon sur le pad. On le place sous l'axe (voir figure II.5 page 46), que l'on fait descendre.

### 6. Lancement du polissage

Une fois l'axe enclenché sur le porte-échantillon, on lance la rotation du plateau et du porte-échantillon. On stoppe le plateau au bout du temps choisi, puis l'on soulève les masses libérant ainsi le porte-échantillon.

### 7. Récupération de l'échantillon

Une fois le polissage terminé, on décolle l'échantillon du porte-échantillon, puis on le passe sous l'eau, pour ensuite le sécher avec du papier absorbant.

### 8. Nettoyage succinct du pad

On inonde de nouveau le pad afin d'enlever les gros résidus de slurries. Après cette étape, on peut repartir directement à l'étape 1 pour réaliser le polissage suivant.

Un système électronique permet l'acquisition par ordinateur des données concernant le coefficient de frottement. La mesure du temps de polissage se fait alors sur le graphe du coefficient de frottement.

Il faut rappeler qu'au cours d'un polissage, les motifs présents sur la surface s'estompent et disparaissent, puis c'est le cuivre qui finit par être totalement enlevé dans les zones hautes. On se retrouve alors avec des surfaces mixtes, présentant des zones recouvertes de cuivre restant, et d'autres où le tantale apparaît.

On peut suivre cette évolution avec la mesure du coefficient de frottement. La façon dont ce suivi peut être réalisé est présenté dans le paragraphe C.5.2 page 156.

Un polissage classique fait passer le motif par trois phases successives (figure II.11) :

#### 1. Aplanissement

On passe d'un motif profond à une surface parfaitement plane de cuivre.

#### 2. Enlèvement de la couche de cuivre déjà plane

Une fois la topologie supprimée, il faut continuer à enlever le cuivre en excès.

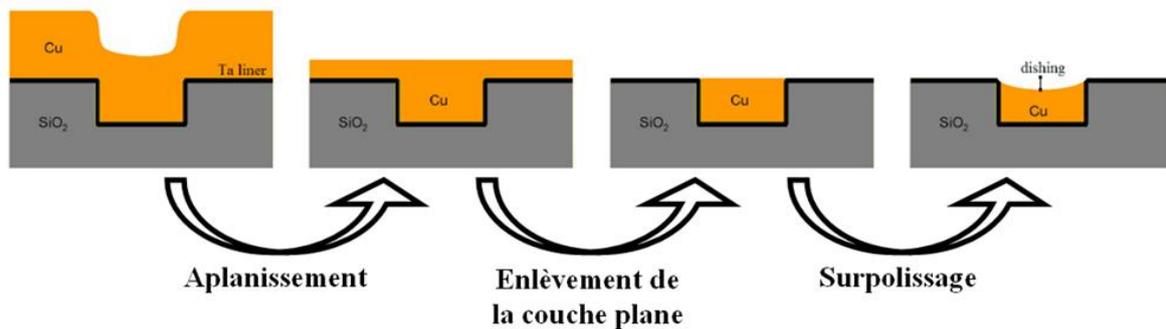


FIGURE II.11 – Schéma des trois grandes phases du polissage

### 3. Surpolissage

En raison des hétérogénéités de polissage, une phase de surpolissage s'avère nécessaire pour supprimer le cuivre dans toutes les zones hautes. C'est au cours de cette phase que le dishing se forme.

La partie IV présente ces trois phases et les détaille, en commençant par la phase d'enlèvement de la couche plane, puis en parlant de la phase d'aplanissement pour finir en expliquant le processus de surpolissage.

## II.1.6 Conditions standards d'essai

Nous avons fait varier différents paramètres du polissage (concentrations, pression, vitesse) autour d'une recette de référence. Les valeurs des différents paramètres sont décrites dans les tableaux II.2 et II.1.

Les valeurs de référence des paramètres variant sont

- Vitesse : 49 m/min.
- Pression : 450 hPa.
- Concentration en oxydant : 40 g/L.

Si nous ne donnons pas les valeurs des paramètres pour certaines courbes, cela veut dire que les valeurs ont été prises égales aux valeurs de référence données ci-dessus.

## II.2 Résultats expérimentaux

Le CMP est un procédé très complexe. Afin de donner un premier aperçu des phénomènes intervenant, nous allons présenter rapidement quelques résultats. Nous les approfondirons dans les parties III et IV.

### II.2.1 Couche d'oxyde

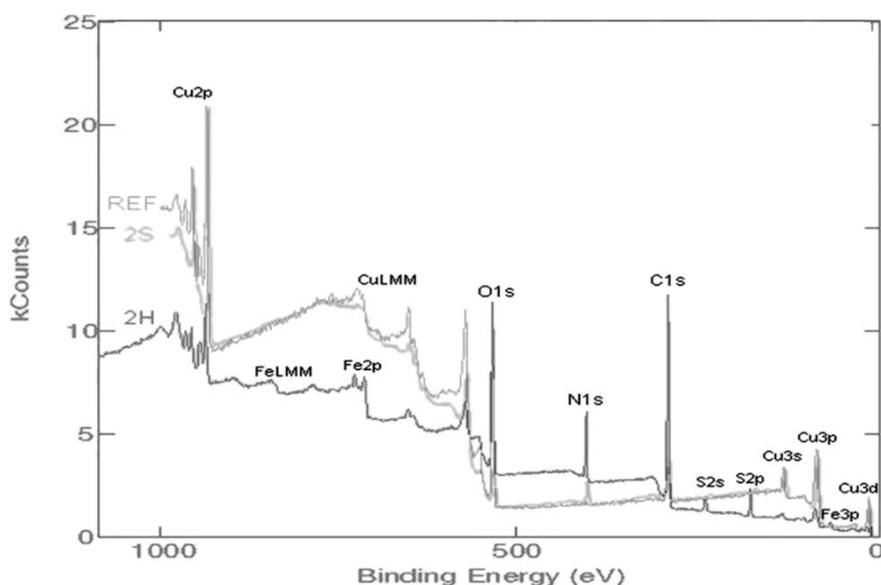
La bibliographie nous a permis d'établir que le polissage mécano chimique du cuivre faisait intervenir deux étapes, l'une consistant à transformer la surface de cuivre, la deuxième à arracher cette surface transformée.

C'est l'oxydant présent dans les slurries qui transforme le cuivre en oxyde. Il existe deux types d'oxydes de cuivre. D'autre part, les études trouvées dans la littérature parle de l'influence d'oxydant autre que celui utilisé par ALTIS. Il s'avère donc nécessaire de connaître précisément la nature de la couche transformée par le nitrate ferrique ( $Fe(NO_3)_3$ ).

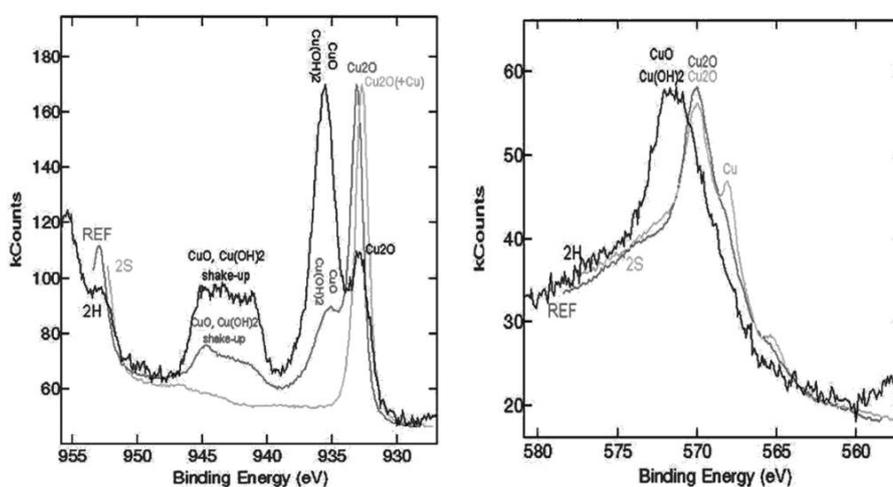
Nous avons pour cela réalisé des mesures XPS afin de faire une analyse chimique de la surface après action de l'oxydant. Nous avons présenté à la page 149 le principe des analyses XPS.

Des échantillons Blanket cuivre (recouverts uniquement de cuivre) sont prépolis, afin d'enlever la couche d'oxyde natif. On réalise des trempes dans le slurry chimique pendant 2s, 2min, 20min et 2h. La composition du slurry est présentée dans le tableau II.1 page 43. Un des échantillons est laissé sans interaction avec le slurry, c'est la référence.

Les observations (figure II.12) montrent que la couche transformée par l'oxydant est constituée de  $Cu_2O$ . Cette transformation se fait rapidement, et la couche d'oxyde ne



**FIGURE II.12** – Spectre XPS des échantillons REF, 2S et 2H, et discrimination impossible entre le  $CuO$  et le  $Cu(OH)_2$



**FIGURE II.13** – Spectre XPS des échantillons REF, 2S et 2H, et discrimination impossible entre le  $CuO$  et le  $Cu(OH)_2$

change pas entre les échantillons trempés dans le slurry 2s ou 2min. Ensuite, le degré d'oxydation du cuivre augmente encore, et la couche se transforme en  $CuO$  ou  $Cu(OH)_2$ . Il est impossible de discriminer entre les deux (figure II.13) car les pics secondaires associés à ces deux éléments sont confondus. Cette couche, néanmoins, est stable à partir de 20 min de réaction.

## II.2.2 Vitesse d'enlèvement du cuivre

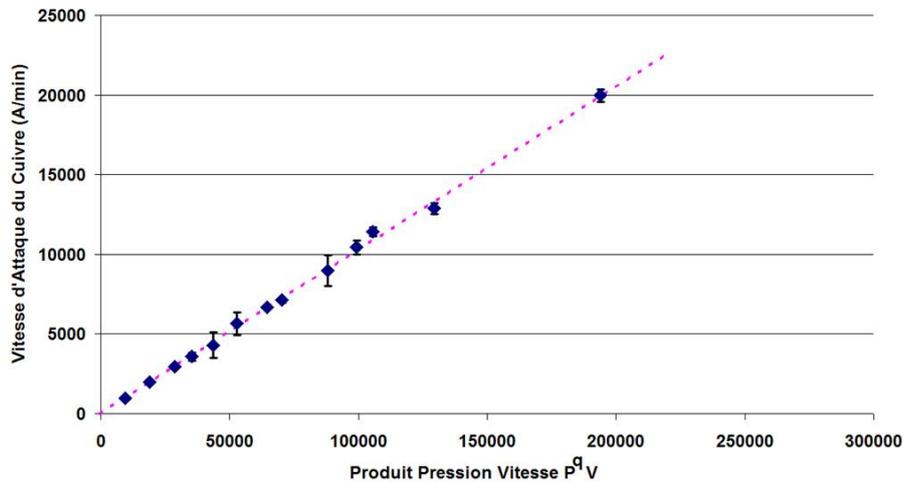
Le procédé CMP enlève de la matière avec pour but d'aplanir la surface. Il faut donc dans un premier temps connaître la façon dont la matière est enlevée sur des surfaces planes. Cela passe par la connaissance de la vitesse d'enlèvement de matière en fonction des différents paramètres. Pour cela, on mesure avant et après polissage l'épaisseur de la couche de cuivre sur un échantillon Blanket cuivre poli 15s. La mesure d'épaisseur se fait par la méthode de mesure de résistivité 4 pointes précédemment expliquée (page 150).

### II.2.2.1 Influence de la pression et de la vitesse sur le cuivre

La pression et la vitesse sont parmi les paramètres les plus importants sur le polissage. L'étude de leur influence sur la vitesse d'attaque est donc particulièrement intéressante.

Nous avons réalisé des essais en faisant varier la pression  $P$  et la vitesse linéaire  $V$ .

$P$  variait de 150hPa à 750 hPa.  $V$  variait de 25 m/min à 74 m/min.



**FIGURE II.14** – Évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) en fonction du produit  $P^{1,19}.V$

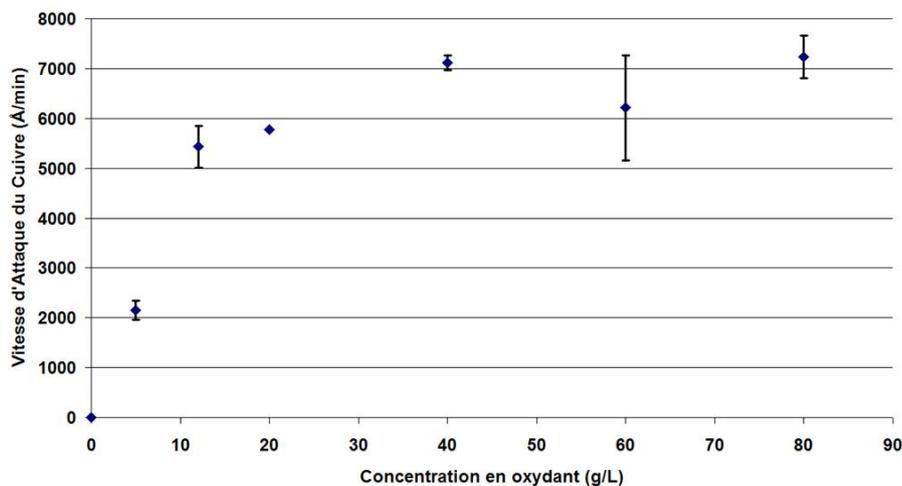
La figure II.14 présente l'évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement du cuivre) en fonction du produit  $P^{1,19}.V$ .  $h_{Cu}$  étant l'épaisseur de la couche de cuivre, on note  $\dot{h}_{Cu}$  la vitesse d'enlèvement du cuivre. On a que  $\dot{h}_{Cu} = K_P P^{1,19}.V$  avec  $K_P = 0,103 \text{Å}/m/hPa^{1,19}$  et un coefficient de corrélation de  $R^2 = 0,998$ .

Le coefficient  $q=1,19$  est expliqué dans la modélisation de la page 92.

La vitesse d'enlèvement de matière est proportionnelle à la vitesse linéaire, et cela vient du fait que l'épaisseur enlevée est proportionnelle à la distance de polissage. En effet, la vitesse d'enlèvement de matière n'est que la dérivée de l'épaisseur enlevée, et la vitesse linéaire la dérivée de la distance de polissage.

### II.2.2.2 Influence de la concentration en oxydant sur le cuivre

Afin d'évaluer l'influence de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur le polissage, nous avons réalisé des essais en faisant varier uniquement la concentration en oxydant, ce qui revient à ne faire varier que l'épaisseur de la couche, puisque la réaction de transformation du cuivre  $Cu$  en oxyde de cuivre(I)  $Cu_2O$  suit une loi de type exponentielle en fonction de la concentration. Si on considère le temps d'interaction moyen d'une particule abrasive sur le wafer et que cette interaction est la cause de l'enlèvement de matière, on peut dire que si toute la couche est enlevée lors de cette interaction, alors l'enlèvement de matière suit une loi exponentielle.



**FIGURE II.15** – Évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) en fonction de la concentration en oxydant

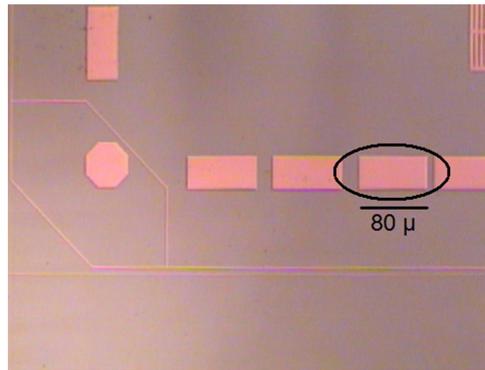
La figure II.15 présente l'évolution de la vitesse d'attaque du cuivre en fonction de la concentration en oxydant.

On voit apparaître deux parties dans cette courbe, une première partie croissante avec la concentration pour de faibles concentrations, et une partie où la vitesse d'attaque ne varie plus avec la concentration pour des fortes concentrations.

### II.2.3 Vitesse d'aplanissement

La connaissance de la vitesse d'aplanissement, c'est-à-dire la vitesse à laquelle la topologie disparaît, est primordiale. Pour l'évaluer, il suffit de mesurer la profondeur d'un motif avant et après polissage pour des temps de polissage différents. Pour cela, on choisit une zone de mesure, qui sera toujours la même d'un échantillon à l'autre (voir le paragraphe sur les zones de mesure sur les échantillons page 52) et on réalise des profils AFM.

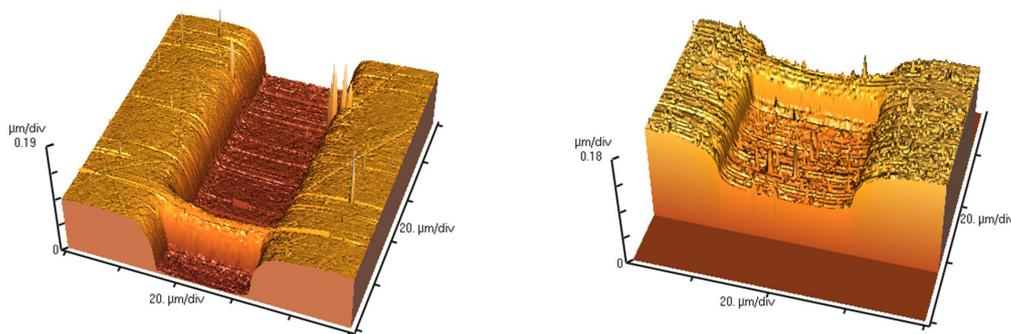
Les zones de mesure sont des plots de cuivre de 40x80 microns (figure II.16). Nous calculons la profondeur moyenne de ces plots en réalisant cinq profils dans le sens de la largeur. Pour chaque durée de polissage choisie, nous mesurons la profondeur du motif avant et après polissage.



**FIGURE II.16** – Zone de mesure

La profondeur initiale du motif peut varier d'un échantillon à l'autre, nous nous sommes donc intéressés au rapport profondeur après polissage sur profondeur initiale. Nous avons ensuite normalisé les mesures en considérant comme valeur initiale commune à tous les échantillons la valeur initiale moyenne des échantillons. Elle variait de 300 à 400 nm suivant les séries d'essais.

Les échantillons ayant été découpés sur toute la surface du wafer (et le dépôt de cuivre n'étant pas homogène en épaisseur sur tout le wafer afin de compenser les effets de non uniformité du polissage), on se retrouve avec des profondeurs initiales de motifs qui varient. Pour pallier à cela, on s'intéresse au rapport profondeur après sur profondeur avant. On normalise ensuite tous les échantillons en prenant comme profondeur initiale la profondeur moyenne de 400 nm.



**FIGURE II.17** – Profil AFM de la même zone avant (gauche) et après polissage (droite)

La figure II.17 présente les cartographies AFM du même échantillon avant et après polissage, pour un CMP d'une durée de 15 s à  $V=25$  m/min.

En réalisant ainsi ces profils avant et après pour différents temps de polissage, pour

toutes les valeurs de paramètres souhaités, on a pu obtenir des courbes d'évolution temporelle de l'aplanissement (figure II.18).

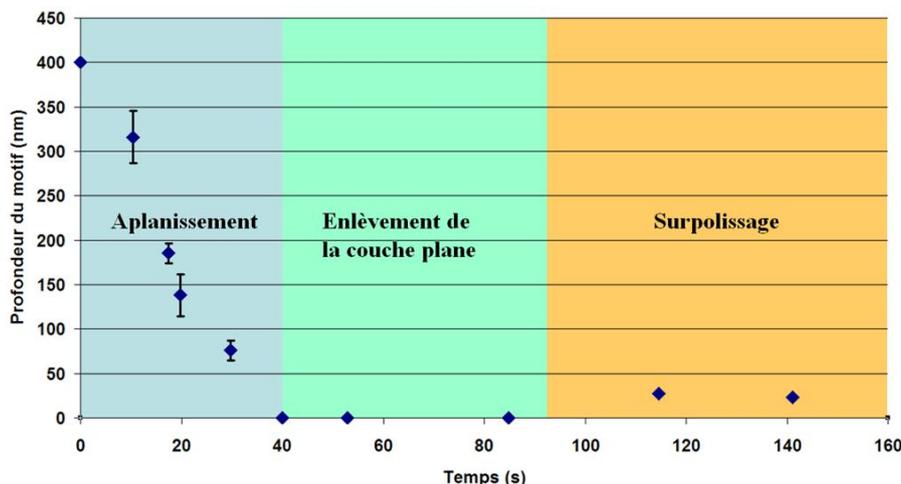


FIGURE II.18 – Courbe d'aplanissement en fonction du temps

Cette courbe permet d'autre part de mettre en évidence que les trois phases distinctes listées page 53 sont bien présentes : Aplanissement, Enlèvement du cuivre déjà plan, Surpolissage. On savait déjà que la phase d'aplanissement et celle de surpolissage existaient, puisqu'on observait l'enlèvement du cuivre en excès. On voit sur cette courbe que la phase d'enlèvement de la couche de cuivre déjà plane existe également puisqu'on observe un palier plan au cours du polissage, avant que le dishing ne se forme au cours de la phase de surpolissage. Concrètement, jusqu'à  $\approx 40s$ , on est dans la phase d'aplanissement. Ensuite, jusqu'à  $\approx 90s$ , on est dans la phase de polissage de la couche plane. Ensuite on est dans la phase de surpolissage.

En réalisant ces profils pour différentes valeurs de la vitesse, on peut obtenir la figure II.19.

On observe que la vitesse d'aplanissement croît avec la vitesse de polissage. Pour des grandes vitesses, la vitesse d'aplanissement semble croître moins vite et cela pourrait s'expliquer par un phénomène d'aquaplaning.

## II.2.4 Coefficient de frottement

La mesure du coefficient de frottement et de l'endpoint est présentée en Annexe.

La figure II.20 présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse linéaire de polissage  $V$ . On voit que le coefficient de frottement diminue avec la vitesse. On pourrait expliquer cela par un effet d'aquaplaning, dans lequel l'épaisseur du film de liquide entre le pad et le wafer augmente avec la vitesse, et par conséquent fait diminuer les interactions entre le pad et le wafer. La diminution du nombre de ces interactions

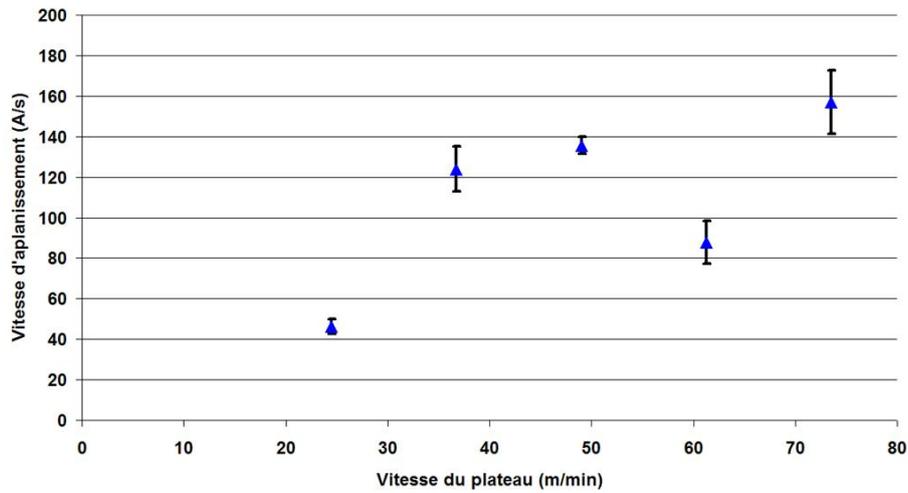


FIGURE II.19 – Courbes d’aplanissement en fonction de la pression

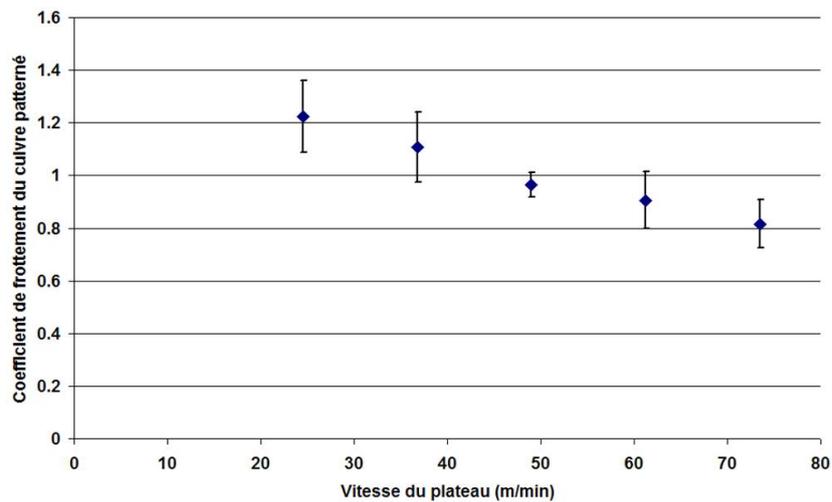


FIGURE II.20 – Coefficient de frottement du cuivre en fonction de la vitesse linéaire

devrait mener à la diminution de la vitesse d’attaque. Ce qui n’est pas le cas (figure II.14).

Il faut cependant souligner le fait que le coefficient mesuré ici (qui est le coefficient de frottement du  $Cu_2O$ ) correspond à la phase d’aplanissement. Il faut donc comparer ce coefficient à la vitesse d’aplanissement.

Or justement la vitesse d’aplanissement varie peu avec  $V$  (figure II.19).

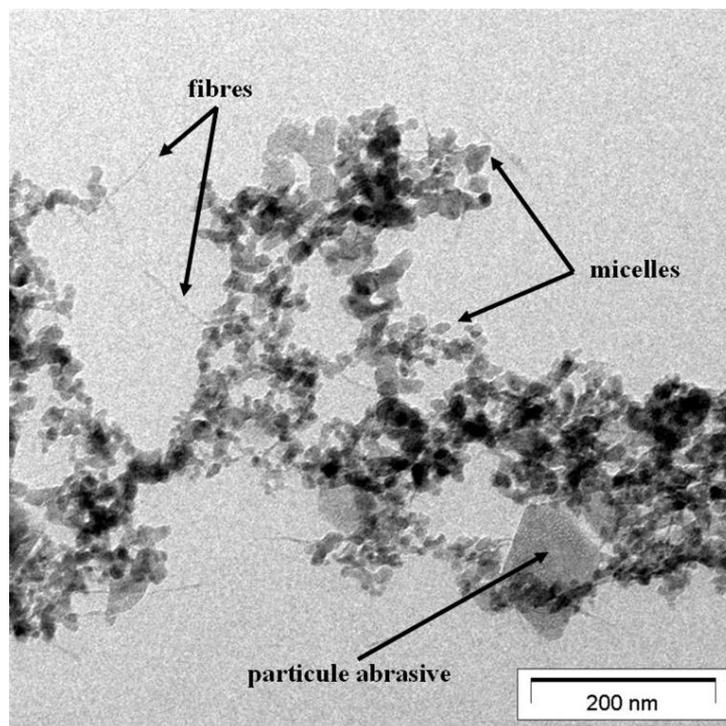
## II.2.5 Résidus de polissage

Dans la compréhension du phénomène d’enlèvement de matière, il a fallu s’intéresser aux surfaces polies. Cependant, il est également important de s’intéresser aux résidus de

polissage, à ce que deviennent les débris arrachés à la surface. Sont-ils dissous dans le slurry ? Sont-ils englobés dans des micelles de surfactant ? S'adsorbent-ils à la surface des particules abrasives ?

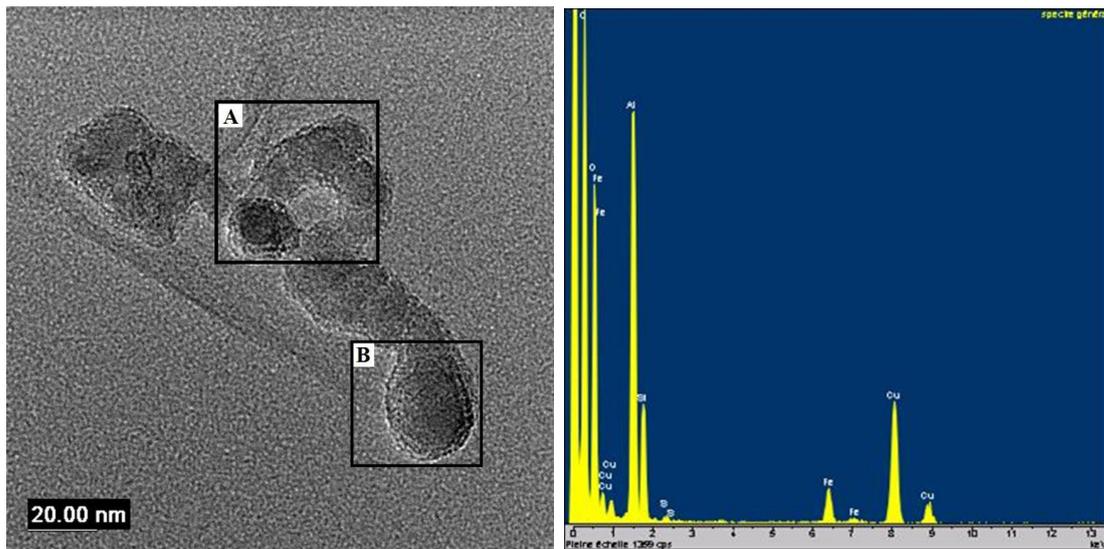
On peut proposer trois principales hypothèses. Kaufmann ou Liang suggèrent qu'il y a **dissolution** de l'oxyde de cuivre dans le slurry [68]. Il peut s'agir également de l'action des surfactants, qui formeraient des **micelles** autour des débris. Enfin, il est possible que les petits morceaux arrachés **s'adsorbent** à la surface des particules abrasives. Cela irait dans le sens également d'une interaction chimique entre les particules et la surface qui aiderait à l'abrasion.

Nous avons observé au MET les résidus de polissage. Nous avons récupéré le mélange de slurries post-CMP pour un échantillon de cuivre seul, poli 15s à 750hPa. Après lavage, centrifugation et décantation, nous avons procédé à des observations au MET de la partie sèche.



**FIGURE II.21** – Photo MET de résidus de polissage

La figure II.21 montre une photographie MET des résidus de polissage. On y retrouve trois principaux types d'objets. Tout d'abord on observe des **chapelets de micelles de surfactant**, en grand nombre. Ces chapelets de micelles expliquent la floculation du liquide après polissage. On retrouve également des **particules abrasives**, de grande taille par rapport aux micelles. On retrouve enfin des **fibres**, qui pourraient venir de l'usure des tissus de polissage (à base de polyurethane).



**FIGURE II.22** – Photo MET de résidus de polissage et spectre de la même zone

La figure II.22 (gauche) montre une photographie MET des résidus de polissage, dans une zone différente de la figure II.21. La figure II.22 (droite) présente le spectre de masse correspondant à cette figure II.22. On y dénote la présence de cuivre, de fer, d'oxygène, d'aluminium, de silicium, de carbone et de soufre. De la même manière que pour les observations XPS, on associe à chaque élément un constituant :

- *Fe* : il provient de l'oxydant nitrate ferrique.
- *Al* : il provient des particules abrasives en alumine  $Al_2O_3$ .
- *S* : il n'est présent que dans le groupement  $SO_4$  du surfactant.
- *N* : on ne le trouve que dans la molécule de BTA  $C_6N_3H_4$ .

Les autres éléments sont présents dans plusieurs constituants.

L'absence d'azote montre l'absence de molécules de BTA. Le BTA est donc soit adsorbé à la surface des échantillons soit dissous dans les liquides de polissage.

### Les chapelets de micelles de surfactant

On retrouve donc en grand nombre les chapelets de micelles. Les études spectrométriques montrent qu'il y a du soufre, présent uniquement dans les molécules de surfactant. Les micelles sont donc des arrangements de molécules de surfactant. On se trouve d'ailleurs après la concentration micellaire critique, dans la zone où le surfactant se trouve en solution sous forme de micelles (voir page 19).

La figure II.23 montre des grossissements des zones encadrées A et B de la figure II.22. On y distingue des arrangements cristallins d'atomes à l'intérieur des micelles.

Dans certaines micelles (figure II.23B) on retrouve plusieurs orientations cristallines

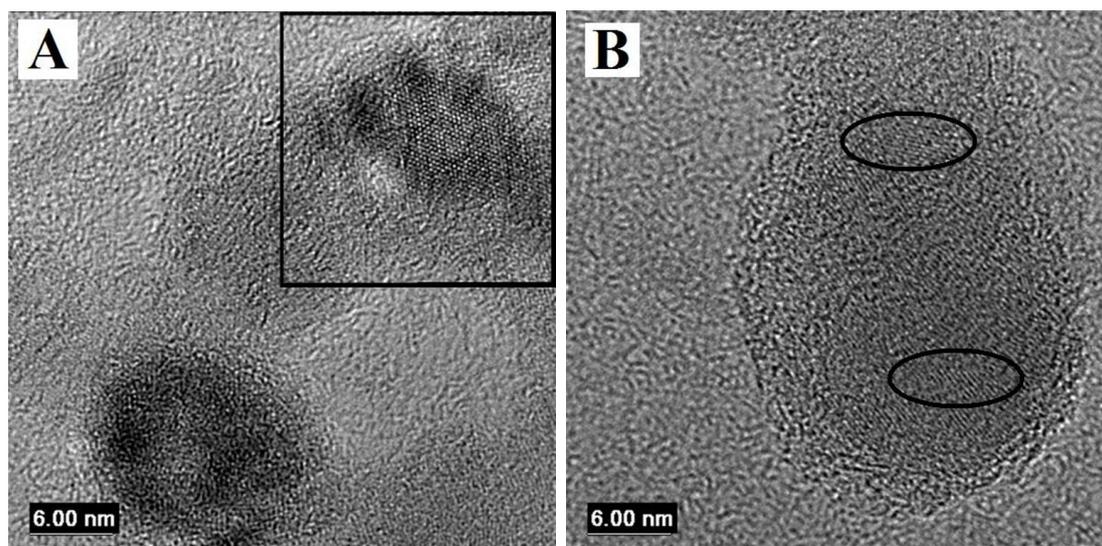


FIGURE II.23 – Détails des zones encadrées A et B de la figure II.22

différentes suivant la zone d'observation. Cela peut vouloir dire qu'on peut retrouver plusieurs morceaux provenant de zones différentes de la surface dans la même micelle. Mais il est plus probable que les débris arrachés aient une dimension supérieure à la taille des grains : on retrouve dans la micelle plusieurs grains différents.

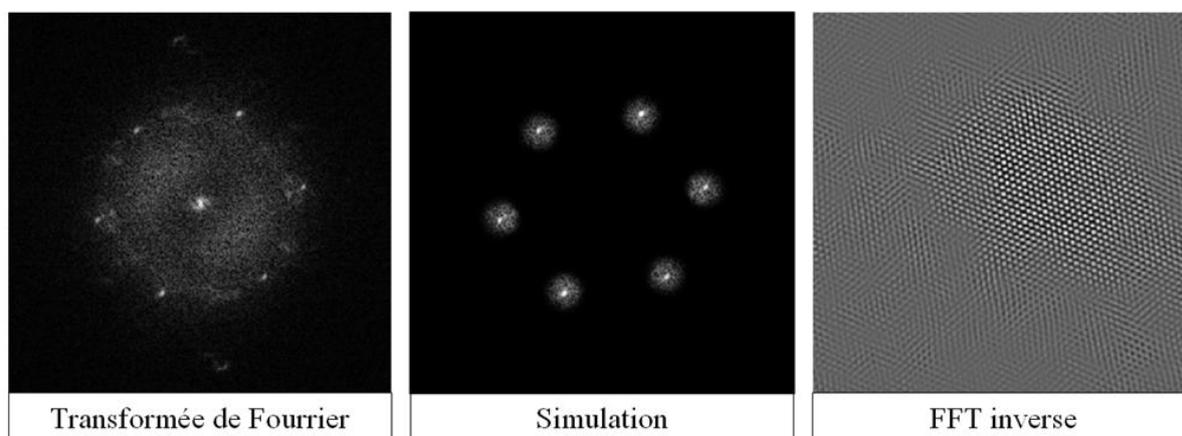


FIGURE II.24 – Traitement Fourier de la zone encadrée de la figure II.23A

La figure II.24 montre le traitement par série de Fourier de la zone encadrée de la figure II.23A. La transformée de Fourier révèle une structure hexagonale. Lorsqu'on réalise une simulation à partir de cette transformée, et qu'on réalise la transformée inverse, on peut calculer l'espacement entre deux rangées d'atomes. On trouve ici entre  $3.6$  et  $3.7\text{\AA}$ . Or le cuivre du wafer est cristallin (cubique face centrée, de facteur de maille  $a = 3.615\text{\AA}$ ). On peut remarquer que la transformée inverse ressemble beaucoup à la zone de mesure initiale.

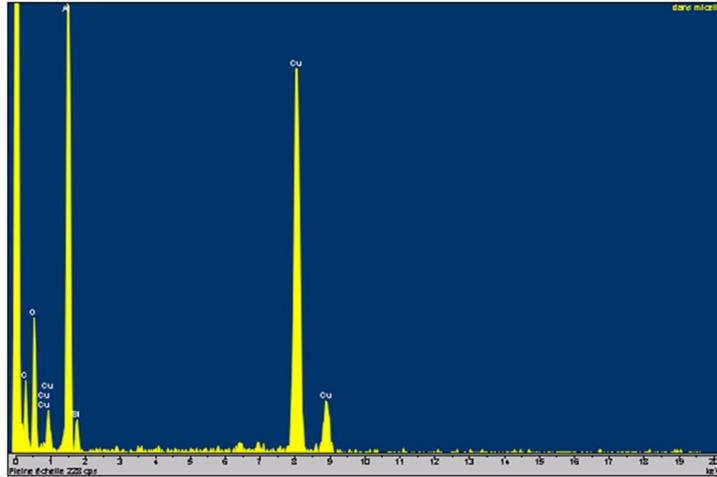


FIGURE II.25 – Spectre de la zone encadrée de la figure II.23A

La figure II.25 montre le spectre de la zone encadrée de la figure II.23A. Il expose ce que l'on trouve dans les micelles. On y trouve principalement du cuivre, de l'aluminium, ainsi que de l'oxygène. Le cuivre provient de la surface des wafers qui a été arrachée, il se trouve sous la forme d'oxyde (I)  $Cu_2O$ . L'aluminium provient des particules abrasives qui soit ont été usées et fragmentées, soit étaient très petites dès le départ. L'oxygène vient de l'oxyde de cuivre.

On retrouve donc à l'intérieur des micelles de surfactant des morceaux de matière arrachée au wafer. Cela permet d'expliquer pourquoi lorsqu'on ne met pas de surfactant dans les slurries, on observe une très forte défektivité [24]. En effet, lorsqu'on ne met pas de surfactant, les morceaux arrachés ne sont plus englobés dans des micelles et peuvent donc venir agresser la surface.

### Les particules abrasives

La figure II.26 présente une photographie MET d'une particule abrasive. Leurs dimensions moyennes sont bien dans les spécifications d'ALTIS, à savoir autour de 200 nm.

### Les fibres

Les seules fibres présentes dans le système de polissage proviennent du tissu de polissage en polyuréthane. Vraisemblablement, le CMP use la surface du polymère et en arrache des filaments.

La figure II.27 montre le spectre réalisé sur une fibre.

On peut remarquer que l'on ne retrouve du fer que sur ces filaments, et pas dans les micelles. On peut remarquer également qu'on ne retrouve pas d'aluminium sur ces fibres.

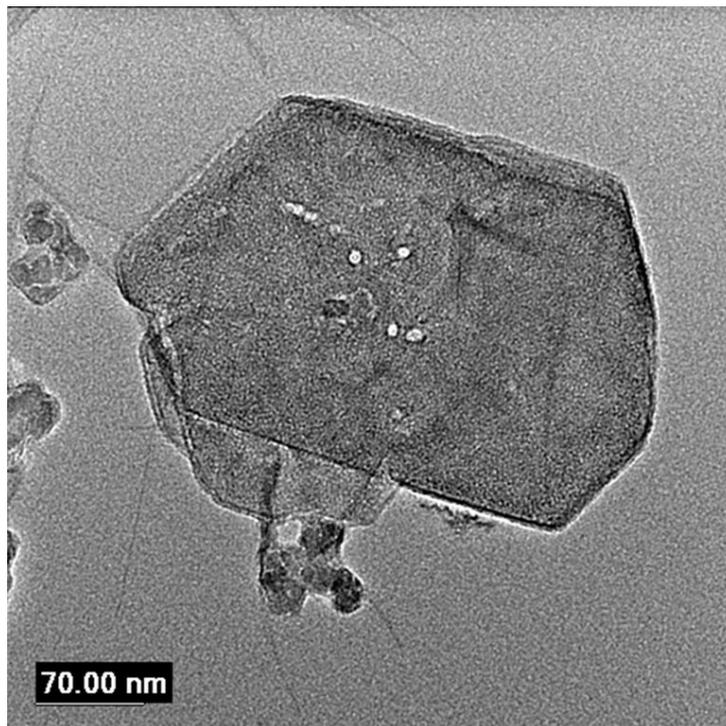


FIGURE II.26 – Particule abrasive

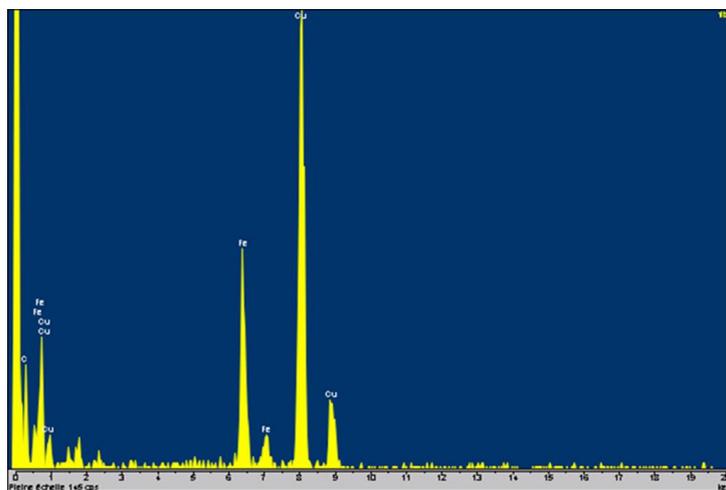


FIGURE II.27 – Spectre d'une fibre

L'aluminium reste donc vraisemblablement sous forme de particules et ne s'adsorbe pas aux fibres.

En revanche, on retrouve du cuivre sur ces fibres, ce qui aurait tendance à prouver que le cuivre a une interaction avec le polymère, qui aide à son arrachage. Il s'agirait donc ici de molécules de cuivre ou d'oxyde de cuivre adsorbées aux fibres de polymère, peut-être provenant d'une légère dissolution. Cependant ni le cuivre ni l'oxyde ne sont solubles dans l'eau. Peut-être le sont-ils dans les slurries, qui comportent d'autres constituants.

On retrouve donc le cuivre sous deux formes :

- des débris particulaires englobés dans des micelles de surfactant ;
- des molécules de cuivre ou d'oxyde de cuivre adsorbées aux fibres de polymère.

## II.2.6 Conclusions

Ces premiers résultats nous permettent de mieux entrevoir les phénomènes physiques intervenant dans le polissage. On peut même commencer par proposer une modélisation du phénomène d'enlèvement de matière.

La surface, une fois transformée par la chimie, est arrachée par les particules abrasives.

Ces dernières s'indentent dans le pad pour s'y retrouver fixées, et s'indentent également dans le wafer pour venir y arracher de la matière.

Les particules abrasives n'arrachent que la couche transformée, puisque la vitesse d'attaque suit la même loi exponentielle en fonction de la concentration que celle de transformation de la couche.

Nous allons revenir et approfondir ces premiers résultats dans les deux parties suivantes. La troisième partie s'intéressera à la transformation du cuivre en oxyde de cuivre et à l'utilité de cette transformation. La quatrième partie essaiera d'expliquer, en prenant phase par phase le polissage, les phénomènes physiques à l'origine de l'enlèvement de cette couche transformée.



## Troisième partie

### Modification chimique de la surface



La couche de surface qui est transformée par les agents chimiques est celle qui sera enlevée par les abrasifs. Il s'avère donc nécessaire de la caractériser et de comprendre comment elle se forme.

Par des observations XPS, nous avons déterminé la composition chimique de cette couche d'oxyde de cuivre, et nous avons également obtenu une idée de sa cinétique de réaction.

C'est l'oxydant qui est le réactif transformant le cuivre en oxyde de cuivre. Nous nous sommes donc attachés à comprendre comment la concentration en oxydant affectait le polissage, et plus particulièrement la vitesse d'attaque.

## III.1 Transformation du Cuivre

Les observations XPS (*X-Ray Photoelectron Spectroscopy*) nous ont permis de déterminer la composition précise de la couche de passivation ainsi qu'un ordre de grandeur assez précis de son épaisseur.

Nous avons réalisé des tests sur des échantillons ayant réagi 2 secondes, 2 minutes, 20 minutes, et 2 heures, ainsi que sur des références n'ayant jamais été en contact avec les réactifs chimiques. On a pu ainsi obtenir une idée de la cinétique de la réaction de passivation.

### III.1.1 Procédé expérimental

Les échantillons sont des tranches de produits témoin cuivre seul. On réalise un pré-polissage à l'eau déionisée afin d'enlever la couche d'oxyde formée à l'air, puis on trempe dans le slurry chimique (voir composition dans le tableau II.1) pendant des durées allant de 2 s à 2 h. On rince à l'eau déionisée et on sèche avec un jet d'azote ( $N_2$ ). On met

ensuite sous vide les échantillons pour analyse. Une fois rincés et séchés, les échantillons restent un maximum de 30 minutes à l'air libre<sup>1</sup>.

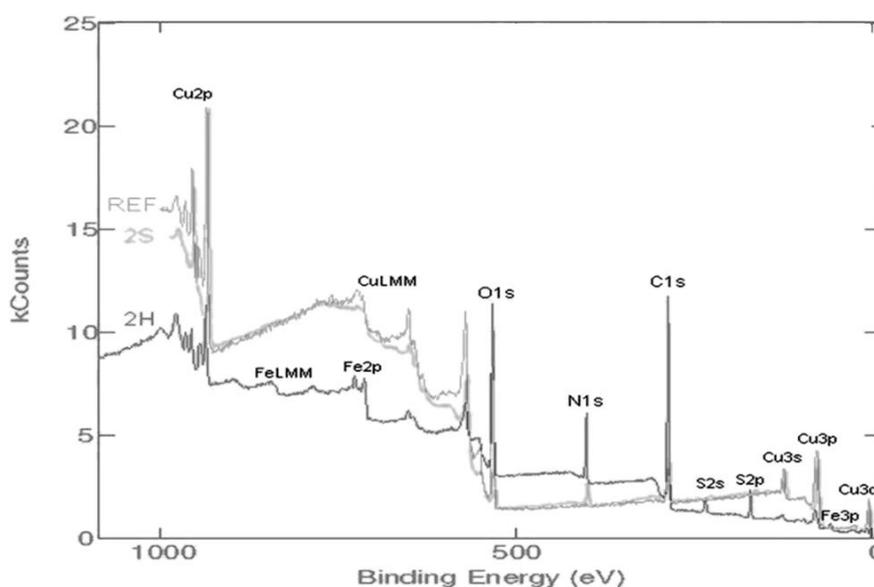
On garde un échantillon référence (REF) qu'on ne polit ni ne fait réagir avec la solution chimique, ainsi qu'un autre échantillon référence (REF CMP) qu'on prépolit simplement mais ne fait pas réagir avec la solution chimique. Enfin, un des échantillons est poli selon le procédé CMP, puis mis sous vide (échantillon CMP Gen4).

Le tableau III.1 reprend la liste des échantillons cuivre et leur nomenclature.

	prépolissage	trempe dans le Gen4B
<b>REF</b>	pas de prépolissage	–
<b>REF CMP</b>	polissage eau DI	–
<b>CMP Gen4</b>	polissage CMP	–
<b>2S</b>	polissage eau DI	2 secondes
<b>2M</b>	polissage eau DI	2 minutes
<b>20M</b>	polissage eau DI	20 minutes
<b>2H</b>	polissage eau DI	2 heures

**TABLEAU III.1** – Nomenclature des échantillons cuivre XPS

Comme nous l'avons expliqué plus haut, chaque pic d'énergie (figure III.1) correspond à un élément chimique ou à un groupement chimique. Par exemple le pic noté  $Cu_{3s}$  correspond au niveau 3s de l'atome de cuivre, le pic  $N_{1s}$  correspond au niveau 1s de l'azote. On va donc associer à chaque constituant un élément unique, qui nous permettra de déceler sa présence.



**FIGURE III.1** – Spectre XPS des échantillons REF, 2S et 2H

<sup>1</sup>L'air oxyde le cuivre et le transforme en oxyde de cuivre : c'est la couche d'oxyde naturelle.

La formule chimique du nitrate ferrique est  $Fe(NO_3)_3$ . On caractérisera sa présence par la présence de fer  $Fe$ . Nous ne prenons pas le groupement  $NO_3$  car, comme il est un des réactifs, il risque de ne pas se retrouver sur les surfaces.

La formule chimique du BTA est  $C_6N_3H_4$ . On le caractérisera par la présence de l'atome d'azote  $N$ . Il faut remarquer que le groupement  $NO_3$  pouvant provenir du nitrate ferrique aura un pic différent de l'azote  $N$ .

Le surfactant est du n-octyl sulfate de sodium,  $CH_3(CH_2)_7SO_4^{2-}$ . On caractérisera sa présence par le groupement sulfate  $SO_4$ .

Le tableau III.2 reprend les valeurs des pics observés pour chacun de ces éléments ou groupements lors de la mesure XPS (figure III.1).

éch	Cu <sub>2p3</sub>	O <sub>1s</sub>	C <sub>1s</sub>	N <sub>1s</sub>	S <sub>2p</sub>	Fe <sub>2p</sub>	État chimique du Cu
REF	20	45.3	34.7	-	-	-	$Cu_2O (+CuO)$
REF CMP	42.7	24.7	31.7	-	-	-	$Cu (+Cu_2O)$
CMP Gen4	45.9	32.3	20.7	-	-	-	$Cu (+CuO+Cu_2O)$
2S	16.4	19.4	50.2	10.7	3.3	-	$Cu_2O (+Cu)$
2M	18.5	18.1	47.3	12.3	2.1	-	$Cu_2O (+Cu)$
20M	2.2	19.6	61.2	10.9	5.3	0.7	$CuO (+Cu_2O)$
2H	2.36	21.4	59.6	11.4	5.2	1.5	$CuO (+Cu_2O)$

TABLEAU III.2 – Résultats XPS des échantillons cuivre

Pour estimer les épaisseurs, nous considérons le libre parcours moyen des électrons dans le matériau. Le libre parcours moyen est la distance moyenne qu'un électron peut parcourir sans rencontrer aucun obstacle qui pourrait le faire changer de direction ou le stopper.

Le libre parcours moyen  $l$  d'un électron dans un matériau dépend du matériau en question et de l'énergie cinétique de l'électron (plus elle est grande, plus ce libre parcours augmente). Par exemple, 63% du signal provient de la couche supérieure d'épaisseur  $l$ , 87% de la couche supérieure d'épaisseur  $2l$ , 95% de la couche supérieure d'épaisseur  $3l$ , etc.

Pour le Cuivre, les 2 pics mesurées sont  $Cu_{2p3/2}$  (pic d'énergie  $E_c = 533eV$ ) et  $Cu_{LMM}$  (pic Auger de différence d'énergie  $E_c = 918eV$ ), soit  $l = 11\text{\AA}$  et  $l = 15\text{\AA}$  respectivement. La couche oxydée étant en surface, si on détecte une très faible quantité de Cu(métal) sur la raie  $Cu_{LMM}$ , l'épaisseur de la couche oxydée est d'environ  $3l$  soit  $45\text{\AA} = 4,5\text{ nm}$ .

Ainsi, pour l'échantillon REF (sur les spectres), l'épaisseur  $Cu_2O$  est d'environ 5 nm (on devine la présence du Cu(Métal) en plus du  $Cu_2O$  sur le spectre  $Cu_{LMM}$ ).

Pour l'échantillon REF CMP, l'épaisseur de  $Cu_2O$  serait d'environ 1 nm.

### III.1.2 Couche passivée à l'air

L'observation de l'échantillon REF (non poli et n'ayant pas réagi avec le slurry chimique) nous permet de dire que la couche formée à l'air libre par passivation est constituée de  $Cu_2O$ . On ne connaît pas précisément son épaisseur, mais cela n'est pas très important

puisque l'on ne sait pas combien de temps a duré l'exposition à l'air libre. On la qualifiera d'épaisse, i.e. supérieure à 5 nm.

Les mesures effectuées sur l'échantillon REF CMP (prépoli à l'eau mais non trempé) ont montré que l'épaisseur de la couche d'oxyde est alors de 1 nm environ. Cette fine couche n'a pu se former que sous l'action de l'air, pendant les quelques 30 min séparant le prépolissage de la mise sous vide. L'action de l'eau est faible puisque ce n'est pas un bon oxydant du cuivre, mais surtout parce que l'on sèche rapidement l'échantillon après polissage ; il se retrouve donc à l'air. On trouve les mêmes résultats pour l'échantillon CMP Gen4 ayant subi un polissage de type CMP mais pas de trempe dans le slurry chimique (on dénote simplement la présence d'un peu de  $CuO$ ).

La réaction avec l'oxygène de l'air crée une couche de  $Cu_2O$ .

- $\approx 1$  nm se forment en 30 min ;
- $\approx 5$  nm pour une surface totalement passivée.

### III.1.3 Couche passivée par une réaction courte

Pour les échantillons 2S et 2M, prépolis et trempés respectivement  $2$  s et  $2$  min, les résultats sont les mêmes.

On observe que la couleur de la surface des échantillons est exactement la même que celle des échantillons n'ayant pas été trempés.

Par ailleurs, les analyses XPS (tableau III.2) montrent que la couche superficielle est constituée de  $Cu_2O$ , et on dénote la présence également de BTA et du surfactant, présents tous les deux dans le liquide réactionnel.

La réaction ayant lieu est la suivante :



Les ions nitrates proviennent du nitrate ferrique  $3NO_3^- + Fe^3$ .

En mesurant les quantités respectives en azote  $N$  (présent uniquement dans le BTA à hauteur de 3 atomes par molécule) et en sulfate  $SO_4$  (présent dans le surfactant, un groupement par molécule), on peut calculer les pourcentages relatifs de recouvrement de la surface de l'échantillon par le BTA et le surfactant. Pour une réaction de 2 s, on a 57% de molécules de BTA et 43% de molécules de surfactant.

Le BTA se lie avec les atomes de cuivre<sup>2</sup>.

Le surfactant, par son groupement ionique  $SO_4^{2-}$  se lie avec les ions  $Cu^{2+}$  ou d'autres éléments ioniques présents sur la surface<sup>3</sup>.

---

<sup>2</sup>cf. paragraphe I.3.3 sur les inhibiteurs de corrosion

<sup>3</sup>cf. paragraphe I.3.4 sur les agents tensioactifs

Pour l'échantillon 2S, l'épaisseur  $Cu_2O$  est d'environ 3 nm (on peut estimer la proportion de Cu(Métal) vs. Cu(oxydé) à environ 20% sur le spectre  $Cu_{LMM}$ ).

Cela nous permet de dire que le nitrate ferrique accélère la formation de la couche d'oxyde, puisqu'à l'air, elle était de 1 nm seulement au bout de 30 min.

La figure III.2 présente l'allure schématique d'un échantillon trempé 2 s dans le slurry chimique.

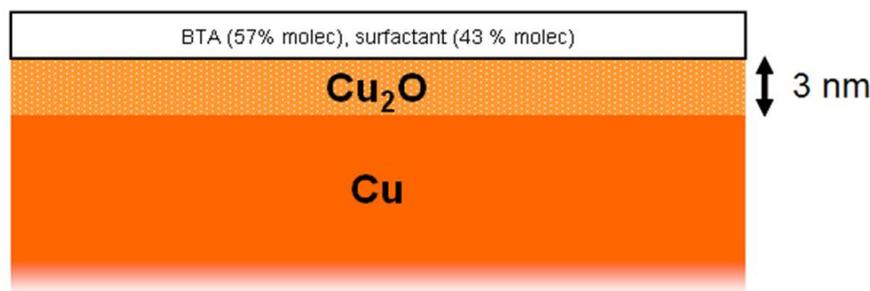
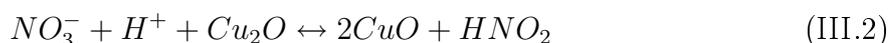


FIGURE III.2 – Échantillon 2S

### III.1.4 Couche passivée par une réaction longue

Les résultats observés pour les échantillons 20M et 2H sont très semblables entre eux. Les deux échantillons ont la même couleur en surface (plus sombre que pour les échantillons correspondant à une réaction courte) et les mêmes caractéristiques concernant la couche.

La couche de  $Cu_2O$  qui s'était formée dans un premier temps (échantillons 2S et 2M) a été oxydée en  $CuO$  ou  $Cu(OH)_2$ , mais il reste du  $Cu_2O$ . Les réactions possibles sont les suivantes :



La différenciation entre le  $CuO$  et le  $Cu(OH)_2$  est difficile à faire par XPS, car les pics sont confondus (figure III.3).

On observe un gradient de degré d'oxydation : à cœur,  $Cu(0)$  sous forme cuivre métallique ; puis une couche de  $Cu(I)$  sous forme de  $Cu_2O$ , et enfin en surface du  $Cu(II)$  sous forme  $CuO$  ou  $Cu(OH)_2$ . Il s'agit plus vraisemblablement de  $CuO$  car la diffusion du groupement  $OH$  dans la couche de  $Cu_2O$  est plus difficile que celle de l'atome d'oxygène seul.

La figure III.4 reprend la disposition des couches successives sur l'échantillon 2H.

En faisant la même analyse quantitative que pour 2S, on évalue les pourcentages relatifs

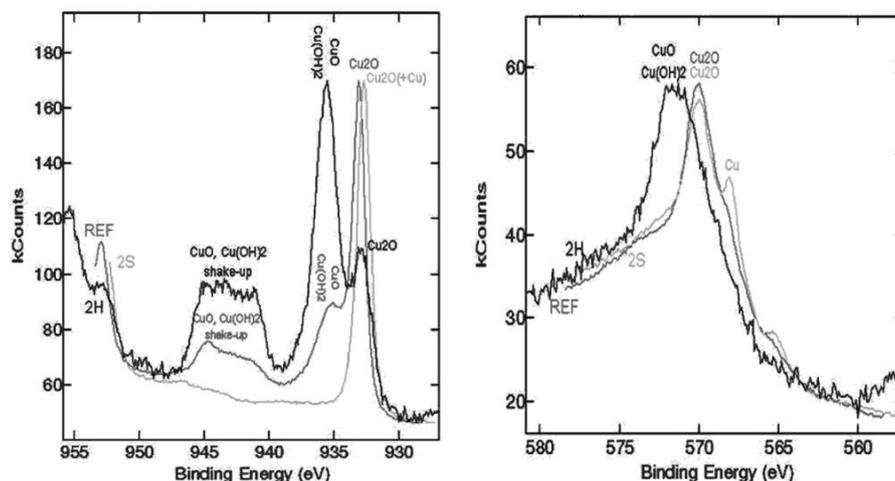
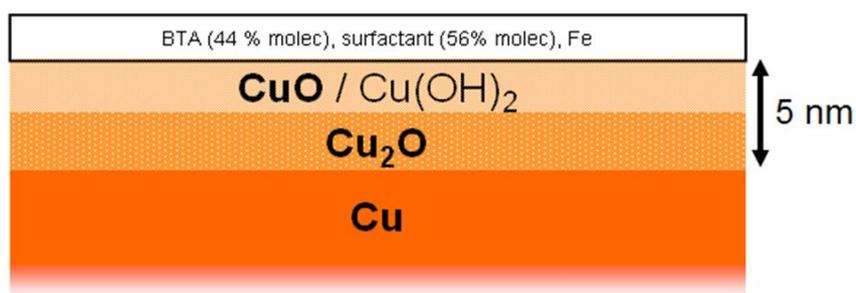

 FIGURE III.3 – Discrimination impossible entre le  $CuO$  et le  $Cu(OH)_2$ 


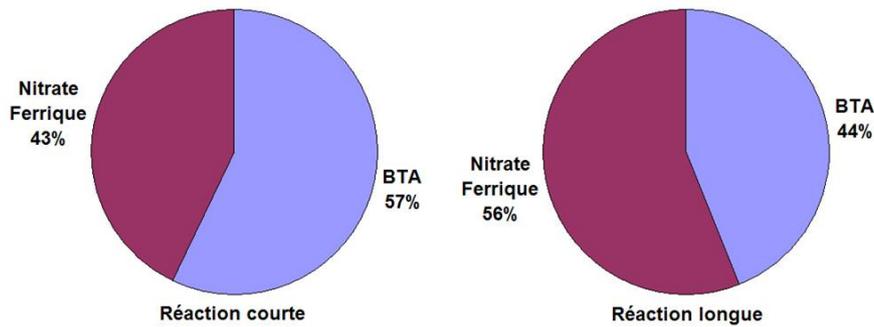
FIGURE III.4 – Échantillon 2H

de BTA et de surfactant. Outre le fait que l'on retrouve des traces de fer en surface<sup>4</sup>, les pourcentages relatifs en BTA et surfactant ont légèrement changé : on a désormais 44% de molécules de BTA et 56% de molécules de surfactant.

La figure III.5 présente l'évolution des rapports de surfaces occupées par le BTA et le nitrate ferrique pour une réaction courte et une réaction longue. Cette évolution peut s'expliquer par le changement de degré d'oxydation de la couche superficielle, qui présente plus de points d'attache en  $Cu(II)$ ,  $Cu^{2+}$ , facilitant l'adsorption du surfactant au détriment du BTA.

D'autre part, l'épaisseur de  $CuO + Cu_2O$  qu'on observe sur l'échantillon 2H est supérieure à 5 nm (pas de Cu(Métal) détecté).

<sup>4</sup>provenant du nitrate ferrique.

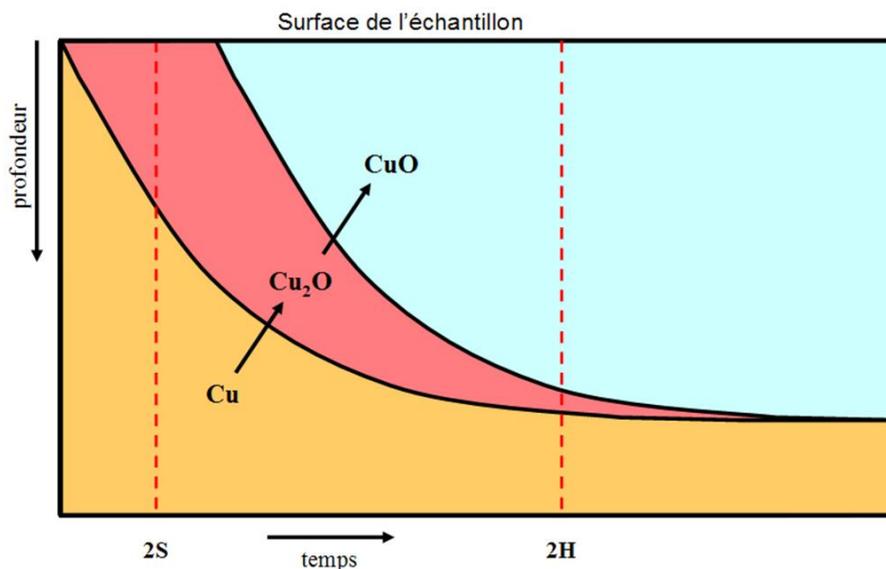


**FIGURE III.5** – Proportion relative en BTA et en nitrate ferrique sur des surfaces ayant réagi 2s (réaction courte) et 2h (réaction longue)

### III.1.5 Conclusions

Le slurry chimique est bien responsable de la formation d'une couche de passivation. Cette couche est formée d'oxyde de cuivre  $Cu_2O$  ou  $CuO$  en fonction de la durée de réaction. En fait, deux facteurs vont intervenir : la durée de réaction et la concentration en oxydant [14]. Ces deux paramètres vont jouer à la fois sur la constitution de la couche et sur son épaisseur. Augmenter l'un des deux fait augmenter l'épaisseur totale de la couche. Augmenter la concentration fait passer plus rapidement de  $Cu$  à  $Cu_2O$  puis à  $CuO$ .

On peut schématiquement représenter l'évolution temporelle de la passivation du cuivre par la figure III.6. L'axe horizontal représente le temps de réaction (le temps de



**FIGURE III.6** – Schéma de l'évolution temporelle de la passivation du cuivre

trempe dans le slurry). L'axe vertical représente la profondeur à partir de la surface (partie supérieure). L'échantillon 2S se retrouve donc assez tôt sur l'échelle des temps, et on retrouve le schéma III.2 quant aux épaisseurs et positions relatives des couches de Cu et

$Cu_2O$ . L'échantillon 2H se retrouve un peu plus loin sur l'axe temporel, et l'on retrouve le schéma III.4 avec la couche relativement épaisse de  $CuO$ , la couche intermédiaire de  $Cu_2O$  et le cuivre à cœur.

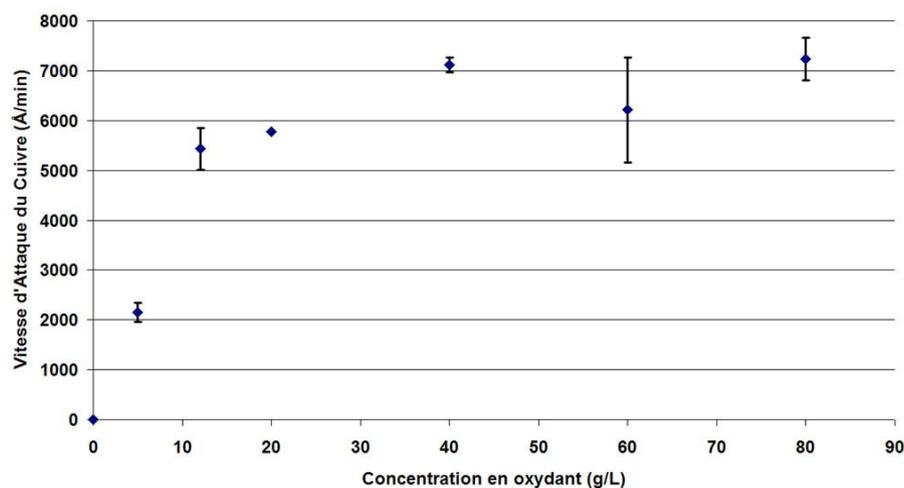
On retrouve les mêmes résultats avec le nitrate ferrique que ceux que présentaient Hernandez sur le peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ , cf. paragraphe I.3.7.1 sur la composition de la couche) [14].

Le polissage du cuivre a des temps caractéristiques très courts. La durée entre deux impacts successifs par des particules abrasives en un point donné de la surface est d'environ 0,01 à 0,4 s [7]. Cela veut donc dire qu'en régime dynamique, lors d'un polissage mécano chimique, on se trouve dans la configuration de l'échantillon 2S. Le polissage du cuivre que réalise ALTIS est donc en réalité un polissage du  $Cu_2O$ . Il reste à déterminer de quelle façon l'enlèvement du  $Cu_2O$  se produit, s'il s'agit d'abrasion mécanique, de dissolution, etc.

## III.2 Différences entre $Cu$ et $Cu_2O$

Le polissage du cuivre est beaucoup moins rapide que celui de son oxyde, et de nombreux défauts apparaissent en surface. Nous avons listé les différences entre le cuivre et son oxyde pour essayer de comprendre pourquoi la transformation facilite le polissage.

### III.2.1 Vitesses d'enlèvement



**FIGURE III.7** – Évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) en fonction de la concentration en oxydant

Lorsqu'on ne met pas du tout d'oxydant, nous l'avons vu, la vitesse d'enlèvement du cuivre est pratiquement nulle, et elle augmente avec l'ajout d'oxydant (figure III.7). Or, l'oxydant étant le seul responsable de la transformation du cuivre, ne pas en mettre revient à réaliser un polissage du cuivre pur. Lorsqu'on met de l'oxydant, on permet la transformation du cuivre, et donc le polissage devient un enlèvement de l'oxyde de cuivre  $Cu_2O$ .

On peut donc dire que le cuivre est beaucoup moins bien poli que son oxyde. Essayons de voir si cela peut provenir de ses propriétés mécaniques.

### III.2.2 Création d'une interface

Nom	Cuivre	Oxyde de Cuivre
Formule	$Cu$	$Cu_2O$
Structure	cubique à face centrée	cubique centrée
densité	$8,96g.cm^{-3}$	$6,0g.cm^{-3}$
dureté Mohs	3	3,5-4
solubilité dans l'eau	insoluble	insoluble
dans un autre solvant		
module de Young	130 Gpa	
Ténacité	ductile	fragile

**TABLEAU III.3** – Comparaison des propriétés du cuivre et de son oxyde(I)

Le tableau III.3 liste les différences de propriétés entre le cuivre et son oxyde (I). Nous ne nous intéresserons qu'à l'oxyde (I) puisqu'au vue de la durée caractéristique du polissage,  $t_{int}$  qui est de l'ordre de 0,01 à 0,4 s, c'est lui qu'on enlève.

Le  $Cu_2O$  est plus dur que le Cu (voir dureté Mohs dans le tableau III.3). Cette différence de dureté va créer une différence dans le polissage. En effet, les zones plus dures d'un matériau sont en général également plus fragiles. L'enlèvement de ces zones est donc plus facile que s'il s'agissait de surface ductile, ayant un comportement élastique. Singh *et al.* signalent d'ailleurs qu'en raison de la nature fragile de l'oxyde de cuivre, le mécanisme d'enlèvement de matière dans un film d'oxyde métallique doit être la conséquence de l'enlèvement total du film au-delà d'une certaine force de cisaillement critique et/ou d'une contrainte normale [7].

### III.2.3 Propriétés mécaniques

Le cuivre et son oxyde ont des propriétés mécaniques différentes. Cependant la très petite dimension de la couche d'oxyde ( $\approx 2nm$ ) va rendre très difficile les comparaisons entre les deux matériaux. On peut toutefois signaler que l'oxyde de cuivre est plus dur et fragile que le cuivre. Sa réaction en cisaillement risque donc de faciliter l'enlèvement de cette couche fragile.

Des analyses et essais plus approfondis pour quantifier ces différences de propriétés mécaniques sont envisagés.

### III.2.4 Interaction avec le BTA

Le BTA s'adsorbe préférentiellement au cuivre Cu. Ainsi, lorsque la transformation a lieu, le BTA aura plus de mal à s'adsorber en surface, et son action passivante (voir partie bibliographique page 16) sera grandement diminuée.

Concrètement, cela veut dire que si l'on ne met pas d'oxydant, la transformation ne se fait pas, et le BTA s'adsorbe très facilement au cuivre, le protégeant des agressions des particules abrasives. L'ajout d'oxydant limite ainsi cette adsorption et facilite donc l'abrasion.

### III.2.5 Conclusions

La transformation chimique de la surface facilite l'enlèvement. Les propriétés mécaniques de la couche transformée étant différentes de celles du cuivre, une interface peut se créer qui facilitera l'enlèvement de toute cette couche. Des analyses plus poussées de cette interface permettraient de mieux saisir le processus d'enlèvement de matière.

Nous allons maintenant nous intéresser à l'enlèvement à proprement dit de cette couche transformée. Le polissage d'un échantillon patterné<sup>1</sup> va se dérouler en trois étapes (citées page 53) : l'aplanissement, l'enlèvement de la couche de cuivre plan, et le surpolissage. Nous commencerons notre étude par la phase d'enlèvement du cuivre plan, car elle fait intervenir moins de paramètres importants, et servira de base à l'explication des deux autres étapes. Nous poursuivrons notre étude par l'explication de la phase d'aplanissement pour finir par l'étude du surpolissage.

---

<sup>1</sup>présentant des motifs



Quatrième partie  
Enlèvement de matière



## IV.1 Processus de polissage

Nous présenterons dans cette partie comment se fait l'enlèvement de la couche transformée.

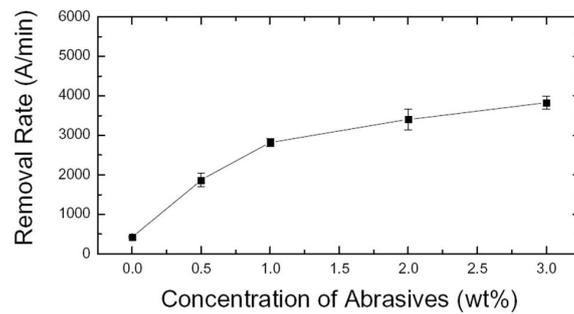
Une fois que la couche a été transformée, elle est arrachée par les particules abrasives. Ces particules, qui sont en alumine, viennent indenter la surface du wafer pour lui arracher des morceaux de matière, sous forme de sillons qu'elles créent sur la surface. La dimension de ces sillons sera donnée par la distance parcourue par la particule sur le wafer, par sa taille et par la profondeur de son indentation. La pression va jouer un rôle très important, puisque c'est elle qui donne la profondeur d'indentation. On relie également la distance de polissage à l'enlèvement de matière, ce qui nous donne une relation entre la vitesse de polissage et la vitesse d'enlèvement de matière. Nous obtenons ainsi une modélisation de l'enlèvement de matière, que nous confronterons à nos résultats expérimentaux.

Nous étudierons également l'influence d'autres paramètres sur ce polissage, comme les propriétés du tissu de polissage. Nous nous pencherons également sur les évolutions du coefficient de frottement, et sur l'état des surfaces après polissage en fonction de la concentration en oxydant.

Enfin, nous nous intéresserons à une dernière question : enlève-t-on toute la couche de matière à chaque interaction entre une particule abrasive et le wafer ?

### IV.1.1 Influence des abrasifs

Les particules abrasives sont à l'origine de l'enlèvement de la matière. Nous allons nous intéresser ici à l'influence des particules abrasives présentes dans les slurries. Ces particules sont en alumine  $Al_2O_3$ .



**FIGURE IV.1** – Vitesse d’Attaque du cuivre en fonction de la concentration en abrasifs [36]

La figure IV.1 montre l’influence de la concentration en particules abrasives sur la vitesse d’attaque du cuivre. Lorsqu’on augmente la concentration en particules abrasives, on augmente la vitesse d’attaque [36].

Cela veut dire que l’enlèvement de matière se fait par les abrasifs. Chaque particule abrasive va être capable d’enlever un certain volume de matière. S’il y a plus de particules abrasives, alors le volume total enlevé augmente. La relation n’est cependant pas nécessairement linéaire, puisque seule la couche transformée est enlevée par les particules abrasives. En effet, la vitesse d’attaque du cuivre pur (sans transformation du cuivre) est pratiquement nulle (voir figure II.15 page 58).

D’autre part, si l’on met beaucoup de particules abrasives, les slurries ont tendance à se déstabiliser (floculation). Par conséquent, des agglomérats risquent de se former, créant de grosses particules qui seront englobées dans des micelles de surfactant, et dont le pouvoir abrasif sera réduit.

## IV.1.2 Propriétés du tissu de polissage

### IV.1.2.1 Description du tissu de polissage

Le pad est un tissu à base de polyurethane, sur lequel on vient polir les wafers avec l’aide des slurries.

Il a une structure poreuse qui lui permet notamment d’apporter ou d’enlever du liquide de la zone de polissage (figure IV.2). Les particules abrasives s’enchassent dedans, facilitant l’enlèvement de matière. Nous avons d’ailleurs vu que l’enfoncement dans le pad était inférieur à  $10\mu\text{m}$  (voir tableau IV.1).

Le pad a des propriétés viscoélastiques qui lui permettent de faire varier ses propriétés mécaniques en fonction d’un certain nombre de paramètres (température, pourcentage d’humidité, fréquence de sollicitation, etc.). Or, justement, certains de ces paramètres varient au cours du polissage, ce qui entraîne une modification de ses propriétés.

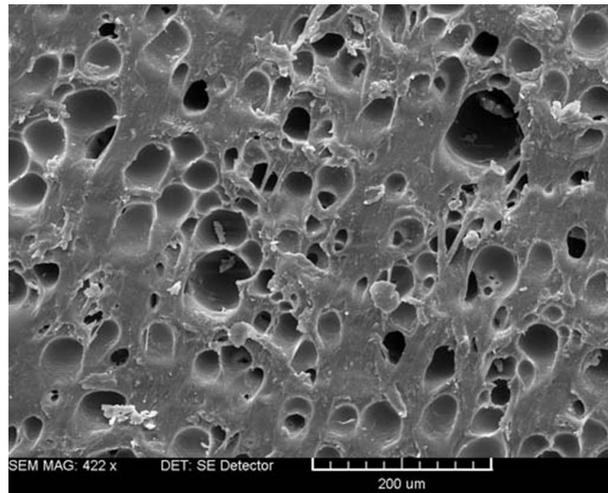


FIGURE IV.2 – Photo MEB de la surface d'un pad IC1000 neuf

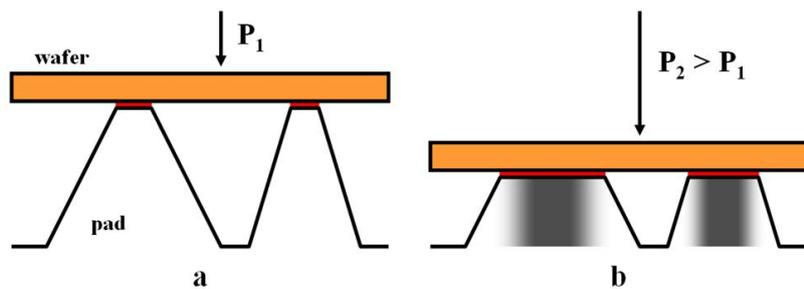


FIGURE IV.3 – Schéma de l'évolution de l'aire réelle de contact en fonction de la pression

#### IV.1.2.2 Courbe de portance

Lorsqu'on augmente la pression, le pad va s'enfoncer de plus en plus, et la surface réelle de contact va augmenter. La figure IV.3 présente schématiquement l'enfoncement du pad en fonction de la pression appliquée sur le wafer. On voit bien en rouge apparaître l'aire de contact, qui augmente bien avec la pression. Par ailleurs, dans la partie (b), la force créée par les zones enfoncées va dépendre de la hauteur initiale de ces zones. Nous avons grisé de plus en plus sombre les zones qui au départ étaient plus élevées, et donc créent une force locale de plus en plus importante sur le wafer.

En réalisant une mesure de rugosité grâce à un interféromètre tactile, nous pouvons en tirer une courbe de portance, qui relie l'enfoncement du pad avec l'aire réelle de contact. La figure IV.4 présente la courbe de portance de notre pad neuf (courbe pleine), qui correspond à l'aire de la surface qui couperait notre pad à un enfoncement donné.

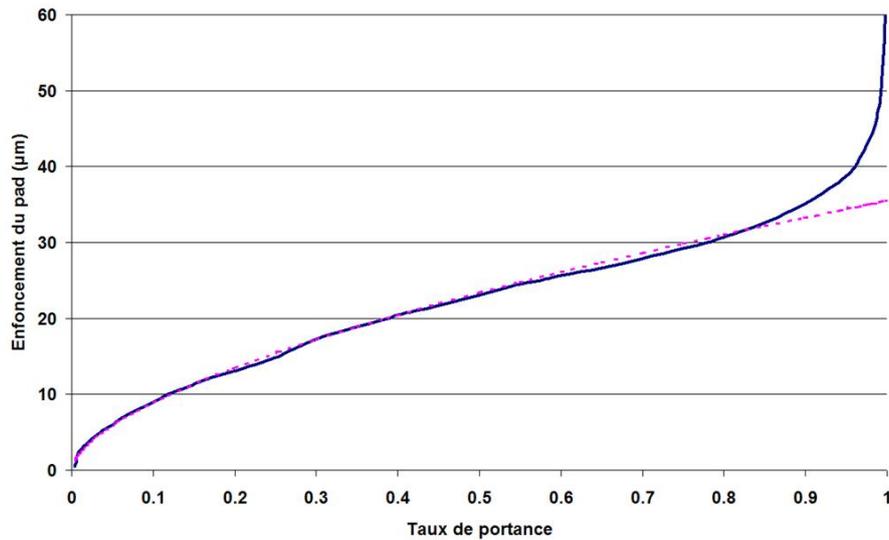


FIGURE IV.4 – Taux de portance pour un pad IC1000 neuf

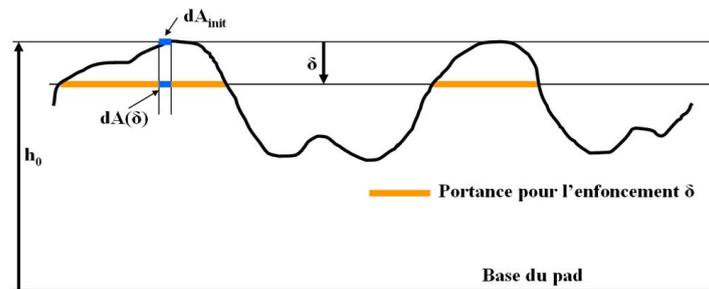


FIGURE IV.5 – Schéma explicatif de la relation entre l'aire de contact et la portance

### Lien entre l'aire réelle de contact et la courbe de portance

Si l'on considère un élément de la surface du pad de hauteur initiale  $h_0$  d'aire  $dA_{init}$  (figure IV.5), lorsqu'il s'enfoncé de  $\delta$ , son aire va augmenter du fait de la conservation du volume.

$$dA(\delta)(h_0 - \delta) = dA_{init}h_0 \quad (\text{IV.1})$$

L'expression de  $dA(\delta)$  est donnée par

$$dA(\delta) = dA_{init} \frac{1}{1 - \frac{\delta}{h_0}} \quad (\text{IV.2})$$

avec  $h_0$  l'épaisseur initiale du pad et  $\delta$  l'enfoncement du pad.

- $h_0 = 1,3 \cdot 10^{-3} m$ ,
- $\delta < 3 \cdot 10^{-5} m$ ,

ce qui nous donne

$$\frac{\delta}{h_0} \approx 2,3 \cdot 10^{-2} \quad (\text{IV.3})$$

L'augmentation de l'aire de contact due à la conservation du volume est donc négligeable.

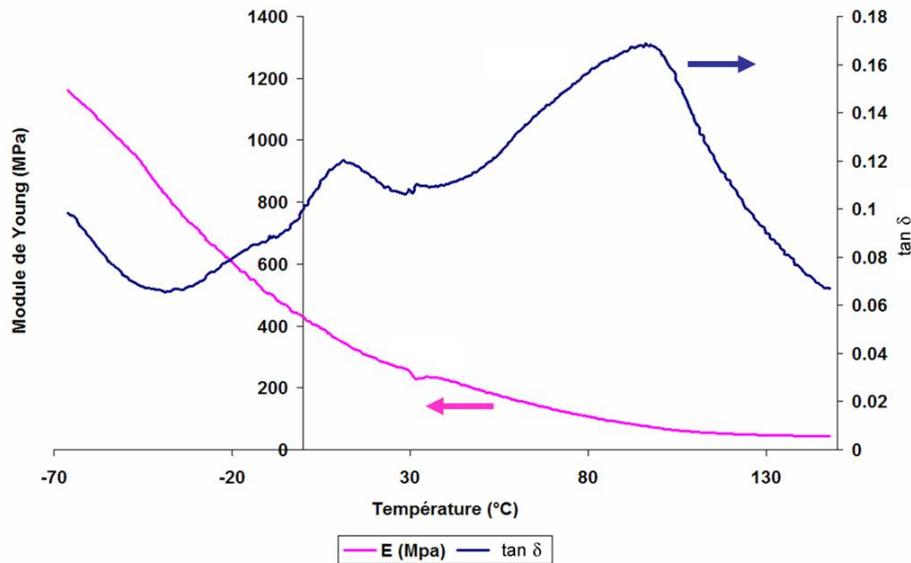
On a donc en première approche  $dA(\delta) = dA_{init}$ . On peut donc considérer que la courbe de portance correspond à la courbe de surface réelle de contact normalisée  $A_r/A$ .

Nous pouvons approcher cette courbe à l'aide d'une courbe de type puissance.

$$\delta_p = \alpha \left( \frac{A_r}{A} \right)^\eta \quad (\text{IV.4})$$

avec  $A$  la surface de l'échantillon,  $A_r$  la surface réelle de contact,  $\delta_p$  l'enfoncement du pad,  $\eta = 0,6$  et  $\alpha = 35,5 \mu m$ . Le coefficient de corrélation est de 0,9995 pour  $A_r/A < 0,8$ . Cette fonction est tracée en pointillés sur la figure IV.4.

### IV.1.2.3 Viscoélasticité

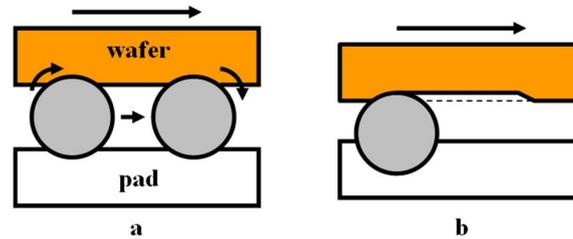


**FIGURE IV.6** – Influence de la température sur l'amortissement ( $T_g$ ) et l'élasticité ( $E$ ) d'un pad neuf et sec pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz

La figure IV.6 présente l'évolution en fonction de la température de l'amortissement ( $\tan\delta$ ) et l'élasticité ( $E$ ) d'un pad neuf et sec pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.

Le pad est viscoélastique : plus il est sollicité rapidement, plus son module de Young augmente. Les particules abrasives auront donc tendance à s'indenter moins profondément, et leur capacité à abrader la surface du wafer s'en trouvera diminuer. En effet, si une

particule abrasive n'est pas assez enfoncée dans le pad, elle ne sera pas fixée, et ne pourra donc pas venir abradier la surface du wafer.



**FIGURE IV.7** – Schéma expliquant ce qui se passe si l'indentation de la particule dans le pad n'est pas suffisante (a) pour fixer l'abrasif et (b) est suffisante pour le fixer

Si la particule n'est pas assez enfoncée dans le pad, elle roule dans le contact n'est pas fixée dans le pad, elle ne peut donc pas participer à l'enlèvement de la matière du wafer (figure IV.7a). Dans la partie (b) de la même figure, en revanche, l'abrasif est fixé et arrache de la matière du wafer.

Par conséquent, moins le pad est élastique, moins la vitesse d'attaque est grande.

De plus, les pads plus élastiques auront tendance à mieux s'aplatir sur la surface du pad (les pores par exemple pourront se lisser), ce qui fait que la surface de contact et donc le nombre de particules abrasives pouvant enlever de la matière augmente.

Ces deux phénomènes vont dans le même sens. La vitesse d'attaque augmente lorsque la raideur du pad diminue, ce qui arrive par exemple quand la fréquence de sollicitation diminue ou quand la température augmente.

Augmenter la vitesse  $V$  de polissage revient à augmenter la fréquence de sollicitation. Concrètement, cela veut dire que lorsqu'on augmente la vitesse linéaire de polissage  $V$ , on devrait diminuer la vitesse d'attaque, puisque le pad deviendrait plus dur.

Ce n'est pas réellement ce qu'on observe, puisque la vitesse d'attaque augmente linéairement avec la vitesse (voir paragraphe sur l'influence de la vitesse linéaire page 101). Cependant, on peut penser que l'influence des propriétés viscoélastiques sur l'enlèvement de matière est proportionnelle à la vitesse. Concrètement, on aurait une diminution de la vitesse d'attaque d'un facteur  $K_{visco}$ . L'équation serait alors

$$\dot{h}_{Cu} = (K_{abrasion} - K_{visco})V \quad (\text{IV.5})$$

#### IV.1.2.4 Diffusion de l'eau

Nous avons réalisé des mesures d'absorption massique d'eau à différents temps de trempe. Pour cela on trempe notre échantillon de pad dont on connaît la masse initiale, et à différents temps, on mesure sa masse. La masse d'eau absorbée correspond à la différence à la masse initiale. La figure IV.8 présente la courbe du pourcentage massique d'eau absorbée en fonction de la racine carrée du temps.

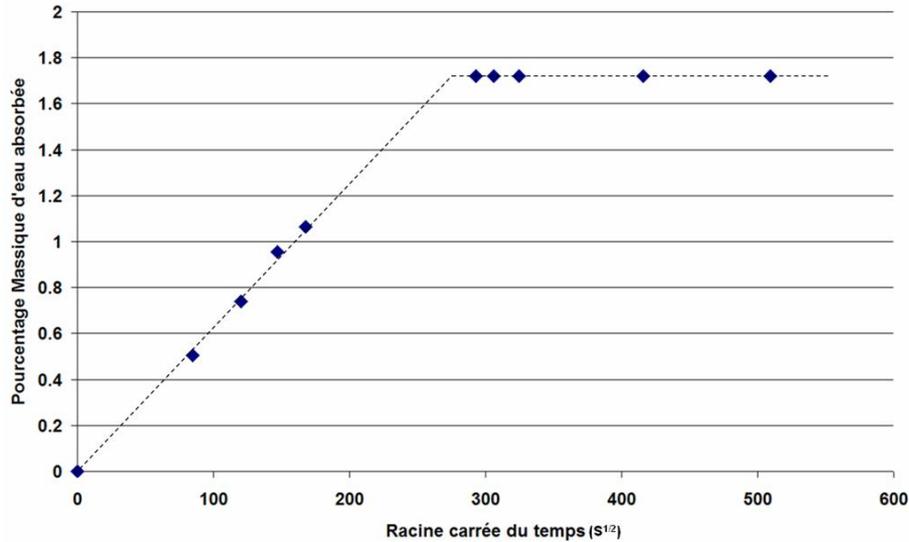


FIGURE IV.8 – Diffusion de l'eau dans le pad

La courbe se découpe en deux phases. La première correspond à l'absorption de l'eau, qui suit une courbe proportionnelle à  $\sqrt{\text{temps}}$ . La deuxième correspond à une phase de saturation : l'eau n'est plus absorbée, le pourcentage massique d'eau reste constant.

La deuxième phase nous donne le pourcentage massique maximal  $M\%_{max}$ . La première phase nous permet de remonter au coefficient de diffusion  $D_{eau}$  par la formule

$$M\% = M\%_{max} \frac{4}{\pi} \sqrt{\frac{D_{eau}}{h^2}} \sqrt{t} \quad (\text{IV.6})$$

avec  $M\%$  le pourcentage massique d'eau absorbée,  $h$  l'épaisseur de l'échantillon,  $D_{eau}$  le coefficient de diffusion et  $t$  le temps.

En prenant  $h = 1,32\text{mm}$ , une pente de  $\alpha = 6,5 \cdot 10^{-5}\% \cdot \text{s}^{1/2}$ , et  $M\%_{max} = 1.72\%$ , on trouve  $D_{eau} \approx 4,9 \cdot 10^{-6} \text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .

L'eau a pour effet de rompre certaines liaisons hydrogène entre les chaînes du polymère, et les éloigner les unes des autres, facilitant ainsi leurs mouvements relatifs. Cette facilité de mouvement se traduit par une baisse de la raideur du polymère (module de Young).

Les essais pour des longues durées de trempe dans l'eau permettent d'obtenir des pads dont les propriétés mécaniques sont moins grandes (module de Young plus faible), et des polissages plus rapides [48]. Cela appuie notre idée que les particules abrasives s'indentent et se fixent mieux dans les pads moins durs, et participent alors plus au polissage et donc la vitesse d'attaque augmente.

#### IV.1.2.5 Conclusion sur les propriétés du pad

Le tissu de polissage a une structure poreuse lui permettant d'amener et d'enlever les liquides de polissage. Lorsqu'on trace sa courbe de portance, on s'aperçoit que l'on peut

relier de manière simple l'enfoncement du pad et l'aire réelle de contact par la formule approchée

$$\delta_p = \alpha \left( \frac{A_r}{A} \right)^\eta \quad (\text{IV.7})$$

On voit donc apparaître que lorsque l'enfoncement augmente, l'aire de contact  $A_r$  augmente également ( $\eta$  et  $\alpha$  sont positifs). Ainsi le pad aura plus de difficultés à jouer son rôle de porteur de liquide de polissage. Cela risque d'avoir une influence sur la transformation de la surface par exemple.

D'autre part, le pad possède des propriétés viscoélastiques. Cela veut dire que ses propriétés mécaniques dépendent de la fréquence de sollicitation du matériau qui le constitue. Ainsi, comme augmenter la vitesse de polissage revient à augmenter la fréquence de sollicitation, le module de Young du pad augmentera avec la vitesse de polissage.

Enfin, le pad va avoir tendance à absorber de l'eau, et à se plastifier en conséquence. Ses propriétés mécaniques vont donc dépendre également de son taux d'humidité.

### IV.1.3 Modélisation

On considère que l'enlèvement de matière se fait après la passivation, et que donc c'est la couche de  $\text{Cu}_2\text{O}$  qu'on enlève. Les particules abrasives, considérées sphériques, s'indentent dans le pad et le wafer sous l'effet de la pression, et viennent créer un sillon dans le wafer sous l'effet du déplacement créé par la vitesse. L'enlèvement de matière se fait donc par « *sliding indentation* ».

La pression va jouer sur l'écrasement du pad sur le wafer, et donc sur l'aire réelle de contact. Concrètement, cela veut dire que l'écrasement du pad est relié à l'aire réelle de contact.

On voit donc que la pression va jouer sur deux plans : l'un macroscopique, où elle va permettre de déterminer l'aire réelle de contact, et l'autre microscopique, où elle va permettre l'enfoncement des particules abrasives dans le pad, et donc l'enlèvement de matière.

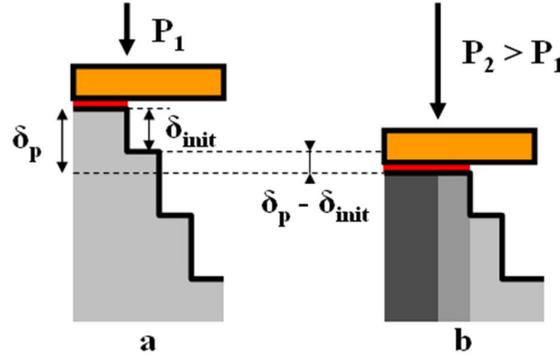
#### IV.1.3.1 Les hypothèses

- Les particules abrasives sont considérées sphériques de diamètre  $x$
- Elles s'indentent dans le pad, et y sont fixées, et dans le wafer, où elles viennent créer un sillon dans la matière
- Le pad se comporte comme un ensemble de ressorts, de densité de raideur  $k_p$
- Le contact se fait par les particules abrasives entre le pad et le wafer
- Le wafer est en régime plastique

### IV.1.3.2 Lien entre l'enfoncement du pad et la pression

Dans un premier temps, intéressons-nous au **niveau macroscopique**, afin de déterminer la relation entre l'aire réelle de contact et la pression appliquée sur le wafer.

#### Lien entre la pression et l'aire réelle de contact



**FIGURE IV.9** – Schéma de l'évolution de l'aire de contact réelle en fonction de la pression

La figure IV.9 présente les dimensions que nous allons utiliser pour évaluer la relation entre la pression et l'aire réelle de contact. En un point donné de la surface, une zone d'aire  $dA$ , de hauteur initiale  $\delta_{init}$ , crée une force  $dF$  dont l'expression est

$$dF = k_p(\delta_p - \delta_{init})dA_r \quad (IV.8)$$

La force dépend de l'enfoncement puisque le pad est considéré comme un ensemble de ressorts, de densité de raideur  $k_p$ .

$k_p dA_r$  correspond donc à la raideur élastique de cet élément de surface.

D'après l'équation (IV.4), on a que la fraction de surface  $dA_r$  se trouvant à la hauteur  $\delta_{init}$  est donnée par l'expression

$$dA_r = A \frac{1}{\eta} \frac{1}{\alpha} \left( \frac{\delta_{init}}{\alpha} \right)^{\frac{1}{\eta} - 1} d\delta_{init} \quad (IV.9)$$

La force à l'équilibre (lorsque la force due à la pression compense la force élastique du pad) est donc donnée par

$$F = \int_{\delta_{init}=0}^{\delta_p} k_p(\delta_p - \delta_{init}) \frac{A}{\eta \alpha} \left( \frac{\delta_{init}}{\alpha} \right)^{\frac{1}{\eta} - 1} d\delta_{init} \quad (IV.10)$$

Or, à l'équilibre,  $F = PA$ , d'où finalement

$$P = \frac{k_p}{\alpha^{\frac{1}{\eta}}} \frac{\eta}{1 + \eta} \delta_p^{\frac{1}{\eta} + 1} \quad (IV.11)$$

On a que  $1/\eta + 1 \approx 2,7$ .

En reprenant l'expression de  $\delta_p$  (équation (IV.4)), on aboutit à

$$P = \frac{\eta}{1 + \eta} k_p \alpha \left( \frac{A_r}{A} \right)^{\eta+1} \quad (\text{IV.12})$$

Posons pour simplifier l'écriture

$$\epsilon = \frac{1}{\eta + 1} \quad (\text{IV.13})$$

On aboutit donc à

$$\frac{A_r}{A} = \left( \frac{1 + \eta}{\eta} \frac{1}{k_p \alpha} P \right)^\epsilon \quad (\text{IV.14})$$

avec  $\eta = 0,6$  et  $\alpha = 35,5 \cdot 10^{-6} m$ . Déterminons maintenant la valeur de  $k_p$ .

### Expression de $k_p$

Le module de Young  $E$  est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100 % de la longueur initiale d'un matériau (il doublerait donc cette longueur), si on pouvait l'appliquer réellement. Dans les faits, le matériau se déforme de façon permanente, ou se rompt, bien avant que cette valeur soit atteinte. Mais cela nous permet d'écrire que

$$E = k_p h_0 \quad (\text{IV.15})$$

avec  $k_p$  la densité de raideur et  $h_0$  l'épaisseur initiale du pad.

Nos mesures (voir la partie sur les propriétés viscoélastiques du pad page 89) nous donne que le module de Young d'un pad neuf et sec est  $E_{pad} = 270 MPa$  à température ambiante. On a par ailleurs  $h_0 = 1,3 \cdot 10^{-3} m$

On a donc  $k_p \approx 2,1 \cdot 10^{11} N/m^3$ .

Pour notre pression maximale,  $P_{max} = 750 hPa$ , on a  $A_r/A = 10,7\%$ , ce qui donne un enfoncement de  $\delta_p = 9,3 \mu m$ .

pression $P$	aire réelle de contact $A_r/A$	enfoncement du pad $\delta_p$
150 hPa	3,9 %	5,1 $\mu m$
300 hPa	6,1 %	6,6 $\mu m$
450 hPa	7,8 %	7,7 $\mu m$
600 hPa	9,3 %	8,6 $\mu m$
750 hPa	10,7 %	9,3 $\mu m$

**TABLEAU IV.1** – Relation entre la pression, l'enfoncement dans le pad et l'aire réelle de contact

Le tableau IV.1 présente quelques relations entre les pressions, les aires réelles de contact et les enfoncements du pad.

Tout cela nous permet de dire que le pad s'enfonce très peu au cours du polissage, et que donc les pores restent très disponibles pour amener et enlever les liquides de polissage.

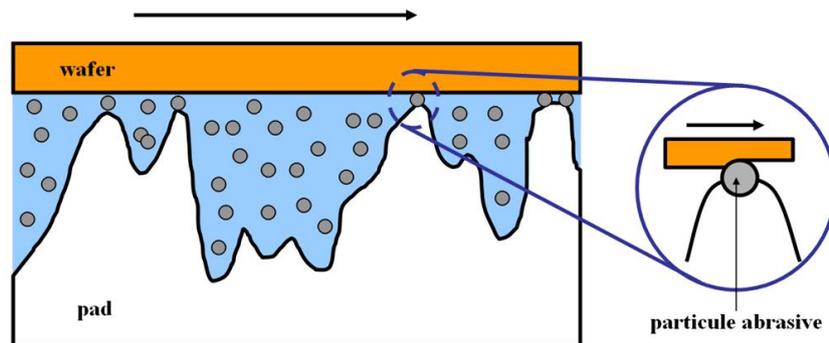
En effet seulement 10% de la surface correspond à l'aire réelle de contact, et l'enfoncement dans le pad ne dépasse pas  $10\mu m$  pour les pressions que nous avons utilisées, alors que les pores ont des dimensions moyennes de 30 à  $40\mu m$  [47].

### Remarque

L'équation (IV.14) découle de l'hypothèse que le contact entre le pad et le wafer est direct, et que donc l'aire réelle de contact intègre les parties recouvertes d'abrasifs, et les autres. Cependant on peut également supposer que le contact ne se fait qu'à travers les particules abrasives, particules qui transmettent la pression réelle de contact. Le passage d'une hypothèse à l'autre se fait simplement en considérant qu'il y a une relation linéaire entre l'aire réelle de contact et le nombre de particules en contact : en effet, on associe à chaque particule en contact non pas son aire réelle mais une "aire d'influence" correspondant à  $A_r/n$ . Plus il y a de contact, plus il y a d'abrasifs dans le contact.

### IV.1.3.3 Lien entre l'enlèvement de matière, la vitesse et la pression

Intéressons-nous maintenant à un **niveau plus microscopique**.



**FIGURE IV.10** – Schéma expliquant comment une particule abrasive indentée dans le pad vient créer un sillon dans le wafer

La figure IV.10 montre le schéma montrant à quel niveau se situe l'interaction entre les particules abrasives et le wafer : dans les zones de contact du pad. C'est pour cela que nous avons calculé l'expression de l'aire réelle de contact, afin de pouvoir connaître le nombre d'interactions existant entre les particules abrasives et le wafer. En effet, plus l'aire de contact augmente, plus le nombre de particules dans cette aire de contact augmente, et par conséquent le nombre d'interactions.

### Volume d'un sillon

On considère que chaque particule enlève un volume proportionnel au volume du sillon qu'elle crée. Les dimensions de ce sillon sont données par la profondeur d'indentation et

le diamètre de la particule (qui donneront l'aire de la partie grisée sur la figure IV.11) et la vitesse relative du pad et du wafer (qui donnera la longueur du sillon).

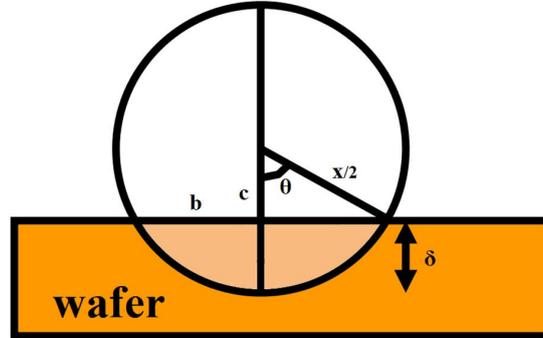


FIGURE IV.11 – Indentation schématique d'une particule abrasive de diamètre  $x$  dans le wafer

Le volume du sillon enlevé par une particule par unité de temps est

$$\dot{V}ol(x) = \beta \mathcal{A} V \quad (\text{IV.16})$$

avec  $\mathcal{A}$  l'aire de la partie grisée sur la figure IV.11,  $V$  la vitesse linéaire de polissage et  $\beta$  est un facteur intégrant le fait que la particule ne s'indente pas forcément sur toute la longueur du sillon.  $\beta$  va également intégrer le fait que la partie chimique a ou n'a pas créé une couche suffisamment épaisse. On aura  $\beta = f(C)$  avec  $C$  la concentration en oxydant.

Nous avons

$$\mathcal{A} = 2 \left[ \frac{\theta}{2} \left( \frac{x}{2} \right)^2 - \frac{1}{2} b c \right] \quad (\text{IV.17})$$

avec

$$c = \frac{x}{2} - \delta_w \quad (\text{IV.18})$$

avec  $\delta_w$  l'indentation de la particule dans le wafer et  $x$  le diamètre de la particule.

$$b = \sqrt{\delta_w(x - \delta_w)} \quad (\text{IV.19})$$

$$\theta = \arccos\left(\frac{x - 2\delta_w}{x}\right) \quad (\text{IV.20})$$

Posons

$$a = \frac{\delta_w}{x} \quad (\text{IV.21})$$

on a

$$\mathcal{A} = \frac{x^2}{2} \left[ \frac{1}{2} \arccos(1 - 2a) - \sqrt{a(1-a)}(1 - 2a) \right] \quad (\text{IV.22})$$

Posons

$$I = \frac{1}{2} \arccos(1 - 2a) - \sqrt{a(1-a)}(1 - 2a) \quad (\text{IV.23})$$

On a

$$\frac{dI}{da} = \frac{1}{2\sqrt{a(1-a)}} - \frac{(1-2a)^2}{2\sqrt{a(1-a)}} + 2\sqrt{a(1-a)} \quad (\text{IV.24})$$

$$\frac{dI}{da} = 4\sqrt{a(1-a)} \quad (\text{IV.25})$$

d'où

$$I = 4 \int_0^a \sqrt{t(1-t)} dt \quad (\text{IV.26})$$

En combinant les équations (IV.16), (IV.17) et (IV.26), nous obtenons

$$\dot{Vol}(x) = 2\beta x^2 \left( \int_0^{\frac{\delta_w}{x}} \sqrt{t(1-t)} dt \right) V \quad (\text{IV.27})$$

$\delta_w$  est de l'ordre de 1 à 5 nm, la taille moyenne des particules est  $x \approx 200nm$ , on peut donc faire l'approximation suivante  $\sqrt{t(1-t)} \approx \sqrt{t}$  et l'on peut écrire

$$\int_0^{\frac{\delta_w}{x}} \sqrt{t(1-t)} dt \approx \frac{2}{3} \left( \frac{\delta_w}{x} \right)^{3/2} \quad (\text{IV.28})$$

et

$$\dot{Vol}(x) = \frac{4}{3} \beta \delta_w^{3/2} \sqrt{x} V \quad (\text{IV.29})$$

En prenant l'expression proposée par Luo et Dornfeld [38], on a que la vitesse volumique d'enlèvement du cuivre (le volume enlevé par unité de temps) est, si l'on considère qu'il n'y a qu'une seule taille  $x$  de particule :

$$\dot{Vol}_{Cu} = \lambda n \dot{Vol}(x) \quad (\text{IV.30})$$

où  $n$  est le nombre de particules dans le contact,  $\dot{Vol}(x)$  le volume enlevé par unité de temps par une particule de diamètre  $x$ , et  $\lambda$  un facteur intégrant le fait que chaque particule ne peut effectivement enlever son volume maximal, car il peut y avoir notamment recouvrement des sillons faits par les particules abrasives.

Il faudra faire attention à ne pas confondre  $\dot{Vol}_{Cu}$  et la vitesse d'enlèvement de matière<sup>1</sup>  $\dot{h}_{Cu}$ . On a

$$\dot{h}_{Cu} = \frac{\dot{Vol}_{Cu}}{A} \quad (\text{IV.31})$$

avec  $A$  la surface du wafer. On finit par obtenir

$$\dot{h}_{Cu} = \frac{4\lambda\beta n \sqrt{x} \delta_w^{3/2} V}{3A} \quad (\text{IV.32})$$

<sup>1</sup>aussi appelée vitesse d'attaque VA.

### Expression de n

Le pourcentage massique  $C_{mass}$  en particules abrasives est donné par

$$C_{mass} = \frac{n \frac{4}{3} \pi \rho_{Al_2O_3} \left(\frac{x}{2}\right)^3}{A_r x \rho_{liquide}} \quad (IV.33)$$

avec n le nombre de particules dans le contact,  $A_r$  l'aire réelle de contact,  $\rho_{Al_2O_3}$  et  $\rho_{liquide}$  les masses volumiques respectives des particules abrasives et des slurries. On a donc<sup>2</sup>

$$n = \frac{\rho_{liquide} C_{mass} A_r}{6\pi \rho_{Al_2O_3} x^2} = C_1 \frac{A_r}{x^2} \quad (IV.34)$$

En remplaçant dans l'équation (IV.32) n par cette expression (équation (IV.34)), on obtient

$$\dot{h}_{Cu} = \frac{4}{3} C_1 \lambda \beta V \frac{A_r}{A} \left(\frac{\delta_w}{x}\right)^{3/2} = C_2 V \frac{A_r}{A} \left(\frac{\delta_w}{x}\right)^{3/2} \quad (IV.35)$$

### Enlèvement de matière

On reprend l'expression de l'aire réelle de contact de l'équation (IV.14), et on obtient

$$\dot{h}_{Cu} = C_2 V \left(\frac{\delta_w}{x}\right)^{3/2} \left(\frac{1+\eta}{\eta} \frac{1}{k_p \alpha} P\right)^\epsilon = C_3 V \left(\frac{\delta_w}{x}\right)^{3/2} P^\epsilon \quad (IV.36)$$

Bifano *et al.* [33] ont montré que pour des indentations très peu profondes ( $< 1 \mu\text{m}$ ), il pouvait y avoir un comportement plastique. Or les particules abrasives entrant en jeu dans le CMP ont une taille moyenne de 200 nm. On se trouve donc bien dans le domaine plastique.

K.L. Johnson [69] nous donne, puisque nous sommes en régime plastique, pour un contact linéique cylindre plan

$$F = \frac{E}{2} \delta_w \quad (IV.37)$$

avec F la force linéique, E le module de Young et  $\delta_w$  l'indentation dans le wafer.

Nous ne sommes pas réellement en contact cylindre plan, puisque nos particules abrasives sont des sphères. Cependant, le sillon qu'elles créent ressemble à l'interface entre un cylindre et un plan. Nous allons donc prendre la relation entre la pression P et l'indentation  $\delta_w$  suivante

$$P_r x = \varphi E \delta_w \quad (IV.38)$$

avec  $P_r$  la pression réelle de contact, x le diamètre des particules, et  $\varphi$  un paramètre sans dimension.

<sup>2</sup>Nous utilisons des constantes abrégées  $C_x$  afin de faciliter la lecture et ne pas surcharger le document.

Or,  $P_r A_r = PA$  d'où

$$P_r = \frac{P}{\left(\frac{1+\eta}{\eta} \frac{1}{k_p \alpha} P\right)^\epsilon} = C_4 P^{1-\epsilon} \quad (\text{IV.39})$$

soit

$$\delta_w = \frac{C_4 x}{\varphi E} P^{1-\epsilon} \quad (\text{IV.40})$$

Ce qui donne

$$\dot{h}_{Cu} = C_3 V \left(\frac{C_4 P^{1-\epsilon}}{E \varphi}\right)^{3/2} P^\epsilon = C_5 V P^q \quad (\text{IV.41})$$

avec

$$q = 3/2 - \epsilon/2 \approx 1,19 \text{ et}$$

$$C_5 = \frac{4}{3} \lambda \beta \frac{\rho_{liquide} C_{mass}}{6\pi \rho_{Al_2O_3}} \left(\frac{1}{\varphi E}\right)^{3/2} \left(k_p \alpha \frac{\eta}{\eta+1}\right)^{\epsilon/2} \quad (\text{IV.42})$$

## Validation

Pour valider cette équation, il faut s'assurer que l'indentation  $\delta_w$  correspondant à la pression est plus petite que l'indentation maximale autorisée : on ne peut pas enlever du cuivre en dessous, juste du  $Cu_2O$ . L'indentation doit donc être de l'ordre de quelques nanomètres,  $\approx 2.10^{-9}m$  pour des conditions standards d'essais.

L'équation (IV.40) nous donne

$$\delta_w = \frac{x}{\varphi E} \left(\frac{\eta}{1+\eta} k_p \alpha\right)^\epsilon P^{1-\epsilon} \quad (\text{IV.43})$$

- $E = 100GPa$
- $k_p \approx 2,1.10^{11}N/m^3$
- $\alpha = 35,5.10^{-6}m$
- $\eta = 0.6$
- $\epsilon = 0.625$
- $x = 200.10^{-9}m$
- $P = 450hPa.$

$$\delta_w = \frac{1,6.10^{-12}}{\varphi} \quad (\text{IV.44})$$

On sera dans des valeurs d'indentation acceptables si  $\varphi \approx 8.10^{-4}$ .

## Remarque

Revenons sur l'équation (IV.42) donnant l'expression de  $C_5$ .  
On distingue trois parties dans cette équation.

$$C_{5,1} = \frac{\rho_{liquide} C_{mass}}{6\pi \rho_{Al_2O_3}} \quad (\text{IV.45})$$

$$C_{5,2} = \left( \frac{1}{\varphi E} \right)^{3/2} \quad (\text{IV.46})$$

$$C_{5,3} = \left( k_p \alpha \frac{\eta}{\eta + 1} \right)^{\epsilon/2} \quad (\text{IV.47})$$

Les variables intervenant dans  $C_{5,1}$  ne concernent que les particules abrasives et leur concentration massique dans les slurries.

$E$ , correspondant au module de Young de la couche passivée, et qui intervient dans  $C_{5,2}$ , correspond aux propriétés du wafer.

Enfin, les variables intervenant dans  $C_{5,3}$  ne proviennent que des propriétés décrivant le pad, son comportement élastique et sa courbe de portance.

Nous retrouvons donc dans  $C_5$  les trois principaux éléments du polissage, que sont les particules abrasives, le wafer et le pad.

## IV.1.4 Vérification expérimentale

### IV.1.4.1 Influence de la pression P

Les mesures de vitesse d'attaque ont été expliquées page 150.

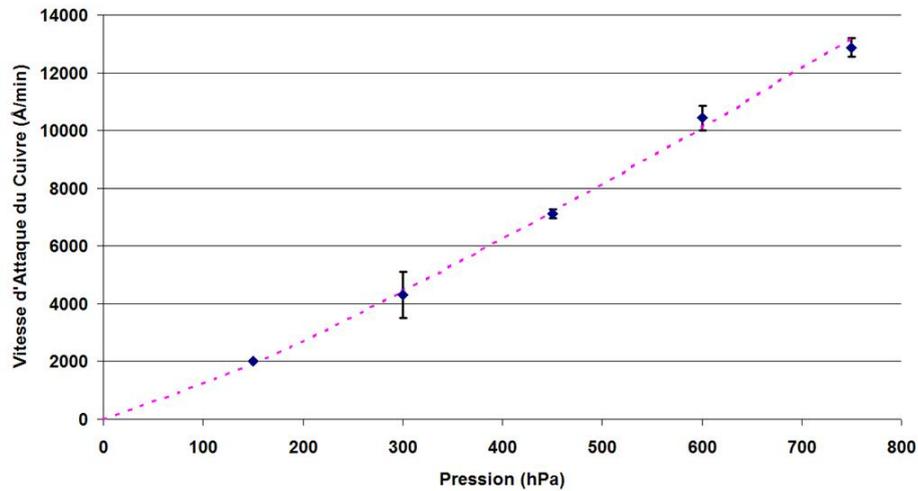


FIGURE IV.12 – Vitesse d'attaque du cuivre en fonction de la pression

La figure IV.12 montre la relation existant entre la vitesse d'attaque du cuivre  $\dot{h}_{Cu}$  et la pression  $P$ . On observe que si l'on approche la courbe avec l'équation

$$\dot{h}_{Cu} = K_{P,Cu} P^q \quad (\text{IV.48})$$

on obtient un très bon résultat pour  $K_{P,Cu} = 5 \text{ \AA}/\text{min}/\text{hPa}^{1.19}$  et  $q=1,19$ . Le coefficient de corrélation vaut  $R^2 = 0,998$ .

Nous arrivons donc à retrouver avec un très bon coefficient de corrélation la relation que nous avons obtenue par la modélisation. Cette dépendance vis-à-vis de la pression valide le modèle.

#### IV.1.4.2 Influence de la vitesse linéaire V

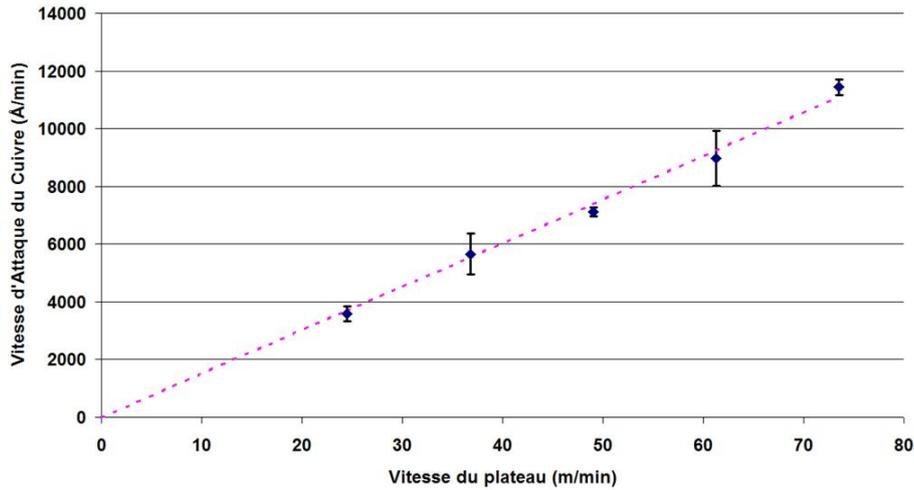


FIGURE IV.13 – Vitesse d'attaque du cuivre en fonction de la vitesse du plateau

La figure IV.13 présente la vitesse d'attaque du cuivre en fonction de la vitesse du plateau.

Nous pouvons observer que la vitesse d'attaque du cuivre  $\dot{h}_{Cu}$  est proportionnelle à la vitesse du plateau  $V$ . Nous avons donc

$$\dot{h}_{Cu} = K_{V,Cu}V \quad (\text{IV.49})$$

Expérimentalement, on trouve  $K_{V,Cu} = 151 \text{Å}/m$ , avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0,992$ . De nouveau, le modèle est validé.

#### IV.1.4.3 Produit $P^q.V$

Les courbes en fonction de  $P$  et de  $V$  ont été réalisées sur des domaines restreints de l'espace  $(P,V)$ . Afin de valider la relation entre  $\dot{h}_{Cu}$  et  $P^q.V$ , il nous a fallu réaliser des expériences pour d'autres valeurs de cet espace.

La figure IV.14 présente l'évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement du cuivre) en fonction du produit  $P^q.V$ .

On a bien  $\dot{h}_{Cu} = K_P P^q V$  avec  $K_P = 0,103 \text{Å}/m/hPa^{1.19}$  (soit  $4,3 \cdot 10^{-14} Pa^{-1.19}$ ) et  $q=1.19$  avec un coefficient de corrélation de  $R^2 = 0,998$ .

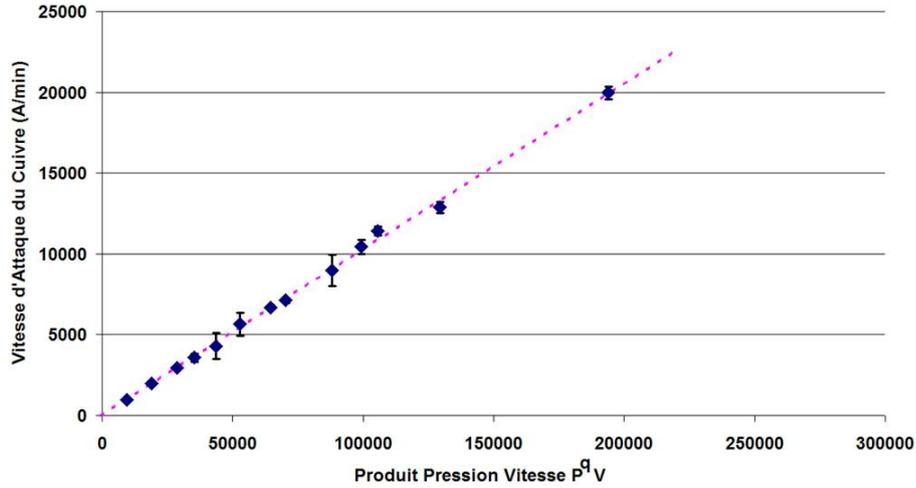


FIGURE IV.14 – Vitesse d’attaque du cuivre en fonction du produit  $P^q.V$

On retrouve donc bien l’équation (IV.41) trouvée par la modélisation reliant la vitesse d’attaque au produit  $P^qV$ , sur un domaine de validité en pression de  $P=150\text{hPa}$  à  $750\text{hPa}$  et en vitesse de  $V=24\text{m/min}$  à  $74\text{m/min}$ .

On a même

$$C_5 = \frac{4}{3} \lambda \beta \frac{\rho_{\text{liquide}} C_{\text{mass}}}{6\pi \rho_{\text{Al}_2\text{O}_3}} \left( \frac{1}{\varphi E} \right)^{3/2} \left( k_p \alpha \frac{\eta}{\eta + 1} \right)^{\epsilon/2} = K_P = 4,3 \cdot 10^{-14} \quad (\text{IV.50})$$

- $E = 100 \text{ GPa}$  (oxyde de cuivre)
- $k_p \approx 2,1 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^3$
- $\alpha = 35,5 \cdot 10^{-6} \text{ m}$
- $\eta = 0.6$
- $\epsilon = 0.625$
- $\rho_{\text{liquide}} = 1000 \text{ kg/m}^3$
- $\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 2700 \text{ kg/m}^3$
- $C_{\text{mass}} = 10\%$

Cette équation nous permet de dire que

$$\lambda \beta = 5 \cdot 10^3 \varphi^{3/2} \quad (\text{IV.51})$$

Nous avons calculé que les valeurs d’indentation étaient acceptables si  $\varphi \approx 8 \cdot 10^{-4}$ . Cela nous donne  $\lambda \beta \approx 0,1$ .

$\lambda$  et  $\beta$  correspondaient à des facteurs intégrant le fait que l’enlèvement de matière n’est pas directement proportionnel à un volume théorique que chaque particule pourrait enlever, mais qu’il y a des éléments limitant, tels que le fait que les sillons créés peuvent se chevaucher ou que la particule n’enlève pas tout le sillon. Il est donc normal que  $\lambda \beta < 1$ .

### IV.1.5 Coefficient de frottement

Nous avons mesuré le coefficient de frottement lors de nos polissages, et nous avons observé l'influence de la concentration en oxydant, de la pression et de la vitesse sur le coefficient de frottement du  $Cu_2O$ .

La valeur que nous utilisons correspond au frottement sur l'oxyde de cuivre  $Cu_2O$ .

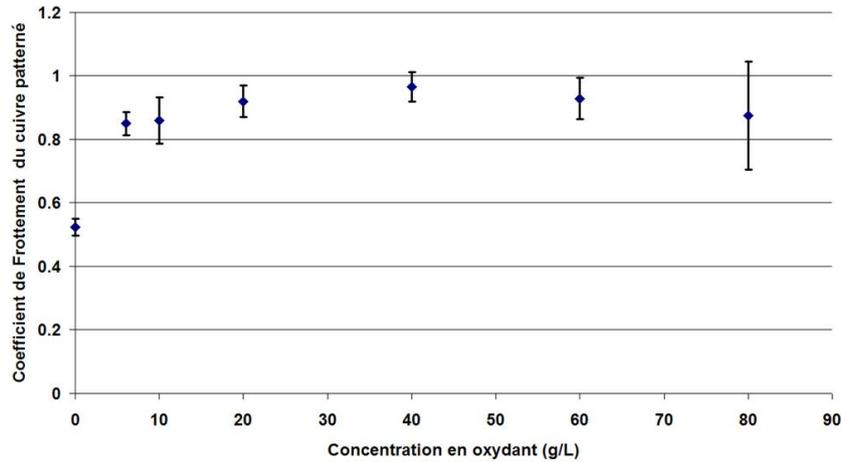


FIGURE IV.15 – Courbe de coefficient de frottement en fonction de la concentration en oxydant

La figure IV.15 présente les valeurs du coefficient de frottement sur des surface patternées de cuivre en fonction de la concentration en oxydant. On voit que le coefficient de frottement augmente avec la concentration en oxydant. Elle augmente même avec la même allure que l'évolution de l'épaisseur de la couche.

Pour de faibles valeurs en oxydant, on a une épaisseur de  $Cu_2O$  faible et qui est même inférieure à la capacité d'indentation des particules abrasives dans le wafer. Les particules abrasives n'enlèvent pas le cuivre (vitesse d'attaque nulle du cuivre pur), et donc la vitesse d'attaque est limitée par l'interface entre le cuivre et son oxyde.

Le coefficient de frottement est proportionnel à la force nécessaire à l'enlèvement de la matière. Or, cette force est proportionnelle à la surface latérale de la couche, et donc à la profondeur d'indentation. Ainsi, le coefficient de frottement est proportionnel à l'épaisseur de la couche d'oxyde, ce qui justifie son allure de la figure IV.15.

La figure IV.16 montre qu'il n'y a aucune influence de la pression sur le coefficient de frottement.

La figure IV.17 présente les valeurs du coefficient de frottement du  $Cu_2O$  patterné en fonction de la vitesse du plateau. On observe une diminution linéaire du coefficient de frottement lorsque la vitesse augmente.

Lorsque la vitesse augmente, l'épaisseur du fluide se trouvant dans les pores du pad et dans l'interface va avoir tendance à augmenter. Il apparaît donc un effet de la portance du fluide sur le polissage, qui va éloigner le pad du wafer et donc limiter l'indentation des particules abrasives dans le wafer, ce qui aura pour effet, d'ailleurs, de diminuer la

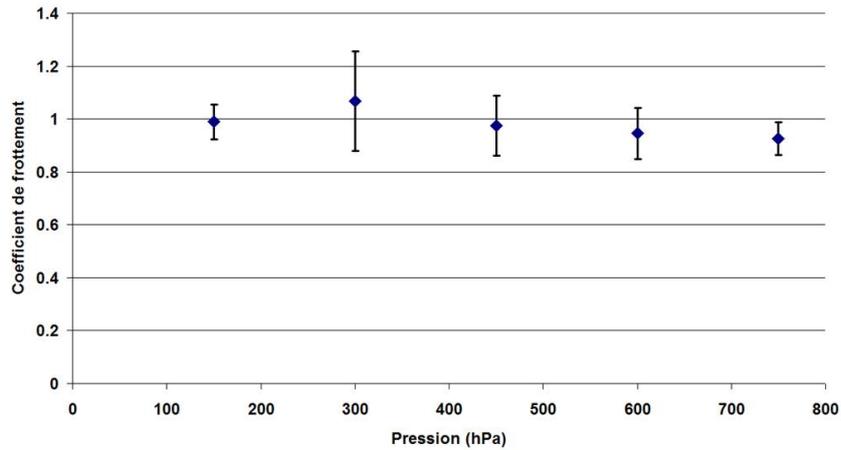


FIGURE IV.16 – Courbe de coefficient de frottement en fonction de la pression

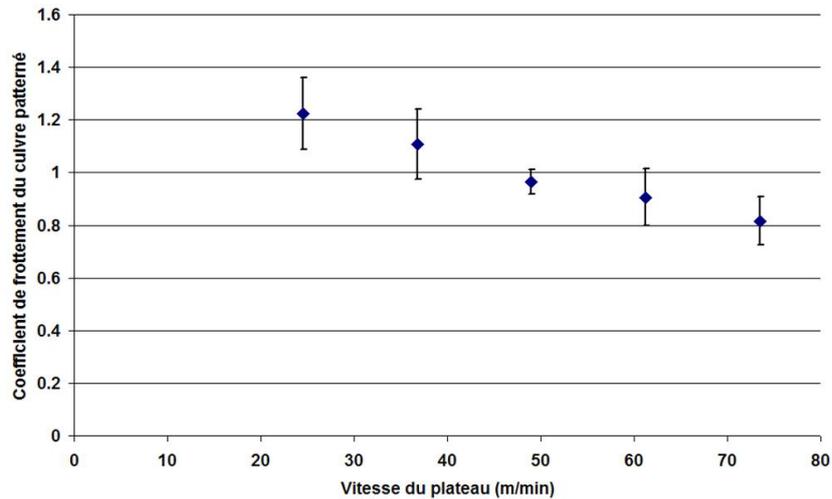


FIGURE IV.17 – Courbe de coefficient de frottement en fonction de la vitesse

vitesse d'attaque. Le coefficient de frottement va diminuer lui aussi puisqu'il y aura moins d'interactions entre le pad et le wafer, et donc moins de forces de contact.

## IV.1.6 État de Surface

La concentration en oxydant a également une influence sur l'état de surface.

Les faibles concentrations mènent à des rayures et les fortes concentrations à l'apparition de cupules.

La figure IV.18 présente les photos de surfaces polies avec une faible et une forte concentration en oxydant (a et b respectivement). On voit que lorsque la concentration

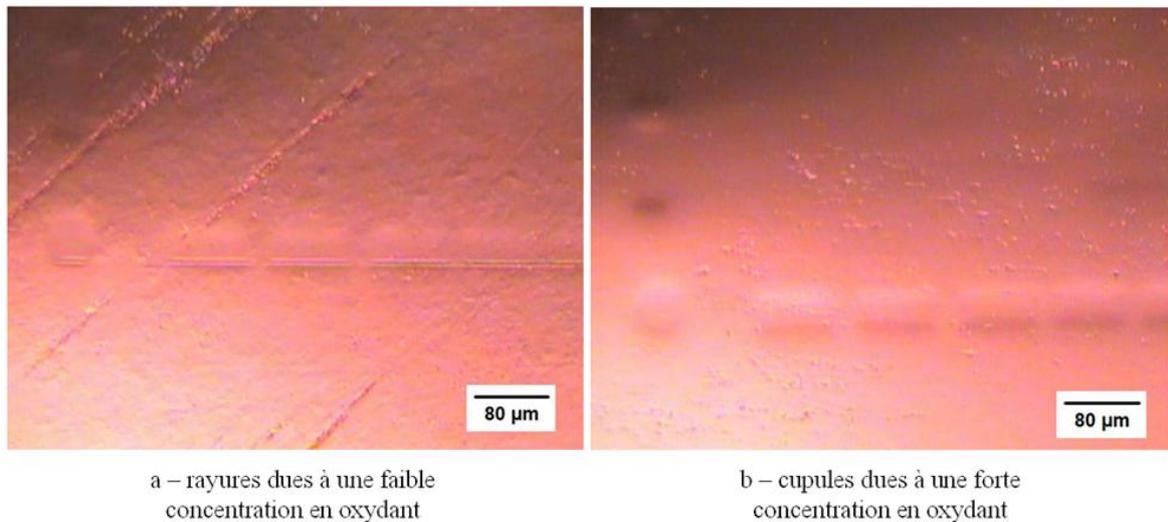


FIGURE IV.18 – Photo pour des polissages de concentrations différentes

en oxydant est faible, la surface après le polissage présente des rayures, alors que la faible teneur en oxydant entraîne l'apparition de cupules.

On peut expliquer simplement les rayures par le fait que les particules abrasives agressent le cuivre se trouvant sous la surface transformée de  $Cu_2O$ . Cela sous-entend que l'indentation des particules est plus importante que l'épaisseur de la couche transformée. C'est ce qui se passe lorsque la concentration en oxydant est faible.

Les cupules sont des crevasses à la surface de la couche transformée. Elles viennent probablement de la couche de cuivre transformée qui est arrachée par abrasion. En effet, un phénomène d'adhésion de la couche peut intervenir. L'enlèvement d'un morceau de la couche peut entraîner l'accrochage d'un morceau environnant. La figure IV.19 montre schématiquement ce qui peut se passer.

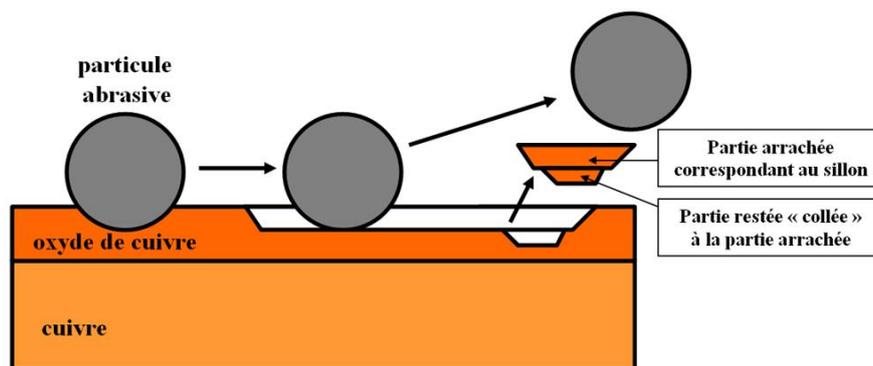


FIGURE IV.19 – Schéma de la formation de cupules

Une autre explication possible à ces cupules serait l'apparition de piqûres de corrosion sur la surface, en raison d'un pH trop élevé.

Les rayures vont s'expliquer par l'indentation des particules abrasives dans le cuivre. Cependant, cette indentation ne va pas donner lieu à de l'enlèvement de matière, comme nous l'avons vu grâce à la figure III.7 (la VA du cuivre pur est nulle).

### IV.1.7 Épaisseur enlevée

Lorsque les particules abrasives viennent arracher la matière, elles enlèvent la couche transformée. Cependant on peut se poser la question : enlèvent-elles toute la couche ? En effet, existe-t-il une indentation maximale, ou la limite d'indentation est-elle la limite entre le cuivre et son oxyde ?

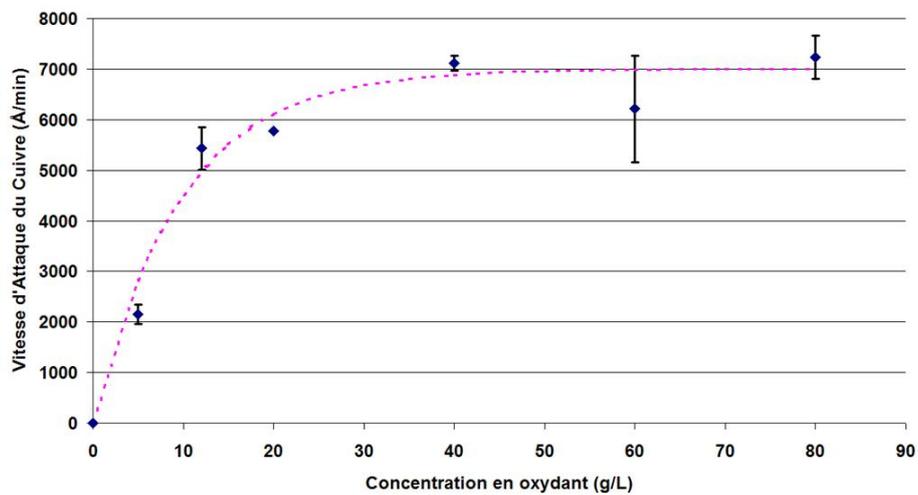


FIGURE IV.20 – Vitesse d'Attaque du Cuivre en fonction de la concentration en oxydant

On peut analyser la figure IV.20 comme ceci. Une évolution en deux temps peut être observée. Pour des concentrations faibles, la VA augmente avec la concentration en oxydant. Pour des concentrations plus importantes, la VA ne varie presque plus en fonction de la concentration en oxydant.

#### Faibles concentrations en oxydant

La vitesse d'attaque du cuivre pour un polissage sans oxydant (donc du cuivre pur et non de l'oxyde de cuivre, puisqu'il n'y a pas pu y avoir transformation) est presque nulle. Les particules abrasives n'arrivent donc que très peu à arracher le cuivre lors du CMP. Elles n'arrachent pratiquement que l'oxyde<sup>3</sup>.

Le volume maximum  $Vol_{max}$  qu'une particule peut arracher dépend de sa profondeur d'indentation  $\delta$ , qui ne dépend que de la taille de la particule et de la Pression.

<sup>3</sup>Cela n'est pas tout à fait vrai, car on observe des rayures sur les échantillons de cuivre polis sans oxydant, cf. paragraphe IV.1.6 sur la topologie.

L'épaisseur de la couche d'oxyde augmente avec la concentration en oxydant [14]. D'autre part, la durée entre deux interactions successives d'une particule abrasive sur un point de la surface est de l'ordre de 0,01 à 0,4 s [7], et ne dépend pas de la concentration en oxydant. Par conséquent, à de faibles concentrations, la couche d'oxyde n'a pas le temps d'atteindre une épaisseur suffisante pour correspondre au volume enlevé par une particule abrasive.

L'indentation d'une particule abrasive, et donc le volume  $Vol$  qu'elle peut enlever, est donc limitée non plus par la pression et la taille de cette particule, mais par l'épaisseur de la couche d'oxyde, qui n'est pas assez importante. La particule abrasive enlève alors toute l'épaisseur de la couche d'oxyde, soit un volume  $Vol < Vol_{max}$ .

En fin de compte, comme chaque particule enlève un volume plus faible, la VA (qui est proportionnelle au volume total enlevé par unité de temps) est plus faible. Et la VA est d'autant plus faible que l'épaisseur est faible.

### Concentrations plus importantes

Dans cette nouvelle configuration, la concentration en oxydant est suffisante pour former durant  $t_{int}$  une couche plus épaisse que la profondeur d'indentation  $\delta$ . Chaque particule abrasive peut alors enlever  $Vol_{max}$ . Et la VA ne varie plus en fonction de la concentration en oxydant.

On peut évaluer à environ 20 g/L la concentration minimum pour créer une couche suffisamment épaisse. La valeur de référence étant de 40 g/L, ALTIS se trouve donc dans un domaine où la couche passivée est légèrement plus épaisse que la profondeur d'indentation des particules abrasives.

La figure IV.21 est une reprise de la figure III.6, mais sans considérer l'oxyde (II) de cuivre. Elle essaye d'expliquer comment la profondeur maximale d'indentation va jouer. En effet, l'épaisseur de la couche d'oxyde de cuivre va augmenter de manière exponentielle avec la concentration en oxydant (par ex.). Cependant, les particules abrasives ne pourront arracher un volume supérieur à  $Vol_{max}$ , correspondant à une indentation maximale  $\delta_{max}$ . Ainsi, seule la partie hachurée pourra être enlevée. L'évolution de l'épaisseur enlevée en fonction de la concentration (figure IV.20) ressemble beaucoup à une exponentielle, et il sera difficile de savoir si l'on a une exponentielle ou un début d'exponentielle suivi d'un palier.

### D'autre part

La formation de cupules pour des fortes concentrations en oxydant va dans le sens du non enlèvement de toute la couche. En effet, les cupules proviennent du fait que des morceaux de  $Cu_2O$  auront tendance à rester collés aux morceaux arrachés par abrasion.

Enfin, l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la concentration en oxydant et sa justification (page 103) vont dans le sens du non enlèvement total de la couche pour des concentrations suffisamment importantes.

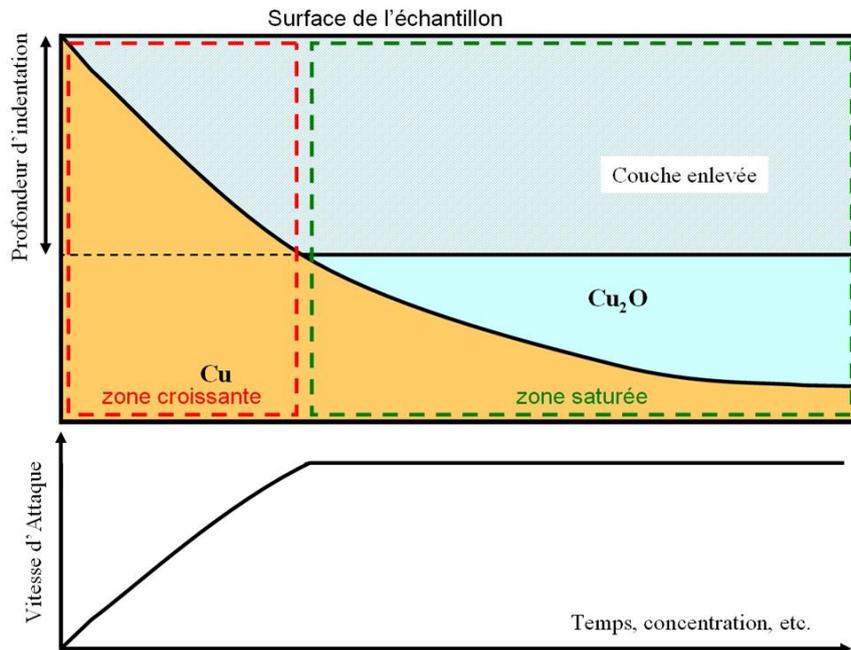


FIGURE IV.21 – Schéma de l'enlèvement d'une partie de la couche

## Conclusion

La couche n'est vraisemblablement totalement arrachée que lorsque la couche n'est pas trop épaisse. Dans le cas contraire, c'est la profondeur maximale d'indentation, donnée par les conditions d'essai, qui vont déterminer le volume maximal enlevé par chaque abrasif, et donc la vitesse d'attaque maximale. Pour les conditions standard ( $P=450$  hPa,  $V=49$  m/min, [oxydant]=40 g/L), la vitesse maximale est de  $7000 \text{ \AA}/\text{min}$ .

On peut cependant approcher la courbe d'influence de la concentration en oxydant sur la vitesse d'attaque par une courbe exponentielle.

$$\dot{h}_{Cu} = \dot{h}_{max}(1 - e^{-C/C_0}) \quad (\text{IV.52})$$

avec  $\dot{h}_{Cu}$  la vitesse d'attaque du cuivre,  $\dot{h}_{max} \approx 7000 \text{ \AA}/\text{min}$ ,  $C$  la concentration et  $C_0 = 9,7 \text{ g/L}$ ,  $R^2 = 0,98$ .

## IV.1.8 Conclusions sur l'enlèvement du cuivre

L'enlèvement du cuivre sur des surfaces planes au cours du polissage mécano chimique fait intervenir un grand nombre de paramètres. Pour expliquer l'enlèvement de matière, nous faisons les hypothèses suivantes :

- Les particules abrasives sont considérées sphériques de dimension  $x$
- Elles s'indentent dans le pad, et  $y$  sont fixées, et dans le wafer, où elles viennent créer un sillon dans la matière

- Le pad se comporte comme un ensemble de ressorts, de densité de raideur  $k_p$
- Le contact se fait par les particules abrasives entre le pad et le wafer
- Le wafer est en régime plastique

Nous trouvons que la vitesse d'attaque du cuivre suit une loi en  $P^{1.19}V$  :

$$\dot{h}_{Cu} = \frac{4}{3} \lambda \beta \frac{\rho_{liquide} C_{mass}}{6\pi \rho_{Al_2O_3}} \left( \frac{1}{\varphi E} \right)^{3/2} \left( k_p \alpha \frac{\eta}{\eta + 1} \right)^{\epsilon/2} V P^q \quad (IV.53)$$

La dépendance linéaire en  $V$  s'explique par le fait que la vitesse donne la longueur du sillon que chaque particule enlève. La dépendance en exposant  $q$  est en réalité le produit de deux influences :

- une influence en  $P^\epsilon$  de la pression provenant de la courbe de portance du pad en fonction de l'enfoncement et
- une influence en  $P^{3(1-\epsilon)/2}$  provenant de la profondeur d'indentation dans le wafer, c'est-à-dire de la profondeur des sillons.

L'influence de la concentration en oxydant sur la vitesse d'attaque peut être considérée comme exponentielle.

$$\dot{h}_{Cu} = \dot{h}_{max} (1 - e^{-C/C_0}) \quad (IV.54)$$

Nous pouvons même relier cette équation avec l'équation (IV.53) en remplaçant  $\lambda$  qui intègre l'influence de la chimie par une exponentielle dépendant de la concentration en oxydant. On obtient alors :

$$\dot{h}_{Cu} = C_f (1 - e^{-C/C_0}) V P^q \quad (IV.55)$$

avec  $C_f = 4,3 \cdot 10^{-14} Pa^{-1.19}$  un facteur intégrant toutes les influences autres que pression, vitesse et concentration en oxydant. Il est possible que  $C_0$  dépende de la pression et de la vitesse. Nous n'avons pas fait d'expériences en ce sens.

Enfin, après polissage, les morceaux de matière arrachés se retrouvent dans le liquide de polissage sous forme de débris emprisonnés dans des micelles de surfactant.



## IV.2 Aplanissement

Après nous être intéressé à l'enlèvement du cuivre sur des surfaces déjà planes, nous allons maintenant nous intéresser à des surfaces comprenant des motifs. En effet, le but du polissage mécano-chimique étant d'aplanir les surfaces, il est primordial de comprendre le phénomène d'aplanissement. Même si chronologiquement cette phase intervient avant la phase d'enlèvement du cuivre plan, nous avons voulu la traiter après puisque nous allons nous appuyer sur les résultats du chapitre précédent pour mieux l'expliquer.

On évoquera le rôle de la différence de pression dans le phénomène d'aplanissement ainsi que l'influence de quelques éléments sur l'aplanissement. On dira que l'aplanissement est dû à une différence de pression, qui est due à différents paramètres.

### IV.2.1 Rôle de la différence de pression

#### IV.2.1.1 Principe

On considère que le pad est élastique. La pression qu'il crée sur la surface du wafer va donc dépendre de son enfoncement. On comprend ainsi que les différences de hauteur des motifs (zones hautes et basses, voir figure I.11) vont créer des différences de pression sur ces différentes zones. Or, nous l'avons vu dans le chapitre précédent, l'enlèvement de matière dépend de la pression. Ainsi, l'enlèvement de matière va dépendre de la zone considérée. Plus la zone est profonde, moins la pression créée est importante, et par conséquent moins l'enlèvement de matière est important. De même moins la zone est profonde, plus la pression et l'enlèvement de matière seront grands. On voit donc que la différence de pression créée par la différence de hauteur va faciliter l'aplanissement en lissant la surface.

### IV.2.1.2 Modèle

Nous allons maintenant proposer une modélisation inspirée de celle de Fu et Chandra [55] afin d'expliquer ce phénomène.

Les hypothèses de ce modèle sont les suivantes :

- Le pad se déforme élastiquement, comme un ensemble de ressorts linéaires.
- L'enlèvement de matière suit la loi trouvée dans le chapitre précédent.
- Le contact entre le wafer et le pad se fait par les particules abrasives.

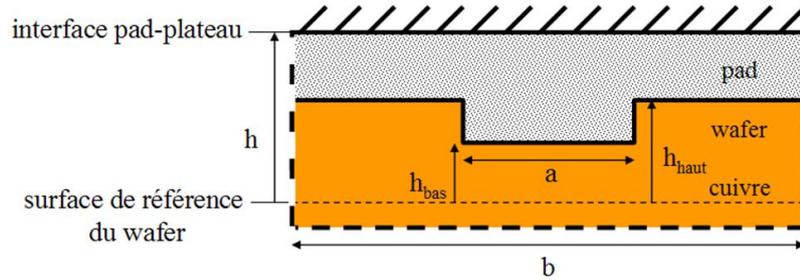


FIGURE IV.22 – Schéma d'un motif du wafer

La figure IV.22 présente le schéma d'un motif du wafer. Il faut remarquer que les dimensions  $a$  et  $b$  sont des surfaces, correspondant respectivement aux zones basses et à la surface totale du motif. La surface correspondant aux zones hautes sera donnée par  $(b-a)$  (figure IV.23).

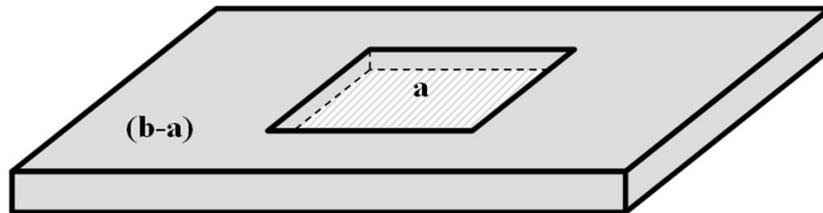


FIGURE IV.23 – Schéma expliquant les aires relatives des zones hautes  $(b-a)$  et basses  $(a)$  du wafer

La loi que nous utilisons est de la forme

$$\dot{h} = -K_P P^q V \quad (\text{IV.56})$$

Or, nous avons supposé que le pad se déformait élastiquement. Il y a donc un lien entre la pression  $P$  et l'enfoncement  $\delta_p$ .

En effet, l'épaisseur du pad dans la région basse est donnée par  $h(t) - h_{bas}(t)$ . Alors, la déformation du pad par rapport à son épaisseur d'origine  $H$  est  $H - [h(t) - h_{bas}(t)]$ . Pour obtenir une telle déformation, la pression doit donc être

$$P_{bas} = k_p (H - [h(t) - h_{bas}(t)]) \quad (\text{IV.57})$$

avec  $k_p$  la densité de raideur élastique du pad.

Nous obtenons donc, pour les zones hautes et les zones basses,

$$\dot{h}_{bas} = -K_P P_{bas}^q V \quad (\text{IV.58})$$

$$\dot{h}_{haut} = -K_P P_{haut}^q V \quad (\text{IV.59})$$

L'équilibre des forces de pression sur la surface donne

$$Pb = P_{bas}a + P_{haut}(b - a) \quad (\text{IV.60})$$

Cependant, pour maintenir l'équilibre des forces, la pression réelle s'exerçant sur la partie haute  $P_{haut}$  est plus importante que la pression  $P$  appliquée, et la pression  $P_{bas}$  dans les zones basses est plus faible.

On le voit clairement lorsqu'on écrit que la pression  $P$  vaut

$$P = \chi P_{haut} + (1 - \chi) P_{bas} \quad (\text{IV.61})$$

avec  $\chi$  la proportion de surface des zones hautes.  $\chi = (b - a)/b$ .

On peut réécrire l'équation (IV.61)

$$P = P_{bas} + \chi(P_{haut} - P_{bas}) \quad (\text{IV.62})$$

On voit donc bien que  $P > P_{bas}$ . Et on trouverait de même que  $P_{haut} > P$ .

Concrètement cela sous-entend que la vitesse d'enlèvement de matière en un point donné du wafer n'est pas seulement gouvernée par la topographie du point considéré, mais également par les zones alentours : une zone haute subira une pression plus importante et une zone basse plus faible. Par conséquent, l'enlèvement de matière se fera plus vite en haut qu'en bas, ce qui explique l'aplanissement.

On réécrit l'équation (IV.60)

$$Pb = \{k_p[H - (h - h_{bas})]a\} + \{k_p[H - (h - h_{haut})](b - a)\} \quad (\text{IV.63})$$

En transformant l'équation (IV.63), on obtient

$$h = \frac{b - a}{b} h_{haut} + \frac{a}{b} h_{bas} + \left( H - \frac{P}{k_p} \right) \quad (\text{IV.64})$$

La profondeur de motif est donnée par

$$D(t) = h_{haut}(t) - h_{bas}(t) \quad (\text{IV.65})$$

Les expressions des pressions deviennent alors

$$P_{bas} = P - k_p \frac{b - a}{b} D \quad (\text{IV.66})$$

$$P_{haut} = P + k_p \frac{a}{b} D \quad (\text{IV.67})$$

Or, les pressions que nous utilisons doivent être positives. Par conséquent, il existe une valeur de la profondeur de motif  $D_X$  en dessous de laquelle  $P_{bas} > 0$ .

Cela s'explique physiquement par le fait que, pour des profondeurs de motifs trop importantes par rapport à l'élasticité du pad, celui-ci n'arrivera pas à toucher le fond des motifs. La pression qu'il crée alors est nulle. On se trouve alors avec simplement le polissage des parties hautes.

L'expression de  $D_X$  est donnée par

$$D_X = \frac{b}{b - a} \frac{P}{k_p} \quad (\text{IV.68})$$

$D_X$  correspond à l'enfoncement maximal du pad dans les zones basses. Son expression dépend de la géométrie du motif, puisque plus un motif est large, et plus le pad va facilement pouvoir s'enfoncer dans le motif, et donc venir toucher le fond du motif. Il dépend également de son élasticité, puisque plus un pad sera élastique, plus sa densité de raideur  $k_p$  sera petite, et par conséquent le pad pourra s'enfoncer plus profondément dans le motif. Enfin,  $D_X$  dépend de la pression, qui du fait du caractère élastique du pad, est directement proportionnelle à son allongement (enfoncement).

Il y a donc deux domaines de fonctionnement différents. Le premier correspond au début de l'aplanissement, au cours duquel les zones basses ne sont pas touchées par le pad, et par conséquent aucun enlèvement de matière n'a lieu. Le second commence lorsque le pad touche enfin les zones basses et celles-ci se voient enlever de la matière.

### Aplanissement sans contact dans les zones basses

Lorsqu'il n'y a pas contact dans les zones basses, ce qui arrive lorsque  $D > D_X$ , la pression en zone basse est nulle ( $P_{bas} = 0$ ) et la pression en zone haute est déterminée par l'équation (IV.60) :

$$P_{haut} = P \frac{b}{b - a} \quad (\text{IV.69})$$

L'enlèvement de matière étant relié à la pression, nous avons

$$\dot{h}_{bas} = 0 \quad (\text{IV.70})$$

$$\dot{h}_{haut} = -K_P \left( \frac{b}{b - a} P \right)^q V \quad (\text{IV.71})$$

La profondeur de motif suivra donc la loi, en prenant  $D_1(0) = D_0$ ,

$$D_1(t) - D_0 = -K_P \left( \frac{b}{b - a} P \right)^q V t \quad (\text{IV.72})$$

Dans cette situation, l'aplanissement suit une loi très similaire à l'enlèvement de ma-

tière de surface plane (voir chapitre précédent), en remplaçant  $P$  par  $b/(b-a) P$ .

La vitesse d'aplanissement correspond ici à la vitesse d'attaque pour une pression  $P_{haut}$ .

Au cours de l'aplanissement, les profondeurs des motifs diminuent, et on arrive à un moment où il y a contact également dans les zones basses.

Calculons la durée  $t_X$  de cette étape.  $t_X$  est le temps nécessaire pour arriver à  $D_X$ .

On a que  $D_1(t_X) = D_X$ , soit

$$D_1(t_X) - D_0 = -K_P \left( \frac{b}{b-a} P \right)^q V t_X = D_X - D_0 \quad (\text{IV.73})$$

Nous arrivons à

$$t_X = \frac{k_p D_0 - \frac{b}{b-a} P}{k_p K_P \left( \frac{b}{b-a} P \right)^q V} \quad (\text{IV.74})$$

### Aplanissement avec contact dans les zones basses

Dans cette nouvelle situation, nous avons donc contact partout sur le wafer (zones hautes et basses). Cela arrive quand  $D < D_X$ .

En reprenant les équations (IV.66) et (IV.67), on obtient

$$\dot{D}_2(t) = -K_P P^q V \left[ \left( 1 + \frac{a k_p}{b P} D_2(t) \right)^q - \left( 1 - \frac{b-a k_p}{b P} D_2(t) \right)^q \right] \quad (\text{IV.75})$$

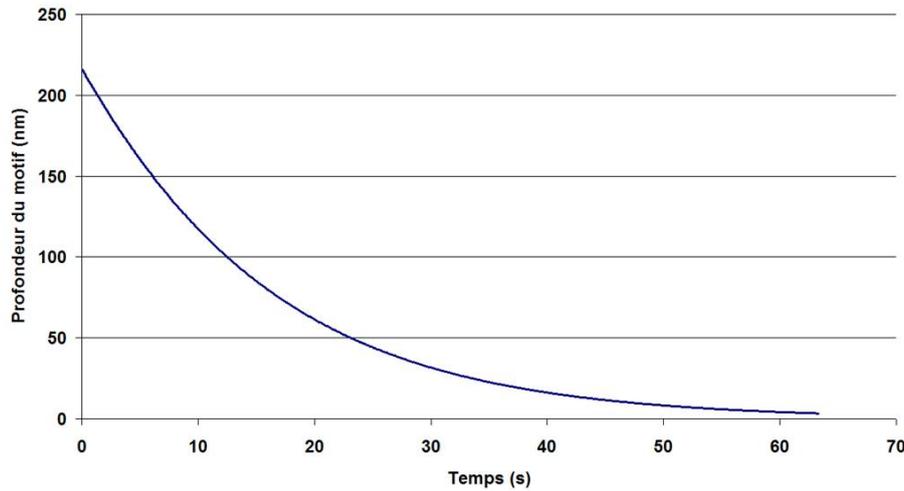


FIGURE IV.24 – Résolution numérique pour  $t > t_X$  de la profondeur de motif  $D_2$

Nous résolvons cette équation numériquement : la figure IV.24 montre la résolution numérique de  $D_2$ , en prenant  $D_2(0) = D_X$ .

Nous avons réalisé une petite étude sur l'influence des paramètres P et V sur l'allure de la courbe. Nous avons trouvé que la courbe de l'aplanissement lorsqu'il y avait toujours contact en zones basses (en prenant une profondeur initiale de motif inférieure à  $D_X$ ) pouvait toujours être approchée par une exponentielle.

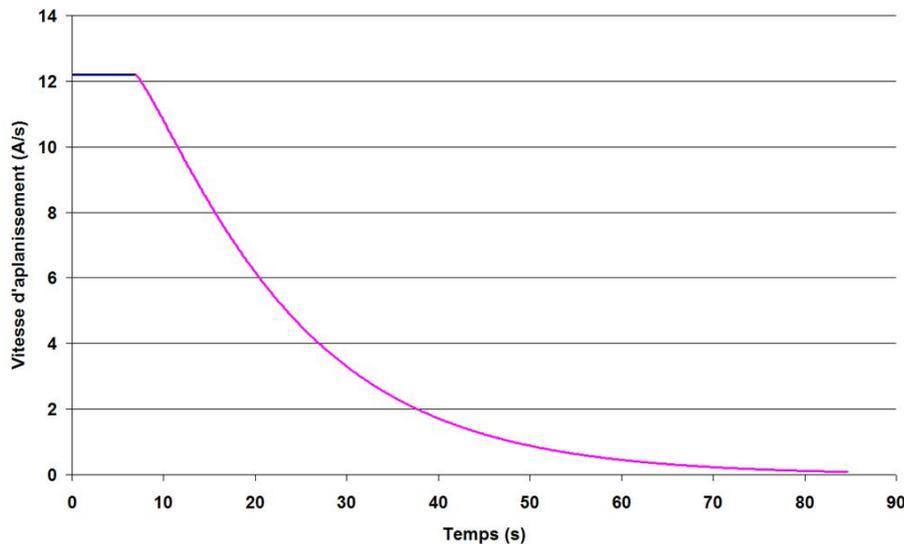
$$D_2(t) = D_X \exp\left(-\frac{t - t_X}{t_2}\right) \quad (\text{IV.76})$$

avec

$$\frac{1}{t_2} = C_{t_2} P^{q-1} V \quad (\text{IV.77})$$

avec  $C_{t_2} = 1.06 \cdot 10^{-2} m^{-1} Pa^{-0,19}$  pour

- $K_P = 4, 3 \cdot 10^{-14} Pa^{-1,19}$
- $k_p \approx 2, 1 \cdot 10^{11} N/m^3$
- $a = 40 \mu m \times 80 \mu m = 3, 2 \cdot 10^{-9} m^2$  (aire de la zone basse)
- $b \approx 10^{-6} m^2$  (aire du motif)
- $q = 1,19$



**FIGURE IV.25** – Vitesse d'aplanissement prévue par le modèle en fonction du temps de polissage

La figure IV.25 montre la vitesse d'aplanissement prévue par le modèle en fonction du temps de polissage. On voit bien que dans un premier temps la vitesse est constante, il n'y a pas contact dans les zones basses. Ensuite, la vitesse a une allure d'exponentielle.

### IV.2.1.3 Vérification expérimentale

La figure IV.26 présente les résultats obtenus pour une concentration en oxydant de 40 g/L, une pression de 450 hPa, une vitesse linéaire de 49 m/min. On y a tracé la courbe obtenue par la résolution numérique des équations (IV.72) et (IV.75).

On retrouve toujours ce genre de courbe, quelles que soient les valeurs de P, V et de la concentration en oxydant.

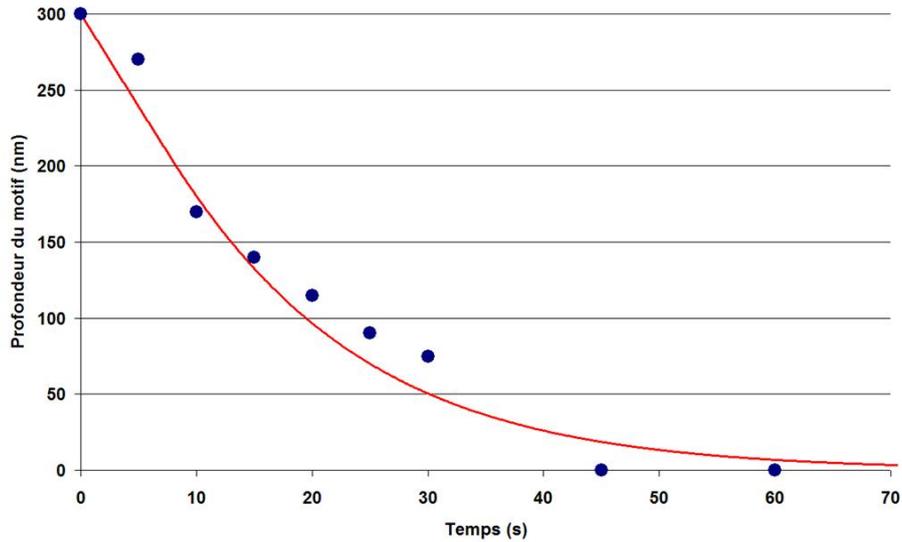


FIGURE IV.26 – Courbe d’aplanissement en fonction de la durée de polissage

Nous avons pris pour notre modèle les valeurs suivantes :

- $V = 49m/min$  soit  $0,82m/s$ .
- $P = 450hPa$
- $k_p \approx 2,1 \cdot 10^{11} N/m^3$
- $a = 3,2 \cdot 10^{-9} m^2$
- $b \approx 10^{-6} m^2$
- $q = 1,19$
- $D_0 = 295nm$  (valeur moyenne des différences de hauteurs initiales de nos échantillons)

## IV.2.2 Influence de quelques paramètres

### IV.2.2.1 Pression P

La figure IV.27 présente les résultats en faisant varier la pression et en gardant les autres paramètres à leur valeur de référence. La vitesse d’aplanissement augmente avec la pression. La courbe pleine représente la valeur attendue par le modèle.

La vitesse d’aplanissement  $V_p$  correspond à la pente à l’origine de la courbe d’aplanissement. On a donc, si on prend l’expression linéarisée de  $\dot{D}_1$  en 0 :

$$V_p = -\dot{D}_1(0) = -K_P \left( \frac{b}{b-a} P \right)^q V \quad (\text{IV.78})$$

Le modèle est bien adapté à nos mesures.

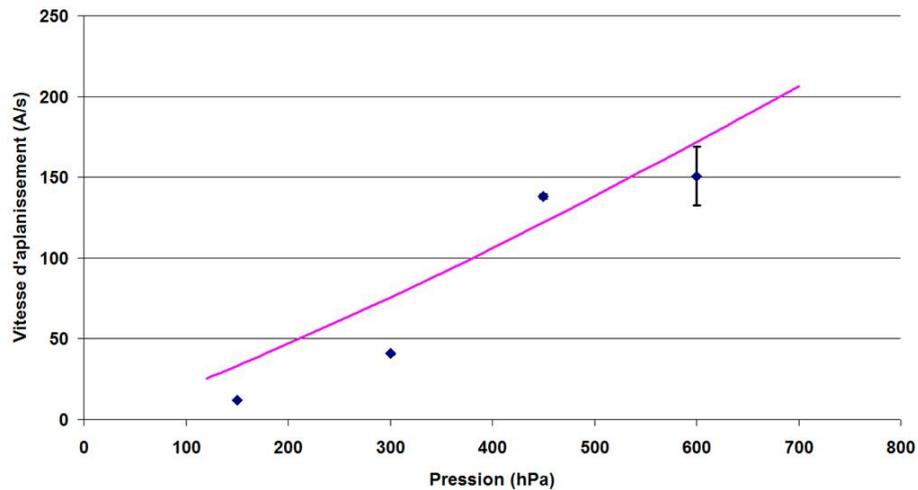


FIGURE IV.27 – Vitesse d’aplanissement en fonction de la pression

#### IV.2.2.2 Vitesse linéaire $V$

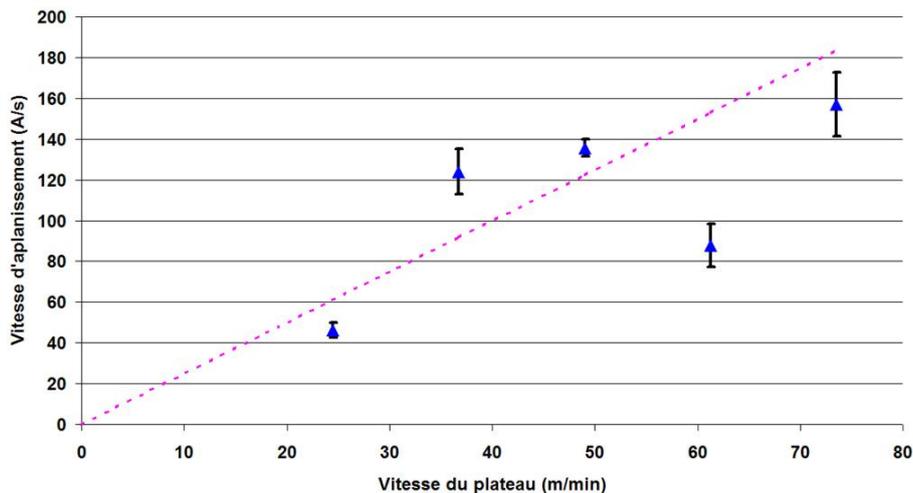


FIGURE IV.28 – Vitesse d’aplanissement en fonction de la vitesse du plateau

Les résultats concernant le vitesse d’aplanissement  $V_P$  en fonction de la vitesse du plateau  $V$  sont présentés dans la figure IV.28. La courbe représente les valeurs attendues par le modèle.

Nous observons que pour des vitesses faibles, le modèle colle assez bien aux expériences. En revanche, pour des valeurs plus importantes, la vitesse d’aplanissement est plus faible que le modèle et ne suit plus une loi linéaire. Il est possible qu’il y ait un phénomène de portance du fluide, qui éloigne le pad du wafer, diminuant ainsi l’enlèvement de matière, et limitant l’aplanissement.

Cela rejoint notre hypothèse évoquée lors de l’étude des coefficients de frottement

page 103, selon laquelle les vitesses trop importantes donnaient lieu à une portance par le fluide.

### IV.2.3 Conclusion sur l'aplanissement

La différence de hauteur du motif est la cause de son propre aplanissement. En effet, la différence de hauteur va créer une différence de pression, puisque le pad est élastique. Or, justement, la vitesse d'attaque d'un point du pad dépend de la pression en ce point. Par conséquent la différence de hauteur va créer une différence de vitesse d'attaque qui va faciliter l'aplanissement.

Le pad est élastique, cependant il arrive qu'il ne puisse pas accéder au fond des motifs. Cela arrive lorsque son élasticité ou la géométrie du motif l'empêchent de s'enfoncer suffisamment dans le motif. L'aplanissement suit alors une loi simple d'enlèvement de matière.

$$D_1(t) = h_0 - K_P V P^q \left( \frac{b}{b-a} \right)^q t \quad (\text{IV.79})$$

En revanche, dès qu'il y a contact dans les zones basses, l'aplanissement va suivre une loi plus complexe, qu'on peut cependant approcher avec une loi de type

$$D_2(t) = D_X \exp(-C_{t_2} P^{q-1} V(t - t_X)) \quad (\text{IV.80})$$



## IV.3 Surpolissage

Nous avons réussi à expliquer certains aspects du polissage du cuivre. Le CMP des wafers polis par ALTIS, cependant, fait intervenir à un certain moment le polissage du tantale. En effet, la figure II.11 montre bien qu'une fois le cuivre enlevé dans les zones hautes, la couche de surface qui apparaît est du tantale. La littérature révèle d'ailleurs que c'est lors du surpolissage (alors qu'on polit du cuivre et du tantale) que le dishing apparaît. Nous allons donc nous intéresser tout d'abord à la transformation et au polissage du tantale pour ensuite focaliser notre étude sur la formation du dishing et l'influence de la présence de deux matériaux.

### IV.3.1 Modification de la couche de tantale

Nous avons réalisé les mêmes expériences que pour le cuivre avec des échantillons de tantale. Le tableau IV.2 en fait la liste.

	<b>prépolissage</b>	<b>trempe dans le Gen4B</b>
<b>REF</b>	pas de prépolissage	–
<b>REF CMP</b>	polissage eau DI	–
<b>CMP Gen4</b>	polissage CMP	–
<b>30M</b>	polissage eau DI	30 minutes
<b>2H</b>	polissage eau DI	2 heures

**TABLEAU IV.2** – Nomenclature des échantillons tantale XPS

Tous les échantillons sont recouverts d'oxyde de tantale. La littérature explique qu'il

s'agit de  $Ta_2O_5$  [56], le seul pouvant se former. Nous retrouvons d'ailleurs ces résultats dans nos observations XPS (figure IV.29 et tableau IV.3).

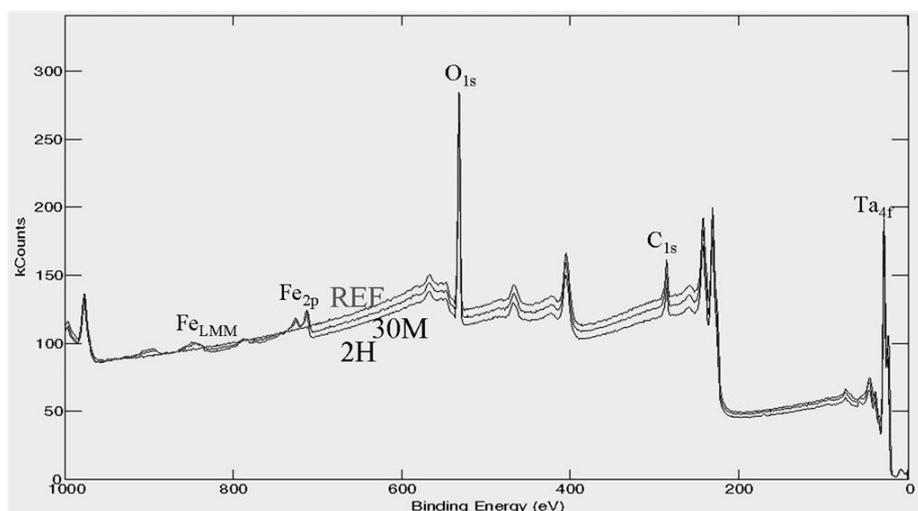


FIGURE IV.29 – Spectre XPS des échantillons tantale

On observe des traces de fer uniquement sur les échantillons ayant été trempés. Ce fer provient de l'oxydant.

éch	Ta <sub>4f</sub>	O <sub>1s</sub>	C <sub>1s</sub>	N <sub>1s</sub>	S <sub>2p</sub>	Fe <sub>2p</sub>	Etat chimique du Ta
REF	29.6	49	21	(1.5)	-	-	$Ta_2O_5 (+Ta)$
REF CMP	35.4	52	13	-	-	-	$Ta_2O_5 (+Ta)$
CMP Gen4	35.5	52	13	-	-	-	$Ta_2O_5 (+Ta)$
30M	27.3	49	21	(1.4)	0.4	0.9	$Ta_2O_5 (+Ta)$
2H	28.4	51	18	(1.8)	0.4	1.2	$Ta_2O_5 (+Ta)$

TABLEAU IV.3 – Résultats XPS des échantillons tantale

Les différences dans les compositions et les épaisseurs de couche de surface entre les différentes durées de trempe sont négligeables ou inexistantes. La couche de  $Ta_2O_5$ , une fois formée, est une parfaite couche de passivation, qui n'évolue plus avec le temps.

Par ailleurs, la vitesse de réaction est plus grande que pour la réaction de transformation du Cu(0) en Cu(I) (paragraphe I.3.8 page 24) puisque le potentiel de réaction est plus élevé. La réaction ayant lieu est la suivante :



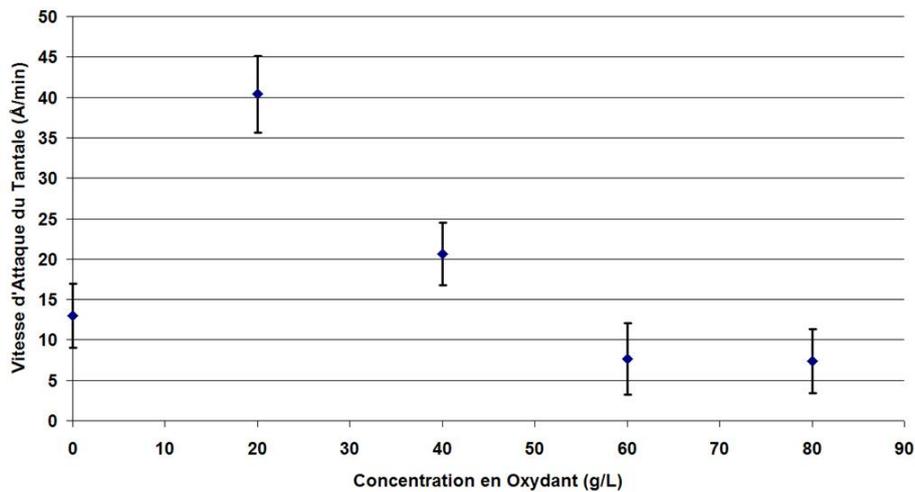


FIGURE IV.30 – Vitesse d'Attaque du Tantale en fonction de la concentration en oxydant

## IV.3.2 Vitesse d'enlèvement du tantale

### IV.3.2.1 Concentration en oxydant

La figure IV.30 montre les résultats obtenus en faisant varier la concentration de 0 à 80 g/L et en gardant les autres paramètres à leur valeur référence.

On voit qu'augmenter la concentration en oxydant fait diminuer l'enlèvement du tantale. Il se passe donc un phénomène opposé à celui du cuivre. La réaction d'oxydation est plus rapide (puisque le potentiel de la réaction est plus élevé, cf. paragraphe I.3.8 sur la passivation du tantale) et les propriétés de l'oxyde de tantale sont différentes de celles du cuivre.

Si la dureté de la couche passivée est supérieure à la dureté des abrasifs, ces derniers ne pourront pas arracher le tantale en surface puisqu'il n'y aura pas indentation dans l'oxyde. En quelque sorte, ce sont les abrasifs qui seraient abrasés par la surface d'oxyde de tantale. Nous n'avons pu obtenir de valeurs de dureté de la couche d'oxyde de tantale, cela reste donc une hypothèse.

Li *et al.* [39] suggèrent que l'enlèvement du tantale n'est pas seulement influencé par les duretés relatives des particules abrasives et de la couche de surface. C'est l'interaction entre la couche d'oxyde de tantale et la surface des abrasifs (et notamment leur groupes fonctionnels) qui est la cause de l'enlèvement du tantale. Li signale que la surface des particules abrasives est recouverte de groupement hydroxyle, et que donc c'est la formation de complexe tantale-hydroxyle qui permet l'enlèvement du tantale.

L'augmentation de la concentration en oxydant pourrait donc avoir un rôle sur cette interaction, la rendant plus difficile, et limitant ainsi l'enlèvement du tantale. En effet, cette augmentation va diminuer le pH, et par conséquent faire disparaître les groupements hydroxyle qui vont avoir tendance à interagir avec les  $H^+$  de plus en plus nombreux en solution. L'action des oxydants sera donc d'inhiber les interactions entre les particules abrasives et le tantale, et donc de diminuer l'enlèvement du tantale.

### IV.3.2.2 Vitesse Linéaire

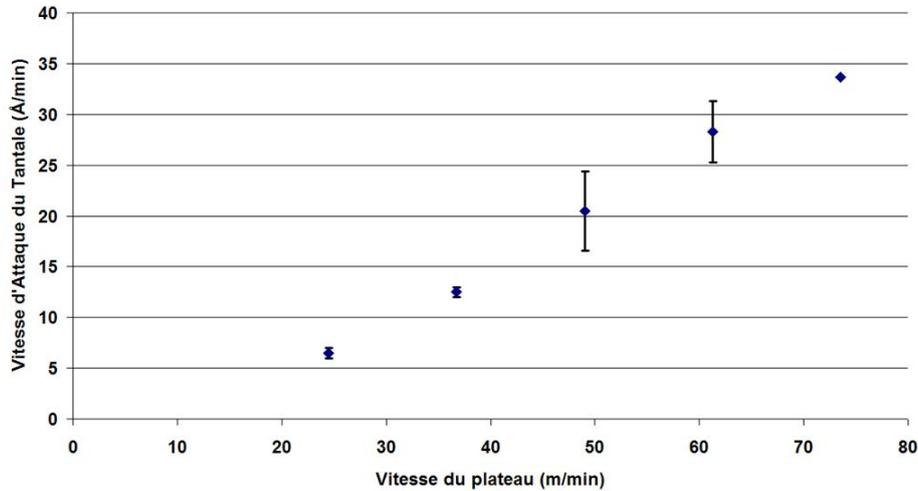


FIGURE IV.31 – Vitesse d'attaque du tantale en fonction de la vitesse

La relation existant entre la vitesse d'enlèvement du tantale et la vitesse linéaire de polissage est présentée dans la figure IV.31.

On voit bien qu'il s'agit d'une relation linéaire, comme pour le cuivre. L'explication est relativement similaire. En effet, l'enlèvement de matière est proportionnel à la distance de polissage, la vitesse d'enlèvement de matière est donc proportionnelle à la vitesse de polissage  $V$ .

On a donc

$$\dot{h}_{Ta} = K_{V,Ta}(V - V_0) \quad (\text{IV.82})$$

avec  $V_0$  une vitesse seuil.

La figure IV.31 nous permet d'obtenir  $K_{V,Ta} = 0,573 \text{Å}/m$  et  $V_0 = 13,6 m/min$ . Le coefficient de corrélation est de  $R^2 = 0,996$ .

On peut imaginer que cette vitesse seuil vient d'une énergie seuil de réaction entre les groupements hydroxyle des particules abrasives et l'oxyde de tantale de surface.

### IV.3.2.3 Pression

La relation entre la vitesse d'attaque du tantale et la pression est plus complexe (figure IV.31). Elle se fait en deux étapes : une partie croissante avec la pression, et une partie constante indépendante de  $P$ .

Dans la partie croissante avec la pression ( $P < 300 \text{hPa}$ ), nous avons

$$\dot{h}_{Ta} = K_{P,Ta}P \quad (\text{IV.83})$$

avec  $K_{P,Ta} = 0,0631 \text{Å}/min/hPa$  et  $R^2 = 0,93$

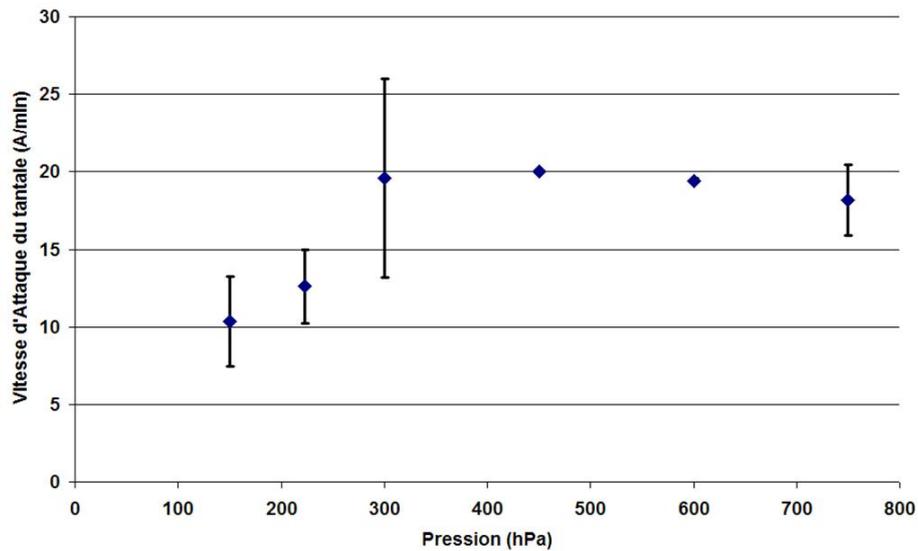


FIGURE IV.32 – Vitesse d'Attaque du Tantale en fonction de la pression

Dans la partie constante par rapport à  $P$  ( $P > 300 \text{ hPa}$ ), nous avons  $\dot{h}_{Ta}(P) = 20 \text{ \AA}/\text{min}$ .

Cette influence est difficile à expliquer. En effet, on aurait tendance à penser que comme pour le cuivre, lorsqu'on augmente la pression, on augmente la profondeur d'indentation des particules abrasives dans le wafer, et par conséquent on augmente le volume enlevé. Cet effet de saturation au-delà de 300 hPa pourrait venir du fait que les particules abrasives sont, comme pour le cuivre, limitées en indentation par la couche de tantale sous-jacente. Ainsi, à partir de 300 hPa, toute la couche d'oxyde de tantale est enlevée, mais pas le tantale. Cela voudrait dire qu'un phénomène similaire pourrait apparaître pour le cuivre à des pressions supérieures à celles utilisées pour notre étude.

### IV.3.3 Formation du dishing

Le dishing se forme lors de la phase de surpolissage. Il vient de la différence de propriétés du tantale et du cuivre qui entraîne une différence de vitesse d'enlèvement. La différence de vitesses d'attaque va donc créer des cuvettes dans les plots de cuivre, qui vont créer des différences de hauteur et donc de pression.

#### IV.3.3.1 Modèle

Nous allons reprendre la même idée que pour l'aplanissement, mais nous n'allons plus fonctionner en terme de zones hautes et basses (même si il va finir par y avoir une différence de hauteurs) mais en termes de zones recouvertes de cuivre et de zones recouvertes de tantale. Cela revient donc à reprendre les mêmes équations, mais à changer quelques détails.

En effet, si l'enlèvement du cuivre suit la loi décrite dans l'équation (IV.41), le tantale suit une loi légèrement différente, plus complexe. La relation entre la vitesse d'enlèvement de matière et la vitesse linéaire de polissage est bien linéaire. Cependant, la pression a une influence légèrement différente.

Nous reprenons donc les mêmes hypothèses que pour l'aplanissement :

- Le pad se déforme élastiquement, comme un ensemble de ressorts linéaires.
- L'enlèvement de matière suit la loi trouvée dans le chapitre "Enlèvement du cuivre plan".
- Le contact entre le wafer et le pad se fait par les particules abrasives.

Commençons d'abord par calculer l'expression de  $t_d$ , temps à partir duquel le polissage commence. Nous nous intéresserons ensuite aux calculs concernant la partie linéaire par rapport à la pression et la partie indépendante de la pression.

### Calcul de $t_d$

$t_d$  est le temps à partir duquel commence le surpolissage. Cela intervient quand on a enlevé tout le cuivre des zones hautes, c'est-à-dire quand  $h_{haut} = 0$ ,  $h_0$  étant l'épaisseur initiale du dépôt du cuivre, soit  $1\mu m$ .

L'expression de  $\dot{h}_{haut}(t)$  pour  $t > t_X$  est donnée par

$$\dot{h}_{haut}(t) = -K_P \left( P + \frac{a}{b} k_p D_2(t) \right)^q V \quad (IV.84)$$

Pour  $t < t_X$ , on a enlevé  $K_P P^q V \left( \frac{b}{b-a} \right)^q t_X$ .

On arrive donc à

$$h_{haut}(t_d) - h_0 = -K_P V P^q \left( \frac{b}{b-a} \right)^q t_X - K_P V P^q \int_{t_X}^{t_d} \left( 1 + \frac{a}{b} \frac{k_p}{P} D_2(t) \right)^q dt \quad (IV.85)$$

soit

$$h_0 = K_P V P^q \left( \frac{b}{b-a} \right)^q t_X + K_P V P^q \int_{t_X}^{t_d} \left( 1 + \frac{a}{b} \frac{k_p}{P} D_2(t) \right)^q dt \quad (IV.86)$$

La résolution numérique nous permet d'obtenir

$$\frac{1}{t_d} = C_{t_d} P^q V \quad (IV.87)$$

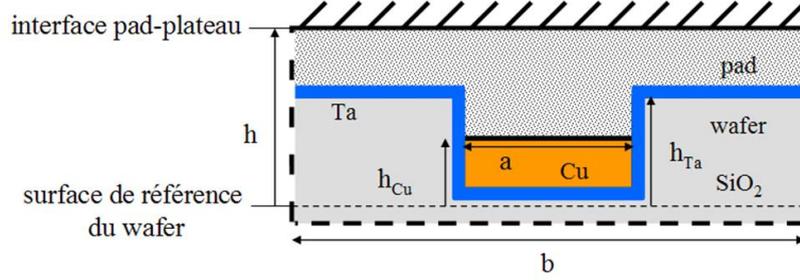
avec  $C_{t_d} = 4,27 \cdot 10^{-8} m^{-1} P a^{-1,19}$  pour

- $K_P = 4,3 \cdot 10^{-14} P a^{-1,19}$
- $k_p \approx 2,1 \cdot 10^{11} N/m^3$
- $a = 40\mu m \times 80\mu m = 3,2 \cdot 10^{-9} m^2$  (aire de la zone basse)
- $b \approx 10^{-6} m^2$  (aire du motif)
- $q=1,19$
- $h_0 = 10^{-6} m$

Cette équation nous permet de déterminer en fonction des paramètres initiaux la durée du polissage.

Cependant, la relation entre la pression et la vitesse d'enlèvement du tantale  $\dot{h}_{Ta}$  est complexe et se sépare en deux situations : une relation linéaire, ou  $\dot{h}_{Ta}$  indépendant de  $P$ .

### Relation linéaire entre $P$ et $\dot{h}_{Ta}$



**FIGURE IV.33** – Schéma d'un motif du wafer intégrant les différents matériaux

La figure IV.33 présente le schéma d'un motif du wafer lorsque l'on est en présence de plusieurs matériaux. On rappelle que les dimensions  $a$  et  $b$  sont des surfaces, correspondant respectivement aux zones basses et à la surface totale du motif. La surface correspondant aux zones hautes sera donnée par  $(b-a)$ .

On a

$$\dot{h}_{Cu} = -K_{Cu}P_{Cu}^q V \quad (\text{IV.88})$$

$$\dot{h}_{Ta} = -K_{Ta}P_{Ta}(V - V_0) \quad (\text{IV.89})$$

La vitesse  $V$  est la même pour le tantale et pour le cuivre. Par contre, la pression que chacun de ces matériaux subit peut être différente.

Par ailleurs, on a toujours

$$P_{Cu} = k_p[H - (h - h_{Cu})] \quad (\text{IV.90})$$

$$P_{Ta} = k_p[H - (h - h_{Ta})] \quad (\text{IV.91})$$

La profondeur de motif est toujours donnée par

$$D(t) = h_{Ta}(t) - h_{Cu}(t) \quad (\text{IV.92})$$

Par contre, nous avons

$$\dot{h}_{Cu} = -K_P P^q V \left(1 - \frac{b-a}{b} \frac{k_p}{P} D\right)^q \quad (\text{IV.93})$$

$$\dot{h}_{Ta} = -K_{Ta} P (V - V_0) \left[1 + \frac{a}{b} \frac{k_p}{P} D\right] \quad (\text{IV.94})$$

L'équation différentielle en D est donc

$$\dot{D}(t) = -K_{Ta}P(V - V_0) \left[ 1 + \frac{a k_p}{b P} D(t) \right] + K_P P^q V \left( 1 - \frac{b - a k_p}{b P} D(t) \right)^q \quad (\text{IV.95})$$

### $\dot{h}_{Ta}$ indépendant de P

Dans cette partie, nous nous intéresserons au cas

$$\dot{h}_{Ta} = -K'_{Ta}(V - V_0) \quad (\text{IV.96})$$

L'équation différentielle en D devient alors

$$\dot{D}(t) = -K'_{Ta}(V - V_0) + K_P P^q V \left( 1 - \frac{b - a k_p}{b P} D(t) \right)^q \quad (\text{IV.97})$$

### Remarque

Il faut remarquer cependant que les vitesses moyennes d'enlèvement du tantale sont très inférieures à celle d'enlèvement du cuivre (20 Å/m pour le tantale contre 7000 Å/m pour le cuivre). Par conséquent, on peut négliger en première approche l'enlèvement du tantale.

L'équation devient alors

$$\dot{D}(t) = K_P P^q V \left( 1 - \frac{b - a k_p}{b P} D(t) \right)^q \quad (\text{IV.98})$$

Nous résolvons numériquement cette équation.

### Résolution Numérique

Nous résolvons alors l'équation différentielle en D numériquement.

La figure IV.34 présente une courbe obtenue pour les valeurs habituelles des paramètres (P=450 hPa, V=49 m/min). Nous obtenons une courbe similaire à celles décrites dans la littérature [52]. Cependant, les valeurs du dishing sont beaucoup plus importantes que celles trouvées lors des essais.

Lorsqu'on s'intéresse à la profondeur de dishing pour un pourcentage de temps de surpolissage donné (15%), on calcule  $D_{15\%} = D(t = 0.15t_d)$  puisqu'on fait commencer le surpolissage à  $t = t_d$ .

### IV.3.3.2 Vérification expérimentale

Nos mesures ont toutes été réalisées sur le même plot de cuivre de 40x80 microns. Une fois le surpolissage commencé, on rajoute 15% du temps de polissage.

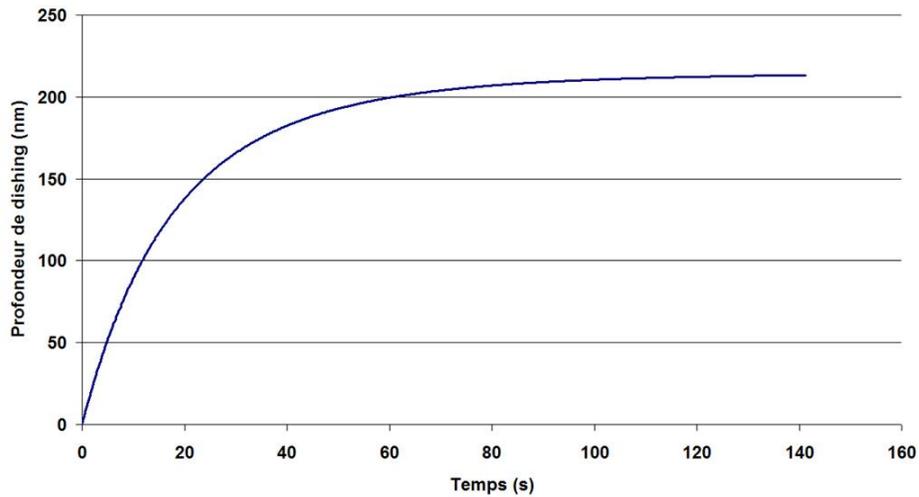


FIGURE IV.34 – Résolution numérique de l'équation de surpolissage

### Vitesse

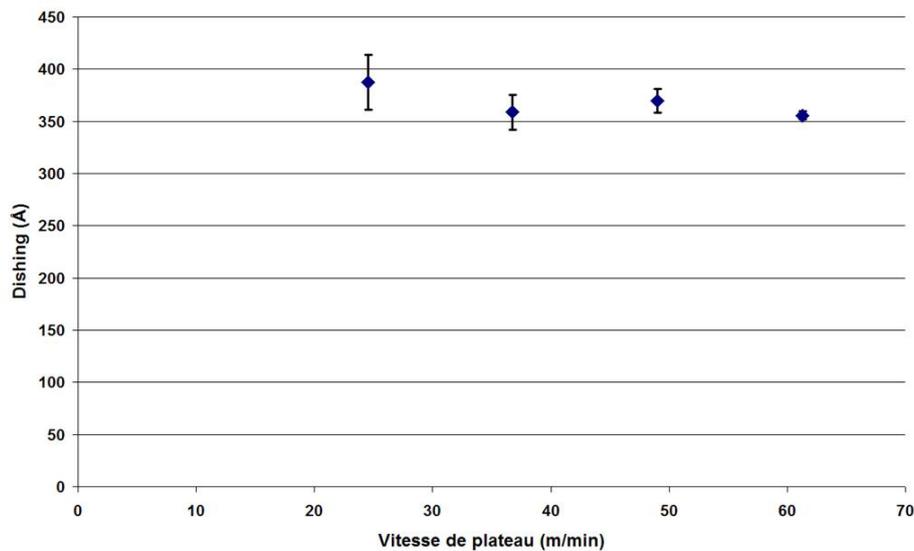


FIGURE IV.35 – Profondeur de dishing à 15% de surpolissage en fonction de la vitesse

La vitesse de polissage n'a aucune influence sur la profondeur de dishing à 15% de surpolissage  $D_{15\%}$  (figure IV.35).

La résolution numérique fait ressortir que la vitesse  $V$  n'a aucune influence sur  $D_{15\%}$ . Cela correspond parfaitement à nos observations. Cependant, la valeur prévue par notre modèle, comme pour l'influence de la pression, ne correspond pas.

On a bien indépendance de  $D_{15\%}$  par rapport à la vitesse.

## Pression

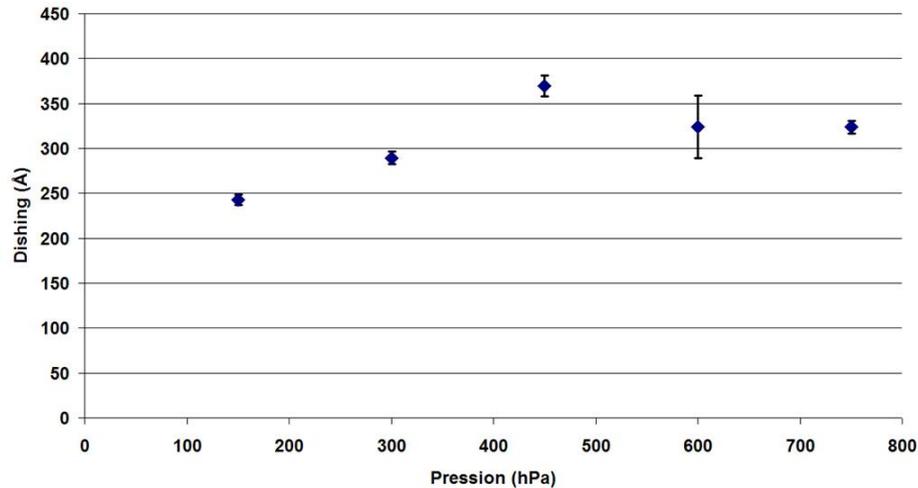


FIGURE IV.36 – Profondeur de dishing à 15% de surpolissage en fonction de la pression

La profondeur de dishing à 15% de surpolissage  $D_{15\%}$  varie peu avec la pression (figure IV.36). On voit cependant apparaître un changement dans l'évolution aux alentours de 300 hPa, comme pour la vitesse d'attaque du tantale.

Notre modélisation ne correspond pas à nos mesures. Il est vraisemblable de penser que cela pourrait être dû à l'influence plus importante que nous ne l'envisagions de la présence du tantale et des réactions électrochimiques pouvant avoir lieu.

## IV.3.4 Conclusions sur le surpolissage

Le surpolissage s'avère nécessaire afin d'enlever, dans le procédé en ligne de production, le cuivre pouvant se trouver encore dans certaines zones. La modélisation mathématique de cette étape s'avère cependant difficile.

Le fait de faire intervenir un nouveau paramètre (différence de matériaux) en plus de la différence de hauteur complique énormément les choses et rend le système difficile à modéliser. Des effets électrochimiques peuvent intervenir, qui n'ont pas été pris en compte dans notre modèle.

Le modèle d'enlèvement de matière proposé, auquel nous avons ajouté des hypothèses pour la phase de surpolissage ne permet pas de prévoir correctement la profondeur de dishing. Les valeurs trouvées sont trop importantes. Cependant, on retrouve la même influence de la vitesse que celle trouvée par l'expérience.

Il faudra donc l'améliorer, afin de pouvoir mieux prévoir la formation du dishing.

## IV.4 Conclusions sur l'enlèvement de matière

Le polissage des wafers de cuivre se fait en trois étapes. Tout d'abord, la phase d'aplanissement permet l'enlèvement de la topologie et aboutit à une surface plane de cuivre. La seconde phase enlève la couche de cuivre plane pour aboutir à une surface présentant des zones de matériaux différents, cuivre et tantale. La dernière étape, le surpolissage, est effectuée afin de s'assurer qu'on a enlevé tout le cuivre pouvant se trouver sur des zones de tantale, et va aboutir à la création de dishing.

La phase d'**aplanissement** fait intervenir la différence de hauteur des différentes zones, qui crée une différence de pression, qui va créer une différence de vitesse d'attaque : les zones hautes sont plus rapidement polies que les zones basses, ce qui aboutit à un aplanissement.

Si la marche initiale (différence de hauteur initiale) est trop importante, il n'y aura pas contact dans les zones basses entre le pad et le wafer, et par conséquent pas d'enlèvement de matière. L'aplanissement est alors un simple polissage des zones hautes.

Lorsque la marche atteint une valeur suffisamment faible  $D_X$ , on peut quantifier l'aplanissement en proposant une relation linéaire (de type ressort élastique) entre l'enfoncement et la pression,  $P = kh$ . Cette modélisation permet d'établir une équation temporelle de l'aplanissement :

$$D(t) = D_X \exp(-(t - t_X)/t_2) \quad (\text{IV.99})$$

avec  $D_X$  dépendant de la géométrie, de la pression et de la densité de raideur du pad, et  $1/t_2$  étant proportionnel à  $P^{q-1}V$ .

La phase de **polissage des surfaces déjà planes** nous permet d'approfondir la compréhension de l'enlèvement de matière proprement dit. En effet, il n'y a plus de différence de hauteurs, et les phénomènes qui ont lieu font donc intervenir moins de paramètres. Cette phase peut également être quantifiée : en considérant le volume arraché par une particule abrasive et en le multipliant par le nombre de particules actives dans le contact, on obtient le volume total enlevé. On peut ainsi arriver à la vitesse d'enlèvement de matière, donnée par l'équation

$$\dot{h} = K_P V P^q \quad (\text{IV.100})$$

avec  $q=1,19$  et  $K_P$  une constante indépendante de la vitesse et de la pression.

La phase de **surpolissage** voit intervenir un nouveau paramètre : un matériau différent, le tantale. Cette mixité dans le polissage va mener à l'apparition de défauts topologiques se présentant sous la forme de cuvettes dans les plots de cuivre, le dishing. Ces cuvettes vont créer une différence de hauteur, et le dishing va donc être difficile à appréhender puisqu'il fait intervenir à la fois une différence de matériau et une différence de hauteurs, deux paramètres qui vont jouer l'un contre l'autre. En effet, la vitesse d'attaque du cuivre est plus importante que celle du tantale, mais du fait de la différence de hauteur, les zones de cuivre vont être polies moins rapidement.

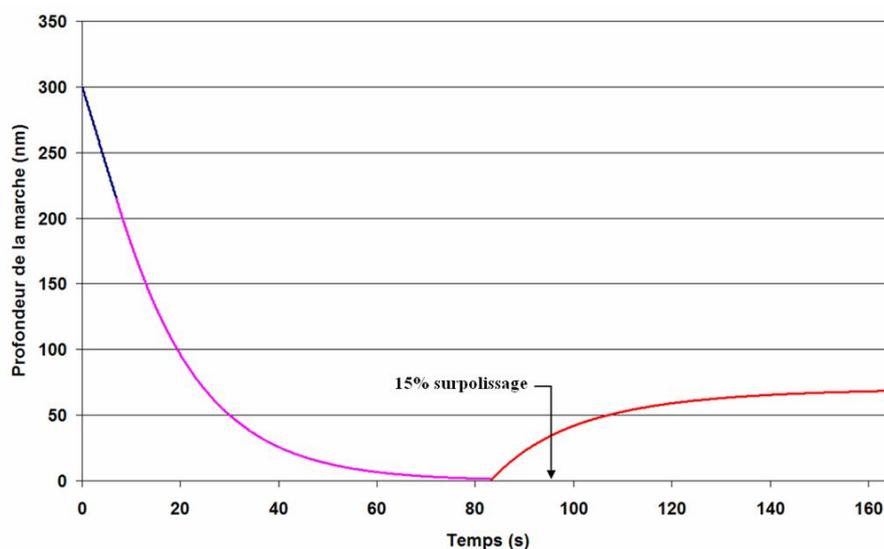


FIGURE IV.37 – Courbe d'aplanissement en fonction du temps

La figure IV.37 présente le tracé typique d'une courbe temporelle de profondeur de motifs, telle que notre modélisation la propose. On voit bien apparaître les trois phases évoquées plus haut.

Le modèle proposé explique très bien l'enlèvement de matière des surfaces planes. La relation  $\dot{h} = K_P V P^q$  est très bien observée dans nos essais.

Il prévoit également relativement bien le processus d'aplanissement. En revanche, la phase de surpolissage est mal décrite par notre modèle.



## Conclusion et Perspectives

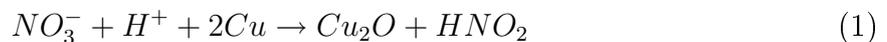


## Conclusion

Le polissage mécano chimique est très utilisé dans l'industrie des semiconducteurs car c'est un excellent procédé pour aplanir des surfaces à très petite échelle – les défauts observés sont de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Notre étude portait sur le polissage mécano chimique de surfaces de cuivre.

Ce procédé fait intervenir un grand nombre de paramètres. On peut cependant faire ressortir deux grands aspects. Tout d'abord a lieu une transformation chimique de la surface de cuivre en oxyde de cuivre, dont les propriétés physiques et mécaniques vont faciliter l'enlèvement lors de la deuxième étape : une abrasion mécanique par des particules d'alumine en solution.

La couche transformée est une couche de  $Cu_2O$  dont l'épaisseur en régime dynamique est de l'ordre de quelques nanomètres. La réaction chimique ayant lieu est



L'épaisseur de la couche suit une loi exponentielle vis-à-vis de la concentration et du temps. Par conséquent tout paramètre jouant sur le temps d'interaction  $t_{int}$  (durée entre deux interactions successives d'une particule abrasive avec la surface) va jouer sur l'épaisseur de la couche.

L'enlèvement du cuivre sur des surfaces parfaitement planes peut s'expliquer par la création de sillons dans le wafer sous l'action des particules abrasives qui s'y indentent, et glissent dessus. On parle de «*sliding indentation*». La dimension de ces sillons sera déterminée par l'indentation des particules dans le wafer, la dimension de ces particules

---

et la distance de polissage. L'indentation des particules dans le wafer sera reliée aux propriétés mécaniques du wafer. Le nombre d'interactions dues aux particules abrasives sera reliées aux propriétés élastiques du pad. En effet, on peut relier l'aire réelle de contact avec la pression appliquée en s'intéressant à la courbe de portance du pad. On aboutit à l'équation reliant la vitesse d'enlèvement de matière à la pression et la vitesse suivante :

$$\dot{h}_{Cu} = K_P V P^q \quad (2)$$

avec  $q=1,19$  et  $K_P$  un paramètre indépendant de  $V$  et  $P$ , intégrant les influences des trois principaux éléments du polissage (pad, wafer, abrasifs). Cette équation décrit très bien nos résultats expérimentaux.

La concentration en oxydant va, elle, jouer sur l'épaisseur de la couche d'oxyde de cuivre, et donc sur l'enlèvement de matière. En effet, seul l'oxyde est enlevé, et le cuivre ne l'est pas. Lorsque la couche d'oxyde est moins épaisse que la profondeur d'indentation des particules abrasives, c'est l'épaisseur de la couche qui devient le facteur limitant dans l'enlèvement de matière.

Le polissage mécano chimique est utilisé pour aplanir des surfaces. Nous avons donc fait intervenir un paramètre supplémentaire : la différence de hauteur (marche) entre des zones dites hautes et d'autres dites basses. Nous avons relié la pression créée en un point du wafer à sa hauteur grâce aux propriétés élastiques du pad.

Si la marche initiale est trop importante, le pad n'est pas en contact avec les zones basses. Il existe donc une marche maximale  $D_X$  au-dessus de laquelle seul les parties hautes sont polies. En dessous de  $D_X$ , l'enlèvement de matière se fait dans les zones hautes comme dans les zones basses, et on peut approcher la profondeur de la marche par la fonction

$$D_2(t) = D_X \exp\left(-C_{t_2} P^{q-1} V (t - t_X)\right) \quad (3)$$

avec  $t_X$  le temps nécessaire à atteindre  $D_X$  à partir de la marche initiale et  $C_{t_2}$  une constante indépendante de  $P$  et  $V$ . Nous pouvons ainsi décrire simplement le phénomène d'aplanissement.

Lorsque tout le cuivre a été enlevé des zones hautes, on débouche sur une couche de tantale, ce qui va faire intervenir un nouveau paramètre : la différence de matériau. Ce nouveau paramètre est à l'origine de la formation du dishing. L'enlèvement du tantale reste difficile à expliquer, et par conséquent l'intégration de ce nouveau paramètre dans le modèle est difficile. Notre modèle ne décrit pas convenablement les résultats expérimentaux : nous prévoyons bien les mêmes allures de courbe que la littérature et que ce que nous trouvons, mais nous surévaluons les profondeurs de dishing.

Notre modélisation, même si elle n'est pas parfaite, permet cependant d'expliquer très correctement le processus d'enlèvement de matière et le phénomène d'aplanissement. Une bonne compréhension et une bonne maîtrise de ces deux phases permettra de limiter l'utilisation du surpolissage qui reste difficile à modéliser.

## Perspectives

Le principal enjeu dans la compréhension du CMP est l'étude approfondie du phénomène d'aplanissement en vue d'augmenter son efficacité, afin de diminuer le besoin de surpolissage.

Cela passera inévitablement par l'intégration d'un plus grand nombre de paramètres.

La connaissance des propriétés mécaniques des différentes couches (cuivre, tantale et leurs oxydes) pourrait fournir un appui à notre modélisation, et permettre de mieux décrire le phénomène de l'enlèvement de matière. De par la petitesse des épaisseurs, l'étude des ces propriétés devra passer par la nanoindentation et le nanorayage de ces couches.

L'approfondissement de l'étude du pad permettra de mieux évaluer ses propriétés élastiques, voire d'incorporer au modèle ses propriétés viscoélastiques.

Enfin, si l'on veut s'intéresser au surpolissage, une meilleure compréhension du polissage du tantale permettra une meilleure explication et modélisation de cette phase. En effet, nous n'avons pas pu pousser outre mesure l'étude du tantale, mais c'est lorsqu'il intervient que notre modèle est mis en défaut.



# Annexes



# A Vocabulaire et Nomenclature

## A.1 Vocabulaire

**CMP** Chemical Mechanical Polishing

**dishing** défaut topologique correspondant à un trop fort polissage du cuivre par rapport au tantale. Il se présente sous la forme de cuvettes au niveau des plots de cuivre.

**endpoint** dispositif de suivi du polissage permettant de l'arrêter au bon moment.

**overpolishing** surpolissage. Phase du polissage nécessaire pour enlever le cuivre sur toute la surface du wafer.

**pad** tissu à base de polyuréthane sur lequel on vient polir le wafer.

**slurry** liquide de polissage (au pluriel : *slurries*)

**VA** Vitesse d'Attaque (ou vitesse de polissage). C'est la vitesse d'enlèvement de matière. Elle se mesure en Å/min.

**wafer** tranche de silicium sur laquelle on vient déposer des couches successives de métallisation.

## A.2 Nomenclature des variables

$a, b$  Aires des parties basses et hautes respectivement

$\alpha$  Coefficient de la courbe de portance (cf. page 89), s'exprime en m.

$A$  Aire de l'échantillon

$A_r$  Aire réelle de contact

$\beta$  Paramètre sans dimension tenant compte du fait que chaque particule abrasive ne peut pas forcément enlever tout le sillon qu'elle crée

$C_{mass}$  Concentration massique en particules abrasives dans les slurries

$D$  Différence de hauteur, profondeur de dishing

$D_{15\%}$  Profondeur de dishing à 15% de temps de surpolissage

$D_\infty$  Différence de hauteur au bout d'un temps infini lors de la phase d'aplanissement

$D_{eau}$  Coefficient de diffusion de l'eau dans le pad

$\delta_w$  Profondeur d'indentation dans le wafer. C'est l'enfoncement d'une particule abrasive dans la matière (cf. page 25).

$\delta_p$  Profondeur d'enfoncement du pad (nm)

$E$  Module de Young ( $N/m^2$ )  
 $F_T, F_N$  Force tangentielle, force normale ( $N/m^2$ )  
 $\gamma$  Coefficient reliant la différence de hauteur à la force de redistribution  
 $h$  Épaisseur de la couche de matière considérée (nm)  
 $\dot{h}$  Vitesse d'enlèvement de matière, également appelée Vitesse d'Attaque (VA) ( $\text{\AA}/\text{min}$ )  
 $K_P$  Coefficient de Preston, reliant l'enlèvement de matière à la pression et la vitesse (cf. page 35).  
 $k_p$  Densité de raideur, permet de relier la pression à l'enfoncement ( $N/m^3$ )  
 $\lambda$  Paramètre sans dimension tenant compte du fait que chaque particule abrasive ne peut pas forcément enlever tout le sillon qu'elle crée. Il tient compte également de la chimie.  
 $\mu$  Coefficient de frottement.  
 $N(x)$  Nombre de particules de diamètre  $x$  dans le contact.  
 $\omega$  Vitesse de rotation  
 $P$  Pression (hPa)  
 $q$  Exposant de la pression  
 $R$  Résistance  
 $\rho$  Résistivité ou Masse volumique du matériau  
 $t_{int}$  temps séparant deux interactions successives d'une particule abrasive en un point donné de la surface ; c'est le temps caractéristique du polissage.  
 $t_d$  Durée du polissage, correspond au temps de début du surpolissage  
 $V$  Vitesse du plateau.  
 $V_P$  Vitesse d'aplanissement (ou vitesse de planarisation). C'est la pente à l'origine de la courbe d'aplanissement en fonction du temps.  
 $Vol(x)$  Volume enlevée par une particule de diamètre  $x$ .  
 $Vol$  Volume enlevé par une particule abrasive.

## B La cinématique de polissage

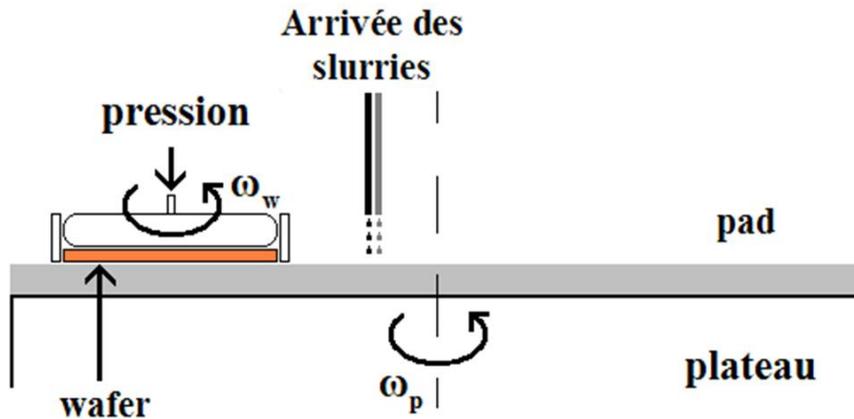


FIGURE Ann.1 – Schéma du dispositif de polissage en ligne de production

Le mouvement relatif du wafer sur le tissu de polissage est complexe. Il fait intervenir deux rotations d'axe parallèles mais distincts. La première rotation est celle du tissu de polissage, de vitesse  $\omega_p$ , la deuxième est celle du wafer, de vitesse  $\omega_w$  (figure Ann.1).

De nombreuses analyses montrent que le choix des rapports de vitesse de rotation joue sur l'uniformité du polissage.

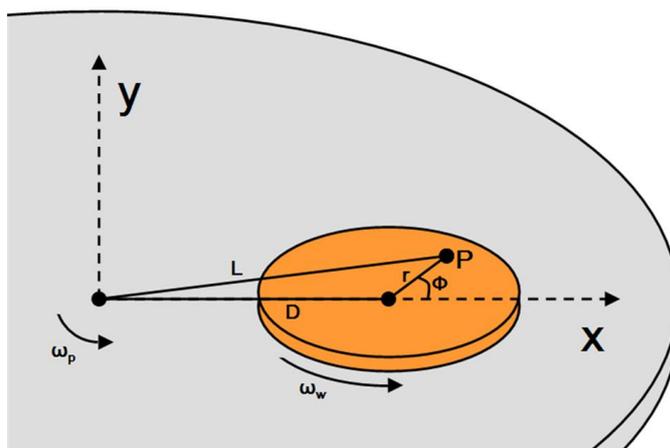


FIGURE Ann.2 – Schéma décrivant les variables utilisées

Pour comprendre cela, Kim et Jeong [70] ont introduit la longueur cinématique  $\zeta$ , qui va tenir compte de la dimension du wafer ( $r_w$ ), de la distance entre les axes de rotation (L)

et du rapport entre les deux vitesses ( $R = \omega_w/\omega_p$ ). La figure Ann.2 présente les variables utilisées.

$$\zeta = \frac{r_w}{D}(1 - R) \quad (1)$$

On pose également la quantité sans dimensions

$$\rho = \frac{r}{r_w} \quad (2)$$

On peut ainsi écrire que la vitesse d'un point du wafer sur un rayon  $r$  est

$$v_x = r(\omega_p - \omega_w)\sin(\omega_w t) = \omega_p D \rho \sin(\Phi) \quad (3)$$

$$v_y = -r(\omega_p - \omega_w)\cos(\omega_w t) - \omega_p D = -\omega_p D(\rho \cos(\Phi) + 1) \quad (4)$$

avec

$$\Phi = \omega_w t \quad (5)$$

La vitesse normalisée par la vitesse du centre du wafer ( $\omega_p D$ ) sera

$$v_w(\rho, \Phi) = \sqrt{(\rho\zeta)^2 + 2\rho\zeta\cos\Phi + 1} \quad (6)$$

$$v_w(x, y) = \sqrt{(\zeta x + 1)^2 + (\zeta y)^2} \quad (7)$$

Dans notre dispositif, nous avons  $D = 6,5\text{cm}$  et  $r_w = 1,2\text{cm}$ , donc  $\zeta$  varie de 0,16 à 0,176 en fonction de la vitesse du plateau.

Nous pouvons linéariser l'équation (6)

$$v_w \approx 1 + \rho\zeta\cos\Phi + \frac{\rho^2\zeta^2}{2}\sin^2\Phi \quad (8)$$

et en l'intégrant, nous trouverons la distance normalisée

$$D_t(\rho, \theta) = \left[ 1 + \frac{\rho^2\zeta^2}{4} + \frac{\rho\zeta\sin\Phi}{\Phi} \left( 1 - \frac{\rho\zeta\cos\Phi}{4} \right) \right] t \quad (9)$$

Or,  $\Phi = \omega_w t$ , donc, à partir d'un certain temps,

$$Dist = D_{t \rightarrow \infty} = \left[ 1 + \frac{\rho^2\zeta^2}{4} \right] t \quad (10)$$

On calcule la non uniformité sur le wafer par le rapport

$$NU = \frac{Dist_{max} - Dist_{min}}{(Dist_{max} + Dist_{min})/2} \quad (11)$$

avec

$$Dist_{max} = t \quad (12)$$

et

$$Dist_{min} = \left(1 + \frac{\rho^2 \zeta^2}{4}\right) t \quad (13)$$

soit

$$NU = \frac{2\rho^2 \zeta^2}{(8 + \rho^2 \zeta^2)} \quad (14)$$

Finalement NU varie de 0,64 % à 0,77 % en fonction de la vitesse de rotation du plateau sur l'ensemble de notre échantillon.

Notre modélisation, comme les lois de Preston et de Zhao, donne une relation linéaire entre l'enlèvement de matière et la distance de polissage (relation linéaire entre la vitesse d'enlèvement de matière et la vitesse de polissage).

Par conséquent, la non uniformité en distance de polissage sera la même qu'en enlèvement de matière. On peut donc conclure que **notre vitesse d'attaque est relativement homogène sur l'ensemble de notre échantillon.**

Elle aurait été plus homogène encore si nous avions pris une vitesse de rotation du wafer plus proche de celle du plateau. Idéalement,  $\omega_w = \omega_p$  donne  $R=1$  et  $\zeta = 0$ . On a alors  $NU = 0$  : l'homogénéité est parfaite.

Nous n'avons pas fait ce choix pour des raisons de facilité de mise en place du dispositif. Une légère rotation nous permet tout de même de ne pas avoir une seule direction de polissage.



## C Dispositifs d'étude

### C.1 Principe des analyses XPS

L'analyse XPS (ou ESCA pour *Electron Spectroscopy for Chemical Analysis*) permet de déterminer les compositions chimiques des éléments présents sur une surface. Il permet également de calculer les proportions relatives des différents atomes ou groupements présents sur cette surface.

Le principe consiste à irradier la surface avec un faisceau de photons monochromatiques, d'énergie connue  $E$ . Ces photons sont absorbés par la surface, en excitant les électrons des couches de cœur des atomes. On a la relation  $E = E_l + E_c$ , avec  $E_l$  l'énergie de liaison de l'électron. Un spectromètre permet de mesurer l'énergie cinétique  $E_c$  de ces électrons. On peut donc remonter à  $E_l$ , qui est caractéristique d'une couche donnée d'un élément donné. C'est ainsi que l'on remonte à la composition chimique de la surface.

La composition chimique des éléments à cœur est par contre difficile à obtenir, puisque les électrons, même s'ils sont eux aussi excités, ont du mal à ressortir du matériau sans rencontrer d'autres atomes, et donc perdent une partie de leur énergie. On estime que 70% du signal détecté provient des  $l$  premiers nm ( $l$  étant le libre parcours moyen des électrons dans le matériau, de l'ordre de 1 à 2 nm).

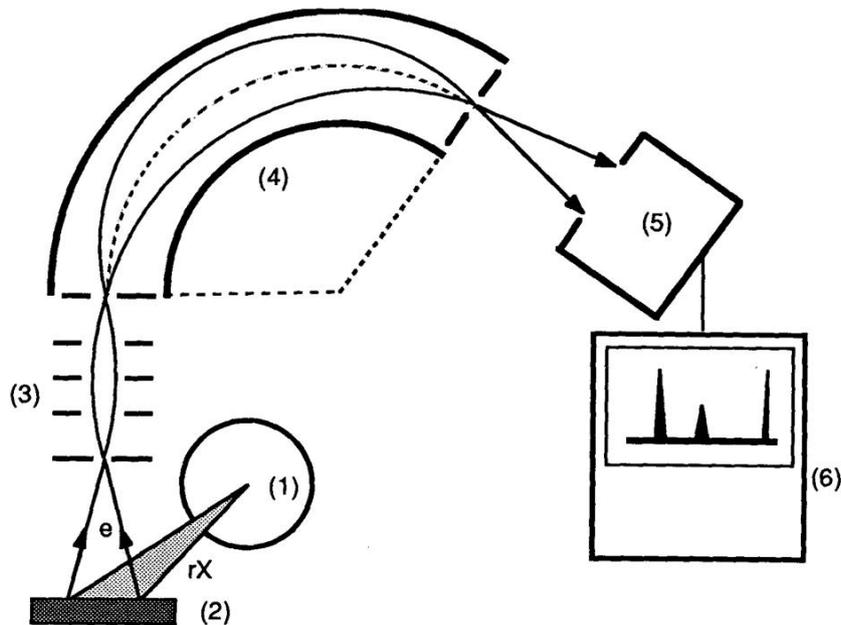


FIGURE Ann.3 – Schéma de principe d'un spectromètre de photoélectrons X

La figure Ann.3 présente le schéma de principe d'un spectromètre XPS.

1. Tube à rayons X
2. Échantillon
3. Système de focalisation électronique
4. Spectromètre
5. Détecteur à électrons
6. Système d'acquisition et de traitement des données

## C.2 Mesure d'épaisseur de matière

Pour mesurer des épaisseurs de matière conductrice, plusieurs méthodes sont possibles. La méthode que nous avons choisie est celle de la mesure de résistivité par sonde quatre pointes.

### C.2.1 Principe

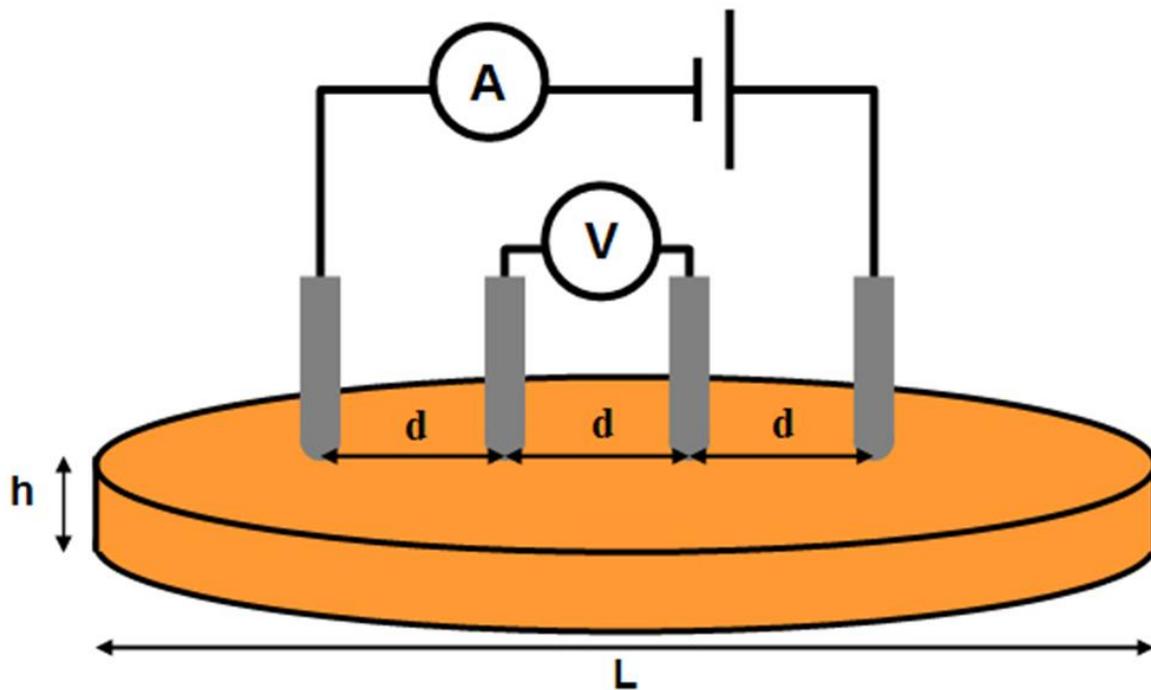


FIGURE Ann.4 – Principe de la mesure 4 pointes

À l'aide de quatre sondes alignées et espacées entre elles d'une distance  $d$ , on peut calculer l'épaisseur d'une couche de matériau conducteur dont on connaît la résistivité.

Pour cela, on injecte un courant  $I = 10mA$  dans les deux sondes externes à l'aide d'un générateur de courant. On mesure la tension  $U$  induite dans les deux sondes internes

(voir figure Ann.4) grâce à un multimètre *Keithley 2000*. La précision du Keithley 2000 en mesure de tension est de l'ordre de  $0,1\mu V$ .

Dans l'échantillon, on a une propagation du courant sous forme d'anneaux, et la différentielle de la résistance  $\Delta R$  est donnée par

$$\Delta R = \rho \frac{\Delta x}{A} \quad (15)$$

avec  $A$  l'aire, et

$$A = 2\pi x h \quad (16)$$

avec  $h$  l'épaisseur de la couche.

En intégrant entre  $d$  et  $2d$  (puisque c'est entre les pointes du milieu qu'on vient mesurer la tension), on obtient

$$R = \int_d^{2d} \rho \frac{\delta x}{2\pi x h} = \frac{\rho}{2\pi h} |\ln(x)|_d^{2d} \quad (17)$$

Or, en raison de la superposition des courants au niveau des deux pointes extérieures, on a  $R = U/2I$ . On aboutit donc à

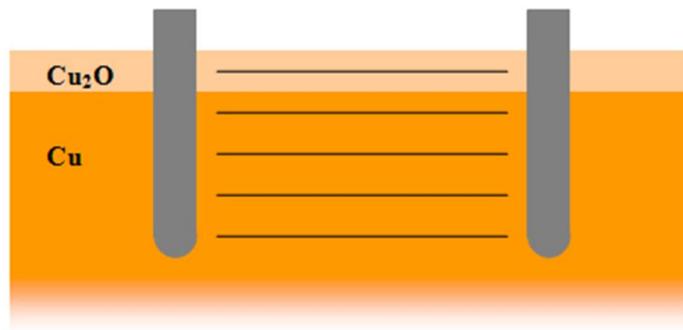
$$\rho = \frac{\pi}{\ln(2)} h \frac{U}{I} \quad (18)$$

Cependant, les matériaux mesurés ne sont pas purs en général, et donc leur résistivité est donnée par  $\rho = a\rho_0$  avec  $\rho_0$  la résistivité théorique et  $a$  un facteur de correction qui sera déterminé par le calibrage du dispositif de mesure.

### C.2.2 Remarques

Les échantillons en cuivre sont tous recouverts d'une fine couche de  $Cu_2O$  due à l'action de l'air ou de l'oxydant se trouvant dans les liquides de polissage.

Les échantillons en tantale sont parfaitement homogènes.



**FIGURE Ann.5** – Schéma des lignes de champ dans le matériau quand les pointes se sont enfoncées

Lorsque la sonde est enfoncée dans le matériau, les lignes de champ à l'intérieur du

matériau sont pratiquement parallèles, on se retrouve donc dans une situation de mesure de résistances en parallèle (figure Ann.5).

La résistance mesurée est donc  $R$ , avec

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_{Cu}} + \frac{1}{R_{Cu_2O}} \quad (19)$$

On a par ailleurs

$$R = \rho \frac{d}{wh} \quad (20)$$

avec  $\rho$  la résistivité du matériau,  $d$  la distance entre les sondes,  $h$  l'épaisseur de la couche considérée et  $w$  sa largeur.

$$\begin{aligned} \rho_{Cu} &= 17,24 \cdot 10^{-9} \Omega \cdot m & h_{Cu} &= 10^{-6} m \\ \rho_{Cu_2O} &= 2 \cdot 10^3 \Omega \cdot m & h_{Cu_2O} &= 5 \cdot 10^{-9} m \end{aligned}$$

On a donc

$$\frac{R_{Cu_2O}}{R_{Cu}} = \frac{\rho_{Cu_2O}}{\rho_{Cu}} \frac{h_{Cu}}{h_{Cu_2O}} \approx 2 \cdot 10^{13} \quad (21)$$

donc l'équation 19 devient  $R = R_{Cu}$ , ce qui veut dire que la couche de  $Cu_2O$  est complètement négligeable dans la mesure de résistance.

On peut remarquer que la couche de silicium se trouvant en dessous du cuivre est elle aussi négligeable, de par le fait qu'elle a une résistivité de l'ordre de  $10^5$  fois celle du cuivre.

Valdes [71] a proposé des facteurs de correction pour plusieurs configurations possibles. Il montre que si chaque sonde est éloignée d'au moins  $5d$  de chaque bord de l'échantillon<sup>1</sup>, aucune correction n'est à apporter.

### C.2.3 Aspects pratiques

Les épaisseurs de cuivre que l'on mesure vont jusqu'à  $1\mu m$ . Cela donne donc une résistance minimum à mesurer  $R = U/I = 3,8 m\Omega$  d'après l'équation 18.

Pour la mesure des épaisseurs de cuivre, nous envoyons un courant de 10 mA dans les branches externes, et nous mesurons la tension aux bornes des deux sondes internes (cf. figure Ann.4).

Lors de telles mesures, il faut bien faire attention à deux points particuliers, qui sont la **limite des mesures** et la **reproductibilité**.

La limite des mesures tient principalement à la limite de l'électronique et donc à sa précision de mesure. L'épaisseur étant inversement proportionnelle à la résistance mesurée, la précision diminue au fur et à mesure que l'épaisseur augmente.

---

<sup>1</sup>Ce qui est le cas de nos échantillons dans les directions x et y. Ils font au minimum 20x20 mm, nous avons donc une zone centrale de 10x10 mm dans laquelle les valeurs mesurées n'ont pas besoin d'être corrigées.

La reproductibilité est assurée par l'utilisation d'échantillons les plus semblables possibles en termes de largeur et de longueur, ainsi que par la mise en place d'une procédure de mesure précise et suivie. On réalise pour chaque échantillon deux fois cinq mesures de résistance dans deux directions perpendiculaires, bien au centre de l'échantillon. La valeur de l'épaisseur que l'on obtient à la fin tiendra compte de la moyenne  $R_{moy}$  de ces dix mesures de résistances.

En renversant l'expression 18, connaissant la résistivité  $\rho$  du matériau, on a la relation entre  $h$  que l'on cherche à calculer et  $R_{moy}$  que l'on mesure :

$$h = \frac{\rho}{4,53R_{moy}} \quad (22)$$

En considérant les valeurs théoriques de résistivité des composés purs, on obtient pour le cuivre ( $\rho_{Cu} = 17,24 \cdot 10^{-9} \Omega \cdot m$ )

$$h_{Cu}(nm) = \frac{3,8}{R_{moy}(\Omega)} \quad (23)$$

et pour le tantale ( $\rho_{Ta} = 165 \cdot 10^{-9} \Omega \cdot m$ )

$$h_{Ta}(nm) = \frac{36,4}{R_{moy}(\Omega)} \quad (24)$$

Un étalonnage précis sera réalisé avant toute série de mesures, afin de calibrer la mesure d'épaisseur avec des échantillons dont on connaît l'épaisseur, puisqu'on ne connaît pas précisément leur résistivité réelle.

### C.2.4 Précision de la mesure

La précision en tension de notre voltmètre (Keithley 2000) est de  $0,1 \mu V$ . Comme on fonctionne à  $10 \text{mA}$ , la précision en résistance est de  $\Delta R = 10^{-5} \Omega$ .

On a que

$$\frac{\Delta h}{h} = \frac{\Delta R}{R} \quad (25)$$

ce qui donne pour le cuivre

$$\Delta h_{Cu} = \frac{h_{Cu}^2}{3,8} \Delta R \quad (26)$$

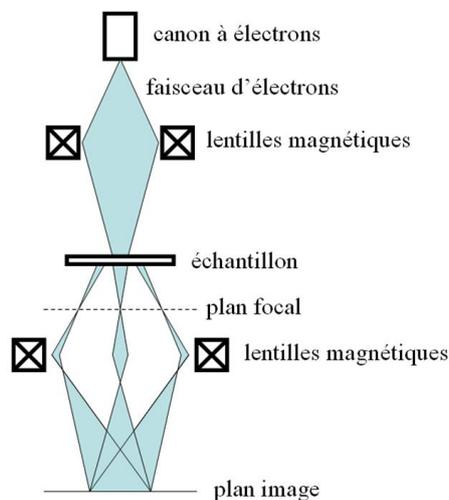
Pour une épaisseur initiale de cuivre de  $h = 1000 \text{nm}$ , on a donc une précision en hauteur de

$$\Delta h_{Cu} \approx 2,6 \text{nm} \quad (27)$$

et la précision s'améliore lorsque l'épaisseur diminue.

Pour le tantale, on a une hauteur initiale de  $50 \text{nm}$ , ce qui donne une précision mathématique de l'ordre de  $7 \cdot 10^{-4} \text{nm}$ , ce qui n'a pas de sens physique. On dira simplement que la précision est excellente.

### C.3 Principe des observations MET



**FIGURE Ann.6** – Schéma de principe d'un microscope électronique à transmission

Son principe peut être compris à partir de celui d'un microscope optique classique : un faisceau d'électrons est condensé sur une partie d'échantillon (de l'ordre de quelques nanomètres au dixième de millimètre).

Une lentille magnétique permet de former une image de l'objet avec les électrons qui interagissent fortement avec la matière traversée. L'échantillon doit être très mince (de 10 à 100 nm) afin que les électrons puissent traverser. Les électrons sont repris par un jeu de lentilles formant une image agrandie de l'objet.

L'amélioration des performances par rapport à un microscope optique classique tient à la très faible longueur de l'onde associée à l'électron accéléré : elle est de l'ordre de 1 picomètre ( $10^{-12}m$ ) contre 500 à 800 nanomètres (environ  $10^{-6}m$ ) pour les photons de la lumière visible.

D'autre part, un microscope à transmission est doté d'un système de spectrométrie, lui permettant de déterminer les compositions chimiques des éléments présents dans l'échantillon.

Un microscope électronique en transmission se compose :

- d'un système de pompes à vide
- d'un système de refroidissement à azote liquide
- d'un canon à électrons composé d'une source d'électrons, d'un système de focalisation et d'un accélérateur d'électrons
- d'une colonne optique électronique contenant les lentilles magnétiques et les diaphragmes
- d'un porte échantillon
- d'un détecteur d'électrons

– éventuellement d'autres éléments électroniques de mesure

## C.4 Principe des mesures AFM

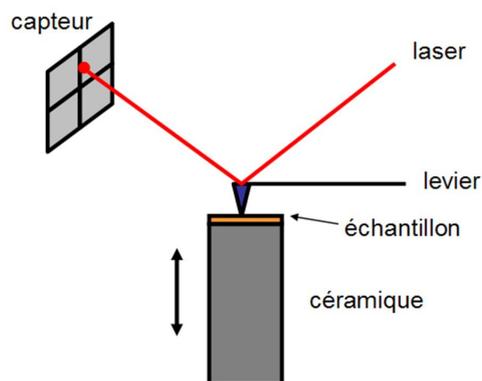


FIGURE Ann.7 – Schéma de principe d'un AFM

Le principe de la microscopie AFM (*Atomic Force Microscopy*, Microscopie à Force Atomique) est d'utiliser la déviation d'un faisceau laser en fonction du déplacement d'une pointe en contact avec la surface au bout d'un levier (figure Ann.7). On mesure la déviation et on peut ainsi connaître la hauteur du point de la surface considéré. On peut ensuite en faire des profils ou des cartographies.

## C.5 Coefficient de frottement

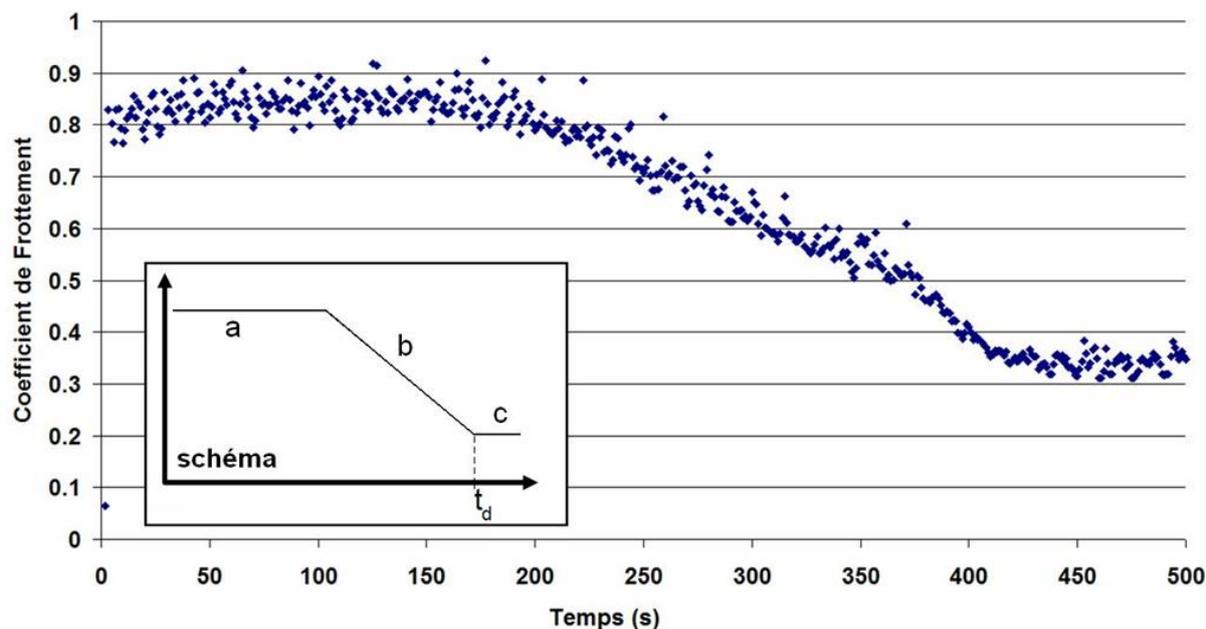
### C.5.1 Mesure du coefficient de frottement

La figure Ann.8 présente l'allure de l'évolution temporelle du coefficient de frottement pour une concentration en oxydant de 6 g/L ( $P=450$  hPa,  $V=120$  tr/min).

Au cours d'un polissage, le coefficient de frottement change au fur et à mesure qu'on enlève de la matière et qu'on arrive sur le tantale. On peut ainsi savoir à quel moment du polissage on se trouve en fonction de l'allure de la courbe de coefficient de frottement par rapport au temps. On peut associer chacune des zones à une des phases listées page 53 (Aplanissement, Enlèvement du cuivre plan, Surpolissage).

On voit apparaître différentes étapes dans cette courbe. Tout d'abord, un palier (a) correspondant au polissage du cuivre présentant des motifs, puis le cuivre plan. Ensuite, lorsque le coefficient de frottement commence à diminuer (b), cela veut dire que le tantale commence à apparaître. Le tantale a un coefficient de frottement plus faible. C'est d'ailleurs ce qu'on observe à la surface des échantillons. Enfin, lorsqu'on a enlevé tout le cuivre en excès, on se retrouve avec une surface présentant principalement du tantale (c).

Le temps de surpolissage (*overpolishing*) est calculé à partir du moment où l'on est arrivé sur le tantale. C'est la durée de la phase (c).



**FIGURE Ann.8** – Évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour une concentration en oxydant de 6 g/L.

## C.5.2 Endpoint

Un « *endpoint* » est un dispositif permettant de suivre l'évolution du polissage afin de savoir à quelle étape on se trouve. De nombreuses méthodes différentes existent, mais elles s'appuient toutes plus ou moins sur la même idée : lorsqu'on polit des matériaux ou des surfaces différentes, les choses se passent différemment. Il peut y avoir une variation de coefficient de frottement, de température, de conductivité...

L'allure de la courbe présentée sur la figure Ann.8 se retrouve pour pratiquement toutes les valeurs des paramètres, avec des différences principalement sur les durées et les hauteurs des paliers. Cela permet de définir un endpoint commun à toutes les expériences. On peut en effet comparer deux essais par le temps nécessaire à enlever tout le cuivre ( $t = t_d$ ).

La valeur du coefficient de frottement du cuivre utilisée dans cette étude correspond à la valeur du premier palier (a). La valeur du coefficient de frottement du tantale utilisée dans cette étude correspond à la valeur du dernier palier (c).

En réalité, il y a abus de langage. Ce n'est pas le cuivre qui est poli, mais l'oxyde de cuivre, la valeur du coefficient de frottement du premier palier correspond donc à  $\mu_{Cu_2O}$ . De même, ce n'est pas du tantale, mais de l'oxyde de tantale  $Ta_2O_5$  qui se trouve en surface.

Par ailleurs, la valeur du coefficient de frottement du deuxième palier correspond en réalité au coefficient de frottement d'une surface mixte comprenant des zones de cuivre et des zones de tantale. Connaissant les proportions relatives de cuivre et de tantale en

surface, nous aurons à tout instant

$$\mu = \mathcal{A}_{Cu_2O} \cdot \mu_{Cu_2O} + \mathcal{A}_{Ta_2O_5} \cdot \mu_{Ta_2O_5} \quad (28)$$

avec  $\mathcal{A}_X$  la proportion de surface de l'échantillon recouverte par le matériau X. Et on a  $\mathcal{A}_{Cu_2O} + \mathcal{A}_{Ta_2O_5} = 1$ .

Ainsi, puisqu'on mesure  $\mu$  et qu'on connaît  $\mu_{Cu_2O}$  (premier palier), la valeur du coefficient de frottement du tantale sera donné par

$$\mu_{Ta_2O_5} = \frac{1}{\mathcal{A}_{Ta_2O_5}} [\mu - (1 - \mathcal{A}_{Ta_2O_5})\mu_{Cu_2O}] \quad (29)$$



# Table des figures

1	Loi de Moore [2] . . . . .	4
2	Schémas d'un profil idéal (a) et d'un profil avec défauts (b) [4] . . . . .	5
3	Coupe d'une puce électronique : sept couches successives de métallisation sur une couche de transistor . . . . .	5
4	Profil avant CMP (a), Profil idéal post-CMP (b), et Profil réel obtenu avec dishing (c) . . . . .	6
5	Surface d'un wafer, présentant toutes une série de motifs identiques . . . . .	7
I.1	Principe du dispositif de polissage mécano chimique . . . . .	12
I.2	Vitesse d'Attaque du Cuivre en fonction de la concentration en $H_2O_2$ [9] . . . . .	15
I.3	Configuration de la molécule de BTA dans le vide [19, 20] . . . . .	17
I.4	Épaisseur de la couche passivée en fonction du temps [7] . . . . .	17
I.5	Influence du BTA sur le dishing en fonction de la dimension du motif [17] . . . . .	18
I.6	Variation de la concentration micellaire critique en fonction de la température . . . . .	19
I.7	Influence de la concentration en surfactant sur la VA moyenne du cuivre [24] . . . . .	19
I.8	Influence de la concentration en surfactant sur le dishing du cuivre [24] . . . . .	20
I.9	Influence de la concentration en surfactant sur la défektivité [24] . . . . .	20
I.10	Double couche électrique pour des particules dispersées (a) et pour des particules agglomérées (b) [28] . . . . .	21
I.11	Zones hautes et basses sur le profil . . . . .	27
I.12	Photo MEB d'un pad IC1000 en coupe, avec la partie SUBA IV [44] . . . . .	28
I.13	Photo MEB de la surface d'un pad IC1000 neuf . . . . .	29
I.14	Rugosité d'un pad IC1000 [47] . . . . .	29
I.15	Liaisons hydrogène dans le pad (a) et rupture de ces liaisons due à l'eau (b) [48] . . . . .	30
I.16	Dishing en fonction du temps de polissage et de la largeur des motifs (pitch) [52] . . . . .	31
I.17	État de surface pour un polissage sans oxydant (les particules abrasives sont de la silice) [39] . . . . .	32
I.18	Schéma des différents modes de contact : portance (1), semi-direct (2), direct (3) . . . . .	34
II.1	Schéma du dispositif de polissage en ligne de production . . . . .	42
II.2	Schéma de fonctionnement d'une machine EBARA . . . . .	42

II.3	Photo du dispositif tel qu'il est installé au laboratoire . . . . .	45
II.4	Dispositif expérimental vu de dessus . . . . .	46
II.5	Porte-échantillon et dispositif d'entraînement . . . . .	46
II.6	Photo du porte-échantillon . . . . .	48
II.7	Schéma des mouvements que le porte-échantillon peut faire grâce au système d'encoche . . . . .	49
II.8	Profils des échantillons au cours de l'élaboration . . . . .	50
II.9	a : wafer de 20 cm de diamètre présentant un grand nombre de motifs. b : agrandissement de ces motifs, la partie encadrée correspond à nos échantillons, la zone encerclée correspond à la zone de mesure. . . . .	51
II.10	Grossissement de la zone de mesure . . . . .	52
II.11	Schéma des trois grandes phases du polissage . . . . .	54
II.12	Spectre XPS des échantillons REF, 2S et 2H, et discrimination impossible entre le $CuO$ et le $Cu(OH)_2$ . . . . .	56
II.13	Spectre XPS des échantillons REF, 2S et 2H, et discrimination impossible entre le $CuO$ et le $Cu(OH)_2$ . . . . .	56
II.14	Évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) en fonction du produit $P^{1,19}.V$ . . . . .	57
II.15	Évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) en fonction de la concentration en oxydant . . . . .	58
II.16	Zone de mesure . . . . .	59
II.17	Profil AFM de la même zone avant (gauche) et après polissage (droite) . . . . .	59
II.18	Courbe d'aplanissement en fonction du temps . . . . .	60
II.19	Courbes d'aplanissement en fonction de la pression . . . . .	61
II.20	Coefficient de frottement du cuivre en fonction de la vitesse linéaire . . . . .	61
II.21	Photo MET de résidus de polissage . . . . .	62
II.22	Photo MET de résidus de polissage et spectre de la même zone . . . . .	63
II.23	Détails des zones encadrées A et B de la figure II.22 . . . . .	64
II.24	Traitement Fourier de la zone encadrée de la figure II.23A . . . . .	64
II.25	Spectre de la zone encadrée de la figure II.23A . . . . .	65
II.26	Particule abrasive . . . . .	66
II.27	Spectre d'une fibre . . . . .	66
III.1	Spectre XPS des échantillons REF, 2S et 2H . . . . .	72
III.2	Échantillon 2S . . . . .	75
III.3	Discrimination impossible entre le $CuO$ et le $Cu(OH)_2$ . . . . .	76
III.4	Échantillon 2H . . . . .	76
III.5	Proportion relative en BTA et en nitrate ferrique sur des surfaces ayant réagi 2s (réaction courte) et 2h (réaction longue) . . . . .	77
III.6	Schéma de l'évolution temporelle de la passivation du cuivre . . . . .	77
III.7	Évolution de la vitesse d'attaque (vitesse d'enlèvement de matière) en fonction de la concentration en oxydant . . . . .	79

IV.1	Vitesse d'Attaque du cuivre en fonction de la concentration en abrasifs [36]	86
IV.2	Photo MEB de la surface d'un pad IC1000 neuf	87
IV.3	Schéma de l'évolution de l'aire réelle de contact en fonction de la pression	87
IV.4	Taux de portance pour un pad IC1000 neuf	88
IV.5	Schéma explicatif de la relation entre l'aire de contact et la portance	88
IV.6	Influence de la température sur l'amortissement ( $T_g$ ) et l'élasticité ( $E$ ) d'un pad neuf et sec pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz	89
IV.7	Schéma expliquant ce qui se passe si l'indentation de la particule dans le pad n'est pas suffisante (a) pour fixer l'abrasif et (b) est suffisante pour le fixer	90
IV.8	Diffusion de l'eau dans le pad	91
IV.9	Schéma de l'évolution de l'aire de contact réelle en fonction de la pression	93
IV.10	Schéma expliquant comment une particule abrasive indentée dans le pad vient créer un sillon dans le wafer	95
IV.11	Indentation schématique d'une particule abrasive de diamètre $x$ dans le wafer	96
IV.12	Vitesse d'attaque du cuivre en fonction de la pression	100
IV.13	Vitesse d'attaque du cuivre en fonction de la vitesse du plateau	101
IV.14	Vitesse d'attaque du cuivre en fonction du produit $P^q.V$	102
IV.15	Courbe de coefficient de frottement en fonction de la concentration en oxydant	103
IV.16	Courbe de coefficient de frottement en fonction de la pression	104
IV.17	Courbe de coefficient de frottement en fonction de la vitesse	104
IV.18	Photo pour des polissages de concentrations différentes	105
IV.19	Schéma de la formation de cupules	105
IV.20	Vitesse d'Attaque du Cuivre en fonction de la concentration en oxydant	106
IV.21	Schéma de l'enlèvement d'une partie de la couche	108
IV.22	Schéma d'un motif du wafer	112
IV.23	Schéma expliquant les aires relatives des zones hautes (b-a) et basses (a) du wafer	112
IV.24	Résolution numérique pour $t > t_X$ de la profondeur de motif $D_2$	115
IV.25	Vitesse d'aplanissement prévue par le modèle en fonction du temps de polissage	116
IV.26	Courbe d'aplanissement en fonction de la durée de polissage	117
IV.27	Vitesse d'aplanissement en fonction de la pression	118
IV.28	Vitesse d'aplanissement en fonction de la vitesse du plateau	118
IV.29	Spectre XPS des échantillons tantale	122
IV.30	Vitesse d'Attaque du Tantale en fonction de la concentration en oxydant	123
IV.31	Vitesse d'attaque du tantale en fonction de la vitesse	124
IV.32	Vitesse d'Attaque du Tantale en fonction de la pression	125
IV.33	Schéma d'un motif du wafer intégrant les différents matériaux	127
IV.34	Résolution numérique de l'équation de surpolissage	129
IV.35	Profondeur de dishing à 15% de surpolissage en fonction de la vitesse	129

IV.36	Profondeur de dishing à 15% de surpolissage en fonction de la pression .	130
IV.37	Courbe d'aplanissement en fonction du temps . . . . .	132
Ann.1	Schéma du dispositif de polissage en ligne de production . . . . .	145
Ann.2	Schéma décrivant les variables utilisées . . . . .	145
Ann.3	Schéma de principe d'un spectromètre de photoélectrons X . . . . .	149
Ann.4	Principe de la mesure 4 pointes . . . . .	150
Ann.5	Schéma des lignes de champ dans le matériau quand les pointes se sont enfouées . . . . .	151
Ann.6	Schéma de principe d'un microscope électronique à transmission . . . . .	154
Ann.7	Schéma de principe d'un AFM . . . . .	155
Ann.8	Évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour une concentration en oxydant de 6 g/L. . . . .	156

# Liste des tableaux

II.1	Tableau de composition des slurries . . . . .	43
II.2	Différences et similitudes entre les dispositifs . . . . .	47
III.1	Nomenclature des échantillons cuivre XPS . . . . .	72
III.2	Résultats XPS des échantillons cuivre . . . . .	73
III.3	Comparaison des propriétés du cuivre et de son oxyde(I) . . . . .	80
IV.1	Relation entre la pression, l'enfoncement dans le pad et l'aire réelle de contact . . . . .	94
IV.2	Nomenclature des échantillons tantale XPS . . . . .	121
IV.3	Résultats XPS des échantillons tantale . . . . .	122



# Bibliographie

- [1] G. Moore, "Cramming more components onto integrated circuits," *Electronics*, vol. 38, no. 8, 1965.
- [2] "Source [www.wikipedia.org](http://www.wikipedia.org),"
- [3] F. Preston, "The theory and design of plate glass polishing machine," *Journal of the Society of Glass Technology*, vol. 11, pp. 214–256, 1927.
- [4] R. Saxena, *Feature scale modeling and experiments for chemical-mechanical planarization*. PhD thesis, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, New York, 2002.
- [5] R.-K. Singh and R. Bajaj, "Advances in chemical-mechanical planarization," *MRS Bulletin*, no. October 2002, pp. 743–751, 2002.
- [6] J. Luo and D. A. Dornfeld, "Optimization of cmp from the viewpoint of consumable effects," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 150, no. 12, pp. G807–G815, 2003.
- [7] R.-K. Singh, S.-M. Lee, K.-S. Choi, G.-B. Basim, W. Choi, Z. Chen, and B.-M. Moudgil, "Fundamentals of slurry design for cmp of metal and dielectric materials," *MRS Bulletin*, no. October 2002, pp. 752–760, 2002.
- [8] M. Fayolle and F. Romagna, "Copper cmp evaluation : planarization issues," *Microelectronic Engineering*, vol. 37-38, no. Nov 1997, pp. 135–141, 1997.
- [9] D. Zeidler, Z. Stavrrera, M. Plotner, and K. Drescher, "Characterization of cu chemical mechanical polishing by electrochemical investigations," *Microelectronic Engineering*, vol. 33, pp. 259–265, 1997.
- [10] S. Seal, S. Kuiry, and B. Heinmen, "Effect of glycine and hydrogen peroxide on chemical-mechanical planarization of copper," *Thin Solid Films*, vol. 423, pp. 243–251, 2003.
- [11] Y. Ein-Eli, E. Abelev, and D. Starosvetsky, "Electrochemical aspects of copper chemical mechanical planarization (cmp) in peroxide based slurries containing bta and glycine," *Electrochimica Acta*, vol. 49, pp. 1499–1503, 2004.
- [12] Q. Luo, S. Ramarajan, and S. Babu, "Modification of the preston equation for the chemical-mechanical polishing of copper," *Thin solid films*, vol. 335, no. 1-2, pp. 160–167, 1998.
- [13] M. Wang, M. Tsai, C. Liu, W. Tseng, T. Chang, L. Chen, and M. Chen, "Effects of corrosion environments on the surface finishing of copper chemical mechanical polishing," *Thin Solid Films*, vol. 308-309, pp. 518–522, 1997.
- [14] J. Hernandez, P. Wrschka, and G. Oehrlein, "Surface chemistry studies of copper chemical mechanical planarization," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 148, no. 7, pp. G389–G397, 2001.

- [15] V. Nguyen, H. VanKranenburg, and P. Woerlee, "Dependency of dishing on polish time and slurry chemistry in cu cmp," *Microelectronic Engineering*, vol. 50, pp. 403–410, 2000.
- [16] Z. Stavrrera, D. Zeidler, M. Plotner, and K. Drescher, "Characteristics in chemical-mechanical polishing of copper : comparison of polishing pads," *Applied Surface Science*, vol. 108, pp. 39–44, 1997.
- [17] Y. Li and S. Babu, "Copper and tantalum chemical-mechanical planarisation : Some recent progress," *Semiconductor Fabtech*, no. 13th Edition, pp. 259–261.
- [18] T. Tsai and S. Yen, "Localized corrosion effects and modifications of acidic and alkaline slurries on copper chemical mechanical polishing," *Applied Surface Science*, vol. 210, pp. 190–205, 2003.
- [19] Y. Jiang, J. Adams, and D. Sun, "Benzotriazole adsorption on cu<sub>2</sub>o(111) surfaces : A first-principles study," *J. Phys. Chem. B*, vol. 108, pp. 12851–12857, 2004.
- [20] Y. Jiang and J. Adams, "First principle calculations of benzotriazole adsorption onto clean cu(1 1 1)," *Surface Science*, vol. 529, pp. 428–442, 2003.
- [21] Q. Luo, D. R. Campbell, and S. Babu, "Chemical-mechanical polishing of copper in alkaline media," *Thin Solid Films*, vol. 311, no. 1-2, pp. 177–182, 1997.
- [22] J. Steigerwald, S. Murarka, R. Gutmann, and D. Duquette, "Chemical processes in the chemical mechanical polishing of copper," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 41, no. 3, pp. 217–228, 1995.
- [23] S. Deshpande, S. C. Kuiry, M. Klimov, Y. Obeng, and S. Seal, "Chemical mechanical planarization of copper : Role of oxidants and inhibitors," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 151, no. 11, pp. G788–G794, 2004.
- [24] P. Bernard, P. Kapsa, T. Coudé, and J. Abry, "Influence of surfactant and salts on chemical mechanical planarisation of copper," *Wear*, vol. 259, pp. 1367–1371, 2005.
- [25] F. Kaufman, D. Thompson, R. Broadie, M. Jaso, W. Guthrie, D. Pearson, and M. Small, "Chemical-mechanical polishing for fabricating patterned w metal features as chip interconnects," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 138, no. 11, pp. 3460–3465, 1991.
- [26] H. Ma, S. Chen, B. Yin, S. Zhao, and X. Liu, "Impedance spectroscopic study of corrosion inhibition of copper by surfactants in the acidic solutions," *Corrosion Science*, vol. 45, pp. 867–882, 2003.
- [27] Y. Hong, U. Patri, S. Ramakrishnan, D. Roy, and S. Babu, "Utility of dodecyl sulfate surfactants as dissolution inhibitors in chemical mechanical planarization of copper," *Journal of Materials Research*, vol. 20, no. 12, pp. 3413–3424, 2005.
- [28] D. Kwon, H. Kim, and H. Jeong, "Heat and its effects to chemical mechanical polishing," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. In Press, Corrected Proof.
- [29] B. Palla and D. Shah, "Stabilization of high ionic strength slurries using the synergistic effects of a mixed surfactant system," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 223, pp. 102–111, 2000.
- [30] M. Pourbaix, "Atlas d'équilibres électrochimiques," 1963.

- [31] M. Hanazono, J. Amanokura, and Y. Kamigata, "Development and application of an abrasive-free polishing solution for copper," *MRS Bulletin*, no. October 2002, pp. 772–775, 2002.
- [32] S.-M. Lee, J. Abiade, W. Choi, and R.-K. Singh, "Characterization of the chemical interactions on copper chemical mechanical polishing."
- [33] T. G. Bifano, T. A. Dow, and R. O. Scattergood, "Ductile-regime grinding - a new technology for machining brittle materials," *Journal of Engineering for Industry-Transactions of the Asme*, vol. 113, no. 2, pp. 184–189, 1991.
- [34] J. Sorooshian, D. DeNardis, L. Charms, Z. Li, F. Shadman, D. Boning, D. Hetherington, and A. Philipossiana, "Arrhenius characterization of ild and copper cmp processes," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 151, no. 2, pp. G85–G88, 2004.
- [35] Z. Li, L. Borucki, I. Koshiyama, and A. Philipossian, "Effect of slurry flow rate on tribological, thermal, and removal rate attributes of copper cmp," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 151, no. 7, pp. G482–G487, 2004.
- [36] D.-H. Eom, J.-S. Rye, Y.-K. Hong, J.-J. Myung, K.-S. Kim, and J.-G. Park, "Electrochemical and frictional behaviors of cu surface in organic acid based slurries during copper cmp," 2003.
- [37] L. Cook, "Chemical processes in glass polishing," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 120, no. 1-3, pp. 152–171, 1990.
- [38] J. Luo and D. A. Dornfeld, "Material removal mechanism in chemical mechanical polishing : Theory and modeling," *IEEE Transactions On Semiconductor Manufacturing*, vol. 14, no. 2, pp. 112–133, 2001.
- [39] Y. Li, J. Z. Zhao, P. Wu, Y. Lin, S. V. Babu, and Y. Z. Li, "Interaction between abrasive particles and films during chemical-mechanical polishing of copper and tantalum," *Thin Solid Films*, vol. 497, no. 1-2, pp. 321–328, 2006.
- [40] Y. Sampurno, L. Borucki, and A. Philipossian, "Effect of slurry injection position on slurry mixing, friction, removal rate, and temperature in copper cmp," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 152, no. 11, pp. G841–G845, 2005.
- [41] Y. Moon, "Investigation of the relationship between preston's coefficient and friction coefficient in chemical mechanical polishing (cmp)," 1997.
- [42] G. Fu and A. Chandra, "The relationship between wafer surface pressure and wafer backside loading in chemical mechanical polishing," *Thin Solid Films*, vol. 474, no. 1-2, pp. 217–221, 2005.
- [43] B. Zhao and F. Shi, "Chemical mechanical polishing : Threshold pressure and mechanism," *Electrochemical and Solid-State Letters*, vol. 2, no. 3, pp. 145–147, 1999.
- [44] H. Lu, B. Fookes, Y. Obeng, S. Machinskia, and K. Richardson, "Quantitative analysis of physical and chemical changes in cmp polyurethane pad surfaces," *Materials Characterization*, vol. 49, pp. 35–44, 2002.
- [45] M. Moinpour, A. Tregub, A. Oehler, and K. Cadien, "Advances in characterization of cmp consumables," *MRS Bulletin*, no. October 2002, pp. 766–771, 2002.

- [46] J. McGrath and C. Davis, "Polishing pad surface characterisation in chemical mechanical planarisation," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 153-54, pp. 666–673, 2004.
- [47] H. Kim, D. Park, C. Hong, W. Han, and J. Moon, "The effect of pad properties on planarity in a cmp process," *MRS Symposium Proceedings*, vol. 767, 2003.
- [48] D. Castillo-Mejia, S. Gold, V. Burrows, and S. Beaudoin, "The effect of interactions between water and polishing pads on chemical mechanical polishing removal rates," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 150, no. 2, pp. G76–G82, 2003.
- [49] H. Liang, F. Kaufman, R. Sevilla, and S. Anjur, "Wear phenomena in chemical mechanical polishing," *Wear*, vol. 211, pp. 271–279, 1997.
- [50] Y. Guo, A. Chandra, and A. Bastawros, "Analytical dishing and step height reduction model for cmp with a viscoelastic pad," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 151, no. 9, pp. G583–G589, 2004.
- [51] L. Borucki, "Mathematical modeling of polish-rate decay in chemical-mechanical polishing," *Journal of Engineering Mathematics*, vol. 43, no. 2-4, pp. 105–114, 2002.
- [52] D. Boning, T. Tugbawa, and T. Park, "Characterisation and modelling of pattern dependencies in copper cmp," *Semiconductor Fabtech*, no. 13th Edition, pp. 265–268.
- [53] J. Warnock, "A two-dimensional process model for cmp planarization," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 145, p. 1285, 1991.
- [54] Z. Stavreva, D. Zeidler, M. Plotner, and K. Drescher, "Influence of process parameters on chemical-mechanical polishing of copper," *Microelectronic Engineering*, vol. 37-38, no. Nov 1997, pp. 143–149, 1997.
- [55] G. Fu and A. Chandra, "An analytical dishing and step height reduction model for chemical mechanical planarization (cmp)," *IEEE Transactions On Semiconductor Manufacturing*, vol. 16, no. 3, pp. 477–485, 2003.
- [56] A. Jindal and S. Babu, "Effect of ph on cmp of copper and tantalum," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 151, no. 10, pp. G709–G716, 2004.
- [57] A. Vijayakumar, T. Du, K. Sundaram, and V. Desai, "Polishing mechanism of tantalum films by sio2 particles," *Microelectronic Engineering*, vol. 70, pp. 93–101, 2003.
- [58] S. Runnels, "Advances in physically based erosion simulators for cmp," *Journal of The Electronic Materials*, vol. 25, no. 10, pp. 1574–1580, 1996.
- [59] O. Chekina, L. Keer, and H. Liang, "Wear-contact problems and modeling of chemical mechanical polishing," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 145, no. 6, pp. 2100–2106, 1998.
- [60] N. Elbel, B. Neureither, B. Ebersberger, and P. Lahnor, "Tungsten chemical mechanical polishing," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 145, no. 5, pp. 1659–1664, 1998.
- [61] J. Vlassak, "A contact-mechanics based model for dishing and erosion in chemical-mechanical polishing," *MRS Symposium Proceedings*, vol. 671, 2001.

- [62] K. Qin, B. Moudgil, and C. Park, "A chemical mechanical polishing model incorporating both the chemical and mechanical effects," *Thin Solid Films*, vol. 446, pp. 277–286, 2004.
- [63] V. Nguyen, P. van der Velden, R. Daamen, H. van Kranenburg, and P. Woerlee, "Modelling of dishing for metal chemical mechanical polishing," *IEEE*, 2000.
- [64] T. Tugbawa, T. Park, D. Boning, T. Pan, P. Li, S. Hymes, T. Brown, and L. Camilletti, "A mathematical model of pattern dependencies in cu cmp processes," October 1999 1999.
- [65] T. Park, T. Tugbawa, J. Yoon, D. Boning, J. Chung, R. Muralidhar, S. Hymes, Y. Gotkis, S. Alamgir, R. Walesa, L. Shunway, G. Wu, F. Zhang, R. Kistler, and J. Hawkins, "Pattern and process dependencies in copper damascene chemical mechanical polishing processes," June 1998 1998.
- [66] Y. Zhao and L. Chang, "A micro-contact and wear model for chemical-mechanical polishing of silicon wafers," *Wear*, vol. 252, pp. 220–226, 2002.
- [67] J. Steigerwald, D. Duquette, S. Murarka, and R. Gutmann, "Electrochemical potential measurements during the chemical-mechanical polishing of copper thin-films," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 142, no. 7, pp. 2379–2385, 1995.
- [68] H. Liang, J.-M. Martin, and R. Lee, "Influence of oxides on friction during cu cmp," *Journal of Electronic Materials*, vol. 30, no. 4, pp. 391–394, 2001.
- [69] K. Johnson, "Contact mechanics," 1985.
- [70] H. Kim and H. Jeong, "Effect of process conditions on uniformity of velocity and wear distance of pad and wafer during chemical mechanical planarization," *Journal of Electronic Materials*, vol. 33, no. 1, pp. 53–60, 2004.
- [71] L. Valdes, "Resistivity measurements on germanium for transistors," *Proc. IRE*, vol. Feb. 1954, pp. 420–427, 1954.



# École Centrale de Lyon

## Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

	<b>NOM</b>	<b>Prénom</b>	<b>Corps grade</b>	<b>Laboratoire</b>	<b>Établissement</b>
A	AURIOL	Philippe	professeur	CEGELY	ECL
B	BAILLY	Christophe	professeur	LMFA	ECL
	BENAYOUN	Stéphane	professeur	LTDS	ECL
	BEROUAL	Abderrahmane	professeur	CEGELY	ECL
	BERTOGLIO	Jean-Pierre	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	BLANC-BENON	Philippe	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
C	CAMBON	Claude	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	CAMBOU	Bernard	professeur	LTDS	ECL
	CARRIERE	Philippe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	CHAMPOUSSIN	Jean-Claude	professeur émérite	LMFA	ECL
	CHEN	Liming	professeur	LIRIS	ECL
	CLOAREC	Jean-Pierre	maître de conférences	LEOM	ECL
	COMTE-BELLOT	Geneviève	professeur émérite	LMFA	ECL
	COQUILLET	Bernard	maître de conférences	LTDS	ECL
D	DANESCU	Alexandre	maître de conférences	LTDS	ECL
	DAVID	Bertrand	professeur	ICTT	ECL
F	FERRAND	Pascal	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	FOUVRY	Siegfrid	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
G	GAFFIOT	Frédéric	professeur	LEOM	ECL
	GAGNAIRE	Alain	maître de conférences	LEOM	ECL
	GALLAND	Marie-Annick	maître de conférences	LMFA	ECL
	GARRIGUES	Michel	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
	GENDRY	Michel	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
	GEORGES	Jean-Marie	professeur émérite	LTDS	CNRS/ECL
	GODEFERD	Fabien	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	GRENET	Geneviève	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL

	GUERRET	Christelle	chargée de recherche	LTDS	CNRS/ECL
	GUIRALDENQ	Pierre	professeur émérite	DER STMS	ECL
H	HELLOUIN	Yves	maître de conférences	DER EEA	ECL
	HENRY	Daniel	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	HERTZ	Dominique	past	LTDS	ECL
	HOLLINGER	Guy	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
I	ICHCHOU	Mohamed	maître de conférences	LTDS	ECL
J	JAFFREZIC-RENAULT	Nicole	directeur de recherche	CEGELY	CNRS/ECL
	JEANDEL	Denis	professeur	LMFA	ECL
	JEZEQUEL	Louis	professeur	LTDS	ECL
	JOSEPH	Jacques	professeur	LEOM	ECL
	JUVE	Denyse	ingénieur de recherche	LMFA	ECL
	JUVE	Daniel	professeur	LMFA	ECL
K	KAPSA	Philippe	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
	KRÄHENBÜHL	Laurent	directeur de recherche	CEGELY	CNRS/ECL
	KRAWCZYK	Stanislas	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
L	LE BOT	Alain	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
	LE HELLEY	Michel	professeur	DER EEA	ECL
	LE RIBAUT	Catherine	chargée de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	LEBOEUF	Francis	professeur	LMFA	ECL
	LOHEAC	Jean-Pierre	maître de conférences	ICJ	ECL
	LOUBET	Jean-Luc	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
M	MAITRE	Jean-François	professeur émérite	ICJ	ECL
	MARION	Martine	professeur	ICJ	ECL
	MARTELET	Claude	professeur	CEGELY	ECL
	MARTIN	Jean-Michel	professeur	LTDS	ECL
	MARTIN	Jean-René	professeur émérite	LEOM	ECL
	MATHIA	Thomas	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
	MAZUYER	Denis	professeur	LTDS	ECL
	MOUSSAOUI	Mohand	professeur	ICJ	ECL
	MUSY	François	maître de conférences	ICJ	ECL
N	NICOLAS	Laurent	directeur de recherche	CEGELY	CNRS/ECL

Liste des HDR ECL

	NICOLAS	Alain	professeur	CEGELY	ECL
O	O'CONNOR	Ian	maître de conférences	LEOM	ECL
P	PERKINS	Richard	professeur	LMFA	ECL
	PERRET-LIAUDET	Joël	maître de conférences	LTDS	ECL
	PHANER-GOUTORBE	Magali	professeur	LEOM	ECL
R	ROBACH	Yves	professeur	LEOM	ECL
	ROGER	Michel	professeur	LMFA	ECL
	ROUY MIRONESCU	Elisabeth	professeur	ICJ	ECL
S	SALVIA	Michelle	maître de conférences	LTDS	ECL
	SCOTT	Julian	professeur	LMFA	ECL
	SIDOROFF	François	professeur	LTDS	ECL
	SIMOENS	Serge	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
	SIMONET	Pascal	chargé de recherche	CEGELY	CNRS/ECL
	SOUTEYRAND	Eliane	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
	STREMSDOERFER	Guy	professeur	LTDS	ECL
T	TARDY	Jacques	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
	THOMAS	Gérard	professeur	CEGELY	CNRS/ECL
	THOUVEREZ	Fabrice	professeur	LTDS	ECL
	TREBINJAC	Isabelle	maître de conférences	LMFA	ECL
	TREHEUX	Daniel	professeur	LTDS	ECL
V	VANNES	André-Bernard	professeur émérite	LTDS	ECL
	VIKTOROVITCH	Pierre	directeur de recherche	LEOM	CNRS/ECL
	VINCENT	Léo	professeur	DER STMS	ECL
	VOLLAIRE	Christian	maître de conférences	CEGELY	ECL
Z	ZINE	Abdel-Malek	maître de conférences	ICJ	ECL

direction de la recherche  
mise à jour le 19 mai 2006



## AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 25 avril 2002,

Vu la demande du Directeur de Thèse

Monsieur Ph. KAPSA

et les rapports de

Monsieur P. PONTIAUX  
Professeur - LGPM - ECP - Grande voie des vignes - 92295 CHÂTENAY-MALABRY cedex

et de

Monsieur H. ZAÏDI  
Professeur - SP2MI Téléport - 2 bd Pierre et Marie Curie - BP 30179 -  
86932 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL cedex

**Monsieur BERNARD Pierre**

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

**Ecole doctorale MATERIAUX**

Fait à Ecully, le 15 décembre 2006

 Le Directeur de l'E.C.L.  
Le Directeur des Etudes  
  
J. JOSEPH