



# Caractérisation physique de la microstructure des interconnexions avancées Cu/Low-k pour l'étude des défaillances par électromigration

Romain Galand

## ► To cite this version:

Romain Galand. Caractérisation physique de la microstructure des interconnexions avancées Cu/Low-k pour l'étude des défaillances par électromigration. Autre. Université de Grenoble, 2011. Français. NNT : 2011GRENI052 . tel-00669388

**HAL Id: tel-00669388**

**<https://theses.hal.science/tel-00669388>**

Submitted on 13 Feb 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.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Romain Galand**

Thèse dirigée par **Yves Wouters** et  
co-encadrée par **Patrice Waltz** et **Laurent Clément**

préparée au sein du **Laboratoire Sciences et Ingénierie des  
Matériaux et Procédés (SIMaP)**  
1130 rue de la piscine, BP75, 38402 Saint Martin D'Hères Cedex  
en collaboration avec l'entreprise STMicroelectronics

dans l'**École Doctorale Ingénierie – Matériaux Mécanique  
Energétique Environnement Procédés Production (I-MEP<sup>2</sup>)**

# Caractérisation physique de la microstructure des interconnexions avancées Cu/Low-k pour l'étude des défaillances par électromigration

Thèse soutenue publiquement le **24 novembre 2011**,  
devant le jury composé de :

**Mme Claire Maurice**

Chargée de recherche à l'école des Mines de St Etienne, Rapporteur

**M. Pierre Lefort**

Professeur à l'Université de Limoges, Rapporteur

**M. Roland Fortunier**

Professeur à l'Université de Lyon, Examinateur

**M. Yves Wouters**

Professeur à l'Université de Grenoble, Directeur de thèse

**Mme Lucile Arnaud**

Docteur ingénieur au CEA-LETI, Examinatrice

**M. Laurent Clément**

Docteur ingénieur à STMicroelectronics (Crolles), Examinateur

**M. Patrice Waltz**

Docteur ingénieur à STMicroelectronics (Crolles), Invité



---

---

---

*A mes parents,  
Sans leurs conseils je n'aurais jamais connu les réjouissances de la thèse.*

---



---

## Remerciements

Cette thèse s'est déroulée en grande partie sur le site de Crolles de la société STMicroelectronics au sein des équipes de caractérisation électrique et fiabilité d'une part et de caractérisation physique d'autre part. Je remercie les responsables Emmanuel Vincent et Nadine Bicaïs respectivement pour m'avoir accueilli dans leurs équipes.

Qui dit deux activités au sein de deux équipes distinctes entraine naturellement deux encadrants : Patrice Waltz pour le côté fiabilité et Laurent Clément pour la caractérisation structurale que je remercie pour leurs conseils, leurs discussions et leur disponibilité malgré un quotidien plus que chargé.

J'adresse un remerciement particulier à Yves Wouters, mon directeur de thèse qui, par nos discussions et points de suivi, plus ou moins réguliers, me regonflait à bloc et m'insufflait une nouvelle dynamique.

Je remercie également les membres du jury, en particulier les rapporteurs qui ont eu la patience de lire et de juger ce manuscrit.

Un merci général aux membres de l'équipe ECR et en particulier BER, David, Cedrick, Patrick pour leurs discussions plus ou moins techniques et scientifiques. J'ai beaucoup apprécié discuter avec Xavier et Lucile, véritables bibliothèques ambulantes à propos de l'électromigration (mais pas que !). Je n'oublie pas Franck et Thomas, thésards 2 et 3, qui ont pris du galon depuis peu et qui me sortait régulièrement la tête du guidon par leurs demandes de conseil sur des points plus que divers ! Ça fait du bien à l'esprit d'avoir l'impression d'être indispensable.

Egalement un grand merci à l'équipe de caractérisation physique ainsi que l'équipe d'analyse de défaillance grâce à qui j'ai beaucoup appris sur les équipements du labo et avec qui le temps passé au labo paraissait moins long, merci à Emmanuel, Jérôme, Nolwen, Solène, Christophe, Alain, Fred, Kévin, Isabelle, Pascal.... J'adresse mes remerciements et mes félicitations aux membres des équipes de week end, en particulier Céline pour la qualité de leurs préparations qui m'ont beaucoup aidé durant la phase de développement et d'optimisation de cette thèse.

Je remercie aussi ceux qui ont participé à cette thèse de plus ou moins près, notamment Guillaume du CEA mais également les collègues d'autres équipes, Katia, Patrick, Sébastien, Florence, les stagiaires que j'ai vu passé ces trois ans, Julien, Alexandre, ainsi que les alternants, Alice, Sophie,... bref tout ceux que j'aurais pu oublier et qui ont participé de près ou de loin à ce que ces années se passent bien.

Un remerciement particulier à mes parents, qui m'ont poussé à continuer mes études alors que je m'orientais vers une filière plus professionnelle et qui m'ont aidé à passer le passage délicat où l'on quitte le cocon familial.

Merci à ma Puce, qui me supporte chaque jour, et qui a l'air d'y prendre gout puisqu'après huit ans révolus elle continue, cela me motive moi aussi à continuer ;-). Je te demande de m'excuser pour avoir été parfois désagréable durant la rédaction mais dis-toi que tu as eu de la chance, cela n'a duré que trois mois, certain(es) doivent la supporter plus d'un an !!

Enfin un grand merci à certains des collègues qui ont fini par devenir des amis plus ou moins proches, en particulier Florent avec qui nous avons passé de très bon moments durant nos parties

---

de rongeurs à l'intelligence inexistante. On remet ça quand tu veux, bien qu'en ce moment je sois plongé dans l'univers d'Hyrule à incarner un hylien pour secourir une certaine princesse ...

Pour finir quelques mots d'encouragements et de félicitation anticipés pour ceux qui n'ont pas encore fini, Thomas, Franck, Salim, Cheikh, Damien, Kévin, Imed, Rémi, Emmanuel et ceux qui n'ont pas encore commencé. Profitez bien de ces quelques années où vous êtes maîtres à bord même si ce n'est pas facile tous les jours. Je vous laisse ces quelques devises à méditer au quotidien, issues d'une série de la génération parentale, très controversée à l'époque.

*Plus ça rate, plus ça a de chance de marcher, c'est pourquoi il ne faut jamais s'arrêter de rater. (Oui Thomas c'était moi à ton anniv !)*

*Quand on ne sait pas où l'on va, il faut y aller et le plus vite possible.*

*Il vaut mieux pomper même s'il ne se passe rien que risquer qu'il se passe quelque chose de pire en ne pompant pas.*

*Ce n'est qu'en pompant que vous arriverez à quelque chose et même si vous n'y arrivez pas... hé bien ça vous aura pas fait de mal !*

*S'il n'y a pas de solution, c'est qu'il n'y a pas de problème.*

*Pour guérir quelque chose qui ne marche pas ou fait trop de bruit, il faut et il suffit, de taper dessus avec quelque chose qui marche mieux ou qui fait plus de bruit.*

Pour terminer, un petit cours de management :

*Pour qu'il y ait le moins de mécontents possibles, il faut toujours taper sur les mêmes.*

Pour plus de détails, je ne peux que vous conseiller de visionner l'intégrale de la série.





## Table des Matières

|                                                                                                      |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Introduction</b>                                                                                  | <b>15</b> |
| <b>1 Généralités sur la fiabilité des interconnexions et la caractérisation de la microstructure</b> | <b>17</b> |
| <b>1.1 La fiabilité</b>                                                                              | <b>17</b> |
| 1.1.1 Rôle de la fiabilité                                                                           | 17        |
| 1.1.2 Qu'est-ce qu'une interconnexion ?                                                              | 18        |
| 1.1.2.1 Architecture d'une puce et étapes de fabrication d'une interconnexion                        | 18        |
| 1.1.2.2 Structure de test pour la fiabilité des interconnexions                                      | 19        |
| 1.1.3 Electromigration et fiabilité des interconnexions                                              | 20        |
| 1.1.3.1 Le phénomène d'électromigration                                                              | 20        |
| 1.1.3.1.1 Dans la métallurgie                                                                        | 20        |
| 1.1.3.1.1.1 Le mécanisme de migration : la "diffusion assistée"                                      | 20        |
| 1.1.3.1.1.2 Dans la microélectronique                                                                | 21        |
| 1.1.3.1.3 Les chemins possibles pour électromigrer                                                   | 22        |
| 1.1.3.2 Comment lutter contre l'électromigration                                                     | 23        |
| 1.1.3.2.1 Mettre le "design" de son côté                                                             | 23        |
| 1.1.3.2.2 Mieux s'équiper                                                                            | 24        |
| 1.1.3.2.3 Mieux comprendre son ennemi                                                                | 24        |
| <b>1.2 Caractérisation de la microstructure</b>                                                      | <b>25</b> |
| 1.2.1 Diffraction des rayons X                                                                       | 26        |
| 1.2.1.1 Méthodes de diffraction                                                                      | 26        |
| 1.2.1.2 Caractéristiques                                                                             | 27        |
| 1.2.2 Diffraction des neutrons                                                                       | 27        |
| 1.2.3 Diffraction des électrons                                                                      | 27        |
| 1.2.3.1 Techniques à base de microscopie électronique en transmission                                | 28        |
| 1.2.3.1.1 Diffraction électronique en faisceau parallèle                                             | 29        |
| 1.2.3.1.2 Diffraction électronique en faisceau convergent                                            | 29        |
| 1.2.3.2 Techniques à base de microscopie électronique à balayage                                     | 31        |
| 1.2.4 Comparatif des techniques de diffraction                                                       | 33        |
| 1.2.4.1 Informations obtenues                                                                        | 33        |
| 1.2.4.2 Taille de sonde                                                                              | 34        |
| 1.2.4.3 Mise en œuvre                                                                                | 34        |
| <b>1.3 Objectifs de l'étude</b>                                                                      | <b>35</b> |
| <b>2 La technique EBSD, mise en œuvre et application aux interconnexions</b>                         | <b>37</b> |
| <b>2.1 Petite histoire de la technique EBSD</b>                                                      | <b>37</b> |
| 2.1.1 Historique                                                                                     | 37        |
| 2.1.2 Champs d'application                                                                           | 38        |

|            |                                                                                                         |           |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>2.2</b> | <b>Les différentes étapes d'une analyse par la technique EBSD</b>                                       | <b>38</b> |
| 2.2.1      | La préparation de l'échantillon, une étape clé                                                          | 38        |
| 2.2.1.1    | L'EBSD, une technique de surface                                                                        | 39        |
| 2.2.1.2    | Conditions à remplir pour une bonne analyse                                                             | 39        |
| 2.2.1.3    | Procédure de préparation                                                                                | 39        |
| 2.2.2      | L'acquisition de données                                                                                | 41        |
| 2.2.2.1    | Fixation de l'échantillon                                                                               | 41        |
| 2.2.2.2    | Réglage du microscope                                                                                   | 42        |
| 2.2.2.3    | Réglage du système d'acquisition EBSD                                                                   | 45        |
| 2.2.2.3.1  | Les paramètres de la caméra                                                                             | 45        |
| 2.2.2.3.2  | Calibration des paramètres géométriques                                                                 | 46        |
| 2.2.2.3.3  | Indexation des diagrammes de diffraction                                                                | 46        |
| 2.2.2.3.4  | Paramètres et déroulement de l'acquisition                                                              | 47        |
| 2.2.3      | Le traitement des données                                                                               | 48        |
| 2.2.3.1    | "Nettoyage" des données                                                                                 | 48        |
| 2.2.3.2    | Représentations des résultats                                                                           | 49        |
| 2.2.3.2.1  | Cartographie d'orientation                                                                              | 49        |
| 2.2.3.2.2  | Figure de pôle                                                                                          | 50        |
| 2.2.4      | Points forts et limites de la technique                                                                 | 51        |
| <b>2.3</b> | <b>Un état de l'art du lien entre microstructure et électromigration</b>                                | <b>52</b> |
| 2.3.1      | Le point critique pour l'électromigration : les interfaces                                              | 52        |
| 2.3.1.1    | Interface cuivre/barrières                                                                              | 52        |
| 2.3.1.2    | Interface cuivre/passivation (interface supérieure)                                                     | 52        |
| 2.3.2      | La microstructure et la texture influençant l'électromigration, un effet difficile à mettre en évidence | 53        |
| 2.3.2.1    | De la certitude de l'aluminium à l'incertitude du cuivre                                                | 53        |
| 2.3.2.2    | Les points triples comme lieu de germination                                                            | 54        |
| 2.3.2.3    | L'influence de certaines orientations                                                                   | 54        |
| 2.3.2.4    | Une réserve sur la validité des résultats de test in situ                                               | 55        |
| 2.3.3      | Bilan                                                                                                   | 55        |
| <b>3</b>   | <b>Vers la caractérisation des interconnexions de 70 nm de large (et au-delà) par la technique EBSD</b> | <b>57</b> |
| <b>3.1</b> | <b>Une problématique, deux approches</b>                                                                | <b>57</b> |
| <b>3.2</b> | <b>Définition d'une méthodologie d'acquisition</b>                                                      | <b>57</b> |
| 3.2.1      | L'analyse en vue de dessus pour un phénomène à l'interface supérieure                                   | 57        |
| 3.2.2      | L'analyse en coupe plus adaptée aux études locales                                                      | 59        |
| 3.2.2.1    | Vérification de la détermination absolue de l'orientation par la technique EBSD                         | 60        |
| 3.2.2.2    | Validation de la préparation par faisceau d'ions focalisés                                              | 61        |
| 3.2.3      | Méthodologie adoptée                                                                                    | 63        |
| <b>3.3</b> | <b>Optimisation de la procédure</b>                                                                     | <b>63</b> |
| 3.3.1      | Préparation d'échantillon                                                                               | 63        |
| 3.3.2      | Acquisition de données                                                                                  | 66        |
| 3.3.2.1    | La dérive, un facteur limitant                                                                          | 66        |

|            |                                                                                                                       |            |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 3.3.2.2    | Identification de l'origine de la dérive .....                                                                        | 68         |
| 3.3.2.3    | Solution logicielles pour réduire son effet .....                                                                     | 69         |
| 3.3.2.4    | Solution matérielle : définition d'un nouveau porte échantillon.....                                                  | 70         |
| 3.3.3      | Limites de la méthodologie et des améliorations.....                                                                  | 71         |
| 3.3.3.1    | Démonstration de faisabilité sur une structure de 70 nm de large en coupe .....                                       | 71         |
| 3.3.3.2    | Tentative sur une structure de 45 nm de large, largeur minimum du nœud 28 nm .....                                    | 72         |
| <b>3.4</b> | <b>La technique EBSD et la microscopie électronique en transmission .....</b>                                         | <b>73</b>  |
| 3.4.1      | La microscopie électronique en transmission en renfort .....                                                          | 73         |
| 3.4.2      | Confrontation de la technique EBSD avec les techniques TEM avancées .....                                             | 75         |
| <b>4</b>   | <b>Correlation entre microstructure et électromigration .....</b>                                                     | <b>79</b>  |
| <b>4.1</b> | <b>Impact de la largeur de ligne sur la microstructure et l'électromigration .....</b>                                | <b>79</b>  |
| 4.1.1      | Descriptif des structures utilisées.....                                                                              | 79         |
| 4.1.2      | Effet de la géométrie sur la microstructure et la texture .....                                                       | 79         |
| 4.1.2.1    | Evolution en vue de dessus.....                                                                                       | 79         |
| 4.1.2.1.1  | Les orientations cristallines .....                                                                                   | 80         |
| 4.1.2.1.2  | Les grains et joints de grains.....                                                                                   | 82         |
| 4.1.2.2    | Evolution en coupe .....                                                                                              | 85         |
| 4.1.2.2.1  | Cartographies d'orientation.....                                                                                      | 85         |
| 4.1.2.2.2  | Les grains et joints de grains.....                                                                                   | 87         |
| 4.1.2.3    | Proposition d'un mécanisme de croissance en fonction de la largeur des lignes de cuivre durant l'étape de recuit..... | 89         |
| 4.1.3      | Effet de la géométrie sur l'électromigration.....                                                                     | 91         |
| 4.1.3.1    | Résultats des tests électriques.....                                                                                  | 91         |
| 4.1.3.2    | Discussion sur les courbes de résistance .....                                                                        | 93         |
| 4.1.4      | Premier lien entre microstructure et électromigration .....                                                           | 94         |
| <b>4.2</b> | <b>Caractérisation locale de l'environnement de la cavité .....</b>                                                   | <b>96</b>  |
| 4.2.1      | Déroulement des tests d'électromigration.....                                                                         | 96         |
| 4.2.2      | Hypothèses .....                                                                                                      | 96         |
| 4.2.3      | Résultats des caractérisations électroniques .....                                                                    | 97         |
| 4.2.3.1    | Caractérisation EBSD sur douze échantillons.....                                                                      | 97         |
| 4.2.3.1.1  | Effet des joints de grains.....                                                                                       | 97         |
| 4.2.3.1.2  | Effet de la microstructure .....                                                                                      | 98         |
| 4.2.3.1.3  | Effet des orientations cristallines .....                                                                             | 99         |
| 4.2.3.2    | Comparatif échantillons testés / échantillons vierges .....                                                           | 100        |
| 4.2.4      | Vers une augmentation de la statistique.....                                                                          | 101        |
| <b>5</b>   | <b>La lutte contre l'électromigration a commencé .....</b>                                                            | <b>103</b> |
| <b>5.1</b> | <b>Modification des conditions de procédé .....</b>                                                                   | <b>103</b> |
| 5.1.1      | Etablissement d'un référentiel pour les analyses EBSD.....                                                            | 103        |
| 5.1.2      | Evolution de la chimie de dépôt du cuivre .....                                                                       | 106        |
| 5.1.2.1    | Description des modifications de procédé .....                                                                        | 106        |
| 5.1.2.2    | Résultats des tests d'électromigration .....                                                                          | 106        |
| 5.1.2.3    | Résultats des analyses EBSD .....                                                                                     | 107        |

|                      |                                                                              |            |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 5.1.2.4              | Conclusion.....                                                              | 108        |
| 5.1.3                | Evolution des conditions du recuit de croissance.....                        | 109        |
| 5.1.3.1              | Description des modifications de procédé .....                               | 109        |
| 5.1.3.2              | Résultats des tests d'électromigration .....                                 | 109        |
| 5.1.3.3              | Résultats des analyses EBSD .....                                            | 110        |
| 5.1.3.3.1            | Analyse globale .....                                                        | 110        |
| 5.1.3.3.2            | Analyse segmentée.....                                                       | 112        |
| 5.1.3.3.2.1          | Principe.....                                                                | 112        |
| 5.1.3.3.2.2          | Résultats.....                                                               | 112        |
| 5.1.3.4              | Conclusion.....                                                              | 113        |
| <b>5.2</b>           | <b>Ajout de matériaux.....</b>                                               | <b>114</b> |
| 5.2.1                | Aluminium.....                                                               | 114        |
| 5.2.1.1              | Résultats des tests d'électromigration .....                                 | 115        |
| 5.2.1.2              | Résultats des analyses par EBSD .....                                        | 115        |
| 5.2.1.3              | Résultats des caractérisations chimiques : localisation de l'aluminium ..... | 116        |
| 5.2.1.3.1.1          | Par la technique TOF-SIMS.....                                               | 116        |
| 5.2.1.3.1.2          | Par microscopie électronique en transmission .....                           | 118        |
| 5.2.1.4              | Conclusion.....                                                              | 118        |
| 5.2.2                | Cobalt.....                                                                  | 119        |
| 5.2.2.1              | Résultats des tests d'électromigration .....                                 | 120        |
| 5.2.2.2              | Résultats des analyses EBSD pour le procédé COL .....                        | 120        |
| 5.2.2.3              | Résultats de la caractérisation chimique par MET .....                       | 121        |
| 5.2.2.4              | Conclusion.....                                                              | 121        |
| 5.2.3                | Bilan .....                                                                  | 123        |
| <b>Bilan général</b> | <b>.....</b>                                                                 | <b>125</b> |
| <b>Conclusions</b>   | <b>.....</b>                                                                 | <b>125</b> |
| <b>Perspectives</b>  | <b>.....</b>                                                                 | <b>126</b> |
| <b>Bibliographie</b> | <b>.....</b>                                                                 | <b>129</b> |
| <b>Publications</b>  | <b>.....</b>                                                                 | <b>136</b> |

---

---

---

---

### Introduction

Les produits issus de la microélectronique font aujourd'hui partie de notre quotidien à tous les niveaux : pour travailler, pour communiquer, pour se divertir, en déplacement... Ils deviennent tellement incontournables, avec des applications toujours plus nombreuses et des performances toujours accrues, que nous finissons par devenir de plus en plus dépendant de ces petites bêtes que sont les puces électroniques. Les produits doivent donc remplir leur rôle sans dysfonctionnement faute de quoi les utilisateurs devront faire face à un sevrage brutal, ou à des problèmes beaucoup plus sérieux lorsque le dysfonctionnement concerne des éléments de sécurité, notamment dans les moyens de transport.

La panne étant une fatalité de tout produit utilisé, elle surviendra inévitablement tôt ou tard. Pour cette raison, il est nécessaire d'aborder ce point lors du développement des microprocesseurs afin de garantir un fonctionnement, dans les conditions prévues, pendant un temps donné, ce qui est la définition même de la fiabilité. Dans cette thèse, réalisée en collaboration entre le laboratoire Sciences et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP) et l'entreprise STMicroelectronics (site de Crolles), nous nous intéressons à la fiabilité des interconnexions, ces segments de métal qui assurent l'alimentation des éléments d'une puce et la communication entre ces éléments. Dans ce cas la fiabilité est étudiée en caractérisant ces interconnexions par des tests de vieillissement accéléré à la fois en température et en densité de courant. Durant ces tests, ce qui cause le dysfonctionnement de l'interconnexion est l'électromigration, phénomène qui amène à l'apparition de cavités dans l'interconnexion.

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont pour but d'identifier une corrélation entre les caractéristiques du métal composant l'interconnexion, dans notre cas le cuivre, matériau polycristallin et le phénomène d'électromigration. Ils seront présentés en cinq parties.

Le premier chapitre est destiné à la présentation de la problématique de cette thèse et des techniques de caractérisation envisageables pour y répondre.

Le second chapitre présente en détail la technique d'analyse structurale adoptée pour caractériser le cuivre des interconnexions : la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés.

Nous avons décidé pour ces travaux de travailler sur des structures provenant du nœud technologique 45 nm, technologie la plus avancée en 2008, au commencement de cette thèse sur le site de STMicroelectronics Crolles. Les structures qui nous intéressent présentent une largeur de ligne de 70 nm, dimension pour laquelle la technique de caractérisation adoptée n'est pas initialement prévue.

Le troisième chapitre présente les méthodes et optimisations développées pour parvenir à caractériser des lignes de cuivre de cette dimension. Nous verrons que la problématique peut être abordée à la fois par une approche locale et par une approche statistique, ces deux approches faisant l'objet des deux derniers chapitres.

Le quatrième chapitre est consacré à répondre à la question posée : y-a-t-il un lien entre les paramètres structuraux du cuivre et l'électromigration ? Pour cela nous étudions dans un premier temps l'évolution des paramètres morphologiques du cuivre et de la fiabilité avec la largeur des lignes de cuivre. Dans un second temps, nous caractérisons des structures de 70 nm testées pour tenter d'établir un lien entre la localisation des cavités et le cuivre environnant.

Enfin le dernier chapitre a pour objet l'étude de variations de procédés supposées avoir un effet sur les caractéristiques structurales du cuivre. Nous caractériserons la fiabilité des lignes pour ces

modifications de procédé ainsi que leur influence sur le cuivre de la ligne. La deuxième partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude de l'introduction de nouveaux matériaux que sont l'aluminium et le cobalt dans l'architecture des lignes de cuivre, des études ayant montré que ces éléments avaient un effet sur le phénomène d'électromigration.

Enfin nous concluons sur les résultats obtenus au cours de ces trois années et la réponse qu'ils apportent à la problématique posée.

## 1 Généralités sur la fiabilité des interconnexions et la caractérisation de la microstructure

L'objectif de ce chapitre est d'introduire les généralités à propos de la fiabilité et plus particulièrement la fiabilité des interconnexions. Dans ce cas, le phénomène limitant la fiabilité est l'électromigration. Ce phénomène sera décrit ici de manière succincte, pour plus de détails je vous invite à consulter ces deux thèses [1], [2] qui traitent du phénomène de manière très exhaustive. Nous mettrons en avant l'intérêt d'étudier l'aspect microstructure et orientation des grains de cuivres constituant les interconnexions. Ensuite nous comparerons les moyens existants pour caractériser les paramètres morphologiques du cuivre pour conclure sur la technique que nous avons adoptée. Enfin nous présenterons les objectifs de cette thèse.

### 1.1 La fiabilité

On peut définir de manière générale la fiabilité comme l'aptitude d'un système, d'un matériel, d'un dispositif à fonctionner sans incident dans des conditions données sur une période de temps donnée. On peut la mettre en équation de façon qualitative comme suit :

$$Fiabilité = \frac{Temps\ nécessaire\ pour\ observer\ un\ dysfonctionnement}{Temps\ considéré \times Conditions}$$

**Équation 1.1 : expression de la fiabilité mise en équation.**

Avec cette expression on peut obtenir une fiabilité booléenne (F). Soit pour le temps considéré dans les conditions définies on n'observe pas de défaillance du système ce qui équivaut à  $F > 1$  ou bien on observe une défaillance et  $F < 1$ . Plus le temps considéré est important et les conditions exigeantes et plus la fiabilité risque de passer sous la valeur 1. Cette définition montre que la notion de fiabilité est subjective puisqu'elle dépend de critères fixés de manière plus ou moins arbitraire. Néanmoins, à partir du moment où ces critères sont définis pour rendre compte des conditions dans lesquelles le système va évoluer et du temps pendant lequel il doit remplir sa tâche, la notion de fiabilité prend du sens et devient un point important à contrôler.

#### 1.1.1 Rôle de la fiabilité

En tant que consommateur, lors de n'importe quel achat, que ce soit une voiture, un ordinateur, un vélo, un livre, on souhaite en profiter sans incident durant toute son utilisation. De l'autre côté les constructeurs et fournisseurs se doivent de promettre à la fois un niveau de performance et de fiabilité à un prix raisonnable. Ceci pour être compétitif avec les concurrents mais aussi pour satisfaire le client et maintenir l'image de marque de l'entreprise. Le problème est que la performance et la fiabilité sont liées par définition puisque la performance inclut les conditions d'utilisation et par conséquent influe sur la fiabilité. Plus on est exigeant sur les performances et plus il y a de risque qu'un dysfonctionnement apparaisse sur la période de temps considérée. Prenons en exemple un microprocesseur. Si on augmente sa fréquence de travail ainsi que les valeurs des courants pour augmenter les performances, on augmente également la température. Les conséquences vont être un risque plus important de détérioration de par l'accélération des mécanismes de défaillance avec la température mais aussi avec le courant et la fréquence. On aura ainsi un microprocesseur qui sera plus rapide mais pour moins longtemps.

Concrètement la fiabilité d'un produit est évaluée en effectuant des tests de vieillissement accélérés sur un certain nombre d'échantillons. On obtient alors une distribution statistique du nombre d'échantillons ayant subi un dommage en fonction du temps. Il y a deux raisons pour lesquelles il est

important d'étudier la fiabilité. D'une part pour vérifier que la durée de vie prévue est compatible avec l'utilisation du produit et d'autre part pour pouvoir extrapoler les durées de vie lorsque l'on change les conditions d'utilisation, le temps ou le pourcentage de défaillance. Pour cela il est nécessaire d'identifier la fonction mathématique (ou le modèle physique) qui permet de rendre compte du phénomène responsable de la défaillance.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéressons à la fiabilité des interconnexions, ces segments de cuivre ou d'aluminium utilisés pour relier les différents éléments d'un circuit intégré entre eux (transistors, mémoires, antennes...) et vers l'extérieur.

### 1.1.2 Qu'est-ce qu'une interconnexion ?

#### 1.1.2.1 Architecture d'une puce et étapes de fabrication d'une interconnexion

Une puce électronique est composée de plusieurs niveaux que l'on appelle l'architecture du circuit intégré. Pour chaque niveau un ensemble d'étapes de dépôt, gravure et lithographie sont nécessaires. La Figure 1.1 ci-dessous présente l'architecture d'une puce où l'on distingue les différents niveaux de métallisation qui permettent les connexions au sein de la puce. Dans le cas illustré ici on peut dénombrer sept niveaux de métal et six niveaux de via<sup>1</sup> le tout étant entouré de diélectrique pour isoler électriquement et tenir mécaniquement les lignes de métal.

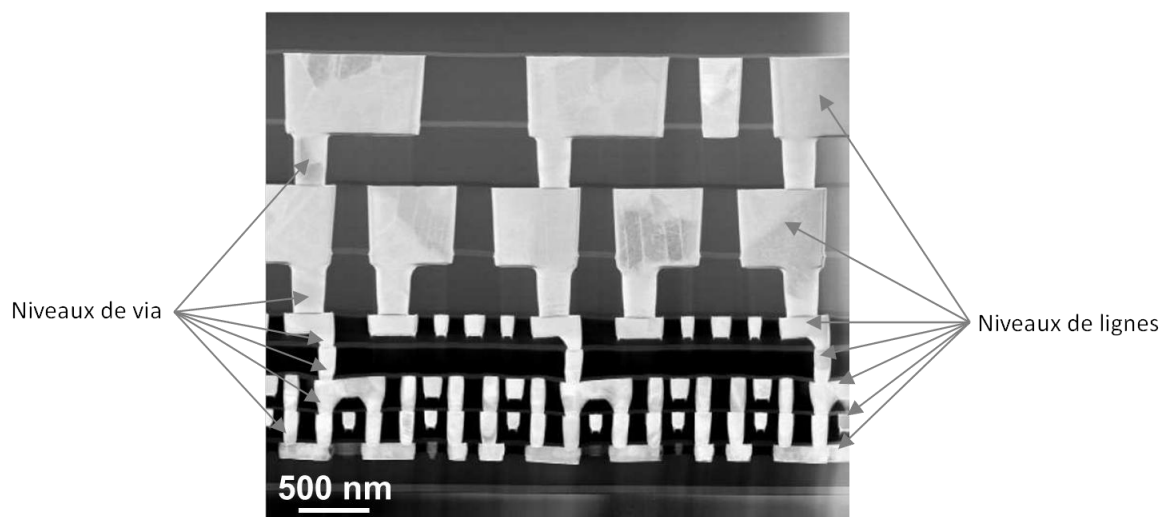


Figure 1.1 : Coupe transversale MET<sup>2</sup> d'une puce électronique montrant les différents niveaux de métallisation [3].

Nous allons maintenant détailler les différentes étapes du procédé double damascène<sup>3</sup> qui permet de réaliser un niveau métal + via (Figure 1.2).

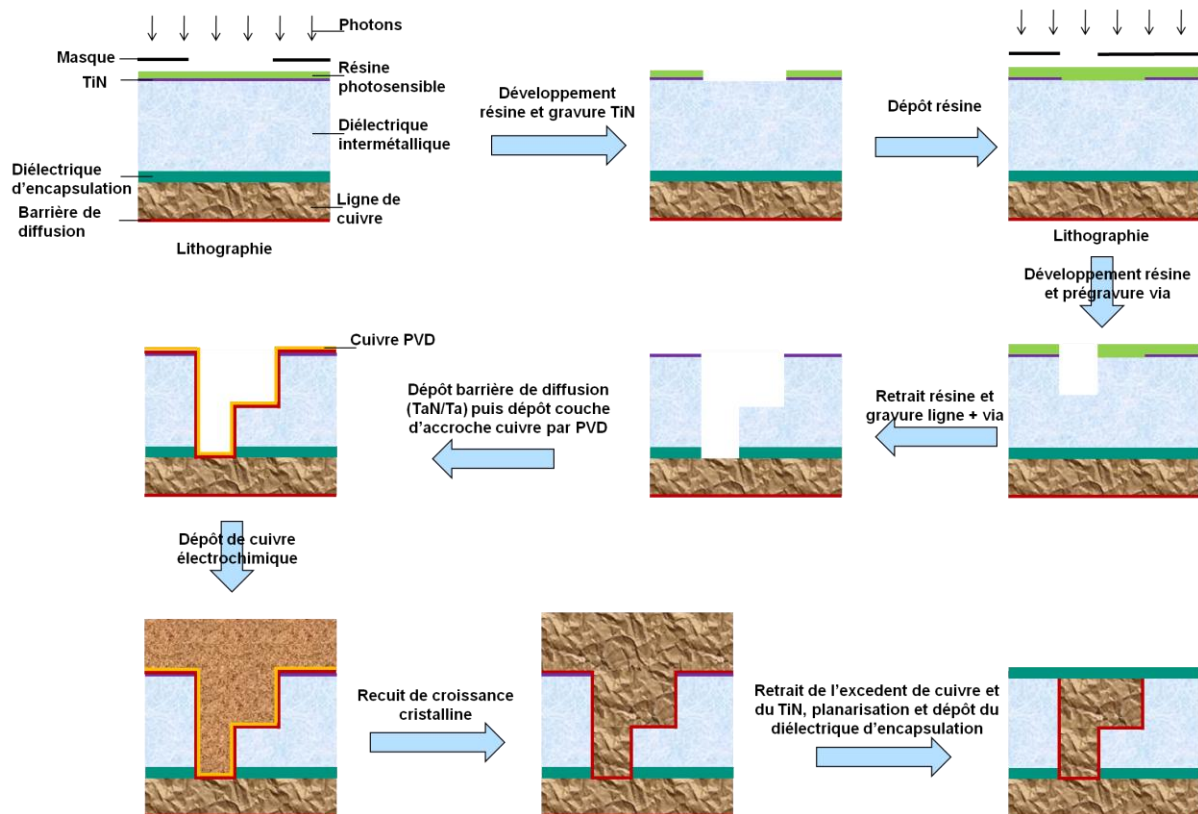
---

<sup>1</sup> Via : cylindre de métal faisant le contact entre deux niveaux de métaux

<sup>2</sup> MET : Microscope Electronique à Transmission

<sup>3</sup> Le procédé simple damascène à l'usage du cuivre consiste à graver le diélectrique avant de déposer un

<sup>3</sup> Le procédé simple damascène utilisé pour le cuivre consiste à graver le diélectrique avant de déposer un niveau de métal dans les tranchées. Dans le cas de l'aluminium le métal était gravé et le diélectrique déposé dans les tranchées. Le procédé double damascène consiste à remplir un niveau via et ligne en une seul fois.



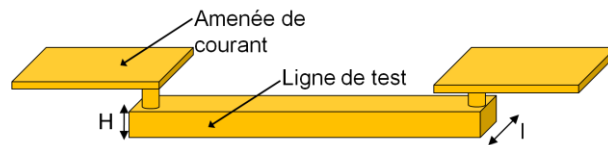
**Figure 1.2 : Description des principales étapes nécessaires à la fabrication d'un niveau ligne plus via par le procédé dual damascène.**

Une fois les étapes de lithographie et de gravure terminées, la barrière de diffusion (une couche de nitrure de tantale (TaN) recouverte d'une couche de tantale (Ta)) est déposée par PVD<sup>4</sup>. Ensuite la couche d'accroche de cuivre est déposée également par PVD. Vient ensuite le remplissage par dépôt électrochimique puis le recuit de croissance cristalline qui s'effectue sur plaque chauffante (typiquement 180°C pendant 90 secondes). Une fois que les grains de cuivre ont grossi une étape de polissage permet d'enlever le surplus de cuivre déposé et de découvrir le diélectrique là où il n'y a pas eu de gravure (retrait de la barrière de diffusion et de la couche de nitrure de titane (TiN)). Enfin une couche de diélectrique (typiquement du SiCN) d'une vingtaine de nanomètres vient sceller l'interface supérieure du cuivre. Parmi ces étapes, certaines d'entre elles sont critiques pour la fiabilité des interconnexions. Soit parce qu'elles influent sur les caractéristiques du cuivre (dépôt cuivre, recuit, polissage), soit parce qu'elles influent sur la qualité des interfaces du cuivre (dépôt de la barrière et du diélectrique d'encapsulation). De manière générale la qualité de gravure est également importante car la géométrie (facteur de forme) des tranchées a un effet sur la qualité de remplissage dans le cas de petites dimensions. Voyons maintenant à quoi ressemble une structure de test dédiée à étudier la fiabilité des interconnexions.

### 1.1.2.2 Structure de test pour la fiabilité des interconnexions

Dans le cadre de l'évaluation de la fiabilité des interconnexions cuivre, on souhaite tester de manière ciblée un élément isolé : une ligne de cuivre. Pour cela, la ligne est alimentée par deux amenées de courant largement surdimensionnées de façon à ce que le maillon le plus faible soit la ligne de test. Un exemple est illustré par la Figure 1.3.

<sup>4</sup> PVD : Physical vapor deposition, dépôt physique en phase vapeur en français



**Figure 1.3 : Schéma d'une structure de test pour la fiabilité des interconnexions.  $l$  et  $H$  sont respectivement la largeur et la hauteur (également appelé épaisseur) de la ligne.**

### 1.1.3 Electromigration et fiabilité des interconnexions

Le phénomène responsable de la défaillance des interconnexions durant leur fonctionnement et donc le phénomène responsable de leur dégradation est l'électromigration. Ce phénomène était connu des métallurgistes avant qu'il ne soit un problème pour la microélectronique à cause de l'échelle considérée (le micron et en dessous). De manière simple l'électromigration est le déplacement d'atomes soumis à l'application d'un courant. Les électrons transfèrent une partie de leur quantité de mouvement aux atomes métalliques (l'électromigration est un phénomène observé dans les métaux). Ces atomes vont alors migrer petit à petit dans le matériau en suivant le vent d'électrons à l'inverse des lacunes qui vont remonter le courant d'électrons vers la cathode.

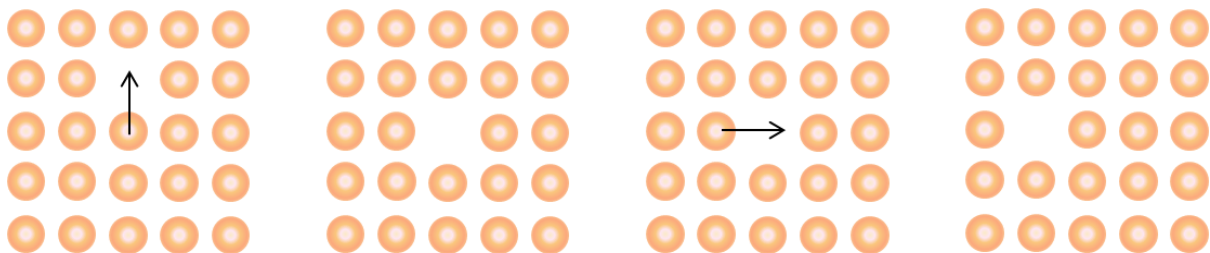
#### 1.1.3.1 Le phénomène d'électromigration

##### 1.1.3.1.1 Dans la métallurgie

L'électromigration est un mécanisme de transport de matière que l'on observe dans les métaux traversés par une densité de courant importante. Plus la densité de courant est élevée et plus le phénomène est accéléré. Il est décrit tel qu'on le connaît aujourd'hui depuis les années 1950. La migration des atomes est le résultat de deux forces opposées. Une force électrostatique, agissant sur les atomes considérés comme des ions positifs qui les attire vers la cathode et une force de friction provenant du « vent d'électrons » [4] qui transfère une partie de sa quantité de mouvement aux atomes et les pousse vers l'anode. L'existence de cette force de friction est observée en 1955 par Seith et Wever [5]. Ils montrent que la direction du transport de matière est dépendante du type de porteurs majoritaires et que par conséquent une autre force que la force électrostatique régit le phénomène. C'est avec l'apparition des premiers circuits intégrés à la fin des années 1960 que l'étude de l'électromigration s'intensifie. Les premiers circuits réalisés n'avaient une durée de fonctionnement que de quelques semaines et l'électromigration a été identifiée comme le phénomène menant à la défaillance des interconnexions (uniquement en aluminium à l'époque) [6].

##### 1.1.3.1.1.1 Le mécanisme de migration : la "diffusion assistée"

Dans les matériaux conducteurs, le transport de matière a lieu grâce aux défauts ponctuels du réseau cristallin et principalement les lacunes. Les lacunes sont toujours présentes à l'équilibre thermodynamique. Elles correspondent aux sites disponibles permettant à un atome voisin de se déplacer sur ce site laissant à sa place une lacune (Figure 1.4).



**Figure 1.4 : Principe de diffusion par les lacunes.**

Ainsi par succession de saut, de site en site, un atome peut se déplacer au sein du matériau. Pour cela il suffit qu'il ait une lacune à côté de lui et qu'il ait une énergie suffisante pour sauter sur ce site. Le déplacement d'un atome est donc fonction de la fraction  $n$  de lacunes donnée par l'Équation 1.2 et de la probabilité  $p$  de saut d'un atome sur un site voisin libre donnée par l'Équation 1.3.

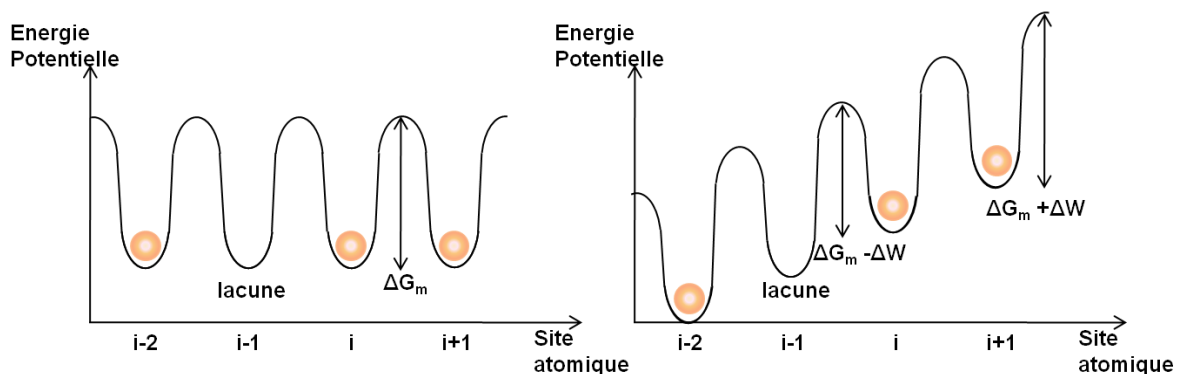
$$n = n_0 \exp\left(\frac{-\Delta G_f}{RT}\right)$$

**Équation 1.2 : expression de la fraction  $n$  de lacunes en fonction de la température  $T$ , de  $n_0$  la fraction de lacunes à  $T_0$  et de  $\Delta G_f$  l'enthalpie libre de formation d'une lacune,  $R$  est la constante des gaz parfaits.**

$$p = \exp\left(\frac{-\Delta G_m}{RT}\right)$$

**Équation 1.3 : expression de la probabilité de saut d'un atome (ou d'une lacune) en fonction de la température  $T$  et de  $\Delta G_m$  l'enthalpie libre de migration d'un atome (ou d'une lacune),  $R$  est la constante des gaz parfaits.**

On voit alors que la diffusion lacunaire suit une loi d'Arrhenius. En conséquence elle est statistique et dépendante de la température. Jusque-là nous étions dans un cas où la diffusion lacunaire est isotrope et donc nulle en moyenne. Pour que l'on obtienne un déplacement de lacunes dans une direction privilégiée il faut soit un gradient de concentration soit diminuer l'énergie nécessaire pour sauter d'un site à un site voisin dans une direction privilégiée. C'est ce qui se passe lorsqu'on applique une force, dans notre cas une force électrostatique illustrée Figure 1.5.



**Figure 1.5 : Représentation à une dimension de l'énergie potentielle dans un cristal en l'absence de force extérieure (à gauche), et en présence de force extérieure (à droite) mettant en évidence l'abaissement de la barrière de potentiel dans une direction.  $\Delta W$  correspond au travail résultant de la force extérieure.**

Ainsi durant le phénomène d'électromigration, la force résultante de la force électrostatique et de la force de friction abaisse, en direction de l'anode, la barrière de potentiel à franchir pour l'atome. Les atomes s'accumulent à l'anode alors que les lacunes s'accumulent à la cathode. On obtient alors un gradient de concentration qui va à son tour générer un flux de matière de l'anode vers la cathode. Le flux atomique global durant l'électromigration est donc dépendant du temps.

#### 1.1.3.1.2 Dans la microélectronique

Dans le domaine de la microélectronique, les dimensions considérées pour les interconnexions sont inférieures au micromètre. Le phénomène d'électromigration devient alors critique pour la fiabilité des lignes de cuivre car on se retrouve dans une structure à dimensions finies contrairement au

paragraphe précédent où l'on considérait un matériau massif avec des dimensions infinies comparé à l'échelle du phénomène. De plus les densités de courant que subissent les interconnexions sont de l'ordre de quelques mA/μm<sup>2</sup> en fonctionnement normal à comparer aux quelques 10μA/μm<sup>2</sup> qui traversent nos installations électriques domestiques.

La signature électrique de l'électromigration dans le cas des interconnexions est la suivante : les cavités issues de l'électromigration entraînent une augmentation de la résistance de la ligne de métal responsable du dysfonctionnement. En effet, localement la section de métal permettant le passage des électrons diminue ce qui se traduit par une élévation de la résistance (Équation 1.4).

$$R = \frac{\rho_{Cu} L}{l x h}$$

**Équation 1.4 : expression de la résistance d'une ligne en fonction de la résistivité du cuivre  $\rho_{Cu}$ , la longueur de la ligne L, sa hauteur h et sa largeur l.**

La résistance venant du cuivre et de la barrière de tantale étant en parallèle durant cette première phase on peut négliger la contribution de la barrière étant donné les écarts de résistivité de chaque matériau. Le tantale a une résistivité de 3,5 Ohm.μm beaucoup plus élevée que les 0,025 Ohm.μm du cuivre [2]. Dans un second temps lorsqu'il n'y a plus de cuivre c'est la barrière de diffusion en tantale qui assure la conduction sur une portion de la ligne. Dans ce cas la résistance de cette portion de barrière est en série avec le reste de la ligne. Ce qui génère une augmentation de résistance brutale au moment où la barrière assure la conduction électrique alors que la cavité est en proportion très petite comparée au reste de la ligne (une centaine de nanomètres contre quelques centaines de microns). La résistance de cette portion augmente d'un facteur 140 dû à la résistivité du tantale comparé au cuivre et d'un facteur 10 dû à la variation de section que les électrons traversent. Lorsque cette augmentation de résistance  $\Delta R^5$  atteint le critère correspondant au dysfonctionnement, elle entraîne alors une augmentation du temps de propagation  $\Delta RC^6$  ce qui dégrade les performances de la puce dans son ensemble.

Du point de vue de la migration atomique, nous ne sommes plus dans les conditions énoncées plus haut. Le cuivre n'est pas monocristallin et nous sommes dans un milieu fini. En conséquence les défauts du cristal et le fait que le matériau soit confiné et délimité par des interfaces vont modifier la migration atomique.

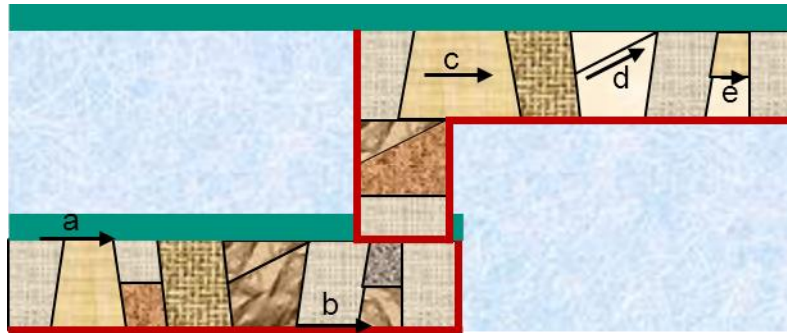
#### *1.1.3.1.3 Les chemins possibles pour électromigrer*

Dans le cas d'une interconnexion, la migration peut se faire par d'autres chemins que par transport de matière volumique. Les joints de grains, joints de macle et dislocations peuvent également participer également au transport de matière tout comme les interfaces. Dans le cas d'une ligne de cuivre on distingue deux types d'interface : l'interface cuivre/diélectrique d'encapsulation et l'interface cuivre/barrière de diffusion. Ces différents chemins sont présentés schématiquement Figure 1.6.

---

<sup>5</sup> R est la résistance de l'interconnexion

<sup>6</sup> C est la capacité de couplage entre des lignes voisines



**Figure 1.6 : Schéma en coupe d'une interconnexion montrant les différents chemins de diffusion possible. a, diffusion à l'interface supérieure (cuivre/SiCN) ; b, à l'interface avec la barrière (cuivre/Ta) ; c, diffusion en volume ; d, diffusion aux dislocations et e, diffusion aux joints de grains (et de macle qui sont des joints de grain particuliers considérés parfaits).**

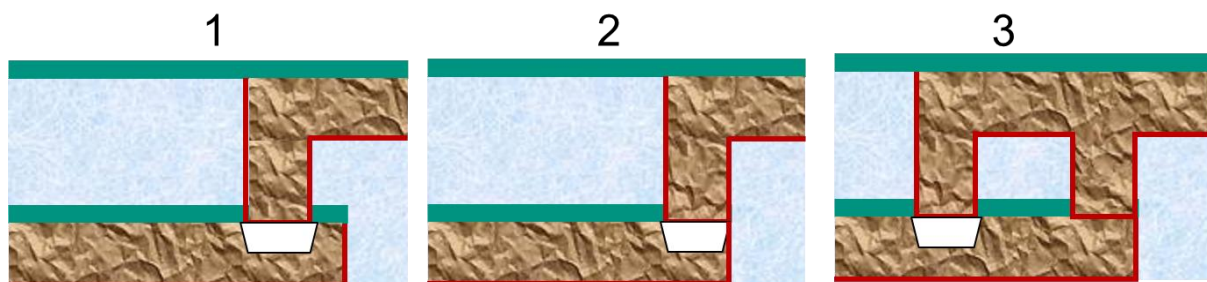
Le chemin de diffusion qui sera responsable de la défaillance sera celui qui aura à la fois un coefficient de diffusion important et d'autre part une énergie d'activation faible. On comprend alors que la qualité des interfaces est importante, la taille des grains de cuivre qui va conditionner la quantité de joints de grain dans la ligne également, l'orientation des joints de grains par rapport au vent d'électrons ainsi que l'orientation des grains de cuivre qui peut localement avoir un effet sur l'énergie d'adhésion de l'interface. Les paramètres microstructuraux du cuivre peuvent donc avoir une influence sur la diffusion atomique durant le phénomène d'électromigration. Ils sont donc autant de grandeurs qui peuvent potentiellement permettre de mieux comprendre le mécanisme de dégradation des interconnexions de cuivre et d'en améliorer la résistance au vieillissement.

### **1.1.3.2 Comment lutter contre l'électromigration**

Nous venons de voir les causes et conséquences du phénomène d'électromigration en général et plus particulièrement dans le cas des interconnexions en cuivre où il est critique pour la fiabilité. Afin de limiter la dépendance à ce phénomène plusieurs stratégies sont envisageables.

#### **1.1.3.2.1 Mettre le "design" de son côté**

La première est de dessiner les interconnexions de façon à limiter les points critiques. Par exemple si une cavité apparaît sous le via on obtiendra un circuit ouvert dès que la cavité aura occupé l'aire dessous le via. Pour éviter cela on peut d'une part dessiner plusieurs via pour le passage du courant. Et d'autre part faire en sorte que la barrière de tantale de la ligne soit continue avec celle de via ce qui garantira une continuité électrique même dans le cas où une cavité occupe le volume sous le via (Figure 1.7).



**Figure 1.7 : Schéma en coupe d'une interconnexion montrant 1, une cavité empêchant le passage du courant ; 2, une cavité générant une augmentation de résistance due au passage du courant par la barrière en tantale ; 3, une cavité générant une faible augmentation de résistance puisque le courant continue à passer dans un autre via.**

Une autre astuce de dessin est de tenir compte de l'effet Blech [7] que nous aborderons un peu plus tard. En fonction du produit de la densité de courant et de la longueur de la ligne, il est possible d'obtenir une interconnexion considérée immortelle. Ainsi en tenant compte de cet effet et en optimisant la longueur des lignes lorsque cela est possible, on améliore la fiabilité de la puce.

### 1.1.3.2.2 *Mieux s'équiper*

Nous avons passé en revue les différents chemins de diffusion possibles pour le transport de matière durant l'électromigration. Un moyen de limiter les conséquences fatales du phénomène de défaillance est de renforcer ces chemins de diffusion. Plusieurs possibilités sont envisageables pour renforcer ces chemins. Modifier la composition du cuivre ou les conditions de dépôt, croissance cristalline pour renforcer les chemins de diffusion intra-grains et inter-grains. Renforcer les interfaces en ajoutant des dépôts ou des traitements de surface entre le cuivre et le tantale ou le cuivre et le SiCN. Dans tous les cas il est nécessaire de réaliser le procédé puis de vérifier si l'on obtient effectivement une amélioration de la fiabilité. Le problème de cette stratégie est qu'elle nécessite souvent des étapes de fabrication supplémentaires qui exigent l'achat de nouveaux équipements. Elle nécessite donc un investissement financier que l'on préfère éviter. En comparaison la stratégie d'optimisation du dessin des interconnexions ne coûte presque rien puisque l'étape de dessin des puces est nécessaire. Elle a en revanche nécessité un travail en amont sur la caractérisation et la compréhension du phénomène de défaillance ce qui nous amène à la dernière stratégie.

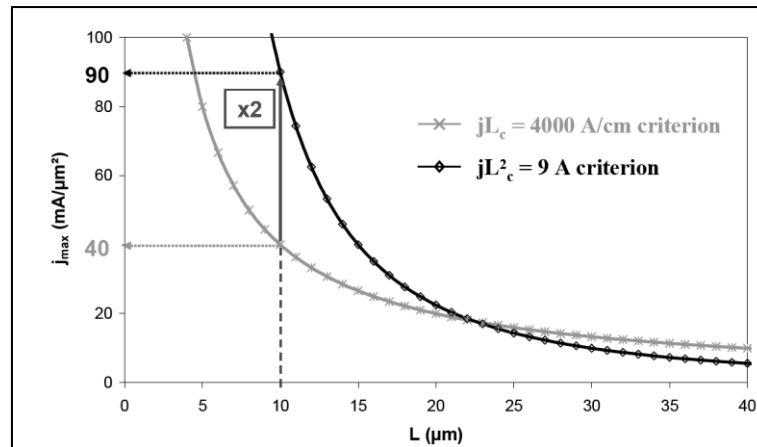
### 1.1.3.2.3 *Mieux comprendre son ennemi*

L'exemple le plus appliqué est l'effet Blech mis en évidence en 1976. Nous avons vu que le transport atomique était dû à une force de friction correspondant au transfert d'une partie de la quantité de mouvement des électrons aux atomes. Ainsi lorsque le courant appliqué à l'interconnexion est important plus cette force est importante et plus la dégradation sera importante. Nous avons également vu qu'un flux opposé à ce transport de matière s'établissait suite au gradient de concentration (que l'on peut également exprimer en gradient de contrainte puisque les dimensions de la ligne sont considérées comme finies). Ce gradient de contrainte sera d'autant plus important et d'autant plus rapide à s'établir que la ligne sera courte.

A partir de cela il semble évident que l'on puisse trouver une condition pour laquelle le flux dû à la contrainte compensera le flux atomique dû au courant appliqué. On arrive ainsi à un état stationnaire pour lequel il n'y a plus de transport de matière à l'échelle de la ligne. Si cet état est atteint avant que la cavité soit suffisamment grosse pour entraîner une augmentation de résistance correspondant à la défaillance alors la ligne est considérée comme immortelle.

Blech montre ainsi que pour un produit  $(jL)_{\text{critique}}$  ( $(jL)_c$  par la suite) où  $j$  est la densité de courant et  $L$  la longueur de la ligne, il y aura défaillance de l'interconnexion si le produit  $(jL)$  est supérieur à  $(jL)_c$  et en dessous l'interconnexion sera considérée immortelle. La valeur de ce produit critique (typiquement entre 2000 et 5000 A/cm [8] [9] pour une interconnexion cuivre confinée dans du diélectrique de type SiO<sub>2</sub>) dépend du module élastique effectif (qui prend en compte la ligne et son environnement) ; en conséquence du type de diélectrique utilisé (poreux ou non), de l'épaisseur de la barrière de tantale, de la qualité du cuivre ...

Plus récemment Doyen et Lamontagne [2] [10] ont montré que le produit à considérer était plutôt  $(jL^2)$ . Ce nouveau critère permet, comparé au critère  $(jL)$ , d'augmenter la densité de courant pour les lignes courtes tout en restant en dessous de la valeur critique (et donc d'être dans une condition d'immortalité) Figure 1.8.



**Figure 1.8 : courbe  $j=f(L)$  pour un critère d'immortalité en  $(jL)_c$  et un critère d'immortalité en  $(jL^2)_c$  montrant le gain apporté pour les lignes courtes ( $< 20 \mu m$ ) du deuxième critère [10].**

Ainsi le gain de fiabilité appliqué lors du dessin de la puce en optimisant les longueurs de ligne est le résultat de la compréhension du phénomène d'électromigration. Etant un phénomène complexe, il reste beaucoup à étudier pour améliorer encore la fiabilité des interconnexions.

Nous avons vu plus haut que d'un point de vue théorique le phénomène de diffusion assistée qui assurait le transport de matière durant l'électromigration obéissait à une loi statistique pour un cristal parfait. Le cuivre est loin d'être un cristal parfait. Il est polycristallin et ponctué de défauts ce qui laisse à penser que l'aspect purement statistique de l'électromigration va être pondéré par ces défauts cristallins. De plus l'orientation des grains peut également jouer un rôle puisque les propriétés mécaniques et l'énergie de surface dépendent de l'orientation cristalline. Pour ces différentes raisons, l'étude du lien entre le phénomène d'électromigration et les paramètres morphologiques du cuivre apparaît comme très pertinente. Cela permettrait de mieux comprendre le phénomène d'électromigration avec à la clé des pistes potentielles pour limiter la sensibilité des interconnexions à ce phénomène. C'est précisément le but de cette thèse et pour pouvoir mener à bien cette étude, il faut des outils pour déterminer les caractéristiques des grains de cuivre (orientation, taille, densité et désorientation des joints de grains...). Dans la partie suivante nous allons aborder les techniques existantes avec leurs avantages, leurs inconvénients et leurs limites pour conclure sur la technique que nous avons adoptée pour mener cette thèse.

## 1.2 Caractérisation de la microstructure

Qui dit caractérisation des paramètres microstructuraux et des orientations dit forcément matériau cristallin. En conséquence les techniques permettant d'accéder aux informations désirées sont nécessairement des techniques de diffraction. Ces techniques ont toutes pour principe l'interférence d'un rayonnement avec le matériau. Cette interférence pourra être constructive (détection du rayonnement) ou destructive (absence du rayonnement) après interaction avec l'échantillon. Il y aura interférence constructive si la loi de Bragg est respectée (Équation 1.5). On dit que l'on est dans les conditions de Bragg.

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

**Équation 1.5 : Loi de Bragg où  $n$  est l'ordre d'interférence,  $\lambda$  la longueur d'onde de la radiation,  $d$  la distance inter planaire et  $\theta$  l'angle entre le rayonnement et les plans cristallins.**

Dans la plupart des cas on se contente du premier ordre d'interférence. La distance inter planaire  $d$  dépend de la famille de plan considérée et est calculée de la manière suivante pour une structure cubique (ce qui est notre cas pour le cuivre) :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

**Équation 1.6 : calcul de la distance inter planaire en fonction du paramètre de maille  $a$  et des indices de Miller  $h, k, l$  de la famille de plan considérée (dans le cas d'un réseau cubique).**

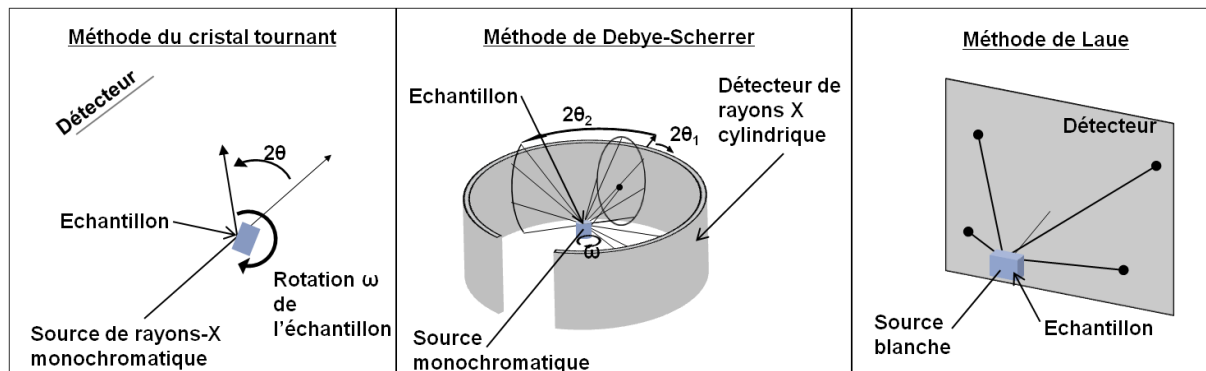
De manière générale le but est d'obtenir les valeurs  $\theta$  pour lesquelles on obtient une condition de diffraction. A partir de ces valeurs angulaires, connaissant la longueur d'onde, on en déduit les valeurs des distances inter planaires et ainsi les familles de plan présentes dans le cristal. Les techniques de diffraction permettent également d'obtenir une information sur l'état de contrainte d'un matériau cristallin. Un état de tension ou de compression modifiera le paramètre de maille et donc les distances inter planaires ce qui aura une influence sur les valeurs d'angle de Bragg mesurées. En mesurant les écarts entre une référence et un échantillon contraint il est alors possible de déterminer la déformation et la contrainte subie par l'échantillon.

Nous avons choisi ici de présenter les principales techniques de diffraction existantes par type de source utilisée : rayons X, neutrons et électrons.

### 1.2.1 Diffraction des rayons X

#### 1.2.1.1 Méthodes de diffraction

On distingue trois méthodes de caractérisation utilisant les rayons X. La méthode du cristal tournant et de Debye Scherrer [11] utilisant un faisceau monochromatique et la méthode de Laue [12] utilisant un faisceau polychromatique dit « faisceau blanc » Figure 1.9.



**Figure 1.9 : Schéma descriptif du principe des trois méthodes principales utilisant les rayons-X pour caractériser un échantillon cristallin.**

Dans le cas de la méthode du cristal tournant,  $\lambda$  est fixé (le faisceau est monochromatique) et on tourne l'échantillon pour faire varier  $\theta$  afin de déterminer les angles correspondant aux conditions de Bragg. Pour la méthode de Debye-Scherrer, l'échantillon, réduit sous forme de poudre (ou massif polycristallin) est placé au centre d'un détecteur de rayons X cylindrique couvrant ainsi tous les angles. On a alors une distribution aléatoire des orientations des grains qui vont rentrer ou non en condition de Bragg avec le faisceau incident monochromatique. Dans ce cas le balayage angulaire n'est pas systématique puisqu'il est réalisé via le détecteur cylindrique

Enfin la dernière méthode consiste à irradier de manière focalisée un cristal avec un faisceau blanc.

Comme la longueur d'onde n'est pas unique mais correspond à une plage d'énergie continue et que l'échantillon est fixe on aura diffraction pour plusieurs familles de plan. On obtient un diagramme de point pour lequel chaque point correspond à une famille de plan.

#### **1.2.1.2 Caractéristiques**

Les caractéristiques des techniques de diffraction, à base de rayons X, dépendent directement de la source utilisée et de son « façonnage ». En effet la manière de focaliser le faisceau va influencer sur la résolution que l'on peut attendre de l'analyse et cette focalisation sera d'autant meilleure que le faisceau est rendu monochromatique. De manière générale les tailles de sonde les plus petites que l'on peut espérer vont de la centaine de nanomètre (pour une source de type synchrotron) à plusieurs microns de diamètre (pour des sources de laboratoire). A cause de la poire d'interaction, la résolution finale est de plusieurs fois la taille de sonde. De plus l'épaisseur de laquelle provient la diffraction est de l'ordre de plusieurs dizaines de microns en réflexion (en transmission elle dépend de l'épaisseur de l'échantillon).

A partir des caractéristiques du rayonnement X, on peut dire que la caractérisation structurale se fait plutôt à grande échelle. L'information obtenue est le résultat d'un faisceau qui a interagi avec plusieurs grains. Avec les différentes méthodes présentées il est donc possible d'obtenir des informations sur la structure cristalline d'un échantillon et ses orientations majoritaires. Il n'est par contre pas possible d'obtenir une information localisée sur un grain en particulier et son voisin. La diffraction de rayons X est donc plutôt une technique macroscopique en considérant l'échelle des grains du matériau.

#### **1.2.2 Diffraction des neutrons**

La diffraction des neutrons est similaire à celle des rayons X dans le principe. La longueur d'onde utilisée est comparable (typiquement autour de 0,15 nm) en revanche un réacteur nucléaire est nécessaire pour créer les neutrons ce qui complique grandement la mise en œuvre des analyses. On peut dénombrer trois de ces réacteurs en France (deux à Saclay et un à Grenoble). De plus l'absorption des neutrons par la matière est 10 000 fois plus faible que pour les rayons X la profondeur d'interaction entre les neutrons et l'échantillon se compte en centimètres (ce qui simplifie la préparation d'échantillon). Un des avantages de la diffraction des neutrons est l'utilisation d'un faisceau polychromatique ce qui permet d'obtenir une forte intensité. Le problème est qu'il n'existe pas de détecteur sensible à l'énergie des neutrons mais leur vitesse dépend de leur énergie et donc de leur longueur d'onde. En utilisant un détecteur de neutrons couplé à un capteur temporel sur un faisceau pulsé, on parvient à enregistrer le temps de vol des neutrons<sup>7</sup>. A partir de ces informations on parvient, comme dans le cas des rayons X avec la méthode de Laue, à caractériser plusieurs familles de plan avec une seule exposition.

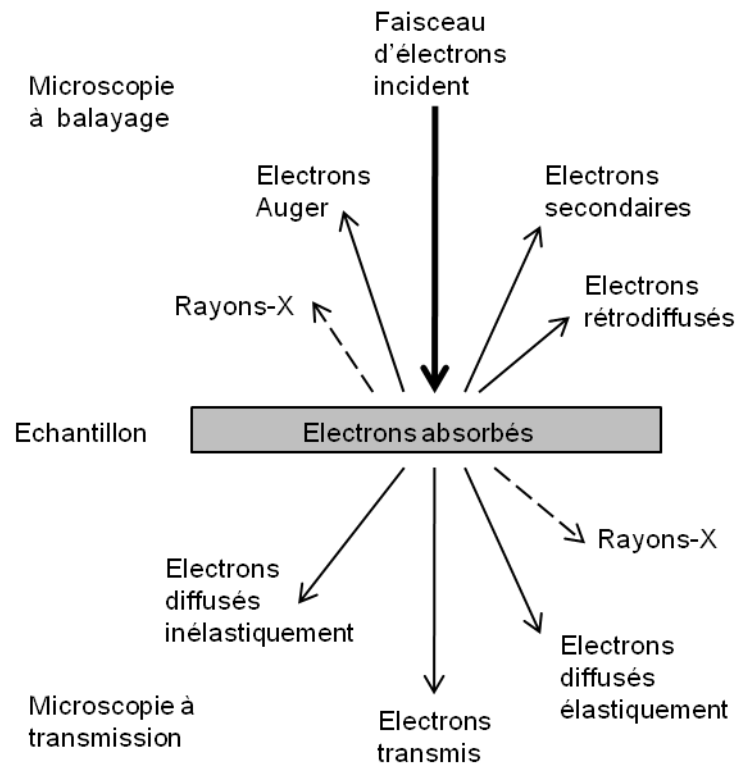
Dans ce cas également la technique est plutôt macroscopique et ne permet pas une caractérisation très locale au sein de quelques grains mais elle permet d'avoir une information statistique sur l'ensemble de l'échantillon. Pour arriver à une échelle d'analyse plus microscopique il faut nous orienter vers la diffraction électronique.

#### **1.2.3 Diffraction des électrons**

La diffraction des électrons peut se faire de deux façons. Soit en considérant les électrons transmis soit en considérant les électrons réfléchis (Figure 1.10).

---

<sup>7</sup> Time Of Flight en anglais : TOF



**Figure 1.10 : Descriptif des sources secondaires issues de l'interaction d'une source électronique et d'un échantillon.**

Dans le cas des rayons X on peut détecter les rayons transmis ou réfléchis sans de grosses modifications de l'équipement utilisé. Dans le cas des électrons, il est nécessaire d'être sous vide afin que les électrons puissent parcourir la distance de la source au détecteur en interagissant avec l'échantillon. En conséquence les équipements utilisés pour détecter les électrons réfléchis sont différents de ceux utilisés pour tirer information des électrons transmis. On distingue les microscopes électroniques à transmission et les microscopes électroniques à balayage.

#### **1.2.3.1 Techniques à base de microscopie électronique en transmission**

Le mode classique d'utilisation d'un MET est d'irradier la zone de l'échantillon voulue ce qui va donner une image de cette zone avec un contraste dépendant de l'absorption du matériau traversé (signal provenant des électrons transmis). Dans ce cas il n'y a pas de balayage de l'échantillon, l'image est obtenue instantanément en une seule prise. Pour déterminer l'orientation d'un grain par diffraction électronique il est nécessaire d'avoir un faisceau ponctuel localisé sur ce grain. Dans ce cas on peut distinguer deux modes d'utilisation selon que le faisceau est convergent ou quasi-parallèle. Dans tous les cas pour que le signal (électrons diffusés) puisse être transmis et collecté dans de bonnes conditions il est nécessaire que l'épaisseur traversée par les électrons soit très faible. L'épaisseur d'un échantillon analysé en MET est typiquement de 100 nm ce qui nécessite une préparation particulière notamment dans le cas d'analyse de structures issues de la microélectronique. Nous détaillerons cette préparation dans un prochain chapitre.

#### 1.2.3.1.1 Diffraction électronique en faisceau parallèle

La diffraction électronique en faisceau parallèle ou NBED<sup>8</sup> consiste à illuminer un échantillon de manière locale avec un faisceau considéré parallèle dont l'angle de convergence est de quelques centièmes de degrés. Le diamètre du faisceau est de l'ordre de quelques nanomètres. Les électrons qui abordent les plans en conditions de Bragg vont être diffractés pour donner lieu à un cliché de diffraction de points. Ce diagramme est constitué d'une tache centrale correspondant au faisceau transmis et d'un ensemble de taches dont chacune correspond à une famille de plan avec laquelle le faisceau incident a diffracté. Un exemple de cliché de diffraction en faisceau parallèle est donné Figure 1.11.



**Figure 1.11 : Exemple de diagramme de diffraction obtenu avec la technique NBED pour un échantillon de siliciure de manganèse.**

A partir de ce diagramme de points, il est possible de déterminer l'orientation cristalline du grain sur lequel est focalisé le faisceau (à condition qu'un seul grain soit traversé) [13], [14], [15]. Ensuite en déplaçant le faisceau il est possible de cartographier une zone de l'échantillon point par point. On peut ensuite, à partir des informations contenues dans cette cartographie, ressortir des informations sur la taille de grains, les désorientations, les joints de grains...

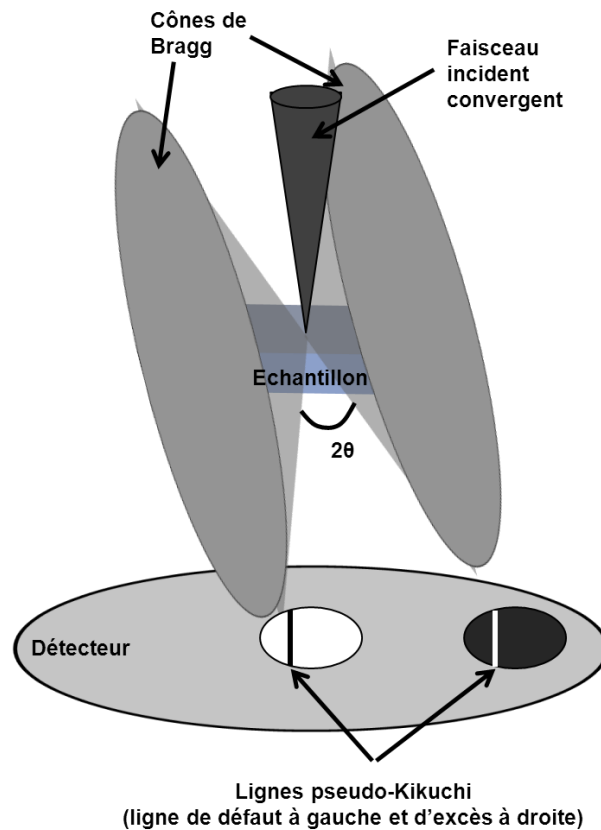
#### 1.2.3.1.2 Diffraction électronique en faisceau convergent

Dans le cas de la diffraction électronique en faisceau convergent ou CBED<sup>9</sup> l'angle de convergence du faisceau est de 1 à 2° pour un diamètre sur l'échantillon de l'ordre du nm et en dessous (pour une source électronique à émission par effet de champ). Dans ce cas le diagramme de diffraction n'est pas formé de points mais de disques dûs à l'angle de convergence important du faisceau. Au sein du faisceau, les électrons répondant aux conditions exactes de Bragg pour une famille de plan considéré vont alors donner une ligne d'excès au sein du disque diffracté résultant de l'intersection du cône de Bragg, du faisceau et du détecteur. Ces électrons seront donc absents au sein du disque transmis et formeront ce que l'on appelle une ligne de défaut. Ces lignes de défaut et d'excès sont également appelées lignes pseudo-Kikuchi dont la formation provient uniquement de diffusion élastique. Le principe de formation de ces lignes est schématisé Figure 1.12 et un exemple de diagramme de diffraction pour le disque transmis ne présentant que des lignes de défauts est présenté Figure 1.13.

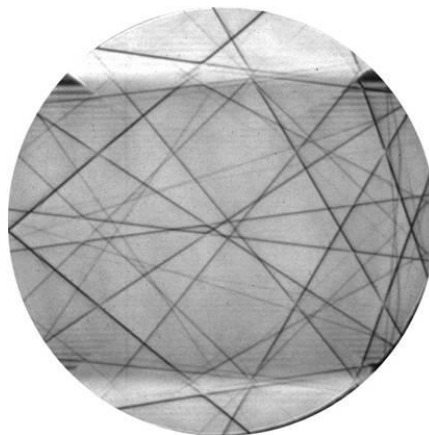
---

<sup>8</sup> NBED : NanoBeam Electron Diffraction

<sup>9</sup> CBED : Convergent Beam Electron Diffraction



**Figure 1.12 : Schéma présentant la formation des lignes de Kikuchi par diffraction avec une famille de plan du cristal.**



**Figure 1.13 : Exemple de diagramme de diffraction obtenu avec la technique CBED pour un échantillon de silicium.**

Comme dans le cas précédent, il est possible, à partir de ces lignes pseudo-Kikuchi de déterminer l'orientation cristalline du grain sur lequel est focalisé le faisceau et de cartographier l'échantillon [16], [17] pour ensuite étudier plus globalement les joints de grains, les tailles de grains... Pour plus de détails sur la technique CBED et ses applications, je vous renvoie vers une thèse portant sur les mesures de contraintes par CBED [18] et vers un ouvrage de Morniroli [19].

En ce qui concerne la profondeur d'interaction des électrons avec l'échantillon, dans le cas du MET en général, l'échantillon est totalement traversé par le faisceau. L'épaisseur d'interaction qui

participe au signal dépend donc directement de la préparation de l'échantillon. En conséquence, si l'échantillon est plus épais que la taille moyenne d'un grain du cristal on peut obtenir localement une information résultant de la superposition de deux (ou plusieurs grains). L'indexation et l'interprétation des diagrammes de diffraction peuvent donc être difficiles avec ces techniques de diffraction dans le cas de matériaux composés de très petits grains (quelques dizaines de nanomètres).

### **1.2.3.2 Techniques à base de microscopie électronique à balayage**

La microscopie électronique à balayage utilise les particules réémises dans la direction du faisceau incident (Figure 1.10). Les électrons secondaires donnent une information sur la topologie de surface de l'échantillon et sur les matériaux composant l'échantillon. Les électrons Auger donnent une information sur la composition chimique de l'échantillon. Ils ont une énergie spécifique en fonction de l'élément chimique duquel ils proviennent. Les rayons X permettent également de caractériser chimiquement l'échantillon, tout comme pour les électrons Auger, leur énergie dépend de l'espèce chimique qui les a émis (c'est également le cas en MET).

Dans un matériau cristallin monoatomique ils ont tous la même énergie. On peut alors considérer la zone d'interaction du faisceau électronique avec le matériau comme une source de rayons X monochromatique qui va diffracter avec les plans du cristal environnant. L'avantage ici est la taille de la sonde électronique (environ 10 nm) qui permet d'obtenir une diffraction de rayon X sur un volume d'interaction de quelques microns de large et de quelques microns de profondeur (plus ou moins en fonction de l'énergie du faisceau électronique). Cette technique, appelée la technique de Micro-Kossel [20], [21] est donc mieux résolue que la technique de diffraction des rayons X mais n'est utilisable qu'avec des matériaux où la taille de grain moyenne est de l'ordre de quelques microns. Il nous reste alors la diffraction électronique obtenue par l'interaction des électrons rétrodiffusés et du cristal. C'est la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés également appelée EBSD<sup>10</sup>.

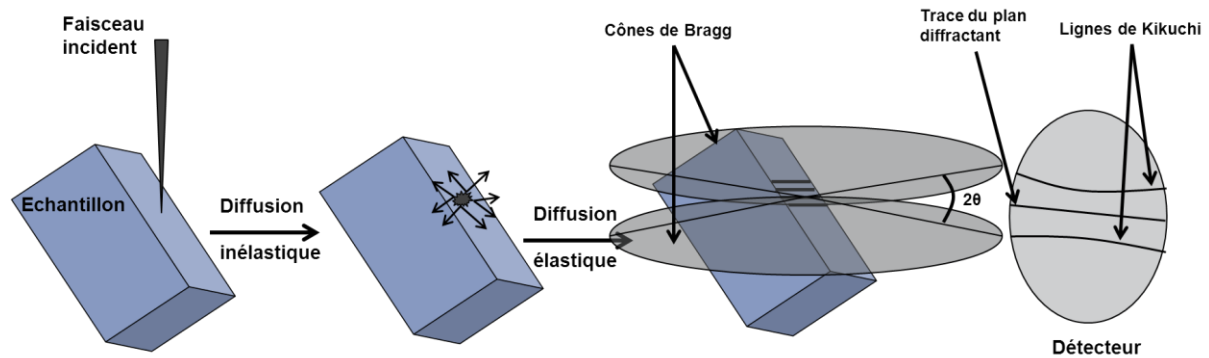
La technique EBSD repose sur la formation des lignes de Kikuchi, observées pour la première fois en MET en 1928 [22] mais en réflexion contrairement au MET où l'on considère la transmission. Dans le cas du MEB<sup>11</sup> l'échantillon est massif (plusieurs centaines de microns d'épaisseur) comparé à la profondeur de pénétration des électrons (de l'ordre du micron à 20 keV pour un échantillon de fer simulé sur Casino). Ainsi seuls les électrons ressortant du matériau et ayant diffracté pourront donner une information sur l'orientation cristalline, les autres seront absorbés par l'échantillon.

Après contact avec l'échantillon les électrons vont dans un premier temps diffuser de manière inélastique dans toutes les directions. On peut alors considérer que l'on a une source électronique isotrope proche du point d'impact du faisceau. Ces électrons vont ensuite diffracter avec les plans du cristal s'ils répondent aux conditions de Bragg constituant ainsi une seconde phase de diffusion cette fois élastique. Le principe de formation de ces lignes de Kikuchi est schématisé Figure 1.14.

---

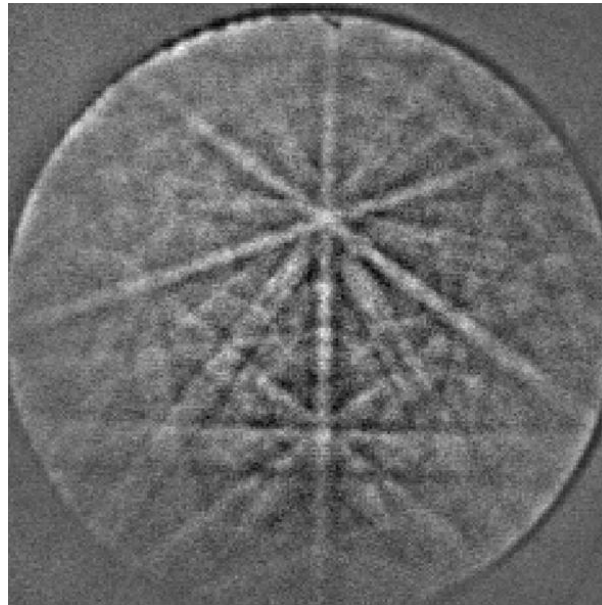
<sup>10</sup> EBSD : Electron BackScattered Diffraction

<sup>11</sup> MEB : Microscope Electronique à Balayage



**Figure 1.14 : Principe de formation des lignes de Kikuchi en réflexion dans le cas de la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés.**

Les électrons répondant aux conditions de Bragg vont donner des cônes de diffraction. L'interception de ces cônes avec le détecteur va alors donner deux hyperboles, que l'on assimilera à des droites du fait de la faible valeur de l'angle de Bragg, formant une bande dont la médiane est appelée la trace du plan. Le cliché de diffraction obtenu est alors un ensemble de bandes de Kikuchi dont un exemple est donné par la Figure 1.15.



**Figure 1.15 : Exemple de diagramme de diffraction obtenue en EBSD pour du cuivre.**

Ensuite en déplaçant le faisceau point par point on peut cartographier l'échantillon et reconstituer les grains après avoir indexer les diagrammes de diffraction.

Un des gros avantages de cette technique est d'une part la résolution que l'on peut attendre : de l'ordre du diamètre du faisceau soit une dizaine de nanomètres pour un MEB équipé d'une source électronique à effet de champ [23]. Mais également le fait que l'on puisse analyser des échantillons sur une surface importante puisque dans un MEB on peut aisément insérer des échantillons de la taille du centimètre. En revanche une contrainte importante concerne la surface de l'échantillon. Bien que les électrons rétrodiffusés puissent venir d'une profondeur de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres (dépendant du matériau et de l'énergie du faisceau), ceux qui participent effectivement au signal de diffraction sont ceux qui ont diffusé de manière quasi-élastique. Ils ont donc une énergie proche de l'énergie incidente. Pour cela ils proviennent nécessairement de l'extrême surface (quelques nanomètres) [24]. La conséquence est la forte

sensibilité de la technique à l'état de surface qui nécessite une préparation d'échantillon particulière que nous détaillerons dans un prochain chapitre.

La technique EBSD est donc intéressante de par la résolution qu'elle propose permettant de caractériser des objets de quelques dizaines de nanomètres tout en ayant un champ d'observation très large.

Nous allons maintenant comparer les différentes techniques décrites succinctement plus haut afin d'opter pour celle qui semble la plus apte ou présentant le meilleur compromis pour répondre à notre problématique.

#### **1.2.4 Comparatif des techniques de diffraction**

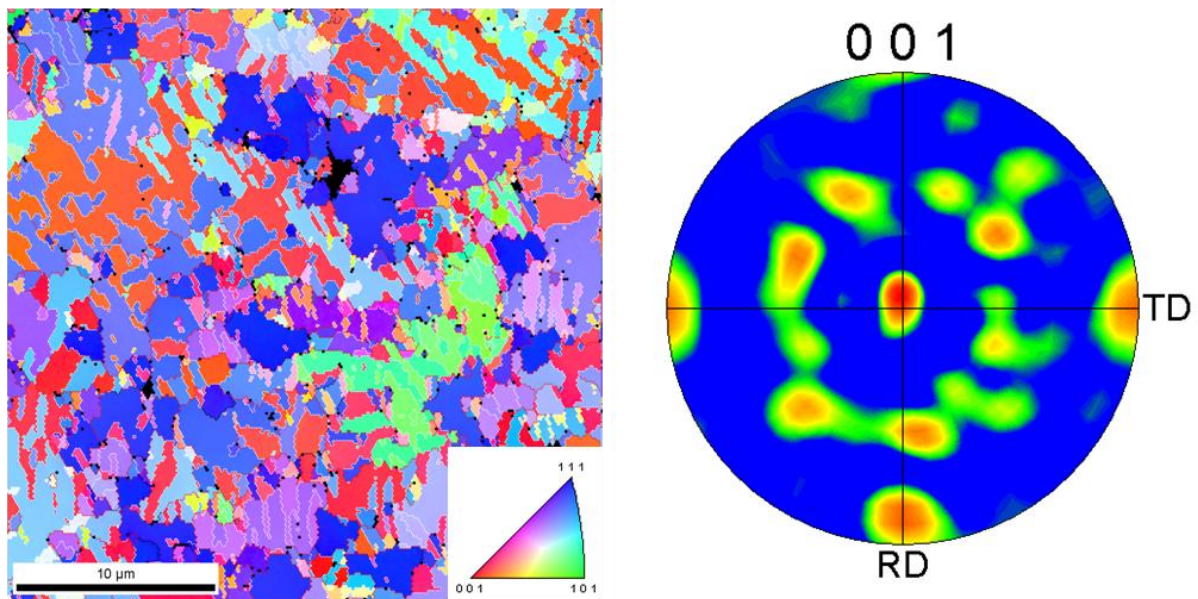
Les techniques présentées vont être confrontées selon trois points de vue. Les informations obtenues pour chaque technique, leur limite de résolution et enfin leur mise en œuvre. Un point important qu'est le temps nécessaire pour une analyse ne sera pas discuté ici mais sera abordé par la suite concernant la technique adoptée.

##### **1.2.4.1 Informations obtenues**

La diffraction des rayons-X et des neutrons permet d'obtenir (pour une source monochromatique) l'intensité du signal de diffraction en fonction de l'angle  $\theta$ . On aura alors un pic pour chaque  $\theta$  correspondant à l'angle de Bragg ce qui permet d'identifier les familles de plan présentes au sein de l'échantillon.

Une autre représentation possible est de se focaliser sur une famille de plan présente au sein de l'échantillon et faire pivoter l'échantillon de façon à suivre l'intensité de signal de cette famille de plan sous tous les angles. Cette représentation appelée figure de pôle sera détaillée par la suite. De manière générale l'information obtenue par la diffraction des neutrons et rayons-X renseigne sur les orientations des grains présents dans le matériau sans donner d'information sur la taille, la forme des grains ou la relation de désorientation entre les grains.

Dans le cas des techniques de diffraction électronique, on obtient d'une part une cartographie où chaque pixel correspond à un diagramme de diffraction indexé. Cette cartographie permet de visualiser les orientations des grains mais également leur forme. On peut ensuite nettoyer, filtrer, traiter cette cartographie selon ce que l'on souhaite mettre en évidence. Suite à la reconstruction, nous avons aussi accès à la distribution de taille des grains, les types de joints de grains, leur longueur, leur désorientation. Il est également possible d'obtenir à partir de l'ensemble des diagrammes indexés, la figure de pôle correspondante à la surface analysée (Figure 1.16).



**Figure 1.16 : Exemple de cartographie obtenue par EBSD (à gauche) et figure de pôle recalculée selon la famille de plan (001) correspondante (à droite) montrant une forte présence des familles de plans (001) et (111).**

A partir de ce premier comparatif, il semble plus intéressant d'opter pour une technique de diffraction électronique. Il est possible d'obtenir le même type d'information global qu'avec la diffraction neutronique ou aux rayons-X avec en plus une information sous forme de cartographie et sur les caractéristiques morphologiques des grains.

#### **1.2.4.2 Taille de sonde**

Nous avons vu que les techniques qui présentaient les meilleures résolutions sont les techniques de diffraction électronique. On peut s'attendre à un diamètre de sonde de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres pour respectivement un MET et un MEB (tous deux équipés d'une source électronique à émission de champ). La diffraction neutronique ou de rayons-X ont une taille de sonde de l'ordre de quelques microns (à moins de disposer d'un synchrotron où l'on peut espérer disposer d'une source de rayons X avec une taille de sonde d'une centaine de nanomètres). De ce point de vue aussi la diffraction électronique est plus intéressante sachant que le MET donnera une information sur toute l'épaisseur (un ou plusieurs grains) de l'échantillon avec une très bonne résolution alors que l'EBSD donnera une information de surface (un seul grain).

#### **1.2.4.3 Mise en œuvre**

D'un point de vue préparation, l'EBSD requiert un très bon état de surface (planéité, intégrité, propreté) de l'échantillon qui doit être préparé par polissage. Le MET nécessite une préparation pour obtenir un échantillon d'une centaine de nanomètres d'épaisseur ce qui signifie dans notre cas un usinage à l'aide d'un faisceau d'ion focalisé ou FIB<sup>12</sup>. Cette préparation limite les structures observées en MET à une longueur d'environ dix microns alors qu'en EBSD il est possible de balayer des surfaces de quelques centaines de microns de côté.

Cette dernière considération ajoutée aux informations obtenues et à la résolution, récapitulées en Figure 1.17 nous amène naturellement vers l'EBSD qui paraît plus flexible malgré une résolution moins bonne que les techniques de diffraction disponibles en MET.

<sup>12</sup> FIB : Focused Ion Beam

| Technique de diffraction | Information obtenues                                                                                     | Résolution        | Profondeur d'interaction |
|--------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|--------------------------|
| Rayons-X                 | Figures de pôle<br>$I=f(\theta)$                                                                         | $\mu\text{m}$     | 10 $\mu\text{m}$         |
| Neutrons                 |                                                                                                          | 100 $\mu\text{m}$ | cm                       |
| Electrons MET            | Cartographie<br>Figures de pôles<br>Distributions taille de grain,<br>joints de grain,<br>désorientation | nm                | 100 nm                   |
| EBSD                     |                                                                                                          | 10 nm             | 10 nm                    |

**Figure 1.17 : Tableau récapitulatif des caractéristiques des différentes techniques de diffraction.**

### 1.3 Objectifs de l'étude

Nous avons abordé dans ce chapitre les bases du phénomène de défaillance majoritaire des interconnexions à savoir l'électromigration. Nous avons également mis en évidence que l'étude du rôle de la microstructure (au sens large) pour ce phénomène est pertinente. Pour pouvoir mener cette étude il faut pouvoir caractériser le matériau qui constitue les interconnexions, le cuivre dans notre cas. Après un comparatif des techniques habituelles pour ce genre de caractérisation nous avons opté pour la diffraction d'électrons rétrodiffusés. Cette technique permet d'obtenir à l'échelle locale et sur des surfaces importantes l'orientation cristalline des grains composant le matériau avec une bonne résolution. Pour cette thèse nous avons choisi d'étudier le nœud 45 nm ce qui correspond à une largeur de ligne minimum de 70 nm. Ce nœud était d'une part le plus avancé disponible sur le site de Crolles à mon arrivée en 2008 et d'autre part présentait déjà des performances correctes en fiabilité ce qui signifie que le procédé de fabrication présente un bon rendement ainsi qu'une faible défektivité et qu'il est reproductible. Il est d'ailleurs aujourd'hui en production.

Le but de cette thèse est donc dans un premier temps de démontrer la faisabilité de la technique de caractérisation EBSD sur des structures de test de 70 nm de large. Pour cela nous verrons dans le chapitre 3 que des optimisations d'acquisitions et de préparations peuvent être nécessaires. Nous envisagerons également la possibilité de s'orienter vers d'autres techniques de caractérisation de microstructure que sont les techniques MET. Nous venons de voir qu'elles répondent également aux critères en termes de résolution et d'information obtenue. Le prochain chapitre se consacre à l'explication de la technique EBSD de façon plus approfondie ainsi que de l'état de l'art de ce qui a été fait pour corréler les caractéristiques morphologiques du cuivre avec le phénomène d'électromigration.

---

---

## **2 La technique EBSD, mise en œuvre et application aux interconnexions**

Ce second chapitre est destiné à décrire plus en détails la technique de caractérisation que nous avons adoptée : la diffraction d'électrons rétrodiffusés. Cette technique permet deux types d'analyse. L'analyse de phase que nous n'aborderons pas dans cette thèse, et les cartographies d'orientations qui nous intéressent pour notre étude. Nous aborderons les avantages et limites de cette technique aussi bien au niveau de l'acquisition que du traitement de données et de la préparation de l'analyse. Dans un second temps, un aperçu bibliographique des études ayant pour but de corrélérer le phénomène d'électromigration avec les paramètres structuraux du cuivre sera exposé. Nous allons d'abord commencer par un bref historique de la technique EBSD.

### **2.1 Petite histoire de la technique EBSD**

#### **2.1.1 Historique**

L'observation de diagrammes de Kikuchi par des électrons réfléchis a eu lieu quelques années après celle des diagrammes de Kikuchi dans un TEM (1928). Ce sont Von Meibom and Rupp qui les observent et les décrivent pour la première fois en 1933 [25]. Avec l'apparition des premiers microscopes électroniques à balayage dans les années 1950, il devient possible d'enregistrer ce que l'on appellera alors des "diagrammes d'électrons rétrodiffusés" [26]. Ces diagrammes sont alors traités manuellement pour obtenir l'orientation du grain analysé. C'est dans les années 1980 que le plus grand pas pour le développement de la technique est survenu avec la possibilité de visualiser et d'indexer en direct les diagrammes [27]. Jusque-là, les clichés de diffraction étaient enregistrés sur plaque photographique.

En 1984 le premier système EBSD est commercialisé mais l'indexation n'est pas encore automatique et nécessite de la part de l'utilisateur de fortes connaissances sur la cristallographie des matériaux. Ensuite est venue la course à l'indexation automatique qui nécessite d'avoir un bon rapport signal sur bruit du diagramme. Pour cela, les caméras CCD<sup>13</sup> ont remplacé dans les années 1990 les caméras à tubes utilisées jusqu'alors, des traitements d'image ont été développés pour améliorer la qualité des diagrammes de diffraction (soustraction du bruit de fond notamment) [28]. Des algorithmes de détection des bandes de Kikuchi ont été développés pour faciliter la reconnaissance et rendre l'indexation automatique. Les deux plus connues sont la transformée de Radon (utilisée notamment en tomographie) et la transformée de Hough (que nous aborderons plus loin) qui est celle utilisée par les logiciels commerciaux aujourd'hui.

Avec ces développements, l'indexation automatique de n'importe quel diagramme de diffraction était possible sans avoir besoin de connaissances poussées en cristallographie. L'acquisition des cartographies a alors été développée. L'indexation étant devenu automatique et ainsi relativement rapide, on peut envisager d'enregistrer les orientations de plusieurs dizaines voire centaines de points pour une analyse. Il a fallu pour cela résoudre le problème de balayage de l'échantillon. La première solution était de déplacer le porte échantillon sous le faisceau puis rapidement le contrôle du faisceau s'est révélé plus efficace puisqu'il permettait de passer d'une cadence de 20 points par minute à 600 points par minute. C'est au milieu des années 1990 que la cartographie d'orientation apparaît [29] [30] telle que nous la connaissons aujourd'hui.

Depuis des améliorations ont été apportées aux algorithmes de traitement et aux caméras pour gagner en rapidité et en sensibilité [31], [32], [33] et de nouvelles applications ont vu le jour. La combinaison de l'EBSD avec la spectroscopie des rayons X permettant d'accéder à l'information

---

<sup>13</sup> CCD : Charge Couple Device en anglais ou dispositif à transfert de charge

chimique et structurale de l'échantillon (on peut aussi y ajouter la détermination de la phase). La spectroscopie des rayons X consiste à détecter l'intensité des rayons X émis suite à l'interaction entre les électrons et l'échantillon pour chaque énergie, chaque élément émettant des rayons X d'énergie (ou de longueur d'onde) caractéristique, il est ensuite possible d'identifier les éléments composant l'échantillon à partir du spectre obtenu. L'analyse en trois dimensions est également possible, elle se fait dans un équipement doté d'une colonne électronique (servant à réaliser les cartographies d'orientation) et d'une colonne ionique (permettant de retirer par abrasion une tranche de matériau). En acquérant suffisamment de cartographies on peut ensuite reconstruire le volume analysé et obtenir une visualisation en trois dimensions des grains présents dans le matériau (leur orientation, leur phase) [34], [35]. Enfin, on peut citer la mesure de contraintes et de déformations à partir des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés, application pour laquelle le centre des sciences des matériaux et des structures de St Etienne (SMS) représente l'expertise française [36], [37].

### **2.1.2 Champs d'application**

C'est donc avec l'automatisation de l'indexation des diagrammes de diffraction que la technique d'analyse EBSD s'est réellement développée à grande échelle. Cette automatisation a d'une part rendu possible les analyses de cartographie complète et non plus quelques points isolés, et d'autre part, a rendu la technique accessible aux utilisateurs sans utiliser de connaissances poussées en cristallographie. Les domaines d'application de cette technique sont multiples. Elle a d'abord beaucoup été utilisée en métallurgie pour avoir une information sur la croissance et la cristallisation, l'influence des soudures sur la microstructure [38], [39], [40] mais également en géologie [41]. Ensuite, le développement des porte échantillons a permis de réaliser des analyses "in situ" sous contraintes thermomécaniques et d'observer par exemple l'évolution de microstructure lors de recuits in situ, de déformation à chaud ou encore lors d'essais mécaniques de traction ou de compression [42], [43], [44].

Par la suite, les possibilités de la technique ont commencé à intéresser des domaines de la métallurgie à des échelles plus petites, sur des structures de quelques microns ou fraction de micron. Bien que Zaefferer conseille d'utiliser le microscope électronique à transmission pour caractériser les interconnexions [45], une démonstration de faisabilité a été réalisée sur des lignes de cuivre de largeur inférieure à 100 nm par Meyer [46] par EBSD. La faisabilité sur ces dimensions a permis d'utiliser cette technique dans la microélectronique et de réaliser des études sur les interconnexions afin de comprendre et d'améliorer les procédés d'élaboration.

A partir de cette introduction, on peut se rendre compte de la diversité d'applications que permet la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés. Pour chaque cas, la procédure à suivre pour effectuer l'analyse est similaire.

## **2.2 Les différentes étapes d'une analyse par la technique EBSD**

On a tendance à penser que l'analyse EBSD commence avec l'étape d'acquisition des données de diffraction. Pour la majorité des cas, l'analyse commence avec la préparation de l'échantillon bien avant d'insérer celui-ci dans la chambre du microscope.

### **2.2.1 La préparation de l'échantillon, une étape clé**

Le but de la préparation d'échantillon est double. Tout d'abord on veut obtenir des diagrammes de diffraction présentant un bon rapport signal sur bruit pour faciliter par la suite l'indexation et

permettre de gagner du temps pendant l'acquisition. Ensuite, on souhaite que les diagrammes de diffraction soient représentatifs du volume d'interaction.

#### **2.2.1.1 L'EBSD, une technique de surface**

Les électrons rétrodiffusés proviennent d'une profondeur pouvant aller jusqu'à plusieurs centaines de nanomètres. Dans le cas de l'EBSD, les électrons qui participent de manière effective à la formation du diagramme de diffraction sont ceux ayant interagi de manière élastique avec l'échantillon et donc ceux qui n'ont pas perdu d'énergie [47]. Dans la pratique, on considère que ce sont les électrons qui ont perdu moins de 3% de leur énergie initiale [46]. Ce sont donc ces électrons provenant de l'extrême surface de l'échantillon qui participent à la formation du diagramme de diffraction. La profondeur d'échappement de ces électrons est de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres (elle dépend du numéro atomique du matériau et de l'énergie incidente des électrons) [23], [24], [48], [49]. Dans notre cas, on montre par la simulation que la profondeur d'échappement de ces électrons qui ne représentent que 5% de la totalité des électrons rétrodiffusés est de quelques nanomètres. La conséquence est que d'une part environ 95% des électrons rétrodiffusés participent au bruit sur la caméra et d'autre part que la technique EBSD est une technique d'analyse dont on peut assimiler le volume d'interaction à une surface. La préparation d'échantillon est par conséquent une étape critique qui va conditionner le bon déroulement de l'acquisition puisqu'elle va conditionner l'état de surface de l'échantillon.

#### **2.2.1.2 Conditions à remplir pour une bonne analyse**

Nous venons de discuter la très forte sensibilité de la technique EBSD à l'état de surface de l'échantillon, ce qui signifie que la couche que l'on souhaite analyser doit être à nu. Si un phénomène d'oxydation, de passivation ou de contamination apparaît, on peut obtenir une couche qui va gêner l'échappement des électrons rétrodiffusés et dégrader la qualité du cliché de diffraction. Si la surface que l'on souhaite analyser est recouverte par d'autres couches de matériau, il faudra alors retirer ces couches pour découvrir la surface souhaitée. Ensuite, la surface ne doit pas être endommagée durant la préparation car une autre condition indispensable est bien sûr que l'échantillon soit cristallin. Enfin la surface doit être aussi plane que possible. Une déformation (ou une contrainte) trop importante voire de l'écrouissage, tout comme une rugosité de surface, peut dégrader la qualité des diagrammes de diffraction.

Le matériau doit être conducteur pour limiter l'effet de charge. L'effet de charge va perturber à la fois les électrons rétrodiffusés, ce qui va altérer les diagrammes de diffraction, et les électrons provenant de la source, ce qui va introduire une dérive durant l'acquisition. Ce qu'on appelle la dérive ici est le fait que la surface analysée ne corresponde pas à celle définie pour l'acquisition. Nous détaillerons ce phénomène dans le prochain chapitre.

#### **2.2.1.3 Procédure de préparation**

La première étape de préparation consiste à découvrir la surface que l'on souhaite caractériser. Cette opération peut s'effectuer de plusieurs façons. La plus utilisée dans tous les domaines d'application est certainement le polissage mécanique et chimique. Il consiste à utiliser des disques abrasifs pour polir, à l'aide d'une plateforme rotative illustrée Figure 2.1, l'échantillon afin de le rendre parfaitement plan et de retirer la couche écrouie. On procède en utilisant des disques de moins en moins abrasifs. On finit en utilisant un feutre imbibé d'une suspension colloïdale de silicium. La suspension basique va alors attaquer chimiquement le matériau et les colloïdes vont avoir un rôle d'abrasion mécanique. C'est l'étape finale du polissage car elle élimine la surface

écrouie générées par les disques abrasifs. Cet écrouissage résulte de la déformation plastique du matériau qui peut aller jusqu'à l'amorphisation en surface de l'échantillon.



**Figure 2.1. Polisseuse mécanique permettant de préparer les échantillons.**

Une autre possibilité est d'utiliser un réacteur plasma pour attaquer, par réaction chimique et mécanique, le matériau. L'inconvénient ici est que la méthode par plasma est sélective et ne permet pas d'obtenir une surface plane si l'échantillon est constitué de plusieurs matériaux ou de matériau à plusieurs phases.

Il est également possible d'utiliser le polissage électrochimique ou l'attaque chimique. Ces techniques sont couramment utilisées pour réaliser des échantillons de métallurgie pour des observations au MET. Elles permettent d'obtenir une surface très peu rugueuse et n'engendrent pas de dommage mécanique contrairement au polissage. Mais, comme la technique plasma, elles ne sont pas très adaptées pour une étape de finalisation. Dans le cas d'échantillons constitués de plusieurs matériaux elles peuvent entraîner une forte topographie et dans le cas d'un échantillon massif, on peut obtenir une topographie résultant d'une cinétique d'attaque dépendant de l'orientation cristalline. C'est le cas par exemple pour une attaque de silicium par une solution d'hydroxide de potassium.

Enfin, la dernière possibilité et la plus récente d'utilisation est d'utiliser un faisceau ionique. Il peut être utilisé soit pour préparer la surface de l'échantillon [50], soit pour réaliser une coupe transversale. De plus, si le système EBSD est intégré à l'équipement, on peut alors rectifier l'échantillon si besoin sans le sortir de la chambre d'analyse. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle peut endommager le matériau par implantation ionique et qu'elle est la plus onéreuse.

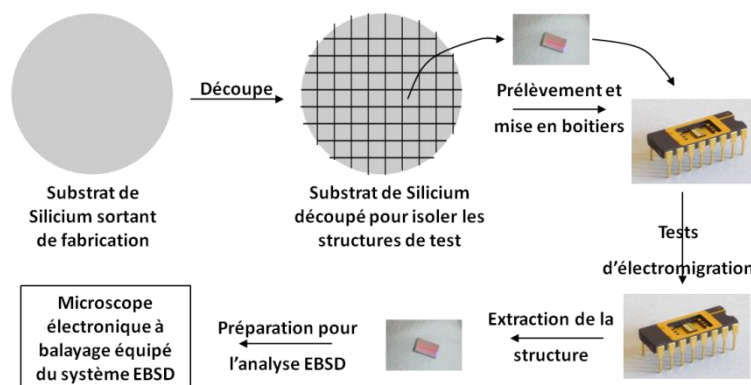
Dans une majorité de cas l'une de ces solutions sera suffisante pour obtenir un échantillon propre facilement caractérisable. Il faudra prendre une précaution sur le stockage si le matériau risque de s'oxyder ou d'être contaminé pour éviter de devoir le préparer à nouveau.

Dans le cas où le matériau est isolant, il faudra le métalliser en surface en y déposant une fine couche d'un matériau conducteur (en général de l'or ou du carbone). Il faut s'assurer de déposer juste ce qu'il faut car la présence de cette couche sur le matériau va rendre plus difficile l'échappement des électrons rétrodiffusés. Une autre solution consiste à travailler avec un MEB dit "environnemental" permettant de travailler sous vide partiel dans la chambre. Les électrons vont alors ioniser les molécules et créer un plasma d'ions positifs qui vont annuler l'accumulation de charges négatives à la surface de l'échantillon isolant. Ceci au prix d'une dégradation de la taille de sonde et donc de la résolution.

Dans le cas de notre étude, nous nous intéressons aux premiers niveaux de métallisation de l'architecture d'une puce, il faut donc retirer tous les niveaux supérieurs et ces niveaux ne sont pas

constitués de couches homogènes. La solution que nous avons adoptée est d'utiliser le polissage par suspension colloïdale associé aux attaques chimiques pour enlever les niveaux de métallisation les plus épais et de continuer avec le même polissage jusqu'au niveau voulu. Il est donc nécessaire de connaître parfaitement le détail de l'empilement des niveaux pour savoir au cours du polissage où l'on se situe dans l'architecture de la structure. Cette localisation nécessaire représente la partie la plus longue dans l'étape de préparation. Il sera préférable de passer un peu plus de temps au microscope (optique ou électronique) pour s'assurer du niveau où l'on se situe plutôt que d'aller trop vite et de perdre l'échantillon. Une fois ce dernier préparé, l'étape suivante est l'acquisition des diagrammes de diffraction et leur indexation. Il n'est cependant pas rare de devoir préparer à nouveau l'échantillon si la qualité des diagrammes de diffraction n'est pas satisfaisante.

Dans le cadre de cette thèse, les échantillons étudiés proviennent en majorité de tests d'électromigration réalisés en boîtiers. L'accélération de vieillissement en température est réalisée par la mise en place des échantillons dans un four et le courant de test désiré est appliqué à la structure. Cette méthode permet de considérer l'effet Joule au sein de la structure négligeable. Ces tests nécessitent que les substrats de silicium sur lesquels sont fabriquées les structures soient découpés pour rentrer dans les cavités des boîtiers de test d'électromigration. Ce sont ces petits morceaux de silicium (typiquement  $3 \times 2 \text{ mm}^2$ ) qui devront être préparés en surface pour la caractérisation des lignes de cuivre par EBSD. Ce parcours de l'échantillon, de sa fabrication à sa caractérisation est résumé par la Figure 2.2



**Figure 2.2 : Parcours d'une structure de test d'électromigration de sa sortie de fabrication à son entrée dans le microscope pour analyse EBSD. Pour une caractérisation classique de la fiabilité, l'échantillon s'arrête au test d'électromigration.**

### 2.2.2 L'acquisition de données

#### 2.2.2.1 Fixation de l'échantillon

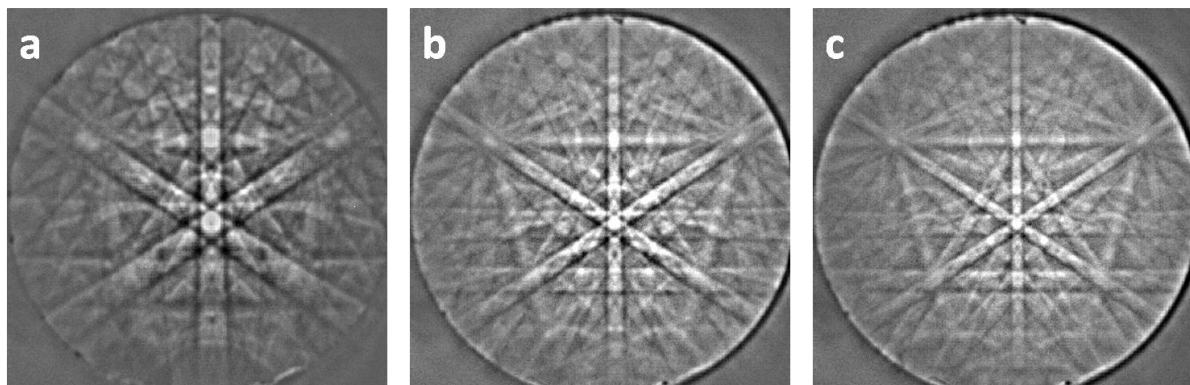
La fixation de l'échantillon se fait de manière classique avec du ruban adhésif conducteur afin de connecter électriquement l'échantillon au porte échantillon qui est à la masse. Pour améliorer ce contact électrique, on utilise également du vernis conducteur. Le problème de cette méthode est qu'elle ne garantit pas une fixation mécanique de l'échantillon, ce qui peut amener des problèmes durant l'acquisition, notamment de stabilité de l'échantillon et donc l'apparition d'une dérive. Il faut avoir à l'esprit que l'application usuelle de la technique EBSD est la caractérisation d'échantillons provenant de la métallurgie et que le pas entre deux points d'acquisition est de quelques centaines de nanomètres à quelques microns.

Dans notre cas la taille de la structure que l'on souhaite caractériser est d'une centaine de nanomètre, nous sommes donc un à deux ordres de grandeur en dessous du cas habituel pour cette technique ce qui nous rend très sensible à une instabilité de l'échantillon. C'est à cause de cette

différence d'échelle que la fixation de l'échantillon doit être optimum. De manière générale, bien que la littérature recense des analyses EBSD réalisées sur des lignes de cuivre de petites dimensions, ce type d'analyse nous amène aux limites de la technique EBSD. De ce fait, tous les paramètres sont à considérer pour optimiser et faciliter le bon déroulement de l'analyse. Nous y reviendrons par la suite. Après avoir fixé et inséré l'échantillon dans la chambre du MEB, l'étape suivante consiste à régler le MEB que nous utilisons pour l'EBSD dans des conditions particulières.

### **2.2.2.2 Réglage du microscope**

Le microscope électronique que nous avons utilisé pour cette étude est un MEB équipé d'une source à effet de champ, distribué par Zeiss, et appelé LEO 1530. Pour une acquisition de diagrammes de diffraction d'électrons rétrodiffusés, il est nécessaire d'appliquer une haute tension d'accélération, typiquement 20 kV, à cause de la faible sensibilité des détecteurs. La haute tension permet aussi de faciliter l'indexation des diagrammes car puisque la valeur de l'angle de Bragg et par conséquent la largeur des bandes de Kikuchi sur le détecteur y sont également liées. Plus la tension est élevée et plus la valeur de l'angle de Bragg diminue, ce qui est illustré Figure 2.3. La largeur des bandes diminue quand la tension augmente facilitant par la suite leur détection lors de l'indexation. En revanche, la tension ne modifie pas la trace de la bande de Kikuchi<sup>14</sup>. A titre de comparaison, la tension habituellement utilisée pour les observations se situe entre 1 et 5 kV. Du fait de la nature angulaire de la diffraction, on observe également une variation des diagrammes de diffraction en fonction de la distance du détecteur-échantillon qui se traduit par un élargissement des bandes lorsque l'on éloigne le détecteur. Dans notre cas, la position du détecteur est fixe et nous choisissons de travailler à une tension de 20 kV. Il ne faut pas que la tension soit trop basse à cause de la sensibilité du détecteur et il ne faut pas qu'elle soit trop importante car l'augmentation de la tension entraîne une augmentation du diamètre du faisceau et donc limite la taille des plus petits objets (dans notre cas les grains de cuivre) que l'on peut caractériser.



**Figure 2.3 : Effet de la tension d'accélération sur les diagrammes de diffraction obtenus pour du silicium. Les valeurs de tension sont respectivement pour a, b, et c de 5, 15 et 25 kV. On peut mettre en évidence la variation de la largeur des bandes de diffractions avec la tension mais également une diminution du contraste lorsque l'on diminue la tension due à une baisse de sensibilité du détecteur pour les basses tensions.**

Le deuxième paramètre important est le choix du diaphragme qui va déterminer le courant de la sonde électronique interagissant avec l'échantillon. Ici aussi, nous devons trouver un compromis entre une ouverture de diaphragme qui permettra d'avoir un petit diamètre de sonde mais qui

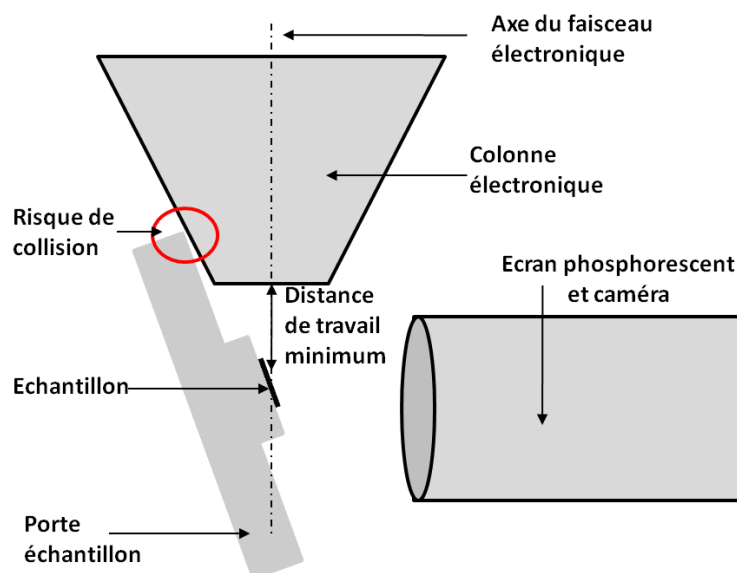
---

<sup>14</sup> La trace de la bande correspond à l'intersection du plan perpendiculaire à l'axe des cônes de diffraction avec le détecteur, cela correspond au milieu de la bande de diffraction.

donnera peu de signal sur le détecteur et une ouverture plus grande qui donnera beaucoup de signal mais qui va détériorer la résolution. Nous avons choisi de travailler avec un diaphragme de 60  $\mu\text{m}$ .

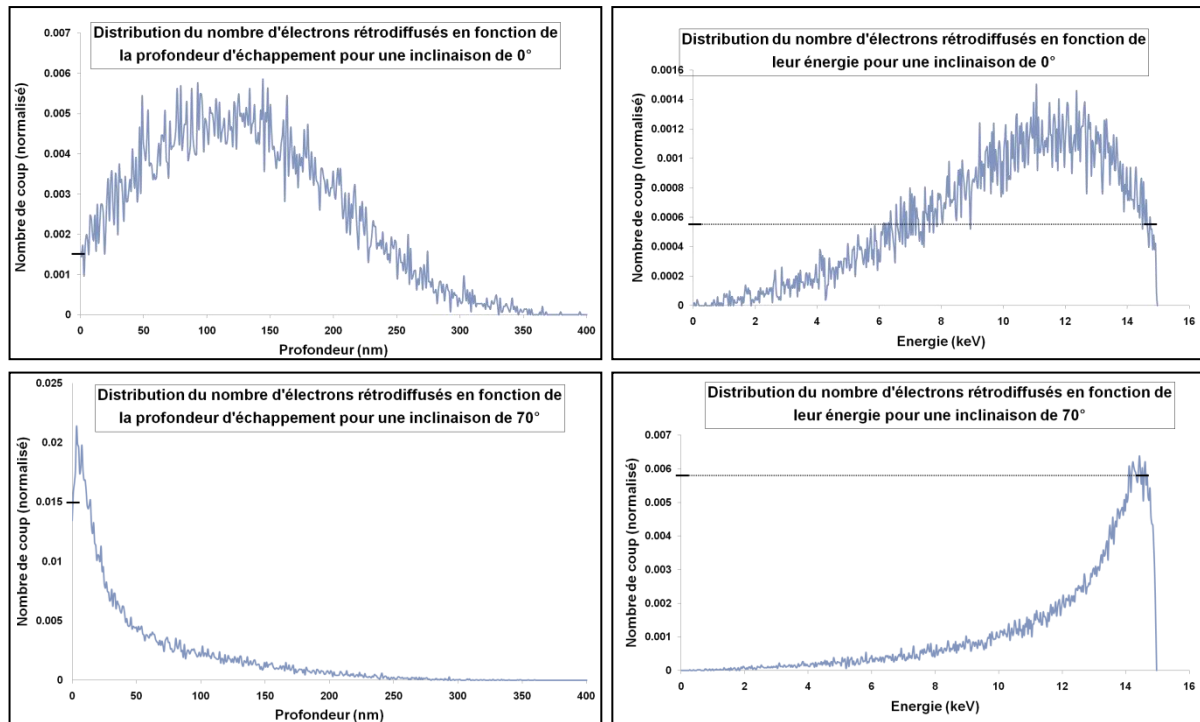
Ensuite, il faut placer l'échantillon à une distance de travail (distance sortie de colonne électronique-échantillon) adéquate. Plus cette distance est courte, meilleure est la focalisation de la sonde sur l'échantillon. Cependant, il faut s'assurer que les électrons rétrodiffusés soient uniformément détectés par la caméra, il y a donc une gamme de distance de travail à utiliser pour répondre à cette condition. De plus, il est nécessaire d'incliner l'échantillon à  $70^\circ$  pour réaliser une analyse EBSD. Cette inclinaison génère des risques de collision entre le porte échantillon et la colonne électronique ce qui limite également la plage de distance de travail utilisable comme illustré par la Figure 2.4. Dans la pratique, nous utilisons une distance de travail d'environ 13 mm.

Le fait d'incliner l'échantillon a pour but d'augmenter le rendement d'électrons rétrodiffusés. L'inclinaison a pour conséquence de rapprocher le volume d'interaction de la surface de l'échantillon. La distance que les électrons ont à parcourir pour ressortir de l'échantillon et être détectés est donc plus faible, plus d'électrons peuvent ressortir pour être détectés ce qui améliore la qualité des clichés de diffraction.



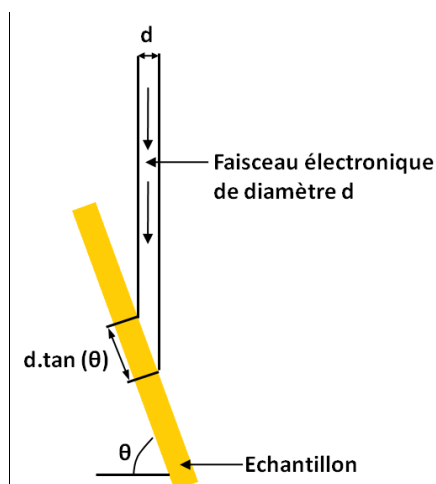
**Figure 2.4 : Vue schématique de la chambre du microscope avec l'échantillon incliné à  $70^\circ$  mettant en évidence la contrainte d'encombrement (risque de collision entre le porte échantillon et la colonne) sur la distance de travail.**

La Figure 2.5 montre l'influence de l'inclinaison sur la distribution des électrons rétrodiffusés en fonction de leur profondeur d'échappement et de leur énergie. On remarque sur les distributions du nombre d'électrons rétrodiffusés en fonction de la profondeur d'échappement que l'on concentre la source de ces électrons juste sous la surface de l'échantillon (120 nm sans inclinaison et 5 nm avec une inclinaison à  $70^\circ$ ). En comparant les valeurs du nombre de coups près de la surface de l'échantillon (là d'où viennent les électrons qui participent à la diffraction), on constate un gain d'un facteur 10 avec l'inclinaison de  $70^\circ$ . On observe le même phénomène sur les distributions en énergie : une concentration de la distribution des électrons aux environs de l'énergie initiale et un gain d'un facteur 10 sur la quantité d'électrons ayant perdu moins de 3% d'énergie (entre 14,5 et 15 keV), correspondant aux électrons participant à la formation du diagramme de diffraction. Le fait d'incliner l'échantillon permet donc d'améliorer sensiblement le rapport signal sur bruit des clichés de diffraction.



**Figure 2.5 : Influence de l'angle d'incidence de l'échantillon sur la profondeur d'échappement des électrons rétrodiffusés (à gauche) et la distribution énergétique (à droite) pour un échantillon normal au faisceau incident (en haut) et incliné à 70° (en bas). Résultats de simulation faite avec le logiciel Casino (simulation Monté Carlo) sur 50 000 électrons d'énergie initiale de 15 keV pour un échantillon de fer. On peut trouver le même type de données dans la littérature pour d'autres matériaux et d'autres conditions [51].**

On pourrait encore faire mieux en augmentant davantage l'angle d'incidence mais là encore il faut trouver un compromis entre augmenter le rendement d'électrons rétrodiffusés et la dégradation de la résolution. En inclinant l'échantillon, on génère de l'anisotropie sur la surface analysée comme illustré par la Figure 2.6. Le faisceau initialement circulaire devient une ellipse en interagissant avec l'échantillon et entraîne une perte de résolution perpendiculairement à l'axe d'inclinaison de l'échantillon. En supposant une sonde circulaire, une inclinaison à 70° entraîne une anisotropie proche d'un facteur 3 ( $\tan(70^\circ)$ ).



**Figure 2.6 : Illustration de l'anisotropie de la surface analysée avec l'inclinaison de l'échantillon.**

A ce stade, il ne reste qu'à vérifier la mise au point et l'astigmatisme du faisceau et prendre en compte l'effet de l'inclinaison de l'échantillon sur la mise au point. En se déplaçant sur l'échantillon, on ne sera pas toujours à la même distance de travail. En conséquence, le faisceau ne sera pas toujours aussi bien focalisé que là où les réglages ont été effectués. On utilisera alors la mise au point dynamique qui permet de corriger la focalisation du faisceau en fonction de sa position sur l'échantillon et de la variation de distance de travail correspondante. Pour finir, il faut insérer le détecteur EBSD en ayant choisi au préalable un grandissement adapté aux dimensions de ce que l'on veut caractériser puis passer aux réglages du système d'acquisition.

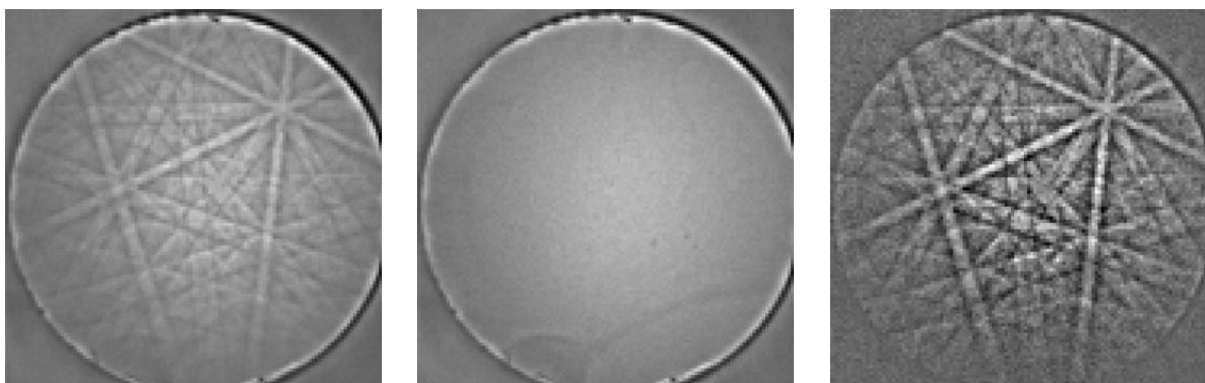
### **2.2.2.3 Réglage du système d'acquisition EBSD**

Cette étape consiste, d'une part; à optimiser la qualité des clichés de diffraction en optimisant les paramètres de la caméra et, d'autre part, à ce que le logiciel connaisse les paramètres géométriques de l'acquisition. La formation du diagramme de diffraction est soumise à la loi de Bragg, il s'agit d'une projection que l'on peut construire géométriquement en connaissant le type de structure (cubique, orthorhombique, triclinique...) et les paramètres d'acquisition : tension d'accélération, distance échantillon/détecteur, et position du centre du diagramme sur le détecteur (qui dépend de la distance de travail si le détecteur est fixe). La caméra utilisée ici est une caméra de type Digiview et le système complet provient de l'équipementier EDAX TSL.

#### **2.2.2.3.1 Les paramètres de la caméra**

Les réglages de la caméra consistent en deux paramètres : le gain et le temps d'exposition. Dans l'absolu, il est possible de minimiser le temps d'exposition et de compenser par un gain élevé ce qui va permettre un temps minimum pour l'acquisition (on trouve des caméras ultra-rapides qui permettent d'acquérir plusieurs centaines de clichés de diffraction par seconde). Dans la pratique, lorsque l'échantillon ne donne pas un très bon contraste, il est nécessaire de trouver un compromis sur le temps d'exposition pour avoir un contraste suffisant (l'augmentation du temps d'exposition va améliorer le rapport signal sur bruit) tout en gardant un temps d'acquisition raisonnable. On ajuste ensuite le gain à partir de ce temps d'exposition (dans notre cas 70 ms après optimisation des paramètres d'indexation que nous verrons par la suite).

Nous avons vu que la majorité des électrons arrivant sur le détecteur ne participent pas à la formation du diagramme mais à la formation du fond continu. En soustrayant ce fond continu au cliché, il est possible d'améliorer le contraste de façon significative comme le montre la Figure 2.7. Des algorithmes de soustraction de fond continu dynamique ont également été développés pour encore améliorer le contraste des diagrammes [33].



**Figure 2.7 : Le diagramme de diffraction brut à gauche, le fond continu au milieu et le diagramme après soustraction du fond continu à droite, illustrant le gain de contraste résultant de la prise en compte du fond continu sur les clichés de diffraction.**

Enfin, pour améliorer la sensibilité de la caméra, il est possible d'utiliser une fonction de regroupement de pixels. Un pixel sur le diagramme enregistré correspond à un pixel de la caméra (pas de regroupement), 4 pixels (regroupement 2 x 2), 16 pixels (regroupement 4 x 4) ou 64 pixels (regroupement 8 x 8). Cette fonction dégrade donc fortement la résolution des diagrammes. Elle est par conséquent déconseillée dans le cas d'identification de phase où il est nécessaire d'avoir des diagrammes avec le maximum d'information. Elle permet cependant de diminuer le temps d'exposition nécessaire. Il faut ici aussi optimiser ce paramètre pour gagner suffisamment en sensibilité, et donc en temps d'acquisition, sans trop détériorer la résolution des diagrammes de diffraction, ce qui limiterait leur traitement ultérieurement et l'identification de l'orientation correspondante. L'étape suivante consiste à calibrer la configuration géométrique de l'analyse.

#### 2.2.2.3.2 Calibration des paramètres géométriques

Cette calibration se fait de manière automatique avec les logiciels équipant les systèmes d'acquisition. Il faut spécifier la ou les structures du matériau analysé et opérer des indexations de diagramme de diffraction. Nous connaissons la distance de travail et la tension utilisées qu'il faut indiquer dans le logiciel. Celui-ci va alors calculer le diagramme théorique pour une distance écran-échantillon et une position du centre du diagramme donnée et le comparer au diagramme expérimental. Il va ensuite chercher l'optimum de corrélation entre le diagramme théorique et expérimental en modifiant ces deux paramètres. On peut effectuer cette procédure pour plusieurs diagrammes de diffraction afin de vérifier et d'affiner la calibration. Il est conseillé de procéder à cette calibration à chaque nouvelle acquisition puisqu'elle dépend de la tension d'accélération [52] et de la distance de travail mais aussi de l'inclinaison de l'échantillon [53]. Même si l'inclinaison doit être de 70°, elle peut varier de quelques degrés d'une analyse à une autre, la fixation de l'échantillon et son inclinaison peuvent varier légèrement d'un échantillon à un autre, surtout si l'inclinaison est manuelle.

#### 2.2.2.3.3 Indexation des diagrammes de diffraction

L'indexation se fait en deux temps, l'identification des bandes de Kikuchi présentes dans le diagramme, puis la détermination de l'orientation cristalline correspondant au cliché de diffraction. La première étape se fait par l'intermédiaire de la transformée de Hough [54], [55] donnée par l'équation 2.1.

$$\rho = x \sin \theta + y \cos \theta$$

**Equation 2.1 : Relation de la transformation de Hough où  $\rho$  est la longueur de la perpendiculaire entre la trace de la bande de Kikuchi et l'origine et  $\theta$ , l'angle entre la trace et l'axe des  $x$  du diagramme de diffraction dans un repère  $(x,y)$  orthonormé. Voir la Figure 2.8 pour plus de détail.**

Cette relation fait correspondre à chaque pixel appartenant à une bande de Kikuchi une sinusoïde dans l'espace de Hough. A tous les points d'une bande correspond un ensemble de sinusoïdes qui s'intersectent en un même point formant un maxima. Ainsi, après transformation, il suffit de rechercher les maximums dans l'espace de Hough pour identifier les bandes de Kikuchi présentes dans le diagramme de diffraction. La Figure 2.8 donne un exemple d'un diagramme de diffraction et de sa représentation dans l'espace de Hough.

Après identification des bandes de diffraction, la détermination de l'orientation se fait par comparaison des valeurs des angles entre les bandes du diagramme expérimental avec les diagrammes théoriques. Cette comparaison est faite pour tous les triplets de bandes possibles à

partir des bandes de Kikuchi identifiées.

Il est possible de modifier certains paramètres de la phase d'identification (plusieurs algorithmes sont disponibles malheureusement sans possibilité de connaître leurs différences) et de la phase d'indexation (résolution sur  $\rho$  et  $\theta$  dans la transformée de Hough, nombre de maxima à détecter pour l'indexation, regroupement de pixel). En fonction de ces paramètres, le temps nécessaire pour l'identification peut passer de quelques millièmes à quelques dixièmes de seconde. Une optimisation de ces paramètres est donc à envisager pour obtenir un bon compromis entre la qualité d'indexation et le temps nécessaire.

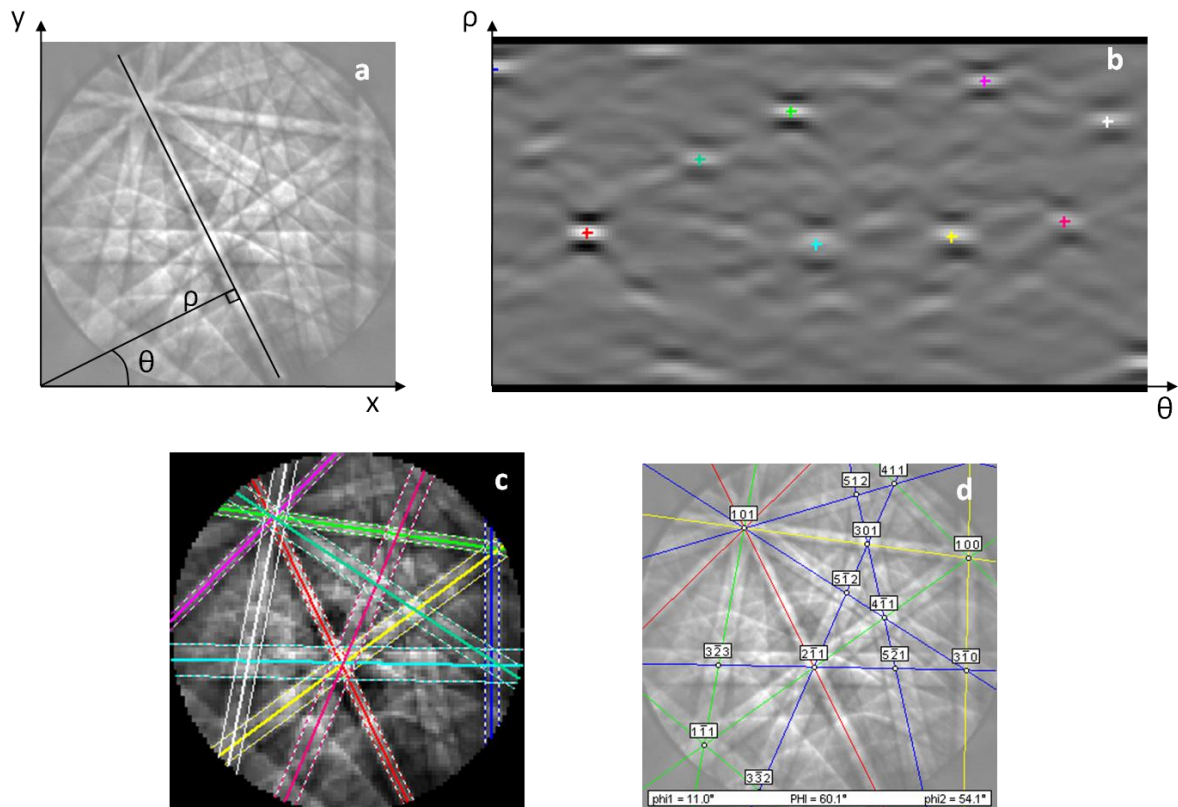


Figure 2.8 : a : Diagramme de diffraction en coordonnées (x,y) avec la signification de  $\rho$  et  $\theta$ . b : représentation du diagramme après transformation dans l'espace de Hough en coordonnées ( $\rho, \theta$ ) avec identification des maxima les plus intenses. c : bandes de Kikuchi identifiées superposées au diagramme de diffraction et d : solution de l'indexation superposée au diagramme avec les valeurs des angles d'Euler ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ ) de la solution.

#### 2.2.2.3.4 Paramètres et déroulement de l'acquisition

Tous les réglages étant réalisés, il ne reste plus qu'à localiser la zone à analyser, déterminer l'aire de la surface à analyser et le pas entre chaque point d'acquisition (qui déterminera la taille du pixel sur la cartographie d'orientation) pour avoir un temps d'acquisition raisonnable. Plus la surface sera étendue et le pas d'acquisition petit et plus le nombre de points et donc le temps nécessaire pour l'acquisition sera important. L'unité de temps usuelle pour une acquisition EBSD est l'heure et des acquisitions dépassant les dix heures ne sont pas exceptionnelles.

La séquence est la suivante : Le faisceau est focalisé sur l'échantillon, les électrons produisent un diagramme de diffraction qui est enregistré par la caméra. Le logiciel procède alors à l'indexation du cliché et enregistre la position, l'orientation cristalline déterminée ainsi que des informations sur la qualité du diagramme et de l'indexation qui serviront lors du traitement qui suivra. Le faisceau est

défléchi sur le point d'acquisition suivant et ainsi de suite. Un des inconvénients de la technique est que l'indexation se fait durant l'acquisition (sur l'équipement utilisé en tout cas). Ceci limite la cadence d'acquisition d'une part, en comparaison à une acquisition qui n'enregistrerait que les clichés, suivie d'une indexation que l'on peut réaliser en ne mobilisant pas le microscope, et d'autre part, ne permet pas de retraiter les clichés. L'avantage est que le fichier de données brutes résultant d'une acquisition prend peu de place. Sofferud a montré en 2008 l'efficacité de la méthode d'acquisition dans un premier temps et d'indexation dans un second en atteignant une cadence d'acquisition de 750 points par secondes [56]. Cette performance est cependant dépendante de l'échantillon et de la qualité des diagrammes de diffraction.

Une fois l'acquisition terminée, il est important de contrôler s'il y a eu de la dérive durant l'acquisition et de la mesurer le cas échéant. L'importance de la dérive dépend de l'aire de la surface analysée. Une dérive d'un micron durant l'acquisition n'aura pas les mêmes conséquences sur une surface analysée de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  que de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . Nous détaillerons cet aspect un peu plus loin.

Une fois l'acquisition terminée, le fichier de données brutes doit être dans un premier temps filtré et nettoyé. Il est ensuite traité afin d'obtenir les différentes représentations et informations morphologiques et structurales de l'échantillon.

### **2.2.3 Le traitement des données**

Dans cette partie il n'est pas question de lister toutes les informations que l'on peut ressortir du traitement des données brutes. Seules les principales représentations et celles qui seront utilisées dans ce manuscrit seront abordées. Le but est d'avoir à l'esprit le type d'information que l'on peut tirer en fonction de la représentation utilisée. La première étape du traitement consiste à "nettoyer" les données brutes.

#### **2.2.3.1 "Nettoyage" des données**

Le fichier de données brutes contient donc pour chaque point d'acquisition les coordonnées, les valeurs des angles d'Euler qui correspondent à l'orientation du cristal ainsi que les valeurs d'indice de confiance, de qualité d'image et d'indice de corrélation. Ce sont ces indices qui vont permettre de filtrer et de nettoyer les données brutes.

Le nettoyage consiste à homogénéiser les valeurs d'indice de confiance et de corrélation. Il faut cependant savoir à quoi correspondent ces indices pour être à même de les utiliser lors du traitement. L'indice de confiance est calculé durant l'indexation et révèle la confiance que donne le logiciel à l'orientation qu'il a déterminée. La détermination se fait à l'aide de triplets des bandes identifiées. En fonction du nombre de bandes, on obtient un nombre de triplets possible. A chaque triplet est associée une ou plusieurs orientations possibles. A la fin de l'indexation, à chaque solution est associée une valeur, que l'on appellera le vote, correspondant au nombre de fois que cette solution est apparue. Le calcul de l'indice de confiance (IC) est donné par l'équation suivante et correspond à la différence de vote entre les deux premières solutions divisé par le nombre de votes total.

$$IC = \frac{V_1 - V_2}{V_{total}}$$

**Equation 2.2 : Calcul de l'indice de confiance**

On voit ainsi que plus l'écart entre le premier et le deuxième vote est important et plus IC tend vers 1 ce qui signifie que la solution obtenue est la bonne. A l'inverse, on peut avoir un IC quasi nul dans deux cas : soit quand il n'y a pas de solution auquel cas toutes les solutions ont un vote très faible soit quand deux solutions sont proches ce qui entraîne une différence de vote entre les deux premières solutions proche de zéro. Cette situation correspond notamment aux joints de grains où l'on peut avoir une superposition sur la caméra des diagrammes de diffraction venant des différents grains appartenant au joint.

L'indice de corrélation correspond à la désorientation angulaire (en degré) entre le diagramme de diffraction théorique correspondant à l'orientation déterminée et le diagramme expérimental. Enfin, la qualité d'image reflète la qualité du diagramme de diffraction et est calculée à partir du nombre de bandes détectées suite à la transformée de Hough. Il dépend donc à la fois du matériau, des conditions d'acquisition, de l'état de l'échantillon mais aussi des paramètres utilisés durant l'identification des bandes de diffraction.

Le nettoyage des données se fait sur l'indice de confiance en deux étapes. La première utilise un algorithme qui vérifie pour chaque point la valeur de l'indice de confiance et de ses voisins. Si ses voisins ont tous un indice de confiance plus élevé alors son orientation et son indice de confiance sont modifiés pour correspondre à ses voisins. Cette étape permet de corriger les éventuels artefacts durant l'acquisition. La seconde est une étape de lissage qui, pour chaque point appartenant à un grain, modifie la valeur de l'indice de confiance pour correspondre à la valeur la plus élevée identifiée au sein du grain en question. Il est nécessaire pour cela de définir une tolérance angulaire au-delà de laquelle deux points seront considérés comme appartenant à deux grains différents.

Le logiciel de traitement travaille sur tous les points de l'acquisition à moins qu'un ou plusieurs filtres soient appliqués. Le filtrage est particulièrement utile dans le cas d'échantillons constitué de matériaux cristallin et amorphes où la zone analysée ne contient pas uniquement le matériau à étudier. C'est le cas dans le domaine de la microélectronique. Les interconnexions sont entourées de diélectrique isolant. Même si le diélectrique ne produit pas de diagramme de diffraction, il est possible qu'une orientation soit déterminée par le logiciel avec des indices de confiance, de corrélation et de qualité d'image indiquant une indexation de mauvaise qualité. En filtrant sur ces paramètres, il est alors possible d'éliminer les points correspondant au diélectrique pour ne garder que ceux du traitement de données correspondant au métal. Les résultats obtenus durant le traitement qui suivra ne seront pas faussés par une information provenant d'un matériau amorphe, ce qui n'a pas de sens physique, et seront donc représentatifs de ce que l'on veut caractériser.

### **2.2.3.2 Représentations des résultats**

#### **2.2.3.2.1 Cartographie d'orientation**

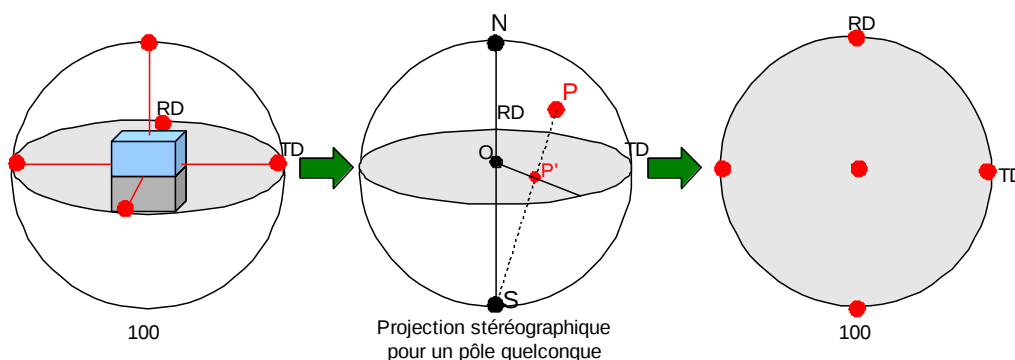
La représentation la plus utilisée avec la technique EBSD est certainement la cartographie d'orientation en indices de Miller, une image où la couleur de chaque pixel (chaque point d'acquisition) est fonction de l'orientation. Cette représentation très visuelle permet en un coup d'œil d'avoir une information sur la forme des grains, leur dispersion, la désorientation des joints de grains, l'orientation majoritaire a priori de manière très locale. Le problème de cette visualisation est justement qu'elle est très visuelle. Comme l'œil a tendance à être paresseux et n'est pas aussi sensible à toutes les couleurs, il y a souvent une différence entre l'impression donnée par une cartographie d'orientation et les autres représentations de la même information. De plus, une

cartographie ne donne accès qu'aux familles de plans perpendiculaires à la direction d'observation. Or, l'indexation du diagramme indique l'orientation cristalline soit la position du cristal dans toutes les directions de l'espace. Il est donc nécessaire de représenter au moins deux cartographies selon deux directions d'observation différentes pour avoir l'information complète sur l'orientation des grains.

Les autres représentations possibles sont les graphiques de distribution (taille de grain, désorientation de joints de grain, facteur d'aspect des grains (rapport longueur/largeur),...), les figures de pôles et figures de pôles inverses. Ces visualisations englobant toute l'analyse, on obtient une vue globale de l'acquisition contrairement à la cartographie qui permet de rendre compte des singularités de l'échantillon.

#### 2.2.3.2.2 Figure de pôle

Les figures de pôle sont construites par projection stéréographique. Prenons l'exemple d'un cristal cubique face centré orienté (100). On considère le cube au centre d'une sphère de telle façon qu'un plan de la famille (100) soit parallèle à l'équateur de la sphère. Ensuite on projette la normale à chaque plan (100) jusqu'à intersection entre la normale et la sphère. Pour obtenir la figure de pôle, il faut ramener ces points dans le plan de l'équateur qui deviendront alors des pôles via la projection stéréographique. Cette dernière consiste à relier le point d'intersection entre la normale au plan et la sphère avec son pôle sud si le point est dans l'hémisphère nord (et avec son pôle nord si le point est dans l'hémisphère sud). L'intersection de ce segment avec le plan équatorial donne la position du pôle correspondant. La figure de pôle (100) ainsi obtenue pour un échantillon monocristallin orienté (100) aura deux pôles superposés en son centre (un pour chacun des deux plans orientés parallèlement au plan équatorial) et quatre pôles à l'extérieur pour les quatre autres faces du cube ce qui est illustré sur la Figure 2.9.



**Figure 2.9 : Principe de construction d'une figure de pôles par projection stéréographique.**

Pour une acquisition EBSD, la projection est faite pour chaque point de l'acquisition. Tous les points de l'acquisition sont alors présents sur la figure de pôles qui donne une information sur l'orientation cristalline de chaque point puisque les trois directions d'observation sont présentes. Il est possible de représenter une figure de pôles pour plusieurs familles de plan, si un pôle est présent au centre de la figure, cela signifie que la famille de plan correspondante est une orientation présente au sein de l'échantillon. La figure de pôles inverse consiste à isoler une partie de la figure de pôle où toutes les orientations possibles sont représentées, elle permet donc de renseigner sur les familles de plan présentes mais ne donne pas accès à l'orientation du cristal si elle n'est accompagnée d'une autre figure de pôle inverse selon une autre direction d'observation.

La Figure 2.10 illustre les représentations par cartographie d'orientation et par figure de pôles. La cartographie renseigne sur les désorientations des joints de grains, la forme et la taille des grains qualitativement et leur orientation. La figure de pôle (001) indique la présence majoritaire de l'orientation (001) associée à une direction  $\langle 001 \rangle$  ainsi que la présence d'une autre famille de plan présente qui semble être la (111). La figure de pôle inverse confirme les orientations (001) et (111) comme majoritaires. Cet exemple met en évidence la complémentarité de ces représentations auxquelles il faut ajouter les différentes distributions que l'on peut extraire et la possibilité de venir étudier plus en détail une zone de la cartographie pour accéder à des informations très locales.

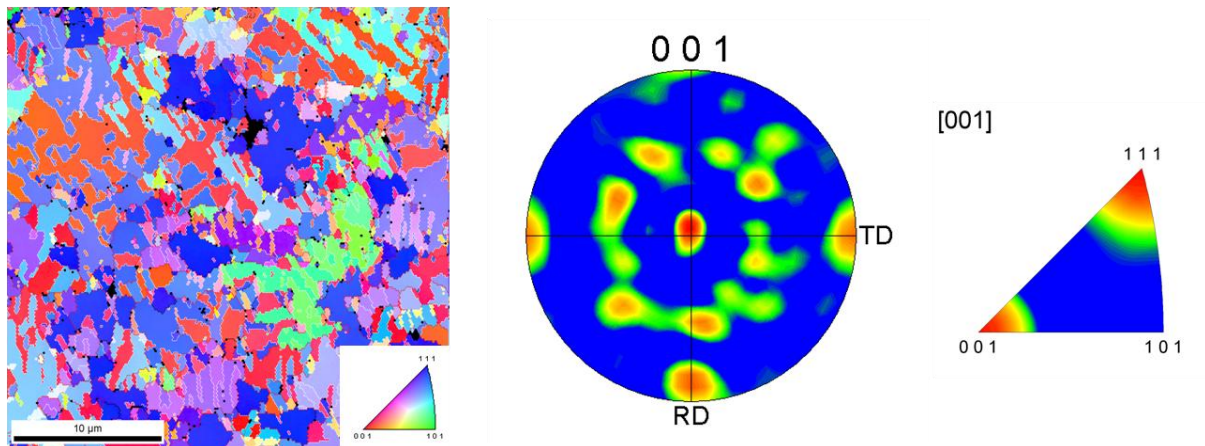


Figure 2.10 : A gauche, cartographie d'orientation d'une couche de cuivre, le code couleur pour les orientations est en bas à droite. Au milieu, la figure de pôles correspondante pour la famille de plan (001) et à droite la figure de pôles inverse.

#### 2.2.4 Points forts et limites de la technique

Du fait de la faible profondeur d'échappement des électrons participant au diagramme de diffraction, la résolution de la technique EBSD dépend directement de la taille de sonde. La résolution présente cependant une forte anisotropie due à l'inclinaison de l'échantillon. On trouve dans la littérature une démonstration de résolution latérale et de profondeur de dix nanomètres [23], [48].

La contrepartie de cette bonne résolution en profondeur est une forte sensibilité à l'état de surface de l'échantillon et nécessite en conséquence une préparation de très grande qualité.

Cette technique permet à la fois d'effectuer des analyses de quelques dixièmes de mm<sup>2</sup> comme des analyses de quelques µm<sup>2</sup> avec un pas très fin d'une dizaine de nanomètres. Il faut néanmoins tenir compte du temps nécessaire pour l'acquisition et trouver un compromis entre le temps, l'aire de la surface analysée et le pas de l'acquisition. Ce compromis conditionne par la suite la sensibilité de l'acquisition à la dérive, plus elle prendra de temps et plus la sensibilité à la dérive sera importante. La dérive est d'autant plus importante que l'échantillon n'évacue pas correctement les charges. Cette situation se produit pour un échantillon isolant ou pour une structure conductrice n'ayant pas de connexion électrique à la masse, ce qui est le cas pour notre étude. Les structures de test d'électromigration étant électriquement flottantes, elles ne sont pas connectées à la masse durant l'acquisition.

Enfin, le point fort de la technique EBSD est qu'elle permet d'accéder à des informations variées et complémentaires à plusieurs échelles. Les cartographies d'orientation donnent une information locale sur l'orientation, la forme des grains, les joints de grains. Et il est également possible d'obtenir une information plus statistique sur toute la surface analysée à l'aide de représentation sous forme de figures de pôles ou de distributions.

## **2.3 Un état de l'art du lien entre microstructure et électromigration**

### **2.3.1 Le point critique pour l'électromigration : les interfaces**

Dans les technologies actuelles (90 nm, 65 nm, 45 nm et maintenant 32 nm), l'énergie d'activation apparente mesurée pour l'électromigration est typiquement de 0,9 eV. Elle est déterminée expérimentalement en caractérisant la fiabilité pour plusieurs températures. Le temps à la défaillance étant relié à la température et à l'énergie d'activation par la loi de Black que nous verrons un peu plus loin. Cette valeur de 0,9 eV correspond à une diffusion aux interfaces et aux joints de grains mais des observations en microscopie électronique ont mis en évidence que le chemin de diffusion est préférentiellement l'interface supérieure. Le matériau utilisé pour la barrière de diffusion dans la tranchée a cependant une influence sur la résistance de la ligne métallique à l'électromigration.

#### **2.3.1.1 Interface cuivre/barrières**

On trouve dans la littérature plusieurs exemples montrant l'influence du matériau utilisé pour les barrières de diffusion sur l'électromigration alors que la diffusion se fait à l'interface supérieure. On peut noter les travaux de Linda Vanasupa [57] qui étudie l'électromigration dans un cas pour une barrière en tantale en ayant effectué un recuit pour cristalliser le cuivre et dans l'autre cas une barrière en TiN sans recuit. La caractérisation du cuivre montre que pour le premier cas, le cuivre possède une forte texture (111) venant de la recristallisation à haute température. Le cuivre non recuit présente une faible texture (111). Les résultats des tests d'électromigration montrent que le cuivre non recuit avec barrière en TiN résiste à l'électromigration deux fois plus longtemps que le cuivre recuit avec barrière en tantale alors qu'avec la caractérisation microstructurale, on s'attend à l'inverse. L'explication est que, pour le cuivre, la diffusion aux interfaces est prédominante. Ainsi, alors que la microstructure pour le TiN est favorable à une diffusion aux joints de grains, l'interface Cu/TiN étant bien plus résistante à l'électromigration que Cu/Ta, l'effet de la microstructure est masqué. Ceci justifie l'hypothèse d'une diffusion aux interfaces et illustre la difficulté de mettre en évidence l'effet de la microstructure par rapport à l'influence des interfaces.

Un autre exemple beaucoup plus récent, compare la barrière classiquement utilisée Ta/TaN avec une barrière à base de ruthénium (Ru/TaN et Ru/Ti) [58]. Le ruthénium est intéressant du fait qu'il diminue la résistivité des lignes fines (largeur inférieure à 100 nm) de 12 %. Le changement de matériau pour la barrière ne modifie pas de manière significative la taille moyenne des grains dans la ligne de cuivre. Par contre, il permet de multiplier le temps moyen à la défaillance par 17 pour la barrière Ru/TaN et par 35 pour la barrière Ru/Ti par rapport à la barrière Ta/TaN. L'explication proposée est un bon accord de paramètre de maille entre le ruthénium et le cuivre ce qui permet d'obtenir une interface forte et une croissance influencée du cuivre. Le ruthénium a tendance à s'orienter 100 et influence le cuivre à s'orienter (111). De plus, la barrière est déposée également sur les parois du via et améliore le contact électrique entre la ligne de test et l'amenée de courant.

#### **2.3.1.2 Interface cuivre/passivation (interface supérieure)**

Pour l'interface supérieure, on retrouve le même type d'études. On peut citer les travaux de Yang [59] toujours sur le ruthénium. Il ajoute un dépôt chimique en phase vapeur sélectif de ruthénium sur le cuivre avant de déposer une couche de passivation usuelle à base de SiC(N, H). Pour le contact Via 1 métal 1, il observe un facteur 20 dans l'augmentation du temps moyen à la défaillance. Le ruthénium paraît donc être un matériau intéressant pour améliorer la résistance à l'électromigration

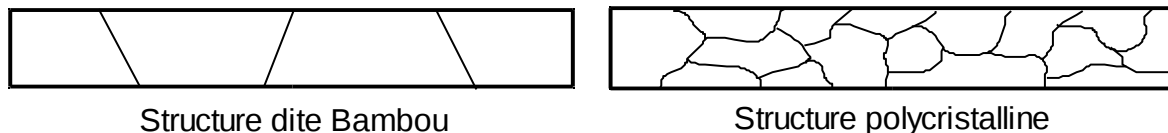
aussi bien pour l'interface cuivre/barrière que pour l'interface cuivre/passivation. De plus, il n'altère pas les caractéristiques électriques de la ligne.

De manière plus générale, on peut trouver des études sur différents matériaux de passivation. Lane a par exemple étudié le SiC, SiCN, SiN et CoWP [60]. Dans cette étude, il relève les énergies d'activation pour l'électromigration de chaque matériau ainsi que les vitesses de croissance de la cavité et l'énergie d'adhérence entre le film de passivation et le cuivre. Il observe une corrélation entre ces différents résultats. Plus l'énergie d'adhérence est élevée, plus la vitesse de croissance des cavités est faible et plus l'énergie d'activation est élevée. Il arrive finalement à classer qualitativement les interfaces selon l'ordre suivant de l'énergie la plus faible à la plus forte : cuivre/oxyde, cuivre/silicium, cuivre/métal. Il conclut alors que l'énergie d'adhérence de l'interface est plus importante que la capacité du cuivre à former des composés avec la passivation. La meilleure interface serait cuivre/silicium par formation du composé CuSiN ce qui n'est pas le cas.

### 2.3.2 La microstructure et la texture influençant l'électromigration, un effet difficile à mettre en évidence

#### 2.3.2.1 De la certitude de l'aluminium à l'incertitude du cuivre

Pour les interconnexions en aluminium, la diffusion durant l'électromigration se fait aux joints de grains. Dans ce cas, la microstructure influence directement la résistance de la structure à l'électromigration. Pour des lignes fines où les grains occupent toute la largeur de la ligne (on appelle cette configuration, illustrée par la Figure 2.11, la structure bambou), les joints de grains ont tendance à être perpendiculaires au flux d'électrons et donc à minimiser la diffusion par ces chemins. Pour des lignes plus larges (ou une recristallisation non complète menant à une polycristallinité), les joints de grains sont beaucoup plus nombreux et orientés dans toutes les directions. Ils offrent ainsi des parcours de diffusion dans le sens du flux d'électron qui ne freinent pas du tout la diffusion. Cela se traduit par une diminution du temps moyen à la défaillance [61].



**Figure 2.11 : Représentation schématique des types de microstructure possibles pour un segment d'interconnexions vue de dessus. Les lignes représentent les joints de grain.**

Dans le cas du cuivre, le chemin de diffusion privilégié est l'interface supérieure. Bien que la microstructure n'ait pas d'influence au premier ordre comme on a pu le voir précédemment, on peut avoir deux populations de cavités distinctes. Ces populations se distinguent par leur localisation. On peut avoir une cavité dans la ligne qui va croître jusqu'à atteindre le fond de la ligne pour dépasser le seuil de défaillance. Et on peut avoir une cavité qui va germer sous le via et qui va couper le contact électrique dès qu'il n'y aura plus de cuivre sous le via, et donc bien avant que la cavité ne puisse atteindre le fond de la ligne [61]. Ces deux localisations donnent deux populations différentes dans la distribution cumulée du temps à la défaillance. Les cavités qui germent sous le via vont donner une défaillance bien plus tôt que celles qui germent dans la ligne. On ne connaît pas aujourd'hui l'origine de ces deux populations qui peuvent être présentes sur un même procédé. De plus, cette bimodalité n'est pas toujours clairement identifiable. Il est légitime de suspecter la microstructure et la texture comme origine possible de cette différence mais difficile à prouver. Cependant, dans le cadre de la simulation, le fait de considérer une interconnexion monocristalline ou polycristalline a

un effet sur le temps moyen à la défaillance obtenu. Dans le cas de la structure monocristalline, la valeur du temps moyen à la défaillance est déterministe alors que dans le cas polycristallin, elle est plutôt statistique [62].

### **2.3.2.2 Les points triples comme lieu de germination**

La microstructure, pouvant influencer les chemins de diffusion et les propriétés mécaniques locales, devrait avoir un effet sur l'électromigration. En effet, pour le cuivre, à une orientation cristalline donnée correspond une valeur de module d'Young et une valeur de coefficient de Poisson. La simulation montre que les points triples (joints de grains en contact avec une interface) présentent de fortes contraintes mécaniques et de fortes concentrations de lacunes. Ceci suggère que ces points soient le lieu privilégié de germination de cavité [62].

On retrouve cette idée de germination aux points triples chez d'autres auteurs. Certains le justifient du fait que c'est un lieu de changement du coefficient de diffusion et donc de divergence de flux [63]. Mirpuri évoque également l'importance de la divergence de flux localisée qui correspondrait aux points triples [64].

### **2.3.2.3 L'influence de certaines orientations**

Choi [63] classe les orientations de la plus à la moins résistante ce qui correspond à un coefficient de diffusion de plus en plus fort : (1 1 1), (1 1 5), (7 5 13), (11 1 11) pour les orientations principales. Il énonce également que pour voir l'effet des orientations, il est nécessaire que la structure soit bambou et colonnaire (un seul grain dans l'épaisseur). Ceci afin de déterminer les orientations participant à l'électromigration sans incertitude. Dans la pratique, cette configuration ne se présente que localement. Pour des lignes de largeur inférieure à 300 nm, la structure est bambou presque partout mais pour une épaisseur de 120 nm et plus on peut observer de petits grains dans le fond de la ligne. Dans son étude, les lignes n'ont pas de passivation, l'interface étudiée est donc différente de l'interface pour des lignes de cuivre sur des produits. Ainsi, le classement des orientations cristallines qu'il a établi peut ne pas être valable en conditions réelles. Il semble tout de même que les durées de vie en électromigration soient meilleures avec une forte texture (111), ce qui est cohérent avec un coefficient de diffusion minimum pour cette orientation.

Pour Koetter, les cavités apparaîtraient après un grain occupant toute la ligne et les excroissances avant ce même type de grains. Ces grains agiraient comme barrière de diffusion. La structure bambou serait donc bénéfique car elle minimiserait la densité de chemins de diffusion [65].

D'autres tests d'électromigration *in situ* dans un microscope électronique à balayage ont été réalisés pour pouvoir corréler la texture et la localisation des défauts. Pour Mirpuri [64], c'est l'orientation (111) qui est le siège d'apparition des cavités. Les excroissances correspondent à des orientations (100), (110) et (113) entourées par des joints de grains à forte désorientation ( $> 10^\circ$ ). Wendrock observe également que les excroissances de cuivre apparaissent sur des grains orientés (100) avec au moins un joint de grains à forte désorientation. Ces grains correspondent à de petites excroissances ayant un lien d'épitaixie et croissant par accumulation de matière dans le fond de la ligne. Il distingue un autre type d'excroissance : de grosses excroissances qui n'ont pas de lien structural avec la ligne et qui apparaissent à des points triples [66], [67]. Ici aussi, les lignes testées *in situ* et caractérisées par EBSD n'ont pas de couche de passivation.

#### **2.3.2.4 Une réserve sur la validité des résultats de test in situ**

Pour les tests d'électromigration réalisés in situ dans un MEB, il est nécessaire que le cuivre soit à nu. Ceci aussi bien pour suivre l'évolution de la ligne (et l'apparition des cavités) en imagerie électronique que pour une analyse EBSD. La surface caractérisée est donc libre, l'interface est différente des conditions réelles où les lignes de cuivre sont recouvertes d'une couche de passivation.

Aucun de ces auteurs ne réalise de campagne d'électromigration pour vérifier que leurs conditions sont comparables aux conditions standards (cuivre encapsulé). Il n'y a à priori pas de raison pour que les résultats puissent être ou non comparables. Dans un cas, on a une diffusion à l'interface supérieure qui est une surface libre et dans l'autre, on a l'empilement complet avec une vraie interface, une énergie d'adhésion et des contraintes mécaniques qui sont sûrement différentes. Il est donc difficile de conclure sur les informations apportées puisque dans l'étude la surface est libre [63], [64], [65], [66], [67].

#### **2.3.3 Bilan**

Il est difficile de comparer les différents résultats de la littérature entre eux. Les méthodes de dépôts de cuivre utilisées sont différentes : dépôt cuivre entièrement PVD [65], entièrement CVD [68], initié par PVD puis dépôt électrolytique [67]. Le type de dépôt influence la microstructure en ce qui concerne la taille de grains et la désorientation des joints de grains. Les caractéristiques de la barrière de diffusion peuvent également être différentes (épaisseur, matériau) tout comme pour l'encapsulation de l'interface supérieure. Le matériau de la barrière influence la croissance et la cristallisation du cuivre [69]. De plus, les structures utilisées sont très différentes, avec des structures avec via et d'autres réalisées avec un seul niveau de métal. L'absence de via (lieu de divergence de flux et de forte contrainte mécanique) rend difficilement comparable les résultats des deux types de structure. Les contraintes mécaniques sont différentes et la structure sur un seul niveau dispose de réservoirs de matière constitués par les amenées de courants.

Pour l'influence de la microstructure à l'électromigration, on distingue deux tendances. Certains auteurs admettent que c'est la divergence du flux qui est à l'origine de l'apparition des défauts. Cette divergence de flux correspond à des joints triples : des joints de grain en contact avec l'interface supérieure. Par contre, il n'y pas d'uniformité en ce qui concerne l'effet de la texture. Au niveau microstructural, meilleure est la cristallisation et meilleure est la résistance à l'électromigration. La structure bambou semble minimiser la diffusion grâce aux grains qui auraient un rôle de barrière à la diffusion.

D'un autre côté, certains pensent qu'une orientation est favorable à l'apparition de défauts. Pour certains, une forte texture (111) limiterait l'électromigration, cette configuration minimiserait les joints de grains de grande désorientation qui seraient les chemins de diffusion préférentiels (point triple) [57], [65]. On a ici encore, l'idée de minimiser la divergence de flux. Pour d'autres c'est cette orientation (111) qui serait la localisation des cavités [64]. Pour d'autres encore, des micro-cavités seraient présentes dès le départ et grandiraient sous le flux d'électrons [70], [71].

On est donc loin d'un consensus de la communauté scientifique sur la question de l'influence de la microstructure et de l'orientation cristalline dans le phénomène d'électromigration.

Une voie pour permettre de mieux comprendre l'effet de la texture est la simulation. Des modèles ont été développés [62], [72], [73], [74], [75]. Il est ainsi possible de simuler la contrainte mécanique,

la distribution de lacunes et d'atomes en fonction du temps ou le déplacement de matière dans la ligne en tenant compte de la microstructure et/ou de l'orientation et également du matériau déposé pour la passivation. Une fois que ces modèles seront fiables et bien calibrés, il sera possible de réaliser des prédictions, pour des microstructures et textures données, sur les temps ainsi que sur le mécanisme de défaillance. En comparant les résultats de simulation avec des études expérimentales, on pourra définir quels sont les points critiques qui donnent naissance à la cavité, comment est influencée sa croissance...

Dans ce chapitre, nous avons vu quel était le cheminement d'une analyse EBSD. A travers cela, nous avons pu mettre en lumière les caractéristiques de la technique et les avantages et inconvénients qui en résultent. Ensuite, nous avons donné un aperçu des études que l'on peut trouver dans la littérature sur la compréhension du phénomène d'électromigration en lien avec les paramètres morphologiques du cuivre. Il en ressort que, s'il y a bien un lien entre eux il n'est pas clairement établi et plusieurs pistes sont prises en compte ce qui rend notre étude pertinente. D'autre part, les études réalisées mettent en évidence la difficulté de mise en œuvre de ces caractérisations qui, pour certaines d'entre elles, ne correspondent plus aux conditions de vieillissement réelles des interconnexions. Cependant, on constate que des modèles de simulations sont développés pour rendre compte du phénomène en intégrant les aspects structuraux du matériau, il faut maintenant affiner ces modèles et les confronter à des résultats expérimentaux afin d'en valider la pertinence. Le but du prochain chapitre est de définir le ou les plans d'expérience nécessaires pour aborder la problématique de notre étude au vu de ce que nous apprend la littérature. Il est également nécessaire de mettre en place une méthodologie de caractérisation avec la technique EBSD afin de parvenir à caractériser les structures sur lesquelles nous souhaitons travailler : des interconnexions de cuivre d'une largeur de 70 nm.

### **3 Vers la caractérisation des interconnexions de 70 nm de large (et au-delà) par la technique EBSD**

#### **3.1 Une problématique, deux approches**

En considérant la problématique de la thèse définie et détaillée dans le premier chapitre, on se rend compte qu'il y a au moins deux façons d'aborder le sujet.

La première est d'analyser localement les grains de cuivre situés aux environs de la cavité générée durant le test d'électromigration. Le but étant de dégager un ou plusieurs paramètres morphologiques qui seraient présents systématiquement et donc qui favoriseraient l'apparition d'une cavité à un endroit plutôt qu'un autre.

La deuxième est d'effectuer d'un côté une caractérisation structurale des lignes de cuivres et de l'autre une caractérisation de la fiabilité des interconnexions. Ensuite en faisant varier des paramètres durant le procédé de fabrication (susceptibles d'avoir une influence sur les paramètres morphologiques du cuivre), on peut comparer l'effet de cette variation sur les caractérisations structurales et sur la fiabilité des interconnexions. A partir de cette comparaison, on pourra essayer de corréler la variation d'un paramètre morphologique des lignes de cuivre et la fiabilité de ces dernières.

Dans les deux cas il est nécessaire de définir une méthodologie en ce qui concerne la caractérisation des structures par EBSD. Nous souhaitons étudier les structures les plus petites disponibles. Bien que l'on trouve dans la littérature des démonstrations de caractérisation EBSD pour des lignes de cuivre de dimension inférieure à 70 nm [46], ce type d'étude n'est pas courant pour le service de caractérisation et toute la méthode, de préparation, d'acquisition et de traitement de données, est à développer.

#### **3.2 Définition d'une méthodologie d'acquisition**

##### **3.2.1 L'analyse en vue de dessus pour un phénomène à l'interface supérieure**

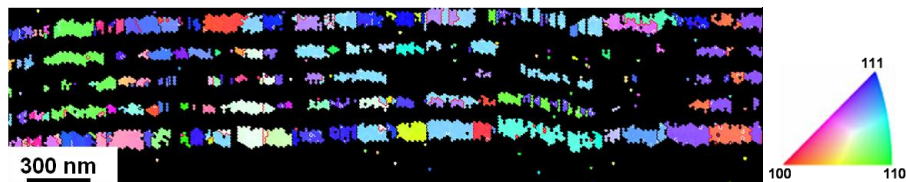
L'électromigration dans les interconnexions de cuivre est un phénomène d'interface. L'expérience montre que les cavités se forment à l'interface supérieure cuivre/diélectrique puis grossissent pour atteindre le fond de la ligne. Partant de cette observation, il apparaît pertinent de caractériser les lignes de cuivre au niveau de cette interface.

Plusieurs cas peuvent se présenter. Soit l'on travaille sur des réseaux de lignes ce qui permet de caractériser de grandes surfaces. Dans ce cas on peut disposer d'échantillons prêts à être analysés (le cuivre est directement à nu) soit d'échantillons ayant suivi toutes les étapes du procédé de fabrication auquel cas il faut enlever les différentes couches jusqu'au niveau de métal à analyser. Le dernier cas de figure est de caractériser des structures testées en boîtiers. Ces échantillons nécessitent également d'être préparés pour arriver au niveau de métal testé. Cette préparation est très délicate, la mise en boîtiers demande un contact électrique entre les plots correspondant aux amenées de courant de la structure et les "pattes" du boîtier qui permettront le contact électrique avec le banc de test. Le contact entre les plots et les pattes se fait par des fils d'aluminium de plusieurs dizaines de microns de diamètre et créent une très forte topographie à la surface de l'échantillon à proximité des structures que l'on souhaite caractériser. Cette topographie rend difficile l'étape de préparation qui doit permettre de mettre à nu le cuivre des structures que l'on veut analyser tout en étant le plus plan et parallèle à la surface possible.

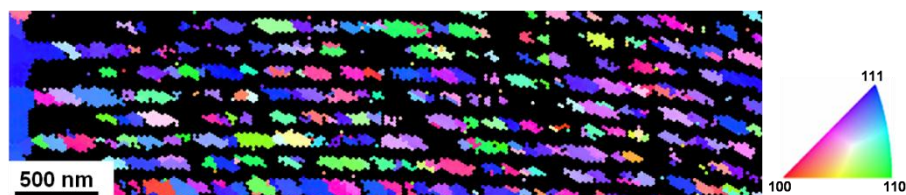
La méthode de préparation que nous avons adoptée pour préparer des échantillons destinés à être analysés en vue de dessus est à base de polissage mécanique et chimique à l'aide de solution de

silice colloïdale et d'attaque chimique. Le cuivre est retiré avec de l'acide nitrique, par réaction d'oxydo-réduction entre le cuivre et les ions  $\text{NO}_3^-$ . Le diélectrique, à base de  $\text{SiO}_2$ , est dissous par l'acide fluorhydrique, la liaison Si-F étant plus stable que la liaison Si-O, la couche d'encapsulation en SiCN sert de couche d'arrêt. On commence par polir pour enlever la passivation et le dernier niveau de métallisation en aluminium ensuite on alterne le polissage, pour enlever le diélectrique, et les attaques chimiques, pour enlever un niveau métallique. Lorsque l'on arrive au niveau désiré, on effectue l'approche finale par polissage uniquement. Une attaque chimique peut éliminer le diélectrique qui tient mécaniquement la ligne de cuivre du fait que l'on peut être en biseau par rapport au niveau voulu. Avec cette méthode, et de la pratique, on peut obtenir une surface correctement préparée de plusieurs centaines de microns<sup>2</sup>. Cela dépend fortement de l'homogénéité de l'échantillon (variation de densité locale de métal), de la localisation de la structure et de son environnement. Pour être plus reproductible, il est possible d'utiliser des polisseuses qui, par auto-collimation sur la face arrière de l'échantillon, permettent d'avoir la surface de l'échantillon parallèle à celle du feutre de polissage.

Les Figure 3.1 et 3.2 présentent un exemple de cartographie d'orientation de lignes de cuivre de 70 nm de large réalisé respectivement après polissage à la silice colloïdale et après l'étape de polissage du procédé de fabrication, ayant pour but d'éliminer le surplus de cuivre déposé, qui n'a qu'une action chimique. Ces deux exemples illustrent l'influence de la préparation sur la qualité des cartographies d'orientation qui reflètent la qualité des diagrammes de diffraction, dépendant de l'état de surface et de contrainte de l'échantillon. Néanmoins ces cartographies démontrent la faisabilité de caractériser des lignes de cuivre de 70 nm de large ce qui est un premier résultat encourageant pour la suite de cette étude.



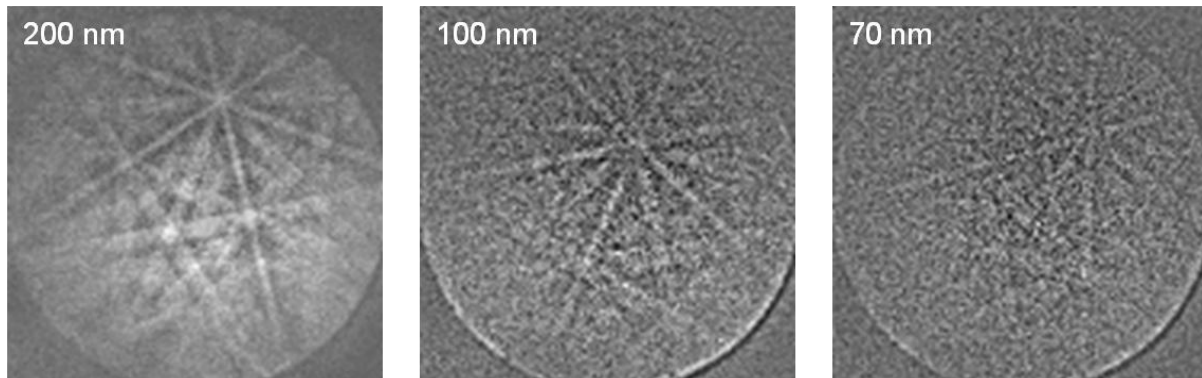
**Figure 3.1 : Cartographie d'orientation obtenue pour des lignes de cuivres de 70 nm (pour les trois lignes au centre) et de 100 nm (pour les lignes extérieures) de large après préparation par polissage à la silice colloïdale. Le code couleur est donné sur la droite selon la normale à l'échantillon. Le pas d'acquisition est de 10 nm.**



**Figure 3.2 : Cartographie d'orientation obtenue pour des lignes de cuivres de 70 nm après l'étape de polissage du procédé de fabrication. Le code couleur est donné sur la droite selon la normale à l'échantillon. Le pas d'acquisition est de 10 nm.**

Sur ces deux cartographies les zones noires correspondent à une absence de cuivre (isolant entre les lignes) ou à des zones non indexées (soit l'indice de confiance résultant de l'indexation des diagrammes de diffraction est trop faible pour que l'indexation soit considérée comme correcte, soit le diagramme de diffraction ne permettait pas l'indexation). On constate qu'il y a plus de zones non indexées dans le cas d'une préparation à la silice colloïdale (Figure 3.1) en comparaison à un polissage basé sur une action chimique (Figure 3.2) et que des lignes de 100 nm de large présentent beaucoup moins de zones non indexées. Il y a donc un effet de la taille des grains sur la qualité des

diagrammes de diffraction. On peut observer cette corrélation sur la Figure 3.3 où l'on se rend compte de la dégradation de la qualité des clichés de diffraction. Plusieurs raisons peuvent mener à cette dégradation du contraste mais la plus probable est une augmentation de la contrainte mécanique subie par les grains de cuivre due au confinement.



**Figure 3.3 : Effet de la largeur des lignes (taille des grains de cuivre) sur la qualité des diagrammes de diffraction. Les largeurs de lignes correspondantes sont indiquées dans le coin supérieur gauche de chaque cliché.**

Sur les Figure 3.1 et 3.2, on peut également observer une dérive durant l'acquisition. Les lignes sont en réalité parfaitement droites. Nous reviendrons un peu plus loin sur les conséquences et les moyens mis en œuvre pour limiter la dérive et ses effets.

A partir de ces deux exemples, on constate que, réaliser un plan d'expérience sur des structures testées que l'on doit préparer ensuite par polissage pour une analyse en vue de dessus, n'est pas possible puisqu'il sera difficile de différencier une cavité d'une zone non indexée. En revanche pour caractériser l'évolution engendrée, par une variation de procédé de fabrication, sur les propriétés structurales du cuivre, l'analyse en vue de dessus permet de disposer d'une surface à analyser suffisamment importante pour être représentative à condition de prendre le temps nécessaire pour l'acquisition. L'autre point important est que l'on observe majoritairement une structure de type "bambou" (un seul grain dans la largeur de la ligne). Ainsi, on peut penser qu'une observation en coupe pourrait être plus adaptée à une analyse locale qu'une observation en vue de dessus sans pour autant perdre beaucoup d'information dans la largeur de la ligne.

### **3.2.2 L'analyse en coupe plus adaptée aux études locales**

La technique EBSD permet de déterminer l'orientation d'un grain dans les trois dimensions et non seulement la famille de plan parallèle à la surface analysée. En y ajoutant le fait que les lignes de cuivre considérées ont une structure bambou, le fait de caractériser une interconnexion en coupe longitudinale apparaît alors comme très avantageux. Cela permet d'avoir l'information sur la microstructure de la ligne de cuivre dans son épaisseur, information dont on ne dispose pas en vue de dessus, mais également d'obtenir l'orientation des grains vus sous l'angle choisi, comme si on les regardait vus de dessus par exemple. L'analyse en coupe apporte donc plus d'information à condition que l'on ait un seul grain perpendiculairement au plan analysé.

Il y a encore deux intérêts à opter pour une analyse de côté. Le premier est que les lignes d'interconnexions de largeur minimum ont un facteur d'aspect largeur/hauteur de 1/2. La hauteur de la ligne analysée est donc d'environ 140 nm ce qui devrait améliorer la qualité des diagrammes de diffraction et donc les cartographies d'orientation obtenues de manière générale. Enfin, pour préparer ces échantillons, il est nécessaire d'utiliser un faisceau d'ions focalisés. Cet équipement va avoir l'avantage de créer une surface libre ce qui va libérer une partie des contraintes mécaniques

mais risque en revanche de générer des dommages par implantation. Il faudra donc surement travailler sur l'optimisation des paramètres du faisceau pour cette préparation. Cet équipement est également utilisé pour préparer des lamelles destinées à être observées au microscope électronique à transmission. Nous avons donc, moyennant une méthode de préparation adaptée, la possibilité de caractériser un échantillon à la fois avec la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés et avec la microscopie électronique en transmission. Enfin La préparation est plus facilement reproductible par faisceau d'ions focalisés que par polissage puisqu'il est plus facile d'en contrôler les paramètres.

### 3.2.2.1 Vérification de la détermination absolue de l'orientation par la technique EBSD

La première chose à faire est de vérifier que l'on peut retrouver l'orientation que l'on obtiendrait d'une analyse vue de dessus à partir d'une analyse en coupe. Pour cela on se propose de faire l'essai sur un plot de cuivre. On effectue dans un premier temps une acquisition de la zone en vue de dessus dont la cartographie d'orientation est présentée en Figure 3.4. Ensuite on effectue une coupe à l'intérieur de cette zone de façon à avoir accès à une partie de la zone analysée en section. Cette coupe est réalisée à l'aide d'une source ionique très large (plusieurs centaines de microns de diamètre) non focalisée et de forte intensité (quelques milliampères), indispensable pour pouvoir usiner des surfaces de plusieurs dizaines de microns de côté. On effectue une acquisition sous cet angle. Il faut alors comparer les orientations des grains obtenues vue de dessus au niveau de la coupe avec celles recalculées à partir de l'analyse de la section pour retrouver la vue de dessus et voir si elles correspondent.

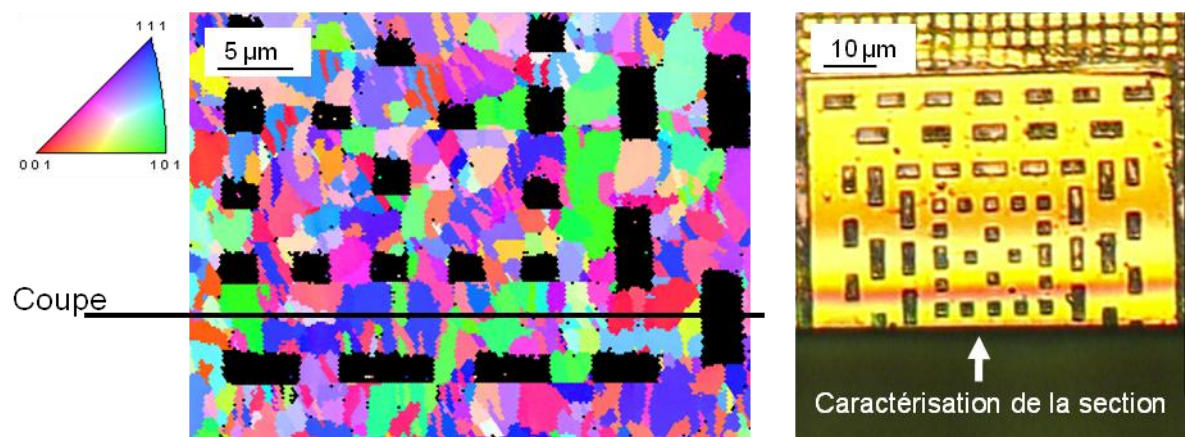
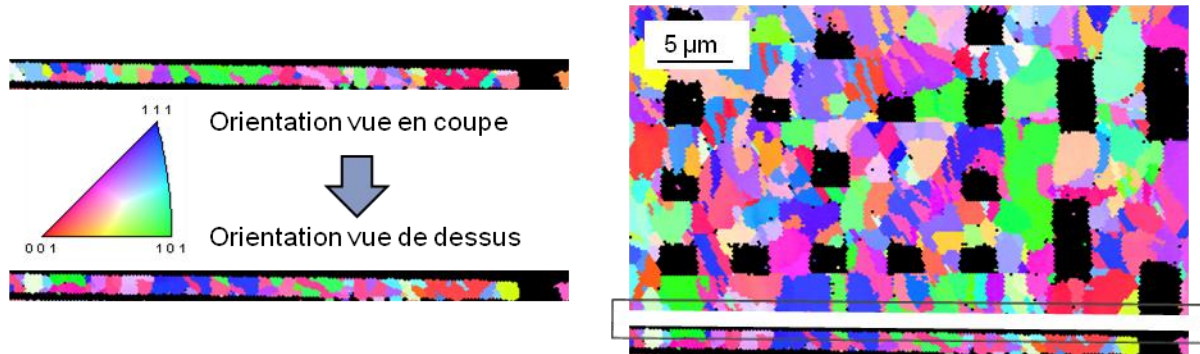


Figure 3.4 : Cartographie d'orientation vue de dessus d'une partie d'un plot de cuivre (à gauche). La localisation de la coupe pour l'analyse de la section est schématisée par la ligne noire. A droite figure une image optique du plot en question une fois la coupe réalisée.

La Figure 3.5 présente la cartographie d'orientation résultant de l'analyse de la section et celle obtenue après calcul dont les orientations correspondent à celles que l'on verrait vues de dessus. Cette dernière est alors mise en comparaison avec la cartographie de la Figure 3.4. On constate effectivement que l'on obtient les mêmes orientations entre le bord correspondant à la coupe de l'analyse vue de dessus et le haut de la cartographie en coupe recalculée, qui correspond à la surface de la couche de cuivre. On confirme donc que, dans la mesure où l'on a un seul grain vu de dessus, une analyse en coupe permet effectivement d'obtenir les informations d'une analyse vue de dessus avec en plus une information sur l'épaisseur de la couche de cuivre. Cette information est bien mise en évidence sur les cartographies en coupe où l'on observe que plusieurs grains peuvent être présents dans l'épaisseur (dans le cas présent l'épaisseur est d'environ 800 nm). Une autre

information intéressante lorsque l'on change l'angle de vue d'une cartographie est de voir que ce qui semble n'être qu'un grain peut en réalité en contenir plusieurs, ce que l'on peut voir sur la Figure 3.5. C'est pour cela qu'il est intéressant de faire apparaître les joints de grains sur la cartographie d'orientation comme montré dans le précédent chapitre, Figure 2.10. Plusieurs grains peuvent avoir la même orientation par rapport à une surface mais des directions différentes.



**Figure 3.5 :** A gauche, cartographie d'orientation correspondant à la coupe de la couche de cuivre avec le code couleur donnant les plans parallèles à la surface de la coupe (en haut) et le code couleur donnant les orientations des grains vus de dessus (en bas). A droite sont comparés les cartographies d'orientation du plot vu de dessus et de la section avec les orientations recalculées pour donner l'information sous le même angle de vue. La zone à comparer correspond à l'arête de l'échantillon obtenue après la coupe mise en évidence par le rectangle gris.

Nous avons donc validé la pertinence d'une analyse en coupe pour une caractérisation locale du cuivre autour de la cavité engendrée par le phénomène d'électromigration. Il faut maintenant s'assurer que la préparation par faisceau d'ion focalisé permette d'obtenir des cartographies d'orientation ne comprenant pas ou peu de zones non indexées auquel cas il ne serait pas possible d'identifier la cavité sur la cartographie.

### **3.2.2.2 Validation de la préparation par faisceau d'ions focalisés**

Pour cette validation nous avons préparé une structure de test du niveau métal 1, soit environ 140 nm d'épaisseur, mais beaucoup plus large que la valeur minimum : un micron de large. La préparation se fait en deux phases. D'abord un polissage mécanique grossier en section pour s'approcher de la structure voulue afin que la quantité de matière à usiner durant l'étape suivante soit faible, ensuite la préparation par faisceau d'ion focalisé pour découvrir le flanc de la structure. Il est important de bien dégager les côtés de la structure pour ne pas avoir de masquage du détecteur pendant l'acquisition des orientations. Ce phénomène de masquage, illustré par la Figure 3.6 est particulièrement gênant pour la technique EBSD du fait que l'échantillon doit être fortement incliné. Ce masquage empêche d'obtenir un cliché de diffraction complet, ce qui ne facilite pas l'indexation, mais surtout fait apparaître une (voire plusieurs) lignes très contrastées sur le cliché. Lignes que le logiciel va considérer dans la détermination de l'orientation. Au final même pour un échantillon qui diffracte très bien, on obtient un indice de confiance plus faible et on perd beaucoup d'information après avoir filtré les données brutes. De plus, on peut voir, sur la Figure 3.6, que le masquage peut non seulement détériorer les clichés de diffraction mais empêche aussi l'analyse de la partie de l'échantillon non accessible au faisceau électronique.

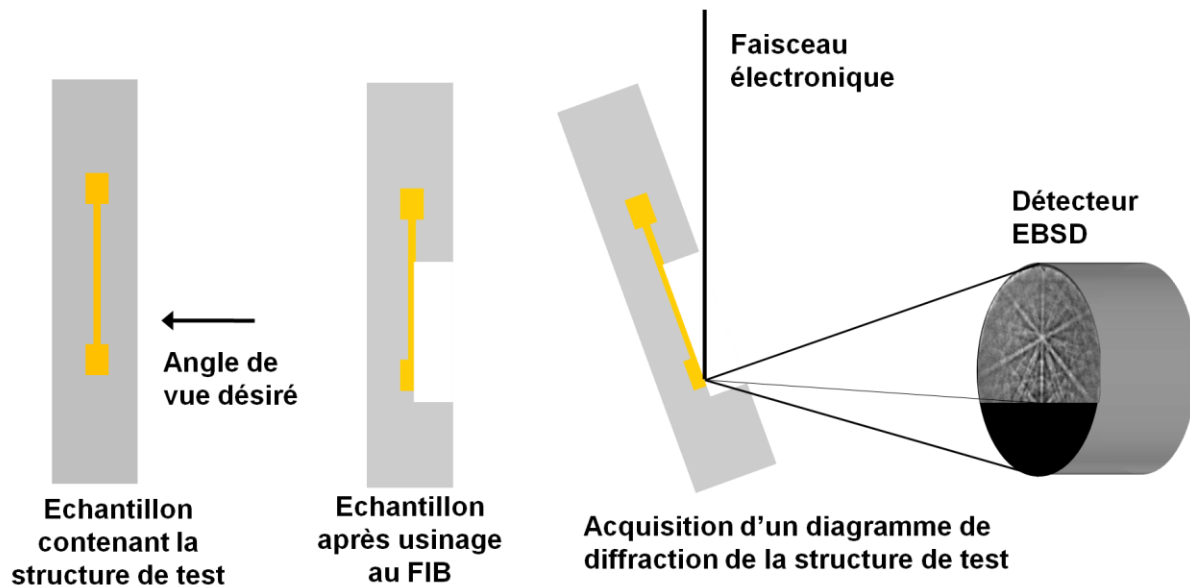


Figure 3.6 : Illustration du phénomène de masquage dû à une forte topographie suite à la préparation d'un échantillon en coupe par faisceau d'ions focalisés. A gauche l'échantillon que l'on veut observer vu de dessus. Au milieu l'échantillon après usinage au faisceau d'ion focalisé sans avoir dégagé les côté de la coupe. A droite l'effet sur l'acquisition de clichés de diffraction. On remarque également qu'une grande partie de la structure ne peut pas être analysée à cause du phénomène de masquage.

La Figure 3.7 est le résultat de l'acquisition EBSD réalisée sur la structure décrite plus haut et préparée par faisceau d'ions focalisés. On constate que la cartographie ne présente pas de zones non indexées et on distingue une partie du via qui relie les niveaux métal 2 (amenée de courant à gauche de la cartographie) et métal 1 (ligne de test). L'aspect granuleux de la cartographie, particulièrement visible sur les bords de la structure, provient de la maille utilisée pour l'acquisition qui n'est pas carrée mais hexagonale. Le fait d'utiliser ce type de maillage permet notamment de mieux définir les joints de grains lorsque le pas d'acquisition utilisé n'est pas très petit devant les objets à observer. Cela vient du fait que nous commençons à atteindre la limite de la technique avec des objets du même ordre de grandeur que la taille de sonde. De plus il faut avoir un pas suffisamment important pour que l'acquisition se fasse dans un temps raisonnable. D'un côté pour essayer de ne pas trop monopoliser l'équipement et d'un point de vue pratique pour ne pas être trop gêné par la dérive, que l'on peut observer sur la Figure 3.7. La ligne de test devrait être parfaitement horizontale s'il n'y avait pas de dérive.

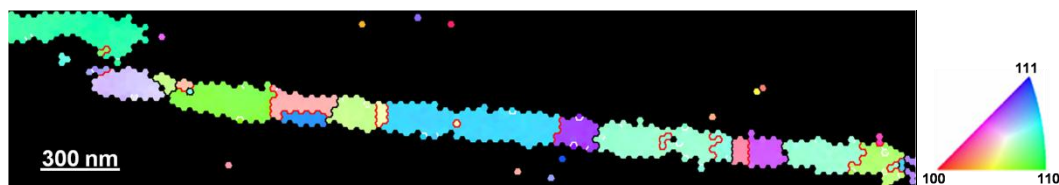


Figure 3.7 : Cartographie d'orientation d'une interconnexion vue en coupe. En haut à gauche l'amenée de courant au niveau métal 2 et la ligne de test au niveau métal 1. La ligne mesure 140 nm d'épaisseur pour 1  $\mu$ m de largeur. Le pas est ici de 15 nm.

Malgré ces points à considérer, nous avons montré qu'une préparation par faisceau d'ions focalisés permettait de caractériser une interconnexion en coupe, avec un meilleur résultat qu'une préparation par polissage et qu'elle apportait plus d'information. Pour cette évaluation les conditions de préparation utilisées étaient similaires à celles utilisées pour les préparations

d'échantillons destinés à être observés au microscope électronique en transmission : 30 kV pour un courant de faisceau de quelques centaines de picoampères.

### **3.2.3 Méthodologie adoptée**

Suite aux discussions précédentes, pour les préparations par polissage et par faisceau ionique, sur les cartographies d'orientation, nous avons opté pour la démarche suivante.

Les analyses en vue de dessus seront réservées pour les caractérisations sur des réseaux de ligne afin de comparer des variantes de procédés de fabrication pour lesquelles la fiabilité sera évaluée par des tests d'électromigration. Ces tests pourront être effectués sur des structures provenant du même substrat que celui caractérisé par la technique EBSD ou d'un substrat différent mais ayant subi les mêmes conditions de procédé.

Les analyses en coupe permettront de caractériser des structures d'électromigration ayant subi un test de vieillissement afin d'obtenir l'information structurale du cuivre présent autour de la cavité. Pour cela il est nécessaire que la cavité soit suffisamment grosse pour être visible sur la cartographie d'orientation et suffisamment petite pour qu'il y ait encore du cuivre autour à analyser. Nous souhaitons être au plus proche de la germination de la cavité. Il sera donc nécessaire de définir un critère d'arrêt permettant de répondre à cet impératif.

Concernant les caractérisations par la technique EBSD, nous devons faire l'hypothèse que la préparation ne modifie pas le matériau. Nous avons pu vérifier cette hypothèse aussi bien pour le polissage que pour le faisceau d'ions. Pour le faisceau d'ions, le fait que la reconstruction de la vue de dessus à partir de la vue en coupe soit validée montre que le faisceau d'ions n'a pas altéré l'orientation des grains de cuivre de la coupe (au niveau de l'arête en tout cas). Nous avons eu l'occasion de préparer à nouveau l'échantillon de la Figure 3.7, toujours par faisceau d'ions, et de l'analyser ensuite pour obtenir une cartographie quasi-identique. Concernant la préparation par polissage, le même exercice a été réalisé (sur du silicium) et l'orientation (100) attendue a bien été obtenue. Il ne nous a par contre pas été possible de vérifier si l'on induit ou libère des contraintes suite à la préparation.

Pour finir, toutes les structures utilisées pour cette étude lors des tests de vieillissement sont des structures avec l'amenée de courant située au niveau supérieur du niveau métallique de la ligne de test. Ceci permet que la ligne soit la seule à subir le test puisque les via sont isolés par la barrière de diffusion en tantale. Ainsi le phénomène d'électromigration et en particulier la localisation de la cavité n'est pas influencé par un éventuel défaut de gravure ou de remplissage des vias.

Maintenant que la procédure et les échantillons que nous allons utiliser ont été définis, nous allons tenter d'identifier les facteurs (durant la phase de préparation et d'acquisition) qui pourrait limiter la qualité des analyses. Une fois ces facteurs identifiés, nous tenterons de minimiser les effets des facteurs limitants pour obtenir une procédure optimale, compte tenu des contraintes existantes.

## **3.3 Optimisation de la procédure**

### **3.3.1 Préparation d'échantillon**

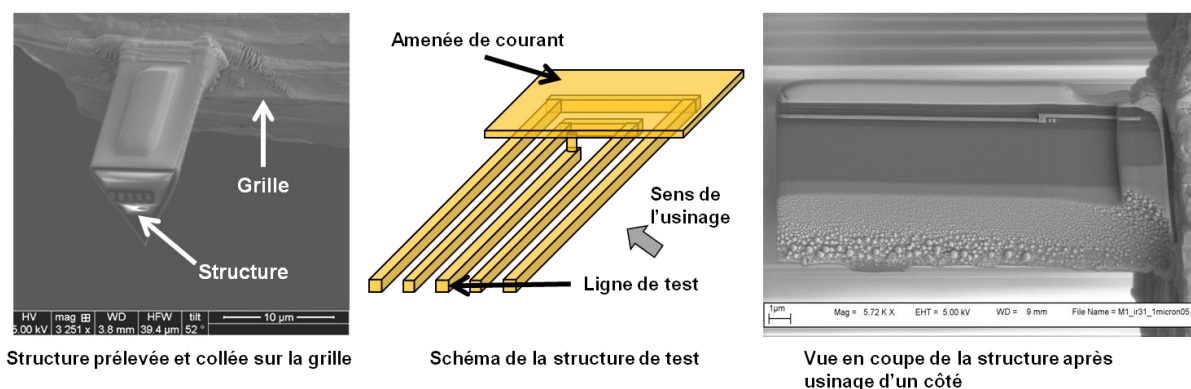
Pour la préparation d'échantillon par polissage, nous avons observé précédemment le polissage effectué après le recuit de croissance présentait de meilleurs résultats que le polissage à base de solution de silice colloïdale. L'idéal est donc d'obtenir des substrats après cette étape pour la caractérisation par EBSD dans le cas des réseaux de ligne. Dans le cas contraire, les optimisations à envisager sont de varier les solutions utilisées pour le polissage : des solutions de silice colloïdale ayant des particules les plus petites possible, celles dont nous disposons ont un diamètre d'une

dizaine à quelques dizaines de nanomètres, et des solutions n'ayant qu'une action chimique sur le cuivre, similaires à celles utilisées en fabrication.

Pour la préparation en coupe par faisceau d'ions focalisés, la première amélioration est d'effectuer dans un premier temps un polissage classique de la surface. Ce premier polissage a deux objectifs. Le premier est d'éliminer les éventuels niveaux de métal au-dessus de la structure. Ce métal ayant une densité très différente de celle du diélectrique causerait, durant l'usinage de la section, ce que l'on appelle du transfert de relief. Ceci se traduit par de la topographie aux niveaux inférieurs, lorsque l'on usine les niveaux supérieurs ce qui va dégrader la qualité de l'acquisition. Le deuxième objectif est d'être au plus proche de la structure que l'on souhaite usiner. La coupe sera de meilleure qualité si la structure est enterrée de 300 nm que si elle est enterrée de 3  $\mu\text{m}$ .

Ensuite deux options existent pour préparer la coupe. On peut effectuer un polissage grossier pour arriver sur la structure puis on usine au FIB comme dans la Figure 3.6. Ou bien on peut extraire la structure de l'échantillon à la manière d'une préparation de lamelle. Cette procédure que l'on peut trouver dans la littérature [76], permet d'accéder aux deux côtés de la structure pour l'usinage et donc de réaliser des échantillons que l'on peut analyser en microscopie électronique en transmission. Cette seconde option permet donc de compléter l'analyse EBSD par de l'imagerie en MET.

Pour cela l'échantillon est reporté sur ce que l'on appelle une grille où il est alors usiné pour découvrir la structure d'un côté. Cette procédure est résumée par la Figure 3.8.

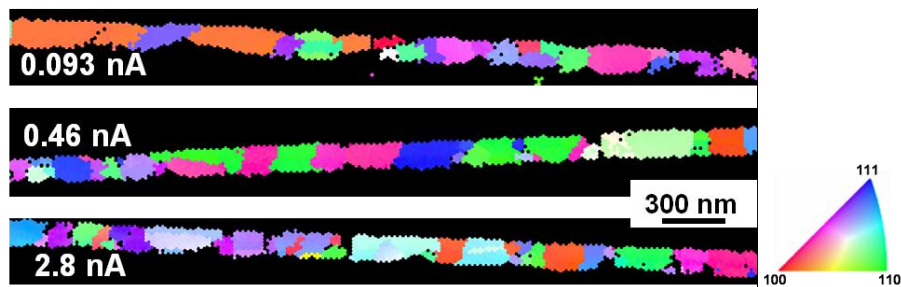


**Figure 3.8 : Illustration de la procédure de préparation permettant de compléter l'analyse EBSD d'une caractérisation au MET. Les lignes de cuivre entourant la ligne de test sont appelées des moniteurs.**

Les paramètres que nous contrôlons pour la préparation d'ions focalisés sont la tension, et l'intensité du faisceau. Concernant la tension, deux raisons nous poussent à ne pas la modifier. D'une part, lorsque l'on baisse la tension d'accélération, il devient de plus en plus difficile de faire la mise au point et on obtient des images floues ce qui ne permet pas d'être précis lors de l'usinage. De plus le temps nécessaire à l'usinage est d'autant plus long que la tension est faible. D'autre part, Matteson a montré que la préparation d'un échantillon de cuivre par faisceau d'ions Gallium  $\text{Ga}^+$  (30 kV de tension d'accélération et 1 nA d'intensité) ne générerait pas de couche amorphe, contrairement au silicium [77]. L'explication qu'il propose à cette observation est que le cuivre redéposé sur l'échantillon, suite à l'usinage, se dépose en condition d'épitaxie. La couche redéposée n'est donc pas amorphe. Cela n'exclut pas que la préparation ait généré des défauts, notamment à cause de l'implantation ionique ce qui peut générer des dislocations. Il faut cependant garder à l'esprit que, bien que la structure qui nous intéresse soit en cuivre, nos échantillons sont constitués d'un empilement de matériaux différents. Pour ces raisons nous restons à la tension d'accélération

usuelle à savoir 30 kV.

En revanche nous avons étudié l'effet de l'intensité du courant sur la qualité des diagrammes de diffraction. Pour cela nous avons préparé cinq échantillons en coupe provenant d'une même interconnexion de 120 nm de large, en utilisant à cinq courants différents : 0,093 ; 0,28 ; 0,46 ; 0,92 et 2,8 nA. Les échantillons ont été analysés par la technique EBSD en s'assurant que les conditions d'acquisition et d'indexation soient identiques pour tous. Nous nous intéressons alors au paramètre révélant la qualité des diagrammes de diffraction : l'indice de qualité d'image. La Figure 3.9 présente des extraits des cartographies d'orientation pour trois des cinq courants utilisés.



**Figure 3.9 : Cartographies d'orientation d'une interconnexion préparée en coupe par faisceau d'ion focalisé pour une tension d'accélération fixée à 30 kV et pour trois courants de faisceau différents mettant en évidence l'effet du courant utilisé sur la qualité des diagrammes de diffraction et donc des cartographies.**

La Figure 3.9 montre une amélioration de la qualité de la cartographie entre le courant de 0,093 nA et 0,46 nA. Les contours de la structure sont mieux définis ainsi que les joints de grains. Par contre entre la préparation à 0,46 nA et 2,8 nA, on peut observer une dégradation de la cartographie notamment aux joints de grains. A partir de ces observations, très qualitatives, il semble y avoir un courant optimal pour préparer les échantillons en coupe par faisceau d'ions focalisés. Pour trouver cette valeur optimale de manière quantitative, les valeurs moyennes d'indice de qualité d'image ont été tracées en fonction du courant utilisé pour la préparation de chaque échantillon. Ce graphique, présenté à la Figure 3.10, met en évidence une augmentation de l'indice de qualité d'image moyen entre 0,093 nA et 0,92 nA puis une baisse entre 0,92 nA et 2,8 nA ce qui reste cohérent avec ce que l'on observe sur les cartographies d'orientation de la Figure 3.9.

Le courant de faisceau optimum de 0,92 nA sera par conséquent utilisé pour la procédure de préparation d'échantillons en coupe. On retrouve ici le résultat de Mattescu [78] qui obtient un maximum de l'indice de qualité d'image pour un courant de faisceau ionique de 1 nA avec une augmentation entre 0,1 et 1 nA et une baisse au-delà de 1 nA. L'explication qu'il propose est que pour les forts courants l'implantation ionique génère tellement de défauts et d'amorphisation que la surface du matériau perd ses qualités cristallines. Pour les faibles courants, les défauts et la couche amorphe sont moins importants mais le flux ionique limitant la re-déposition n'est pas suffisant, on obtient donc une couche de contamination sur la surface à analyser. Le courant de faisceau de 1 nA serait donc le compromis entre ces deux phénomènes.

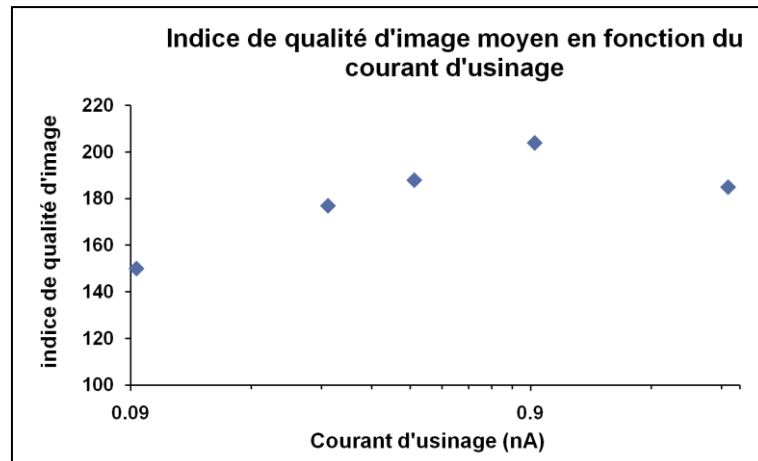


Figure 3.10 : Graphique montrant l'évolution de l'indice de la qualité d'image moyenne en fonction du courant de faisceau, en échelle logarithmique, utilisé pour la préparation. Le graphique met en évidence un maximum pour 0,92 nA.

Cette partie destinée à l'optimisation des conditions de préparation a permis d'une part de définir une procédure permettant de compléter une analyse EBSD par de l'imagerie en microscopie électronique en transmission, et d'autre part de déterminer les conditions de préparation optimales. La partie suivante consiste à optimiser la seconde étape d'une analyse EBSD : l'acquisition de données. Pour cela il est nécessaire d'identifier le facteur limitant durant l'acquisition : la dérive.

### 3.3.2 Acquisition de données

#### 3.3.2.1 La dérive, un facteur limitant

La dérive peut être définie, par exemple dans le domaine des transports, comme l'écart ou la déviation de l'itinéraire effectué par rapport à la direction à suivre. Cette définition s'applique très bien dans notre cas puisqu'ici la dérive est l'écart entre la surface que l'on souhaite analyser et la surface réellement analysée. Cette déviation peut être mesurée physiquement comme l'écart, dans les deux directions du plan (en x et en y), entre la position du dernier point d'acquisition telle que définie par l'utilisateur et sa position réelle à la fin de l'acquisition. Concrètement, il suffit d'identifier un élément remarquable sur l'image, de repérer sa position au lancement de l'acquisition, de repérer sa position à la fin de l'acquisition et de mesurer l'écart en x et en y comme illustré par la

Figure 3.11.

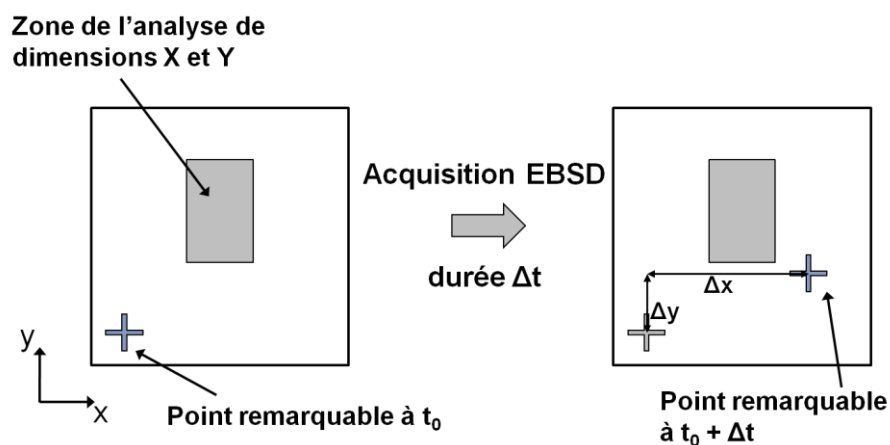
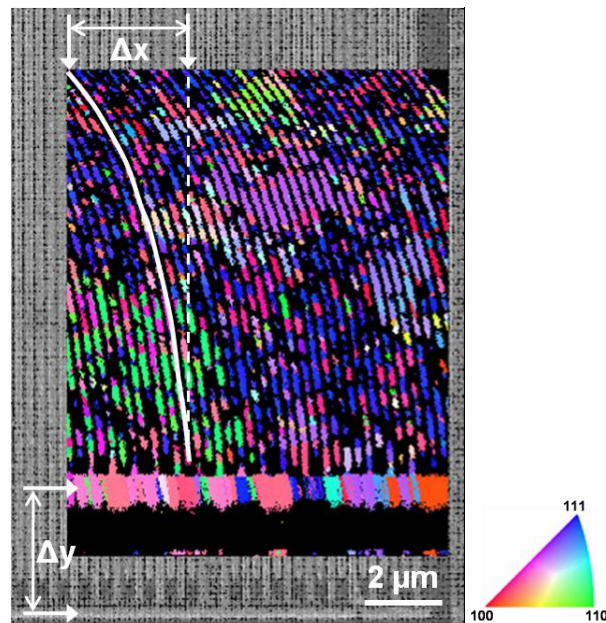


Figure 3.11 : Principe de la mesure de la dérive

A partir de cette mesure il est possible de quantifier la dérive par une mesure de vitesse dans chacune des deux directions (en  $\mu\text{m}/\text{h}$ ) et par un pourcentage en normalisant par les dimensions de la surface analysée également dans les deux directions ( $\Delta x/X$  et  $\Delta y/Y$ ). Il est important de contrôler cette dérive car elle n'est pas toujours visible sur la cartographie et dans les cas où elle est visible il n'est souvent pas possible de la quantifier totalement. Sur des réseaux de lignes il est en général possible de quantifier la dérive selon x. Pour des lignes de faible largeur, ce qui est notre cas, nous avons fait le choix de les analyser de façon à bénéficier de la taille de sonde la plus petite (selon x à cause de l'anisotropie du faisceau sur l'échantillon due à l'inclinaison) pour la largeur de la ligne ce qui donne des lignes parallèles à l'axe y. Un exemple d'analyse montrant une dérive mesurable dans les deux directions est présenté Figure 3.12. On peut noter sur cet exemple que la dérive n'est pas constante sur toute la cartographie ce qui signifie que sa vitesse peut varier dans le temps. Dans ce cas on mesure donc la dérive moyenne.



**Figure 3.12 : Exemple de cartographie d'orientation superposée à l'image en microscopie électronique montrant la possibilité de mesurer la dérive selon x à l'aide des lignes de cuivre de la cartographie. Pour mesurer la dérive en y la cartographie seule ne suffit plus.**

Pour conclure sur la dérive, il faut comprendre que son effet sur les données obtenues est très variable selon la direction de la dérive et selon les données que l'on considère. Par exemple, elle n'affectera pas les figures de pôles ou la distribution des orientations présentes sur la cartographie puisque ces données sont relatives à la cartographie et plutôt qualitatives. En revanche, toutes les données quantitatives peuvent être faussées comme la taille de grains ou la quantité de joints de grains et leur densité. Il est donc important de quantifier la dérive afin d'évaluer l'erreur commise sur ces grandeurs absolues. L'effet est différent selon que la dérive est selon l'axe x ou y comme illustré par la Figure 3.13.

La dérive selon y est la plus critique. En supposant que la longueur L de la ligne corresponde à la dimension Y de la cartographie alors la dérive relative  $\Delta y/Y$  donne directement la variation relative de L. Une dérive de 10 % donne alors une variation de longueur, positive ou négative de 10 %. Dans le cas d'une dérive selon x, on obtiendra toujours un allongement de la longueur de la ligne. Nous ne parlerons pas ici de la variation d'épaisseur car dans la pratique elle est toujours négligeable du fait que la cartographie se fait par un balayage horizontal. La variation de longueur est fonction de

l'angle  $\theta$  et donc du rapport entre la dérive  $\Delta x$  et la dimension selon  $y$ . Tous calculs faits, une augmentation  $\Delta L$  de 1 % correspond à un angle  $\theta$  de  $24,6^\circ$  soit une dérive horizontale représentant environ la moitié de la dimension  $Y$ . On constate donc que pour une même dérive, l'effet le plus critique est selon l'axe  $y$ . Il est intéressant de remarquer que dans les deux cas, ce qui est important c'est le rapport de la dérive mesurée sur la dimension  $Y$ . Ainsi plus le rapport  $\Delta x/Y$  ou  $\Delta y/Y$  sera petit et moins l'influence sur les résultats sera importante. Cette conclusion nous servira pour l'optimisation de l'acquisition.

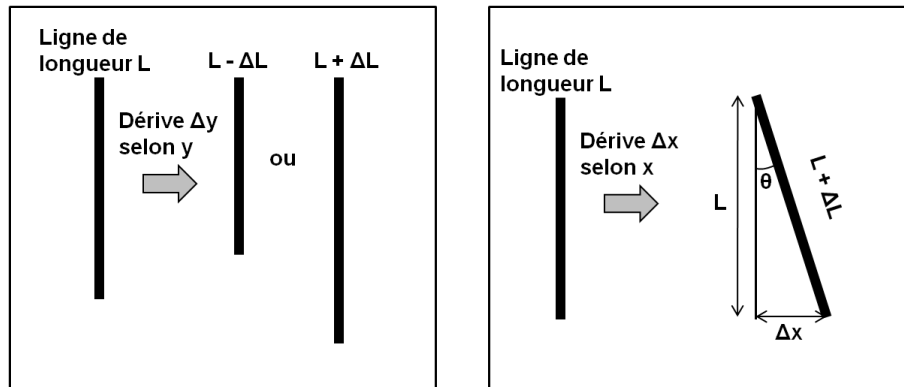


Figure 3.13 : Effet de la dérive selon l'axe  $y$ , à gauche, et selon l'axe  $x$ , à droite.

Bien que nous n'ayons parlé que de distances avec la dérive mesurée, il faut avoir à l'esprit que cette distance dépend de la vitesse de la dérive et par conséquent du temps nécessaire pour l'acquisition et l'indexation des clichés de diffraction. La notion de compromis entre l'aire de la surface analysée, le pas choisi, le temps d'exposition de la caméra... prend alors toute son importance.

A travers la compréhension de ce qu'est la dérive, la nécessité de sa mesure et ses conséquences sur les données obtenues, plusieurs pistes se présentent pour limiter son incidence. Auparavant nous allons tenter d'en identifier l'origine.

### 3.3.2.2 Identification de l'origine de la dérive

Le phénomène de dérive peut avoir plusieurs origines, comme nous l'avons abordé dans le chapitre précédent. Expérimentalement, on constate que la dérive est assez variable d'une acquisition à une autre, même pour des échantillons identiques, et qu'elle n'a pas toujours la même direction. De plus elle n'est pas constante dans le temps. On peut obtenir un allongement ou un rétrécissement des grains comme aucune dérive. Dans le cas d'une acquisition réalisée sur un réseau de lignes flottantes, la vitesse de dérive moyenne couramment observée, pour une durée de quatre heures typiquement, est de quelques microns par heure plus généralement selon  $y$  que selon  $x$ . Sur ce type d'acquisition, les origines possibles sont la fixation de l'échantillon, l'effet de charge et enfin l'équipement.

Pour éliminer les deux premières causes, nous réalisons un test sur un échantillon de silicium, sur lequel des motifs ont été réalisés pour visualiser la dérive sur la cartographie. L'échantillon est fixé sur le porte échantillon par du vernis conducteur ce qui assure un meilleur maintien que le ruban adhésif usuel. Pour ce test nous avons réalisé une acquisition de quinze heures. La dérive moyenne obtenue est d'environ  $0,35 \mu\text{m/h}$  dans les deux directions. La cartographie a montré une dérive présente sur le premier tiers de l'acquisition puis une dérive quasi nulle. On peut donc en conclure que la fixation de l'échantillon et l'effet de charge participent à la dérive mais qu'une des origines est liée à l'équipement lui-même. D'une part parce qu'on observe de la dérive lors de ce test et d'autre part car on observe une stabilisation de la dérive. Cette stabilisation est également observée lors

d'analyses sur des réseaux de lignes dans une grande majorité de cas (pourvu que la durée d'acquisition soit suffisamment importante pour l'observer). Cette diminution de la dérive dans le temps laisse penser qu'une stabilisation de l'équipement pourrait en être la cause, notamment une stabilisation en température des bobines contrôlant le déplacement du faisceau. Dans le cas d'une analyse EBSD le faisceau ne balaye pas la zone d'analyse en une fraction de seconde mais en plusieurs heures, les courants appliqués sur les bobines peuvent alors générer de l'échauffement ce qui peut influencer sur la position du faisceau.

En conclusion, il s'avère qu'il n'est pas possible d'éliminer la dérive puisqu'elle est liée en partie à l'équipement, les deux autres sources étant l'effet de charge et la fixation de l'échantillon. L'effet de charge étant inhérent à nos échantillons, nous ne pouvons que tenter de le limiter comme énoncé dans le chapitre précédent. Le dernier point sur lequel nous pouvons travailler pour limiter la dérive est donc la fixation de l'échantillon. L'autre alternative étant de limiter l'effet de la dérive à défaut de la limiter elle-même.

### **3.3.2.3 Solution logicielles pour réduire son effet**

Nous avons montré que l'incidence de la dérive est d'autant plus grand que sa proportion par rapport à la dimension Y de la cartographie est importante ( $\Delta x/Y$  ou  $\Delta y/Y$ ). A partir de ce constat, il suffit de minimiser ce rapport pour minimiser l'effet. Pour cela, soit on diminue  $\Delta x$  ou  $\Delta y$  soit on augmente Y. Pour simplifier la démarche, nous considérons ici que la vitesse de la dérive est constante et que l'aire de la surface à analyser est fixée à 10  $\mu\text{m}$  par 10  $\mu\text{m}$ .

Pour réduire les valeurs de dérive mesurées la meilleure solution est donc de diminuer le temps nécessaire à l'acquisition soit : le temps nécessaire pour acquérir un point et le nombre de points de l'analyse. Pour les structures que l'on souhaite caractériser, le pas choisi entre deux points est un compromis entre le temps nécessaire pour réaliser l'acquisition et la définition souhaitée. Pour les lignes de 70 nm de large, il a été choisi à 15 nm ce qui permet une résolution raisonnable étant donné que la microstructure est majoritairement bambou. Le temps nécessaire pour enregistrer et indexer un diagramme de diffraction dépend du temps d'exposition choisi et du temps nécessaire à l'indexation. Les paramètres d'indexation définis au début de l'étude ne permettaient pas une cadence d'acquisition supérieure à dix points par seconde et ceci aussi bien pour un temps d'exposition d'un centième de seconde que d'un dixième de seconde. Les paramètres définis étaient prévus pour de l'indexation de phase qui nécessite une identification plus poussée du diagramme de diffraction. En optant pour un algorithme plus adapté à notre cas où l'on connaît la phase analysée nous avons pu atteindre une cadence de quatorze points par seconde soit une augmentation de 40 %. Le temps d'acquisition diminue alors de près de 30 % et la dérive d'autant. D'autres algorithmes permettent d'atteindre plusieurs dizaines de points par seconde mais dans notre cas nous avons besoin de garder un temps d'exposition suffisant pour obtenir des diagrammes de diffraction d'une qualité raisonnable. Ainsi pour les nouvelles conditions d'indexation le temps d'exposition choisi est de sept centièmes de seconde (contre un dixième auparavant) ce qui donne des diagrammes satisfaisants pour l'indexation.

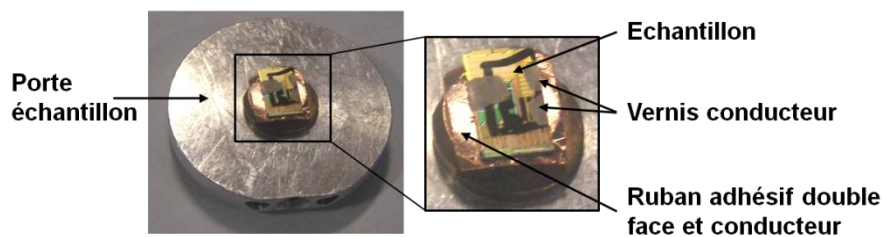
Il est également possible de fractionner l'acquisition globale. Dans notre cas cela revient à passer d'une surface de 10  $\mu\text{m}$  par 10  $\mu\text{m}$  à deux de 5  $\mu\text{m}$  selon x par 10  $\mu\text{m}$  selon y. Ainsi pour chacune le temps nécessaire sera réduit de moitié et la dérive également tout en conservant la dimension Y. Les rapports  $\Delta x/Y$  et  $\Delta y/Y$  seront donc divisés par deux. Il suffira ensuite de fusionner les deux séries de données pour retrouver l'acquisition globale. Cette méthode simple et efficace a plusieurs avantages

en pratique. Le premier est qu'elle peut être répétée plusieurs fois limitant l'effet de la dérive d'un facteur égal au nombre de découpes de l'acquisition souhaitée. L'autre avantage est qu'elle permet de ne pas considérer les acquisitions ayant subi une dérive trop importante, notamment en début d'acquisition, durant la phase de stabilisation. Alors que, pour une acquisition globale, une dérive trop importante peut conduire à des données inutilisables et à la nécessité de recommencer l'acquisition, avec cette méthode une partie de l'acquisition reste exploitable. Dans la pratique nous considérons qu'une dérive relative supérieure à 10 % pour  $\Delta y/Y$  justifie le rejet de l'acquisition. En effet, si l'on veut comparer deux procédés, il est important que l'incertitude de mesure ne masque pas les différences résultantes du changement de procédé.

L'optimisation des paramètres d'indexation et le fractionnement de l'analyse permet donc de limiter significativement l'incidence de la dérive. Nous allons maintenant optimiser la méthode de fixation de l'échantillon.

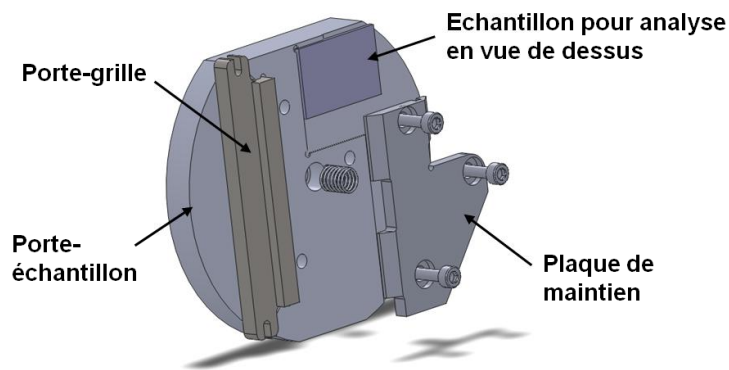
#### **3.3.2.4 Solution matérielle : définition d'un nouveau porte échantillon**

L'échantillon est fixé avec un ruban adhésif double face métallique. Du vernis conducteur peut être rajouté pour créer un contact électrique entre la surface de l'échantillon et le porte échantillon. Cette méthode de fixation est illustrée par la Figure 3.14.



**Figure 3.14 : Méthode de fixation usuelle d'un échantillon pour une analyse EBSD par ruban adhésif conducteur.**

Avec cette fixation, l'échantillon n'est pas tenu mécaniquement. La colle du ruban adhésif étant visqueuse, il est possible que l'échantillon se déplace pendant l'acquisition. Une fixation au vernis conducteur serait une alternative intéressante mais n'est pas possible pour tous les types d'échantillons. Nous avons opté pour le développement d'un nouveau porte échantillon pour les analyses EBSD aussi bien en vue de dessus qu'en coupe. Ce travail a été réalisé par Sophie Besson dans le cadre de sa licence professionnelle Conception Intégrée et Conduite de Projets réalisée par alternance au sein de l'Institut Universitaire Technologique de Grenoble et de STMicroelectronics. Après une phase de conception, puis de simulation, pour vérifier qu'il n'y avait pas de risque de collision de la colonne, de problème de masquage et que la gamme de distance de travail convenait, nous avons opté pour la réutilisation d'un porte échantillon existant. Ce dernier a été usiné pour pouvoir accepter des échantillons de silicium d'un côté, pour les caractérisations en vue aériennes, ou un porte-grille de l'autre côté pour les caractérisations en coupe. Le maintien de ces échantillons est assuré par une plaque en aluminium que l'on vient serrer sur l'échantillon. La Figure 3.15 présente une vue éclatée, réalisée sous Solidworks, du nouveau porte échantillon avec un échantillon pour une vue de dessus et le porte grille pour une vue en coupe.



**Figure 3.15 : Vue éclatée du nouveau porte-échantillon présentant un porte-grille sur la gauche, un échantillon destiné à une analyse en vue de dessus à droite. La plaque d'aluminium vient maintenir l'un ou l'autre des deux types d'échantillons (il n'est pas possible de fixer les deux à la fois à cause de la différence d'épaisseur)**

Avec ce nouveau système de fixation, on observe une stabilisation plus rapide de la dérive et une vitesse inférieure à  $1 \mu\text{m/h}$  selon  $y$  aussi bien dans le cas des analyses en vue de dessus que pour les analyses en coupe. On obtient ainsi des vitesses de dérive comparables à celles obtenues durant le test réalisé sur silicium fixé au vernis conducteur alors qu'ici l'échantillon comporte du diélectrique. On peut en déduire que l'effet de charge ne participe qu'au second ordre à la dérive et que c'est bien la fixation de l'échantillon qui est la principale cause de la dérive que l'on peut observer. Le seul point négatif est que nous n'avons pas pu utiliser ce porte échantillon pour notre étude car il a été réalisé à la fin du premier semestre 2011, son utilisation sera donc très utile pour les études à venir.

Pour résumer, nous avons pu optimiser la préparation d'échantillon par faisceau d'ions focalisés en ajustant le courant de faisceau. Nous avons limité la dérive, en développant un nouveau système de fixation de l'échantillon, et son incidence, en optimisant les paramètres d'indexation et en fractionnant les acquisitions. Il nous faut maintenant tester les limites de la méthodologie et des optimisations développées.

### **3.3.3 Limites de la méthodologie et des améliorations**

#### **3.3.3.1 Démonstration de faisabilité sur une structure de 70 nm de large en coupe**

Après quelques essais sur des lignes vierges (non testées), indispensables à la prise en main des équipements et au développement des méthodes et optimisations décrites dans ce chapitre, nous avons réalisé une première caractérisation en coupe d'une interconnexion testée. Le test a été interrompu avant la défaillance de sorte que la cavité n'ait pas eu le temps de croître. La Figure 3.16 présente l'image prise au microscope électronique à balayage de cette interconnexion, après préparation au faisceau d'ions focalisés, et la cartographie d'orientation correspondante. On peut noter que la cartographie est de bonne qualité avec peu de zones non indexées. Par contre il est impossible de savoir où se situe exactement la cavité sur la cartographie étant donné qu'elle est peu visible sur l'image électronique. Ceci montre que le temps de test n'est pas suffisant et qu'il faut établir un critère pour la fin du test permettant d'obtenir une cavité suffisamment importante pour être visible tout en ayant du cuivre autour. Nous aborderons ce point dans le prochain chapitre.

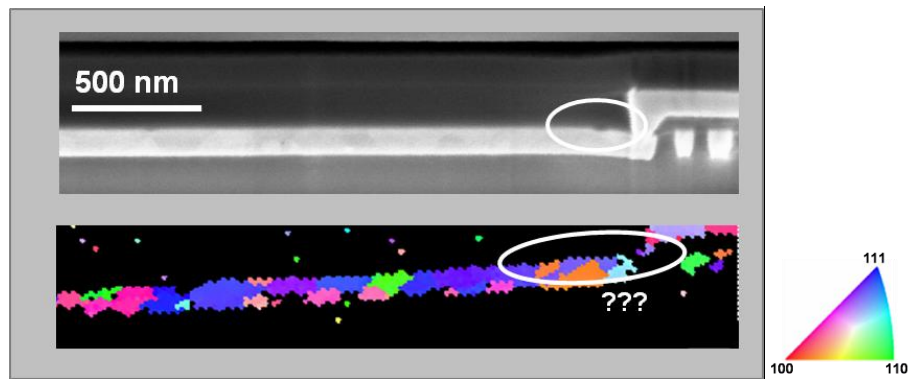


Figure 3.16 : Image électronique d'une interconnexion de 70 nm de large (en haut) et cartographie d'orientation correspondante (en bas) selon la normale à l'échantillon. La cavité résultante du test est mise en évidence par les ellipses blanches.

Il est intéressant de discuter ce premier résultat, essentiel pour la suite de notre étude, montrant qu'il est possible de caractériser une interconnexion préalablement vieillie. Nous avons comparé ce résultat avec d'autres résultats disponibles dans la littérature. La Figure 3.17 montre les travaux de Meyer, publiés en 2007, sur des interconnexions testées et caractérisées en coupe par la technique EBSD. Dans ce cas, des cavités beaucoup plus grosses sont visibles sur la cartographie d'orientation. Les dimensions de la structure sont en revanche très différentes puisque l'épaisseur est d'environ 500 nm. De plus les cavités ne sont pas localisées à l'interface supérieure, contrairement à ce que l'on observe pour nos structures ce qui laisse penser que la germination et la croissance de la cavité peut être différente selon les dimensions et/ou les procédés de fabrication des interconnexions.

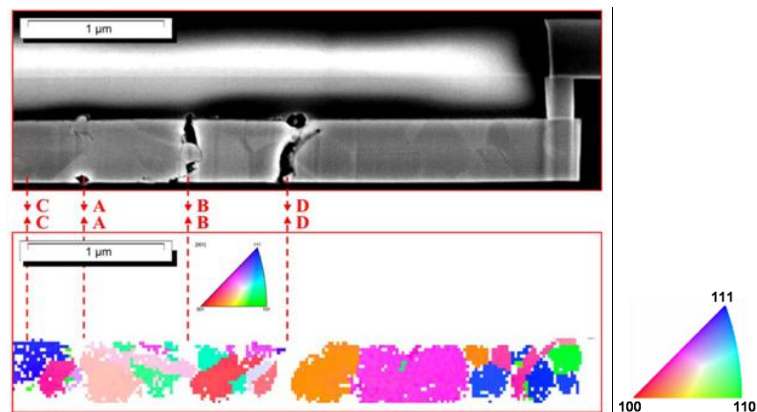


Figure 3.17 : Image électronique d'une interconnexion (en haut) et cartographie d'orientation correspondante (en bas) [79].

Nous venons de vérifier et de confirmer que la méthodologie adoptée pour notre étude est pertinente. Afin d'aller plus loin dans les limites de la technique, nous avons caractérisé des réseaux de ligne de cuivre de 45 nm de large.

### 3.3.3.2 Tentative sur une structure de 45 nm de large, largeur minimum du nœud 28 nm

Pour cette caractérisation, nous avons utilisé des échantillons provenant de substrat après l'étape de polissage (faisant suite au recuit de croissance). C'est la préparation donnant le meilleur état de surface pour une caractérisation structurale par la technique EBSD. Le résultat de cet essai est présenté Figure 3.18. On constate que la cartographie obtenue permet de distinguer tous les grains avec cependant quelques zones non indexées. On démontre ainsi la faisabilité de la technique EBSD pour des lignes de 45 nm de large, ce qui nous situe au niveau de l'état de l'art, et est très encourageant pour de futures études.

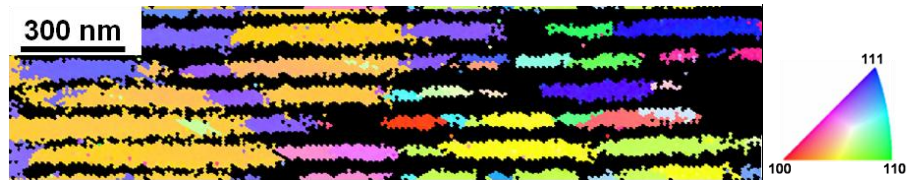


Figure 3.18 : Cartographie d'orientation de lignes de 45 nm de large en vue de dessus  
code couleur selon la normale à l'échantillons.

Un essai de préparation en coupe a également été réalisé mais a été moins concluant, les diagrammes de diffraction étant très peu contrastés voire inexistant. D'autres essais sont à prévoir ainsi qu'une optimisation de cette préparation si l'on souhaite étudier des interconnexions de cette dimension en coupe. Puisqu'il est possible de les caractériser en vue de dessus, notre échec en coupe provient vraisemblablement d'une mauvaise préparation. Nous n'avons pas eu le temps d'améliorer cette préparation.

Bien que l'on s'approche des limites de la technique EBSD, on constate que cette technique reste exploitable. Les propositions que l'on peut faire pour encore l'améliorer sont de mettre le système sur un microscope ayant une source électronique de meilleure qualité afin de gagner en taille de sonde, ou de l'équiper d'une colonne ionique afin de pouvoir préparer l'échantillon "in situ". On peut aussi envisager l'acquisition d'une caméra plus sensible ainsi qu'un filtre en énergie pour améliorer le rapport signal sur bruit des diagrammes de diffraction [32].

Enfin, une dernière option est d'utiliser la technique EBSD de façon complémentaire avec une autre technique de caractérisation, par exemple la possibilité de réaliser de l'imagerie électronique en transmission pour des échantillons préparés en coupe. Cette possibilité aurait d'ailleurs pu permettre de lever l'incertitude sur la localisation de la cavité pour la Figure 3.16, à condition que l'on puisse identifier les grains de la cartographie sur une image prise au MET, ce qui fait l'objet de la prochaine partie.

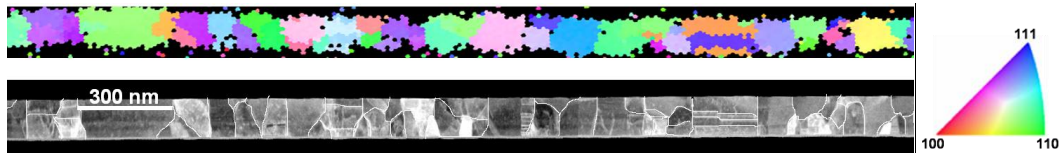
### 3.4 La technique EBSD et la microscopie électronique en transmission

#### 3.4.1 La microscopie électronique en transmission en renfort

Afin d'évaluer l'intérêt de compléter une caractérisation EBSD par une caractérisation par MET dans le cas de notre étude, nous devons d'abord nous assurer que cette double caractérisation apporte bien des informations complémentaires et qu'il est possible de croiser ces informations. Dans un premier temps, nous devons nous assurer que la microstructure que l'on observe en coupe sur les cartographies d'orientation et par imagerie électronique en transmission est comparable. Un premier essai sur une structure d'un micron de large montre une identification très aisée des grains pour les deux techniques, les grains étant de taille importante et colonnaires pour cette largeur, voir Figure 3.7.

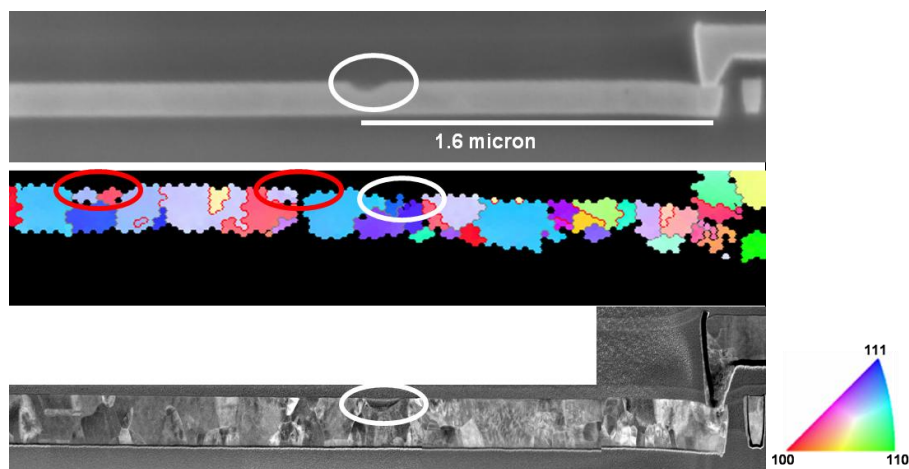
Nous avons alors effectué la même comparaison pour une ligne de 70 nm de large, préalablement préparée pour optimiser le courant de faisceau ionique et dont on a fait une lamelle pour une observation au MET. La Figure 3.19 présente la cartographie d'orientation de cette interconnexion ainsi que l'image obtenue en microscopie électronique en transmission en mode balayage. Ce mode utilise un détecteur annulaire. Ainsi en modifiant la longueur entre l'échantillon et ce détecteur, appelée longueur de caméra, il est possible de récupérer plusieurs types d'information. Pour une longueur de caméra faible (typiquement 100 mm), on va détecter les électrons diffusés à très forts angles qui renseignent sur la nature atomique du matériau. On obtient donc une image en champ sombre dont le contraste est de type chimique (également appelé Z-contraste). Pour une longueur

de caméra importante (plusieurs mètres), le détecteur va capter uniquement le faisceau transmis. On obtient alors une image en champ clair proche d'une image réalisée en condition classique (illumination parallèle). Le contraste obtenu est lié à l'absorption électronique des éléments de l'échantillon. Enfin pour une longueur intermédiaire (490 nm dans notre cas), le détecteur ne captera que les premiers ordres de diffractions. Le contraste de l'image en champ sombre obtenu est alors de type cristallographique. Ces conditions permettent de faire ressortir les grains et joints plus significativement qu'en imagerie classique où le contraste cristallographique est dégradé par le faisceau transmis et les diffusions à fort angle.



**Figure 3.19 : Cartographie d'orientation pour une interconnexion de 70 nm de large vue en coupe (en haut) selon la normale à l'échantillon et image prise en microscopie électronique en transmission en mode balayage correspondante (en bas). Les joints de tous types (grains et macles) ont été mis en évidence en blanc.**

En comparant ces deux images on constate que l'on identifie très bien les grains à la fois sur la cartographie et sur l'image électronique. Dans cet exemple l'imagerie par MET n'apporte d'information supplémentaire qu'à quelques endroits où des petits grains présents en fond de ligne ne sont pas visibles sur la cartographie. On voit donc ici que la résolution de la technique EBSD permet d'obtenir quasiment la même information, en terme de microstructure, que l'imagerie MET avec en plus l'orientation cristalline de chaque grain. En revanche, dans le cas d'une ligne testée où la cavité n'est pas clairement localisable sur la cartographie, soit parce qu'elle est trop petite, soit parce qu'il y a eu de la dérive durant l'acquisition ou que la cartographie présente plusieurs zones non indexées, l'imagerie par MET se révèle alors vraiment complémentaire. Elle permettra d'identifier la localisation de la cavité par rapport à la microstructure qu'il suffira alors de comparer à la cartographie. Un exemple de cette comparaison est illustré par la Figure 3.20. Si l'on considère la cartographie d'orientation seule, plusieurs endroits semblent correspondre à la localisation de la cavité (ellipses rouges et blanches). En comparant avec l'image MET, on détermine que la localisation correspond à l'ellipse blanche.



**Figure 3.20 : Image MEB d'une interconnexion testée vue en coupe (en haut), la cartographie d'orientation correspondante (au milieu) selon la normale à l'échantillon et l'image MET associée (en bas). Les ellipses blanches représentent la localisation de la cavité et les ellipses rouges les localisations possibles sur la cartographie.**

L'accès à cette double information exige que l'échantillon soit préparé dans l'optique de le caractériser par les deux techniques dès le départ. C'est une limitation pour un grand nombre d'échantillon à cause de la disponibilité des équipements. Un autre moyen de localiser la cavité est bien sûr de comparer la cartographie avec l'image MEB. Sur la Figure 3.20, la position de la cavité sur les deux images (MEB et EBSD) n'est pas superposée mais n'est cependant pas très éloignée. On peut alors normaliser la distance entre la cavité et le via par rapport à une distance fixe, comme celle entre le via et le moniteur. Il suffit alors d'avoir une image MEB de l'interconnexion, de prendre les mesures puis de reporter ces mesures normalisées sur la cartographie en prenant comme référence la distance via-moniteur. Cette méthode permet de se passer de l'imagerie électronique en transmission pourvu que la dérive lors de l'acquisition soit constante et que le via et le moniteur soient visibles sur la cartographie, ce qui est le cas dans notre exemple. Cette méthode est par contre moins fiable puisqu'une petite erreur sur la distance via-moniteur se reportera autant de fois que le rapport (cavité-via)/(via-moniteur) sur la cartographie. On redevient très sensible à une dérive qui ne serait pas constante. Cependant, le plus souvent la position de la cavité sur la cartographie d'orientation n'est pas ambiguë.

Pour conclure sur la complémentarité et la confrontation des techniques EBSD et MET, nous avons pu effectuer une caractérisation par EBSD, et son équivalent dans un MET, sur une même interconnexion testée. La prochaine partie est consacrée à la confrontation des deux techniques réalisée sur cet échantillon.

### 3.4.2 Confrontation de la technique EBSD avec les techniques TEM avancées

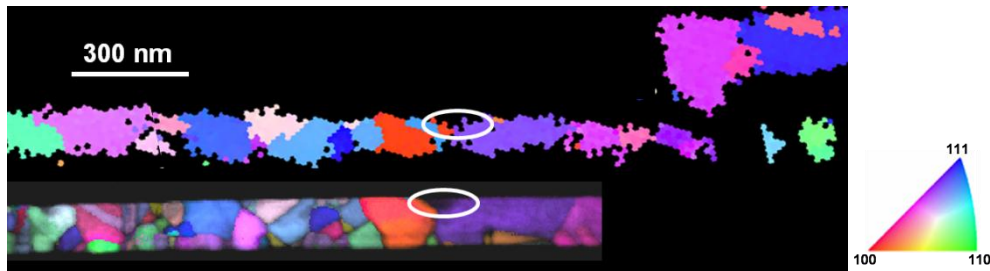
Durant l'année 2010 a été commercialisée la technique nommée ASTAR<sup>15</sup> développée par Edgar Rauch [13], [14]. Il s'agit d'une part d'un outil de précession permettant d'obtenir des clichés de diffraction très proches des conditions cinématiques en supprimant les effets dynamiques dus à la très faible épaisseur de la lamelle. D'autre part d'un système permettant d'acquérir les clichés de diffraction (en mode NBED vu dans le chapitre 1) tout en cartographiant l'échantillon et de réaliser l'indexation de ces clichés de diffraction par comparaison avec une banque de clichés simulés. C'est donc l'équivalent de la technique EBSD mais pour un microscope électronique en transmission, permettant de bénéficier d'une taille de sonde beaucoup plus petite. Une analyse comparative a été réalisée au CEA<sup>16</sup> de Grenoble par Guillaume Brunetti entre cette technique et la technique EBSD sur un échantillon dont la cavité occupe environ un tiers de l'épaisseur de la ligne de cuivre. La préparation d'échantillon étant celle d'une lamelle pour la technique ASTAR, il nous a suffi de choisir un échantillon qui avait déjà été caractérisé à la fois en EBSD et en MET sans nouvelle préparation. La Figure 3.21 présente les cartographies d'orientation obtenues avec la technique EBSD et la technique ASTAR toutes deux exportées à partir du logiciel de traitement de données EBSD afin d'avoir le même code couleur. On constate que l'on obtient bien la même orientation cristallographique pour tous les grains présents sur la cartographie EBSD. Par contre la technique ASTAR révèle de nombreux petits grains qui sont absents de la cartographie EBSD. Ceci est dû à la taille de sonde bien plus petite en MET. Pour cette analyse, la taille de sonde était d'environ 2,5 nm. Habituellement la taille de sonde pour un MET, équipé d'une source à effet de champ, est de un nanomètre mais la précession dégrade la taille du faisceau sur l'échantillon. L'angle de précession

---

<sup>15</sup> Contraction d'ACOM (Automated Crystal Orientation Mapping) et DigiSTAR, nom donné au système permettant d'effectuer la précession.

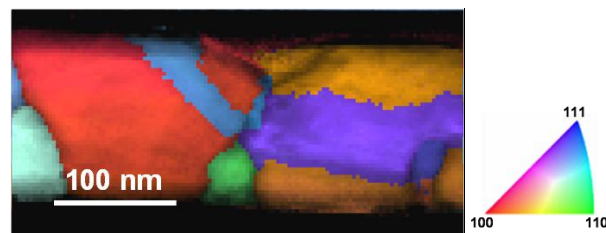
<sup>16</sup> CEA : Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives

utilisé était de  $0,9^\circ$ . A l'inverse, on peut noter la présence d'une macule, présente sur la cartographie EBSD au sein du grain rouge adjacent à la cavité, que l'on ne retrouve pas sur la cartographie ASTAR.



**Figure 3.21 :** En haut, cartographie d'orientation acquise dans un MEB, Le pas est de 10 nm. En bas, cartographie d'orientation acquise dans un MET, le pas est de 3,5 nm. La localisation de la cavité est mise en évidence par l'ellipse blanche. La direction d'observation est la normale à l'échantillon.

La Figure 3.22 présente une cartographie plus résolue réalisée avec la technique ASTAR en augmentant le temps d'exposition pour l'enregistrement du cliché de diffraction. On retrouve dans ce cas la macule visible sur la cartographie EBSD ainsi que pour l'autre grain adjacent à la cavité. La technique ASTAR est donc sensible aux paramètres d'acquisition des clichés de diffraction. On constate également sur cette cartographie qu'une orientation est déterminée à la place de la cavité alors que les images électroniques montrent qu'il y a une absence de cuivre. Cela est dû à la rémanence de l'écran phosphorescent à partir duquel sont enregistrés les clichés.



**Figure 3.22 :** Cartographie d'orientation acquise en MET détaillant la zone autour de la cavité, le pas est ici d'environ 2,5 nm.

Les différences que l'on observe sur les cartographies obtenues avec les deux techniques proviennent donc d'une part de la possibilité d'analyser de très petits objets en MET mais aussi du volume d'interaction différent pour les deux techniques. Pour la technique EBSD, l'information sur l'orientation provient des quelques nanomètres sous la surface. Pour la technique ASTAR, les diagrammes de diffraction sont obtenus après que les électrons ont traversé l'échantillon dans son épaisseur. La technique renseigne donc sur toute l'épaisseur de la lamelle alors que l'EBSD est beaucoup plus résolue dans l'épaisseur sondée. Ceci peut également expliquer les différences observées entre les deux cartographies. Cela signifie que l'on peut avoir plusieurs grains présents dans la largeur de la ligne de cuivre, ce que l'on n'observe pas en vue de dessus. La microstructure est donc bambou sur le haut de la ligne et peut être polycristalline plus en profondeur.

Pour une caractérisation de la microstructure en fond de ligne, la technique EBSD montre alors ses limites. Pour notre étude, la partie de la cartographie qui est essentielle est celle correspondant à l'interface supérieure de l'interconnexion. Si on se concentre sur cette zone, on peut considérer les informations obtenues avec les deux techniques comme identiques, avec une meilleure définition pour la technique ASTAR. Nous sommes donc confortés dans la pertinence des informations obtenues par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés et par la méthodologie que nous avons développée pour répondre au mieux à la problématique de notre étude. Afin de confirmer

cela par une mesure quantitative, nous avons relevé la désorientation entre les deux grains adjacents à la cavité par les deux techniques et dans les deux cas nous obtenons une désorientation de  $35^\circ$  selon la famille de plan (210). Dans cette partie nous ne souhaitons pas exploiter les résultats issus des cartographies, ce sera l'objet du prochain chapitre.

Durant ce chapitre, nous avons défini les méthodologies que nous utiliserons pour répondre à notre problématique avec deux voies possibles. Nous avons ensuite identifié des points critiques pour le déroulement de l'acquisition de données que nous avons pu limiter à l'aide d'optimisation matérielles, logicielles et méthodologiques. Ensuite nous avons pu comparer la technique EBSD avec la microscopie électronique en transmission complémentaire notamment pour la localisation de la cavité sur les cartographies d'orientation. Le coût de cette complémentarité étant une préparation plus longue et plus délicate associée à des problèmes de disponibilité. Pour ces raisons cette alternative ne sera pas utilisée de manière récurrente. Pour finir nous avons confronté la technique EBSD avec son homologue en microscopie en transmission. Cette comparaison nous a permis de montrer les limites de la technique EBSD mais également de valider la pertinence de cette technique pour les dimensions de nos échantillons.

---

---

## 4 Correlation entre microstructure et électromigration

Dans ce chapitre nous allons étudier l'environnement des cavités vues en coupe afin d'identifier une signature de la microstructure ou d'une orientation cristalline sur la localisation de la cavité et donc sur son site de germination. Avant d'aborder cette partie nous nous sommes intéressés à l'effet de la largeur des lignes à la fois sur l'électromigration et sur les paramètres morphologiques du cuivre, autrement dit sur sa cristallisation.

### 4.1 Impact de la largeur de ligne sur la microstructure et l'électromigration

#### 4.1.1 Descriptif des structures utilisées

Pour cette étude, nous avons caractérisé par la technique EBSD, à la fois en vue de dessus et en coupe, des lignes de cuivre provenant toute du même substrat et du premier niveau de métal (épaisseur des lignes constante). La caractérisation en vue de dessus a été réalisée sur des réseaux de lignes, préparés par polissage, de sept largeurs différentes allant de 1500 nm à 100 nm dont une image électronique est présentée à la Figure 4.1 pour une largeur de 300 nm. La caractérisation en coupe a été effectuée sur des structures de test d'électromigration de cinq largeurs variant de 1000 nm à 70 nm. Ces dernières ont été préparées par polissage en coupe puis par FIB de façon à atteindre le milieu de la ligne selon une coupe longitudinale quelle que soit la largeur considérée. Une vue électronique en coupe pour une largeur de 120 nm est présentée Figure 4.1. On peut y distinguer l'amenée de courant sur la gauche, le via et la ligne. Enfin l'évaluation de la fiabilité a été réalisée, sur des interconnexions identiques et pour les largeurs identiques, au moyen de tests d'électromigration.

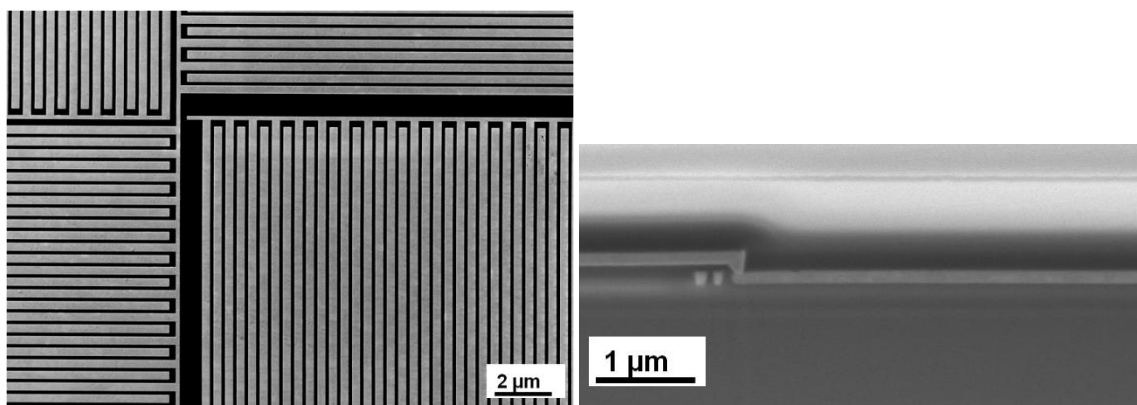


Figure 4.1 : A gauche, une vue MEB du type de structure utilisée pour l'analyse en vue de dessus. Ce sont des peignes inter digités utilisés pour caractériser le claquage du diélectrique, la largeur des lignes est ici de 300 nm. A droite une coupe longitudinale d'une structure de test d'électromigration également obtenue à l'aide d'un MEB. L'intérêt de ces deux types de structures est qu'elles possèdent des caractéristiques remarquables (intersections des peignes verticaux et horizontaux pour la vue de dessus et via pour la coupe) permettant de mesurer la dérive, ce qui aurait été difficile avec des réseaux de lignes observés à la fois en coupe et en vue aérienne.

#### 4.1.2 Effet de la géométrie sur la microstructure et la texture

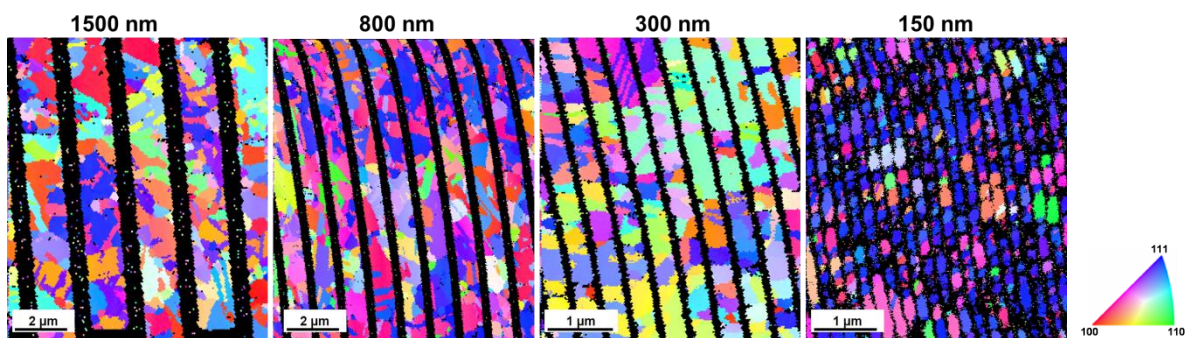
##### 4.1.2.1 Evolution en vue de dessus

Les largeurs de lignes caractérisées sont 1500, 800, 500, 300, 200, 150, et 100 nm. Pour chacune de ces dimensions une aire d'environ 100 µm<sup>2</sup> a été caractérisée de façon à être représentatif et pertinent sur les informations que l'on obtient. Trois aspects ont ici été considérés : D'une part

l'évolution de l'orientation majoritaire, d'autre part la taille moyenne des grains et les joints de grains que nous discuterons dans une même partie.

#### 4.1.2.1.1 Les orientations cristallines

Avant d'aborder l'évolution de l'orientation cristalline des grains, on peut s'attarder sur les cartographies d'orientations qui apportent une première information qualitative sur la croissance des grains. Un extrait de ces cartographies pour des lignes d'une largeur de 1500 nm, 800 nm, 300 nm et 150 nm est présenté Figure 4.2. On observe une présence très importante de l'orientation (111) pour les lignes de 150 nm de large. On note également une évolution de ce que l'on appellera l'empreinte de la surépaisseur. Nous avons vu, dans le premier chapitre, que le remplissage des tranchées se faisait par dépôt électrolytique. Afin de garantir le remplissage des lignes, le cuivre est déposé en excédent de sorte que l'on ait une surépaisseur de cuivre d'environ 550 nm, qui se retrouve donc également au dessus du diélectrique. Ce surplus de cuivre a une influence sur le recuit de croissance, que nous détaillerons un peu plus loin. Ce que l'on appelle l'empreinte de ce surplus est le fait que l'on obtienne des grains orientés de la même façon sur plusieurs lignes. Dans ce cas on peut dire que c'est la présence de ces orientations dans la surépaisseur qui recouvre tout le substrat, qui donne cette même orientation sur plusieurs lignes. La surépaisseur transmet donc son orientation aux lignes et on peut distinguer son empreinte après l'étape de polissage. Dans notre étude, nous avons pu noter la présence de cette empreinte (que l'on distingue sur les trois premières cartographies de la Figure 4.2) pour une largeur de ligne allant jusque 200 nm. En dessous de cette valeur, on ne la remarque que localement comme on peut le voir sur la cartographie d'orientation correspondante à une largeur de ligne de 150 nm. Enfin la dernière information qualitative que l'on peut tirer de ces cartographies est l'évolution de la microstructure qui est directement liée à la largeur des lignes. Le seuil se situe ici pour une largeur de ligne 300 nm. Pour cette valeur et en dessous de cette valeur, la microstructure est majoritairement de type bambou, au dessus, la microstructure est polycristalline.

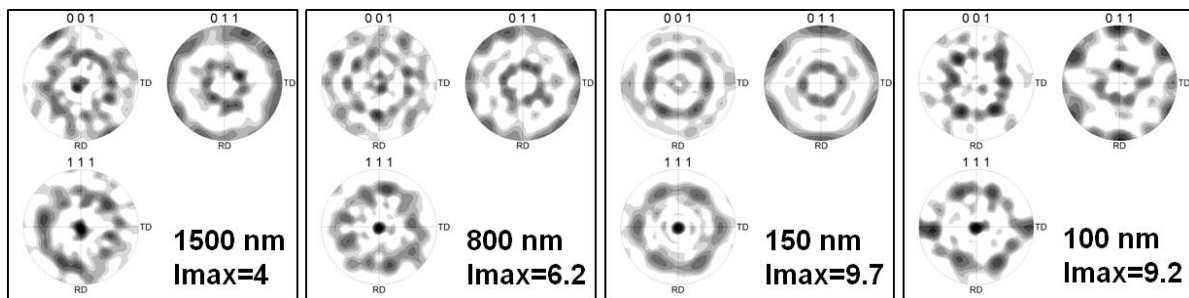


**Figure 4.2 : Extraits de cartographies d'orientation de lignes de cuivres caractérisées par EBSD en vue de dessus. Les largeurs des lignes sont, dans le sens de lecture, de 1500 nm, 800 nm, 300 nm et 150 nm.**

A partir de l'observation de ces cartographies nous pouvons déjà dire que pour les lignes présentant une empreinte de la surépaisseur, la croissance des grains se fait d'abord dans la surépaisseur et se poursuit dans les tranchées. Dans le cas contraire nous n'observerions pas la signature du surplus de cuivre dans les lignes mais nous observerions la signature des lignes de cuivres dans la surépaisseur, si on la caractérisait après le recuit. C'est ce qu'observe Dubreuil dans le cas d'une surépaisseur réduite à 100 nm [80], ce qui suggère une croissance provenant de la ligne. Ainsi le fait que l'empreinte de la surépaisseur évolue avec la largeur de ligne indique un changement dans le mécanisme de croissance cristalline. Partant de cette hypothèse, le changement de microstructure

s'explique alors facilement puisque tant que la largeur des lignes est supérieure à la taille des grains de la surépaisseur, on aura une structure polycristalline. Une fois en dessous on obtient une structure bambou.

Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution des orientations cristallines. Afin d'avoir un résultat plus quantitatif que l'impression donnée par les cartographies, nous allons comparer l'évolution des figures de pôles. La Figure 4.3 présente les figures de pôles des plans (100), (011) et (111) pour des largeurs de lignes de 1500 nm, 800 nm, 150 nm et 100 nm. Les axes TD et RD correspondent respectivement à l'axe transversal et longitudinal de la ligne.



**Figure 4.3 : Figures des pôles (001), (011) et (111) correspondantes aux analyses en vue de dessus des lignes de largeur 1500 nm, 800 nm, 150 nm et 100 nm. La valeur correspondant au maximum d'intensité des trois figures est donnée pour chaque largeur. On considère qu'un matériau est texturé, c'est-à-dire que l'orientation des grains n'est pas aléatoire et que certaines familles de plan sont majoritairement présentes quand la valeur de  $I_{max}$  est supérieure à 1. Plus une zone est gris foncé et plus le nombre de points correspondant à cette orientation est important. Le noir correspond donc à l'intensité maximum.**

Pour la largeur de 1500 nm, on observe la présence d'une tache noire au centre des figures de pôles (001) et (111) avec un maximum égal à 4. Les orientations (famille de plan parallèle à la surface de l'échantillon) majoritairement présentes sont donc ces deux familles de plan. La couronne observée sur la figure (001), correspond aux plans (001) des grains dont l'orientation est du type (111) ( $54,7^\circ$  entre les plans de la famille (111) et (001). Pour la figure de pôle (111) la couronne observée correspond aux autres plans de la famille (111) dont l'angle entre eux est de  $70,5^\circ$ . Ces deux orientations donnent alors une couronne chacune sur la figure (011). Le fait que l'on observe des couronnes, et non des taches, indique que la direction des grains (orientation des grains dans le plan de l'échantillon) est aléatoire. On appelle ce type de texture une texture de type fibre. Pour cette largeur on obtient une texture très similaire à celle obtenue pour une couche de cuivre.

Les analyses conduites sur les largeurs de 800 nm et 150 nm présentent des figures de pôles semblables mais avec une intensité maximale plus élevée pour 150 nm. L'orientation (111) correspondant au maximum d'intensité est donc plus importante lorsque la largeur diminue, ce que l'on pouvait déjà constater entre la largeur de ligne 1500 nm et 800 nm. L'intensité maximale passait de 4 à 6,2 avec une disparition du pôle central de la figure (001) mais pas de la figure (111). On observe sur les figures (001) et (011) trois couronnes. Celle correspondant à l'orientation (111) et celles correspondantes aux orientations (115) et (001). Ici encore la texture est de type fibre. On commence cependant à observer sur la figure de pôle (011) pour 150 nm de large une discrétisation de la couronne extérieure.

Cette discrétisation se confirme pour les lignes de 100 nm de large avec une disparition des couronnes correspondant à la famille de plans (115). On a donc une texture de fibre qui disparaît,

dans la mesure où la direction des grains n'est plus aléatoire. On observe sur la figure de pôle (111) l'apparition de tâches aux extrémités de l'axe TD en plus de la tache centrale. L'axe TD correspondant à l'axe transversal des lignes cela indique que l'on a des grains orientés (111) selon la surface de l'échantillon mais également selon les flancs des lignes.

En résumé, on constate que pour des lignes larges on obtient une texture (111) de type fibre. Avec la diminution de la largeur des lignes, on obtient une texture (111) de plus en plus forte mais de moins en moins fibre. Enfin pour des lignes de 100 nm de large on constate une texture (111) à la fois selon la surface de l'échantillon mais également selon les flancs des lignes. Cette double texture (111) avait déjà été reportée en 1999 par Vanasupa sur des lignes 375 nm de large de 800 nm de profondeur avec la technique EBSD [57]. Besser la reporte également en 2001 sur des lignes d'environ 400 nm de profondeur mais pour une largeur de ligne allant de 350 nm à 1000 nm pour lesquelles la signature des flancs est très faible [81]. Dans son cas la technique utilisée était la diffraction des rayons-X, et sondait donc tout le volume de la ligne de cuivre, contrairement à la surface pour l'EBSD, ce qui peut expliquer qu'il distingue une orientation (111) selon les flancs même pour des lignes très larges. De plus dans son cas le rapport hauteur/largeur étant plus important que dans le notre peut aussi justifier sa forte sensibilité aux flancs. Il constate comme Vanasupa et dans notre cas une augmentation de cette texture provenant des flancs lorsque la largeur de ligne diminue.

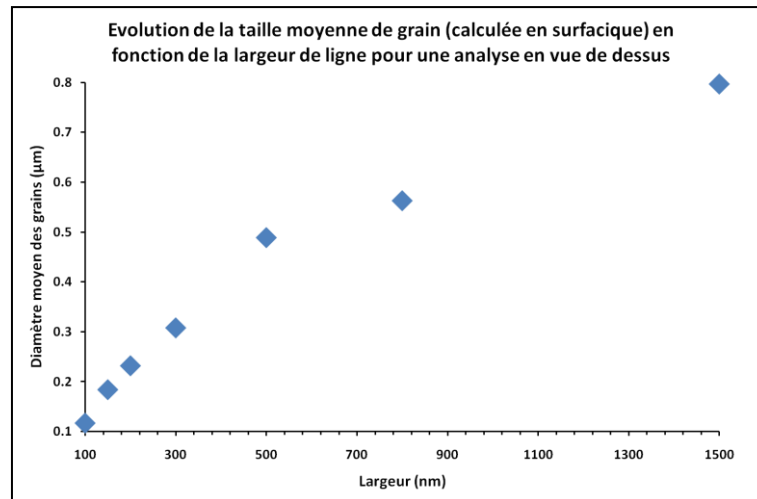
A partir des cartographies et des figures de pôle, on peut donc conclure que la surépaisseur de cuivre déposée a une importance sur la croissance des grains qui diminue avec la largeur des lignes et que l'on observe un effet des flancs des lignes qui augmente quand les lignes deviennent de plus en plus étroites. Ceci s'accompagne d'une texture (111) de plus en plus marquée. On peut noter que cette forte texture (111) correspond à celle de la couche d'accroche de cuivre [66], [82], nous y reviendrons un peu plus loin. Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution de la microstructure c'est-à-dire la taille des grains et les joints de grains, leur densité, leur désorientation, leur type.

#### 4.1.2.1.2 Les grains et joints de grains

Afin de comparer la taille des grains, nous avons choisi de suivre le diamètre moyen des grains en fonction de la largeur des lignes présenté par la Figure 4.4. Pour obtenir le diamètre, chaque grain voit sa surface ramenée à un disque. La moyenne de taille de grain est calculée en surfacique dans le graphique représenté. On peut également obtenir la moyenne calculée en numérique. Les expressions mathématiques des deux types de taille moyenne sont données ci-dessous. La différence entre les deux est que le calcul en surfacique a tendance à augmenter la taille moyenne. Chaque grain voyant son diamètre pondéré par sa surface, les gros grains vont avoir un poids plus important sur la valeur moyenne que les petits grains. En comparaison, le calcul en numérique a tendance à diminuer la taille moyenne puisqu'il attribue le même poids à tous les grains et que pour la même surface il y a plus de petits grains que de gros grains.

$$\overline{x}_{surfacique} = \frac{\sum_{i=1}^N A_i x_i}{\sum_{i=1}^N A_i} \qquad \overline{x}_{numerique} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

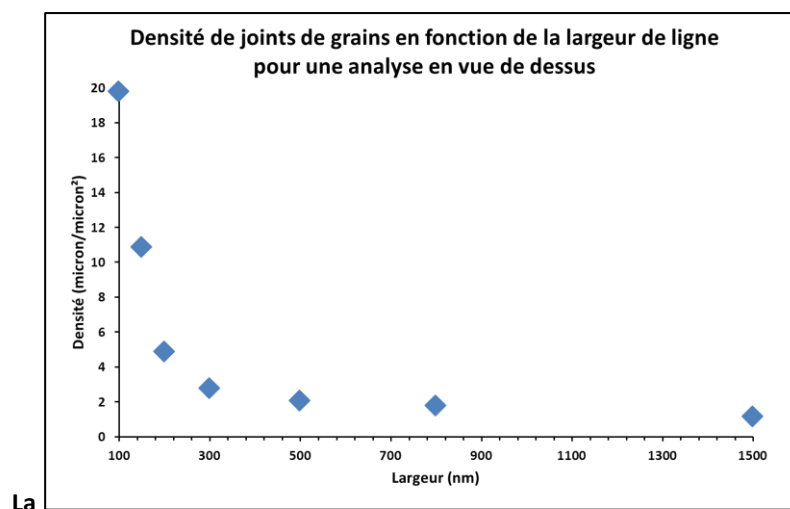
N étant le nombre total de grains,  $A_i$  la surface du grain  $i$  et  $x_i$  le diamètre du grain  $i$ .



**Figure 4.4 : Evolution du diamètre moyen des grains (ramenés à des disques) en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenue par analyse EBSD en vue de dessus. La moyenne est effectuée sur la surface des grains.**

Dans le cas présent bien que les valeurs de taille moyenne soient différentes entre surfacique et numérique (non présenté ici), la tendance en fonction de la largeur de ligne est identique. On observe une diminution de la taille de grains entre 1500 nm et 500 nm avec une première pente puis une diminution plus abrupte, mais qui semble toujours linéaire à partir de 300 nm. Ce changement de pente correspond au changement de structure polycristalline à bambou observé sur les cartographies d'orientation. La diminution de taille de grains à partir de 300 nm et en dessous est donc directement liée à la géométrie des lignes et ne révèle pas de changement de phénomène de croissance comme ce que l'on a pu observer avant.

Dans un second temps, nous nous intéressons aux joints de grains. Il est important de noter que pour ce qui suit les joints de grains particuliers possédant des sites de coïncidences (communément appelés joints de type  $\Sigma N$  où  $1/N$  est la fraction d'atome en coïncidence entre les deux grains) ont été considérés comme des joints de grains normaux. Ainsi les macles, qui correspondent à un joint de type  $\Sigma 3$  sont considérées comme des joints de grains car elles peuvent être considérées comme tel dans le cas de l'électromigration.



**Figure 4.5 présente la densité moyenne de joints de grains en fonction de la largeur des lignes. On observe une densité plutôt stable entre 1500 nm et 500 nm puis une très forte augmentation à**

partir de 300 nm. Les deux régimes sont cohérents avec ce qui est observé sur les tailles de grain, il paraît logique que lorsque la taille de grain diminue on obtienne une quantité de joints de grains plus importante. Ce qui est plus inattendu est que l'augmentation de quantité de joints de grains et donc de densité soit si importante pour les lignes de largeur inférieures à 200 nm. Cette brusque augmentation en comparaison à une densité stable n'est pas compatible avec une évolution de la taille de grain uniquement liée à la géométrie des lignes. Elle est plus cohérente avec deux mécanismes de croissances différents proposés dans la partie précédente.

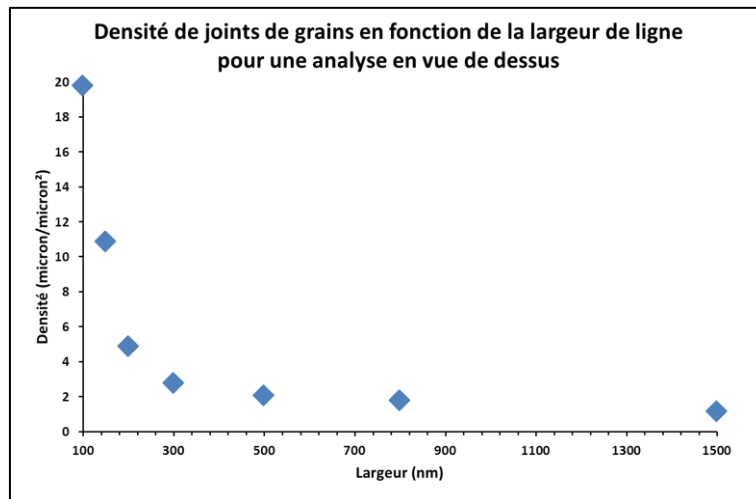


Figure 4.5 : Evolution de la densité moyenne de joints de grains en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenue par analyse EBSD en vue de dessus.

Pour confirmer cela nous nous proposons de regarder l'évolution de la désorientation moyenne, qui permet de rendre compte de l'évolution des types de joints de grains. Nous répartissons les joints de grains en trois types : ceux considérés de faible désorientation (inférieure à 15°), de forte désorientation (comprise entre 15° et 55°) et les macles  $\Sigma 3$  (correspondant à une désorientation de 60°). Les deux graphiques présentés à la Figure 4.6 montrent l'évolution de la désorientation moyenne des joints de grains et de la proportion de chaque type de joint de grain en fonction de la largeur des lignes.

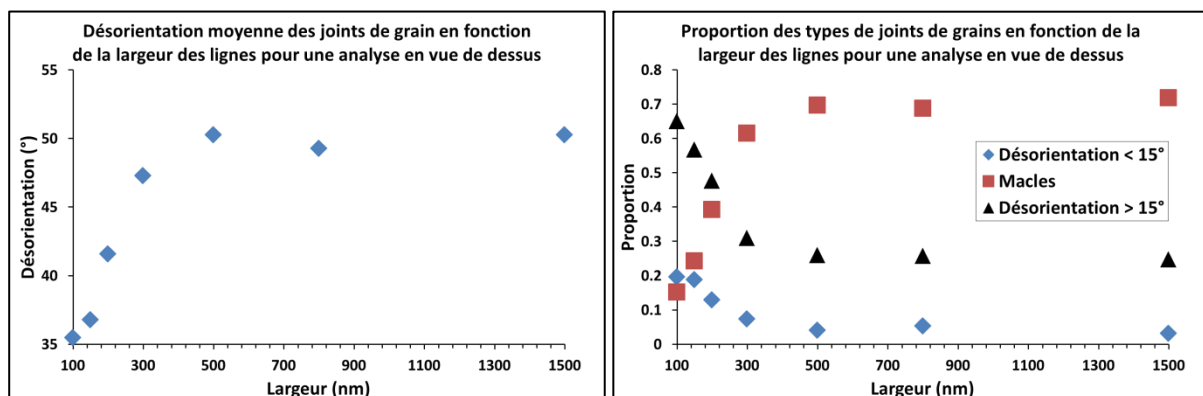


Figure 4.6 : A gauche, désorientation moyenne des joints de grains en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenue par analyse EBSD en vue de dessus. A droite, proportion relative de chaque type de joints de grains en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenus par analyse EBSD en vue de dessus.

On retrouve pour ces deux graphiques deux comportements différents avec un seuil correspondant à une largeur de ligne de 300 nm. Pour la désorientation moyenne on constate un domaine stable entre 1500 nm et 500 nm puis une chute de la désorientation moyenne de 50° à 35° entre 500 nm et 100 nm. Si on regarde les types de joints de grains, on comprend que cette chute provient d'une part d'une baisse de la proportion de macles qui évolue de 70% à 15% entre 500 nm et 100 nm au profit majoritairement des joints de grains de forte désorientation dont la proportion augmente de 25% à 65% sur la même plage de largeur. La proportion de joints de grains de faible désorientation augmente également passant de 4% à 20%. Ce brusque changement de proportion des types de joints de grains en dessous de 500 nm peut être traduit par un matériau présentant une plastification plus importante. En effet le cuivre est un matériau qui a tendance à beaucoup macler comme on peut le voir avec la très forte proportion de macle pour des lignes de 1500 nm néanmoins ces macles permettent de garder de bonnes propriétés électriques et mécaniques. La baisse de proportion de ces macles au profit de joints de grains classiques va donner un matériau plus résistif électriquement et moins solide d'un point de vue mécanique avec un niveau de contraintes et une quantité de défauts plus importants. On peut d'ailleurs relever cette augmentation de la contrainte résiduelle lorsque la largeur diminue dans la littérature [83] pour une barrière en nitrure de titane. On peut donc dire que la qualité du cuivre obtenu après le recuit est influencée par la largeur des lignes. Le phénomène de croissance des grains et de déplacement des joints de grains semble donc différent en fonction de la largeur des lignes.

Nous avons vu lors de notre étude sur l'évolution de la texture que Besser obtenait une texture (111) selon la surface et les flancs des lignes même pour des lignes larges du fait que la technique utilisée lui permettait de sonder le volume entier de la tranchée. L'EBSD ne nous permettant pas d'avoir accès aux flancs de la ligne par sa forte sensibilité à la surface, il nous semble judicieux de compléter cette étude, sur l'effet de la dimension des lignes sur la microstructure, par une analyse en coupe longitudinale de façon à avoir accès à ce qui se passe à l'intérieur de la tranchée et pas seulement en surface.

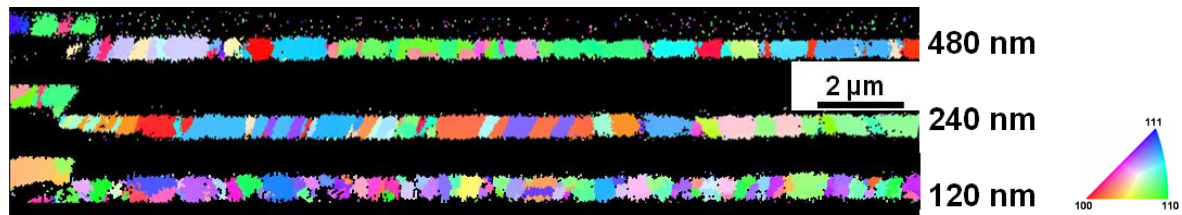
### **4.1.2.2 Evolution en coupe**

Au contraire des analyses en vue de dessus où il était possible d'obtenir de grandes surfaces à caractériser, la caractérisation en coupe demande plus de temps de préparation et ne permet pas d'obtenir un réseau de lignes à analyser. Nous avons choisi de caractériser une ligne en coupe sur environ 20 µm de long pour chaque largeur de ligne.

#### **4.1.2.2.1 Cartographies d'orientation**

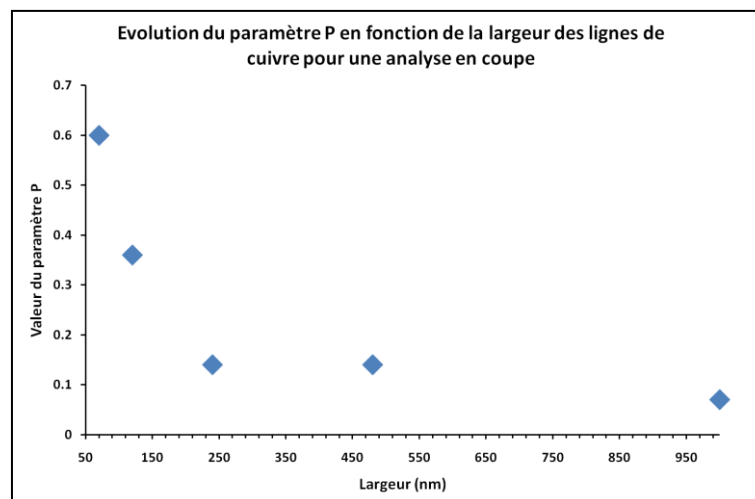
Contrairement aux analyses en vue de dessus, nous ne montrerons pas ici de figures pôles car la statistique n'est pas assez importante pour que les figures soient aussi faciles à lire que précédemment. Néanmoins, on peut noter que l'on retrouve la même tendance en ce qui concerne la texture (111) en provenance des flancs pour les lignes de 120 nm et 70 nm de large.

En revanche nous pouvons obtenir une information qualitative sur la microstructure à partir des cartographies d'orientations. La Figure 4.7 présente les cartographies d'orientations pour les coupes des interconnexions de largeurs 480 nm, 240 nm et 120 nm, l'amenée de courant et le via sont sur la gauche comme sur la Figure 4.1.



**Figure 4.7 : Cartographies d'orientations de coupes d'interconnexions selon la normale à l'échantillon.**

Les interconnexions de 480 et 240 nm présentent toutes les deux une microstructure majoritairement colonnaire : un grain occupe toute l'épaisseur de la ligne. Le fait que les grains soient colonnaires pour les lignes larges indique que la surépaisseur a transmis son orientation jusqu'au fond de la ligne. On observe cependant quelques endroits où plusieurs grains occupent l'épaisseur de la tranchée. L'interconnexion de 120 nm de large présente par contre des grains d'une part plus petits (nous quantifierons cela dans la partie suivante) et une proportion de zones polycristallines plus importante. On constate ici un changement de la microstructure entre 240 et 120 nm contre 300 nm pour l'étude en vue de dessus. Afin de quantifier cette évolution, nous avons défini le paramètre P qui correspond à la proportion linéique de zone polycristalline, mesurée sur les cartographies d'orientation. La Figure 4.8 présente le graphique d'évolution de ce paramètre en fonction de la largeur des lignes.

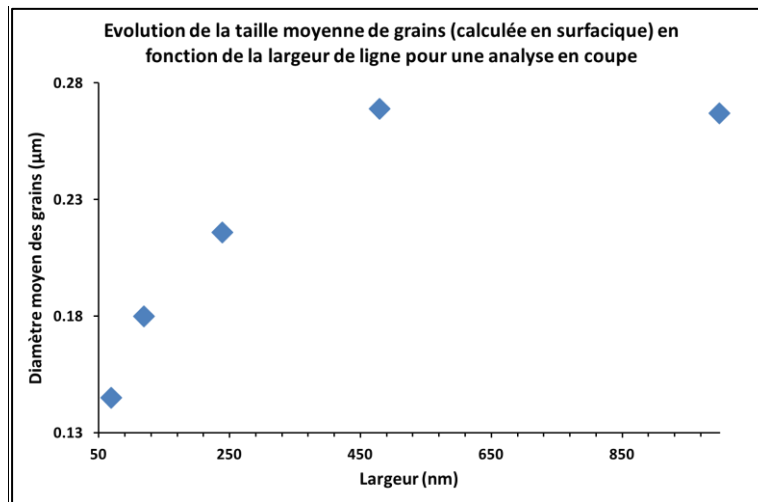


**Figure 4.8 : Evolution du paramètre P, représentant la proportion de zone polycristalline en fonction de la largeur des lignes.**

On retrouve dans ce graphique un comportement similaire à celui de l'évolution de la densité de joints de grains en vue de dessus avec un changement de pente aux environs de 250 nm dans les deux cas. Ceci est cohérent dans la mesure où une proportion de zones polycristallines plus importante signifie également plus de joints de grains. Ceci montre que l'augmentation de densité de joints de grains est vraie à la fois en vue de dessus mais aussi en coupe. Il est intéressant de noter que l'évolution de la microstructure est ici inverse à celle observée en vue de dessus. La microstructure polycristalline est obtenue pour des lignes très étroites alors qu'en vue aérienne elle l'est pour des lignes très larges. Nous allons maintenant, pour compléter ces observations, nous intéresser à la taille de grains et aux joints de grains.

#### 4.1.2.2.2 Les grains et joints de grains

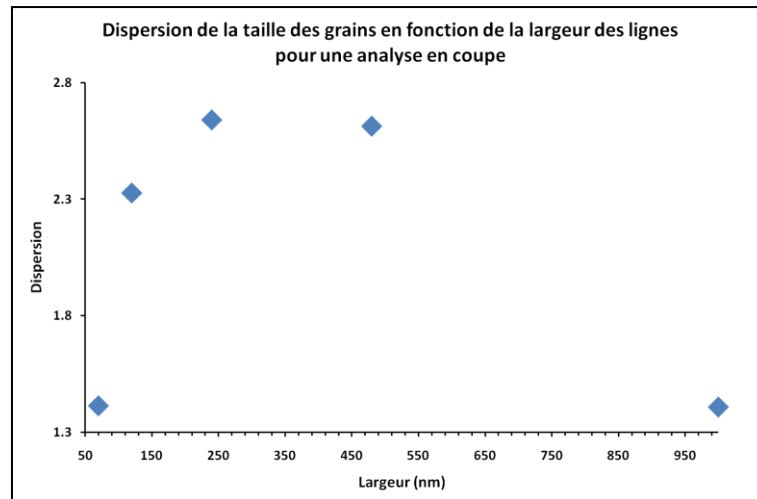
La Figure 4.9 présente le graphique d'évolution de la taille de grains, calculée en surfacique comme dans la partie précédente. On note la présence d'un plateau entre 1000 et 480 nm où la taille de grains n'évolue presque pas puis une diminution importante jusque 70 nm.



**Figure 4.9 : Evolution du diamètre moyen des grains (ramenés à des disques) en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenue par analyse EBSD en coupe. La moyenne est effectuée sur la surface des grains.**

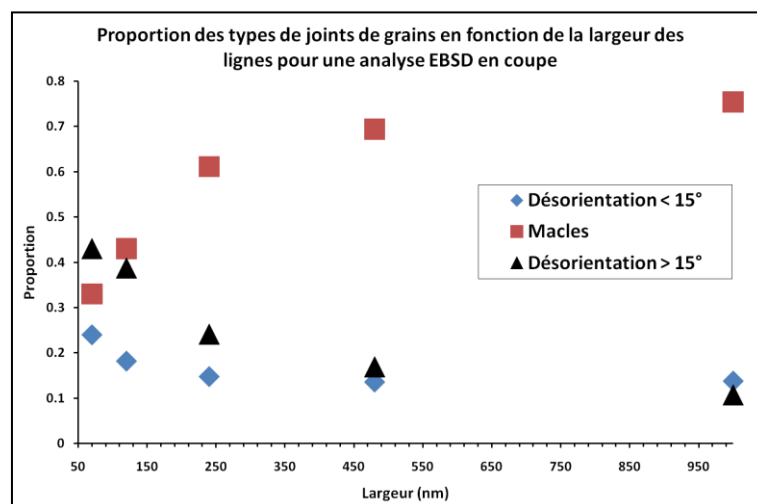
Dans ce cas, on ne peut pas attribuer la diminution de la taille de grains à un confinement puisqu'en regardant selon la coupe longitudinale, la hauteur de ligne est constante. On en déduit qu'un premier mécanisme permet d'obtenir des gros grains colonnaires et qu'un deuxième est responsable de la diminution de taille de grains et de l'augmentation du paramètre P.

Jusqu'ici, tous les paramètres que nous avons regardés présentaient deux régimes avec un seuil entre 200 et 300 nm aussi bien sur les cartographies que sur les graphiques présentés. On serait donc tenté de penser qu'un mécanisme de croissance intervient sur le premier régime et un autre dans le second. Le graphique présenté par la Figure 4.10 nous permet de trancher sur ce point. Il représente la dispersion de la taille de grains en fonction de la largeur des lignes à partir des analyses en coupe. Cette dispersion est quantifiée en faisant le rapport de la taille moyenne de grains calculée en surfacique et de son homologue calculé en numérique. Plus il y aura d'écart entre les grains les plus petits et les grains les plus gros et plus ce rapport sera important. Le graphique montre que la dispersion augmente de 1,4 à 2,6 entre 1000 nm et 480 nm, reste constante jusque 240 nm, puis diminue pour arriver à 1,4 pour une largeur de ligne de 70 nm. Nous pensons que l'augmentation de la dispersion correspond à une présence des deux mécanismes de croissance simultanée : l'un ayant tendance à donner des gros grains et l'autre des grains plus petits. Pour les largeurs extrêmes (1000 nm et 70 nm) un seul des deux mécanismes est présent permettant d'obtenir des gros grains ou des petits grains mais avec une distribution moins étendue.



**Figure 4.10 : Dispersion de la taille des grains en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenue par analyse EBSD en coupe. La dispersion est quantifiée en faisant le rapport entre la taille moyenne de grain calculée en surfacique et en numérique.**

Pour finir sur la caractérisation en coupe, après avoir étudié l'évolution de la taille de grain, de leur dispersion ainsi que de la densité de joints de grains (à travers le paramètre P), nous avons comparé la proportion des types de joints de grains en coupe en fonction des largeurs de ligne. Le graphique correspondant est présenté à la Figure 4.11. On peut observer la même tendance qu'en vue de dessus avec une diminution de la proportion de macles et une augmentation pour les autres types de joints de grains en dessous de 500 nm. Les écarts des différentes proportions entre les largeurs extrêmes sont par contre moins élevés qu'en vue de dessus et bien que l'on obtienne une proportion majoritaire de joints de grains de forte désorientation, la proportion de macles reste importante : 0,43 et 0,33 respectivement contre 0,65 et 0,15 en vue de dessus pour 100 nm de large. Ainsi, bien que la qualité du cuivre se dégrade dans l'épaisseur selon la même tendance qu'en vue de dessus, on garde en comparaison une proportion plus importante de grains maclés dans l'épaisseur.



**Figure 4.11 : Proportion relative de chaque type de joints de grains en fonction de la largeur des lignes de cuivre obtenues par analyse EBSD en coupe.**

Nous avons consacré cette partie à l'évolution des paramètres de la microstructure et de la texture en fonction de la largeur des lignes, largeur qui diminue avec l'avancement des nœuds technologiques. Nous avons alors noté aussi bien en caractérisant nos échantillons en vue de dessus

qu'en coupe, que deux régimes de croissance de grains étaient présents dont la largeur de ligne de transition était située entre 200 et 300 nm selon les paramètres considérés.

L'évolution des figures de pôles associée à ce qui a été observé dans la littérature nous amène à conclure à l'existence de deux mécanismes de croissance pour expliquer ces deux régimes. L'évolution de la dispersion de la taille des grains nous a renseignés sur le fait que l'un de ces deux mécanismes était majoritaire pour les lignes très larges ou très étroites et qu'ils étaient en compétition pour les largeurs intermédiaires. La croissance des grains a lieu durant la phase de recuit (180°C durant 90 s dans notre cas). On le constate par la baisse de résistivité après le recuit ainsi que par les analyses EBSD montrant un matériau presque amorphe avant le recuit et un matériau fortement texturé polycristallin après le recuit.

Avant de continuer sur les mécanismes de croissance cristalline que nous proposons, il est intéressant de noter que, malgré la statistique limitée de l'analyse en coupe, les tendances que l'on observe pour chaque paramètre sont aussi marquées qu'en vue de dessus. Ceci appuie donc notre hypothèse de deux mécanismes de croissance différents dont on retrouve par conséquent la signature même sur des zones d'observation limitées. Pour être réellement complet il aurait fallu également réaliser cette étude pour des coupes transversales mais nous considérons que ces deux angles de vues étant cohérents une vue transversale n'aurait pas apporté plus d'informations pour expliquer le phénomène de croissance.

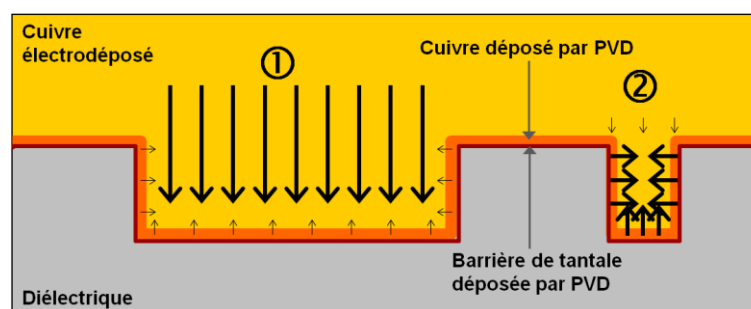
### ***4.1.2.3 Proposition d'un mécanisme de croissance en fonction de la largeur des lignes de cuivre durant l'étape de recuit***

Dans la littérature, on peut trouver d'autres études portant sur l'effet de la largeur de ligne sur la microstructure [84], [85], l'effet de la température [84], [86], [87] et de la surépaisseur de cuivre [80], [88], [89]. La majorité de ces études utilisent la microscopie électronique en transmission et l'imagerie ionique pour caractériser la microstructure, délaissant l'information sur la texture. La plupart s'intéresse surtout à corrélérer la résistivité des lignes avec la taille des grains en essayant d'améliorer la croissance afin de diminuer la résistivité et en conséquence d'améliorer les performances des interconnexions.

Parmi ces travaux, on peut noter les travaux de Dubreuil [80], [89] qui, en diminuant la surépaisseur de cuivre avant le recuit (200 nm au lieu de 560 nm) observe une forte augmentation de la texture (111) sur une zone ne présentant pas de tranchée (couche uniforme). Il observe également qu'en diminuant la surépaisseur de 560 nm à 100 nm, les grains sont très petits au dessus du diélectrique (épaisseur de cuivre de 100 nm) et beaucoup plus gros au dessus des tranchées de 5,6  $\mu\text{m}$  de large (épaisseur de cuivre de 100 nm + 160 nm d'épaisseur de tranchée). Cet effet n'est pas visible pour des lignes de 70 nm de large où la couche de cuivre présente des grains de taille uniforme aussi bien au dessus du diélectrique qu'au dessus des tranchées. Il observe donc le même comportement que nous constatons au niveau des lignes mais en faisant varier la surépaisseur. Il observe également une interconnexion de 90 nm de large en coupe longitudinale avec une surépaisseur de cuivre variable de 560 nm ou de 50 nm. En diminuant l'épaisseur, il constate que les grains sont plus gros à l'intérieur de la ligne et présentent beaucoup plus de macles. De plus la microstructure entre la ligne et la surépaisseur est identique alors que pour 560 nm on peut identifier une microstructure avec de très gros grains pour la surépaisseur et une autre présentant de très petits grains dans la tranchée. Il constate un effet bénéfique de cette diminution de la surépaisseur sur les performances électriques des interconnexions mais ne propose pas d'explication.

Il est également intéressant de discuter les travaux de Carreau et Maitrejean [85], [86], [88]. Ils observent la même évolution de taille de grains en fonction de la largeur, observée en coupe, pour deux conditions de recuit. Ils s'intéressent à optimiser la croissance des grains dans les petites lignes afin de limiter l'augmentation de résistivité. Cette augmentation a deux origines. D'une part la diffusion des électrons sur les flancs, résultant du confinement lorsque l'on diminue les dimensions qui s'approchent du libre parcours moyen de ces particules. D'autre part de la réflexion des électrons sur les joints de grains qui augmente du fait que la densité de joints de grains augmente avec la taille de grain qui diminue. L'explication donnée pour expliquer la taille de grain plus petite pour les petites lignes est que les grains de la surépaisseur pénètrent moins profondément la ligne lorsque sa largeur diminue. Un modèle de croissance à deux dimensions est proposé pour confirmer cette hypothèse. Ce modèle est basé sur la minimisation d'énergie totale des joints de grains. L'exemple de simulation montré dans cette étude permet de rendre compte du fait que les grains de la surépaisseur pénètrent plus ou moins facilement la tranchée, ce qui explique l'empreinte de la surépaisseur que nous avons discutée plus haut mais ne rend pas compte de l'évolution de la texture ni de la présence de deux mécanismes de croissance compétitifs.

Le mécanisme de recristallisation durant la phase de recuit (180°C, 90 s dans notre cas) que nous proposons est présenté Figure 4.12. Deux mécanismes de croissance sont identifiés. L'un dont le front de croissance des grains provient de la surépaisseur pour imposer son orientation dans la tranchée (mécanisme 1) et l'autre dont le front de croissance provient de la couche d'accroche préférentiellement (111) selon la normale à sa surface (mécanisme 2). Nous supposons que ces deux mécanismes sont toujours en présence avec un poids plus ou moins important. Dans le cas des lignes larges la croissance des grains se fait d'abord dans la surépaisseur dont le front va atteindre le fond de la ligne mais les flancs de la ligne vont imposer leur orientation selon le mécanisme 2. Ceci explique la signature des flancs observée par Besser en diffraction aux rayons X même pour des lignes de un micron de large et explique que l'on retrouve l'empreinte de la surépaisseur sur plusieurs lignes. On a donc une compétition entre la surépaisseur et les flancs de la ligne mais pas entre la surépaisseur orientée principalement (001) et (111) et le fond de ligne orienté majoritairement (111).



**Figure 4.12 : Schéma présentant les deux mécanismes de croissance cristalline en fonction de la largeur des lignes. Les flèches noires représentent le front de croissance.**

Pour les lignes étroites, on a d'une part une difficulté pour les grains de la surépaisseur de pénétrer dans la tranchée du fait que les grains de cette dernière sont beaucoup plus grands que la largeur contrairement au cas précédent. Ainsi c'est le mécanisme 2 qui devient prépondérant. Il y a alors une compétition entre le front de croissance provenant du fond de la ligne et ceux provenant des flancs. Ceci explique les figures de pôles que l'on obtient pour les lignes de largeur inférieures à 150 nm et est cohérent avec les figures de pôles obtenues par Besser et Vanasupa. De plus ce deuxième mécanisme explique le fait que l'on obtienne un maillage relativement important des

grains vue en coupe mais que l'on n'observe pas en vue de dessus. Les fronts de croissance venant des flancs et du fond de la ligne, nous pensons qu'une relation de macles entre deux grains dans l'épaisseur peut apparaître. Ce maillage ne serait pas visible en surface et serait en cohérence avec nos observations.

Enfin pour les largeurs intermédiaires il y a compétition entre les deux mécanismes expliquant la dispersion importante de la taille de grain dans l'épaisseur : on obtient à la fois des gros grains par le front de croissance provenant de la surépaisseur et des petits lorsque le front provenant de la couche d'accroche prend le dessus localement.

Cette proposition de deux mécanismes permet d'expliquer nos résultats, ainsi que ceux observés dans la littérature. Cela explique que pour des lignes étroites la structure finale soit plus homogène puisque l'on diminue la compétition pour favoriser un seul mécanisme. Il faudrait maintenant pouvoir implémenter ce modèle dans un outil de simulation afin de le comparer aux résultats expérimentaux et de pouvoir définir quels sont les paramètres qui régissent la compétition entre les deux mécanismes. Nous pouvons dire que la largeur des lignes a une influence ainsi que la dimension de la surépaisseur. Serait-ce le rapport entre les deux qui permettrait de prédire lequel des deux mécanismes est majoritaire ? Est-ce que cela dépend également du facteur d'aspect de la tranchée ? Nous avons pu observer la double texture (111) pour des lignes de 100 nm de large (et en dessous) et pour 130 nm de hauteur soit un facteur d'aspect de 0,76 alors que Vanasupa l'observe pour des lignes de 350 nm de large et de 800 nm de hauteur soit un facteur d'aspect de 0,44. Il y a donc plusieurs dimensions géométriques à considérer pour pouvoir prédire quelle sera le mécanisme de croissance qui sera prépondérant et donc prédire quelle sera la microstructure et la texture du cuivre. Des modèles de simulation existant permettent déjà de prédire la microstructure en fonction de la dimension de la surépaisseur [90] mais des développements sont nécessaires pour intégrer les aspects textures et également la dépendance en température. Il sera alors possible de connaître les propriétés structurales du matériau de l'interconnexion pour des conditions de procédés données par simulation.

Maintenant que nous avons caractérisé l'évolution des paramètres microstructuraux du cuivre avec la largeur des lignes, nous allons étudier l'incidence de cette variation de dimension sur la résistance des interconnexions face à l'électromigration.

### **4.1.3 Effet de la géométrie sur l'électromigration**

D'après les préconisations de l'ITRS<sup>17</sup> (source de 2007), bien que le courant maximum autorisé à passer dans les interconnexions diminue, cela ne permet pas de compenser la diminution de la section des interconnexions. Il en résulte que la densité de courant augmente à chaque nœud technologique. Cette augmentation ne permet pas à elle seule d'expliquer la durée de vie moyenne de plus en plus courte des interconnexions lorsque l'on modifie la dimension des lignes. Pour s'en convaincre, nous avons effectué des tests d'électromigration à densité de courant et température constante pour différentes largeurs de lignes : 1000 nm, 480 nm, 240 nm, 120 nm et 70 nm provenant du même substrat.

#### **4.1.3.1 Résultats des tests électriques**

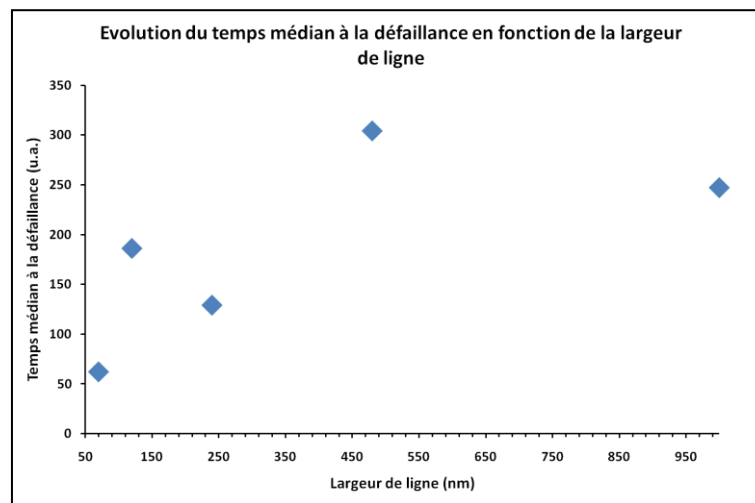
Pour les cinq largeurs de lignes caractérisées par EBSD en coupe, une caractérisation électrique par test d'électromigration a également été effectuée. Afin de pouvoir comparer aisément les résultats,

---

<sup>17</sup> ITRS : International Technology Roadmap for Semiconductors

nous avons des conditions de vieillissement identiques pour chaque largeur à savoir une température de test de 300°C et une densité de courant de 22 mA/μm<sup>2</sup>. Pour chaque échantillon, on obtient une courbe d'évolution de la résistance en fonction du temps permettant de suivre l'évolution de la (ou des) cavité(s). Le critère de défaillance a été pris pour chaque largeur comme correspondant au saut de résistance (moment où la conduction se fait par la barrière de tantale au niveau de la cavité). Seize échantillons ont été caractérisés pour chaque largeur afin d'obtenir une distribution des temps à la défaillance et d'en tirer le temps médian.

L'évolution des temps médian à la défaillance est présentée Figure 4.13. Le faible nombre d'échantillons peut expliquer que la tendance observée soit discontinue. L'épaisseur des lignes étant constante, nous pouvons tracer l'évolution du temps médian à la défaillance directement en fonction de la largeur de lignes puisque la section y est proportionnelle.



**Figure 4.13 : Evolution du temps médian à la défaillance en fonction de la largeur de ligne de cuivre pour une densité de courant constante de 22 mA/μm<sup>2</sup> et une température de 300°C.**

On constate une tendance à augmenter fortement le temps moyen à la défaillance avec la largeur de ligne. Cette tendance est attendue puisque lorsque l'on diminue la largeur, le volume de la cavité nécessaire pour obtenir une défaillance diminue également. La densité de courant étant constante, le temps pour obtenir une défaillance décroît aussi. Si l'on regarde la dépendance du temps médian à la défaillance d'après la loi de Black présentée par l'Equation 4.1, on peut en déduire ce qui peut être à l'origine de cette évolution. La densité de courant étant constante ainsi que la température, nous avons deux possibilités : le phénomène d'électromigration varie avec la largeur de ligne ( $E_a$  et  $n$  différents) et/ou les caractéristiques de la structure évoluent avec la largeur (évolution du pré-facteur  $A$ ).

$$T_{median} = Aj^{-n} \exp\left(\frac{E_a}{k_b T}\right)$$

**Equation 4.1 : Loi empirique de Black.**  $j$  est la densité de courant,  $T$  la température,  $E_a$  l'énergie d'activation du phénomène d'électromigration, rendant compte du chemin de diffusion préférentiel,  $n$  le facteur d'accélération en courant,  $k_b$  la constante de Boltzmann, et  $A$  une constante rendant compte des paramètres géométriques de ligne de métal ainsi que des paramètres structuraux [91].

Expérimentalement, on mesure des valeurs de  $E_a$  et  $n$  constantes ( $E_a$  de 0,9 eV et  $n$  de 1) lorsque l'on fait varier la largeur des lignes [1]. Il ne reste donc que le pré-facteur  $A$  qui rend compte des aspects

géométriques et structuraux. L'énergie d'activation de 0,9 eV correspond à une diffusion à l'interface supérieure. En supposant, en première approximation, un flux de matière constant et isotrope pour que la cavité atteigne les flancs de la ligne (correspondant au critère de défaillance), on obtient une évolution du temps à la défaillance en fonction du carré de la largeur des lignes. L'évolution présentée à la Figure 4.13 ne présente pas cette dépendance en carré de la largeur. A partir de cette observation, on en déduit que l'aspect géométrique seul ne suffit pas à expliquer l'évolution des temps médian à la défaillance en fonction de la largeur des lignes. Il reste donc comme explication l'évolution des paramètres structuraux qui a fait l'objet de la partie précédente.

Avant de conclure cette partie sur les liens possibles entre l'évolution du temps médian à la défaillance et l'évolution des propriétés structurales du cuivre avec la largeur des lignes, nous allons commenter quelques unes des courbes de résistance obtenues suite aux tests d'électromigration.

### **4.1.3.2 Discussion sur les courbes de résistance**

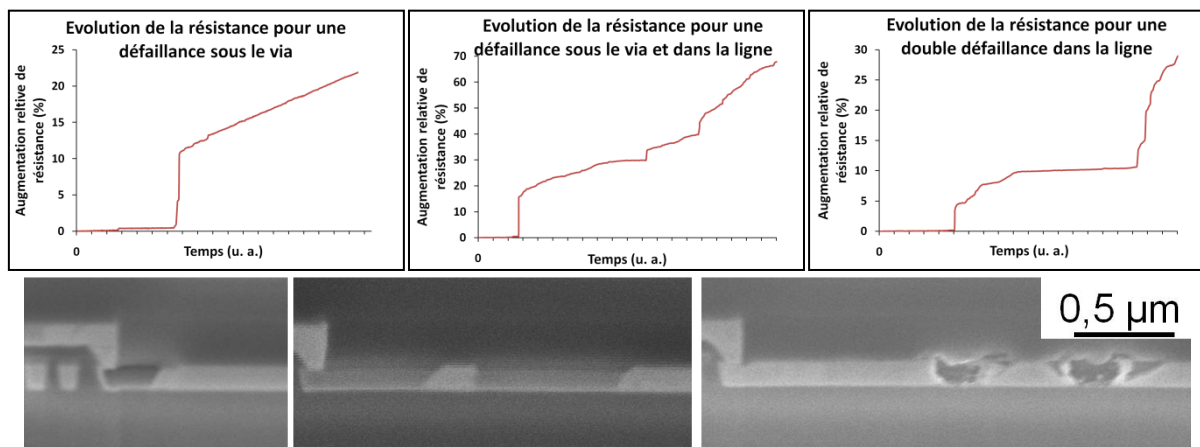
Suite aux tests d'électromigration effectués pour les cinq largeurs de ligne, des observations en coupe en microscopie électronique à balayage ont été réalisés. La Figure 4.14 présente quelques exemples de courbes de résistances que l'on peut obtenir avec l'image électronique de la coupe associée. Ces images nous donnent l'état final des cavités au moment de l'arrêt du test mais ne nous donnent pas accès à leur historique. Les courbes de résistance donnent par contre une information temporelle sur l'évolution des cavités.

La première courbe correspond à une cavité sous le via. On peut relever la valeur d'augmentation de résistance au niveau du saut d'environ 11% puis une croissance constante de la résistance. L'image électronique nous montre une cavité sous le via. On en déduit que la cavité s'est créée sous le via générant le saut de résistance puis vient la phase de croissance le long de la ligne correspondant à la phase linéaire de la courbe.

La deuxième courbe présente également un premier saut de résistance mais ici de 15% suivi par une phase d'augmentation constante. On observe ensuite une phase stable puis un saut d'environ 5% suivi d'une autre phase d'augmentation de pente égale à la première phase d'augmentation. Enfin on observe un deuxième saut de 5% puis une phase de croissance linéaire mais de pente plus élevée que précédemment. L'observation de la coupe nous renseigne sur l'existence de deux cavités à la fin du test, une sous le via et une dans la ligne. Les deux cavités expliquent la pente plus élevée puisque deux fronts de croissance coexistent. La cavité sous le via correspond au premier saut de résistance et l'un des deux autres sauts correspond à la cavité dans la ligne. La présence de ces deux sauts peut correspondre à l'apparition de deux cavités ou à une cavité apparaissant dans la ligne et à une croissance par consommation de grain de la cavité sous le via. Un grain est consommé par l'interface supérieure ne générant pas d'augmentation de résistance (phase stable de la courbe) puis lorsque le grain est entièrement consommé, la barrière assurant la conduction génère un saut de résistance. On remarque que dans ce cas plusieurs historiques sont possibles en partant de la courbe de résistance expliquant l'observation en imagerie électronique.

Pour finir la courbe du troisième exemple présente un premier saut de résistance de 5%. On observe ensuite une courte phase de croissance puis un plateau puis un deuxième saut de 5% d'augmentation de résistance et enfin une augmentation plus abrupte. Comme on peut s'y attendre à partir des deux sauts de la courbe de résistance, l'image électronique de la coupe présente deux cavités dans la ligne. Le plateau peut correspondre à une phase où le cuivre déplacé par la croissance d'un grain n'occupant pas toute l'épaisseur rebouche le second. On obtient dans ce cas un flux de matière qui n'est pas accompagné d'une augmentation de conduction par la barrière et ne donne

pas d'augmentation de résistance. Quand la cavité débouche on obtient un deuxième saut de résistance. L'accélération de la croissance correspondant à la pente plus importante peut venir d'une croissance des deux cavités simultanée comme dans le cas précédent.



**Figure 4.14 : Courbes de résistance en fonction du temps pour différents cas de figures. En premier, une cavité sous le via, en second une cavité sous le via et dans la ligne et enfin deux cavités dans la ligne. Les images électroniques en coupe correspondantes sont visibles à côté de chaque courbe de résistance, l'échelle est identique pour les trois images. La largeur des lignes est de 70 nm.**

On peut constater à partir de ces trois exemples que nombreux sont les cas de figures que l'on peut obtenir concernant le nombre de cavités, leur localisation et leur cinétique de croissance. Cette diversité montre que le phénomène d'électromigration est complexe et non prédictible. C'est donc un phénomène statistique suggérant ainsi un lien avec les paramètres structuraux du cuivre. Néanmoins on peut signaler que les courbes de résistance permettent d'accéder à la localisation des cavités avec la valeur des sauts de résistance (5% correspond à une cavité dans la ligne, 10% et plus sous le via), le nombre de cavités à partir du nombre de sauts et la cinétique de croissance en analysant l'évolution de la résistance (pente plus ou moins forte, plateau). Afin que cette analyse soit aussi pertinente que possible il est cependant nécessaire d'effectuer des coupes pour confirmer les hypothèses émises. On peut alors, par comparaison avec une bibliothèque de courbes et de coupes suffisantes, suivre l'évolution de la (des) cavité(s) lors de nouveaux tests de vieillissement accéléré sans avoir recours à l'imagerie électronique.

#### 4.1.4 Premier lien entre microstructure et électromigration

Dans cette partie, nous avons caractérisé l'évolution de la structure cristalline du cuivre avec la largeur des lignes de métal. Nous avons ensuite pu constater que l'évolution du temps médian à la défaillance en fonction de la largeur des structures de test ne pouvait pas être expliquée uniquement par l'évolution du volume de matière correspondant à la défaillance avec la largeur des lignes. L'évolution de la microstructure et de la texture est alors nécessaire pour expliquer cette variation de fiabilité. L'analyse de quelques courbes de résistance en fonction du temps a également permis de se rendre compte de la complexité du phénomène d'électromigration et de son caractère statistique que l'on peut relier encore une fois aux paramètres structuraux du cuivre.

Nous pouvons maintenant, au regard de ces premiers résultats, mettre en lumière les paramètres morphologiques du cuivre qui pourraient expliquer l'évolution de la résistance des lignes de cuivres face à l'électromigration selon leur largeur.

L'évolution de la texture avec la largeur pourrait expliquer en partie l'évolution du temps médian à la défaillance. Le fait que l'on n'ait pas d'augmentation entre 480 nm et 1000 nm pourrait laisser penser que les grains d'orientation (001) soient favorables à une croissance de cavité rapide expliquant alors la stabilisation du temps à la défaillance. Pour confirmer cela il faudra une caractérisation électrique dans les mêmes conditions pour une ligne plus large, la texture évoluant peu au-delà de un micron de large. Une autre manière de raisonner est de dire que la texture (111) favorise la croissance des cavités puisqu'elle est liée à une diminution du temps médian à la défaillance. Cette conclusion a été observée par Mirpuri qui constate la présence d'un grain orienté (111) à proximité de la cavité [64] pour des échantillons mono-niveaux. Nous verrons dans le chapitre suivant que nous n'observons pas cette dépendance.

La seconde explication pourrait provenir de l'évolution de la taille de grains et du changement de microstructure. L'évolution de la taille de grain en coupe est similaire à celle du temps médian à la défaillance. L'évolution de la taille de grain en vue de dessus étant directement liée à la géométrie de la ligne, elle ne nous intéresse pas ici. Pour cette piste également nous verrons dans le prochain chapitre que le lien entre taille de grain et temps à la défaillance n'est pas forcément établi bien que l'on note la présence dans la littérature de travaux le signalant. On peut citer les travaux de Zhang [75] qui modifie la taille des grains en modifiant le courant durant la phase d'électrodéposition. Il observe qu'une taille de grain plus petite donne un temps médian à la défaillance plus court.

Enfin la dernière participation que l'on peut supposer provient de l'évolution des joints de grains (densité et proportion des types de joints de grains). Nous avons relevé une forte augmentation de la densité de joints de grains accompagnée d'une proportion de joints de grains à forte désorientation plus élevée et une proportion de macles plus faibles, correspondant à une structure cristalline moins stable et plus contrainte que pour les lignes larges. Dans cet esprit on peut citer à nouveau les travaux de Dubreuil [80] qui constate une augmentation du temps médian à la défaillance d'un facteur deux, sans changement sur l'énergie d'activation, pour une surépaisseur de cuivre réduite à 200 nm, au lieu de 560 nm. Il ne caractérise pas la taille de grains et attribue cette amélioration à une meilleure stabilité de la structure cristalline présentant moins de défauts et de lacunes ainsi qu'une texture (111) plus forte. Ainsi la qualité de la structure cristalline peut expliquer la forte diminution du temps médian à la défaillance lorsque l'on diminue la largeur des lignes. Elle n'explique cependant pas pourquoi il se stabilise au-delà de 480 nm.

L'explication est liée à un changement de localisation du lieu de défaillance durant le phénomène d'électromigration. Pour les lignes larges, les observations électroniques des coupes et les courbes de résistances montrent que les cavités ont fortement tendance à se créer au niveau du bout de la cathode pour croître sous les vias. Dans ce cas, la distance que le front de croissance doit parcourir pour qu'il y ait défaillance ne dépend plus de la largeur des lignes. Il y a donc également un changement de la localisation des cavités en fonction de la largeur des lignes. On peut attribuer ce changement au fait que pour les lignes larges la microstructure étant polycristalline, il est plus facile pour les lacunes de se déplacer sur de grandes distances par le réseau de joints de grains lorsque l'on applique un courant. Ces lacunes vont alors s'accumuler au bout de la ligne pour faire naître la cavité.

Cette première comparaison entre l'évolution du temps médian à la défaillance et l'évolution des paramètres structuraux des lignes de cuivre en fonction de la largeur permet d'émettre des hypothèses de dépendance entre l'électromigration et la structure du cuivre. Elle montre également

la complexité du phénomène d'électromigration due à sa dépendance à la fois en fonction des dimensions et également de la microstructure et de la texture qui elles aussi dépendent de la largeur. Il en résulte que le phénomène d'électromigration ne présente pas le même comportement pour des lignes étroites et pour des lignes larges.

Dans la partie suivante, nous allons nous intéresser à l'environnement de la cavité peu après son apparition. Pour cela nous allons caractériser par EBSD les coupes longitudinales d'interconnexions pour en tirer des informations sur le cuivre présent autour des cavités.

#### **4.2 Caractérisation locale de l'environnement de la cavité**

Dans cette partie nous avons effectué des tests de vieillissement sur des interconnexions de 70 nm de large afin de tester le niveau Métal 1 seul (amenées de courant au niveau Métal 2) comme spécifié précédemment. Suite à ces tests, les échantillons ont été extraits des boîtiers puis préparés pour une caractérisation par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés en coupe longitudinale. Ce plan d'expérience présente deux difficultés majeures. La première est d'obtenir une cavité de taille suffisante pour pouvoir la localiser sur la cartographie d'orientation de manière directe ou indirecte (comparaison avec l'imagerie électronique à balayage ou en transmission) mais elle doit être suffisamment petite pour que l'on soit proche de sa germination et qu'il y ait encore du cuivre autour de la cavité. La seconde est de caractériser un nombre d'échantillons suffisant pour que les résultats et les conclusions soient pertinents. Nous allons d'abord discuter sur le déroulement des tests de vieillissement afin de définir un critère permettant une taille de cavité satisfaisante.

##### **4.2.1 Déroulement des tests d'électromigration**

Les structures utilisées ici ont subi les mêmes étapes de réalisation que les échantillons analysés dans la partie précédente. Une première caractérisation de la fiabilité pour ce procédé nous donne un temps médian à la défaillance de vingt heures de test et une première défaillance au bout de deux heures et demie. Pour répondre aux exigences énoncées plus haut sur la taille de la cavité et pouvoir caractériser le cuivre autour de cette dernière, il est nécessaire de définir un critère d'arrêt de test. Pour cela nous avons le choix entre fixer un critère sur le temps de test et/ou sur l'augmentation de résistance en pourcentage. Nous avons combiné les deux critères, le critère sur l'augmentation de résistance permet de garantir une cavité de taille raisonnable (à condition qu'elle ne soit pas localisée sous le via) et le critère temporel garantit que la cavité ne sera pas trop grande même si elle ne répond pas au critère d'augmentation de résistance. Après plusieurs essais, les critères que nous avons adoptés sont une durée maximum de cinq heures de test et une augmentation de résistance de 2%.

##### **4.2.2 Hypothèses**

Pour que les résultats des caractérisations par EBSD soient valables, nous devons émettre plusieurs hypothèses de travail à propos du cuivre de la ligne de test et de la cavité.

La première hypothèse concerne le test d'électromigration. Nous supposons que les conditions de test ne font pas évoluer les grains de cuivre et que la caractérisation suivant le test est représentative de l'état de l'échantillon à sa sortie de production. Sur ce point on peut citer des caractérisations EBSD réalisées in situ par Mirpuri, montrant que les grains de cuivre sur des tests de plusieurs dizaines d'heures [64] évoluent peu et une étude de Wendrock, où il observe peu de changement en caractérisant des lignes de cuivre à température ambiante, à 260°C et à 400°C [67].

La seconde hypothèse qui concerne toujours les grains de cuivre, est que la préparation d'échantillon n'affecte pas les caractéristiques morphologiques du cuivre. Ce point a été vérifié lors de la corrélation entre la caractérisation EBSD par vue de dessus et en coupe. Si la préparation avait eu une influence, la corrélation montrée dans le chapitre trois n'aurait pas été aussi bonne. Nous supposons également que la caractérisation elle-même n'affecte pas le résultat de l'analyse.

La dernière hypothèse que nous devons poser concerne les cavités. Zschech a observé, à l'aide de caractérisation en coupe longitudinale de structure de test de 400 nm d'épaisseur par imagerie électronique et par rayons X, que les cavités pouvaient se déplacer durant le test de vieillissement [92], [93]. Nous supposons ici que d'une part les dimensions de nos structures et d'autre part les temps de test permettent de considérer que la localisation de la cavité correspond au lieu où elle a germé.

## 4.2.3 Résultats des caractérisations électroniques

### 4.2.3.1 Caractérisation EBSD sur douze échantillons

#### 4.2.3.1.1 Effet des joints de grains

Nous avons caractérisé par la technique EBSD douze lignes de cuivre ayant subies un test de vieillissement accéléré. Nous nous sommes intéressés ici à la microstructure entourant les cavités (nombre de grains, taille) ainsi qu'à l'orientation des grains et aux joints de grains. Parmi ces douze échantillons, quatre d'entre eux présentent deux cavités. Nous n'avons remarqué aucun lien entre un paramètre structural particulier à l'échelle de la ligne et le fait que plusieurs cavités soient présentes (taille de grains moyenne, distribution particulière des types de joints de grains, orientation majoritaire). Toutes les cavités sont localisées à l'interface supérieure entre le cuivre et le diélectrique mais le nombre de grains entourant la cavité est très variable comme le montre le graphique de la Figure 4.15 présentant l'effectif de chaque type de joints de grain pour chaque cavité. On constate que la très grande majorité des cavités (douze sur seize) est entourée d'au moins trois grains (deux joints de grains). Ainsi la germination des cavités ne correspond pas uniquement à un point triple (localisation entre un joint de grain et l'interface), comme on peut souvent le lire sur des structures de dimensions plus relâchées, mais à une zone présentant une forte densité locale de joints de grains.

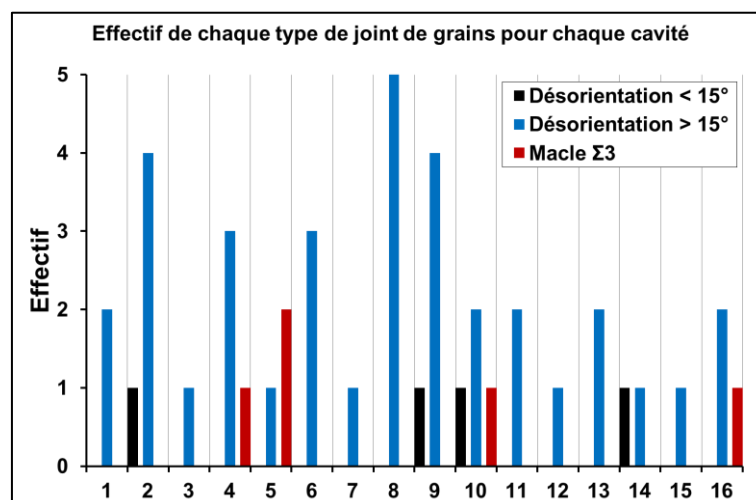
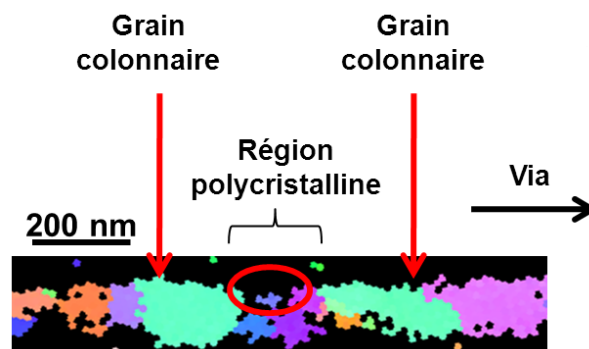


Figure 4.15 : Effectif de chaque type de joint de grains pour chaque cavité caractérisée.

Sur ce même graphique on peut noter le type de joint de grains entourant les cavités. On relève la présence de macles  $\Sigma 3$  pour 25% des cavités (numéros 4, 5, 10 et 16) et la présence de joints de grains de faible désorientation (désorientation  $< 15^\circ$ ) également pour 25% des cavités (2, 9, 10 et 14) avec seulement une cavité présentant les deux à la fois (numéro 10). On relève par contre la présence de joints de grains à forte désorientation dans la totalité des cavités caractérisées. Il faut comparer ces résultats avec les proportions des types de joints de grains pour des lignes de 70 nm caractérisées en coupe dans la première partie de ce chapitre. La proportion de cavités où les joints de grains de forte désorientation sont présents est beaucoup plus importante que la proportion de joints de grains fortement désorientés à l'échelle d'une ligne (environ 40% d'après la Figure 4.11). Nous en concluons donc que la présence de joints de grains de forte désorientation est une condition nécessaire à l'apparition d'une cavité.

#### 4.2.3.1.2 Effet de la microstructure

Nous observons également dans 80% des cas la présence d'un grain occupant toute l'épaisseur de la ligne entre la cavité et le via. Il semble donc que la configuration d'une zone polycristalline située à côté d'un grain colonnaire illustré par la Figure 4.16 favorise l'apparition d'une cavité.



**Figure 4.16 : Cartographie d'orientation présentant une cavité (ellipse rouge) localisée au niveau d'une zone polycristalline adjointe à un grain colonnaire.**

De manière générale, la cavité est localisée à la première itération de cette configuration en partant de la cathode mais nous avons également observé des contre exemples. Nous supposons qu'il y a dans cette configuration deux effets complémentaires. Le premier est celui du grain colonnaire qui a un effet bloquant sur le déplacement des lacunes et va ainsi être favorable à une accumulation qui va générer une cavité. Le second provient de la présence d'une zone polycristalline. Des simulations par éléments finis [94], [95], [96] ont montré, dans le cas de microstructure colonnaire, que les joints de grains étaient des zones de forte contrainte en tension. On peut raisonnablement penser que cela est d'autant plus vrai pour une zone polycristalline où la densité de joints de grains est beaucoup plus élevée que dans une structure colonnaire. Cette configuration est donc un lieu de germination privilégié. De plus cette zone polycristalline peut accélérer la diffusion puisque les joints de grains sont dans le sens du courant contrairement aux grains colonnaires. On peut, suite à ces observations, supposer que la condition pour qu'une cavité apparaisse est de dépasser un seuil de contrainte critique (ou de concentration locale de lacune critique). La ligne étant de dimension finie, un gradient de contrainte s'établit en fonction du temps. L'anode où s'accumulent les atomes de cuivre est en compression alors que la cathode est en tension. Les joints de grains représentent alors des pics de tension superposés au gradient de contrainte au niveau de la cathode. Au bout d'un certain temps, la distribution de contrainte va présenter localement une valeur supérieure à la valeur critique permettant l'apparition d'une cavité. Cette hypothèse permet d'expliquer l'apparition

de cavités aux joints de grains fortement désorientés et en particulier au niveau d'une zone polycristalline. Elle explique également que la localisation de la cavité ne soit pas la première configuration grain colonnaire/zone polycristalline rencontrée en partant de la cathode et que l'on puisse obtenir plusieurs cavités au sein d'une ligne. On peut retrouver l'importance de ces zones polycristallines dans les travaux de Zhang [97]. Il obtient deux tailles de grains différentes en modifiant l'étape de dépôt électrochimique du cuivre et constate également des zones de grains colonnaires et des zones polycristallines pour des structures de dimension similaire aux nôtres. Il propose un modèle considérant une ligne comme une succession de ces deux types de microstructures basé sur le modèle de simulation d'électromigration établi par Korhonen en 1993 pour l'aluminium [98]. Il parvient ainsi à intégrer la microstructure de manière simplifiée dans la modélisation du phénomène d'électromigration et montre la participation des joints de grains dans l'épaisseur sur les distributions des temps à la défaillance, dans le cas où la diffusion à l'interface est supprimée, ce qui n'est pas notre cas dans cette étude. Ainsi, dans le cas où la diffusion à l'interface reste prépondérante, la diffusion aux joints de grain a un effet limité sur la fiabilité des lignes de cuivre.

### 4.2.3.1.3 Effet des orientations cristallines

Après avoir discuté l'effet des joints de grains et de la microstructure sur la localisation des cavités, nous allons nous intéresser à l'importance des orientations cristallines des grains entourant les cavités. Sur ce point, comme pour le type de joints de grain, il faut relativiser la présence d'une orientation autour de la cavité par rapport à la proportion de cette orientation à l'échelle de la ligne. Concrètement, suite aux résultats de la première partie, il est attendu que l'on observe une certaine récurrence des orientations (111) aussi bien en coupe qu'en vue de dessus que nous ne pourrions pas considérer comme étant une condition pour l'apparition d'une cavité.

Les orientations sont classées en huit familles : (001), (011), (111), (211), (221), (311), (310), (511). En considérant ces huit familles de plan avec une désorientation de 15°, on couvre alors toutes les orientations possibles d'une structure cubique face centrée. Ainsi on compare l'orientation d'un grain avec ces huit familles, il est alors associé à celle qui présente la désorientation la plus faible.

Nous observons effectivement la présence de grains orientés (111) en coupe dans 75% des cas et en vue de dessus dans 37% des cas. On retrouve ici l'effet de la croissance de grains provenant de la couche d'accroche. On note également la présence de l'orientation (221) en coupe dans 55% des cavités alors qu'elle n'est relevée qu'une seule fois en vue de dessus. Enfin on peut signaler l'apparition de grains orientés (001) aussi bien en coupe qu'en vue de dessus, provenant majoritairement du même grain qui présente donc une famille de plan (001) en surface, dans le plan de coupe longitudinal et transversal dans 40% des cavités. L'incidence éventuel d'une orientation en particulier n'est donc pas aussi marqué que dans le cas des joints de grains. On peut considérer les grains orientés (001) en vue de dessus puisqu'ils ne sont pas majoritaires à grande échelle, comme le montrent les figures de pôle de la Figure 4.3 mais leur présence n'est pas relevée de manière systématique, il est donc difficile de conclure sur le rôle de cette famille de plans dans le mécanisme d'électromigration.

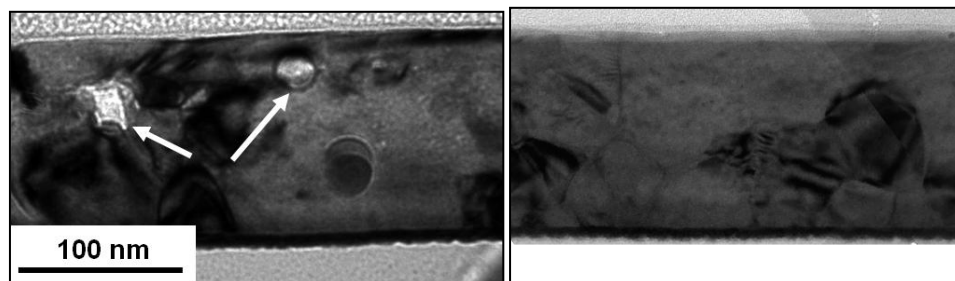
Pour conclure sur cette partie, nous pouvons résumer les principales conclusions en trois points. Le premier est que le site d'apparition d'une cavité n'est pas unique au sein d'une ligne de cuivre. Le second concerne l'importance des joints de grains de forte désorientation qui se révèle comme une condition nécessaire pour la germination d'une cavité. Enfin la présence d'un grain colonnaire situé à

côté d'une zone polycristalline de forte densité de joints de grains semble être un lieu très favorable à la germination d'une cavité. Ces conclusions associées aux références bibliographiques nous amènent à penser qu'il existe un seuil de contrainte en tension ou de densité locale de lacunes à franchir pour qu'une cavité apparaisse à l'endroit correspondant.

La partie suivante est consacrée à l'observation d'un échantillon testé présentant deux cavités au microscope électronique en transmission.

#### **4.2.3.2 Comparatif échantillons testés / échantillons vierges**

L'échantillon caractérisé ici présentait deux cavités visibles au microscope électronique à balayage. De l'imagerie électronique en transmission a été réalisée afin de confirmer la localisation des cavités sur les cartographies EBSD. Le résultat inattendu de cette caractérisation est de visualiser ce que l'on appellera des micro cavités au sein de la ligne de cuivre qui ne sont pas visibles en microscopie à balayage. La Figure 4.17 présente une coupe longitudinale de la ligne de cuivre où deux de ces micro cavités sont visibles ainsi qu'une coupe d'une ligne non testée où aucune micro cavité n'a été observée.



**Figure 4.17 : Images électronique en coupe longitudinale d'une ligne de cuivre testée à gauche et non testée à droite. Les flèches sur l'image de gauche montrent les micro cavités qui sont ici localisées aux joints de grains.**

On peut noter que les micro cavités observées ne sont pas localisées à l'interface comme on pourrait s'y attendre au vue des résultats précédents. De plus le fait qu'elles soient visibles en transmission et pas en réflexion indique qu'elles sont plutôt dans le volume de la ligne. La comparaison avec une structure non testée provenant du même substrat nous assure que ces micro cavités ne proviennent pas d'un problème de procédé (mauvais remplissage par exemple) mais qu'elles résultent du test d'électromigration. Nous ne sommes par contre pas en mesure de savoir si elles sont la conséquence du même mécanisme que pour les cavités observées habituellement à l'interface où d'un autre mécanisme comme un réarrangement avec la température qui, sous l'effet des contraintes présentes dans le matériau, peut amener à l'apparition de cavité. Ce deuxième mécanisme appelé "stress-voiding" est observé à plus basse température (typiquement entre 150 et 250°C) et se produit à une échelle de temps de la centaine d'heure c'est pourquoi nous l'excluons ici. Cependant pour s'en assurer définitivement il est nécessaire de réaliser un comparatif avec un échantillon ayant subi les même conditions de température que l'échantillon testé mais sans appliquer de courant. Nous en concluons donc que ces micro cavités résultent bien du passage du courant et qu'elles résultent du phénomène d'électromigration.

Cette caractérisation par imagerie électronique en transmission ne nous permet pas de localiser ces cavités sur la cartographie d'orientation. On peut uniquement émettre l'hypothèse que ces micro cavités sont la conséquence d'électromigration par les chemins de diffusion aux joints de grains (présents dans l'épaisseur pour cette dimension de ligne) et en volume. On peut également

supposer que localement la qualité de l'interface cuivre/diélectrique présente une énergie plus importante entraînant une diminution locale du coefficient de diffusion pour ce chemin et l'apparition de micro cavités dans la tranchée plutôt qu'à l'interface supérieure. Néanmoins la taille de ces micro cavités comparée à celles visibles en microscopie à balayage ne les rend pas responsable de la défaillance électrique des structures. Elles sont cependant à considérer si l'on parvient à renforcer l'interface supérieure à l'échelle de la ligne. L'observation de ces micro cavités sur un échantillon soulève donc plus de questions qu'elle n'apporte de réponses, sans pour autant contredire nos précédentes conclusions, et mériterait qu'une étude y soit consacrée ce qui n'a pas été possible dans le cadre de cette thèse.

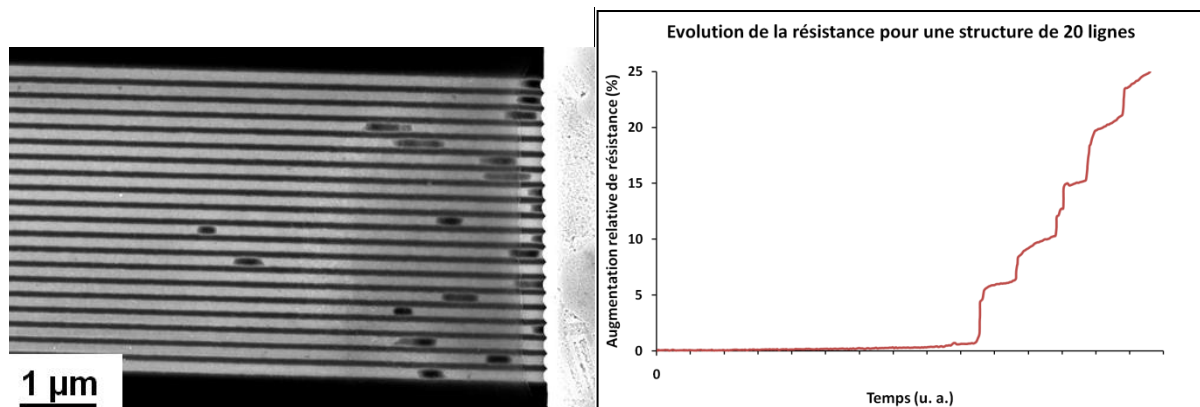
Cette étude met en évidence la difficulté d'acquérir une quantité de données suffisante afin de tirer des conclusions à la fois pertinentes et fiables. Une alternative à l'augmentation du nombre d'échantillons caractérisés consiste à pouvoir caractériser plusieurs échantillons en une seule analyse. Pour cela, il faut dessiner de nouvelles structures de test spécialement dédiées à ce type de caractérisation qui permettront d'obtenir une information sur un grand nombre de sites avec un seul échantillon.

### **4.2.4 Vers une augmentation de la statistique**

Afin d'augmenter la statistique nous proposons d'augmenter le nombre de lignes de test par structure et de les placer en parallèle. Ce nombre doit être choisi de sorte que la structure soit compatible avec l'équipement de test dont la précision de mesure et les générateurs de courant sont limités. Le fait de placer les lignes parallèles va fortement diminuer la résistance globale de la structure alors que le courant à appliquer sera à multiplier par le nombre de lignes en parallèle de façon à conserver la densité de courant de test habituelle. Il faut également considérer l'augmentation de résistance de la structure lorsqu'une ligne va défaillir. Plus le nombre de lignes sera important et plus l'incidence d'une cavité au sein d'une ligne sera difficile à détecter. En tenant compte de ces différentes considérations, nous avons choisi de placer vingt lignes en parallèle de 10  $\mu\text{m}$  de long, 100 nm de large et 200 nm de haut. Ces dimensions correspondent aux dimensions des plus petites interconnexions de la technologie 65 nm, technologie que nous avons à disposition pour valider les structures dessinées. Avec ces dimensions, la résistance de la structure globale est d'environ 11 Ohms. Dans le cas où une cavité empêche totalement le courant de traverser une ligne (cavité sous le via sans continuité entre la barrière de tantale du via et de la ligne), l'augmentation de résistance résultante est de 5%. Si par contre on considère une cavité dans la ligne qui génère une augmentation de résistance de la ligne de 10%, l'augmentation de résistance globale de la structure ne sera que de 0,5% soit cinq fois supérieur à la précision de mesure de l'équipement. En conséquence le suivi de la résistance de la structure en fonction du temps permettra de détecter les fortes augmentations de résistance au sein d'une ligne (cavité sous le via générant une augmentation de résistance globale pouvant aller jusque 5%) mais risque de ne pas permettre de détecter l'apparition d'une cavité dans la ligne. Ces structures ne sont donc pas adaptées à une caractérisation de la fiabilité des interconnexions. Pour cela il faudra diminuer le nombre de lignes pour gagner en sensibilité. De plus il faut tenir compte de la variation de densité de courant au sein d'une ligne en fonction de sa résistance puisque les électrons vont passer préférentiellement par le chemin le moins résistif. Plus il y aura de défaillance et plus les défaillances à venir seront accélérées puisque le courant dans les lignes intactes augmente.

La Figure 4.18 présente une vue de dessus en microscopie électronique d'une structure de vingt lignes testées accompagnée de la courbe d'évolution de résistance associée. On constate que toutes

les lignes présentent une cavité au minimum et que sept présentent une cavité sous le via. Sur la courbe de suivi de résistance, on dénombre également sept sauts de résistance supérieurs à 1% d'augmentation relative et quelques sauts inférieurs à 1%. Pour finir on peut observer que la pente d'augmentation de résistance augmente entre le premier saut et les sauts suivants ce qui est représentatif du fait que de plus en plus de cavités grandissent en parallèle. Il est cependant difficile de tirer une information de la pente puisque nous avons vu dans ce chapitre qu'une ligne seule pouvait présenter des comportements d'évolution de résistance très différents, l'information que l'on peut tirer d'une pente moyennant le comportement de vingt lignes est donc purement qualitatif. Nous confirmons donc ici que la structure que nous avons dessinée est fonctionnelle et que son comportement correspond à ce que l'on attendait.



**Figure 4.18 : Image électronique d'une structure de test de 20 lignes après test de vieillissement à gauche et à droite la courbe d'évolution de résistance associée.**

L'étape suivante, que nous n'avons pas réalisé est de définir comme précédemment un critère d'arrêt afin que les cavités puissent être considérées comme proches de leur lieu d'apparition et que les grains de cuivre les entourant soient caractérisables. Il paraît évident dans ce cas qu'un critère d'augmentation de résistance ne sera pas satisfaisant au regard de la sensibilité permise par cette structure. Il faut donc caractériser un ensemble de structures et définir un temps de test qui réponde à nos conditions.

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à identifier les paramètres microstructuraux liés au phénomène d'électromigration. Dans un premier temps d'un point de vue global, en suivant l'évolution de ces paramètres et de la durée de vie des structures de test en fonction de la largeur des lignes de cuivre. Dans un second temps, une échelle plus locale a été utilisée pour caractériser par EBSD l'environnement des cavités, résultant des tests d'électromigration. Les paramètres morphologiques qui se dégagent comme ayant un lien avec la localisation des cavités se révèlent être les joints de grains de forte désorientation et la présence d'une forte contrainte en tension. Il faut donc réfléchir aux étapes de fabrication qui pourraient être modifiées ou ajouter afin de limiter les zones polycristallines correspondant à des zones de forte tension et améliorer la croissance des grains pour privilégier les joints de grains de faible désorientation et les joints de macle. Nous savons ce que nous devons obtenir pour limiter le nombre de sites favorables à l'apparition de cavités, il faut maintenant trouver le moyen d'y parvenir. Ces études ont été réalisées ici avec des échantillons ayant subi le même procédé de fabrication. Dans le prochain chapitre nous allons nous intéresser à l'effet de différents changements de procédés de fabrications sur la fiabilité des lignes de cuivres.

## 5 La lutte contre l'électromigration a commencé

Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser à l'effet de certaines évolutions du procédé d'élaboration des structures de test d'électromigration sur la fiabilité de ces structures mais également sur les propriétés structurales du cuivre qui les compose. Nous aborderons dans un premier temps l'incidence de la composition du bain utilisé pour le dépôt électrolytique et des conditions de recuit. Dans une seconde partie, nous étudierons l'intérêt d'intégrer d'autres éléments au cuivre.

### 5.1 Modification des conditions de procédé

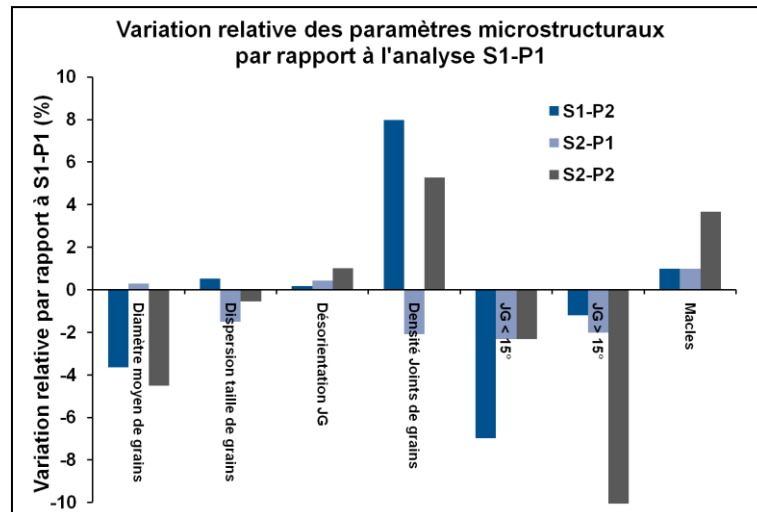
Puisque nous allons nous intéresser à la fois à l'aspect fiabilité et à l'aspect microstructure du cuivre il est nécessaire d'établir une référence afin de pouvoir quantifier l'effet des modifications des conditions de procédés. Pour la fiabilité, on considère dans la pratique un effet significatif d'un changement de procédé à partir d'une évolution du temps médian à la défaillance d'un facteur deux. Pour les paramètres structuraux, il nous faut établir ce seuil au-delà duquel on considère que le changement dans les étapes de procédés est en cause.

#### 5.1.1 Etablissement d'un référentiel pour les analyses EBSD

Nous cherchons ici à quantifier la variabilité que l'on peut constater sur les paramètres morphologiques du cuivre pour un procédé de fabrication de référence. Pour cela, nous avons caractérisé des plots de cuivre de grande dimension (environ quarante microns par quatre vingt microns) au sein d'un même substrat pour mesurer la variabilité intra-substrat. Nous avons également comparé des plots de cuivre de deux substrats différents ayant subi le même procédé afin de quantifier la variabilité inter-substrat. C'est principalement celle-ci qui nous intéresse puisque les changements de procédé seront nécessairement caractérisés sur des substrats différents. Les structures caractérisées ont été choisies car elles permettent d'accéder à de grandes surfaces d'analyses (plus de 3000  $\mu\text{m}^2$ ) et donc d'être autant représentatif que possible du substrat entier. Quatre analyses ont été effectuées. Deux pour le substrat un et deux pour le substrat deux référencées Sx-Py où x est le numéro du substrat et y celui du plot analysé. Les résultats des principaux paramètres microstructuraux sont rassemblés dans le tableau présenté Figure 5.1. Afin de quantifier la variation de ces paramètres nous prenons comme référence l'analyse S1-P1 et calculons l'écart relatif des autres analyses pour chaque paramètre. Les résultats obtenus sont présentés sous forme d'histogrammes Figure 5. 2.

|                                                                     | Substrat 1 |       | Substrat 2 |       |
|---------------------------------------------------------------------|------------|-------|------------|-------|
|                                                                     | S1-P1      | S1-P2 | S2-P1      | S2-P2 |
| Diamètre de grain moyen ( $\mu\text{m}$ )                           | 1,36       | 1,33  | 1,38       | 1,31  |
| Dispersion moyenne                                                  | 2,28       | 2,29  | 2,24       | 2,26  |
| Désorientation moyenne ( $^\circ$ )                                 | 49,9       | 50    | 50,1       | 50,4  |
| Densité moyenne de joints de grains ( $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ ) | 0,82       | 0,88  | 0,80       | 0,86  |
| Proportion de joints de grains $<15^\circ$ (%)                      | 4.3        | 4     | 4.2        | 4.2   |
| Proportion de joints de grains $>15^\circ$ (%)                      | 24.9       | 24.6  | 24.4       | 22.4  |
| Proportion de macles (%)                                            | 70.7       | 71.4  | 71.4       | 73.3  |

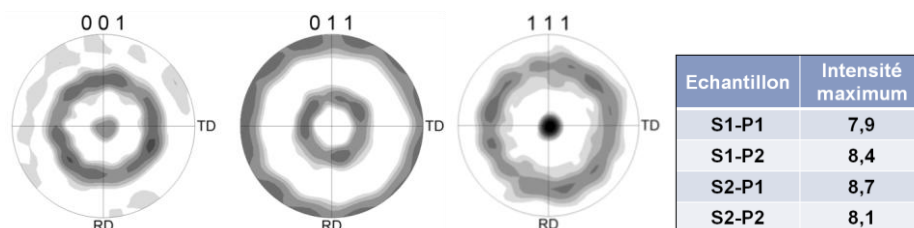
Figure 5.1 : Tableau comparatif présentant les résultats des plots de cuivre des deux substrats, ayant été élaborés de la même façon, analysés par EBSD.



**Figure 5. 2 : Variation relative des paramètres microstructuraux en prenant comme référence les résultats de l'analyse S1-P1.**

On peut noter que les paramètres qui présentent le plus grand écart sont ceux correspondant aux joints de grains de forte désorientation et à la densité de joints de grains. Pour ces deux paramètres, nous pouvons obtenir une variation relative de 10% entre deux analyses d'un substrat différent. La taille de grains présente une variation de 5%. On peut donc retenir qu'une variation supérieure aux variations maximales présentées par le graphique de la Figure 5. 2 pourra être considérée comme résultant de la modification du procédé et non de la variabilité naturelle que l'on obtient entre deux substrats supposés identiques.

Nous pouvons également fixer un critère sur la texture du cuivre. Pour les quatre analyses effectuées, les figures de pôles obtenues présentées Figure 5.3 étaient identiques avec une légère variation de leur intensité maximum également présentée Figure 5.3, la variation maximale étant de 10%.



**Figure 5.3 : Figures de pôles obtenues pour les plots de cuivres analysés par EBSD ainsi que les intensités maximums associées.**

On en conclut donc qu'une évolution de l'allure des figures de pôles et/ou de l'intensité maximum supérieure à 10% pourra être imputée à la modification de procédé.

Après avoir établi un seuil de référence de la variabilité inter-substrat d'un procédé, il faut également considérer la surface à analyser pour que le résultat soit pertinent et représentatif tout en gardant un temps d'acquisition raisonnable. Bien entendu plus les structures à caractériser sont petites et plus le temps nécessaire à l'acquisition sera long puisque le pas de mesure sera plus petit. Nous avons effectué un test pour des lignes de 150 nm de large. En partant d'une acquisition de  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ , que nous supposons représentative du substrat, on fait varier la surface analysée pour aller de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  jusqu'à la surface totale en suivant les valeurs des paramètres microstructuraux. On constate une stabilisation des valeurs à partir d'une surface de  $14 \times 14 \mu\text{m}^2$ . On peut donc considérer pour une largeur de ligne de 150 nm qu'une surface d'analyse de  $225 \mu\text{m}^2$  sera

représentative du substrat mais il faut en conséquence reconsidérer le seuil de variation intrinsèque au procédé. Les variations que nous observons entre la surface de  $14 \times 14 \mu\text{m}^2$  et  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$  sont équivalentes à celles reportées précédemment pour les plots de cuivre, nous proposons donc de doubler cette variation relative pour définir le seuil tenant compte de la variabilité du procédé d'élaboration et de l'échantillonnage réduit que nous devons considérer. Ainsi deux procédés de fabrication différents seront considérés comme ayant une influence sur la taille moyenne de grains si leur évolution est supérieure à 10%.

Pour conclure, il paraît plus pertinent, pour comparer l'effet d'une modification de procédé sur la microstructure du cuivre, de s'intéresser aux paramètres qui présentent une faible variation relative (3 à 4%) tels que le diamètre moyen des grains, leur dispersion ainsi que la désorientation moyenne. La densité de joints de grains ainsi que leur distribution ne pourront être prises en compte que si leur variation est très significative (près de 10%). Concernant la variation de texture, le suivi des figures de pôles permet dans un premier temps de distinguer un effet majeur d'un changement de procédé. Si l'effet est mineur et non visible sur les figures de pôles, il faudra alors s'intéresser aux variations d'intensité maximum.

Nous avons vu dans le chapitre précédent que plus les dimensions des lignes diminuaient, plus la croissance des grains était liée à la couche d'accroche de cuivre. Ainsi, plus les dimensions des lignes sont petites et plus la surface à analyser pour être représentative du substrat est également petite puisque la croissance des grains se fait à une échelle plus locale. Si la surface d'analyse est diminuée, le critère de variabilité sera également à redéfinir. Dans les cas de petites surfaces d'analyse, on peut utiliser comme solution alternative une deuxième acquisition de même aire afin d'évaluer la variabilité. Si elle est très importante (en comparaison avec ce qui a été montré dans cette partie) cela signifie que la surface n'est pas représentative du substrat. Si elle est faible, on peut considérer qu'elle est représentative du substrat et prendre cette variabilité comme seuil pour la comparaison avec l'autre procédé de fabrication. Dans notre exemple, la variabilité était équivalente intra-substrat et inter-substrat.

Enfin pour comparer une variation de procédé avec une référence, il faudra autant que possible que les deux substrats soient du même lot<sup>18</sup>. La première raison est que nous n'avons pas caractérisé la variabilité entre deux lots mais seulement entre deux substrats d'un même lot. La seconde est que le procédé de référence d'un lot n'est pas nécessairement le même lorsque les lots en question ont plusieurs mois d'écart. Et surtout, l'ensemble des étapes considérées comme référence peut évoluer, de plus les machines utilisées pour un procédé identique peuvent présenter une dérive (composition des bains chimiques, vitesse de dépôt...). Pour ces raisons, nous essayerons autant que possible de comparer des conditions de procédé pour deux substrats d'un même lot. Cette condition est remplie dans les cas d'études suivants portant sur le changement de la composition chimique des bains d'électrodéposition dans un premier temps et sur la modification des conditions du recuit de croissance cristalline.

---

<sup>18</sup> Un lot est un ensemble de vingt cinq substrats qui suivent les étapes de fabrication quasiment en même temps, les étapes de fabrication communes à tous les substrats sont donc identiques. On peut donc considérer que, pour un lot, les variations de performances des structures de test ne peuvent être imputées qu'aux étapes différentes du procédé de référence.

### 5.1.2 Evolution de la chimie de dépôt du cuivre

#### 5.1.2.1 Description des modifications de procédé

La modification de procédé que nous allons étudier concerne la composition du bain électrochimique. Le dépôt du cuivre se fait par réduction d'ions métalliques sur le substrat qui est alors notre cathode. Le contact électrique entre le substrat et le bain est assuré par la couche d'accroche déposée préalablement par PVD.

La composition du bain chimique est optimisée pour favoriser un remplissage extrêmement conforme : le remplissage est accéléré dans les tranchées de sorte que l'état final soit une couche de cuivre extrêmement plane tout en ayant rempli les tranchées. Pour cela, des additifs sont ajoutés à la solution de sulfate de cuivre qui sert de base ainsi que du chlore (à hauteur de 50 ppm).

On dénombre trois types d'additifs : le supprimeur, l'accélérateur et le nivelant. Le supprimeur et l'accélérateur agissent en compétition. Le supprimeur réagit avec le chlore et empêche la réduction des ions métalliques. L'accélérateur qui a tendance à être adsorbé dans les motifs supprime l'effet du supprimeur, ce qui permet de remplir les tranchées alors que la vitesse de dépôt en surface est nulle. Enfin, le nivelant diminue la vitesse de dépôt. Il se place préférentiellement dans les zones à forte densité de courant donc au niveau des pics et des angles. C'est en général un polymère à haut poids moléculaire ce qui l'empêche de pénétrer facilement dans les tranchées. Il a ainsi une action planarisante en surface et empêche le pincement de la tranchée avant son remplissage complet.

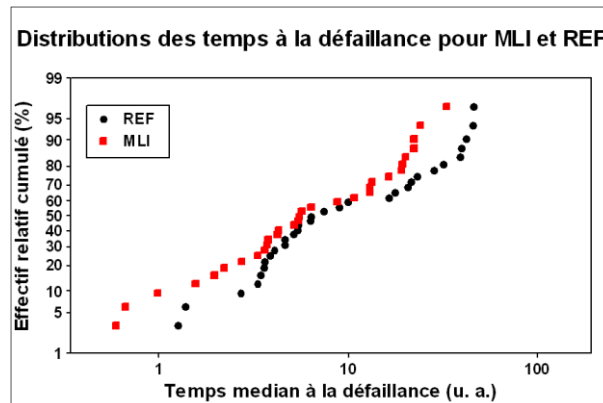
Dans notre cas nous avons d'un côté une solution de référence que l'on appellera REF et dans l'autre une solution dont les additifs sont différents que l'on appellera MLI. Le but visé de cette deuxième solution est d'améliorer le remplissage. Pour cela, sa composition présente moins d'impuretés. Ces solutions provenant de fournisseurs extérieurs, il ne nous est pas possible de connaître la composition de ces bains et donc les différences entre REF et MLI. Nous avons pu, dans certains cas, observer la présence de ces impuretés dans les lignes de cuivres mais n'ayant pas constaté de lien entre ces impuretés et la localisation des cavités nous ne discuterons pas ce point plus en détail.

Pour cette étude, les tests d'électromigration, tout comme les caractérisations par EBSD, ont été effectués sur des lignes de 63 nm de large au niveau Métal 2. Plusieurs courants ont été utilisés durant le dépôt électrolytique pour le MLI (3 A; 6,75 A et 10 A). Le procédé que nous avons retenu est celui utilisant un courant de 10 Ampères pour le dépôt. Nous avons choisi celui-ci car il présentait une forte variation de résistivité comparée à REF (déposée à 3 Ampères). Pour des structures de 63 nm de large, la variation de résistance, et donc à priori de résistivité puisque les structures ont la même géométrie, est de 9%. Cette variation augmente lorsque l'on diminue la largeur des lignes et diminue lorsque les structures ont des dimensions plus relâchées. Par contre, lorsque l'on compare les deux chimies de dépôt à courant équivalent, on n'observe pas de différence significative sur la résistivité du cuivre. La variation observée provient donc principalement du courant appliqué pour le dépôt électrolytique et non de la composition du bain.

#### 5.1.2.2 Résultats des tests d'électromigration

Les tests d'électromigration sont réalisés sur des structures de 63 nm de large à 300°C et à une densité de courant d'environ 20 mA/μm<sup>2</sup>. Le temps à la défaillance pour chaque échantillon correspond ici (et pour les études suivantes) au saut de résistance de la courbe de suivi de résistance dont un exemple était présenté Figure 4.14. Les résultats de ces tests montrent une légère dégradation des temps à la défaillance pour le procédé MLI avec un temps médian identique. Cette variation n'est pas suffisante pour considérer un effet du changement de procédé. La Figure 5.4

présente les distributions des temps à la défaillance en représentation logarithmique en abscisse et normale en ordonnée.



**Figure 5.4 : Distributions des temps à la défaillance pour les deux conditions de dépôt de cuivre. Afin que les performances restent confidentielles, les temps à la défaillance sont exprimés en unité arbitraire, y compris pour la suite du manuscrit.**

On remarque effectivement une dégradation globale de la fiabilité pour le procédé MLI principalement marquée pour les temps à la défaillance faibles et longs. La dispersion de ces temps à la défaillance est à peine plus importante pour MLI avec un écart type de 1,14 contre 1,10 pour REF. Enfin, la différence des résistances initiales mesurées n'est ici que de 5% à comparer aux 9% mesurés durant le suivi du procédé de fabrication.

Pour conclure sur ces résultats, bien que l'on observe effectivement une augmentation significative de la résistance, la résistivité n'augmente que de 2% pour le procédé MLI (le calcul de la résistivité est fait à partir du TCR<sup>19</sup>, qui rend compte de la variation de résistance avec la température, pour le détail du calcul je vous renvoie vers cette thèse [2]). Les distributions des temps à la défaillance sont relativement comparables et la fiabilité de ces deux procédés est donc considérée identique.

Les analyses EBSD ont été réalisées sur des substrats différents de ceux utilisés pour les tests de vieillissement ayant subi les mêmes procédés de dépôt mais préparés spécialement pour une caractérisation par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés.

### 5.1.2.3 Résultats des analyses EBSD

Les substrats caractérisés ici ont subi les mêmes étapes de procédé que les échantillons caractérisés électriquement jusqu'à l'étape de polissage du Métal 2. Les étapes suivantes ont été le dépôt d'une couche d'encapsulation, à base de SiCN, d'environ un nanomètre, afin d'éviter une oxydation du cuivre tout en permettant de recueillir un signal de diffraction, puis un recuit simulant les recuits des étapes suivantes vus par les structures testées électriquement. Cette procédure de préparation a été validée au préalable sur d'autres substrats que ceux des procédés REF et MLI.

Le procédé REF a été caractérisé sur des lignes de 63 nm de large pour une aire d'environ 100  $\mu\text{m}^2$ . Pour le procédé MLI, une forte dérive a été observée ce qui a limité l'aire d'analyse à 30  $\mu\text{m}^2$ . Nous avons pallié cette faible statistique en effectuant une seconde caractérisation de même aire, que nous avons comparée afin d'établir un seuil de dispersion pour chaque paramètre. Les résultats des analyses de ces deux procédés de dépôt sont présentés Figure 5.5 pour les différents paramètres microstructuraux et Figure 5.6 pour la texture.

<sup>19</sup> TCR : en anglais Thermal Coefficient Resistance pour coefficient thermique de résistance (en  $\text{K}^{-1}$ )

|     | Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ ) | Dispersion taille de grain | Désorientation moyenne ( $^{\circ}$ ) | Densité de joints de grains ( $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ ) | $I_{\text{max}}$ des figures de pôles |
|-----|----------------------------------|----------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------------------------------|---------------------------------------|
| REF | 0,13                             | 1,64                       | 29                                    | 2,12                                                        | 5,4                                   |
| MLI | $0,11 \pm 0,01$                  | $1,56 \pm 0,04$            | $27 \pm 3$                            | $1,94 \pm 0,2$                                              | $14,3 \pm 2$                          |

Figure 5.5 : Tableau comparatif des paramètres microstructuraux pour les procédés REF et MLI.

La Figure 5.5 met en évidence un diamètre moyen et une dispersion de taille de grains légèrement supérieure pour le procédé REF. La différence notable se situe au niveau de l'intensité maximum des figures de pôles. Les deux procédés présentent une texture similaire orientée (111) selon les flancs des tranchées, comme le montre les figures de pôles (001) de la Figure 5.6, mais elle est beaucoup moins marquée pour le procédé REF qui présente également une forte orientation (001) à la surface de l'échantillon.

Notre traduction de ces résultats, au regard des résultats du chapitre précédent, est que, dans le cas du procédé REF, la surépaisseur participe fortement à la croissance des grains et très peu pour le procédé MLI. Cette hypothèse explique notamment que les empreintes de la surépaisseur soient beaucoup plus nombreuses dans la cartographie d'orientation du procédé REF.

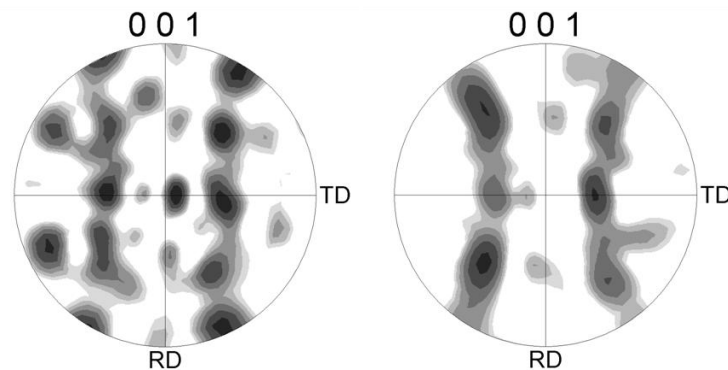


Figure 5.6 : Figures de pôle (001) obtenues pour les procédés REF, à gauche et MLI, à droite.

#### 5.1.2.4 Conclusion

Nous nous intéressons ici à deux modifications simultanées dont l'effet est impossible à décorrélérer sans une étude complémentaire. Néanmoins, même si nous ne sommes pas en mesure de savoir dans tous les cas si les différences résultent de la modification de la chimie du bain ou du courant d'électrodéposition, nous pouvons tirer quelques conclusions intéressantes.

Nous avons pu identifier que l'évolution de résistance et de résistivité provenait de la modification du courant puisqu'à courants identiques les valeurs de résistance sont comparables. Cette augmentation de résistance est d'autant plus importante que les lignes sont étroites ce qui peut s'expliquer par le modèle de croissance de grains proposé précédemment. La taille de grains légèrement inférieure dans le cas du procédé MLI pourrait expliquer la légère augmentation de résistivité. Des analyses chimiques ont montré une quantité de chlore et de soufre plus importante au sein des lignes de cuivre pour le procédé MLI. Cette plus forte concentration d'impuretés peut également expliquer l'augmentation de résistance.

Nous n'avons pas constaté de différence significative en ce qui concerne la fiabilité des lignes de cuivre pour l'un ou l'autre des procédés. En revanche, nous constatons une texture (111) provenant des flancs beaucoup plus marquée avec le procédé MLI. On peut donc en conclure que l'orientation des grains n'affecte pas significativement le phénomène d'électromigration.

La prochaine étude est consacrée à l'effet de différentes conditions de recuit à la fois sur les distributions des temps à la défaillance des lignes de cuivre et sur la microstructure du cuivre.

### 5.1.3 Evolution des conditions du recuit de croissance

#### 5.1.3.1 Description des modifications de procédé

Les modifications que nous allons étudier ici concernent les conditions du recuit de croissance. Trois procédés différents, présentés Figure 5.7, sont considérés. Le premier procédé appelé REF est celui de référence. Les deux autres appelés FUR et DRD correspondent à deux variations de procédé différentes.

La première, FUR, consiste à changer la température de recuit (150°C au lieu de 180°C) ainsi que le mode de recuit (recuit en four au lieu d'un recuit par plaque chauffante). Afin de compenser la différence de température qui va limiter la vitesse de croissance des grains, la durée du recuit est augmentée (une heure au lieu de quatre-vingt-dix secondes).

La seconde variation, DRD, consiste en un recuit identique à la référence mais avec une surépaisseur de cuivre d'environ 100 nm contre 480 nm. La différence se situe donc sur la durée de l'étape d'électrodéposition, mais c'est après l'étape de recuit de croissance que l'on pourra constater ou non un effet sur la microstructure.

| REF                                                                                    | FUR                                                              | DRD                                                                                    |
|----------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|
| - Recuit sur plaque chauffante à 180°C pendant 90 secondes<br>- Surépaisseur de 480 nm | - Recuit en four à 150°C pendant 1 h<br>- Surépaisseur de 480 nm | - Recuit sur plaque chauffante à 180°C pendant 90 secondes<br>- Surépaisseur de 100 nm |

Figure 5.7 : Tableau récapitulatif des trois procédés REF, DRD et FUR.

Comme pour la variation précédente, nous allons caractériser la fiabilité des lignes de cuivre ainsi que leurs paramètres morphologiques.

#### 5.1.3.2 Résultats des tests d'électromigration

Les tests d'électromigration ont été réalisés aux conditions habituelles : une température de 300°C et une densité de courant de 20 mA/μm<sup>2</sup>. Les résultats de ces tests, pour une largeur de ligne de 70 nm, sont présentés sous forme de distribution des temps à la défaillance en échelle log-normale à la Figure 5.8. On constate que les trois distributions sont superposées, les temps médian à la défaillance ont un écart inférieur à 5% et leur dispersion est identique.

Afin de ne pas se retrouver dans le cas précédent où nous n'avons pas pu conclure sur l'effet de la modification de procédé, nous avons également caractérisé les lignes de 150 nm de large. La Figure 5.8 présente les résultats des tests sous la même forme que précédemment. Dans le cas présent, bien que les temps médians à la défaillance soient très proches, comme pour la largeur de 70 nm, on observe que la dispersion est différente pour les deux variations de procédé qui présentent une proportion de défaillances précoces plus importante. On peut mesurer 10% de défaillances pour les procédés DRD et FUR avant la première défaillance du procédé REF. Le tableau présenté Figure 5.9 rassemble les valeurs des temps médians à la défaillance pour les trois procédés caractérisés et les deux largeurs de lignes. On retrouve bien un temps médian identique pour les trois procédés dans le cas des lignes de 70 nm alors que pour les lignes élargies la présence des défaillances précoces influe sur le calcul de la distribution théorique entraînant une baisse des temps médians d'environ 20%.

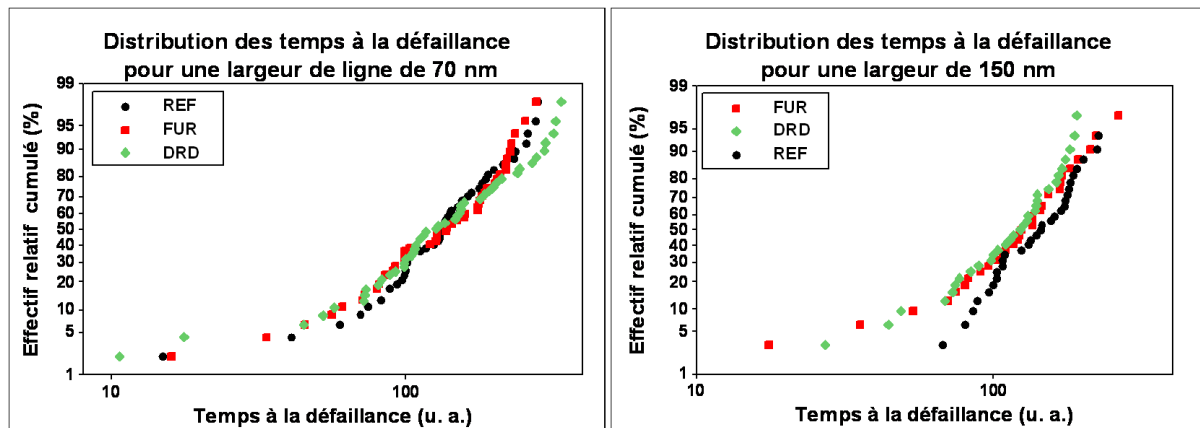


Figure 5.8 : Distributions des temps à la défaillance pour les trois procédés dans le cas de lignes de 70 nm de large et de 150 nm de large.

|                                                                            | REF | FUR | DRD |
|----------------------------------------------------------------------------|-----|-----|-----|
| Temps médian à la défaillance pour les lignes de 70 nm de large ( u. a. )  | 129 | 127 | 127 |
| Temps médian à la défaillance pour les lignes de 150 nm de large ( u. a. ) | 143 | 117 | 111 |

Figure 5.9 : Tableau récapitulatif des temps médians à la défaillance obtenus pour les distributions calculées à partir des points expérimentaux.

Les résultats de fiabilité des lignes de cuivre pour les deux variations de procédés sont très différents entre les lignes de 70 nm, qui ne présentent aucune différence, et de 150 nm de large qui présentent des défaillances précoces. La présence de ces défaillances augmente la dispersion ce qui se traduit par un écart des temps médians à la défaillance. Nous décidons, pour la caractérisation par EBSD, de nous concentrer sur les dimensions qui présentent une différence bien qu'elle ne soit pas très marquée et ne concerne que 10% de l'échantillonnage. La partie suivante ne sera donc consacrée qu'à la caractérisation de lignes de 150 nm de large.

### 5.1.3.3 Résultats des analyses EBSD

Les résultats des analyses EBSD ont été traités de deux façons. La première est de considérer le set de données pour chaque procédé dans sa globalité et de considérer les valeurs moyennes des paramètres microstructuraux, comme dans la partie précédente. Pour cela, les surfaces analysées sont d'environ 100  $\mu\text{m}^2$  pour les trois procédés de fabrication. La seconde manière est de considérer chaque acquisition comme un ensemble de multiples acquisitions, nous le développerons un peu plus loin. Dans ce cas également, les échantillons analysés par EBSD ne proviennent pas des substrats caractérisés par test d'électromigration mais de substrats ayant subi le même procédé jusqu'au polissage suivant l'étape de recuit.

#### 5.1.3.3.1 Analyse globale

La Figure 5.10 présente les cartographies d'orientation des trois procédés de fabrication. La comparaison de ces trois cartographies nous donne une information qualitative sur la texture et la taille de grains. Le procédé DRD semble présenter une taille de grains inférieure et une texture (111) plus importante que les deux autres procédés. On note également l'absence d'empreinte de la surépaisseur de cuivre pour ce même procédé alors que l'on en identifie pour les deux autres.

Les valeurs quantifiées des principaux paramètres microstructuraux sont présentées Figure 5.11. La taille de grains inférieure pour le procédé DRD y est confirmée alors que le procédé FUR présente une taille plus importante comparée au procédé REF. On y retrouve également la texture (111) plus

importante avec l'intensité maximale des figures de pôles plus élevée de 50% pour le procédé DRD, les figures de pôles (non montrées ici) présentent une orientation (111) selon les flancs plus marquée. On retrouve ici le résultat d'une croissance de grain en faveur du mécanisme provenant de la couche d'accroche car la compétition avec la surépaisseur est moindre du fait de sa dimension réduite. Enfin, on notera la dispersion de la taille de grains et de la densité de joints de grains plus importantes pour les deux variations de procédé.

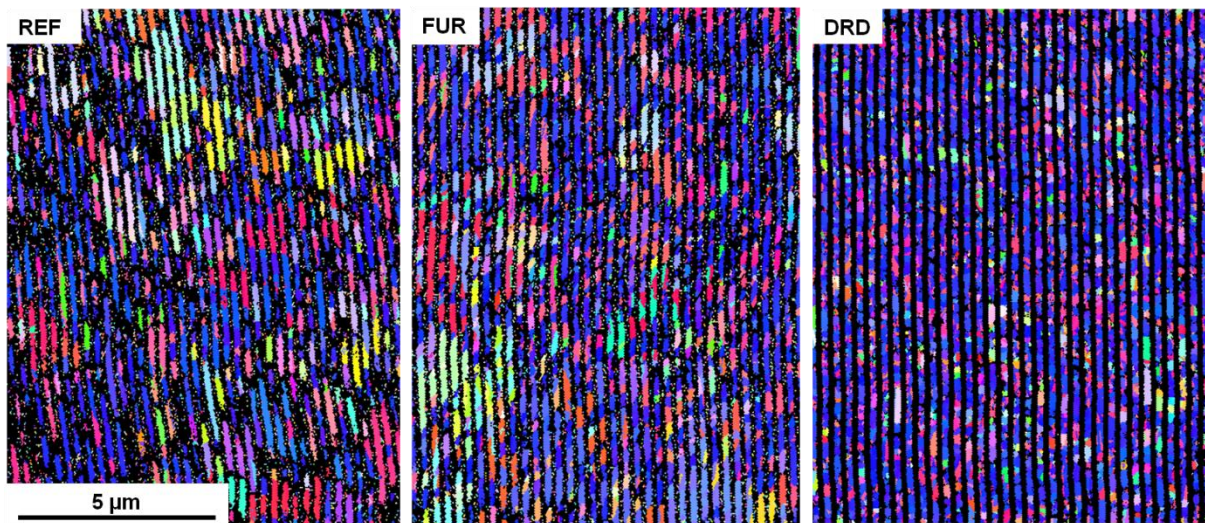


Figure 5.10 : Cartographies d'orientation obtenues pour les trois procédés de réalisation. La largeur des lignes est de 150 nm.

|     | Diamètre moyen (μm) | Dispersion taille de grain | Désorientation moyenne (°) | Densité de joints de grains (μm/μm²) | I <sub>max</sub> des figures de pôles |
|-----|---------------------|----------------------------|----------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------|
| REF | 0,22                | 1,38                       | 42,4                       | 1,90                                 | 9,7                                   |
| FUR | 0,26                | 1,49                       | 42,4                       | 3,21                                 | 10,3                                  |
| DRD | 0,17                | 1,52                       | 42,7                       | 5,14                                 | 15                                    |

Figure 5.11 : Tableau récapitulatif des principaux paramètres microstructuraux des lignes de 150 nm de large pour les trois procédés de fabrication.

Comme précédemment, la forte variation de la texture n'influence pas le phénomène d'électromigration puisque l'on constate la même distribution des temps à la défaillance entre les procédés FUR et DRD qui présentent une texture sensiblement différente. On peut tirer la même conclusion sur la taille moyenne de grains.

On peut noter par contre que la dispersion de taille de grains ainsi que la densité de joint de grains évoluent de la même manière pour les deux variations de procédés, qui présentent toutes deux une distribution des temps à la défaillance similaires comportant des défaillances plus précoces que le procédé de référence. Il est intéressant de noter que, malgré des différences significatives des paramètres structuraux concernant les joints de grains, la désorientation moyenne est comparable pour les trois procédés traduisant une distribution des joints de grains semblable.

Nous concluons à partir de ces éléments que l'orientation des grains n'a pas d'effet sur les temps à la défaillance obtenus durant les tests d'électromigration. Les paramètres dont l'évolution pourrait présenter un lien avec les temps à la défaillance concernent plutôt les paramètres microstructuraux tel que la densité de joints de grains et la dispersion de taille de grains. Cette première conclusion est cohérente avec les conclusions du précédent chapitre mettant en évidence la nécessité de joints de grains de forte désorientation pour l'apparition d'une cavité. Afin d'aller plus loin, nous

proposons de segmenter ces acquisitions pour obtenir une statistique des paramètres morphologiques des lignes de cuivre.

#### 5.1.3.3.2 Analyse segmentée

##### 5.1.3.3.2.1 Principe

Les caractérisations par imagerie électronique montrent que les cavités sont toujours situées entre le via et les cinq premiers microns de la ligne pour des tests d'électromigration réalisés en boîtiers. Le but de la segmentation des acquisitions est d'obtenir l'équivalent d'une série d'acquisition représentative des premiers microns près du via pour chaque procédé. Quelques hypothèses sont nécessaires pour que les résultats soient pertinents.

Nous devons supposer d'une part que les acquisitions effectuées sont représentatives du substrat et qu'en isolant les lignes on puisse les considérer comme indépendantes. La première hypothèse est vérifiée puisqu'elle répond aux critères exposés dans la première partie de ce chapitre. En revanche, la seconde n'est vraie que pour le procédé DRD où l'on n'observe pas d'empreinte de la surépaisseur. Pour les deux autres procédés, deux lignes de cuivre côte à côte ne sont pas indépendantes. On peut cependant considérer que le nombre de ligne prises individuellement (30 au minimum) est suffisamment important pour que les lignes soient indépendantes entre elles. Une ligne aura un lien avec ses premières voisines mais pas avec les vingt sept autres.

Partant de ces constats et hypothèses de travail, on isole alors chaque ligne de l'acquisition EBSD globale (Figure 5.10), que l'on considère ensuite individuellement pour en extraire les caractéristiques structurales. On obtient ainsi une trentaine de lignes de 10  $\mu\text{m}$  pour chaque procédé ce qui est une statistique équivalente à celle des tests d'électromigration qui est dans notre cas de trente-deux échantillons. On peut ensuite tracer la distribution des paramètres microstructuraux pour chaque procédé.

Cette méthode nous permet donc d'accéder de manière indirecte à la dispersion des paramètres microstructuraux pour chaque portion de ligne près du via.

##### 5.1.3.3.2.2 Résultats

A partir des distributions obtenues, on identifie alors les distributions qui se superposent, ne se recoupent pas, se recoupent partiellement. On classe alors les paramètres en trois groupes. Ceux qui sont identiques pour les trois procédés et qui ne sont, par conséquent, pas significatifs pour nous. Ceux qui présentent une très forte différence et sur lesquels on peut conclure qu'ils n'influencent pas le phénomène d'électromigration dans la gamme de variations observées. Et enfin ceux qui présentent un recouvrement partiel, ce que l'on observe sur les distributions des temps à la défaillance. Pour ces paramètres nous recherchons un recouvrement commun pour les trois procédés et une variation qui concerne à la fois les procédés FUR et DRD pouvant expliquer les résultats observés suite aux tests électriques.

Concernant les paramètres qui ne se recoupent pas (ou très peu), on constate comme pour l'analyse globale que la taille moyenne des grains, ainsi que l'orientation des grains ne semblent pas avoir de lien avec le phénomène d'électromigration.

Pour les paramètres microstructuraux qui évoluent dans le même sens que les performances en fiabilité (un écart du paramètre dans le même sens comparé à la référence), on relève la densité de joints de grains qui présente un recouvrement partiel entre les procédés REF et FUR et aucun recouvrement entre REF et DRD. Si ce paramètre a effectivement un lien avec l'électromigration alors

il s'agit d'un seuil de densité au-delà duquel les défaillances précoces se produisent plus fréquemment.

Enfin les paramètres qui présentent un recoupement important des trois procédés puis une variation similaire pour les procédés FUR et DRD sont la proportion de macles, la proportion de joints de grains fortement désorientés et la désorientation moyenne qui est liée aux deux paramètres précédents. Ces trois paramètres présentent des distributions similaires, celles de la proportion de joints de grains fortement désorientés et de la désorientation moyenne sont représentées Figure 5.12. On peut noter dans les deux cas une superposition importante des points des variations FUR et DRD avec le procédé REF (60% pour la proportion de joints de grains fortement désorientés et 80% pour la désorientation moyenne). Les points restants correspondent à des valeurs du paramètre étudié présentes uniquement pour les deux variations : proportion supérieure à 0,4 et désorientation supérieure à 43°.

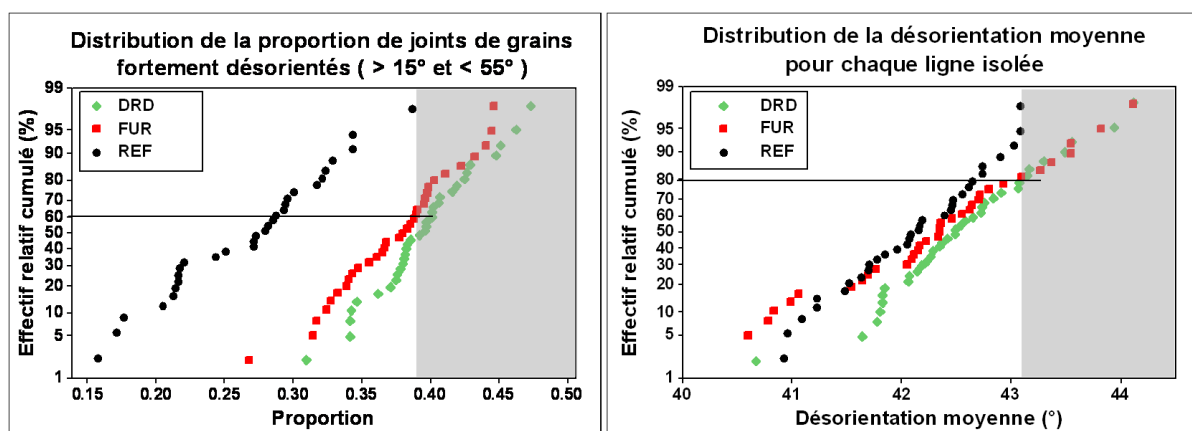


Figure 5.12 : Distributions de la densité de joints de grains fortement désorientés et de la désorientation moyenne pour chaque procédé de fabrication.

En comparaison les distributions des temps à la défaillance sont superposées pour 90% des points, les 10% restant correspondant aux défaillances précoces des variations FUR et DRD. Les valeurs relatives des sauts mesurées pour les défaillances précoces sont de 100% et plus (circuit ouvert) alors que les petits sauts suivis d'une pente, correspondant à une cavité dans la ligne, ne sont mesurés qu'à environ 4%. Les défaillances précoces correspondent donc à des cavités localisées sous le via, le volume nécessaire pour causer la défaillance est moindre que pour une cavité dans la ligne, ce volume est donc atteint plus rapidement entraînant une défaillance précoce.

Nous avons vu dans le chapitre précédent que les joints de grains de forte désorientation étaient nécessaires à l'apparition d'une cavité. D'après ces résultats, nous en concluons qu'une proportion de joints de grains plus importante amène un risque plus élevé d'avoir la configuration adéquate à l'apparition d'une cavité sous le via expliquant ainsi les défaillances précoces pour les procédés FUR et DRD.

#### 5.1.3.4 Conclusion

Avec les deux méthodes utilisées pour caractériser la microstructure et la texture du cuivre, nous pouvons conclure d'une part sur le lien entre l'orientation des grains et l'électromigration qui n'est pas visible dans cette étude malgré de fortes variations de la texture globale et des proportions des différentes orientations pour l'analyse segmentée. Il en est de même pour la taille de grains, les variations observées ici ne peuvent pas être prises comme origine aux différences observées sur la fiabilité des lignes.

Les paramètres qui présentent une variation allant dans le sens des différences observées suite aux tests d'électromigration concernent les joints de grains et particulièrement les joints de grains de forte désorientation. La plus forte proportion de joints de grains augmente le risque d'obtenir une cavité sous le via menant à une défaillance précoce. On retrouve ainsi les conclusions du chapitre précédent sur le rôle important des joints de grains de forte désorientation sur la localisation des cavités.

Dans cette première partie, nous avons étudié des modifications de procédé afin d'améliorer les performances des lignes de cuivre d'un point de vue fiabilité. Les modifications concernaient ici les conditions de dépôt ou de recuit du cuivre. Dans tous les cas, nous n'observons pas de gain de fiabilité mais nous avons noté par contre une influence sur les paramètres morphologiques du cuivre. L'étude de ces différences, engendrées par les modifications de procédé sur ces paramètres, nous a permis d'identifier à la fois des paramètres qui ne sont pas liés à l'électromigration et des paramètres qui montrent une corrélation avec ce phénomène. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous allons nous intéresser à l'incidence de l'ajout de nouveaux matériaux sur la fiabilité.

### **5.2 Ajout de matériaux**

Les précédents résultats montrent que le chemin critique pour l'électromigration est l'interface cuivre/diélectrique et que la localisation des cavités est liée aux joints de grains. Ce que nous devons chercher à obtenir est donc de supprimer la diffusion atomique à cette interface. Il a été reporté que la vitesse de diffusion aux joints de grains est similaire à celle de l'interface supérieure [99], il faut donc également chercher à minimiser ce chemin de diffusion si l'on veut observer une forte amélioration de la fiabilité. Des études ont montré que l'insertion d'une couche de cobalt entre le cuivre et le diélectrique ou d'alliage de cuivre comme le cuivre-aluminium permettait de diminuer la vitesse de croissance des cavités [100], [101] se traduisant par une énergie d'activation du phénomène d'électromigration plus élevée. Ces nouveaux matériaux présentant un potentiel pour améliorer la fiabilité des interconnexions, nous avons choisi de nous y intéresser afin de voir si cette amélioration avait un lien avec la microstructure du cuivre.

L'introduction de ces matériaux dans l'architecture d'une interconnexion est très différente pour le cuivre-aluminium et pour le cobalt. Le cobalt est inséré sous forme d'une fine couche par dépôt chimique en phase vapeur. Nous verrons un peu plus loin à quelle étape de fabrication il est déposé. L'alliage cuivre-aluminium est intégré durant la phase de dépôt de la couche d'accroche. La cible de cuivre utilisée durant l'étape de dépôt est remplacée par une cible en alliage cuivre-aluminium.

Pour ces deux matériaux, nous allons caractériser la fiabilité des lignes de cuivre, en comparaison au procédé de référence, pour une largeur de 63 nm. La caractérisation morphologique n'est effectuée que dans le cas où l'on suspecte un possible effet, c'est-à-dire si le matériau est introduit avant l'étape de recuit de croissance. Enfin, une caractérisation chimique est également effectuée afin de localiser ces nouveaux éléments dans l'architecture de la ligne.

#### **5.2.1 Aluminium**

Ici, la cible utilisée pour le dépôt de la couche d'accroche est, dans un cas une cible de cuivre pur à 99,99% qui sera notre procédé de référence appelé REF, et dans l'autre cas une cible de cuivre - aluminium contenant 1% d'aluminium. Cette variation sera appelée ALU.

### 5.2.1.1 Résultats des tests d'électromigration

Les tests d'électromigration ont été effectués aux mêmes conditions de température et de densité de courant que précédemment : 300°C et environ 20 mA/μm<sup>2</sup>. Les résultats de ces tests sont présentés Figure 5.13 sous forme de distributions des temps à la défaillance. On peut noter une augmentation significative du temps médian à la défaillance d'un facteur 2,5 sans modification de la dispersion. Les pentes des courbes de résistance donnant accès à la vitesse de croissance de la cavité ont été comparées. On mesure une pente moyenne trois fois plus faible pour le procédé ALU que pour le procédé de référence (0,0036 Ohm/s pour REF contre 0,0012 Ohm/s pour ALU). Le fait d'inclure un peu d'aluminium dans la couche d'accroche a donc un effet significatif sur les temps à la défaillance en limitant la vitesse de diffusion au sein de la ligne.

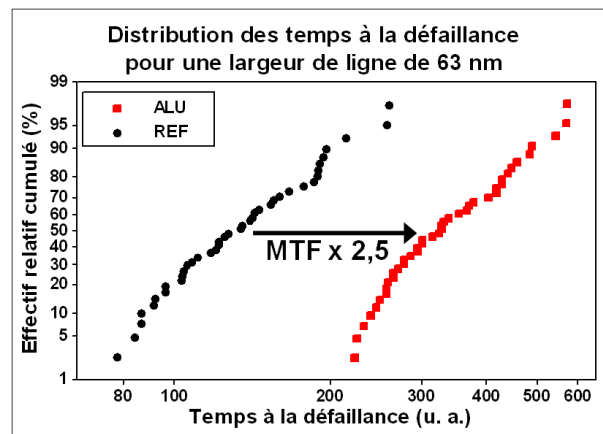


Figure 5.13 : Distributions des temps à la défaillance pour le procédé de référence et le procédé avec aluminium.

Pour aller plus loin dans la compréhension, nous devons savoir où se situe l'aluminium : est-ce qu'il reste dans la couche d'accroche? Est-ce qu'il diffuse au sein du cuivre? Si oui, la distribution est-elle homogène? De plus, la variation de procédé étudiée ici concernant la couche d'accroche, dont on a montré l'influence sur la croissance des grains a une incidence possible sur les paramètres morphologiques du cuivre. C'est pourquoi une caractérisation structurale par EBSD a été effectuée.

### 5.2.1.2 Résultats des analyses par EBSD

Les échantillons caractérisés ici proviennent de substrats préparés pour les analyses EBSD de la même manière que pour le comparatif REF/MLI. L'aire analysée pour chaque procédé est d'environ 100 μm<sup>2</sup> et la largeur des lignes identique à la caractérisation électrique : 63 nm. Les résultats relatifs à la microstructure sont présentés Figure 5.14. Les résultats concernant les figures de pôles et donc la texture des échantillons ne sont pas présentés ici, d'une part, parce qu'elles sont similaires, et d'autre part, puisque nous avons mis en évidence que l'orientation cristalline des grains de cuivre ne présente pas de lien avec l'électromigration.

|     | Diamètre moyen (μm) | Dispersion taille de grain | Désorientation moyenne (°) | Densité de joints de grains (μm/μm <sup>2</sup> ) | Proportion de joints de grain fortement désorientés |
|-----|---------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| REF | 0,16                | 1,83                       | 54,0                       | 3,08                                              | 0,22                                                |
| ALU | 0,16                | 1,94                       | 50,3                       | 2,80                                              | 0,29                                                |

Figure 5.14 : Tableau récapitulatif des principaux paramètres microstructuraux des deux procédés REF et ALU.

Les modifications de la microstructure concernent principalement la densité de joints de grains plus faible de 10% pour le procédé ALU ainsi que la distribution angulaire des joints de grains. On note

une augmentation de 20% de la proportion de joints de grains fortement désorientés conduisant à une diminution de la désorientation moyenne. On en déduit que la proportion de joints de macles présents pour le procédé ALU est moins importante et donc que le cuivre présente plus de défauts que pour le procédé de référence. L'amplitude des variations mesurée sur ces paramètres ne permet pas d'expliquer le changement observé sur les distributions des temps à la défaillance. Ce n'est donc pas l'évolution des paramètres microstructuraux engendrée par la présence d'aluminium mais la présence d'aluminium elle-même qui est responsable du gain de fiabilité des lignes de cuivre.

Nous avons également comparé les paramètres microstructuraux en analysant un plot de cuivre. Les résultats obtenus, non présentés ici, sont identiques pour les procédés REF et ALU. La modification concernant la couche d'accroche, il n'est pas étonnant de ne pas constater d'influence pour des dimensions où la croissance des grains se fait par la surépaisseur.

Pour finir, la technique TOF-SIMS<sup>20</sup> et les techniques EDX<sup>21</sup> et EELS<sup>22</sup>, toutes deux implémentées dans un microscope électronique en transmission ont été utilisées pour caractériser la répartition spatiale de l'aluminium.

### **5.2.1.3 Résultats des caractérisations chimiques : localisation de l'aluminium**

#### *5.2.1.3.1.1 Par la technique TOF-SIMS*

La technique TOF-SIMS consiste à utiliser un faisceau d'ions pulsé pour pulvériser et ioniser la surface d'un échantillon. Les ions secondaires générés sont ensuite accélérés avec une énergie  $E$ , détectés et séparés selon leur temps de vol, les ions de masse élevée vont mettre plus de temps à atteindre le détecteur que les ions plus légers. On obtient ainsi la distribution d'intensité en fonction de la masse renseignant sur les espèces présentes au sein du matériau. Afin d'obtenir une information résolue en profondeur, on alterne ce mode opératoire avec un faisceau d'ions de forte intensité qui va abraser le matériau, le faisceau d'ions utilisé pour l'analyse étant considéré comme non destructif. Cette technique permet ainsi d'analyser plusieurs centaines de microns<sup>2</sup> et est plus adaptée aux échantillons isolants que les autres techniques de spectrométrie de masse des ions secondaires.

---

<sup>20</sup> TOF-SIMS : Time Of Flight-Secondary Ion Mass Spectroscopy, spectrométrie de masse des ions secondaires en temps de vol.

<sup>21</sup> EDX : technique de spectrométrie d'énergie des rayons-X qui peut s'appliquer dans un microscope électronique à balayage ou en transmission.

<sup>22</sup> EELS : Energy Electron Loss spectroscopy, spectrométrie de perte d'énergie des électrons, technique utilisée dans un microscope électronique en transmission.

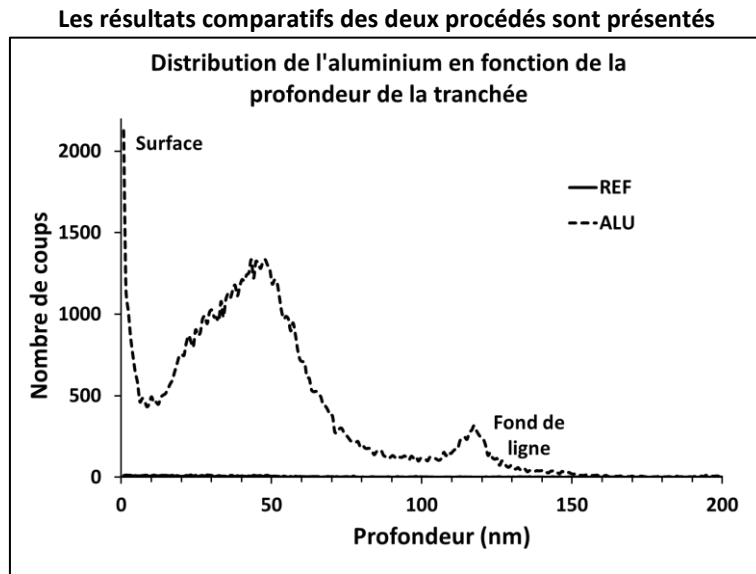
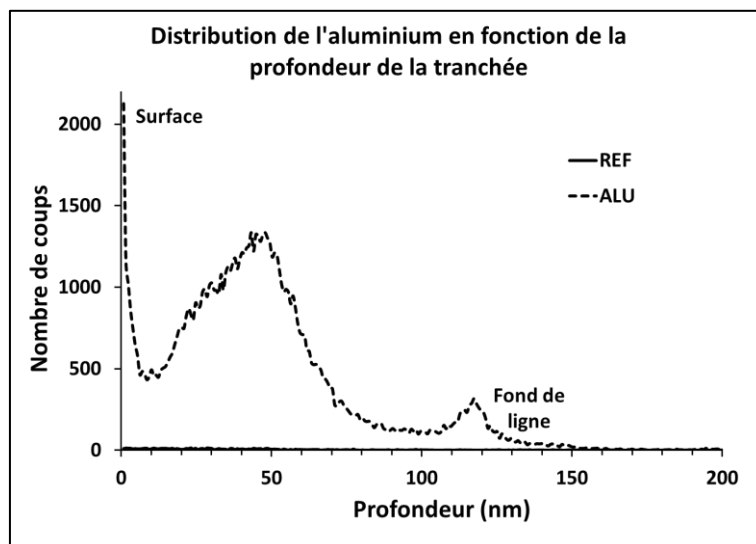


Figure 5.15 sous forme de distribution en profondeur de l'aluminium. Le procédé REF ne montre pas de présence d'aluminium comme attendu. Le procédé ALU montre bien une présence d'aluminium mais avec une distribution en profondeur qui n'est pas homogène. On note une concentration en surface de la ligne, un pic à 120 nm correspondant à la couche d'accroche en fond de ligne et un large pic à une profondeur de 50 nm. La couche d'accroche étant déposée à la fois sur les flancs et le fond de la ligne, on s'attend à un signal constant jusqu'au fond de la ligne puis un pic correspondant au fond de la ligne. Le profil d'intensité présenté ici montre que l'on a bien une diffusion de l'aluminium, après son dépôt, pour obtenir une ségrégation à la surface de la ligne ainsi que dans la tranchée.



**Figure 5.15 : Représentation graphique de l'intensité de la quantité d'aluminium en fonction de la profondeur de la tranchée.**

La caractérisation par TOF-SIMS est une caractérisation très globale puisqu'elle se fait sur de très grandes surfaces (carré de quelques centaines de microns de côté). Une caractérisation par microscopie électronique en transmission permet de caractériser la distribution de l'aluminium de manière localisée à l'échelle d'une portion de ligne.

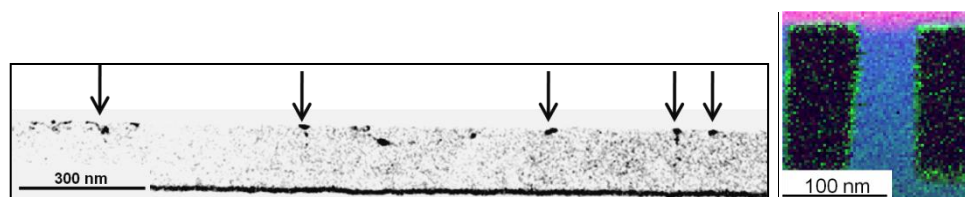
#### 5.2.1.3.1.2 Par microscopie électronique en transmission

Plusieurs techniques liées au microscope électronique en transmission permettent une caractérisation chimique. Etant donnée la faible quantité d'aluminium que nous recherchons, les techniques que nous devons considérer doivent avoir une bonne sensibilité ce qui nous amène aux techniques à balayage : la spectroscopie d'énergie de rayons X et de perte d'énergie des électrons. Le fait que le faisceau soit concentré en un point permet d'obtenir un signal de forte intensité ponctuellement sur l'échantillon. En déplaçant le faisceau, on peut alors réaliser des profils ou cartographies d'intensité d'un ou plusieurs éléments.

La spectroscopie d'énergie de rayons X est basée sur le même principe que celle exposée dans le chapitre deux dans le cas du microscope électronique à balayage. Les électrons incidents vont exciter les atomes du matériau dont certains vont se désexciter en émettant un rayons X d'énergie caractéristique. Ainsi, à partir du spectre énergétique, on peut identifier les éléments présents au niveau du point d'acquisition.

La spectroscopie de perte d'énergie des électrons repose sur le phénomène de diffusion inélastique qui va faire perdre aux électrons incidents, interagissant avec les électrons de cœur, une quantité d'énergie caractéristique de l'élément considéré. Ces électrons vont alors être déviés par un champ magnétique pour être détectés en fonction de leur énergie. Comme précédemment, on obtient un spectre énergétique caractéristique des éléments étant entrés en interaction avec les électrons du faisceau incident.

Les résultats sont présentés sous forme de cartographies Figure 5.16. On remarque sur la cartographie longitudinale une ségrégation d'aluminium à l'interface supérieure localisée aux joints de grains, mise en évidence par les flèches, après comparaison avec l'image électronique. La forte intensité en fond de ligne est un artefact dont la barrière de tantale est responsable. Le tantale étant un élément lourd, son interaction avec le faisceau incident va engendrer une forte diffusion du faisceau et des électrons rétrodiffusés. Ces électrons vont alors interagir avec l'environnement de l'échantillon, notamment la rondelle d'aluminium qui le maintient. La cartographie transversale met en évidence la présence d'aluminium au niveau de la couche d'accroche (flanc et fond de ligne) et à l'interface supérieure comme observé par Yokogawa [101].



**Figure 5.16 : Cartographie chimique de l'élément aluminium pour une coupe longitudinale réalisée en EDX à gauche et transversale réalisée en EELS à droite d'une ligne de cuivre de 63 nm du procédé ALU. Sur l'image transversale l'aluminium est représenté par la couleur verte.**

Ces deux résultats confirment donc les résultats de l'analyse par TOF-SIMS mais ne permettent pas de quantifier la distribution de l'aluminium au sein de la ligne de cuivre à cause du faible nombre d'échantillons analysés.

#### 5.2.1.4 Conclusion

Nous constatons ici que l'ajout d'aluminium permet un gain significatif de la fiabilité des lignes de cuivre. Bien que cet ajout influe sur les paramètres microstructuraux, les modifications observées ne sont pas suffisantes pour être responsables du gain de fiabilité.

Les analyses chimiques ont montré que l'aluminium était principalement présent à l'interface supérieure et plus particulièrement au niveau des joints de grains de cuivre. Cette ségrégation préférentielle de l'aluminium pourrait expliquer la diminution de vitesse de croissance des cavités observée durant les tests d'électromigration. Notre hypothèse est que la présence d'aluminium renforce l'interface supérieure aux endroits critiques pour la germination de la cavité : les joints de grains. Une fois la cavité formée, l'aluminium resterait à l'interface supérieure en suivant le front de croissance de la cavité. Cette hypothèse reste à confirmer par la caractérisation chimique post-mortem d'une interconnexion.

La localisation de l'aluminium à l'interface supérieure nous apporte une information sur l'étape durant laquelle l'élément se déplace de la couche d'accroche à la surface de la ligne. Si cette redistribution avait lieu durant le recuit de croissance, le polissage qui suit éliminerait tout l'aluminium présent dans la surépaisseur, on n'observerait donc pas de ségrégation à l'interface. La diffusion de l'aluminium a donc lieu pendant les étapes de recuit suivantes alors que le cuivre est déjà stable après le recuit de croissance (on le vérifie en suivant la résistance électrique des lignes de cuivre).

Le second élément dont nous avons étudié l'influence est le cobalt retenu également car une diminution de la vitesse de diffusion a été relevée par Hu [100], qui mesure une augmentation de l'énergie d'activation du phénomène d'électromigration pour une interface supérieure cuivre/cobalt (2 eV contre 0,8-1 eV pour une interface cuivre/SiCN).

### 5.2.2 Cobalt

Le cobalt est intégré à la ligne de cuivre par dépôt chimique en phase vapeur. Ce mode d'intégration permet d'envisager plusieurs configurations. Nous allons étudier ici le cas d'une couche de cobalt, d'environ 1,5 nm d'épaisseur, déposée entre la barrière de tantale et la couche d'accroche, ce procédé sera appelé COL, et à l'interface supérieure entre le cuivre et le diélectrique, ce procédé sera appelé COC. Ces deux variantes seront mises en comparaison avec le procédé REF, notre nouvelle référence. L'architecture de ces trois procédés est décrite de manière schématique Figure 5.17.

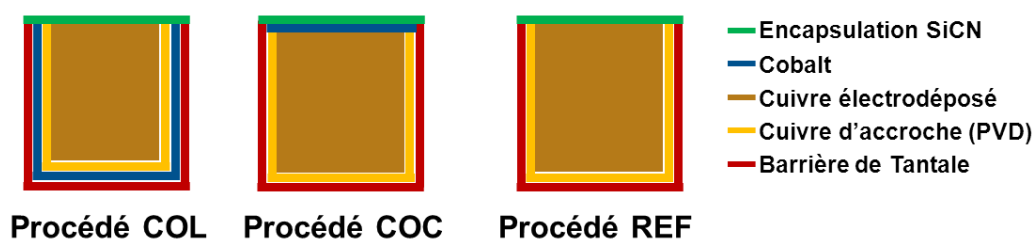


Figure 5.17 : Vue transversale schématique d'une ligne de cuivre pour les trois procédés étudiés : COL, COC et REF.

Le but du procédé COL est d'améliorer l'adhérence et la germination de la couche d'accroche de cuivre. Ce procédé étant intégré avant le recuit de croissance, une caractérisation structurale par EBSD est effectuée afin de déterminer l'influence de cette couche de cobalt sur la microstructure du cuivre.

Le but du procédé COC est d'améliorer la qualité de l'interface supérieure de la ligne de cuivre. Cette variante ne sera pas caractérisée par EBSD puisque le cuivre est stabilisé avant le dépôt de cette couche. La fiabilité de ces deux variantes est évaluée par des tests de vieillissement et une caractérisation chimique par la technique EDX permet de localiser le cobalt au sein de la ligne.

### 5.2.2.1 Résultats des tests d'électromigration

Les tests d'électromigration ont été effectués dans les mêmes conditions que précédemment. Les résultats présentés sous forme de distribution des temps à la défaillance sont présentés Figure 5.18. On note une augmentation du temps médian à la défaillance d'un facteur 4,5 accompagnée d'une augmentation de la dispersion pour le procédé COL. On ne note par contre aucun changement pour le procédé COC.

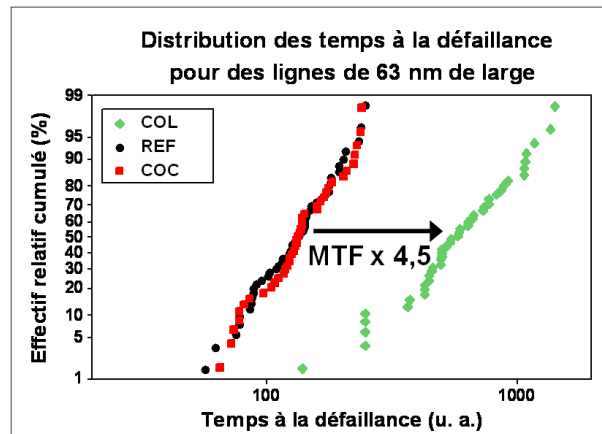


Figure 5.18 : Distributions des temps à la défaillance pour le procédé de référence et les procédés avec cobalt.

Si on s'intéresse aux pentes des courbes de résistance, on ne constate pas de différence pour le procédé COC alors qu'on mesure une diminution d'un facteur trois pour le procédé COL (0,001 Ohm/s contre 0,003 Ohm/s pour la référence). On constate ici des résultats pour le procédé COL similaires à ceux de la variation ALU avec une augmentation de la résistance à l'électromigration expliquée au moins en partie par une vitesse de croissance de cavité plus faible. Nous allons maintenant caractériser l'effet de ce procédé sur les paramètres microstructuraux du cuivre.

### 5.2.2.2 Résultats des analyses EBSD pour le procédé COL

Les échantillons proviennent des mêmes substrats que les échantillons caractérisés par test de vieillissement accéléré. La caractérisation se fait sur des réseaux de lignes de cuivre de 63 nm de large. Les résultats des surfaces de 50  $\mu\text{m}^2$  caractérisées par EBSD sont résumés sous forme de tableau à la Figure 5.19. Comme pour la variation de procédé précédente, les données concernant l'orientation des grains ne présentant pas de lien avec l'électromigration, elles ne sont pas présentées ici.

|     | Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ ) | Dispersion taille de grain | Désorientation moyenne ( $^\circ$ ) | Densité de joints de grains ( $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ ) | Proportion de joints de grains fortement désorientés |
|-----|----------------------------------|----------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| REF | 0,16                             | 1,67                       | 36,2                                | 2,13                                                        | 0,14                                                 |
| COL | 0,18                             | 2,11                       | 53,6                                | 1,39                                                        | 0,15                                                 |

Figure 5.19 : Tableau récapitulatif des principaux paramètres microstructuraux des procédés REF et COL.

On note que le cuivre du procédé COL est mieux stabilisé avec une taille de grains supérieure au procédé REF, une densité de joints de grains moins importante et une désorientation moyenne significativement plus élevée résultant d'une plus forte proportion de joints de macles. Cependant comme pour le procédé ALU, bien que la présence du cobalt sous la couche d'accroche influence la microstructure du cuivre, ces différences ne suffisent pas à expliquer le gain de fiabilité observé.

Comme précédemment, une caractérisation chimique par MET a été réalisée afin d'identifier la répartition du cobalt pour les procédés COL et COC.

### 5.2.2.3 Résultats de la caractérisation chimique par MET

Les Figure 5.20 et Figure 5.21 présentent les cartographies chimiques du cobalt résultant d'analyse EDX réalisées dans un microscope électronique à transmission, des procédés COC et COL respectivement.

La cartographie du procédé COC met en évidence une diffusion du cobalt, déposé à la surface de la ligne, dans l'épaisseur du cuivre préférentiellement par les joints de grains. Cette diffusion entraîne une couche de cobalt en surface discontinue au niveau des joints de grains lieux critiques pour la germination des cavités. En conséquence, l'amélioration de la qualité de l'interface supérieure attendue n'est pas obtenue aux joints de grains expliquant la résistance à l'électromigration similaire au procédé de référence.

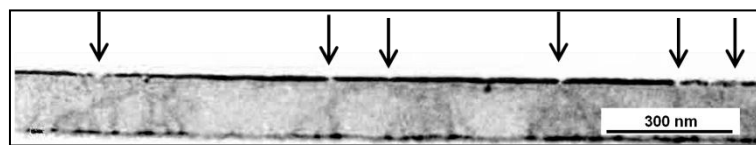


Figure 5.20 : Cartographie chimique de l'élément cobalt pour une coupe longitudinale d'une ligne de cuivre de 63 nm du procédé COC.

La cartographie du procédé COL réalisée sur un échantillon nous apporte deux informations. La première information concerne la répartition du cobalt qui semble assez homogène. Il n'est donc pas possible comme pour le procédé ALU de déterminer à quelle étape de recuit se fait la répartition du cobalt. La seconde concerne la répartition du cobalt au niveau de la cavité (mis en évidence par le polygone blanc). On remarque un signal plus intense au niveau du front de croissance de la cavité. Ainsi, la supposition que nous avons faite dans le cas du procédé ALU pour expliquer la diminution de la vitesse de croissance se vérifie ici pour le cobalt. Le cobalt étant réparti de manière homogène, une fois la cavité créée, il va s'accumuler au niveau de la surface libre et va diminuer la vitesse de croissance de la cavité en créant une interface cuivre/cobalt au lieu de l'interface cuivre/diélectrique et cuivre/vide.

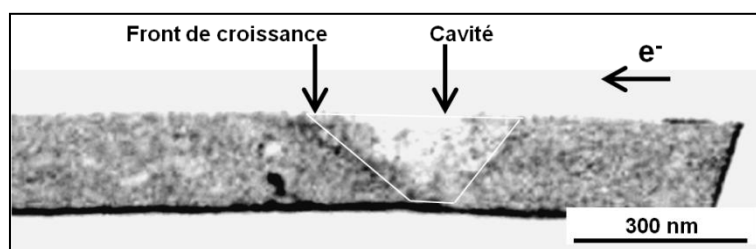


Figure 5.21 : Cartographie chimique de l'élément cobalt pour une coupe longitudinale d'une ligne de cuivre de 63 nm testée du procédé COL.

On notera ici l'importance de la stabilisation du cuivre lors de l'insertion de cobalt dans l'architecture de la ligne pour sa distribution finale. Dans le cas du procédé COL, le cobalt est présent avant le recuit de croissance et le cobalt semble réparti de manière homogène dans l'épaisseur de la ligne alors que pour le procédé COC, le cuivre est stabilisé avant l'ajout du cobalt qui se répartit également dans l'épaisseur du cuivre mais avec une préférence pour les joints de grains.

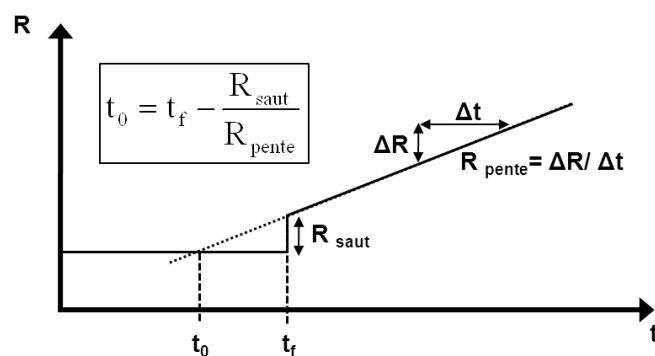
### 5.2.2.4 Conclusion

Pour conclure sur l'effet de l'ajout de matériaux, on constate que l'introduction de ces matériaux avant le recuit de croissance présente un gain significatif sur la fiabilité des lignes de cuivre avec une

diminution de la vitesse de croissance des cavités que nous attribuons à une interface supérieure de meilleure qualité (énergie d'adhérence plus élevée). Nous avons observé une fois de plus le rôle des joints de grain sur la résistance à l'électromigration avec la ségrégation de l'aluminium pour le procédé ALU et un manque de cobalt pour le procédé COC aux joints de grains conduisant respectivement à un gain de fiabilité ou à des performances équivalentes à la référence.

Concernant la distribution de ces éléments, nous avons constaté que les étapes durant lesquelles a lieu cette répartition est difficile à identifier et il y a donc des analyses intéressantes à effectuer pour identifier les conditions de recuit qui permettent de contrôler au mieux la répartition des éléments ajoutés.

A propos du procédé COC, une nouvelle version avec un dépôt plus épais (environ 2,5 nm au lieu de 1,5 nm) a été évaluée présentant un gain d'un facteur quatre du temps médian à la défaillance. Cette dépendance de l'épaisseur du dépôt cobalt a également été observée par Yang [102] mais dans son cas, il observe un gain de fiabilité à partir d'une épaisseur de six nanomètres. Les pentes des courbes de résistance présentent des valeurs similaires à la référence (0,00155 et 0,00163 Ohm/s) mais en revanche la valeur médiane du temps d'incubation  $t_0$ , introduit récemment par Arnaud [103] et défini par la Figure 5.22, s'avère être cinq fois plus importante pour cette nouvelle version du procédé COC. L'énergie d'activation mesurée de 0,88 eV, correspondant toujours à une diffusion à l'interface supérieure, est loin des 2 eV mesurés par Hu avec un dépôt de CoWP. Nous pensons ici que, le dépôt étant plus épais, il n'y a pas de discontinuité de la couche déposée en surface après sa redistribution.



**Figure 5.22 : Définition du calcul du temps d'incubation d'une cavité à partir d'une courbe de résistance présentant un saut suivi d'une pente.**

On peut donc dire que l'influence du cobalt sur l'électromigration est différente selon qu'il est intégré avant ou après stabilisation du cuivre. Dans le premier cas, il a un effet sur la vitesse de croissance des cavités comme pour l'aluminium, alors que dans le second cas il retarde l'apparition de la cavité. Notre explication est que dans le cas du dépôt d'une couche suffisamment épaisse, l'énergie d'adhésion de l'interface cuivre/cobalt est supérieure en tout point à celle de l'interface cuivre/SiCN. En conséquence, la contrainte en tension nécessaire à l'apparition d'une cavité est plus élevée retardant ainsi le temps à la défaillance. Par contre, cela n'explique pas pourquoi la vitesse de croissance de la cavité est inchangée alors qu'elle diminue fortement pour le procédé COL.

Après cette conclusion sur l'influence de l'ajout de nouveaux matériaux mettant en évidence la complexité du phénomène d'électromigration, nous allons faire le bilan des modifications de procédé présentées dans ce chapitre.

### 5.2.3 Bilan

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à différentes variations de procédé suspectées comme ayant une incidence potentielle sur les paramètres morphologiques du cuivre et en conséquence sur les performances des lignes de cuivre face à l'électromigration. Nous avons pu observer d'une part que certaines modifications de procédé n'influencent ni la fiabilité ni les caractéristiques structurales du cuivre. A l'inverse, nous avons pu voir que le changement des conditions du recuit de croissance peut avoir une forte influence sur la texture du cuivre sans que les résultats des tests de vieillissement accélérés soient très différents pour autant. En segmentant les analyses réalisées par EBSD pour obtenir une distribution statistique des paramètres morphologiques plutôt qu'un résultat global, nous avons pu identifier à nouveau les joints de grains de forte désorientation comme étant liés à la présence de défaillances précoces détériorant la fiabilité des lignes cuivre. Nous avons également confirmé notre conclusion sur l'influence de l'orientation des grains, dont la forte variation n'entraîne pas d'amélioration ou de dégradation des temps à la défaillance. Ce résultat contredit donc les articles de la littérature mettant en évidence une corrélation entre l'orientation cristalline et le lieu de défaillance des lignes de cuivre. Concernant les variations de procédé, de nombreux paramètres peuvent être étudiés et les deux études montrées ici mettent en évidence d'une part la difficulté d'isoler réellement un seul paramètre puisqu'il peut avoir une répercussion sur les étapes suivantes. Une modification de la couche d'accroche, par exemple, peut avoir un effet sur l'étape de dépôt électrochimique et également sur le recuit de croissance. D'autre part, même si des mesures de contrôle (notamment de résistance) sont effectuées durant les étapes de fabrication pour identifier les procédés présentant un effet significatif, nous avons vu que cela ne garantissait pas une modification des paramètres microstructuraux et de la fiabilité des lignes de cuivre. Ceci nous amène à la deuxième partie de ce chapitre qui est dédiée à l'ajout de nouveaux matériaux au sein de l'architecture de la ligne, l'aluminium et le cobalt.

L'idée générale est d'améliorer la qualité de l'interface supérieure, chemin de diffusion responsable de la défaillance. Nous avons observé que la présence de cobalt ou d'aluminium en fond de ligne permettait de diminuer la vitesse de croissance des cavités et en conséquence d'améliorer la fiabilité des lignes de cuivre. Dans le cas du cobalt déposé en surface, il s'avère qu'une certaine épaisseur (située entre 1,5 et 2,5 nm dans notre cas) doit être déposée pour obtenir un gain de fiabilité. Les analyses chimiques ont montré à nouveau l'importance des joints de grains dans le phénomène d'électromigration. On retrouve avec l'ajout de ces matériaux qu'une interface cuivre/métal est préférable pour améliorer la résistance à l'électromigration [60], car l'énergie d'adhésion de l'interface est supérieure. Cependant, nous restons perplexes sur la cinétique du phénomène d'électromigration différente pour l'intégration du cobalt en surface et en fond de ligne. Cette différence pourrait s'expliquer en partie par le fait que le cobalt soit intégré avant ou après la stabilisation du cuivre ce qui a une influence sur sa distribution dans l'épaisseur de la ligne.

---

---

## Bilan général

### Conclusions

Les travaux présentés dans ce manuscrit nous ont permis de mettre en évidence un lien entre les paramètres morphologiques du cuivre constituant la partie conductrice des interconnexions et l'électromigration, phénomène majeur responsable de la défaillance des lignes de cuivre par création de cavités sous l'application d'un courant. L'étude portant sur la caractérisation du cuivre présent autour d'une cavité sur des structures de 70 nm de large a montré la présence de joints de grains fortement désorientés comme nécessaire à l'apparition d'une cavité. Nous retrouvons ainsi certains résultats de la littérature à propos de l'influence des joints de grains sur la localisation de la défaillance mais ici sur les dimensions correspondantes aux interconnexions les plus critiques.

La caractérisation structurale d'interconnexions n'étant pas courante, et la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés n'étant pas adaptée a priori à des échantillons de ces dimensions, nous avons dû développer les méthodes de préparation d'échantillons et optimiser les étapes d'acquisition pour parvenir à ces résultats. Ceci présente donc une forte valeur ajoutée pour l'entreprise, d'autant plus que nous avons montré que la technique pouvait être utilisée pour des interconnexions du nœud 28 nm, correspondant à des interconnexions de 45 nm de large. Nous avons également mis en place avec les équipes de production un protocole de préparation de substrats spécifiquement destinés aux analyses EBSD permettant d'une part de faciliter la préparation et d'obtenir une acquisition de meilleure qualité.

En comparant plusieurs modifications de procédés, nous avons pu conclure que l'orientation cristalline des grains n'avait pas de lien avec les performances des lignes de cuivre face à l'électromigration. Ce résultat est donc en désaccord avec les observations de Choi et Mirpuri [63], [71], [64], [87] qui observent un lien entre le phénomène de dégradation et l'orientation des grains mais avec des conclusions opposées. Cet exemple de résultats contradictoires n'est pas unique et il est difficile, de manière générale, d'établir une relation entre les résultats de différents travaux. Les conditions d'élaboration des interconnexions sont rarement identiques et les conditions de caractérisations sont très souvent différentes (échantillons caractérisés "in situ" avec une interface libre, structures de test avec ou sans via, fiabilité évaluée avec un chauffage en four ou par effet joule).

Bien que l'on observe un effet significatif sur la microstructure du cuivre pour certaines modifications des conditions de procédé, elles n'entraînent pas de gain ou de perte notable sur la fiabilité des lignes de cuivre. Nous n'avons bien sûr pas évalué l'incidence de toutes les modifications envisageables mais, d'après nos précédentes conclusions, il est raisonnable de penser que cette voie, très coûteuse, n'est pas la plus prometteuse puisque nous ne parviendrons jamais à éliminer la caractère granulaire du cuivre.

La technique consistant à améliorer l'interface cuivre/encapsulation, où se produit la diffusion responsable de l'apparition et de la croissance de la cavité s'avère être plus efficace. Nous l'avons constaté avec l'introduction d'aluminium et de cobalt dans l'architecture de la ligne de cuivre. Bien que le gain sur les temps à la défaillance soit net, il y a encore à comprendre la raison de ce gain. Lorsque les éléments sont introduits avant le dépôt électrolytique, on constate une baisse de la vitesse de croissance des grains alors que pour le cobalt déposé en surface le gain est une conséquence du retardement de l'apparition de la cavité.

Le phénomène d'électromigration est donc un phénomène complexe. Bien que l'étude poussée des courbes de résistance amène de nombreuses informations (temps à la défaillance, lieu de la cavité avec la valeur du saut de résistance, nombre de cavités, vitesse de croissance de la cavité, énergie d'activation du phénomène renseignant le chemin de diffusion majoritaire), elle ne permet pas de comprendre le phénomène dans sa totalité. C'est pourquoi les caractérisations par imagerie électronique, chimiques et structurales sont nécessaires pour compléter les informations apportées par la caractérisation électrique.

Lorsque nous avons caractérisé l'effet d'une modification dans le procédé de fabrication, nous nous sommes concentrés sur les temps médian à la défaillance, ce qui est pertinent pour identifier le gain ou la perte de performance. Cependant lorsque l'on veut définir la fiabilité d'un produit il faut considérer un grand nombre d'interconnexions ce qui entraîne d'extrapoler la fiabilité pour de très faibles taux de défaillances (typiquement 1 ppm). Ainsi un gain sur le temps médian à la défaillance qui s'accompagne d'une augmentation de la dispersion peut finalement entraîner une perte aux faibles taux de défaillance. Le temps médian à la défaillance n'est donc pas le seul paramètre à considérer durant la phase de développement afin de faire les bons choix sur les étapes de fabrication des interconnexions.

### **Perspectives**

Les études portant sur la caractérisation structurale du cuivre environnant la cavité ont été réalisées sur des échantillons dont la cavité était suffisamment petite pour être considérée proche de son apparition. Il serait intéressant maintenant d'étudier, en plus de la germination de la cavité, la cinétique de croissance. Y-a-t-il une configuration microstructurale ou une orientation qui s'oppose à son développement ? Nous avons observé que la configuration grain colonnaire conjoint à une zone polycristalline était souvent liée au lieu d'observation de la cavité. Ceci suggère donc que la microstructure peut jouer un rôle dans la phase de germination de la cavité. Qu'en est-il pour sa croissance ?

Nous avons déduit de cette configuration grain colonnaire/zone polycristalline préférentielle à l'apparition d'une cavité, que la contrainte locale préexistante, dans notre cas une contrainte en tension, pouvait avoir un effet sur la localisation des cavités. Nous n'avons pas pu mettre en place d'études afin de le confirmer par des mesures locales de l'état de contrainte. Ce type de plan d'expérience, difficile à mettre en place étant donné la résolution nécessaire à la caractérisation des lignes de cuivre, apporterait des informations indispensables pour mieux comprendre le phénomène d'électromigration et pouvoir le modéliser.

Concernant la simulation, des modèles analytiques de diffusion dans du cuivre considéré monocristallin existent déjà au sein de l'entreprise. Ils permettent notamment de rendre compte de l'influence des longueurs de lignes (Effet Blech exposé au premier chapitre) sur le phénomène d'électromigration. L'intégration de la microstructure (et de l'orientation pour la phase de croissance) dans ce type de modèles est très délicate et est plus facile dans le cas de simulation par élément finis. Les données expérimentales recueillies durant ces trois années pourraient être utilisées pour définir un modèle de simulation intégrant la microstructure et le confronter aux résultats obtenus. Ces travaux pourraient faire l'objet d'une thèse.

Nous avons vu qu'une caractérisation complémentaire aux tests de vieillissement accélérés étaient nécessaire pour interpréter les résultats obtenus et mieux comprendre le phénomène d'électromigration. La difficulté réside dans le nombre d'échantillons à caractériser pour que

l'information tirée de ces analyses soit pertinente et représentative. Pour pallier ce point bloquant, nous avons montré que la définition de structures spécialement dédiées permettait d'augmenter la statistique sans augmenter le nombre d'analyses. La définition de structures spécifiques est donc une voie intéressante pour étudier le phénomène d'électromigration : augmentation de la statistique, détermination des grains présents à la place de la cavité grâce à des lignes de cuivre non connectées de chaque côté de la ligne de test (pour des largeurs où l'empreinte de la surépaisseur est significative) par exemple.

L'ajout de nouveaux matériaux semble être l'option la plus efficace mais il faut encore comprendre quelle est la cause du gain de fiabilité observé. Pour cela il serait pertinent d'une part d'identifier l'étape durant laquelle la diffusion des éléments s'opère pour ensuite en modifier les conditions (température, durée). Il sera alors possible de contrôler la diffusion des éléments pour ensuite caractériser la fiabilité correspondante et suivre l'évolution des paramètres tirés des courbes de résistances. Bien sûr l'étude d'autres matériaux est aussi à envisager, le manganèse par exemple est aujourd'hui en développement en remplacement de l'aluminium.

Dans l'optique d'améliorer la résistance de la cathode à l'électromigration, il serait intéressant d'étudier ce qui se passe si l'on supprime le lieu de germination de la cavité. Pour cela il faut d'abord préparer les échantillons en deux phases durant les tests d'électromigration. La première phase consiste en un test classique présentant un saut de résistance suivi d'une augmentation linéaire. A ce stade, les grains de cuivre présents à la germination ont disparu et une cavité de taille conséquente est présente. La deuxième phase consiste ensuite à inverser le sens du courant de sorte à réparer le côté de la ligne présentant la cavité en utilisant le phénomène d'électromigration. Le cuivre va alors se reformer en condition d'épitaxie avec le front de la cavité. On teste ensuite la ligne de la même manière que la première phase et on caractérise le lieu de germination. Un des problèmes de cette procédure est d'arriver à connaître les grains de cuivre de la ligne avant les deux premières phases. Pour cela on peut utiliser des structures munies de lignes non connectées qui vont garder la configuration structurale initiale. Cela suppose que les lignes ont une microstructure bambou et que les lignes adjacentes présentent la même orientation (empreinte de la surépaisseur). Un autre problème est qu'en plus de la structure du cuivre différente au premier lieu de germination, l'état de contrainte initiale entre la première phase et la troisième phase est également différent. Il faudra donc prendre en compte ceci dans l'interprétation des résultats et si possible le caractériser. Dans cet esprit, il serait pertinent de vérifier si le lieu de germination est identique pour une structure longue et pour une structure courte présentant un effet Blech pour laquelle l'évolution de l'état de contrainte en fonction du temps est différente. Enfin, l'effet des dimensions des lignes, et donc du mécanisme de croissance cristalline, sur la localisation et la croissance des cavités apporterait également des informations pour améliorer notre compréhension du phénomène et confronter les modèles de simulation.

Pour conclure, cette thèse a permis de mettre au point des procédures adaptées à la caractérisation de lignes de cuivre de petites comme de grandes dimensions afin d'apporter des informations sur le phénomène d'électromigration. Nous avons mis en évidence un effet de la microstructure sur la localisation des cavités menant à la défaillance et le gain significatif entraîné par l'ajout d'aluminium et de cobalt qui semble améliorer la qualité de l'interface où la diffusion atomique a lieu. Cependant ces travaux ont également soulevés de nombreux points à creuser pour approfondir notre compréhension du phénomène d'électromigration et parvenir à le modéliser en y incluant la microstructure.

---

## Bibliographie

- [1] David Ney, "Etude de la fiabilité en électromigration dans les interconnexions en cuivre pour les technologies avancées de la microélectronique," INP, Grenoble, Thèse 2007.
- [2] Lise Doyen, "Caractérisation électrique de l'endommagement par électromigration des interconnexions en cuivre pour les technologies avancées de la microélectronique," Université Joseph Fourier, Grenoble, Thèse 2009.
- [3] M Aimadeddine et al., "Robust integration of an ULK SiOCH dielectric ( $k=2.3$ ) for high performance 32nm node BEOL," in *International Interconnect Technology Conference (IITC)*, San Fransisco, 2007, p. 175.
- [4] F. Skaupy, "Electrizitatsleitung in metallen," *Verh. Deutsch. Phys. Gesellschaft*, vol. 16, 1914.
- [5] H. Wever and W. Seith, "New results on the electrolysis of solid metallic phases," *Z. Elektrochemie*, vol. 59, p. 942, 1955.
- [6] I. Blech and H. Sello, "The failure of thin aluminum current carrying strips on oxidized silicon," in *Physics of failure in electronics*, 1966.
- [7] I Blech, "Electromigration in thin aluminum films on titanium nitride," *J. Appl. Phys.*, vol. 47, no. 4, p. 1203, 1976.
- [8] K Lee, E Ogawa, S Yoon, x Lu, and P Ho, "Electromigration reliability of dual-damascene cu/porous methylsilsesquioxane low-k interconnects," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 82, p. 2032, 2003.
- [9] David Ney, Xavier Federspiel, Valérie Girault, Olivier Thomas, and Patrice Gergaud, "Electromigration threshold in copper interconnect and consequences on lifetime extrapolation," in *International Interconnect Technology Conference (IITC)*, 2005.
- [10] Patrick Lamontagne et al., "Cu Interconnect Immortality Criterion Based on Electromigration Void Growth Saturation," in *International Interconnect Reliability Workshop (IIRW)*, 2009.
- [11] P Debye and P Scherrer, *Z. Phys* , vol. 17, p. 277, 1916.
- [12] M Laue, W Friedrich, and P Knipping, *Sitzungsbericht der Bayer. Akad. D. Wiss. Math.-Phys.*, 1912.
- [13] E.F. Rauch and L. Dupuy, "Rapid spot diffraction patterns identification through template matching," *Arch. Metall. Mater.*, vol. 50, no. 1, p. 87, 2005.
- [14] E.F. Rauch and M. Veron, "Coupled microstructural observations and local texture measurements with an automated crystallographic orientation mapping tool attached to a tem," *Mat.-wiss. u. Werkstofftech*, vol. 36, no. 10, p. 552, 2005.
- [15] S. I. Wright and D. J. Dingley, "Orientation Imaging in the Transmission Electron Microscope," in *Proc. Euromat 4*, Munich, 1999, p. 253.
- [16] Emmanuel Bouzy, Jean-Jacques Fundenberger, Daniel Goran, Thierry Grosdidier, and Adam Morawiec, "Cartographie D'orientation par MET," in *Colloque SF $\mu$* , Grenoble, 2007.

- [17] J.-J. Funderberger, A. Morawiec, E. Bouzy, and J.S. Lecomte, "Polycrystal orientation maps from TEM," *Ultramicroscopy*, vol. 96, no. 2, p. 127, 2003.
- [18] Laurent Clément, "Mesure des déformations et des contraintes par diffraction électronique en faisceau convergent (CBED)," Université Joseph Fourier, Grenoble, Thèse 2006.
- [19] Jean-Paul Morniroli, *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle, applications aux défauts cristallins.*: Monographies de la Société Française des Microscopies, 1998.
- [20] W. Kossel, V. Loeck, and H. Voges, *Z. Phys*, vol. 94, p. 139, 1935.
- [21] D.J. Dingley and J.W. Steeds, *Quantitative Scanning Electron Microscopy*, D.B. Holt et al, Ed. London: Academic Press, 1974.
- [22] S Kikuchi, *J. Appl. Phys*, vol. 5, p. 83, 1928.
- [23] D.J. Dingley, *J. Microsc*, vol. 213, p. 214, 2004.
- [24] S. Zaefferer, *Ultramicroscopy*, vol. 107, p. 254, 2007.
- [25] R. Von Meibom and E. Rupp, *Z. Phys.*, vol. 82, p. 690, 1933.
- [26] M. N. Alam, M. Blackman, and D. W. Pashley, in *Proc. Roy. Soc.*, vol. 221A, London, 1954, p. 224.
- [27] D. J. Dingley, *Scanning Electron. Micro.*, vol. IV, p. 273, 1981.
- [28] D. Boivin and F. Brisset, "Technologie et performances comparées des caméras utilisées en analyse EBSD," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 197.
- [29] B. L. Adams, S. I. Wright, and K. Kunze, *Met. Trans.*, vol. 24A, p. 819, 1993.
- [30] R. A. Schwarzer, S. Zaefferer, and K. Kunze, *Adv. X-Ray Anal.*, vol. 38, p. 547, 1995.
- [31] T. K. Hooghan, P. Staib, and A. Eades, "An Energy Filter for Electron Backscattering Diffraction," in *Microsc. Microanal.*, vol. 10, 2004.
- [32] A. Deal, T. Hooghan, and A. Eades, "Energy filtered electron backscattered diffraction," *Ultramicroscopy*, vol. 108, p. 116, 2008.
- [33] D. J. Dingley, S. I. Wright, and M. M. Nowell, "Dynamic Background Correction of Electron Backscatter Diffraction Patterns," *Microsc. Microanal.*, vol. 11, p. 258, 2005.
- [34] S.-B. Lee, A. D. Rollett, and G. S. Rohrer, "Three-Dimensional Microstructure Reconstruction Using FIB-OIM," in *Mat. Sci. Forum*, 2007.
- [35] W. Xu, M. Ferry, N. Mateescu, J. M. Cairney, and F. J. Humphreys, "Techniques for generating 3-D EBSD microstructures by FIB tomography," *Mat. Char.*, vol. 58, no. 10, p. 961, 2007.
- [36] S. Villert, C. Maurice, C. Wyon, and R. Fortunier, "Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD," *J. of Microsc.*, vol. 233, no. 2, p. 290, 2009.

- [37] A. J. Wilkinson, G. Meaden, and D. J. Dingley, "High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction pattern : New levels of sensitivity.," *Ultramicroscopy*, vol. 106, p. 307, 2006.
- [38] J. L. Pouchou et al., "Analyse cristallographique locale et cartographie d'orientation grand champ : deux exemples très différents de l'utilisation de l'analyse EBSD," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 51.
- [39] F. Robaut et al., "Deux exemples d'études par analyse EBSD : Gravage des joints de grains du Nickel par l'Argent liquide et Texture locale d'échantillons d'hexaferrite de strontium," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 79.
- [40] J. Crepin, D. Caldemaison, M. Dexet, and L. Gelebart, "L'EBSD : un outil pour la micromécanique des matériaux," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 87.
- [41] A. Tommasi, "Analyse de textures par EBSD en sciences de la Terre," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 171.
- [42] J.-L. Thomas, C. Chauvy, and P. Heurtier, "Apports de la technique EBSD à l'étude des mécanismes d'évolution microstructurale en déformation à chaud," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 111.
- [43] R. Chiron, "Apport de l'EBSD et des essais in situ à l'étude du comportement thermomécanique des matériaux," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 119.
- [44] D.J. Dingley, "Utilisation combinée de l'EBSD et de l'EDS pour l'identification des phases cristallines dans des cas faciles et difficiles," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 139.
- [45] S. Zaefferer, "Caractérisation de la microtexture : quand faut-il utiliser le microscope électronique à transmission ?," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 161.
- [46] M. A. Meyer, I. Zienert, and E. Zschech, "Electron Backscatter Diffraction : Application to Cu interconnects in top view and cross section," in *Materials for Information Technology, Engineering Materials and Processes.*, 2005, p. 485.
- [47] D. P. Field, *Microsc. Microanal.*, vol. 11, p. 52, 2005.
- [48] A. Borbély, C. Maurice, and J. H. Driver, *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 41, p. 747, 2008.
- [49] C. J. Harland, P. Akhter, and J. A. Venables, *J. Phys.*, vol. E14, p. 175, 1981.
- [50] J. L. Pouchou and E. Chenu, "Utilisation de l'érosion ionique pour la préparation d'échantillons en EBSD," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 175.
- [51] J. L. Pouchou, "Introduction à l'analyse EBSD : principes généraux et mise en oeuvre dans un MEB," in *L'analyse EBSD, principes et applications.*, 2004, p. 1.
- [52] A. Deal and A. Eades, "Energy-dependence of an EBSD pattern," *Microsc. Microanal.*, vol. 11, p. 524, 2005.

- [53] A. Deal and A. Eades, "Optimizing the EBSD signal," *Microsc. Microanal.*, vol. 11, p. 526, 2005.
- [54] P.V.C. Hough, US Patent 3 069.654, December 18, 1962.
- [55] N.C. Krieger Lassen and et al, *Mater. Sci. Technol.*, vol. 12, p. 837, 1996.
- [56] M. Sofferud et al., "Development of an ultra fast EBSD detector system," in *EMC 2008 14th European Microscopy Congress*, Aachen, Germany, 2008, p. 623.
- [57] L. Vanasupa, Y.-C. Joo, P. R. Besser, and S. Pramanick, "Texture analysis of damascene-fabricated Cu lines by x-ray diffraction and electron backscatter diffraction and its impact on electromigration performance," *J. Appl. Phys.*, vol. 85, no. 5, p. 2583, 1999.
- [58] M. Tagami, N. Furutake, S. Saito, and Y. Hayashi, "Highly reliable low resistance Cu interconnects with PVD-Ru/Ti Barrier Metal toward Automotive LSIs," in *International Interconnect Technology Conference*, 2008, p. 205.
- [59] C.-C. Yang et al., "Integration and reliability of CVD Ru cap for Cu/Low-k development," in *International Interconnect Technology Conference*, Sapporo, Hokkaido, 2009, p. 255.
- [60] M. W. Lane, E. G. Liniger, and J. R. Lloyd, "Relationship between interfacial adhesion and electromigration in Cu metallization," *J. Appl. Phys.*, vol. 93, p. 1417, 2003.
- [61] C. S. Hau-Riege, "An introduction to Cu electromigration," *Microel. Reliab.*, vol. 44, 2004.
- [62] H. Ceric, R. L. De Orio, J. Cervenka, and S. Selberherr, "Analysis of microstructure impact on electromigration," in *International Conference on Simulation of Semiconductor Processes and Devices*, 2008, p. 241.
- [63] Z.-S. Choi, R. Mönig, and C. V. Thompson, "Dependence of the electromigration flux on the cristallographic orientations of different grains in polycrystalline copper interconnects," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, p. 241913, 2007.
- [64] K.-K. Mirpuri and J. Szpunar, "Orientation and Microstructure Dependence of Electromigration Damage in Damascene Cu Interconnect Lines," in *Textures of Materials ICOTOM 14*, Leuven, Bekgium, 2005.
- [65] T. G. Koetter, H. Wendrock, H. Schuehrer, C. Wenzel, and K. Wetzig, "Relationship between microstructure and electromigration damage in unpassivated PVD copper damascene interconnects," *Microel. Reliab.*, vol. 40, p. 1295, 2000.
- [66] H. Wendrock, S. Menzel, T. G. Koetter, D. Rauser, and K. Wetzig, "Influence of Grain Boundary Type on Electromigration in Damascene Copper Lines," in *STRESS-INDUCED PHENOMENA IN METALLIZATION: Sixth International Workshop on Stress-Induced Phenomena in Metallization*, vol. 612, 2002, p. 86.
- [67] H. Wendrock, K.-K. Mirpuri, S. Menzel, K. Wetzig, and G. Schindler, "Formation of electromigration defects in small damascene cu interconnects with respect to the microstructure," in *STRESS-INDUCED PHENOMENA IN METALLIZATION: Seventh International Workshop on Stress-Induced Phenomena in Metallization*, vol. 741, 2004, p. 173.

- [68] C. Ryu et al., "Electromigration of Submicron Damascene Copper Interconnect," in *Symposium on VLSI Technology*, Honolulu, Hi, USA, 1998, p. 156.
- [69] H. Lee and S. D. Lopatin, "The influence of barrier types on the microstructure and electromigration characteristics of electroplated copper," *Thin Solid Films*, vol. 492, p. 279, 2005.
- [70] C. W. Chang et al., "Effects of microvoids on the line width dependence of electromigration failure of dual damascene copper interconnects," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, no. 19, p. 193505, 2007.
- [71] Z.-S. Choi, R. Mönig, and C. V. Thompson, "Effects of microstructure on the formation, shape, and motion of voids during electromigration in passivated copper interconnects," *J. Mater. Res.*, vol. 23, no. 2, p. 383, 2008.
- [72] V. Sukharev, E. Zschech, and W. D. Nix, "A model for electromigration-induced degradation mechanisms in dual inlaid copper interconnects : Effect of microstructure," *J. Appl. Phys.*, vol. 102, p. 053505, 2007.
- [73] V. Sukharev, A. Kteyan, E. Zschech, and W. D. Nix, "Microstructure Effect on EM-Induced Degradations in DualInlaid Copper Interconnects," *IEEE Trans. Device Mater. Reliab.*, vol. 9, no. 1, 2009.
- [74] E. Zschech et al., "Effect of interface modification on EM-induced degradation mechanisms in copper interconnects," *Thin Solid Films*, vol. 504, p. 279, 2006.
- [75] L. Zhang et al., "Grain size and cap layer effects on electromigration reliability of Cu interconnects : Experiments and simulation," in *11th International workshop on stress-induced phenomena in metallization*, vol. 1300, Bad Schandau, Germany, 2010, p. 3.
- [76] Yukinori Hirose, Naoto Hashikawa, Koji Fukumoto, and Yoji Mashito, "Microsampling technique for EBSD inspection on the cross-sections of copper trench lines in ULSIs," *J. of Electron Microsc.*, vol. 53, no. 5, p. 567, 2004.
- [77] T. L. Matteson, S. W. Schwarz, E. C. Houge, B. W. Kempshall, and L. A. Giannuzzi, "Electron Backscattering Diffraction Investigation of Focused Ion Beam Surfaces," *J. of Electron. Mater.*, vol. 31, no. 1, p. 33, 2002.
- [78] N. Mateescu, M. Ferry, W. Xu, and J. M. Cairney, "Some factors affecting EBSD pattern quality of Ga<sup>+</sup> ion-milled face centred cubic metal surfaces," *Mat. Chem. and Phys.*, vol. 106, p. 142, 2007.
- [79] M. A. Meyer and E. Zschech, "New microstructure-related EM degradation and failure mechanisms in Cu interconnect with CoWP coating," in *9th International Workshop on Stress Induced Phenomena in Metallization*, vol. 945, 2007, p. 107.
- [80] O. Dubreuil et al., "Characterization and impact of reduced copper plating overburden on 45 nm interconnect performances," *Microelectron. Eng.*, vol. 87, p. 421, 2010.
- [81] Paul. R. Besser et al., "Microstructural Characterization of Inlaid Copper Interconnect Lines," *J.*

- Electron. Mater.*, vol. 30, no. 4, p. 320, 2001.
- [82] D. P. Field, J. E. Sanchez, N-J. Park, and P. R. Besser, "Texture evolution in Thin Cu Films and Lines," in *14th International Conference On the Texture Of Materials*, vol. 495-497, 2005, p. 1323.
- [83] O. Sicardy, I. Touet, L. Arnaud, F. Charlet, and T. Berger, "X-Ray Diffraction Determination of Residual Stresses in Narrow Copper Interconnects with Submicronic Widths," in *Fifth European Conference on Residual Stress*, vol. 347-349, 2000, p. 562.
- [84] Stefan Brandstetter, Vincent Carreau, Sylvain Maitrejean, Marc Verdier, and Marc Legros, "Grain morphology of Cu damascene lines," *Microelectron. Eng.*, vol. 87, p. 383, 2010.
- [85] Sylvain Maitrejean et al., "Cu Grain growth in Damascene Narrow Trenches," in *Stress-Induced Phenomena in Metallization : 10th International Workshop*, vol. 1143, 2009, p. 135.
- [86] V. Carreau et al., "Evolution of Cu microstructure and resistivity during thermal treatment of damascene line : Influence of line width and temperature," *Microelectron. Eng.*, vol. 84, p. 2723, 2007.
- [87] Kabirkumar Mirpuri and Jerzy Szpunar, "Impact of annealing, surface/strain energy and linewidth to line spacing ratio on texture evolution in damascene Cu interconnects," *Mater. Charact*, vol. 54, p. 107, 2005.
- [88] V. Carreau et al., "Cu grain growth in interconnect trenches - Experimental characterization of the overburden effect," *Microelectron. Eng.*, vol. 85, p. 2133, 2008.
- [89] O. Dubreuil et al., "Characterization of copper grain growth limitations inside narrow wires depending of overburden thickness," *Microelectron. Eng.*, vol. 85, p. 1988, 2008.
- [90] J.-K. Jung, N.-M. Hwang, Y.-J. Park, and Y.-C. Joo, "Three-dimensional simulation of microstructure evolution in damascene interconnects: Effect of overburden thickness ," *J. Electron. Mater.*, vol. 34, p. 559, 2005.
- [91] J. R. Black, "Mass transport of aluminum by momentum exchange with conducting electron," in *International Reliability Physical Symposium*, 1967, p. 148.
- [92] E. Zschech, M. A. Meyer, and E. Langer, "Effect of mass transport along interfaces and grain boundaries on copper interconnect degradation," in *Material Research Society Symposium*, vol. 812, 2004, p. 361.
- [93] E. Zschech et al., "Microstructure effect on electromigration-induced degradation of inlaid copper interconnects," in *Stress Induced Phenomena in Metallization : 7th International Workshop*, 2004, p. 196.
- [94] Roberto Lacerda de Orio, Hadjin Ceric, Johann Cervenka, and Siegfried Selberherr, "The effect of copper Grain size Statistics on the Electromigration Lifetime Distribution," in *International Conference on Simulation of Semiconductor Processes and Devices*, 2009.
- [95] Hadjin Ceric, Roberto Lacerda de Orio, Johann Cervenka, and Siegfried Selberherr, "Copper

- Microstructure Impact on Evolution of Electromigration Induced Voids," in *International Conference on Simulation of Semiconductor Processes and Devices*, 2009.
- [96] V. Sukharev, "Simulation of Microstructure Influence on EM-Induced Degradation in Cu Interconnects," in *8th International Workshop on Stress-Induced Phenomena in Metallization*, 2006, p. 244.
- [97] L. Zhang, L. Cao, and P. S. Ho, "Grain structure effect on EM of Cu interconnects with CoWP capping - a statistical model," in *International Interconnect Technology Conference*, 2011.
- [98] M. A. Korhonen, P. Borgosen, K. N. Tu, and C.-Y. Li, "Stress evolution due to electromigration in confined metal lines," *J. Appl. Phys.*, vol. 73, no. 8, p. 3790, 1993.
- [99] C.-K. Hu et al., "Electromigration Reliability of Advanced Interconnects," in *International workshop on Stress-Induced Phenomena in Metallization*, 2007, p. 27.
- [100] C.-K. Hu et al., "Effects of overlayers on electromigration reliability improvement for Cu/low K interconnects," in *International Reliability Physics Symposium*, 2004, p. 222.
- [101] S. Yokogawa and H. Tsuchiya, "Effects of Al Doping on Electromigration Performance of Narrow Single Damascene Cu Interconnects," in *International Reliability Physical Symposium*, 2006, p. 667.
- [102] C.-C. Yang et al., "CVD Co Capping Layers fo Cu/Low-k Interconnects : Cu EM enhancement vs. Co thickness," in *International Interconnect Technology Conference*, 2011.
- [103] L. Arnaud et al., "Electromigration induced void kinetics in Cu interconnects for advanced CMOS nodes," in *International Reliability Physics Symposium*, 2011.

## Publications

R. Galand, K. Haxaire, L. Arnaud, E. Petitprez, L. Clément, P. Waltz and Y. Wouters, "Microstructure and texture analysis of narrow copper line versus widths and annealing for reliability improvement", *Microelectronic Engineering* vol 88, issue 5, p 661-665, *Material for Advanced Metallization 2010 (MAM 2010)*, Malines Belgique, 8-10 mars 2010, DOI : 10.1016/j.mee.2010.07.012

R. Galand, L. Clément, P. Waltz and Y. Wouters, "Electron backscattered diffraction analysis of narrow copper interconnects in cross-view to investigate scale effect on microstructure", *AIP conference proceedings* 1300, p 47-54, 11<sup>ème</sup> International Workshop on Stress-Induced Phenomena in Metallization, Bad Schandau Allemagne, 12-14 avril 2010.

R. Galand, L. Clément, P. Waltz and Y. Wouters, "Microstructure and texture analysis of advanced copper using electron backscattered diffraction and scanning transmission electron microscopy", *Proceedings of SPIE*, vol 7729, 77290B (2010), *Scanning Microscopy 2010*, Monterey California USA, 17-19 may 2010, DOI : 10.1117/12.852908.

R. Galand, L. Arnaud, E. Petitprez, G. Brunetti, L. Clément, P. Waltz and Y. Wouters, "Grain Boundary as Relevant Microstructure Feature for Electromigration in Advanced Technology Studied by Electron Backscattered Diffraction", *IEEE Proceedings of International Interconnect Technology Conference (IITC)*, 9-12 May 2011, Dresden, Germany.

R. Galand, G. Brunetti, L. Arnaud, J-L. Rouvière, L. Clément, P. Waltz and Y. Wouters, "Microstructural Void Environment Characterization by Electron Imaging in 45 nm Technology Node to Link Electromigration and Copper Microstructure", *Microelectronic Engineering, Material for Advanced Metallization 2011 (MAM 2011)*, Dresde, Allemagne, 9-12 mai 2011. En cours de publication.

R. Galand, L. Arnaud, E. Petitprez, L. Clément, P. Waltz and Y. Wouters, "Impurity Adding as Powerful Solution for Interconnect Reliability Improvement Highlighted by Transmission Electron Microscope Chemical Characterization", En cours de publication à *Transactions on Device and Materials Reliability*.

G. Brunetti, J-L. Rouvière, R. Galand, L. Clément, C. Cayron, E. F. Rauch, D. Robert, J. F. Martin, F. Bertin, A. Chabli. "Measurement of Nanograin Orientations: Application to Cu Interconnects", *AIP Conference Proceedings* 1395, *International Conference on Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics 2011 (IC-FCMN)*, 23-26 May 2011, Grenoble, France.

G. Brunetti, J-L. Rouvière, R. Galand, L. Clément, C. Cayron, E.F. Rauch, D. Robert, J.F. Martin, F. Bertin, A. Chabli, "Measurement of nanograin orientations: application to Cu interconnects and nanoparticle phase identification", *Proceeding of Microscopy and Microanalysis 2011*, 7-11 August 2011, Nashville (USA) en cours de publication

L. Clément, C. Borowiak, R. Galand, K. Lepinay, F. Lorut, R. Pantel, G. Servanton, R. Thomas, P. Vannier and N. Bicaïs, "Microscopy needs for next generation devices characterization in the semiconductor industry", Proceedings of Microscopy of Semiconducting Materials 2011 (MSM), 4-7 april 2011, Cambridge, United Kingdom's. En cours de publication

L. Arnaud, P. Lamontagne, E. Petitprez, R. Galand, "Improving lifetime of Cu interconnects with adding compressive stress at cathode end", IEEE Proceedings of Interconnect Reliability Physics Symposium (IRPS), 10-14 april 2011, Monterey, California, USA.

L. Arnaud, P. Lamontagne, R. Galand, E. Petitprez, D. Ney, P. Waltz, "Electromigration induced void kinetics in Cu interconnects for Advanced CMOS nodes", IEEE Proceedings of Interconnect Reliability Physics Symposium (IRPS), 10-14 april 2011, Monterey, California, USA.

---

---

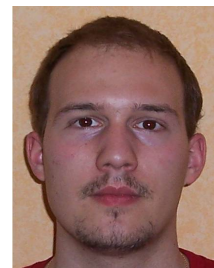
## Romain GALAND

27 rue Massenet  
38100 Grenoble

06 83 11 48 17

[galand.romain@wanadoo.fr](mailto:galand.romain@wanadoo.fr)

### **Ingénieur support et développement** Compétences en caractérisation Physique, électrique et fiabilité



## Expérience :

**Novembre 2008 à  
novembre 2011**

### **Ingénieur R&D à STMicroelectronics, Crolles**

Mission : Corrélation entre le phénomène physique responsable de la défaillance des interconnexions (électromigration) et les paramètres micro structuraux du cuivre, matériau des interconnexions pour les technologies avancées

- ✓ Définition de la procédure de préparation des échantillons
- ✓ Caractérisation électrique de la fiabilité des interconnexions par vieillissement accéléré
- ✓ Caractérisation physique de la microstructure du cuivre
- ✓ Mise en évidence d'un lien entre les joints de grains du cuivre et le lieu de défaillance par électromigration
- ✓ Valorisation des travaux à travers quatre conférences internationales et onze articles

**Mars à  
septembre 2008**

### **Ingénieur junior au Laboratoire des Technologies de la Microélectronique, Grenoble**

Mission : Compréhension du mécanisme de dégradation d'une couche anti-adhésive dans le cadre du processus de nanoimpression assistée UV (UV-NIL)

- ✓ Caractérisation de la couche par spectroscopie de photoélectron X (XPS), microscopie électronique à balayage, résonance paramagnétique électronique et mesure d'énergie de surface
- ✓ Mise en évidence de la dégradation de la couche durant l'analyse XPS → définition d'une nouvelle recette d'acquisition
- ✓ Mise en évidence du mauvais nettoyage des surfaces avant retraitement → définition d'une nouvelle procédure de nettoyage
- ✓ Identification d'une interaction entre les radicaux libres de la résine et la couche anti-adhésive durant le processus UVNIL
- ✓ Valorisation des travaux à travers deux conférences et deux articles

**Avril à juillet  
2005**

### **Technicien junior au Commissariat à l'Energie Atomique, Moronvilliers**

Mission : Obtention d'informations sur la composition de l'enceinte d'un accélérateur d'électrons par spectrométrie de masse

- ✓ Mise en place d'un banc de test
- ✓ Caractérisation des spectromètres et optimisation des réglages selon l'utilisation
- ✓ Mise en place sur l'accélérateur et test pendant fonctionnement
- ✓ Mise à disposition d'un nouvel outil de diagnostic pour le laboratoire

## Formation universitaire :

- 2011 : Doctorat de l'Université de Grenoble en matériaux
- 2008 : Major de promotion mention très bien de Master 2 Nanosciences, Nanotechnologies option ingénierie des micro et nanostructures; Université Joseph Fourier, Grenoble.
- 2007 : Major de promotion mention bien de Master 1 sciences des matériaux option analyse physico-chimique; UFR sciences exactes, Reims.
- 2006 : Major de promotion mention bien de Licence en sciences des matériaux option physique; UFR sciences exactes, Reims.
- 2005 : Major de promotion mention très bien de DUT Mesures Physiques option matériaux et contrôles physico-chimiques; IUT de Reims.

## Compétences :

### Langues

- Anglais scientifique courant
- Rédaction d'articles scientifiques en anglais
- Allemand à réactiver

### Informatique

- Bases de programmation en Visual Basic, Matlab, C++, Labview et UNIX
- Certificat Informatique et Internet 1<sup>er</sup> niveau (Internet, Word, Excel, PowerPoint, OpenOffice)
- Traitement de données statistiques (Minitab)

### Compétences techniques

- Caractérisation électrique de la fiabilité d'interconnexions
- « Déprocessing » chimique et mécanique (plan et coupe)
- Préparation d'échantillon par faisceau d'ions focalisés (FIB)
- Microscopie électronique à balayage et en transmission (SEM-TEM)
- Caractérisation de la microstructure des matériaux par diffraction des électrons retrodiffusés (EBSD)

## Informations complémentaires :

- Pratique du tir à l'arc en individuel et en équipe (division excellence)
- Loisirs : cuisine, bricolage, guitare, randonnée pédestre
- Attestation de formation aux premiers secours (2002)
- 26 ans

---

Caractérisation physique de la microstructure des interconnexions avancées Cu/Low-k pour l'étude des défaillances par electromigration.

L'electromigration est identifiée comme la principale cause de dégradation des interconnexions en cuivre limitant ainsi la fiabilité des produits issus de la microélectronique. Dans ces travaux nous proposons d'approfondir notre connaissance de ce phénomène en étudiant le lien qu'il présente avec les paramètres morphologiques du cuivre. Dans ce but, la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés est utilisée. Nous avons d'abord développé les méthodes de préparation et d'acquisition nécessaires afin de pouvoir caractériser les structures issues des technologies 45 nm et au-delà que nous avons choisies pour cette étude. Un lien entre les joints de grains de forte désorientation et la localisation des cavités a alors pu être mis en évidence. Nous avons ensuite tenté de modifier la microstructure du cuivre pour influencer la fiabilité, sans succès. Finalement, c'est l'intégration de nouveaux matériaux (Al, Co) renforçant l'interface supérieure, chemin de diffusion du phénomène, qui semble être la voie à adopter pour améliorer la résistance des lignes à l'électromigration.

Mots clés :

Fiabilité, Electromigration, Cavité, Interconnexion, Cuivre, Microstructure, EBSD.

Physical characterization of the microstructure of advanced Cu/Low-k interconnects for electromigration failure study.

Electromigration is one of the major cause of copper interconnect degradation which limits reliability of microelectronic products. In these works, link between copper morphological parameters and electromigration is studied to get more knowledge of this phenomenon. For that, copper structures from 45 nm technology node and beyond are characterized by backscattered electron diffraction technique. In a first time, developments of sample preparation and acquisition methodology are performed to be able to characterize small dimensions structures from technology node chosen. A link between high angle grain boundary and void location has been highlighted. Then we tried to improve reliability by copper microstructure change without success. It seems that right way to improve interconnect resistance toward electromigration is the introduction of new materials in copper (Al, Co) to reinforce upper interface which is critical diffusion path of electromigration phenomenon.

Keywords

Reliability, Electromigration, Void, Interconnect, Copper, Microstructure, EBSD

---