



HAL
open science

Analyse des contraintes mecaniques et de la resistivite des interconnexions de cuivre des circuits integres : role de la microstructure et du confinement geometrique

Renaud Vayrette

► To cite this version:

Renaud Vayrette. Analyse des contraintes mecaniques et de la resistivite des interconnexions de cuivre des circuits integres : role de la microstructure et du confinement geometrique. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2011. Français. NNT : 2011EMSE0599 . tel-00669697

HAL Id: tel-00669697

<https://theses.hal.science/tel-00669697>

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.

NNT : 2011 EMSE 0599

THÈSE

présentée par

Renaud VAYRETTE

pour obtenir le grade de

Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Microélectronique

ANALYSE DES CONTRAINTES MECANIQUES ET DE LA RESISTIVITE DES INTERCONNEXIONS DE CUIVRE DES CIRCUITS INTEGRES : ROLE DE LA MICROSTRUCTURE ET DU CONFINEMENT GEOMETRIQUE

soutenue à Gardanne, le 07 février 2011

Membres du jury

Président :	Olivier THOMAS	Professeur, IM2NP, Université Paul Cézanne Aix-Marseille III
Rapporteurs :	Christophe DETAVERNIER	Professeur, Dept. Solid State Physics, Ghent University
Examineurs :	Jean-Pierre LANDESMAN	Professeur, IMN, Université de Nantes
	Sylvain MAÎTREJEAN	Ingénieur Chercheur, CEA LETI Minatec, Grenoble
Co-encadrant	Jean-Luc LIOTARD	Ingénieur, STMicroelectronics, Rousset
	Sylvain BLAYAC	Maître Assistant, ENSM-SE, Gardanne
Co-encadrant	Christian RIVERO	Ingénieur, STMicroelectronics, Rousset
Directeur de thèse :	Karim INAL	Professeur, ENSM-SE, Gardanne

Spécialités doctorales :

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX
 MECANIQUE ET INGENIERIE
 GENIE DES PROCEDES
 SCIENCES DE LA TERRE
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES
 INFORMATIQUE
 IMAGE, VISION, SIGNAL
 GENIE INDUSTRIEL
 MICROELECTRONIQUE

Responsables :

J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS
 A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS
 G. THOMAS Professeur – Centre SPIN
 B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN
 J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE
 E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I
 O. BOISSIER Professeur – Centre G2I
 JC. PINOLI Professeur – Centre CIS
 P. BURLAT Professeur – Centre G2I
 Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
LONDICHE	Henry	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

Glossaire :

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1 ^{ère} classe
PR 2	Professeur 2 ^{ème} classe
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

Centres :

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
SITE	Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
G2I	Génie Industriel et Informatique
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

Remerciements

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre d'un contrat Cifre avec la société STMicroelectronics basée à Rousset au sein de l'équipe Technology Device and Modeling (TDM) du groupe Technology Research and Development (TR&D). Elle est également le fruit d'une collaboration avec un partenaire académique, le département Packaging et Supports Souples (PS2) du Centre de Microélectronique de Provence (CMP), entité de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne (ENSM-SE).

Je remercie Jean-Michel MIRABEL, responsable du groupe TR&D de STMicroelectronics Rousset, ainsi que Philippe COLLOT, Professeur de l'ENSM-SE et directeur du CMP, pour m'avoir accueilli au sein de leur entité respective.

De la même manière, j'adresse mes remerciements à Valérie SERRADEIL, responsable de l'équipe TDM de STMicroelectronics Rousset, et à Patrick Benaben, Professeur de ENSM-SE et chef du département PS2.

Je tiens à remercier les membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu porter à ce travail de thèse.

Je remercie Christophe DETAVERNIER, Professeur de l'Université de Ghent, et Jean-Pierre LANDESMAN, Professeur de l'Université de Nantes et Directeur de l'Institut des Matériaux de Nantes (IMN), pour avoir accepté d'en être les rapporteurs.

Je remercie Olivier THOMAS, Professeur de l'Université Paul-Cézanne Aix Marseille III, pour m'avoir fait l'honneur de la présidence du jury.

Je remercie Sylvain MAÎTREJEAN, Ingénieur Chercheur au CEA-Leti Minatec, et Jean-Luc LIOTARD, Ingénieur TR&D STMicroelectronics, pour avoir accepté d'évaluer ce travail en tant qu'examineur.

Je souhaite exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance envers mes trois encadrants : Karim INAL, directeur de thèse Professeur de l'ENSM-SE, Christian RIVERO, co-encadrant industriel Ingénieur TR&D STMicroelectronics et Sylvain BLAYAC, co-

encadrant académique Maître Assistant de l'ENSM-SE. Je les remercie sincèrement pour leur disponibilité à toute épreuve malgré un emploi du temps chargé, pour leur aide et leur soutien qui ont été constants et de qualité tout au long du « marathon » de thèse. Travailler à leur côté a été très enrichissant tant d'un point de vue scientifique qu'humain. Leur sensibilité scientifique et leur personnalité complémentaires ont nourri jour après jour ma réflexion, contribuant, entre autre, à me transmettre le recul nécessaire à la rédaction du manuscrit. Je tiens également à les remercier pour leur dynamisme et leur gaieté perpétuelles à l'origine de mémorables réunions de travail à la fois constructives et passionnées.

Je remercie les membres de l'équipe TDM (anciens et nouveaux) pour les agréables moments passés en leur compagnie. Merci à Olivier, Julien, Roberto, Guillaume, Roger, Sylvain, Sébastien, Murielle, François.

L'ensemble des échantillons ayant été élaborés en unité de fabrication, j'adresse mes remerciements à toutes les personnes de STMicroelectronics Rousset qui de près ou de loin, ont participé à l'aboutissement de ce travail de thèse, des opérateurs aux responsables d'équipe. Leur aide a été déterminante. Je citerai plus particulièrement :

- équipe Process : Fred GUEMAS et Benoist RICHARD pour le recuit du cuivre, Olivier FLUCHERE et Karim BENNEDINE pour l'électrodéposition et le CMP du cuivre, Thierry PIGNOL pour les dépôts PVD de métaux, Karim LABORY pour les dépôts CVD des oxydes et nitrures de silicium, Ronnie BARBIER et Nicolas FERRER pour l'amincissement des substrats de silicium.
- équipe Process Integration : Bernadette GROS pour la définition des routes process ainsi que sa transmission des « ficelles » associées à la gestion informatique et physique des lots, Pascal FORNARA pour son aide et ses remarques critiques lors de la préparation de la soutenance.
- équipe Masque : Patrice RAY pour l'intégration des structures de test sur les masques.
- RCCAL : Pierre BOUSSUGES, Frédérique BASTELICA, Jérôme ADRIAN, Philippe DELORME, Lahouari FARES, Laurent LOPEZ et Olivier PAULET pour les analyses physiques et électriques.

- équipe Device : François POTTIER et Jean-Philippe ESCALES.

Je remercie chaleureusement l'ensemble des personnes rattachées au département PS2 pour les nombreux moments de convivialité partagés. Je mentionnerai simplement les incontournables pauses café couramment accompagnées de dégustations de gâteaux et inévitablement rythmées de jeux de mots et calembours dont seul Sylvain a le secret (ou la sensibilité aigüe). Pour le plaisir : « Paradoxalement, une salade aux tomates ne se fait pas toute seule ! »...

Je remercie le personnel recherche : Xavier, Sébastien (actuellement personnel du département BEL), Vincent (Ingénieur Chercheur CEA-Leti Minatec) et Mohamed. Merci particulièrement à ce dernier qui a toujours répondu présent pour discuter et m'aider dans ma réflexion chaque fois que je le sollicitais (ce qui n'était pas rare).

Je remercie évidemment l'équipe de doctorants avec qui j'ai pris énormément de plaisir à partager la salle D.204 pendant ces trois années : les Romain, Pierre-Yves, Romuald, Bassem, Brice, Mamadou, Etienne, Ruoteng. La bonne humeur ambiante a été un élément de soutien non négligeable pendant les moments difficiles associés à la fin de thèse.

Merci également aux ingénieurs : François, Abdel, Man, Alexandre, Véronique et Matthieu.

Je remercie plus spécialement Jessica, Ingénieur PS2, pour son aide essentielle lorsque le timing de rédaction commençait à se resserrer et avec qui j'ai passé de nombreuses heures devant le MEB à lancer des cartographies EBSD (record à battre pour une carto : 26 h !).

J'ai une pensée sincère et émue pour Pierre qui nous a quittés trop tôt.

Je tiens à remercier Thomas NIVARD (et oui ninou !), Ingénieur PS2 et surtout ami de longue date, qui a suivi l'intégralité de mon évolution en temps qu'étudiant, du grade de bachelier à celui de docteur. Pour ma part, j'ai eu le privilège de le voir se marier à Céline lors d'une fête mémorable, elle aussi une amie de longue date, et devenir le père d'une magnifique Cléa. Encore mes félicitations !

Je remercie le personnel PS2 rattaché à la salle blanche : Gaëlle, Cyril, Sylvain et l'incontournable Thierry, vrai prototype de Marseille qui respire la bonne humeur.

J'adresse mes remerciements également à Jacques et Jean-Michel, les deux compères de la CCI.

Je tiens à remercier le personnel du service informatique et administratif pour la qualité de leur travail. Merci à Florent, Gracien, Stéphane, Véronique, Barbara et évidemment Axel.

Je voudrais remercier les personnes extérieures à STMicroelectronics Rousset et au CMP avec qui j'ai eu l'opportunité de collaborer. Ces expériences ont été pour moi très enrichissantes.

Je remercie les membres de l'ANR SAKE qui m'ont beaucoup appris sur les deux techniques que sont l'EBSD et la microdiffraction Kossel. Merci à Roland FORTUNIER, Claire MAURICE, Sophie BERVEILLIER, Raphael PESCI, Denis BOUSCAUD.

Je tiens à remercier sincèrement Olivier PERROUD, ancien post doctorant STMicroelectronics au laboratoire IM2NP dans l'équipe du Professeur Olivier THOMAS, pour la réalisation des mesures de diffraction et de microdiffraction de rayons X ainsi que pour les nombreuses discussions constructives concernant l'obtention et l'interprétation des données de diffraction.

Mes remerciements s'adressent également à Régis KUBLER, Maître de Conférence à l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers ParisTech, pour les différents échanges relatifs au couplage entre analyses EBSD et simulations EF polycristallines.

Enfin, je terminerai en remerciant mes amis et ma famille. Merci de m'avoir encouragé et soutenu durant ces trois années au rythme effréné. Je pense fort à ma grand-mère, Simone, qui nous a quittés en 2008, mais qui je sais, continue de veiller sur nous de là où elle est, et qui j'en suis sûr, en fait de même avec son arrière petit fils, Tom, dernier arrivé dans la famille.

Merci à tous.

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Préambule – Contexte industriel, problématiques et objectifs.....	7
I - Microstructure et propriétés physiques des objets métalliques confinés géométriquement	23
I.1 Introduction	27
I.2 Microstructure des films minces métalliques.....	28
I.2.1 Génération de la microstructure lors du dépôt.....	28
I.2.2 Evolution de la microstructure après dépôt.....	31
a) Restauration	33
b) Recristallisation.....	33
c) Croissance de grains	34
I.2.3 Grandeurs physiques caractérisant la microstructure.....	38
I.3 Résistivité des métaux dans les milieux confinés géométriquement	42
I.3.1 Conduction des électrons dans les métaux	42
I.3.2 Résistivité des milieux confinés géométriquement	44
a) Effet des surfaces extérieures.....	44
b) Effet des joints de grains.....	47
c) Effet des surfaces extérieures et des joints de grains	50
I.4 Contraintes mécaniques dans les objets de petites dimensions sur substrat.....	53
I.4.1 Notions de base sur l'élasticité	53
I.4.2 Origine des contraintes dans les objets de faibles dimensions sur substrat : cas des films minces	58
a) Contraintes intrinsèques	58
b) Contraintes extrinsèques	58
Références bibliographiques.....	65

II - Développement de nano-capteurs de déformation embarqués 67

II.1 Détermination des déformations résiduelles dans les interconnexions de circuits intégrés	71
II.2 Développement de micro et nano-capteurs pivotants	73
II.2.1 Développement d'une nouvelle architecture d'accroche pour des structures plus compactes.....	76
II.2.2 Identification de l'impact de la nouvelle architecture d'accroche par des simulations mécaniques en 2D.....	80
II.3 Estimation des déformations résiduelles dans les lignes d'interconnexions Cu/SiO₂.....	85
II.3.1 Elaboration des capteurs	85
II.3.2 Analyse des différents contributeurs à la déviation du pointeur central	85
II.3.3 Estimation de la déformation résiduelle en fonction de la largeur de ligne	93
II.4 Conclusions.....	96
Références bibliographiques.....	98

III - Evolution microstructurale des films minces de cuivre électrodéposés.....99

III.1 Introduction	103
III.2 Elaboration des films minces.....	104
III.3 Evolution microstructurale à température ambiante	108
III.3.1 Identification des processus d'évolution microstructurale	110
a) Analyse in-situ	110
b) Analyse fine de la microstructure stabilisée par EBSD.....	118
c) Conclusions	125
III.3.2 Etude de l'influence de l'épaisseur	126
a) Estimation de l'amplitude de la croissance de grains en fonction de l'épaisseur à partir de la résistivité	126
b) Identification des processus à l'origine de la variation de cinétique d'évolution microstructurale en fonction de l'épaisseur	134

III.4 Influence couplée de l'épaisseur et de la température de recuit sur la microstructure de films de cuivre stabilisés à température ambiante	139
III.4.1 Effet de la température de recuit sur la microstructure de films de 1.1 μm	141
a) Analyse de la morphologie des grains et cristallites	141
b) Analyse de la texture cristallographique.....	144
c) Conclusions	148
III.4.2 Influence de l'épaisseur sur la microstructure de films recuits à 400 $^{\circ}\text{C}$.	150
III.5 Conclusions.....	158
Références bibliographiques.....	160
IV - Microstructure, résistivité et contraintes résiduelles : des films minces vers les lignes de cuivre Damascène.....	161
IV.1 Introduction.....	165
IV.2 Elaboration des échantillons	167
IV.3 Etude de la microstructure des lignes de cuivre Damascène après un recuit à 400 $^{\circ}\text{C}$	169
IV.3.1 Changement de la morphologie des cristallites avec la largeur de ligne	169
IV.3.2 Modification de la texture cristallographique avec la largeur de ligne	173
IV.3.3 Conclusions.....	180
IV.4 Résistivité des lignes de cuivre Damascène : rôle de la microstructure	182
IV.4.1 De la résistance à la résistivité	182
IV.4.2 Extraction des couples $\{R, \rho\}$ pour les lignes de cuivre recuites à 400 $^{\circ}\text{C}$	188
IV.4.3 Discussion de l'effet des surfaces extérieures : hypothèse d'un R constant	190
IV.4.4 Analyse des contributeurs majoritaires déterminant R : hypothèse d'un effet des surfaces extérieures maximisé.....	191
IV.4.5 Relation entre le coefficient de réflexion R et les joints de grains	197

IV.4.6 Détermination de la taille moyenne de cristallites à partir de la résistivité	202
IV.4.7 Conclusions.....	206
IV.5 Génération des contraintes résiduelles dans les objets confinés géométriquement en cuivre électrodéposé	208
IV.5.1 Cas des films minces	208
a) Analyse des contraintes résiduelles après dépôt	210
b) Etude de l'évolution des contraintes et de la microstructure à température ambiante	211
c) Influence de la température de recuit	213
d) Conclusions	218
IV.5.2 De la déformation aux contraintes dans les lignes de cuivre Damascène	219
a) Prise en compte de l'anisotropie de comportement.....	219
b) Estimation de la contrainte en fonction de la largeur	221
c) Estimation de la contrainte résiduelle en fonction de la température de recuit	224
d) Conclusions	225
IV.6 Conclusions	227
Références bibliographiques.....	230
Synthèse des résultats - Extraction d'une loi de comportement .	233
Conclusion générale et perspectives	243
Annexe : principe de l'EBSD	251
Bibliographie personnelle et contributions	255

Introduction générale

En une cinquantaine d'années, le développement fulgurant des technologies de l'information a profondément modifié notre vie quotidienne. Plus récemment, l'accès généralisé au réseau internet a bouleversé les interactions entre les individus.

Qu'il s'agisse des objets « intelligents » de notre quotidien, ou des infrastructures de réseau de communication, cette évolution des applications est sous tendue par des efforts constants de développement des composants électroniques (microprocesseurs, mémoires, disques durs, ...). L'augmentation de la densité de stockage de l'information et l'amélioration des performances requièrent une miniaturisation toujours plus importante. Les développements technologiques liés à la fabrication des composants microélectroniques sont donc au cœur de cette évolution technologique. Un autre élément remarquable est le coût de revient unitaire des composants électroniques qui n'a de cesse de baisser, permettant une diffusion extrêmement large des produits de la microélectronique. Cette baisse des coûts est en lien direct avec l'intégration toujours plus importante des dispositifs sur un même substrat (fabrication collective). L'augmentation de la densité d'intégration est donc indispensable si l'on souhaite soutenir le progrès technologique.

Cependant, depuis quelques années, cette intégration croissante tend à être ralentie. En effet, les performances des dispositifs saturent avec l'apparition de phénomènes physiques non anticipés directement induits par le confinement. Il est donc nécessaire d'étudier attentivement les effets de cette intégration croissante afin de les maîtriser et d'éventuellement les mettre à profit. Ces effets peuvent être divisés en deux familles :

- les effets de basse dimensionnalité qui modifient le comportement des matériaux. Il n'est plus possible de considérer la matière comme un milieu semi infini, et le rôle des conditions aux limites devient prépondérant.
- l'interaction multi-physique qui est de plus en plus forte. Nous pouvons citer, par exemple, les phénomènes de diaphonie entre les lignes métalliques adjacentes ou encore la perturbation du comportement électrique du transistor par des champs de contraintes liés à des structures voisines (piézo-résistivité du silicium).

Nous nous proposons d'étudier ces effets dans le cas des lignes d'interconnexions de cuivre qui relient les transistors et les différents blocs fonctionnels d'un composant microélectronique. Nous nous attacherons à montrer comment les propriétés de ces lignes

évoluent fortement lorsque l'on passe de dimensions latérales supérieures au micron à des lignes de l'ordre de 100 nm.

Du point de vue du procédé de fabrication, il est nécessaire de garantir des niveaux de contraintes résiduelles adéquats pour l'obtention d'un haut niveau de rendement, ne dégradant pas la fiabilité. En ce qui concerne la fonctionnalité électrique, elle doit être préservée en minimisant la résistivité électrique. Nous étudierons donc l'évolution de ces deux propriétés en corrélation avec les dimensions et les conditions de procédés.

La contrainte mécanique et la résistivité électrique ne sont pas explicitement couplées. L'un des objectifs de ce travail est de comprendre les liens qui les unissent. Il sera ainsi montré que la connaissance de la microstructure est un élément essentiel de la compréhension des propriétés physiques des lignes d'interconnexions.

Pour mener à bien cette étude, nous nous appuierons sur quatre domaines d'activités :

- l'étude paramétrique de la contrainte et de la résistivité des films minces et des lignes,
- la caractérisation microstructurale notamment par EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*),
- l'étude théorique du transport électronique dans les milieux confinés, des phénomènes de génération de contrainte mécanique et d'évolution microstructurale,
- le développement de nano-capteurs directement embarqués dans les interconnexions de cuivre pour l'estimation de déformations résiduelles.

Ce manuscrit est organisé en quatre chapitres précédés d'un préambule et terminés par une synthèse des résultats.

Le préambule décrit le contexte industriel, les problématiques, les objectifs fixés ainsi que la méthodologie suivie.

Dans le premier chapitre, une synthèse bibliographique concernant la microstructure, la résistivité et les contraintes mécaniques des objets métalliques confinés géométriquement est faite.

Dans le second chapitre, le principe et le développement de nano-capteurs embarqués pour l'estimation de la déformation résiduelle dans les interconnexions de cuivre sont présentés.

Le troisième chapitre traite de la microstructure des films minces de cuivre. Il vise à comprendre l'influence combinée de l'épaisseur et de la température de recuit sur la microstructure de films de cuivre électrodéposés.

Le dernier chapitre s'intéresse au développement de la microstructure des lignes de cuivre Damascène et de son rôle dans la détermination des propriétés physiques des objets confinés géométriquement.

La dernière partie sera consacrée à une synthèse de l'ensemble des résultats obtenus. Elle sera suivie d'une conclusion générale et de perspectives.

Préambule

Contexte industriel, problématiques et objectifs

1 Enjeux industriels des contraintes mécaniques en microélectronique

En microélectronique, les fonctions électroniques complexes sont regroupées au sein d'un même composant, le circuit intégré. Pour ce faire, différents matériaux sont agencés suivant un schéma rigoureux. Ces matériaux sont essentiellement des semi-conducteurs, des conducteurs et des isolants. Les semi-conducteurs sont employés pour la réalisation des composants actifs tels que les transistors. Les conducteurs et les isolants servent majoritairement à l'élaboration des pistes de redistribution de courant, les interconnexions. La Figure 1 illustre la géométrie complexe de l'empilement de matériaux dans le cas d'un circuit intégré du nœud technologique 90 nm.

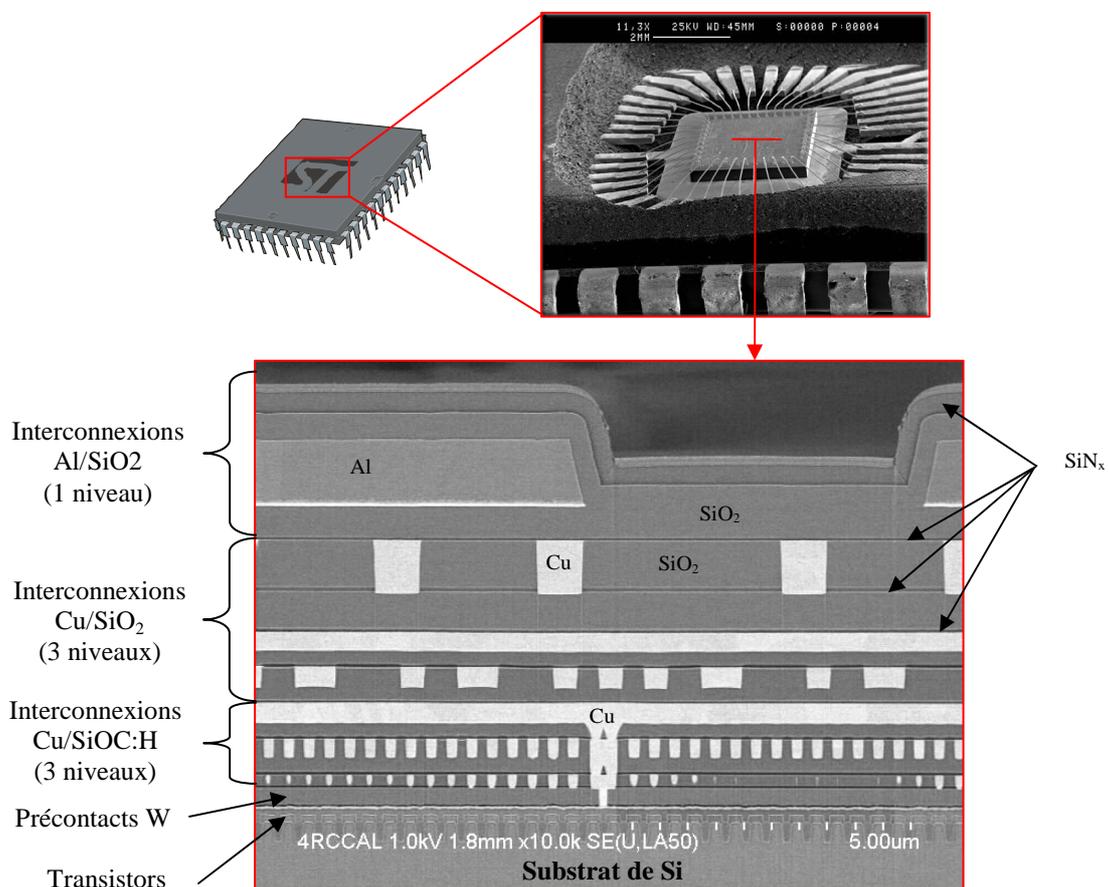


Figure 1. Vue en coupe d'un circuit intégré du nœud technologique 90 nm.

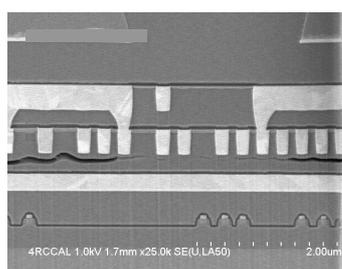
Ces matériaux ont par nature des propriétés thermomécaniques très différentes comme par exemple le coefficient de dilation thermique α et le module d'Young E (Tableau 1).

	α ($10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)	E (GPa)	Références
Si	~ 3	130	[1]
SiO ₂	0.8	63	[2]
SiOC:H	10.8	7.8	[2]
SiN _x	2.2	164	[2]
SiCN:H	4.4	67	[2]
W	4.27	385	[1]
Cu	16.85	130	[1]
Al	26.36	70	[1]

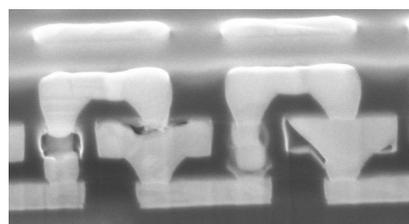
Tableau 1. Coefficient de dilation thermique α et module d'Young E des principaux matériaux utilisés pour la réalisation d'un composant en microélectronique.

Ainsi, lors d'une variation de température au sein d'un composant, un oxyde de silicium de type SiO₂ se dilate peu au regard de l'Al qui possède un coefficient de dilation plus de 20 fois supérieur. Pour chaque degré de variation de température, des dilatations relatives très inhomogènes apparaissent au sein du composant. Celles-ci le sont d'autant plus que l'agencement des matériaux est complexe. Dans certains cas, il peut en résulter de fortes hétérogénéités de contraintes mécaniques.

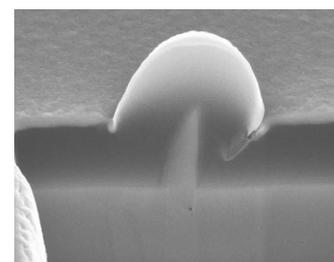
La maîtrise du bilan mécanique global et des contraintes locales (hétérogénéité) dans le composant final sont donc des paramètres clés en microélectronique. Ils influent sur la robustesse du composant lors de son fonctionnement et doivent être les plus faibles possibles afin d'éviter des dysfonctionnements électriques ayant pour origine des défaillances mécaniques tels qu'il est illustré Figure 2.



Fissures



« Voids » dans des chaines de vias



« Hillock »

Figure 2. Exemples de défaillances électriques dans les interconnexions de cuivre due à la contrainte mécanique.

Par exemple, il peut se développer des fissures entre deux niveaux de métaux. Ces fissures constituent des chemins privilégiés de diffusion pour le métal très mobile et peuvent

potentiellement être à l'origine de courts circuits. Sous l'effet de la contrainte, le métal peut également diffuser et générer, d'une part, des ruptures de continuité de lignes (circuit ouvert) et, d'autre part, des courts circuits entre deux lignes superposées dans le cas d'une excroissance appelée « *hillock* ».

Cependant, les contraintes locales ne sont pas toujours néfastes. Elles peuvent pour certains matériaux être mises à contribution. Par exemple, le silicium est un matériau semi-conducteur présentant par nature des propriétés piézo-résistives. La mobilité des porteurs de charges peut être améliorée ou dégradée sous l'effet de la contrainte. Cet effet est mis à profit dans certains composants pour équilibrer les vitesses de commutations des transistors à canal N et P. Il est également utilisé dans les nœuds technologiques 65 et 45 nm pour accélérer les transistors.

Le substrat de silicium, utilisé pour ces propriétés semi-conductrices, sert également de support tout au long du procédé de fabrication. Il subit l'ensemble des opérations technologiques dont le nombre peut dépasser 700. Ces opérations consistent en général à des nettoyages de surface, des oxydations, des dépôts, des recuits, des photolithographies et des gravures. Chacune de ces opérations peut modifier l'état de contraintes des matériaux ainsi que le bilan mécanique de la plaquette avec une incidence directe sur la courbure. La Figure 3 représente l'évolution de la courbure d'une plaquette au cours de certaines étapes de la chaîne de fabrication, de la réalisation des transistors jusqu'à la dernière opération technologique.

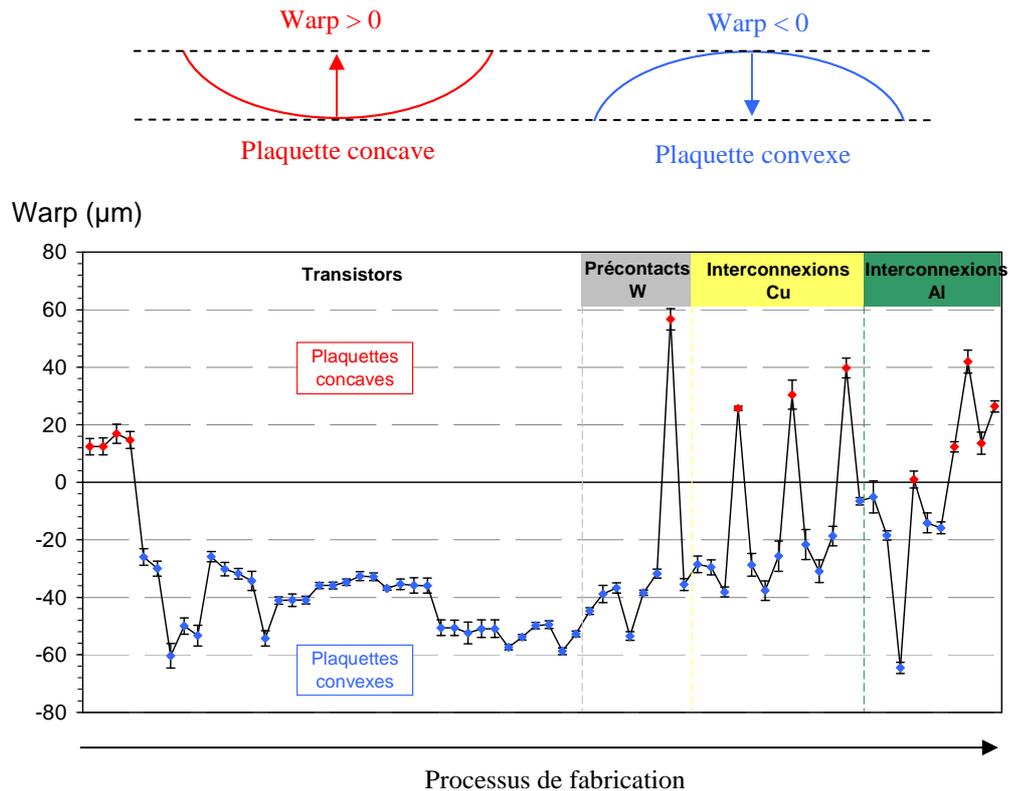


Figure 3. Evolution de la courbure moyenne de 25 wafers au cours de quelques étapes de la fabrication d'un circuit intégré du nœud technologique 90 nm.

Il apparaît très clairement que les plaquettes passent plusieurs fois d'une courbure convexe à concave au cours de la fabrication. Dans le cas présenté, la courbure finale est positive. La courbure des plaquettes peut être la cause de pertes de rendement. Par exemple, si elle est trop importante lors de certaines étapes clés telles que la photolithographie, elle peut être à l'origine des désalignements des scanners. Au niveau des tests électriques, certains produits spécifiques nécessitent un substrat aminci à 140 µm. Cette étape d'amincissement appelée « *Back-Lap* » conduit parfois à des courbures pouvant être supérieures aux limites autorisées par les équipements industriels provoquant des casses de plaquettes lors de la manipulation par les robots.

La maîtrise de la courbure est donc un facteur déterminant pour garantir de bonnes capacités de production. Elle devient d'autant plus importante avec l'augmentation de la taille des substrats qui atteint aujourd'hui 450 mm chez certains fabricants tels qu'Intel. A Rousset, bien que les substrats 200 mm soient utilisés, la courbure n'en reste pas moins un élément essentiel à contrôler. Dans l'avenir, certains composants seront destinés à des applications

nécessitant des propriétés de souplesse comme les passeports biométriques. Pour ce faire, les plaquettes devront être amincies (après la fabrication des composants) à des épaisseurs inférieures à 70 μm .

Un autre enjeu de la maîtrise de la courbure des plaquettes, et de ce fait des composants, est lié à l'intégration 3D ouvrant la voie aux applications de type « *More Than Moore* » [3]. En effet, lors du fonctionnement, la température augmente et les différents composants se déforment tous d'une manière qui leur est propre. Ceci peut être la source de rupture de connexions entre composants d'un même empilement et endommager tout le système.

L'ensemble de ces problématiques liées à la courbure des plaquettes de silicium au cours de la fabrication et aux contraintes locales montrent à quel point les contraintes mécaniques jouent un rôle prépondérant dans les technologies actuelles et futures.

Dans le cas des interconnexions de cuivre, les hétérogénéités de contraintes peuvent être particulièrement importantes. En effet, le cuivre constituant les interconnexions présente une structure polycristalline mais surtout une forte anisotropie élastique. La Figure 4 représente une image au Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'une ligne d'interconnexions de cuivre.

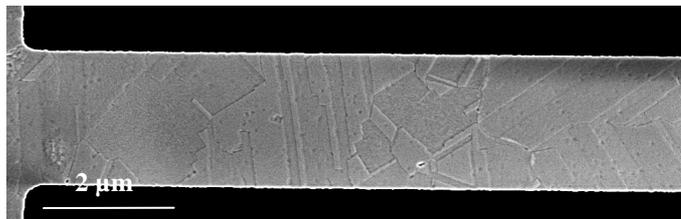


Figure 4. Image MEB d'une ligne d'interconnexions de cuivre de 2 μm de large.

La compréhension de la génération des contraintes ne peut donc pas se faire sans la prise en compte de la microstructure.

La technique de caractérisation physique majoritairement utilisée dans ce manuscrit est l'EBS (Electron BackScatter Diffraction). Celle-ci s'opère dans un MEB et utilise un faisceau d'électron de diamètre nanométrique (5 à 10 nm pour un MEB-FEG : *Field Emission Gun*). Elle possède une très bonne résolution spatiale permettant d'accéder à la

microstructure locale mais également moyenne si la surface analysée est suffisamment étendue. Elle est donc particulièrement adaptée à l'étude de la microstructure des micro et nano-objets. Néanmoins, l'EBSD reste une technique de laboratoire qui n'est pas encore utilisable en unité de fabrication de semi-conducteurs.

Dans l'optique de disposer d'un moyen rapide pour l'obtention d'informations sur la microstructure des interconnexions, l'extraction de paramètres microstructuraux à partir de la résistivité électrique des lignes d'interconnexions a été étudiée car les mesures électriques sont très largement utilisées en microélectronique. En effet, la microstructure impacte directement la résistivité à travers notamment la taille moyenne de cristallites et les joints de grains. Par ailleurs, l'étude des paramètres déterminant la résistivité dans les milieux de petites dimensions est une préoccupation essentielle en microélectronique car elle est un des facteurs limitant de la vitesse de fonctionnement des composants [3]. Avec la miniaturisation, les lignes d'interconnexions se rapprochent, ce qui a pour effet de diminuer la vitesse de propagation du signal électrique. Pour palier à cela, les matériaux conducteurs et isolants constituant les interconnexions ont évolué au cours des années. Par exemple, le cuivre a remplacé l'aluminium pour diminuer la résistivité des interconnexions, et les oxydes classiques ont laissé la place aux oxydes « *low k* » à faible permittivité électrique.

Ce manuscrit, basé sur une problématique liée à l'étude de la génération des contraintes dans les interconnexions de cuivre, traitera également de l'évolution de la microstructure et de la résistivité dans les milieux métalliques confinés géométriquement.

Les principales notions utilisées tout au long du manuscrit sont introduites dans le Chapitre I. Trois parties sont alors distinguées :

- la microstructure des films minces,
- la résistivité électrique des métaux appliquée aux films minces et aux lignes,
- les contraintes mécaniques des objets de petites dimensions sur substrat.

Avant d'aborder ces différents points, le procédé d'élaboration des interconnexions de cuivre est d'abord décrit afin d'illustrer la configuration dans laquelle se développe les contraintes mais également la microstructure.

Les problématiques et les objectifs fixés dans ces travaux de thèse sont ensuite énoncés.

2 Elaboration des interconnexions de cuivre : procédé Damascène

Les interconnexions de cuivre sont élaborées en utilisant le procédé Damascène (Figure 5).

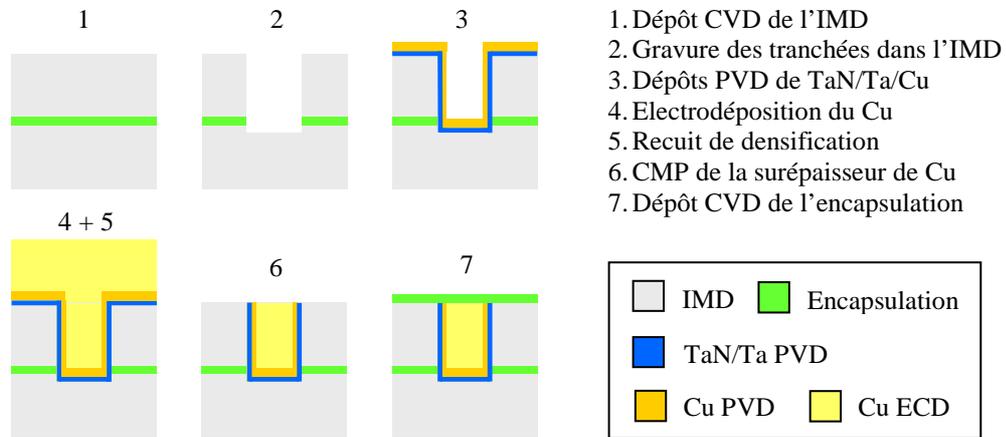


Figure 5. Schéma du procédé Damascène pour l'élaboration des interconnexions de cuivre.

Ce procédé consiste à déposer dans un premier temps par CVD (*Chemical Vapor Deposition*) un film de diélectrique isolant (IMD : *Inter Metal Dielectric*) puis à graver des tranchées définissant les motifs des interconnexions. Une bicouche de TaN/Ta est alors déposée. Le TaN joue le rôle d'accroche vis-à-vis de l'IMD et de barrière à la diffusion de cuivre. Le Ta sert à optimiser l'interface avec le cuivre (adhérence) et garantir une résistance adéquate au phénomène d'électromigration. Le dépôt d'un film de cuivre PVD (*Physical Vapor Deposition*) est ensuite effectué. Celui-ci constitue un support à la nucléation de cristallites de cuivre (cathode) lors de l'étape suivante de remplissage des motifs par électrodéposition (ECD). Suite à cette étape, une surépaisseur résiduelle de cuivre subsiste. Un recuit de densification est alors réalisé. A ce stade, la configuration du système est complexe car le cuivre de la surépaisseur, assimilable à un film mince, interagit avec celui des lignes. L'étude préalable des films minces permettra donc de mieux appréhender la génération de la microstructure et de la contrainte dans les lignes d'interconnexions. Après le recuit, la surépaisseur est éliminée par polissage mécano chimique (CMP : *Chemical Mechanical Polishing*). Enfin, une couche d'encapsulation en SiN_x ou SiCN:H est déposée pour encapsuler le cuivre et éviter qu'il s'oxyde. Cette succession d'opérations technologiques est réitérée pour chaque niveau de métal.

3 Problématiques et objectifs de la thèse

Pour rester compétitif, un industriel de la microélectronique se doit de s'inscrire dans un cycle d'amélioration continue de trois secteurs principaux : la fabrication, la performance et la fiabilité.

La fabrication : le procédé de fabrication nécessite une adaptation perpétuelle pour en garantir la robustesse (variabilité minimale) et conserver un haut niveau de rendement. En effet, les équipements dérivent en permanence au cours de leur utilisation. Un autre point clé est la recherche constante de réduction des coûts de fabrication. Ceci consiste à optimiser le procédé de fabrication par la suppression d'étapes d'élaboration ou le changement de recette d'élaboration permettant de gagner en temps de cycle ou de réduire le bilan énergétique. Dans le cas des interconnexions de cuivre, ceci revient par exemple à diminuer la durée ou la température de l'étape de recuit de densification.

La performance : d'un point de vue fonctionnel, il est impératif d'offrir au concepteur du composant, des interconnexions préservant au maximum l'intégrité des signaux électriques. Le temps de retard dans la transmission du courant induit par les interconnexions de cuivre est le produit de la résistance du métal par la capacité équivalente du diélectrique environnant. Tout l'art du technologue consiste donc à assurer en permanence la réalisation d'interconnexions de cuivre avec une résistivité inférieure à une limite critique au-delà de laquelle la fonctionnalité du composant est compromise.

La fiabilité : suivant le type de marché visé, les critères de fiabilité associés à la durée de vie du produit sont plus ou moins exigeants. Par exemple, les produits destinés au marché de l'automobile ou à l'aéronautique doivent avoir des tenues dans le temps plus élevées que ceux destinés au marché des cartes à puces. Un élément de durabilité prépondérant corrélé directement aux interconnexions de cuivre est la résistance au phénomène d'électromigration. Ce phénomène est notamment accéléré par la présence de contraintes résiduelles.

Dans le cadre de cette thèse, il est proposé de contribuer à l'amélioration et à l'optimisation du procédé Damascène en modifiant les conditions de recuit du cuivre électrodéposé.

L'objectif fixé est de réduire les niveaux de contraintes résiduelles tout en préservant un niveau de résistivité équivalent à celui du procédé standard.

Ensuite, la maîtrise industrielle quotidienne des niveaux de contraintes de lignes de cuivre suppose d'être capable de qualifier rapidement ceux-ci. Lors de la précédente thèse sur le sujet, des capteurs embarqués de déformation de type MEMS (*Micro Electro Mechanical System*) ont été introduits dans le procédé de fabrication standard (CMOS : *Complementary Metal Oxide Semiconductor*). Ces structures dédiées à l'étude des lignes de 2 μm de large s'avèrent non représentatives de lignes largement submicroniques. Le travail effectué dans ce domaine consistera à proposer de nouvelles architectures de capteurs plus compactes et compatibles avec des largeurs de l'ordre du micron à la centaine de nanomètres.

Enfin, sur la base des connaissances acquises, des pistes pour l'emploi de nouveaux procédés d'élaboration seront proposées.

D'un point de vue académique, un degré supplémentaire de maîtrise du matériau d'interconnexions en ce qui concerne la contrainte mécanique et la résistivité sera apporté. Ces deux grandeurs ne sont pas à priori directement couplées. Les grandeurs d'entrée sont de 3 types :

- la géométrie des lignes : épaisseur et largeur (confinement géométrique),
- le procédé d'élaboration : paramètres de dépôt, conditions de recuit, ...
- le temps : l'excès d'énergie stockée peut être responsable d'une transformation du cuivre post procédé éventuelle.

Le lien explicite entre ces dernières et les grandeurs de sortie que sont la contrainte mécanique et la résistivité, ne peut être établi sans une investigation détaillée de la structuration du cuivre électrodéposé. La connaissance fine de la microstructure est donc au cœur de la compréhension des lois de comportement de ce matériau dans les objets confinés géométriquement.

La microstructure est déterminée principalement à partir d'analyses EBSD. Elle sera qualifiée par le biais de 3 éléments :

- la texture cristallographique,

- la morphologie des cristallites,
- la distribution des types de joints de grains.

Ces analyses EBSD seront effectuées sur différents types d'échantillons pour lesquels les dimensions et les conditions d'élaboration seront modifiées intentionnellement.

A l'issue de ce travail, des éléments de compréhension supplémentaires seront apportés pour approfondir la connaissance de :

- l'évolution microstructurale qui s'opère au sein des films minces et des lignes de cuivre Damascène en fonction des dimensions et des procédés,
- les corrélations qu'il existe entre la microstructure, l'état de contrainte mécanique et la résistivité des objets confinés.

Pour ce faire, la méthode est la suivante.

Dans une première partie, l'étude du comportement mécanique des nouvelles architectures de capteurs permettra d'évaluer la déformation résiduelle dans des lignes de largeurs microniques et submicroniques. La traduction de la déformation en contrainte n'est pas directe et nécessite une connaissance de la microstructure. De plus, l'interprétation des résultats obtenus doit être mise en lien avec le comportement thermomécanique au cours du recuit. Pour ce faire, les effets du confinement vertical et latéral des lignes de métal mais également de la microstructure doivent être considérés.

Par conséquent, les effets du confinement géométrique sur la microstructure seront étudiés dans un second temps. L'investigation des films minces permettra d'explorer les effets cumulés du confinement 1D et des températures de recuit. Ces expériences constitueront une base pour comprendre la génération de la microstructure des lignes. Les lignes seront ensuite étudiées pour faire progresser notre investigation de l'effet du confinement 2D.

Ce confinement bidirectionnel conditionne à la fois la microstructure et la résistivité. La microstructure influence également la résistivité à travers la taille moyenne de cristallites. Par le biais d'un modèle analytique et des analyses EBSD sur des lignes et des films, les contributions des joints de grains et des surfaces extérieures sur le transport électronique seront dissociées. Il sera alors vu comment la taille moyenne de cristallites peut être extraite

à partir de mesures de résistance et permettre l'utilisation de la résistance des lignes comme une sonde de la microstructure. Les niveaux de contraintes résiduelles seront ensuite déterminés pour des films minces et des lignes de différentes dimensions et recuits dans diverses conditions. Dans le cas des lignes, ceux-ci seront calculés à partir des déformations résiduelles estimées avec les capteurs de déformations et les coefficients d'élasticité associés à la texture cristallographique. Enfin, les mécanismes de génération de contraintes dans les matériaux polycristallins confinés seront discutés sur la base de l'ensemble des résultats expérimentaux relatifs à la microstructure.

A la fin du manuscrit, une synthèse des principaux résultats concernant le couplage microstructure/procédés/dimensions, microstructure/contrainte et microstructure/résistivité dans les milieux confinés géométriquement sera faite. La loi de comportement décrivant la résistivité en fonction de la contrainte résiduelle sur l'ensemble de nos échantillons sera formulée.

Références bibliographiques

- [1] L. B. Freund and S. Suresh, “*Thin Film Materials: Stress, Defect formation and Surface Evolution*”, Cambridge, version 2009.
- [2] N. Chérault, “*Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches minces d’interconnexions dans les circuits microélectroniques*”, Thèse, Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [3] www.itrs.net

**I - Microstructure et propriétés physiques des objets
métalliques confinés géométriquement**

I - Microstructure et propriétés physiques des objets métalliques confinés géométriquement	23
I.1 Introduction	27
I.2 Microstructure des films minces métalliques.....	28
I.2.1 Génération de la microstructure lors du dépôt.....	28
I.2.2 Evolution de la microstructure après dépôt.....	31
a) Restauration	33
b) Recristallisation	33
c) Croissance de grains	34
I.2.3 Grandeurs physiques caractérisant la microstructure	38
I.3 Résistivité des métaux dans les milieux confinés géométriquement.....	42
I.3.1 Conduction des électrons dans les métaux	42
I.3.2 Résistivité des milieux confinés géométriquement.....	44
a) Effet des surfaces extérieures.....	44
b) Effet des joints de grains.....	47
c) Effet des surfaces extérieures et des joints de grains	50
I.4 Contraintes mécaniques dans les objets de petites dimensions sur substrat	53
I.4.1 Notions de base sur l'élasticité.....	53
I.4.2 Origine des contraintes dans les objets de faibles dimensions sur substrat : cas des films minces.....	58
a) Contraintes intrinsèques	58
b) Contraintes extrinsèques	58
Références bibliographiques.....	65

I.1 Introduction

Après avoir présenté le contexte industriel et les problématiques scientifiques de la thèse, une synthèse bibliographique est faite dans ce premier chapitre.

Trois grands domaines sont abordés, il s'agit :

- de la microstructure des films minces métalliques,
- de la résistivité électrique des métaux dans les milieux confinés géométriquement,
- des contraintes mécaniques des objets de petites dimensions sur substrat.

I.2 Microstructure des films minces métalliques

La microstructure des films minces métalliques polycristallins est déterminée lors de l'élaboration par les conditions de dépôt ainsi que par les traitements thermiques ultérieurs.

I.2.1 Génération de la microstructure lors du dépôt

Aux tous premiers instants du dépôt, des îlots nucléent, croissent puis coalescent jusqu'à la formation d'un film continu (mode de croissance 3D de type Volmer-Weber, Figure I-1). Au cours du dépôt, le film s'épaissit et la microstructure s'établit.

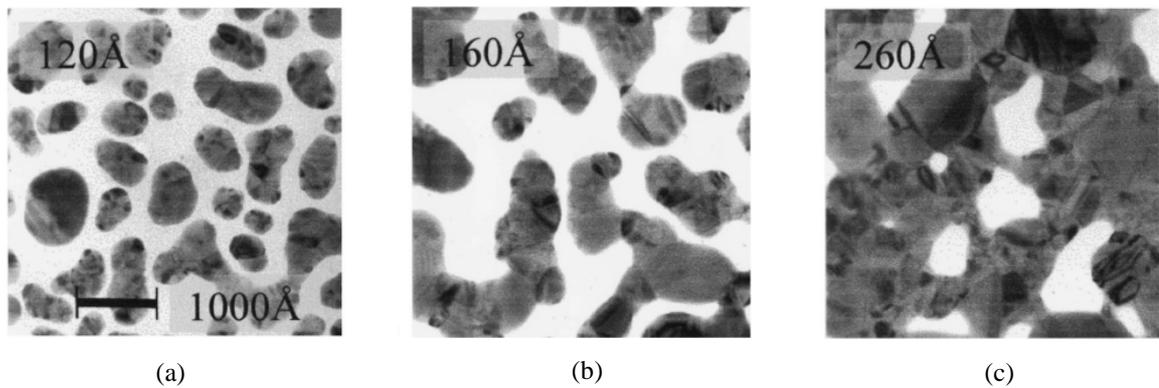


Figure I-1. Images de Microscopie Electronique à Transmission (MET) d'un film d'Ag au cours des premiers instants du dépôt par évaporation [1].

La diminution de l'enthalpie libre du système film sur substrat est à l'origine de l'évolution vers l'état d'équilibre. L'expression de la variation d'énergie libre accompagnant la nucléation et la croissance de germes ΔG_n comprend deux termes :

$$\Delta G_n(i) = \phi(i) - \Delta\mu(i) \quad (I-1)$$

$\Phi(i)$: énergie libre de surface de la phase i
 $\Delta\mu(i)$: énergie libre de volume de la phase i

- un terme lié à la variation d'énergie libre par unité de volume associée à la croissance cristalline $\Delta\mu(i)$,

- un terme lié à la variation d'énergie libre associée à la création de surfaces du germe $\Phi(i)$.

Il y a donc une compétition entre l'énergie libre de surface et de volume. Lorsque le rayon du germe est petit, l'énergie libre de surface est plus importante que l'énergie libre de volume. Des îlots se créent mais leurs tailles ne leur permettent pas d'être stables, ils apparaissent et disparaissent spontanément. A partir d'une taille critique, le gain d'énergie associé à l'augmentation du volume devient plus important que la perte d'énergie associée à la création de surface. Les germes sont stables et croissent alors par adsorption de nouveaux atomes provenant de la source ou de germes ayant une taille inférieure à la taille critique.

Création des joints de grains

Avec la croissance des îlots, l'espace séparant les îlots se restreint jusqu'à ce qu'ils soient en contact. Dès lors, une cohérence atomique se développe au niveau de leur interface commune. A partir d'une certaine taille, l'interaction entre îlots voisins est assez forte pour que s'opère la création d'une interface commune étendue minimisant l'énergie des surfaces libres des deux cristallites en contact. Cette interface commune étendue est alors appelée joint de grains (Figure I-2).

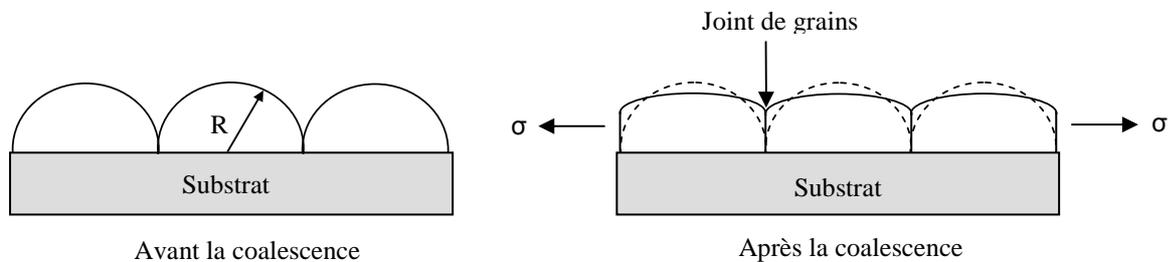


Figure I-2. Schémas expliquant la mise en tension des cristallites lors de la coalescence [1].

$$\sigma_{coal} = \left[\left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) E \frac{2\gamma_s - \gamma_{gb}}{R} \right]^{1/2} \quad (I-2)$$

σ_{coal} : contrainte moyenne de coalescence

E : module d'Young

ν : coefficient de Poisson

R : rayon des îlots

γ_s : énergie de surface des îlots

γ_{gb} : énergie de joints de grains

L'équation (I-2) donne une estimation de la contrainte moyenne générée par la coalescence lors de la mise en contact d'îlots hémisphériques de rayon R , d'énergie de surface libre γ_s , créant un joint de grains d'énergie γ_{gb} . Sa création s'accompagne donc d'une déformation élastique en tension des cristallites.

Génération des microstructures

Avec la croissance du film, trois types de microstructures sont susceptibles de se développer (Figure I-3 (a), (b), (c)) [2].

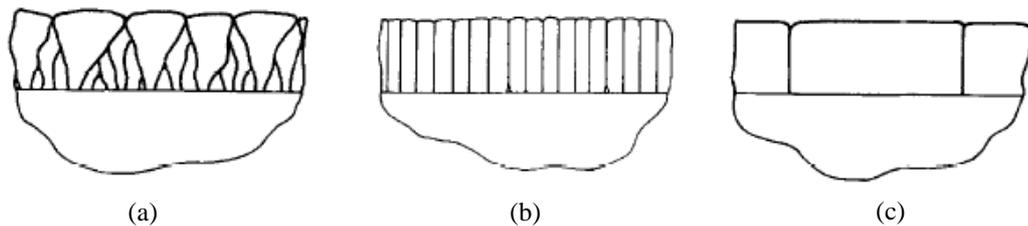


Figure I-3. Schémas des vues en coupe des structures de grains possibles après dépôt d'un film mince polycristallin [2].

Le type de structure de grains obtenue est généralement déterminé par le rapport température de dépôt sur température de fusion, T_{dep}/T_f .

Dans le cas de métaux réfractaires tels que le Ta, Cr, W, Ti :

- la structure Figure I-3 (a) est obtenue si $T_{dep}/T_f < 0.2 - 0.3$,
- la structure Figure I-3 (c) est obtenue si $T_{dep}/T_f > 0.8 - 0.9$.

Pour les métaux Cubiques à Faces Centrées (CFC : Cu, Au, Al, Ag, ...), si $T_{dep}/T_f \geq 0.2 - 0.3$, la structure de grains obtenue est la (c). Contrairement aux métaux réfractaires, ces matériaux possèdent une T_f basse (ex : Cu, 1083 °C) et donc de bonnes propriétés de diffusion atomique.

Dans les structures de types Figure I-3 (a) et (b), les grains ont des tailles moyennes inférieures à l'épaisseur du film t_f . Seule la structure de type Figure I-3 (c) possède des grains avec une taille moyenne approximativement égale (voir supérieure) à l'épaisseur du film t_f . Il faut noter que le recuit, d'un film possédant une structure de grains de type (a) ou

(b) à une température suffisante pour activer le mécanisme de croissance de grains, conduit à une structure de type (c).

De plus, chaque film possède une texture cristallographique particulière suivant l'énergie qui tend à être minimisée au cours de sa formation.

Les densités d'énergie spécifique d'interface γ_i et de surface γ_s dépendent de la nature du substrat, de l'espèce à déposer mais également de l'orientation cristalline. Pour les matériaux CFC sur un substrat amorphe, γ_i et γ_s sont minimisées pour les grains orientés $\{111\}$ parallèlement au plan du film, les plans $\{111\}$ correspondant aux plans denses. De ce fait, la nucléation et la croissance de germes orientés $\{111\}$ sont favorisées. Pour le cuivre : $\gamma_{111} = 1.409 \text{ J.m}^{-2}$, $\gamma_{110} = 1.641 \text{ J.m}^{-2}$, $\gamma_{100} = 1.651 \text{ J.m}^{-2}$ [3].

Les phases de nucléation et de croissance constituent des étapes clés dans la génération de la microstructure. Elles conditionneront également l'évolution microstructurale et le comportement thermomécanique au cours des étapes ultérieures.

1.2.2 Evolution de la microstructure après dépôt

Après dépôt, les films possèdent une énergie libre liée principalement :

- à la présence de défauts cristallins (lacunes, dislocations, fautes d'empilement, joints de grains),
- à la déformation moyenne du réseau,
- aux énergies de surfaces supérieures et inférieures.

Au cours d'un recuit, une énergie thermique et une énergie de déformation (différence de coefficient de dilatation entre film et substrat) sont apportées au système modifiant son équilibre thermodynamique. Le film peut également être hors équilibre thermodynamique directement après dépôt si l'énergie libre stockée est en excès. Dans les deux cas, l'énergie libre stockée dans le film est libérée. Il s'opère alors une évolution microstructurale et un nouvel état d'équilibre est atteint. Il est important de préciser qu'une répartition spatiale hétérogène de l'énergie stockée facilite sa libération. Cet effet peut être particulièrement important dans les polycristaux suivant la morphologie des grains (formes, tailles,

arrangement) mais surtout suivant la texture cristalline locale. En effet, pour une sollicitation homogène dans tout le matériau, chaque grain est dans un état de contrainte qui lui est propre de par son orientation cristallographique suivant la direction de sollicitation et son voisinage direct. Ces aspects sont encore plus marqués pour les matériaux anisotropes (anisotropie élastique, plasticité cristalline, ...) tels que le Cu, l'Ag, le Ni.

Lors des traitements thermiques, trois processus d'évolution microstructurale peuvent intervenir : la restauration, la recristallisation et la croissance de grains. La Figure I-4 illustre ces différents processus dans le cas d'un métal avec une forte quantité initiale de défauts cristallins.

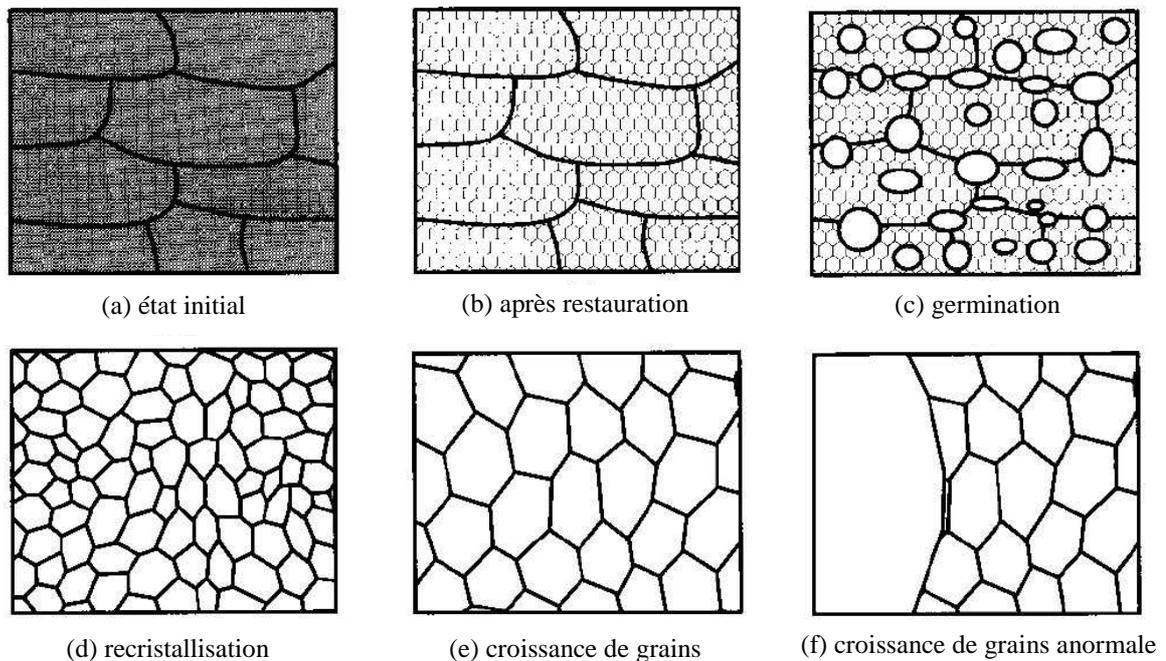


Figure I-4. Processus d'évolution microstructurale dans un matériau au cours de la libération de l'énergie libre liée à la présence de défauts cristallins (lacunes, dislocations, joints de grains) [4].

Localement, la restauration précède toujours la recristallisation puis la croissance éventuelle de nouveaux grains. Par contre, à l'échelle du film, les hétérogénéités des densités d'énergies locales stockées à travers le matériau peuvent rendre difficile la dissociation de ces mécanismes dans le temps [4].

La force motrice de ces trois mécanismes est la minimisation de l'énergie libre. Dans le cas de la restauration et de la recristallisation, la minimisation de l'énergie de déformation liée aux défauts cristallins (lacunes, dislocations, fautes d'empilement, ...) domine. La restauration étant préalable à la recristallisation, l'énergie disponible pour cette dernière est celle qui n'a pas été consommée par la restauration.

a) Restauration

La restauration consiste au réarrangement des défauts cristallins de type lacunes et dislocations, vers des configurations de plus basse énergie ainsi qu'à leur annihilation.

Elle débute par la migration des dislocations qui se regroupent et forment des cellules de dislocations. Dans ces cellules, les dislocations s'annihilent. Il en résulte la formation des sous grains qui peuvent croître par la suite. La configuration des dislocations est passée d'une structure arrondie à une structure anguleuse (polygonisation) avec la formation de sous joints de grains faiblement désorientés (Figure I-4 (b)). La classification des joints de grains par rapport à leur désorientation est traitée plus loin dans cette section.

La minimisation de l'énergie de déformation liée au processus de restauration a eu pour effet de diminuer la densité de défauts cristallins sans qu'ils ne disparaissent totalement. La restauration ne met pas en jeu les joints de grains initialement présents et n'a donc pas d'action sur eux. En outre, elle ne s'accompagne pas d'un changement de texture cristallographique.

b) Recristallisation

La recristallisation consiste en la germination de cristallites libres de tous défauts cristallins dans la matrice cristalline initialement déformée. Les germes croissent au dépend de la matrice initiale et forment de nouveaux cristallites. Ils peuvent dans certains cas consommer tous les grains initiaux. Il en résulte alors une microstructure libre de tous défauts intragranulaires. La germination s'opère le plus souvent aux niveaux des joints de grains car ils constituent les zones possédant les plus fortes densités d'énergie stockée. Au cours de la recristallisation, la vitesse de déplacement des joints de grains est rapide.

c) Croissance de grains

Mise en mouvement des joints de grains

Un joint de grains se déplace sous l'action d'une pression intergranulaire P . La vitesse de déplacement d'un joint de grains v s'exprime par le produit de deux termes, la mobilité du joint de grains M , et la pression intergranulaire P .

$$v = MP \quad (I-3)$$

La pression intergranulaire à la source de la croissance de grains est déterminée par la somme d'une force motrice de croissance $P_{Motrice}$ et d'une force d'ancrage des joints de grains s'opposant à la croissance $P_{Ancrage}$. Lorsque ces deux forces sont à l'équilibre, le joint de grains ne se déplace plus.

$$P = P_{Motrice} - P_{Ancrage} \quad (I-4)$$

Les sources d'ancrage des joints de grains sont illustrées sur la Figure I-5. Il s'agit :

- de l'interception des joints de grains avec les surfaces extérieures (surface inférieure P_{inf} et surface supérieure P_{sup}),
- du piégeage des joints de grains par des impuretés suivant le mécanisme de Zener P_{imp} .

$$P_{Ancrage} = P_{imp} + P_{surf} \quad (I-5)$$

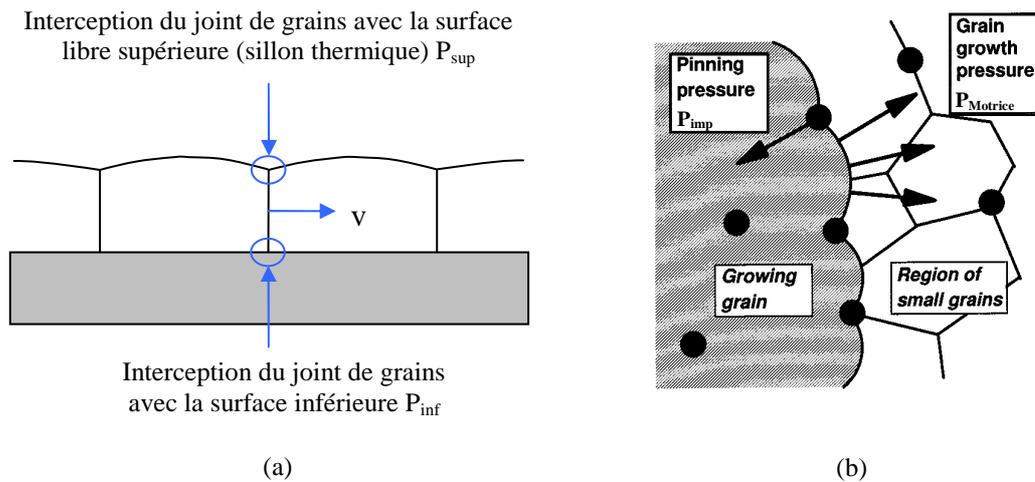


Figure I-5. Schémas de la mise en mouvement d'un joint de grains et des mécanismes d'ancrage : (a) effet des surfaces extérieures, (b) effet des impuretés [5].

En ce qui concerne la force motrice de croissance, elle est le fruit de la minimisation de l'énergie libre du système de part et d'autre du joint de grains. Elle correspond à l'énergie stockée dans les défauts cristallins intragranulaires P_{intra} , à l'énergie des surfaces inférieures et supérieures P_{surf} , de déformation P_{def} ainsi que des joints de grains P_{gb} .

$$P_{Motrice} = P_{intra} + P_{gb} + P_{def} + P_{surf} \quad (I-6)$$

La vitesse de croissance n'est pas seulement déterminée par la pression intergranulaire, elle l'est aussi par la mobilité du joint de grains. La mobilité des joints de grains est indépendante du processus de croissance mis en jeu, c'est-à-dire de la nature de l'énergie guidant la croissance. Elle est fonction de la température et suit une loi d'Arrhenius.

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \quad (I-7)$$

M_0 : mobilité maximale du joint de grains
 Q : énergie d'activation
 k : constante de Boltzmann
 T : température

La mobilité dépend également de la structure du joint de grains qui est essentiellement dictée par sa désorientation. Le joint de grains est une caractéristique importante qui est décrite plus loin dans cette section.

Croissance de grains normale

La croissance de grains normale intervient après la recristallisation. Elle consiste à l'augmentation de la taille moyenne des cristallites nouvellement formés. Elle s'applique à l'ensemble des cristallites, c'est un phénomène homogène (Figure I-6).

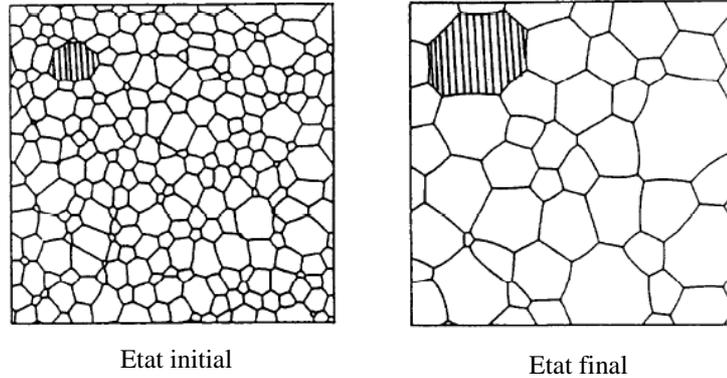


Figure I-6. Simulation de la croissance de grains normale : vues de dessus d'un film mince subissant une croissance de grains guidée par la réduction de la densité d'énergie de joints de grains [2].

La force motrice de la croissance de grains est la réduction de la surface totale de joints de grains. Au cours de celle-ci, les gros grains croissent au détriment des petits qui décroissent jusqu'à même disparaître. La croissance normale est stabilisée lorsque la pression de croissance s'équilibre avec la somme des énergies d'ancrage. Cette stagnation de la croissance est généralement atteinte quand $d \approx t_f$. Elle aboutit à une distribution de la taille des cristallites log-normale souvent observée dans les films minces. La croissance de grains normale ne favorise pas le développement d'une orientation cristallographique spécifique.

La minimisation de l'énergie de joints de grains n'est pas le seul mécanisme de croissance de grains qui s'opère dans les films minces. Lors de la croissance, il existe presque toujours des forces favorisant le développement d'une population de grains et empêche l'établissement d'un état d'équilibre jusqu'à ce que les grains d'autres populations soient éventuellement éliminés. Il s'agit de la croissance de grains anormale.

Croissance de grains anormale ou recristallisation secondaire

Ce type de croissance ne s'applique qu'à certains cristallites se trouvant dans une configuration énergétique particulière. Pour ces cristallites, la pression de croissance de

grains mise en jeu surpasse largement les entraves classiques à la mobilité de joints de grains de sorte que le grain a une taille finale beaucoup plus importante que la taille moyenne et l'épaisseur du film.

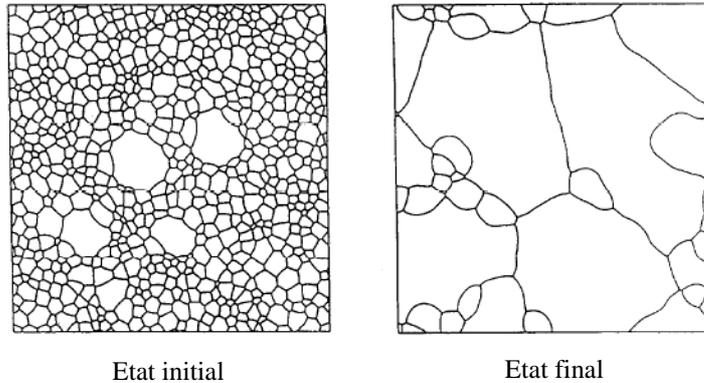


Figure I-7. Simulation de la croissance de grains anormale : vues de dessus d'un film mince subissant une croissance de grains favorisant le développement d'une population particulière de grains [2].

Ce type de croissance est hétérogène car elle ne s'applique pas à l'ensemble des cristallites. Les conditions particulières pour déclencher ce processus de croissance peuvent être une forte inhomogénéité d'énergie de surface, de déformation, ou de mobilité de joints de grains. Une autre possibilité est un grain possédant une taille initiale bien plus importante que les autres. Par conséquent, elle favorise le développement d'une orientation spécifique suivant l'énergie à minimiser. Si c'est l'énergie de déformation en régime élastique, ce sont les cristallites $\{100\}$ qui sont favorisés. Si c'est l'énergie de surface, ce sont les cristallites $\{111\}$ qui sont favorisés. Les cristallites $\{110\}$ sont favorisés pour la minimisation de l'énergie de déformation en régime plastique.

Les processus de croissance anormale étant par nature hétérogènes à cause des configurations énergétiques particulières qu'ils requièrent, plusieurs types de croissance anormale peuvent intervenir lors d'une évolution microstructurale. Si un seul processus se produit ou est majoritaire, deux microstructures peuvent être obtenues :

- soit les grains issus de cette croissance consomment l'ensemble de la matrice cristalline initiale. La distribution de taille de grains est alors centrée autour d'une

valeur moyenne avec des tailles de plusieurs fois l'épaisseur et une texture de fibre quasi parfaite, c'est une recristallisation secondaire.

- soit quelques grains se sont développés anormalement. La distribution de taille de cristallites est bimodale composée d'une population de grains géants possédant une orientation spécifique et d'une population de petits grains formant des agrégats en périphérie.

Au cours d'une croissance anormale, la vitesse des joints de grains est plus rapide que lors de la croissance normale mais moins rapide que durant la recristallisation.

Un autre mécanisme peut également se manifester lors d'une évolution de la microstructure, il s'agit du maillage.

Maillage

Dans les matériaux possédant une faible énergie de fautes d'empilement γ_{sf} comme l'argent et le cuivre (ex : Cu, $\gamma_{sf} = 0.078 \text{ J.m}^{-2}$ [4]), le processus de maillage est facilité. Les macles segmentent les grains en cristallites et introduisent des joints de grains spéciaux à la structure périodique du fait de la relation de symétrie entre les deux réseaux cristallins de part et d'autre. Le maillage minimise l'énergie de déformation. Les macles peuvent se former au cours de la restauration, de la recristallisation et de la croissance de grains. Dans ce cas, elles ont une forme lamellaire avec des bords rectilignes et sont nommées communément macles thermiques.

1.2.3 Grandeurs physiques caractérisant la microstructure

La microstructure d'un matériau pur polycristallin définit les caractéristiques morphologiques et cristallographiques des cristallites, des grains et des joints de grains qui le composent.

Plusieurs niveaux de description existent suivant l'échelle à laquelle s'effectue l'observation et suivant le degré de complexité de la microstructure. La description peut être moyenne, par exemple à partir d'analyses par Diffraction des Rayons X (DRX), ou locale à l'échelle du réseau cristallin, par exemple à partir d'images MET. L'EBSD se place à une échelle intermédiaire car elle permet d'analyser des zones d'une étendue de quelques grains à une

populations de grains recouvrant plusieurs milliers de μm^2 avec une résolution allant de quelques dizaines à quelques centaines de nm suivant le pas d'analyse utilisé.

L'EBS est donc particulièrement adaptée à la caractérisation de la microstructure du cuivre polycristallin qui présente une forte proportion de macles. Pour analyser la microstructure du cuivre, il est nécessaire de définir les joints de grains.

Les joints de grains

Un joint de grains est un défaut cristallin à deux dimensions constituant la frontière entre deux domaines cristallins (Figure I-8). Il est défini par :

- son inclinaison par rapport à une direction cristallographique de l'une des deux cristallites,
- la rotation minimale à appliquer pour que les deux cristallites soient en concordance (cet angle fait référence à la désorientation du joint de grains).

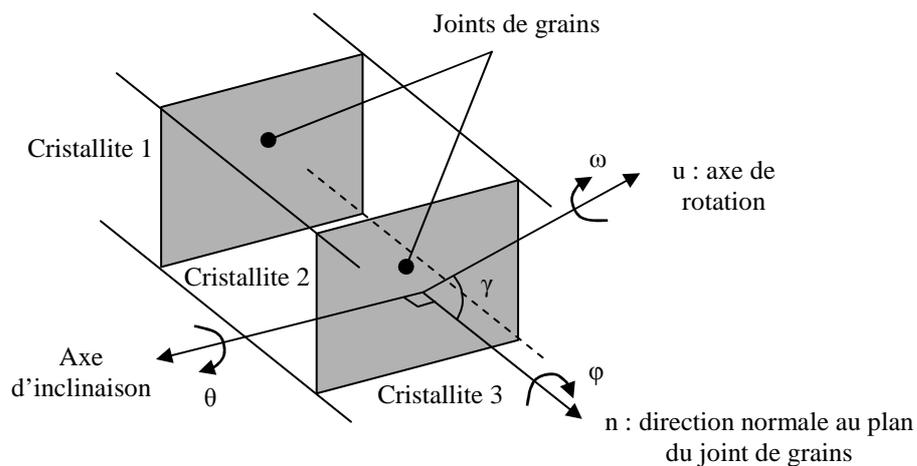


Figure I-8. Paramètres définissant un joint de grains.

Généralement, seule la désorientation du joint de grains est considérée. Les joints de grains sont alors classés en deux catégories suivant que leur désorientation soit supérieure ou inférieure à un angle critique fixé communément à 15° :

- les joints de grains de désorientation inférieure à cet angle critique sont dits faiblement désorientés et nommés LAGB (*Low Angle Grain Boundary*),

- pour une désorientation supérieure à 15° , le joint de grains est fortement désorienté et nommé HAGB (*High Angle Grain Boundary*).

En outre, il existe également des joints de grains spéciaux pour lesquels la désorientation est importante mais qui possèdent une cohérence atomique élevée de par les relations de symétries des réseaux cristallins, il s'agit des CSLB (*Coherence Site Lattice Boundary*).

3 types de joints de grains sont donc définis : LAGB, HAGB, CSLB.

La structure des LAGB est constituée de dislocations arrangées suivant un réseau périodique (Figure I-9). Ils possèdent une faible mobilité qui diminue avec l'augmentation de la désorientation.

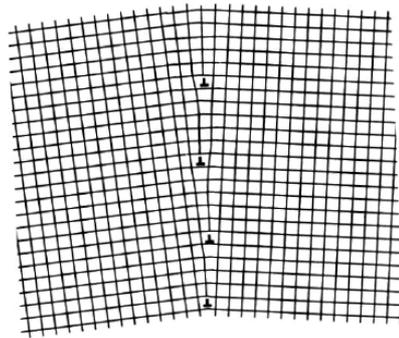


Figure I-9. Structure d'un LAGB purement tilté [4].

Les HAGB ont une structure composée de régions de bonne cohérence atomique et d'autres de mauvaise cohérence. Ils ne possèdent pas une structure interne périodique de dislocations mais des régions avec une forte densité de dislocations et d'autres de moins forte densité. L'énergie associée au HAGB est importante, il en est de même pour leur mobilité.

Les CSLB sont notés Σ_n où n indique l'inverse du rapport du nombre d'atomes en cohérence sur le nombre total de sites (Figure I-10).

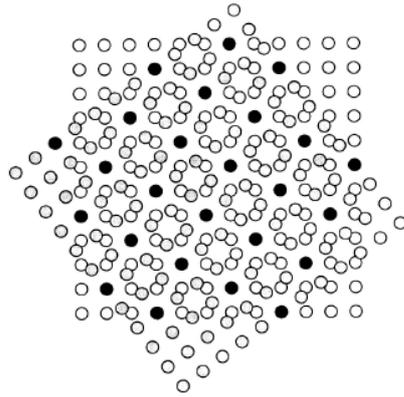


Figure I-10. Schéma d'un joint de grains CSLB $\Sigma 5$ [4].

Les CSLB de faible indice n possèdent une bonne cohérence atomique, ils sont généralement peu mobiles.

Par la suite, il est décidé d'appeler **un grain, un volume de matériau délimité par des HAGB**. Il peut donc contenir plusieurs cristallites qui sont des macles ou des cristallites de la phase mère. Les cristallites sont délimitées par n'importe quel type de joints de grains. En ce qui concerne les joints de grains faiblement désorientés, ils ne seront pas considérés comme des frontières séparant deux réseaux cristallins distincts. Ces notions sont importantes pour définir les tailles de différents objets.

Si les lacunes, dislocations, interstitiels, substitutionnels, précipités et amas sont exclus, une microstructure se caractérise par :

- une distribution d'orientations cristallographiques : la texture cristallographique,
- une distribution de tailles : type de distribution, paramètres de la distribution, taille moyenne et écart type,
- une distribution de joints de grains,
- une forme de grains et de cristallites.

I.3 Résistivité des métaux dans les milieux confinés géométriquement

I.3.1 Conduction des électrons dans les métaux

Un métal soumis à une différence de potentiel, donne naissance à un champ électrique unidirectionnel. Les électrons libres du matériau subissent alors l'influence d'une force électrostatique et se déplacent en moyenne dans le sens inverse du champ électrique (Figure I-11). Il nait ainsi au sein du matériau un flux d'électrons nommé la densité de courant j , dont l'amplitude est fixée :

- par la quantité d'électrons libres participant à la conduction,
- par la vitesse moyenne d'entraînement qui est déterminée par l'occurrence et la nature des évènements de diffusion que subissent les électrons dans le matériau.

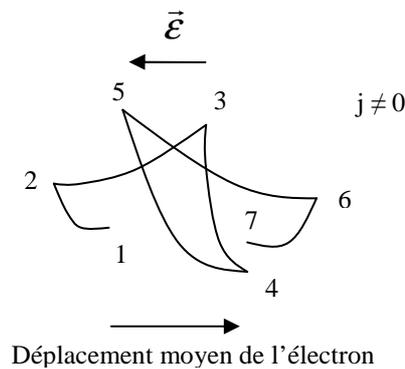


Figure I-11. Schéma du déplacement d'un électron sous l'effet d'un champ électrique unidirectionnel \vec{E} .

La distance moyenne parcourue par les électrons entre deux évènements de diffusion est appelée libre parcours moyen λ . Il correspond au produit de la vitesse instantanée de déplacement des électrons participant à la conduction v_F (vitesse de Fermi) et du temps moyen qui s'écoule entre deux collisions successives, le temps de relaxation τ , soit $\lambda = v_F \tau$. La densité de courant s'exprime alors comme le nombre d'électrons par unité de temps qui traversent une section unitaire perpendiculaire au champ électrique appliqué :

$$j = nev \quad (I-8)$$

$$\text{avec } v = \frac{\lambda}{\tau} = \frac{e\mathcal{E}}{m_e} \tau \quad (\text{I-9})$$

v : vitesse moyenne des électrons
 e : charge élémentaire ($1,602 \cdot 10^{-19}$ C)
 n : densité volumique d'électrons (cm^{-3})
 λ : libre parcours moyen de l'électron dans le matériau
 τ : temps de relaxation entre deux évènements de diffusion

La résistivité électrique d'un matériau ρ est définie comme le rapport entre le champ électrique dans un matériau $\vec{\mathcal{E}}$ et le flux de charge qu'il génère \vec{j} , la densité de courant (I-11). Son unité est le $\Omega \cdot \text{m}$ et s'exprime plus généralement en $\mu\Omega \cdot \text{cm}$.

$$\vec{j} = \sigma \vec{\mathcal{E}} = \frac{1}{\rho} \vec{\mathcal{E}} \quad (\text{I-10})$$

$$\text{d'où } \rho = \frac{\mathcal{E}}{j} = \frac{m_e}{ne^2\tau} \quad (\text{I-11})$$

j : densité de courant ($\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$)
 σ : conductivité électrique ($\Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)

La résistivité est inversement proportionnelle à τ et à n . Dans les matériaux massifs purs, elle constitue une propriété intrinsèque car la source largement majoritaire de diffusion des électrons est l'interaction électrons-phonons. Elle augmente donc avec la température. A 25 °C, $\rho_{\text{Ag}} = 1.59 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $\rho_{\text{Cu}} = 1.67 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ et $\rho_{\text{Al}} = 2.66 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ [6]. Dans la suite, le libre parcours moyen de l'électron et la résistivité du matériau massif pur sont notés respectivement λ_0 et ρ_0 .

Dans les matériaux massifs, une autre source de diffusion des électrons augmentant la résistivité est la présence d'impuretés. Selon la loi de Matthiessen, la contribution de chaque source de diffusion des électrons s'ajoute telle que :

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{ph}} + \frac{1}{\tau_{imp}} \quad \Leftrightarrow \quad \rho = \rho_{ph} + \rho_{imp} \quad (\text{I-12})$$

τ_{ph} : temps de relaxation associé à l'interaction électrons-phonons
 τ_{imp} : temps de relaxation associé à la présence d'impuretés

Les impuretés ajoutent une contribution à la résistivité qui est fonction de leur concentration volumique N_i , de leur section efficace de résistivité A et de la vitesse de Fermi v_F :

$$\tau_{imp,i} = \frac{1}{v_F A N_i} \quad (I-13)$$

Lorsque les distances mises en jeu sont de l'ordre du libre parcours moyen λ_0 , il existe majoritairement deux autres sources de diffusion des électrons pouvant générer une augmentation non négligeable de résistivité. Il s'agit de l'interaction des électrons avec les surfaces extérieures et les joints de grains. Ces deux mécanismes de diffusion intégrés dans la résolution de l'équation de Boltzmann, dans l'hypothèse d'un gaz d'électrons libres et des faibles perturbations de la fonction de distribution, aboutissent à la formulation de modèles analytiques décrivant l'effet du confinement géométrique et des joints de grains.

1.3.2 Résistivité des milieux confinés géométriquement

a) Effet des surfaces extérieures

L'effet propre des surfaces extérieures est déterminé :

- par la nature de l'évènement de diffusion : soit la diffusion est élastique et l'électron conserve son énergie cinétique, soit la diffusion est inélastique et l'électron perd de l'énergie cinétique,
- par la rugosité de la surface qui rend aléatoire la direction de propagation de l'électron après collision même si celle-ci est élastique.

Plusieurs modèles existent pour décrire la contribution des surfaces extérieures dans la résistivité d'un film mince [7][8]. Le plus largement utilisé est celui proposé par Fuchs-Sondheimer en 1952 [7] (modèle de FS).

Dans ce modèle, le film mince est considéré comme un cristal parfait (monocristal) aux surfaces extérieures homogènes, planes, parallèles et possédant les mêmes propriétés de diffusion des électrons. L'interaction des électrons avec les surfaces extérieures est prise en compte à travers un paramètre p décrivant la probabilité qu'un électron rencontrant la

surface soit purement réfléchi, les autres électrons étant diffusés inélastiquement avec perte totale de leur énergie cinétique. p est donc compris entre 0 et 1, 0 pour une surface totalement diffuse et 1 pour une surface totalement réfléchissante. Ainsi, quand p augmente, la résistivité diminue.

Pour des surfaces strictement réfléchissantes ($p = 1$), les électrons conservent leur énergie cinétique et continuent de participer à la conduction. Le confinement géométrique n'a alors aucun impact. La résistivité du film n'augmente pas et reste la résistivité du massif. En revanche, si l'interaction est diffuse ($p < 1$), les électrons perdent une partie de leur énergie cinétique, la vitesse moyenne d'entraînement des électrons diminue et la résistivité du film augmente. Cette augmentation est d'autant plus importante que les dimensions du conducteur sont faibles car la proportion d'électrons interagissant avec les surfaces augmente (effet accentué par le rapprochement des sources de diffusion). Bien que ce modèle ne prenne pas en compte la rugosité de surface, son effet sur la résistivité est équivalent à une collision diffuse et se retranscrit directement dans la valeur de p .

La résolution de l'équation de Boltzmann aboutit alors à l'intégrale suivante :

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3}{2} \frac{\lambda_0}{t_f} (1-p) \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) \frac{1 - \exp\left(-\frac{t_f}{\lambda_0} t\right)}{1 - p \exp\left(\frac{t_f}{\lambda_0} t\right)} dt \right]^{-1} \quad (I-14)$$

ρ_f : résistivité du film

ρ_0 : résistivité du massif

p : paramètre de réflexion des surfaces

t_f : épaisseur du film

λ_0 : libre parcours moyen du massif

Cette intégrale est résolvable numériquement, cependant il est plus simple d'en extraire les cas limites.

Pour des films où $\lambda_0 \ll t_f$:

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} \approx \left(1 + \frac{3}{8} \lambda_0 (1-p) \left(\frac{1}{t_f} \right) \right) \quad (I-15)$$

Pour des films très minces où $\lambda_0 \gg t_f$:

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} \approx \frac{4}{3} \frac{1-p}{1+p} \frac{\lambda_0}{t_f \ln\left(\frac{\lambda_0}{t_f}\right)} \quad (I-16)$$

L'évolution de l'excès de résistivité prédite par le modèle de FS pour $t_f \gg \lambda_0$ dans le cas de film mince de cuivre est tracée Figure I-12.

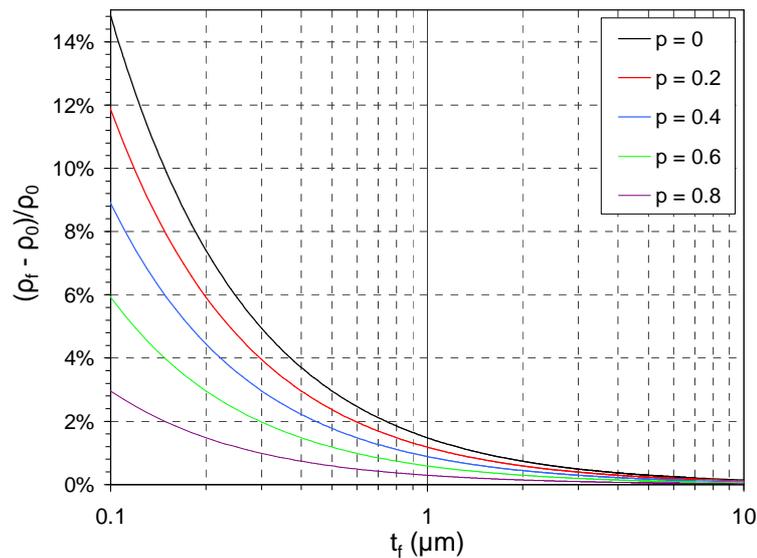


Figure I-12. Excès de résistivité induit par les surfaces extérieures par rapport à la résistivité intrinsèque du cuivre prédit par le modèle de FS pour $t_f \gg \lambda_0$ ($\lambda_0 = 39.5 \text{ nm}$ et $\rho_0 = 1.67 \mu\Omega.\text{cm}$).

Pour des films de cuivre d'épaisseurs supérieures à $0.1 \mu\text{m}$, l'effet des surfaces extérieures prédit par le modèle de FS constitue un excès maximal de résistivité par rapport à la résistivité du massif inférieure à 15 % ($p = 0$).

Un modèle plus récent a été formulé par A. A. Cottey en 1967 [8] puis étendue par C. R. Pichard en 1985 [9]. Ce modèle est basé sur les mêmes considérations que le modèle de FS à savoir qu'un électron est soit strictement réfléchi, soit totalement diffusé par les surfaces extérieures, la probabilité de réflexion étant p . Par contre, la géométrie du système change. Le film mince est modélisé par une série de couches élémentaires de même épaisseur que le

film. A la traversée de chaque couche élémentaire, le nombre d'électrons participant à la conduction est multiplié par p .

Pour $t_f \gg \lambda_0$, le modèle est le suivant :

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} \approx 1 + 0.75 \frac{1-p}{1+p} \frac{\lambda_0}{t_f} \quad (\text{I-17})$$

L'effet des surfaces extérieures est plus prononcé que celui du modèle de FS. Il prévoit par exemple, un excès maximal de résistivité par rapport à la résistivité intrinsèque de 30 % pour des films de cuivre de 0.1 μm ($p = 0$).

Dans les deux modèles, pour $t_f \gg \lambda_0$, la résistivité est inversement proportionnelle à l'épaisseur du film.

Cas des lignes étroites

Sur la base du modèle de FS et de l'approche de R. G. Chambers 1950 [10], W. Steinhoegl en 2003 [11] extrait numériquement un modèle compact simple décrivant la résistivité ρ_l d'une ligne de section rectangulaire en fonction de ses dimensions.

$$\frac{\rho_l}{\rho_0} = 1 + 1.2 \frac{3}{8} \lambda_0 (1-p) \left(\frac{1}{h} + \frac{1}{w} \right) \quad (\text{I-18})$$

h : hauteur de la ligne

w : largeur de la ligne

Ce modèle indique une dépendance inversement proportionnelle de la résistivité vis-à-vis des dimensions de la section de conduction.

b) Effet des joints de grains

Les joints de grains sont des défauts cristallins 2D, définissant également la taille des cristallites. Ils constituent des sources de diffusion des électrons qui modifient significativement la résistivité lorsque la taille moyenne de cristallites s'approche du libre parcours moyen de l'électron dans le matériau massif.

A. F. Mayadas et M. Shatzkes sont les premiers à formuler un modèle de résistivité intégrant l'effet des joints de grains (modèle de MS, 1970) [12]. Dans celui-ci, les grains sont colonnaires (traversant toute l'épaisseur), de forme rectangulaire et possèdent une distribution de tailles de type gaussienne ou log-normale de moyenne d [13]. Dans cette configuration, les joints de grains sont perpendiculaires au plan du film. Ils sont soit perpendiculaires, soit parallèles au champ appliqué. Seuls les joints de grains perpendiculaires au champ appliqué contribuent à augmenter la résistivité. Ils sont assimilés à des barrières de potentiels identiques de largeur infinitésimale (soit un Dirac) dont la probabilité de réfléchir les électrons est R (Figure I-13).

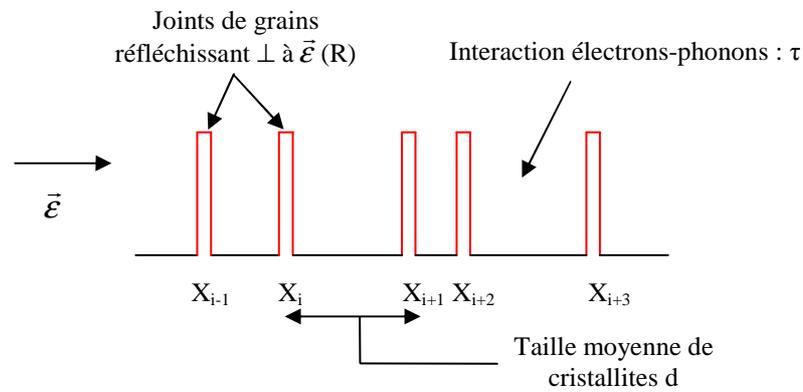


Figure I-13. Schéma de la structure du modèle utilisée par A. F. Mayadas et M. Shatzkes [12].

R est compris entre 0 et 1, 0 pour une transmission totale et 1 pour une réflexion totale. Pour une taille moyenne de cristallites d fixe, quand R augmente, la résistivité augmente.

Le modèle de MS est le suivant :

$$\frac{\rho_g}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3}{2}\alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln\left(\frac{1}{1+\alpha}\right) \right]^{-1} \quad (\text{I-19})$$

$$\text{avec} \quad \alpha = \frac{\lambda_0}{d} \frac{R}{1-R} \quad (\text{I-20})$$

ρ_g : résistivité d'un film polycristallin d'épaisseur quelconque
 R : coefficient de réflexion des électrons aux joints de grains
 d : taille moyenne de cristallites

L'évolution de l'excès de résistivité par rapport au massif d'un film de cuivre en fonction de la taille moyenne de cristallites est représentée Figure I-14.

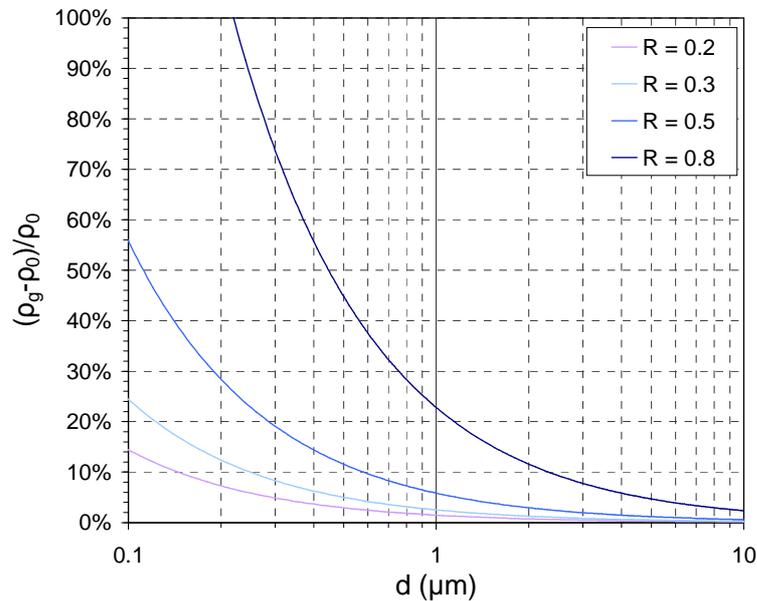


Figure I-14. Excès de résistivité par rapport au cuivre massif en fonction de la taille moyenne de cristallites prédit par le modèle de MS pour différentes valeurs de R ($\lambda_0 = 39.5\text{nm}$ et $\rho_0 = 1.67 \mu\Omega.\text{cm}$).

Le modèle décrit une augmentation de la résistivité avec la réduction de la taille moyenne de cristallites. Cette augmentation est d'autant plus forte que le coefficient de réflexion aux joints de grains R augmente. L'impact de R est d'ailleurs très important. Pour une taille moyenne de $0.3 \mu\text{m}$, si R est de 0.2 , l'excès de résistivité par rapport au cuivre massif est de 5% . Par contre si R est de 0.5 , l'excès de résistivité par rapport au cuivre massif atteint environ 20% . Par conséquent, R est un paramètre déterminant dans la modélisation de la résistivité des films minces.

A partir de la formulation de A. A. Cottey, C. R. Tellier *et al.* en 1979 [14] puis M. Bedda *et al.* en 1986 [15], proposent une modélisation de l'effet des joints de grains dans laquelle les électrons ont une probabilité de transmission aux joints de grains T comprise entre 0 et 1. Quand T augmente, la résistivité diminue. Ce modèle présente l'avantage de pouvoir s'appliquer à des films à grains colonnaires et non colonnaires.

Pour un film d'épaisseur t_f très largement supérieure au libre parcours moyen de l'électron à température ambiante λ_0 ($\lambda_0 \ll t_f$), le modèle est le suivant :

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} = 1 + \frac{c^2 + c_1 c_2}{\nu} \quad (\text{I-21})$$

$$\nu = \frac{d}{\lambda_0} \left[\frac{1+T}{2(1-T)} \right] \quad (\text{I-22})$$

t_f : épaisseur du film

d : taille moyenne de cristallites

p : paramètre de réflexion des électrons sur les surfaces extérieures

T : paramètre de transmission des électrons aux joints de grains

$c = 4/\pi$

$c_2 = 0.375$

$c_1 = 1 - c$ pour les films à cristallites non colonnaires

$c_1 = -c$ pour les films à cristallites colonnaires

Les deux modèles prédisent une dépendance inversement proportionnelle de la résistivité avec la taille moyenne de cristallites.

c) Effet des surfaces extérieures et des joints de grains

En utilisant l'approche de Matthiessen, il est possible de cumuler la contribution des joints de grains à celle des surfaces extérieures.

Dans le cas d'un film épais ($t_f \gg \lambda_0$), la combinaison du modèle de MS et de FS (modèle de MS-FS) aboutit à l'expression suivante :

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3}{2} \alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln \left(1 + \frac{1}{\alpha} \right) \right]^{-1} + \frac{3}{8} \lambda_0 (1-p) \frac{1}{t_f} \quad (\text{I-23})$$

$$\text{avec} \quad \alpha = \frac{\lambda_0}{d} \frac{R}{1-R}$$

Dans le cas des lignes étroites, l'équation obtenue est :

$$\frac{\rho_l}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3}{2} \alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln \left(1 + \frac{1}{\alpha} \right) \right]^{-1} + 1.2 \frac{3}{8} \lambda_0 (1-p) \left(\frac{1}{h} + \frac{1}{w} \right) \quad (I-24)$$

avec $\alpha = \frac{\lambda_0}{d} \frac{R}{1-R}$

Les géométries des films minces et des lignes étroites associées au modèle de MS-FS sont représentées Figure I-15.

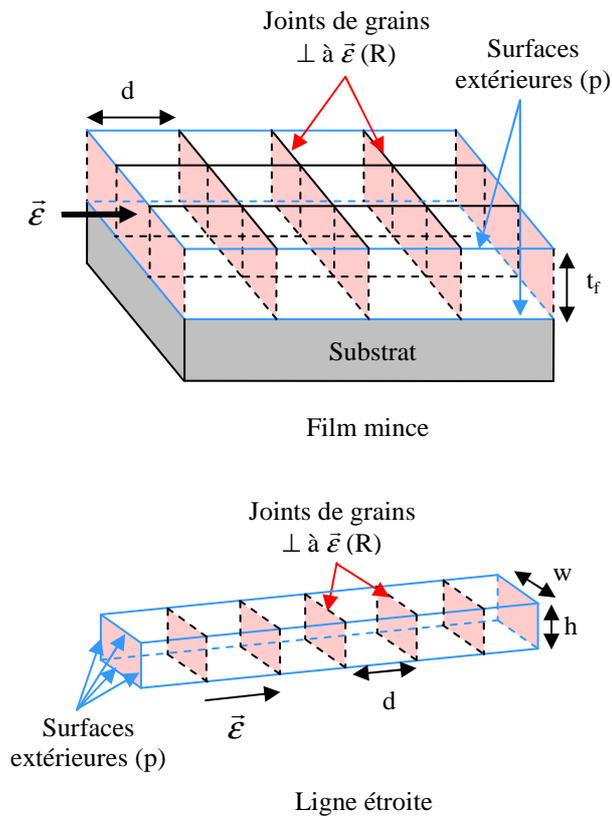


Figure I-15. Géométries des structures associées au modèle de MS-FS dans le cas d'un film mince et d'une ligne étroite.

Afin de représenter l'évolution de la résistivité d'une ligne étroite en fonction de sa largeur, d , p et R doivent être définis. En prenant $d = w$, $p = 0$ et $R = 0.3$ [16], l'évolution de la résistivité en fonction de la largeur est représentée Figure I-16 pour des lignes de hauteur $h = 0.25 \mu\text{m}$.

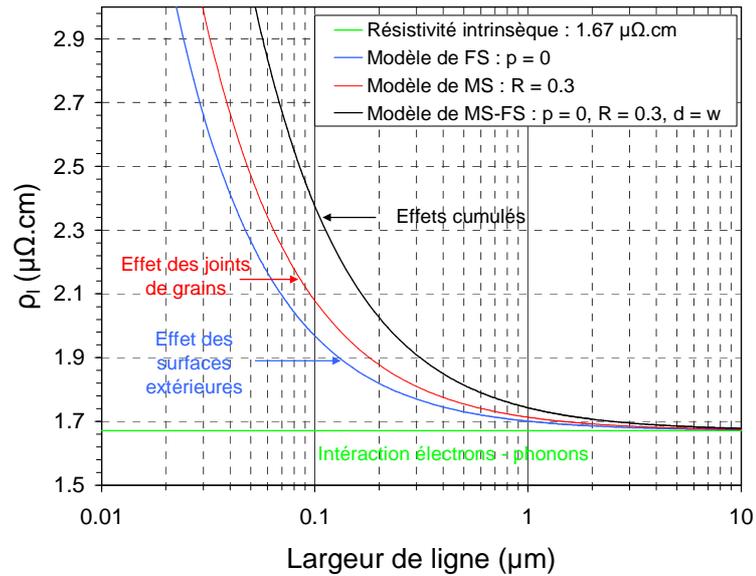


Figure I-16. ρ_l en fonction de la largeur de ligne dans le cas du modèle de MS-FS pour $h = 0.25 \mu\text{m}$ avec $\lambda_0 = 39.5 \text{ nm}$ à $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Avec ces paramètres, la résistivité des lignes de cuivre de $0.1 \mu\text{m}$ calculée à partir du modèle de MS-FS est largement supérieure à celle du massif, soit un excès d'environ 40 %. La contribution des joints de grains ($\sim 25 \%$) est plus importante que celles des surfaces extérieures ($\sim 15 \%$). D'autre part, la différence entre les deux contributions augmente avec la réduction des dimensions et de ce fait avec la taille moyenne de cristallites.

Ce résultat démontre la possible forte contribution des surfaces extérieures et des joints de grains dans la valeur de la résistivité.

Pour les lignes étroites, la microstructure et les dimensions sont donc des contributions importantes de la détermination des propriétés électriques. Ainsi, si les dimensions des lignes sont connues et les paramètres R et p identifiés, il est possible d'extraire des tailles moyennes de cristallites de la résistivité en appliquant le modèle de MS-FS [16].

I.4 Contraintes mécaniques dans les objets de petites dimensions sur substrat

Après avoir explicité la relation qu'il existe entre la microstructure et la résistivité, le lien entre la microstructure et les contraintes mécaniques est maintenant traité. Avant d'aborder ce point, des éléments de mécanique du solide sont rappelés.

I.4.1 Notions de base sur l'élasticité

L'état de contrainte mécanique est l'ensemble des forces de réaction qui se développent à l'intérieur d'un corps déformable sous l'effet de charges extérieures. En mécanique des milieux continus, l'état de contrainte est défini par un tenseur de rang 2 comprenant neuf composantes tel qu'il est illustré Figure I-17 :

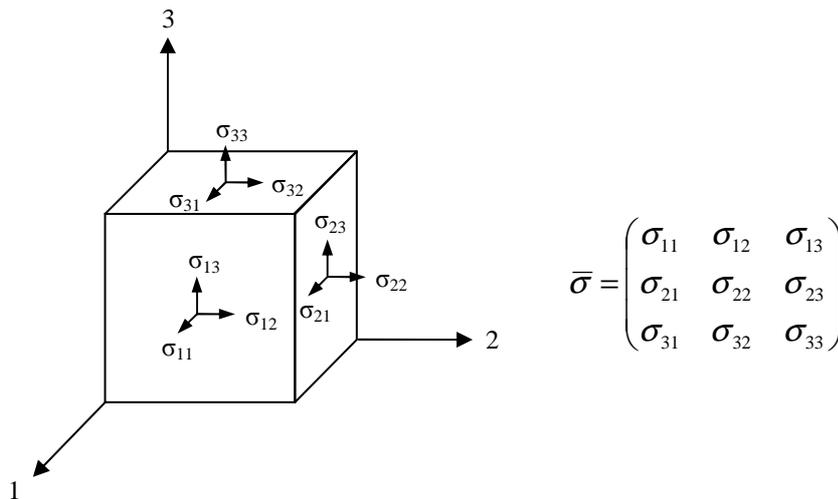


Figure I-17. Composantes des vecteurs de contraintes s'exerçant sur un élément infinitésimal de matière. Expression du tenseur de contrainte associé.

Les termes σ_{ii} sont des contraintes normales qui s'exercent sur la face i suivant la direction perpendiculaire à cette surface. Les termes σ_{ij} sont des contraintes de cisaillement qui s'exercent sur la face i suivant la direction j . Le tenseur de contrainte est donc composé de 3 composantes de contraintes normales et 6 composantes de cisaillement. L'équilibre mécanique d'un parallélépipède de matière impose la condition suivante : $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$. Le tenseur

de contrainte se restreint alors à 6 composantes indépendantes et peut s'écrire suivant la notation de Voigt :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ & & \sigma_{33} \end{pmatrix} \longrightarrow \begin{pmatrix} \sigma_1 & \sigma_6 & \sigma_5 \\ & \sigma_2 & \sigma_4 \\ & & \sigma_3 \end{pmatrix} \longrightarrow \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix}$$

La relation entre l'état de déformation et l'état de contrainte est décrit par la loi de Hooke généralisée où $[C]$ est le tenseur de rigidité et $[S]$ le tenseur de souplesse :

$$\bar{\sigma} = [C] \bar{\varepsilon} \quad \text{ou} \quad \bar{\varepsilon} = [S] \bar{\sigma} \quad (\text{I-25})$$

La notation de Voigt simplifie le tenseur de rigidité, initialement de rang 4, à un tenseur de rang 2. Pour un matériau de symétrie cubique, le tenseur de rigidité du cristal s'écrit alors sous la forme :

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix}$$

Il comprend seulement trois composantes indépendantes : C_{11} , C_{12} , C_{44} .

Dans le cas d'un comportement isotrope, les composantes du tenseur de rigidité sont indépendantes de la direction de sollicitation considérée. Elles s'expriment simplement à partir de deux paramètres, le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν :

$$C_{11} = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad C_{12} = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad C_{44} = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (\text{I-26})$$

Cependant, peu de cristaux ont des propriétés élastiques faiblement anisotropes. L'anisotropie élastique des matériaux cubiques est évaluée par le biais d'un coefficient d'anisotropie A d'expression :

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (\text{I-27})$$

Le Tableau I-1 donne une liste des coefficients élastiques de différents matériaux cubiques et le coefficient d'anisotropie associé :

	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	A	M_{100} (GPa)	M_{111} (GPa)
W	522.4	204.4	160.8	1	566.8	570.6
Al	107.3	60.9	28.3	1.2	99.1	113.6
Si	166.2	64.4	79.8	1.6	180.7	230
Ta	260.2	154.5	82.6	1.6	231.2	313.6
Au	192.9	163.8	41.5	2.9	78.5	188.8
Ag	124	93.4	46.1	3	76.7	173.6
Cu	168.4	121.4	75.4	3.2	114.8	261

Tableau I-1. Composantes du tenseur de rigidité, coefficient d'anisotropie et module biaxial pour différents matériaux [17].

Pour les matériaux anisotropes, si le repère de l'échantillon est différent de celui du cristal, comme dans le cas d'un film ou d'une ligne avec une texture idéale, le tenseur de rigidité de l'échantillon est déterminé à partir d'un changement de repère tel que :

$$C_{ijkl}^e = t_{im} t_{jn} t_{ko} t_{lp} C_{mnop}^c \quad (\text{I-28})$$

C_{ijkl}^e : tenseur de rigidité dans le repère de l'échantillon

C_{mnop}^c : tenseur de rigidité dans le repère du cristal

$t_{im}, t_{jn}, t_{ko}, t_{lp}$: matrice de passage

Pour les matériaux fortement anisotropes comme le cuivre, le changement d'orientation cristallographique locale entre cristallites adjacents est à l'origine de fortes hétérogénéités de contraintes.

En mécanique, les films minces sur substrat sont associés aux objets dont :

- l'épaisseur t_f est très inférieure à celles du substrat t_s ,
- les dimensions latérales sont très supérieures à l'épaisseur du substrat.

De plus, l'attache du film au substrat est considérée parfaite de sorte que le champ de déplacement est continu à l'interface film/substrat (Figure I-18).

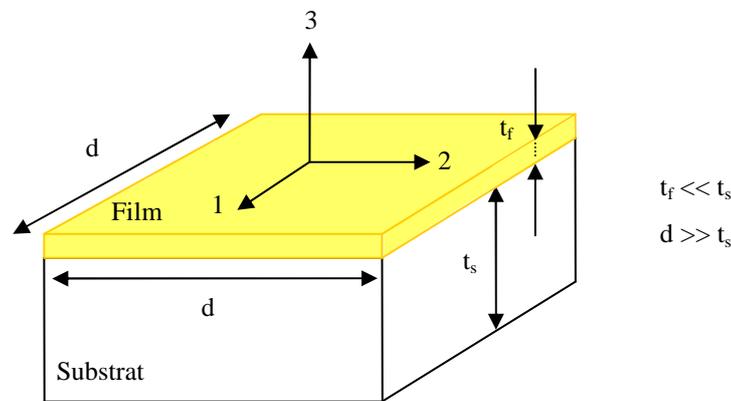


Figure I-18. Repère défini pour un film sur un substrat.

La surface supérieure étant libre de contrainte, $\sigma_{i3} = 0$, soit en notation de Voigt σ_3, σ_4 et σ_5 nulles. Les films minces ont alors un état de contrainte restreint dans le plan, défini seulement par les composantes σ_1, σ_2 et σ_6 . Une simplification supplémentaire peut être faite en choisissant judicieusement les axes de manière à obtenir $\sigma_6 = 0$. L'état de contrainte est alors déterminé simplement par deux composantes dans le plan σ_1 et σ_2 , la contrainte est dite biaxiale. En ce qui concerne l'état de déformation, il est triaxial.

Pour un matériau aux propriétés élastiques isotropes, les contraintes ont pour expression :

$$\sigma_1 = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} [(1-\nu)\varepsilon_1 - \nu(\varepsilon_2 + \varepsilon_3)] \quad (I-29)$$

$$\sigma_2 = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} [-\nu\varepsilon_1 + (1-\nu)(\varepsilon_2 + \varepsilon_3)] \quad (\text{I-30})$$

Dans l'hypothèse d'une contrainte biaxiale isotrope, c'est-à-dire $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma$, celle-ci est égale à :

$$\sigma = \frac{E}{-2\nu} \varepsilon_{\perp} \quad \text{avec} \quad \varepsilon_3 = \varepsilon_{\perp} \quad (\text{I-31})$$

ou

$$\sigma = M\varepsilon_{//} \quad \text{avec} \quad \varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon_{//} \quad (\text{I-32})$$

Le module biaxial isotrope M est défini comme $M = E/(1-\nu)$.

Dans le cas d'un film mince sur un substrat, le film peut avoir une orientation cristallographique particulière perpendiculairement au plan du film. Dans ce cas, le repère du cristal diffère de celui du film. Un changement de repère doit alors être effectué pour obtenir l'expression du module biaxial. Pour les matériaux cubiques, les modules biaxiaux suivant le plan $\{100\}$ et $\{111\}$ sont isotropes et ont pour expression :

$$M_{100} = \left(\frac{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}{C_{11}} \right) \quad (\text{I-33})$$

$$\text{et} \quad M_{111} = \frac{6C_{44}(C_{11} + 2C_{12})}{C_{11} + 2C_{12} + 4C_{44}} \quad (\text{I-34})$$

Les métaux CFC ont une valeur minimale de M_{hkl} pour les plans $\{100\}$, les moins denses, et une valeur maximale pour les plans $\{111\}$, les plus denses (Tableau I-1).

La texture cristallographique globale est importante car elle conditionne le comportement moyen de l'objet. Ainsi, pour une même déformation homogène, des objets de même dimension mais possédant des textures de fibre différentes auront des niveaux de contraintes très différents. L'anisotropie élastique a un impact important à la fois à l'échelle locale et à l'échelle globale.

I.4.2 Origine des contraintes dans les objets de faibles dimensions sur substrat : cas des films minces

L'état de contraintes résiduelles d'un film mince sur un substrat est le résultat de l'histoire thermomécanique du matériau définie par son élaboration et par les procédés ultérieurs qu'il a subi. Deux types de contraintes sont alors distingués :

- les contraintes intrinsèques qui se développent durant la formation du film,
- les contraintes extrinsèques générées par des procédés ultérieurs au dépôt.

a) Contraintes intrinsèques

La minimisation de l'énergie libre du système film sur substrat est à l'origine de la microstructure et donc des contraintes intrinsèques induites. Cet aspect est mis en évidence expérimentalement par R. Abermann (1990) qui a étudié *in situ* à partir de la déflexion d'un cantilever, le développement la contrainte biaxiale isotrope au cours de la formation d'un film mince de Cr et d'Au par évaporation [18]. Les contraintes intrinsèques varient donc suivant l'espèce à déposer, les techniques de dépôt et les conditions associées.

b) Contraintes extrinsèques

En microélectronique, la plupart des opérations technologiques s'effectuent en température. La principale source de contraintes extrinsèques est la déformation thermo-élastique imposée par le substrat de silicium à l'ensemble du volume au sein du composant de par les différences de coefficient de dilatation des différents matériaux (Tableau 1 du Préambule).

Dans le cas d'un système film mince sur substrat, au cours d'un cycle en température, la dilatation du substrat épais impose une déformation biaxiale homogène au film qui a pour expression :

$$\varepsilon_{in} = \int_{T_0}^T [\alpha_s(T) - \alpha_f(T)] dT \quad (I-35)$$

$\alpha_s(T)$: coefficient de dilatation du substrat

$\alpha_f(T)$: coefficient de dilatation du film

T_0 : température « initiale »

T : température « de mesure »

Si les coefficients de dilatation du film et du substrat, α_s et α_f , sont indépendants de la température alors :

$$\sigma_{th} = M_f \Delta\alpha \Delta T \quad (I-36)$$

$\Delta\alpha = \alpha_s - \alpha_f$ et $\Delta T = T - T_0$
 M_f : module biaxial du film

Ainsi, au cours d'un cycle thermique, l'effet cumulé de la déformation thermo-élastique imposée par le substrat et de la température peut conduire à une évolution microstructurale et/ou un dépassement de la limite d'élasticité du film qui détermine l'état de contrainte résiduelle.

L'évolution de la contrainte au cours d'un cycle thermique peut être suivie à partir de la mesure de la courbure du système film/substrat et de l'utilisation de l'équation de G. G. Stoney [19]. Cette équation se place dans l'approximation des films minces et l'hypothèse des faibles déformations. La contrainte extraite correspond donc à la contrainte résiduelle biaxiale isotrope moyenne. L'avantage de cette méthode est de n'utiliser que les propriétés élastiques du substrat et de s'affranchir de celles du film, ce qui est profitable dans le cas d'un film aux propriétés élastiques fortement anisotropes.

$$\sigma_f = \frac{4 M_s t_s^2}{3 t_f D^2} (bow - bow_0) \quad (I-37)$$

σ_f : contrainte biaxiale isotrope du film
 M_s : module biaxial du substrat
 t_s : épaisseur du substrat
 D : diamètre du substrat
 t_f : épaisseur du film
 bow_0 : flèche du système film/substrat avant
 bow : flèche du système film/substrat après

La Figure I-19 représente le comportement thermomécanique d'un film de cuivre électrodéposé de 1 μm non passivé sur substrat de silicium réalisé par S. J. Hwang *et al.* 2008 obtenu à partir de mesure de courbure [20]. Au cours de ce cycle thermique, la vitesse de chauffe et de refroidissement est de 3 $^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, exceptée lors de la redescente pour les

températures inférieures à 230 °C où la pente en température est de 0.9 °C.min⁻¹. Un palier à 435 °C est appliqué pendant une période de 6h.

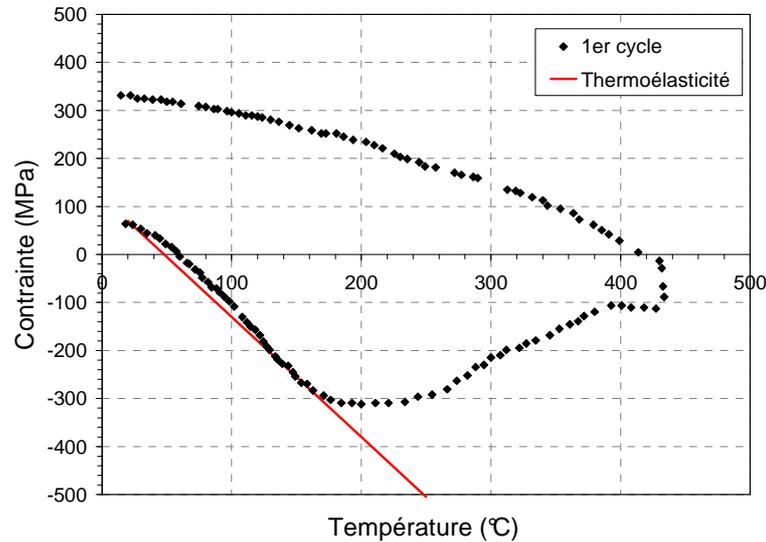


Figure I-19. Evolution de la contrainte moyenne d'un film de cuivre ECD de 1 µm au cours d'un cycle thermique estimée à partir par la mesure de la courbure [20].

Le comportement thermomécanique du film est complexe et irréversible. L'évolution non-linéaire de la contrainte moyenne au cours de la montée en température est le fruit :

- d'une modification de la microstructure (restauration, recristallisation, croissance de grains),
- de mécanismes de diffusion de matière (fluage),
- de mécanismes de plasticité tels que le glissement de dislocations.

Mécanismes de diffusion inter et intragranulaire

Les mécanismes de diffusion assistés par la contrainte mécanique sont thermiquement activés.

Dans le cas des films minces sur substrat, pour une contrainte biaxiale en tension, ce mouvement s'effectue de la surface libre vers l'intérieur du film. A l'inverse, si la contrainte est en compression, les atomes diffusent de l'intérieur du film vers la surface libre.

Le mouvement d'atomes du réseau peut s'opérer dans les joints de grains qui constituent des chemins privilégiés de diffusion, diffusion de type Coble [21] ou dans le volume du cristal, diffusion de type Nabarro-Herring [22][23] (Figure I-20).

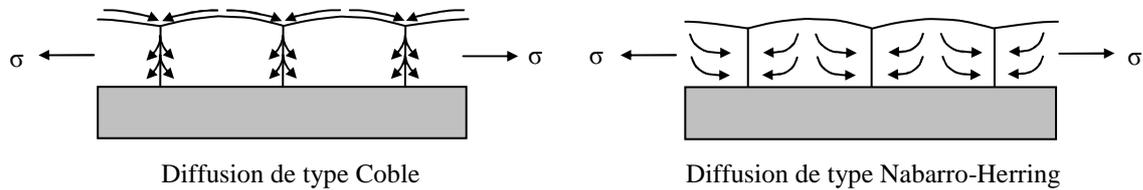


Figure I-20. Schémas des deux mécanismes de diffusion de matière dans le cas d'un film mince soumis à une mise en tension.

Pour ces deux mécanismes, l'expression de la vitesse de déformation est la suivante [24] :

$$\dot{\epsilon}(t) = A \frac{\sigma}{dt_f^n} \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right) \quad (I-38)$$

$\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation

A : constante

d : taille moyenne de cristallites

t_f : épaisseur du film

σ : contrainte thermo-élastique appliquée

E_d : énergie d'activation de la diffusion dans les joints de grains ou dans le volume

n : exposant définissant le type de fluage

A basse température, le fluage de type Coble est prépondérant ($n = 2$). A haute température, le fluage de type Nabarro-Herring est prépondérant ($n = 1$).

La relaxation induite par ces mécanismes de diffusion de matière est d'autant plus importante que l'épaisseur et la taille moyenne de cristallites sont petites. Ces mécanismes de diffusion sont favorisés aux hautes températures.

Croissance de grains

La croissance de grains consiste à l'élimination des joints de grains à volume constant. Elle s'accompagne d'une mise en tension du film. Le modèle de P. Chaudhari 1972 donne une estimation de la contrainte résiduelle générée dans le cas d'une croissance de grains où la texture cristallographique du film mince ne change pas [25].

$$\sigma_{gg} = M\Delta a \left(\frac{1}{d_i} - \frac{1}{d_f} \right) \quad (I-39)$$

σ_{gg} : contrainte générée par la croissance de grains

d_i : taille moyenne de grains initiale

d_f : taille moyenne de grains finale

Δa : excès de volume libre d'un joint de grains

M : module biaxial isotrope du film

La contrainte maximale générée par la croissance de grains est déterminée par la taille moyenne de grains initiale d_i . Son amplitude est fortement dépendante de l'excès de volume libre d'un joint de grains Δa qui est généralement fixé à 1 Å. Cependant, il a été vu précédemment qu'il existe plusieurs types de joints de grains à la structure différente. De ce fait, Δa est fonction de la distribution des populations des joints de grains.

Lors de la redescente en température, la microstructure du film de cuivre n'évolue plus. La non-linéarité du comportement mécanique est seulement attribuée aux mécanismes de diffusion de matière ou de plasticité. Les mécanismes de diffusion étant peu actifs aux faibles températures, la contrainte résiduelle après un cycle thermique à haute température peut être assimilée à la limite élastique à température ambiante.

Limite d'élasticité à température ambiante

Le glissement et l'allongement de dislocations sont les principaux mécanismes de plasticité dans les films minces métalliques au cours du refroidissement [26].

L'interface entre le film et le substrat ainsi que les joints de grains bloquent le mouvement des dislocations et induisent une augmentation de la limite élastique (Figure I-21).

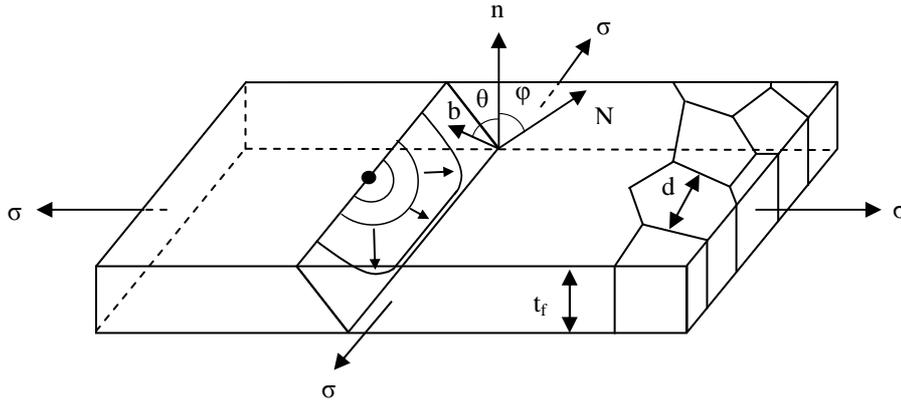


Figure I-21. Schéma du glissement et de l'allongement d'une dislocation dans un film mince polycristallin à grains colonnaires.

La contribution de l'épaisseur du film a été formulée par W. D. Nix 1989 [26] en considérant qu'une dislocation traversante doit, pour se mouvoir, s'allonger en déposant un segment de dislocation à l'interface film/substrat, l'énergie requise pour se mouvoir étant équilibrée à celle nécessaire pour déposer un segment de dislocation à l'interface.

$$\sigma_{Nix} = \frac{1}{s} \frac{b}{4\pi(1-\nu)} \frac{2\mu_f\mu_s}{(\mu_f + \mu_s)} \ln\left(\frac{\beta_s t_f}{b}\right) \frac{\sin(\varphi)}{t_f} \quad (I-40)$$

- σ_{Nix} : contrainte limite de Nix
- s : facteur de Schmit
- b : vecteur de Burger
- ν : coefficient de Poisson
- μ_f : module de cisaillement du film
- μ_s : module de cisaillement du substrat
- t_f : épaisseur du film
- β_s : constante numérique
- φ : angle entre la normale au plan du film et la normale au plan de glissement

A partir de la même approche, C. V. Thompson 1993 exprime la contribution des joints de grains dans le cas d'une microstructure colonnaire pour des cristallites de forme cylindrique [27]

$$\sigma_{gb} = \frac{1}{s} \frac{\mu_f b}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{d}{b}\right) \frac{2}{d} \quad (I-41)$$

Par conséquent, la limite d'élasticité peut être estimée par la somme des contributions de l'épaisseur et des joints de grains décrite par le modèle de W. D. Nix et de C. V. Thompson :

$$\sigma_{\text{lim}} = \sigma_{\text{Nix}} + \sigma_{\text{gb}} \quad (\text{I-42})$$

Ce modèle prédit une dépendance de la limite d'élasticité inversement proportionnelle à l'épaisseur et à la taille moyenne des cristallites.

Maintenant que les notions essentielles relatives à la microstructure, la résistivité et la contrainte mécanique des objets métalliques confinés géométriquement ont été introduites, l'étude réalisée au cours de ce travail de thèse peut commencer.

Pour ce faire, le chapitre qui suit, traite du développement des nano-capteurs embarqués de déformation pour l'analyse des contraintes résiduelles dans les lignes d'interconnexions de cuivre Damascène.

Références bibliographiques

- [1] S. C. Seel, C. V. Thompson, S. J. Hearne and J. A. Floro, “*Tensile stress evolution during deposition of Volmer–Weber thin films*”, J. Appl. Phys. 88 (12), 7079 – 7088, 2000.
- [2] C. V. Thompson, R. Carel, “*Stress and Grain Growth in Thin Films*”, J. Mech. Phys. Solids 44 (5), 657 – 673, 1996.
- [3] J. M. Zhang, F. Ma, K. W. Xu, “*Calculation of the surface energy of FCC metals with modified embedded-atom method*”, Appl. Surf. Sci. 229, 34 – 42, 2004.
- [4] F. J. Humphreys and M. Hatherly, “*Recrystallisation and related annealing phenomena*”, Pergamon Press, Oxford University Press, 1995.
- [5] J. M. E. Harper, C. Cabral, P. C. Andricacos, L. Gignac, I. C. Noyan, K. P. Rodbell, C. K. Hu, “*Mechanisms for microstructure evolution in electroplated copper thin films near room temperature*”, J. Appl. Phys. 86 (5), 2516 – 2525, 1999.
- [6] N. W. Ashcroft and N. D. Mermin, “*Solid State Physics*”, WB Saunders, Philadelphia, 1976.
- [7] E. H. Sondheimer, “*The mean free path of electron in metals*”, Adv. Phys. 1 (1), 1 – 42, 1952.
- [8] A. A. Cottey, “*The electrical conductivity of thin metal films with very smooth surfaces*”, Thin Solid Films 1 (4), 297 – 307, 1967.
- [9] C. R. Pichard, M. Bedda, V. I. Vatamanyuk, A. J. Tosser, C. R. Tellier, “*Alternative analytical forms of the Fuchs-Sondheimer function*”, J. Mater. Sc. 20, 4185 – 4201, 1985.
- [10] R. G. Chambers, Proc. R. Soc. London Ser. A 202, 375, 1950.
- [11] W. Steinhoegl, G. Schindler, G. Steinlesberger, M. Traving, M. Engelhardt, “*Scaling Laws for the Resistivity Increase of sub-100 nm Interconnects*”, International Conference on Simulation of Semiconductor Processes and Devices 2003, IEEE, 27 – 30, 2003.
- [12] A. F. Mayadas and M. Shatzkes, “*Electrical-Resistivity Model for Polycrystalline films: the Case of Arbitrary Reflexion at External Surfaces*”, Phys. Rev. B 1 (4), 1382 – 1389, 1970.
- [13] H. Marom, M. Ritterband, M. Eizenberg, “*The contribution of grain boundary scattering versus surface scattering to the resistivity of thin polycrystalline films*”, Thin Solid Films 510, 62 – 67, 2006.
- [14] C. R. Tellier, A. J. Tosser, “*Adequate Use of the Cottey Model for the Description of Conduction in Polycrystalline Films*”, Electrocomponent Science and Technology 6, 37 – 38, 1979.
- [15] M. Bedda, C. R. Pichard, A. J. Tosser, “*Analytical expression for the total electrical conductivity of unannealed and annealed metal films*”, J. Mater. Sci. 21, 2643 – 2647, 1986.
- [16] V. Carreau, “*Contrôle microstructural du cuivre aux dimensions nanométriques : Application à la maîtrise de la résistivité des interconnexions en microélectronique*”, Thèse, Institut Polytechnique de Grenoble, 2008.
- [17] L. B. Freund and S. Suresh, “*Thin Film Materials: Stress, Defect formation and Surface Evolution*”, Cambridge, version 2009.
- [18] R. Abermann and R. Koch, “*Measurements of the intrinsic stress in thin metal films*”, Vacuum 41, 1279 – 1282, 1990.
- [19] G. G. Stoney, “*The tension of metallic films deposited by electrolysis*”, Proc. R. Soc. London Ser. A 82, 172, 1909.

- [20] S. J. Hwang, Y. C. Joo, J. Koike, “*Stress relaxation during isothermal annealing in electroplated Cu films*”, *Thin Solid Films* 516 (21), 7588 – 7594, 2008.
- [21] R. L. Coble, “*A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials*”, *J. Appl. Phys.* 34, 1679 – 1682, 1963.
- [22] F. R. N. Nabarro, “*Deformation of Crystals by the Motion of Single Ions*”, *Physical Society Bristol Conference Report*, 75 – 90, 1948.
- [23] C. Herring, “*Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid*”, *J. Appl. Phys.* 21, 437 – 445, 1950.
- [24] G. B. Gibbs, “*Diffusional Creep of Thin Foil*”, *Phil. Mag.* 13, 589 – 593, 1966.
- [25] P. Chaudhari, “*Grain growth and stress relief in thin films*”, *Jour. Vac. Sci. Tech* 9, 520 – 522, 1972.
- [26] W. D. Nix, “*Mechanical Properties of Thin Films*”, *Metall. Trans.* 20A, 2217 – 2245, 1989.
- [27] C. V. Thompson, “*The yield stress of polycrystalline thin films*”, *J. Mater. Res.* 8 (2), 237 – 238, 1993.

II - Développement de nano-capteurs de déformation embarqués

II - Développement de nano-capteurs de déformation embarqués 67

II.1 Détermination des déformations résiduelles dans les interconnexions de circuits intégrés.....	71
II.2 Développement de micro et nano-capteurs pivotants	73
II.2.1 Développement d'une nouvelle architecture d'accroche pour des structures plus compactes.....	76
II.2.2 Identification de l'impact de la nouvelle architecture d'accroche par des simulations mécaniques en 2D	80
II.3 Estimation des déformations résiduelles dans les lignes d'interconnexions Cu/SiO₂	85
II.3.1 Elaboration des capteurs	85
II.3.2 Analyse des différents contributeurs à la déviation du pointeur central	85
II.3.3 Estimation de la déformation résiduelle en fonction de la largeur de ligne	93
II.4 Conclusions.....	96
Références bibliographiques.....	98

II.1 Détermination des déformations résiduelles dans les interconnexions de circuits intégrés

Les industriels de la microélectronique recherchent des moyens simples et rapides d'estimer le niveau de contraintes des lignes d'interconnexions au sein même de leur produit que ce soit au cours de la fabrication, au cours des tests électriques ou bien post mortem. Pour ce faire, deux solutions sont envisagées :

- le développement de techniques de caractérisations physiques ayant une résolution spatiale inférieure au micron,
- le développement de structures de test directement embarquées dans le produit, compatibles avec le procédé CMOS et ne nécessitant pas d'étapes technologiques supplémentaires.

Les techniques de caractérisations physiques permettant d'extraire des déformations dans des structures cristallines de dimensions micrométriques et submicrométriques utilisent le phénomène de diffraction d'un Rayonnement X (RX) ou électronique par le matériau sondé. Il en existe plusieurs dont la microdiffraction Laue des RX, la microdiffraction Kossel et l'EBSD. Ces techniques présentent l'avantage de cartographier finement à la fois l'orientation cristallographique et les déformations. Cependant, elles ne sont encore adaptées aux exigences de la production microélectronique.

Par exemple, des résultats ont été obtenus à partir de la microdiffraction Laue des RX pour l'étude fondamentale de l'état de contrainte de micro et nano-objets [1][2]. Néanmoins, cette technique requiert une source synchrotron de par le faible volume diffractant des lignes d'interconnexions et ne peut donc s'effectuer qu'aux grands instruments.

La diffraction Kossel et l'EBSD sont des techniques plus adaptées à la problématique car elles s'opèrent au sein d'un MEB qui est un équipement courant en microélectronique. De plus, elles possèdent de très bonnes résolutions spatiales. Dans le cas de la diffraction Kossel, la résolution spatiale est déterminée par la paire de diffraction du fond continu de RX émis. Celle-ci dépend de la tension d'accélération des électrons et de la nature du matériau sondé. Elle est estimée de l'ordre de 1 μm dans le cuivre pour une tension d'accélération de 20 kV. En ce qui concerne l'EBSD, la résolution spatiale est la meilleure. Elle est fixée par l'étendue de la paire de diffraction des électrons rétrodiffusés. Dans un

MEB-FEG, celle-ci est de quelques dizaines de nanomètres. Néanmoins, l'EBSD est limité par la profondeur de pénétration des électrons qui est de l'ordre de 20 nm dans le cuivre.

L'EBSD et la diffraction Kossel pour l'estimation des contraintes résiduelles sont toujours en cours de développement [3]. Dans le même temps a émergé une autre voie particulièrement adaptée aux contraintes imposées par la production en microélectronique : l'élaboration de capteurs embarqués.

Deux principales familles de capteurs se distinguent :

- les capteurs en silicium qui utilisent la piézo-résistivité intrinsèque [4],
- les capteurs directement élaborés avec le matériau constitutif des interconnexions [5][6][7][8].

Les capteurs en silicium ne sont sensibles qu'aux champs de déformation ayant une portée suffisante pour engendrer des variations significatives de résistance. Ils constituent des capteurs de choix pour l'étude de l'état de contraintes de structures aux abords du silicium, ils ne peuvent alors renseigner que sur le premier niveau de métal. Leur point fort est un contrôle non destructif de l'état de contraintes résiduelles simplement à partir d'une mesure électrique sans dégradation de l'échantillon [4].

Contrairement aux capteurs à base de silicium, l'emploi du second type de capteur est destructif car il nécessite le retrait des encapsulants. En effet, dans ces structures les contraintes résiduelles sont évaluées à partir de la mesure d'un déplacement issu de leur relaxation. Ils représentent donc une méthode de caractérisation indirecte destinée à être utilisée dans le cadre de développement technologique ou bien post mortem dans les produits. Par exemple, le gradient de contraintes résiduelles dans l'épaisseur suivant la direction longitudinale de la ligne peut être estimé à partir de la déflexion d'un simple cantilever [5]. Il existe également des structures pour extraire la déformation moyenne dans la direction longitudinale de la ligne d'interconnexions de cuivre, les capteurs pivotants. Au cours des travaux de thèse, il a été choisi de développer ce type de capteur.

II.2 Développement de micro et nano-capteurs pivotants

Les capteurs pivotants sont composés de deux bras d'expansion et d'un pointeur central. Les bras d'expansion ont une extrémité connectée au pointeur central et l'autre extrémité à un support fixe. Ils forment une croix asymétrique schématisée sur la Figure II-1. Initialement, ils sont encapsulés dans des diélectriques et sont donc dans un état de contraintes résiduelles. Lors du retrait des encapsulants par gravure, les contraintes dans les deux bras d'expansion se relaxent induisant un couple de force sur le pointeur central qui tourne jusqu'à ce que la structure atteigne un nouvel état d'équilibre mécanique. Le signe de la contrainte résiduelle longitudinale initiale est alors défini par le sens de rotation du pointeur. Par exemple, pour une contrainte résiduelle initiale en tension, le pointeur tournera dans le sens horaire (Figure II-1).

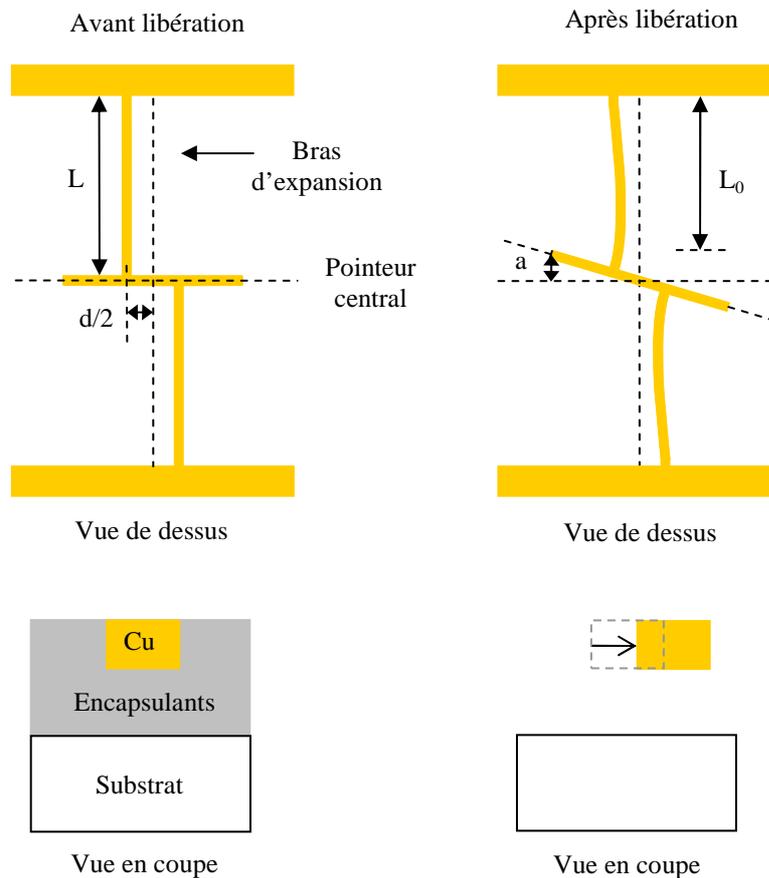


Figure II-1. Schémas en vue de dessus et en coupe transversale d'un capteur pivotant avant et après retrait des encapsulants.

Si l'accroche des bras d'expansion sur le pointeur central est considérée comme un pivot parfait, l'état mécanique d'équilibre est atteint lorsque la déformation résiduelle initiale est totalement relaxée. Dans l'hypothèse d'un matériau élastique isotrope et d'une déformation résiduelle initiale uniaxiale dans la direction longitudinale des bras d'expansion, la déviation du pointeur central est donnée par [6] :

$$a = \frac{L^2 \varepsilon_{res}}{d} \quad (\text{II-1})$$

a : déviation du pointeur central

L : longueur initiale des bras d'expansion et du pointeur central

ε_{res} : déformation longitudinale moyenne initiale des bras d'expansion

d : espacement des bras d'expansion

Ce modèle analytique nommé dans la suite du document « modèle géométrique » prédit une déviation du pointeur central inversement proportionnelle à l'espacement des bras. Par conséquent, pour une déformation résiduelle initiale identique, la déviation du pointeur central augmente linéairement avec la diminution de l'espacement des bras (Figure II-2).

Cependant, la liaison des bras d'expansion au pointeur central n'est pas un pivot parfait, elle constitue un encastrement. Les bras d'expansion flambent dans le plan lorsque la rotation du pointeur central augmente. A l'équilibre mécanique, la déformation résiduelle initiale contenue dans le bras n'est donc pas totalement relaxée. Pour prendre en compte ce phénomène dans le nouvel état d'équilibre mécanique, un modèle analytique a été développé par M. Kasbari *et al.* 2007 [8] :

$$a = \frac{d \times L \times L_0 (L - L_0)}{d^2 (2L - L_0) + \frac{4}{3} w^2 \times L_0} \quad (\text{II-2})$$

$$\text{avec} \quad L_0 = \frac{L}{1 + \varepsilon_{res}} \quad (\text{II-3})$$

a : déviation du pointeur central

L : longueur initiale des bras d'expansion et du pointeur central

L₀ : longueur de bras totalement relaxée

ε_{res} : déformation longitudinale moyenne initiale des bras d'expansion

w : largeur des bras d'expansion

d : espacement des bras d'expansion

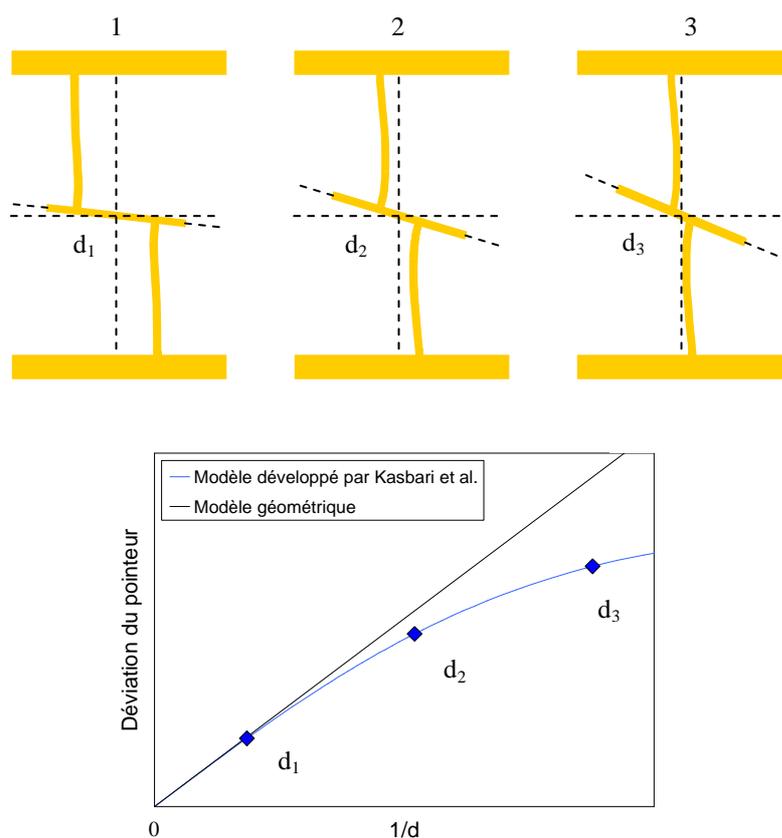


Figure II-2. Schémas de capteurs de mêmes dimensions possédant des espacements de bras différents à l'état d'équilibre mécanique après libération pour une déformation résiduelle initiale identique. Courbe des déviations correspondantes en fonction de $1/d$.

Comme il est illustré sur la Figure II-2, pour la même déformation résiduelle, les déviations issues du modèle de M. Kasbari *et al.* s'éloignent des déviations obtenues avec le modèle géométrique. Ceci montre que le moment de flexion lié à l'encastrement est d'autant plus fort que l'espacement des bras est petit.

Avec la prise en compte de l'encastrement, la déformation résiduelle peut être extraite de manière robuste à partir de la déviation de plusieurs capteurs possédant des bras d'expansion de même largeur mais d'espacements différents. Les niveaux de contrainte dans les différentes directions sont ensuite calculés à partir de la relation de Hooke généralisée dans l'hypothèse d'une déformation longitudinale uniaxiale.

II.2.1 Développement d'une nouvelle architecture d'accroche pour des structures plus compactes

Les micro-capteurs pivotants développés ces dernières années permettent la détermination des contraintes résiduelles moyennes dans des structures en cuivre Damascène d'une largeur de deux microns [8]. Ils possèdent des bras d'expansion et un pointeur central de 100 μm de long (Figure II-3).

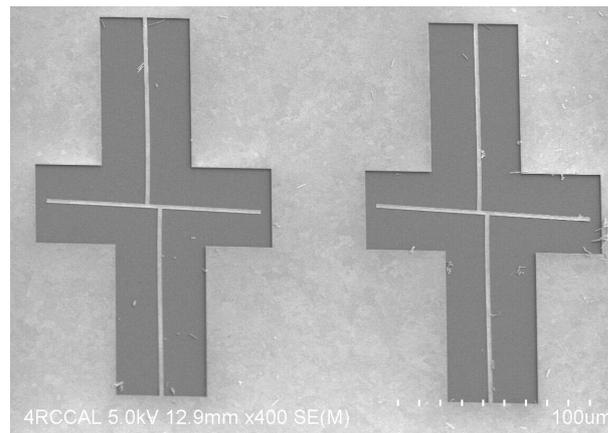


Figure II-3. Image MEB en vue de dessus de deux capteurs de 2 μm de large et de 100 μm de longueur de bras d'expansion et de pointeur central après libération pour deux espacements de bras.

Cependant, les interconnexions de cuivre atteignent aujourd'hui des dimensions latérales de quelques dizaines de nanomètres. Ainsi, les contraintes résiduelles doivent être extraites dans ces dimensions. A cela s'ajoute le fait que l'ensemble de la batterie de capteurs est localisé soit dans les lignes de découpe aux dimensions imposées, soit directement sur la surface réservée au produit. De ce fait, les dimensions d'un capteur doivent être les plus petites possibles et des structures de $250*150 \mu\text{m}^2$ ne sont plus adaptées. Dans ce contexte, de nouvelles architectures de structures pivotantes plus compactes et répondant à l'ensemble de ces critères ont été développées pour la détermination des niveaux de contrainte à l'échelle micrométrique et submicrométrique. Celles-ci ont une longueur de bras et de pointeur central de 10 μm et occupent chacune une surface 100 fois moins importante que les structures précédentes soit $25*15 \mu\text{m}^2$ (Figure II-4).

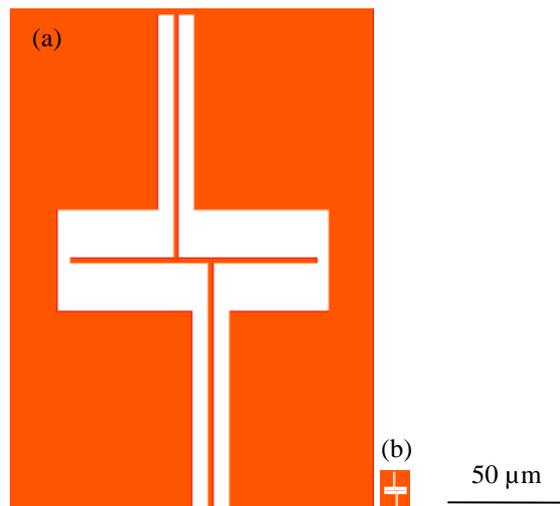


Figure II-4. Représentation à l'échelle des capteurs de 100 μm de longueur de bras (a) et des nouveaux capteurs de 10 μm de longueur de bras (b) pour le même espacement de bras.

3 types de capteur correspondant à une largeur de bras de 1, 0.5 et 0.2 μm ont été développés (Figure II-5).

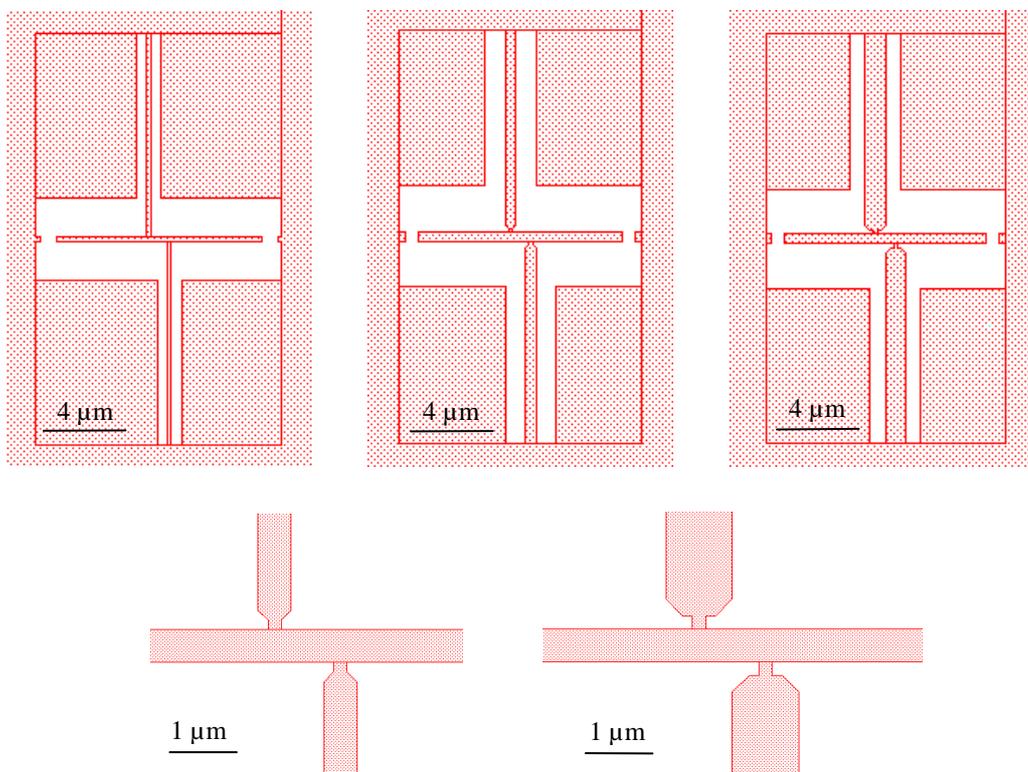


Figure II-5. Géométries des nouvelles architectures de capteurs élaborées.

La longueur des bras d'expansion étant réduite, la variation absolue de longueur de bras liée à la relaxation des contraintes résiduelles est plus faible. La déviation du pointeur suit donc la même tendance. Pour augmenter la sensibilité des structures de 0.5 et 1 μm , une nouvelle accroche des bras d'expansion sur le pointeur central a été intégrée [9] (Figure II-5). Celle-ci diminue le moment de flexion des bras augmentant la rotation du pointeur central. Sa largeur a été choisie à 0.2 μm . Elle est supérieure à la limite inférieure fixée par les tailles caractéristiques des interconnexions de la technologie 90 nm des circuits intégrés de manière à s'assurer de sa robustesse face au procédé de libération et aux déformations occasionnées par la rotation du pointeur central. De ce fait, seuls les capteurs ayant une largeur de bras de 0.5 et de 1 μm ont une nouvelle configuration d'accroche des bras sur le pointeur central (Figure II-5). Pour chaque largeur de bras, une série de 8 capteurs avec des espacements de bras de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.6, 1, 1.4 et 2 μm sont réalisés.

La Figure II-6 illustre le cas d'une intégration de ce type de capteur dans les lignes de découpes d'un produit STMicroelectronics au premier niveau de métal. Les dimensions latérales sont limitées à 80 μm et l'agencement des structures est optimisé pour occuper le moins d'espace possible.

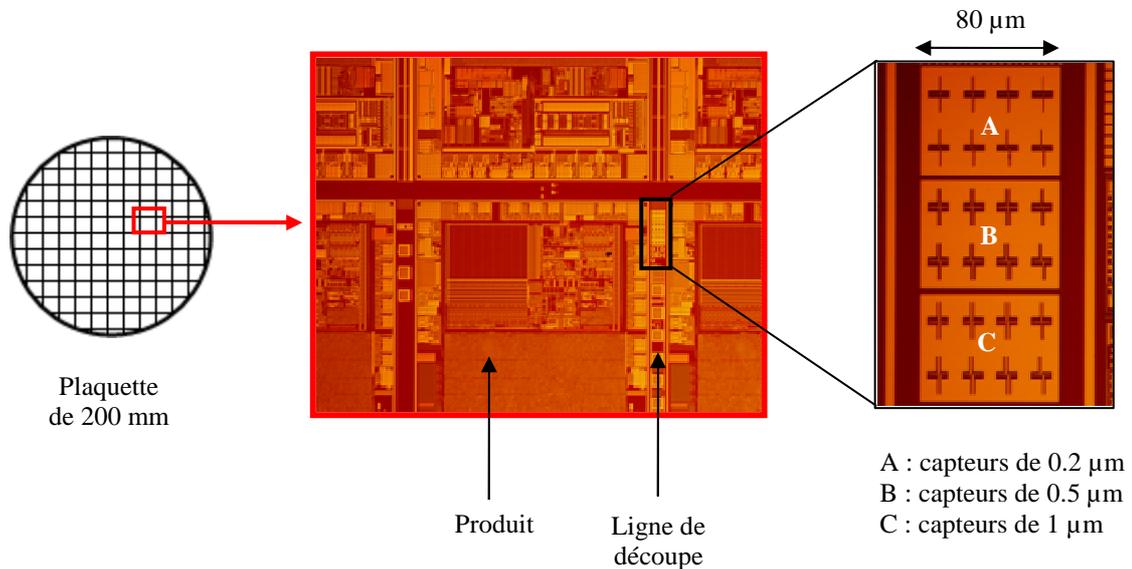


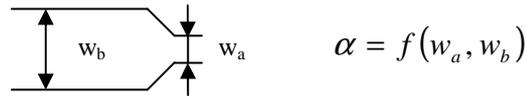
Figure II-6. Capteurs pivotants localisés dans les lignes de découpes.

Le modèle analytique développé par M. Kasbari *et al.* [8] reste valable pour les capteurs de 0.2 μm de large. Par contre, il ne l'est plus pour l'estimation de la déformation résiduelle

dans les structures de 0.5 et 1 μm de large du fait de l'intégration de la nouvelle architecture de liaison.

Le modèle analytique est formulé en égalisant à l'état mécanique d'équilibre, la tension résiduelle du bras d'expansion à la force liée au moment de flexion. Dans les nouvelles structures, la réponse en flexion des bras à la rotation du pointeur central est diminuée. L'état mécanique d'équilibre des capteurs peut être décrit alors par un nouveau modèle analytique dérivé de (II-2) en pondérant le terme relatif au moment de flexion des bras par un coefficient phénoménologique α compris entre 0 et 1 définissant l'impact de la liaison des bras sur le pointeur central [9]. Lorsque $\alpha = 1$, le modèle de Kasbari *et al.* est retrouvé.

$$a = \frac{d \times L \times L_0 (L - L_0)}{d^2 (2L - L_0) + \frac{4}{3} w_b^2 \times L_0 \times \alpha} \quad \text{avec} \quad L_0 = \frac{L}{1 + \varepsilon_{res}} \quad (\text{II-4})$$



Le coefficient α dépend à la fois de la largeur de l'accroche w_a et de la largeur des bras d'expansion w_b . D'une part, pour une largeur de bras constante, α diminue avec la réduction de la largeur d'accroche (encastrement). D'autre part, pour une largeur d'accroche constante, sa valeur est d'autant plus faible que le moment quadratique dans le plan des bras d'expansion est fort, c'est-à-dire pour des largeurs de bras w_b importantes (II-5).

$$I_{Gz} = \frac{hw_b^3}{12} \quad (\text{II-5})$$

La Figure II-7 donne une comparaison des déviations du pointeur central prédites par le modèle analytique pour des capteurs de 0.5 μm de largeur de bras avec deux configurations d'accroche différentes, une classique $\alpha = 1$ et une nouvelle correspondant à un $\alpha = 0.5$. La déformation résiduelle initiale est fixée à 0.3 %.

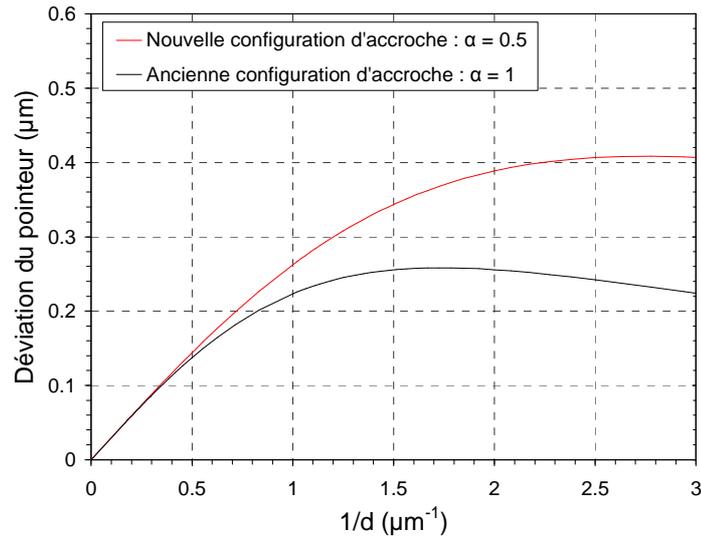


Figure II-7. Déviations du pointeur central obtenues par le biais du nouveau modèle analytique pour des capteurs de 0.5 µm de larges et une déformation initiale de 0.3 %.

Comme prévu, la nouvelle configuration d'accroche permet une plus grande déviation de pointeur par rapport à l'accroche classique. Ceci est particulièrement vrai pour les faibles espacements de bras où le moment de flexion est le plus fort. La valeur à choisir pour α doit maintenant être identifiée pour chaque type de capteur. Pour cela, des simulations par éléments finis sont effectuées.

II.2.2 Identification de l'impact de la nouvelle architecture d'accroche par des simulations mécaniques en 2D

Les simulations par éléments finis sont réalisées avec le logiciel Comsol Multiphysics version 3.5a. Elles sont effectuées en deux dimensions avec le module mécanique des structures dans l'hypothèse de contraintes planes. Le matériau cuivre est défini avec un comportement élastique isotrope de module d'Young E de 130 GPa et de coefficient de Poisson ν de 0.343. Les bras d'expansion sont considérés comme encastres sur les supports fixes. Une déformation uniaxiale résiduelle initiale dans la direction longitudinale est imposée dans chaque segment puis la structure est relâchée pour qu'elle atteigne l'équilibre mécanique. Pour chaque largeur de bras, 5 capteurs avec des espacements de bras différents de 2 µm à 0.4 µm sont simulés suivant 4 niveaux de déformations initiales : 0.1, 0.2, 0.3, 0.4

% . Les structures simulées sont représentées en Figure II-8 à l'équilibre mécanique pour une déformation résiduelle initiale de 0.3 %.

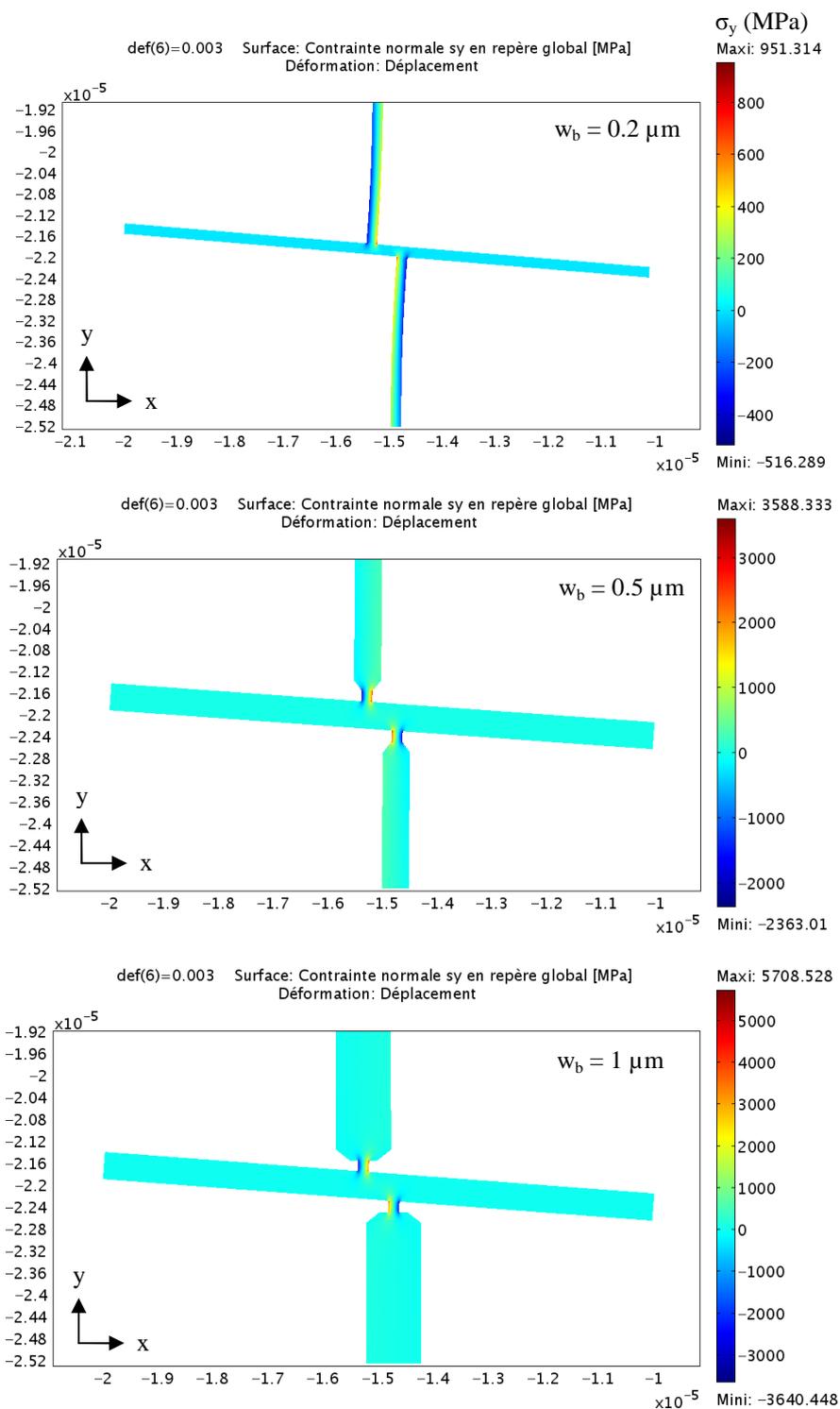


Figure II-8. Résultats de simulations Comsol 2D des structures de 0.2, 0.5 et 1 μm ayant des espacements de bras de 0.6 μm à l'équilibre mécanique pour une déformation résiduelle uniaxiale suivant la direction longitudinale des bras de 0.3 %.

Les simulations mettent bien en évidence l'effet du pivot qui concentre la majorité de la déformation occasionnée par la rotation du pointeur central et facilite par la même occasion sa rotation. En effet, le niveau de contrainte maximum suivant l'axe y (direction longitudinale des bras) augmente avec la largeur de bras (Figure II-8). Il en est de même pour les contraintes suivant x et en cisaillement.

La Figure II-9 représente les déviations en fonction de l'espacement des bras pour un niveau de déformation longitudinale initiale de 0.3 %.

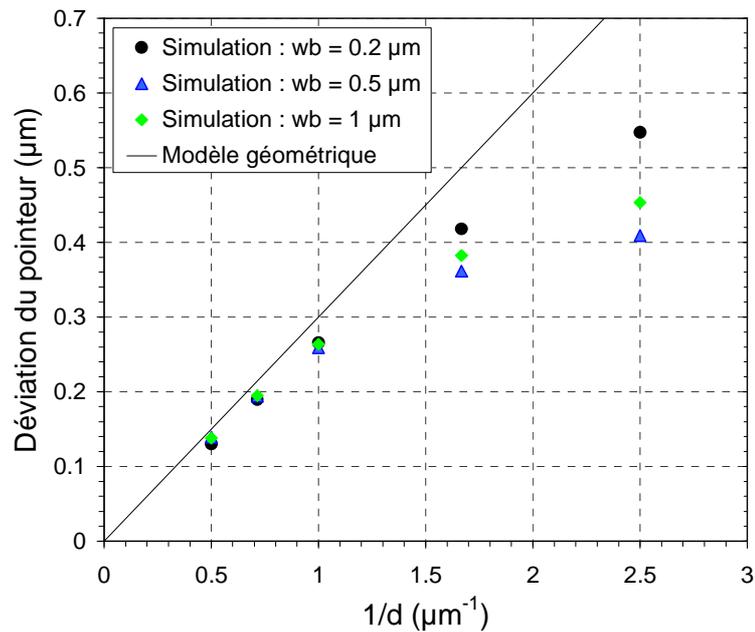


Figure II-9. Déviations du pointeur central obtenues à partir de simulations pour une déformation résiduelle uniaxiale de 0.3 % suivant la direction longitudinale des bras.

Pour les grands espacements de bras de 2, 1.4 et 1 μm correspondant respectivement à des $1/d$ de 0.5, 0.71 et 1 μm^{-1} , la déviation du pointeur est indépendante de la largeur de bras. Elle est très proche de l'estimation donnée par modèle analytique géométrique qui néglige l'effet de l'encastrement des bras d'expansion sur le pointeur central (II-1). Ce n'est pas le cas pour les faibles espacements de bras de 0.6 et 0.4 μm qui présentent des déviations bien plus petites que celles prévues par le modèle géométrique. Il est à noter que la déviation est la plus importante pour une largeur de bras de 0.2 μm et la plus faible pour une largeur de bras de 0.5 μm .

Pour identifier α , les structures sont simulées pour un panel de déformation de 0.1 à 0.4 %. α est ensuite estimée en égalisant le modèle analytique à la simulation. Les déviations des pointeurs centraux sont représentées sur les Figure II-10 et Figure II-11.

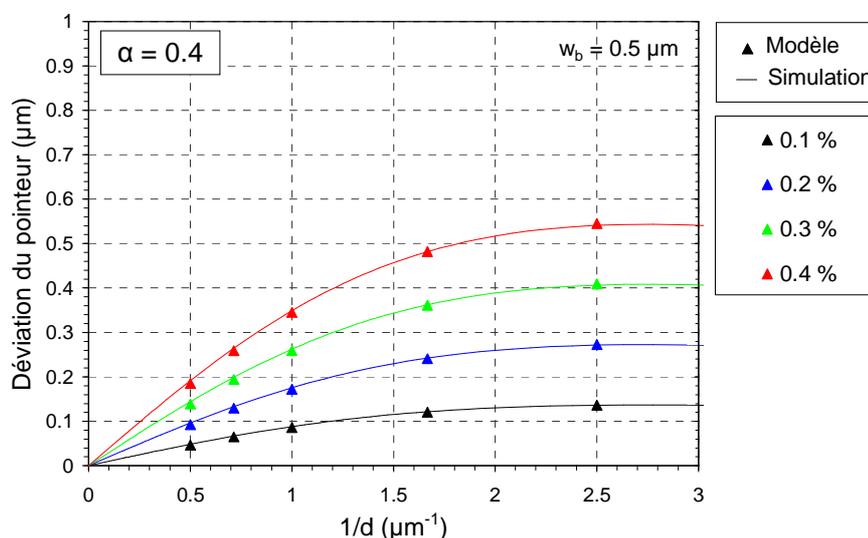


Figure II-10. Comparaison des déviations du pointeur central des capteurs de 0.5 μm de large obtenues par simulations Comsol 2D et modélisation analytique avec $\alpha = 0.4$.

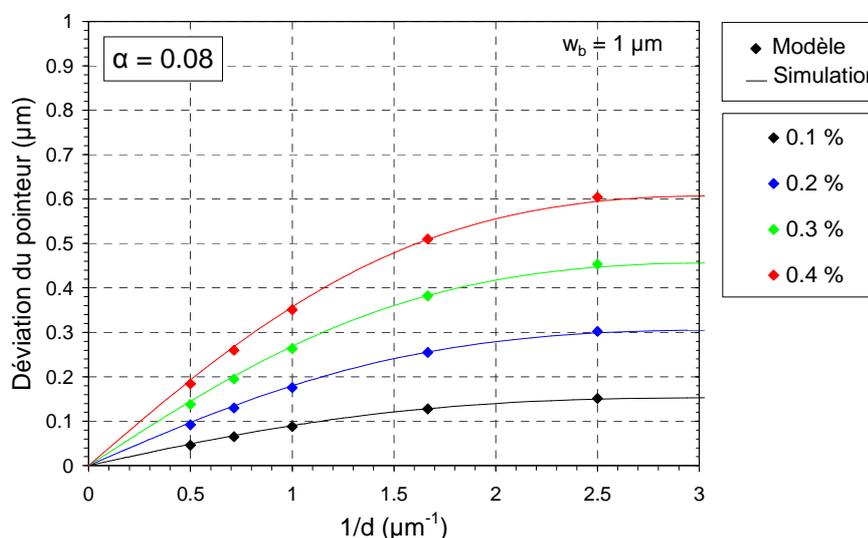


Figure II-11. Comparaison des déviations du pointeur central des capteurs de 1 μm de large obtenues par simulations Comsol 2D et modélisation analytique avec $\alpha = 0.08$.

Un coefficient α unique est identifié pour différents espacements de bras et différentes déformations initiales. α est de :

- 0.4 pour les capteurs de 0.5 μm de large,
- 0.08 pour les capteurs de 1 μm de large.

Il est vérifié que pour une largeur d'accroche identique, α est d'autant plus petit que les bras sont larges. Pour le capteur de 0.5 μm , il correspond exactement au rapport de la largeur d'accroche sur la largeur de bras. Par contre, pour les capteurs de 1 μm il est inférieur à ce rapport.

Nous disposons d'un outil calibré pour analyser les déformations et les contraintes dans les structures de type lignes de différentes largeurs indépendamment de leur épaisseur. En effet, l'épaisseur ne rentre pas en compte dans l'expression de la déviation du pointeur central.

II.3 Estimation des déformations résiduelles dans les lignes d'interconnexions Cu/SiO₂

II.3.1 Elaboration des capteurs

Les capteurs sont élaborés avec le procédé Damascène suivant exactement l'enchaînement d'opérations technologiques utilisées lors de l'élaboration des interconnexions de cuivre du niveau métal 1 d'un produit standard (voir Figure 5 du Préambule). Avant l'étape de polissage mécano-chimique (CMP), le cuivre est recuit à 400 °C durant 20 minutes. Sur la Figure II-12 est illustré le schéma de la vue en coupe des échantillons après CMP.

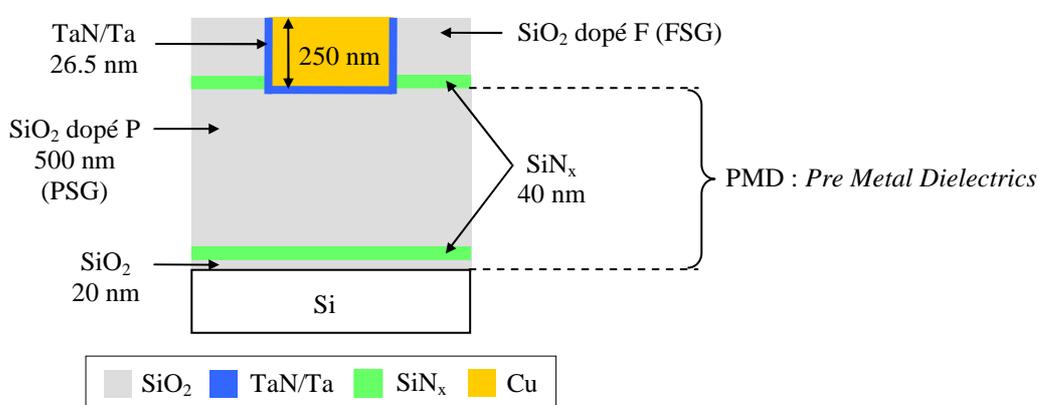


Figure II-12. Schéma d'une vue en coupe de l'échantillon.

La libération des capteurs s'opère en deux étapes, une gravure plasma (CHF₃, O₂) de 30 secondes suivie d'une gravure humide à l'acide fluoridrique 50 % (HF) de 5 secondes sans agitation. La gravure plasma anisotrope permet de graver de manière sélective les encapsulants (oxydes et nitrures de silicium) sans attaquer le cuivre. La gravure humide isotrope permet de sous graver les structures pour les libérer et autoriser la relaxation des contraintes résiduelles. Une fois ces étapes de gravure réalisées, les structures sont rincées à l'isopropanol puis à l'eau déionisée dans des béciers sans agitation. Elles sont ensuite séchées à l'air libre sous hotte.

II.3.2 Analyse des différents contributeurs à la déviation du pointeur central

Les images MEB en vue de dessus des capteurs réalisés sont reportées sur la Figure II-13.

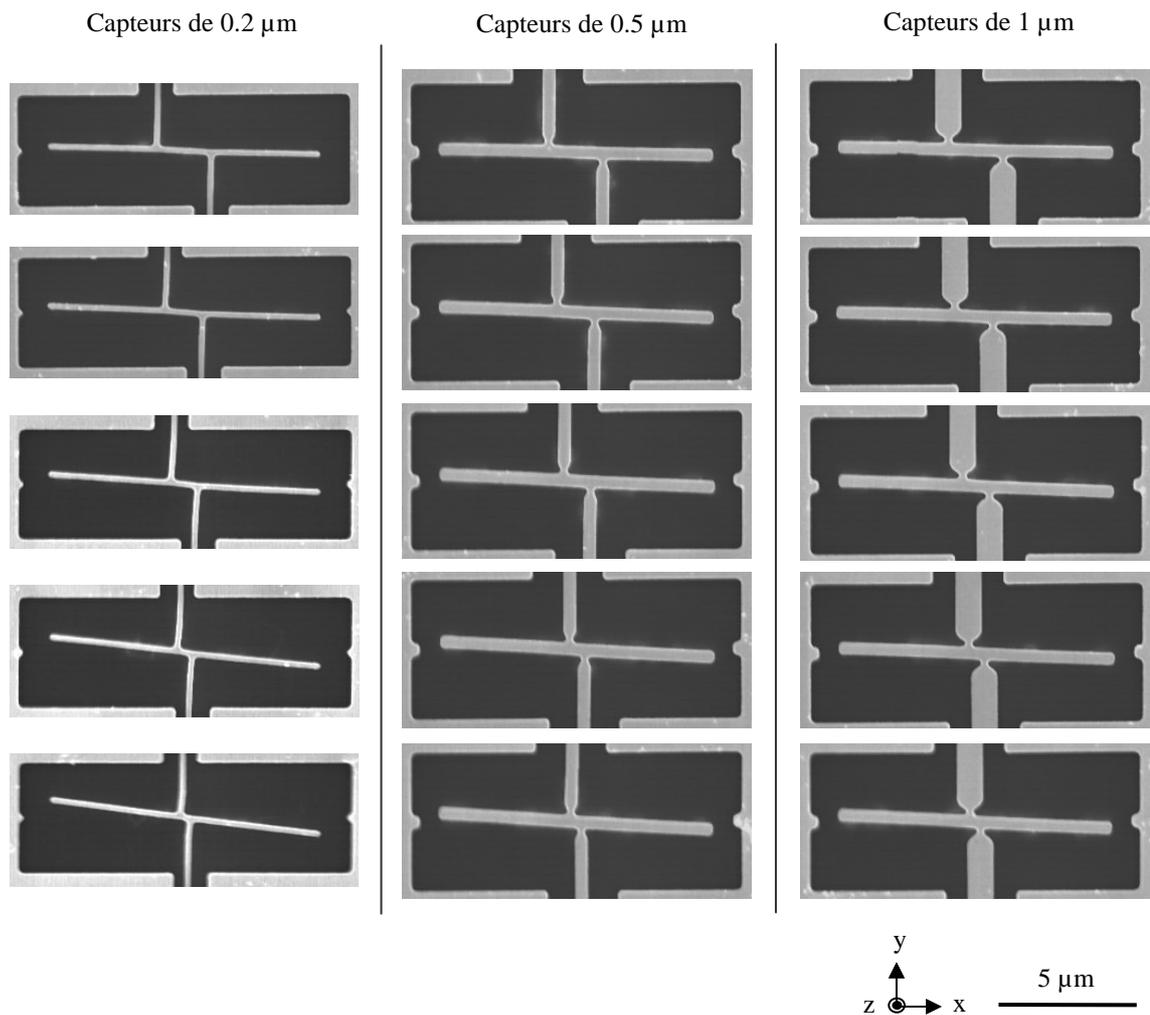


Figure II-13. Images MEB en vue de dessus des différents capteurs après un recuit à 400 °C.

Les pointeurs tournent dans le sens horaire indiquant une déformation résiduelle initiale en tension. La déviation du pointeur central augmente :

- avec la réduction de l'espace des bras pour la même largeur de bras,
- avec diminution de la largeur de bras (1, 0.5, 0.2 μm) pour le même espace de bras.

Les déviations expérimentales sont regroupées Figure II-14.

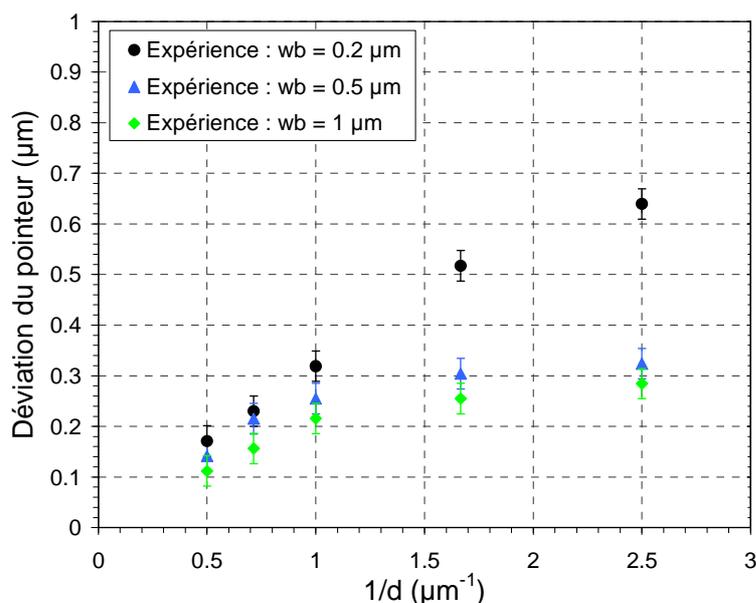


Figure II-14. Déviations expérimentales des différents capteurs recuits à 400 °C pour un PMD de 0.56 μm .

Les barres d'erreur pour chaque déviation correspondent à l'erreur de mesure sur la déviation du pointeur central réalisée au MEB. Elle est estimée à 30 nm.

La déformation ne peut pas être extraite de ces déviations directement avec le modèle analytique car les images MEB tiltées montrent que le pointeur central de l'ensemble des capteurs est « collé » sur le silicium (Figure II-15). Par conséquent, les structures subissent un déplacement hors plan suivant l'axe vertical (axe z) de 0.56 μm correspondant à la somme des épaisseurs d'oxyde et de nitrure de silicium situés en dessous du capteur.

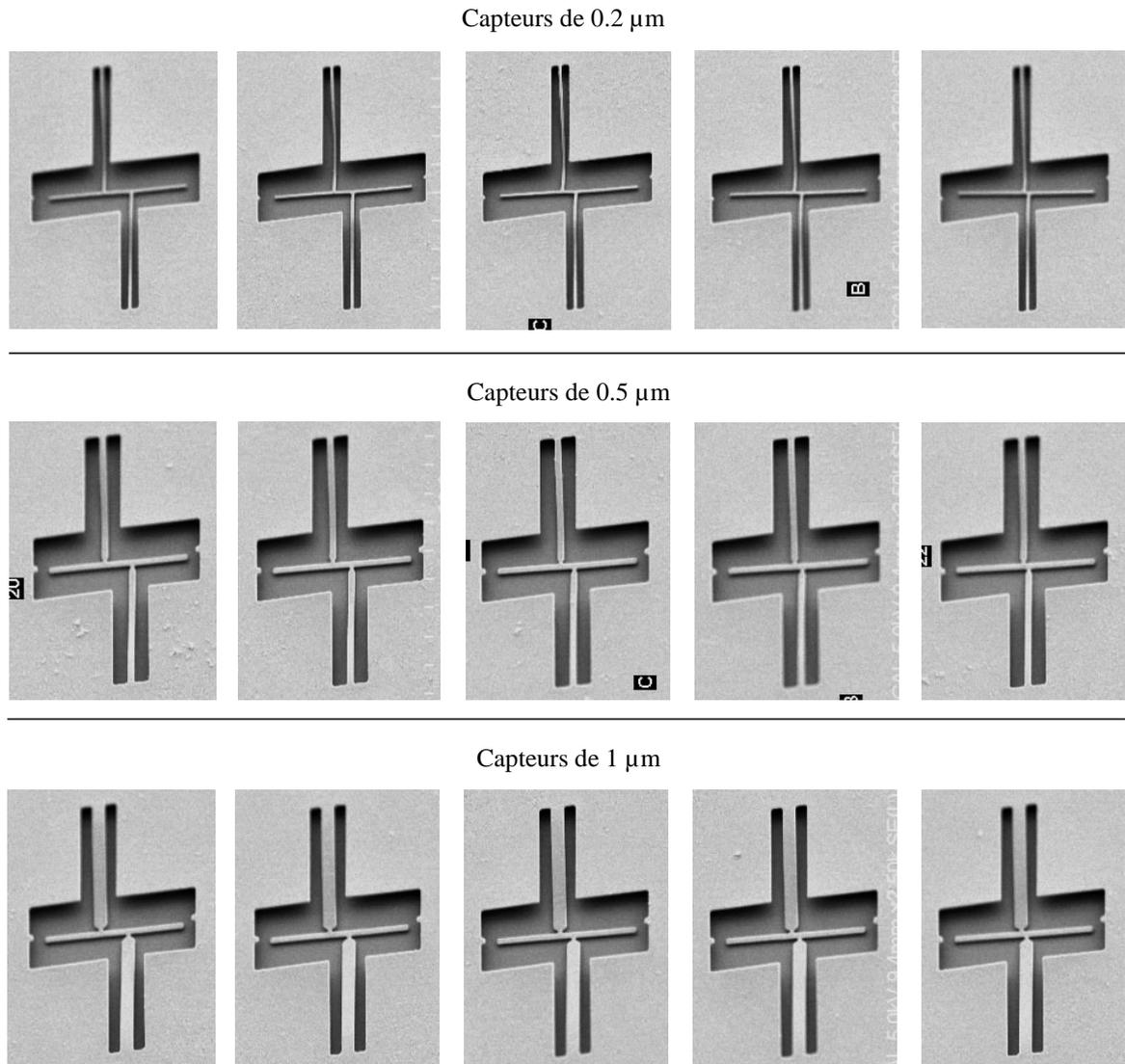


Figure II-15. Images MEB en vue de dessus tiltée de l'ensemble des capteurs.

Ce déplacement suivant l'axe z peut provenir de deux origines :

- soit les capteurs fléchissent sous l'effet de leur propre poids,
- soit un phénomène de stiction par capillarité lors du séchage laisse collés les capteurs sur le silicium.

Pour identifier l'origine du phénomène, la flèche maximale f causée par le poids propre des structures est évaluée à partir d'une modélisation analytique issue de la mécanique des poutres dans le cas extrême d'un cantilever d'une longueur L de 10 μm , de largeur w

supportant une densité linéique de charge p (son propre poids) et une charge équivalente à celle du pointeur central P en son extrémité (II-6).

$$f = \frac{1}{8EI_{Gy}} \left(pL^4 + \frac{16}{9} PL^3 \right) \quad (\text{II-6})$$

$$\text{avec} \quad I_{Gy} = \frac{h^3 w}{12} \quad p = \rho_{Cu} whg \quad P = \rho_{Cu} whgL$$

f : flèche en bout de cantilever

I_{Gy} : moment quadratique d'une poutre de section rectangulaire suivant l'axe y

h : épaisseur de la poutre

w : largeur de la poutre

L : longueur du cantilever

ρ_{Cu} : densité du cuivre (8920 kg.m^{-3})

g : gravité terrestre (9.81 m.s^{-2})

p : densité linéique de charge liée au poids propre du cantilever

P : poids de la charge appliquée à l'extrémité du cantilever

Les déflexions maximales obtenues sont négligeables (de l'ordre de $10^{-6} \mu\text{m}$). Il en est conclu que la stiction est à l'origine du déplacement des structures suivant l'axe z .

Lors de la gravure humide, les capteurs libérés sont suspendus car ils sont dans la solution de gravure. Les contraintes résiduelles sont relaxées et les pointeurs ont tourné avant que le phénomène de stiction impose au pointeur d'être en contact avec le silicium. Pour y palier, une solution est l'utilisation d'un séchage des capteurs à l'eau déionisée en condition supercritique. En effet, dans ces conditions, les forces de capillarités induites par le fluide sur la structure sont quasi nulles (comme lors d'une gravure en phase gazeuse). Ne disposant pas du matériel nécessaire, ceci n'a pu être réalisé aux cours des travaux de thèse.

Ainsi, pour déterminer dans quelle mesure est affectée la déviation du pointeur par le déplacement hors plan de la structure, des simulations éléments finis en 3D de structures non contraintes sont réalisées avec le logiciel Comsol. Le cuivre est élastique isotrope. Afin de mimer le phénomène de stiction, différents niveaux de pression sont appliquées sur des surfaces inférieures du pointeur central et des bras d'expansion. Figure II-16 est représenté un exemple de résultat de simulation sur une structure de $0.2 \mu\text{m}$ de large avec un espacement de bras de $0.6 \mu\text{m}$.

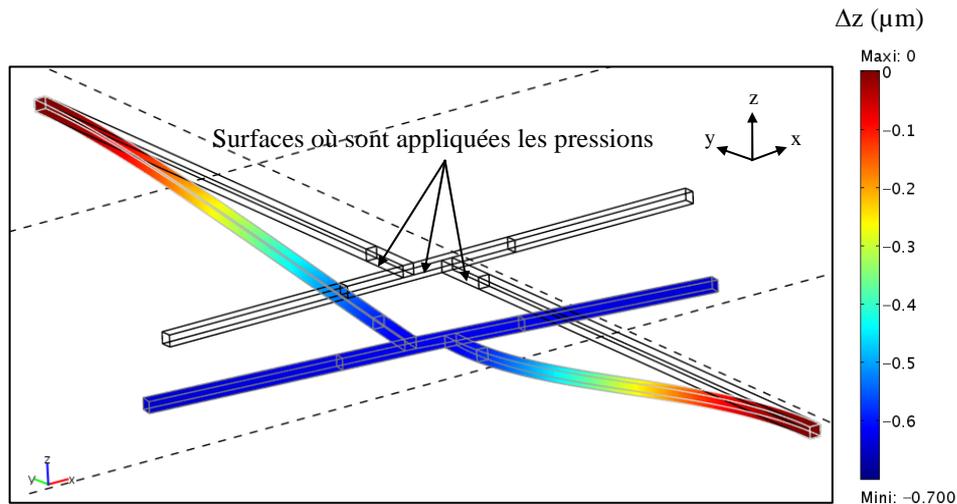


Figure II-16. Simulation de la stiction sur un capteur de $0.2 \mu\text{m}$ de large avec $d = 0.6 \mu\text{m}$ pour une pression suiveuse appliquée de 0.5 MPa correspondant à un Δz de $0.56 \mu\text{m}$.

Figure II-17 sont présentés les résultats de simulations pour les structures de $0.2 \mu\text{m}$ de large.

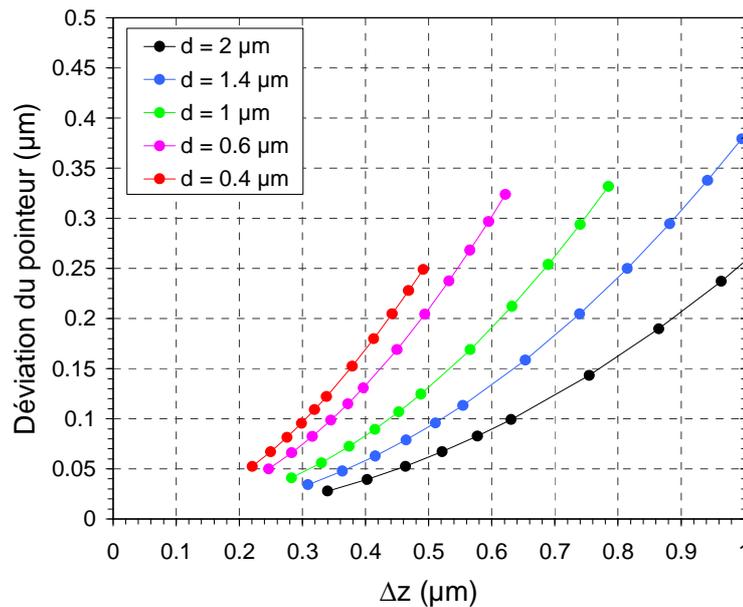
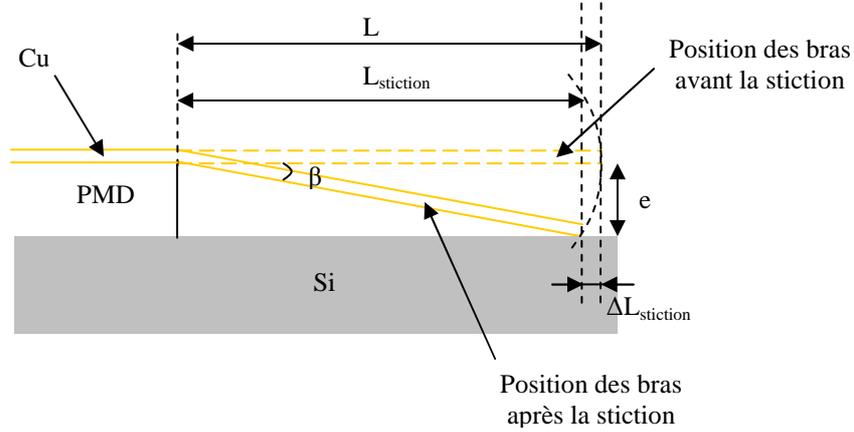


Figure II-17. Résultats de simulation : déviations du pointeur central en fonction du déplacement suivant l'axe z des structures de $0.2 \mu\text{m}$ non contraintes.

Les simulations mettent en évidence que la stiction accroît la déviation du pointeur central. L'effet est d'autant plus fort que l'espacement des bras est faible. Ce comportement indique que la déformation occasionnée par le déplacement hors plan de la structure qui tend à augmenter la longueur des bras d'expansion est accommodée de la même manière que la

déformation résiduelle. Sa contribution dans la rotation du pointeur central peut alors être prise en compte dans la modélisation analytique en ajoutant un terme à l'expression de la longueur des bras d'expansion totalement relaxée L_0 . Ce terme est déduit de la géométrie définie Figure II-18.



$$L_0 = \frac{L}{1 + \varepsilon_{res} + \frac{\Delta L_{stiction}}{L}} \quad (\text{II-7})$$

$$\Delta L_{stiction} = L - L_{stiction} = L - \sqrt{L^2 - e^2} = L \left(1 - \sqrt{1 - \left(\frac{e}{L} \right)^2} \right) \quad (\text{II-8})$$

$$L_0 = \frac{L}{2 + \varepsilon_{res} - \sqrt{1 - \left(\frac{e}{L} \right)^2}} \quad (\text{II-9})$$

Figure II-18. Schéma de la géométrie définie pour la prise en compte de la stiction dans la modélisation analytique de la déviation du pointeur central.

La Figure II-19 montre les déviations du pointeur central obtenues par le biais de simulations 3D et ceux issus de la modélisation analytique pour les structures de $0.2 \mu\text{m}$ de large subissant un déplacement hors plan de $0.56 \mu\text{m}$ correspondant à la somme des épaisseurs des couches d'oxyde et de nitrure de silicium présentes sous les capteurs.

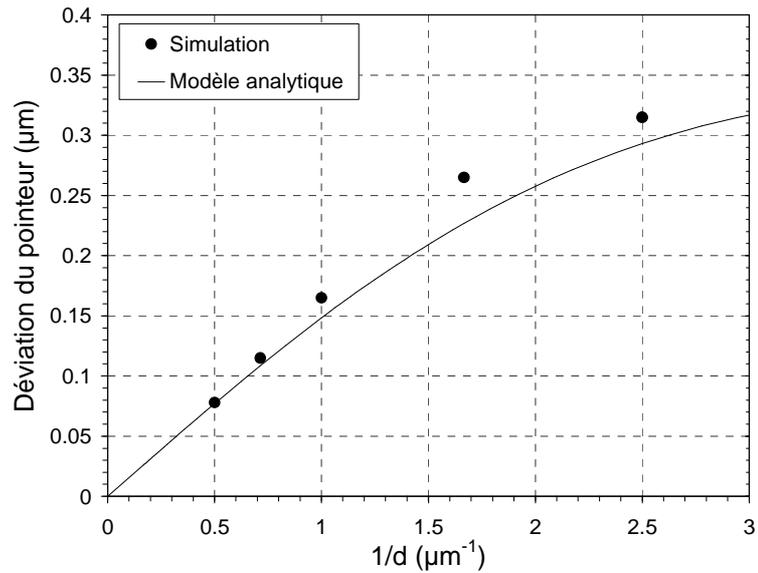


Figure II-19. Déviations du pointeur central de capteurs de $0.2 \mu\text{m}$ de larges liées à un déplacement hors plan de $0.56 \mu\text{m}$ sans déformation résiduelle initiale.

Un bon accord est trouvé entre la modélisation analytique et la simulation. Par conséquent, les déformations résiduelles contenues initialement avant la libération des capteurs peuvent être estimées à partir d'un modèle analytique simple qui prend en compte le déplacement hors plan lié à la stiction.

II.3.3 Estimation de la déformation résiduelle en fonction de la largeur de ligne

L'effet du déplacement hors plan ayant été compris, de nouvelles structures sont élaborées avec un PMD le plus fin possible afin de réduire la déviation additionnelle, soit un PMD de $0.21 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Sur la Figure II-20, les déviations expérimentales de ces capteurs sont confrontées au modèle analytique.

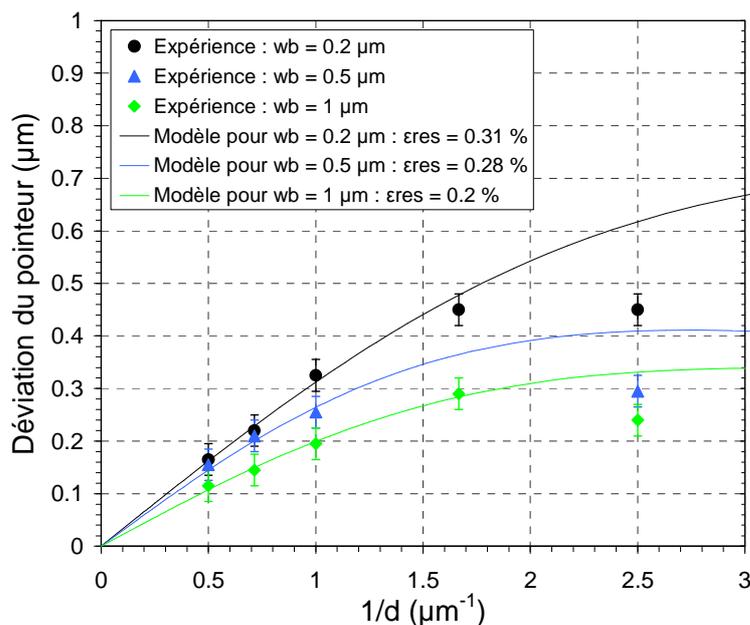


Figure II-20. Extraction de la déformation résiduelle moyenne initiale dans les capteurs à partir de la modélisation analytique pour un PMD de $0.21 \mu\text{m}$.

Le modèle analytique reproduit avec un bon accord les déviations expérimentales relevées au MEB, excepté pour les structures avec des espacements de bras les plus petits qui présentent des déviations expérimentales inférieures à celles prédites par le modèle analytique.

La déformation résiduelle longitudinale moyenne estimée à partir du modèle analytique est de 0.31, 0.28 et 0.2 % pour les structures de largeurs respectives 0.2, 0.5 et $1 \mu\text{m}$.

Des anciens capteurs de $2 \mu\text{m}$ de large et de $100 \mu\text{m}$ de longueur de bras ont été également élaborés dans les mêmes conditions. Pour ces structures, la déformation résiduelle extraite est de 0.18 %.

Tous les résultats obtenus avec les capteurs pour un recuit à 400 °C et un PMD de 0.21 μm sont regroupés sur la Figure II-21. Ils permettent de représenter l'évolution de la déformation résiduelle en fonction de la largeur de ligne.

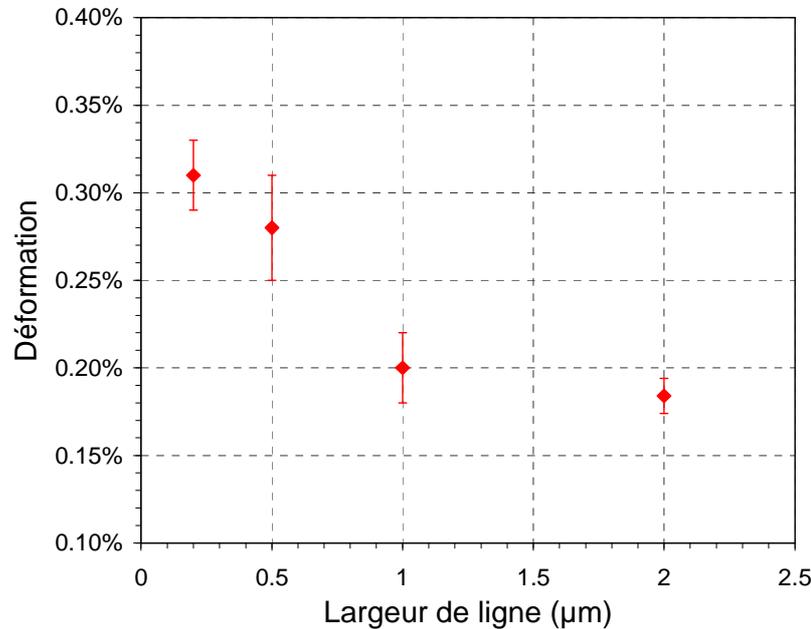


Figure II-21. Evolution de la déformation résiduelle longitudinale moyenne estimée avec les capteurs pour un recuit à 400 °C et un PMD de 0.21 μm .

La déformation résiduelle longitudinale moyenne augmente avec la réduction de la largeur de ligne. Pour les lignes de 2 et 1 μm , cette augmentation est faible, la déformation est autour de 0.2 %. Par contre, pour des largeurs de lignes de 1 à 0.2 μm , l'augmentation de la déformation est particulièrement marquée.

Il existe peu de résultats expérimentaux sur l'évolution de la déformation en fonction de la largeur dans des lignes de cuivre Damascène [10][11]. Pour des lignes de cuivre de 0.3 μm de large et de 0.6 μm d'épaisseur, A. Baldacci *et al.* 2004 [10] mesurent avec une source synchrotron la déformation dans les trois directions principales de l'échantillon. Ils trouvent une déformation uniaxiale de 0.304 % dans la direction de la ligne, les deux autres composantes étant quasi négligeables. Ce résultat conforte l'hypothèse d'une déformation uniaxiale utilisée pour élaborer le modèle analytique. De plus, cette déformation correspond avec celle estimée avec nos structures. Pourtant, les épaisseurs et les conditions d'élaboration

sont différentes. En effet, les lignes de cuivre analysées par A. Baldacci *et al.* possèdent une couche protectrice de nitrure de silicium en surface ce qui n'est pas le cas pour nos échantillons. Cette couche déposée à une température d'environ 380 °C limite les mécanismes d'accommodation des déformations au refroidissement lors de son dépôt mais également lors d'un cycle thermique ultérieur. Les lignes avec une couche protectrice ont alors une réponse thermo-élastique ce qui est confirmé par les travaux de M. J. Kobrinski *et al.* 2001 [12]. Ces derniers ont analysé, à partir de mesures de courbure, le comportement thermomécanique des lignes de cuivre Damascène de 0.3 µm de large et de 0.5 µm d'épaisseur avec et sans couche protectrice. Ils observent que les lignes sans couche protectrice présentent un comportement inélastique au-delà de 200 °C. Ils expliquent ce comportement par des mécanismes de diffusion d'atomes entre la surface et les joints de grains qui sont supprimés lorsqu'une couche protectrice est ajoutée en surface.

Ces résultats de la littérature indiquent alors que la déformation résiduelle des lignes varie suite au dépôt de la couche de nitrure de silicium. En effet, lors de la montée en température du dépôt, la couche protectrice n'est pas encore déposée et les lignes présentent un comportement inélastique. A l'opposé, lors de la redescende en température après le dépôt, celles-ci ont un comportement purement thermo-élastique de sorte que la contrainte après dépôt est supérieure à celle avant dépôt du nitrure de silicium. Dans ce cas, la déformation de 0.304 % mesurée par A. Baldacci *et al.* devait être plus faible qu'avant le dépôt de l'encapsulation. Ce scénario est cohérent avec nos mesures car dans ce cas, la déformation extraite avec les nano-capteurs de 0.2 µm de large et de 0.2 µm d'épaisseur après le CMP est supérieure à celle des échantillons de A. Baldacci *et al.* au même stade de l'élaboration. En effet, des dimensions plus petites induisent une limite élastique plus élevée.

Par ailleurs, peu de résultats expérimentaux existent, ce qui démontre la difficulté de l'extraction des déformations dans les lignes de dimensions microniques et submicroniques. De ce fait, l'apport de ce type de structures au regard des difficultés expérimentales liées l'échelle où se place l'étude est à souligner.

II.4 Conclusions

Les micro et nano-capteurs pivotants sont des structures originales pour la détermination des déformations résiduelles. De nouvelles architectures directement intégrées dans les interconnexions ont été élaborées. Elles permettent d'étudier la déformation résiduelle moyenne dans la direction longitudinale en fonction des dimensions des lignes pour des largeurs allant de 0.2 à 1 μm .

Ces structures sont 100 fois plus compactes que les précédentes grâce notamment à l'introduction d'une nouvelle architecture d'accroche des bras d'expansion sur le pointeur central. Pour les utiliser, un coefficient phénoménologique pondérant le moment de flexion a été introduit dans le modèle développé par M. Kasbari *et al.*. Ce coefficient a été identifié pour chaque type de structure à partir de simulations 2D en éléments finis (Comsol).

Les images MEB tiltées après libération ont mis en évidence que le procédé de libération est à l'origine d'un phénomène de stiction qui laisse « collées » les structures sur le silicium. Pour quantifier son impact sur la déviation du pointeur, des simulations 3D ont démontré que le déplacement hors plan s'accompagne d'une déviation du pointeur d'autant plus importante que le déplacement en z est élevé. L'effet de la stiction a alors été intégré au modèle analytique.

Enfin, les déformations résiduelles dans des lignes de cuivre/SiO₂ d'une épaisseur équivalente au niveau métal 1, soit environ 0.25 μm , ont été déduites de la libération des capteurs. Les résultats obtenus indiquent une augmentation de la déformation résiduelle moyenne de 0.2 à 0.31 % pour des lignes d'une largeur de 1 et 0.2 μm .

Le calcul des niveaux de contraintes résiduelles à partir de la déformation résiduelle extraite avec ces structures implique la prise en compte de la texture cristallographique de manière à utiliser les coefficients d'élasticité de la matrice de rigidité pertinents pour chaque largeur de ligne. Ceci est d'autant plus important que le cuivre présente une forte anisotropie élastique.

La compréhension de l'origine de l'augmentation de la déformation résiduelle vers les faibles dimensions nécessite, elle aussi, la connaissance de la microstructure associée à chaque largeur de ligne. En effet, la microstructure participe fortement à la détermination du

comportement thermomécanique au cours du recuit de densification du cuivre à travers notamment la taille moyenne de cristallites et la texture cristallographique.

Dans cette logique, la suite du manuscrit traite de la génération de la microstructure des objets confinés géométriquement. Pour ce faire, cette étude commence par les objets les plus simples à savoir les films minces. Celle-ci est d'autant plus importante que la configuration film mince joue un rôle essentiel dans l'évolution microstructurale des lignes de cuivre Damascène de par la surépaisseur de cuivre présente lors du recuit de densification.

Références bibliographiques

- [1] N. Tamura, R. S. Celestre, A. A. MacDowell, H. A. Padmore, R. Spolenak, B. C. Valek, N. Meier Chang, A. Manceau, and J. R. Patel, “*Submicron X-Ray Diffraction and its Applications to Problems in Materials and Environmental Science*”, Review of Scientific Instruments 73 (3), 1369 – 1372, 2002.
- [2] O. Perroud, R. Vayrette, C. Rivero, O. Thomas, J. S. Micha, O. Ulrich, “*X-ray microbeam strain investigation on Cu-MEMS structures*”, Micro. Engi. 87 (3), 394 – 397, 2010.
- [3] ANR 07-nano-029-03 projet SAKE, “*Strain Analysis by Kossel and EBSD*”, 2008 – 2011.
- [4] R. Delamare, S. Blayac, M. Kasbari, K. Inal, C. Rivero, “*Embedded Sensors for Mechanical Stress Monitoring in Copper Damascene Interconnects*”, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 1052, 2008.
- [5] W. Fang and J. A. Wickert, “*Determining mean and gradient residual stresses in thin films using micromachined cantilevers*”, J. Micromech. Microeng. 6, 301 – 309, 1996.
- [6] B. P. Van Drieënhuizen, “*Comparison of techniques for measuring both compressive and tensile stress in thin films*”, Sensor and Actuators A, 37 – 38, 1993.
- [7] A. B. Horsfall, J. M. M. dos Santos, S. M. Soare, N. G. Wright, A. G. O’Neill, S. J. Bull, A. J. Walton, A. M. Gundlach, and J. T. M. Stevenson, “*A novel sensor for the direct measurement of process induced residual stress in interconnects*”, in Proc. ESSDERC 2003, Lisbon, Portugal, 115 – 118, 2003.
- [8] M. Kasbari, C. Rivero, S. Blayac, F. Cacho, O. Bostrom, R. Fortunier, “*Direct Local Strain Measurements in Damascene Interconnects*”, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 990, 2007.
- [9] R. Vayrette, C. Rivero, B. Gros, S. Blayac, K. Inal, “*Residual stress estimation in damascene copper interconnects using embedded sensors*”, Micro. Engi. 87 (3), 412 – 415, 2010.
- [10] A. Baldacci, C. Rivero, P. Gergaud, M. Grégoire, O. Sicardy, O. Bostrom, P. Boivin, J. S. Micha, O. Thomas, “*Stresses in copper blanket films and damascene lines : Measurements and Finite Element Analysis*”, ESSDERC, 105 – 108 , 2004.
- [11] B. Kaouache, S. Labat, O. Thomas, S. Maîtrejean, V. Carreau, “*Texture and strain in narrow copper damascene interconnect lines: An X-ray diffraction analysis*”, Micro. Engi. 85, 2175 – 2178, 2008.
- [12] M. J. Kobrinsky, C. V. Thompson, M. E. Gross, “*Diffusionnal creep in damascene Cu lines*”, J. Appl. Phys. 89 (1), 91 – 98, 2001.

III - Evolution microstructurale des films minces de cuivre électrodéposés

III - Evolution microstructurale des films minces de cuivre électrodéposés.....	99
III.1 Introduction	103
III.2 Elaboration des films minces	104
III.3 Evolution microstructurale à température ambiante.....	108
III.3.1 Identification des processus d'évolution microstructurale	110
a) Analyse in-situ	110
b) Analyse fine de la microstructure stabilisée par EBSD.....	118
c) Conclusions	125
III.3.2 Etude de l'influence de l'épaisseur.....	126
a) Estimation de l'amplitude de la croissance de grains en fonction de l'épaisseur à partir de la résistivité	126
b) Identification des processus à l'origine de la variation de cinétique d'évolution microstructurale en fonction de l'épaisseur	134
III.4 Influence couplée de l'épaisseur et de la température de recuit sur la microstructure de films de cuivre stabilisés à température ambiante	139
III.4.1 Effet de la température de recuit sur la microstructure de films de 1.1 μm	141
a) Analyse de la morphologie des grains et cristallites	141
b) Analyse de la texture cristallographique.....	144
c) Conclusions	148
III.4.2 Influence de l'épaisseur sur la microstructure de films recuits à 400 $^{\circ}\text{C}$	150
III.5 Conclusions	158
Références bibliographiques.....	160

III.1 Introduction

Ce chapitre vise à comprendre l'influence de l'épaisseur et de la température de recuit sur les processus d'évolution microstructurale mis en jeu dans les films minces de cuivre électrodéposés.

L'élaboration des films de cuivre est présentée en premier lieu.

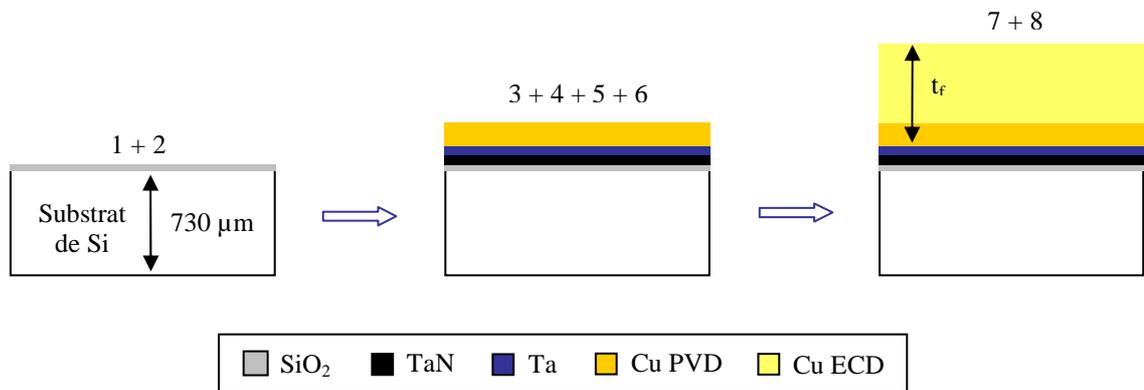
Les films de cuivre n'étant pas stables juste après électrodéposition, l'évolution microstructurale qui s'opère à température ambiante est étudiée dans un second temps. Celle-ci, nommée *self-annealing* dans la littérature, offre l'opportunité d'un suivi *in situ* du changement de microstructure car elle se déroule sur plusieurs heures. A partir d'analyses *in situ* de l'évolution microstructurale et de caractérisations physiques de la microstructure après stabilisation, les différents processus intervenant sont identifiés.

Dans une troisième partie, l'effet d'un recuit additionnel sur la microstructure de films de différentes épaisseurs stabilisés à température ambiante est traité. Pour ce faire, les microstructures des films après stabilisation et après recuit sont déterminées par EBSD puis comparées.

III.2 Elaboration des films minces

Des films de cuivre électrodéposés de quatre épaisseurs distinctes et recuits à trois températures différentes sont élaborés. Les épaisseurs finales des films de cuivre varient de 0.4 à 5.6 μm et les températures de recuit de l'ambiante à 400 °C. Cette série d'échantillons recouvre en partie les épaisseurs et les températures de recuit utilisées ou compatibles avec les procédés de fabrication des circuits intégrés.

Les substrats de silicium utilisés ont un diamètre de 200 mm, une épaisseur de 730 μm et sont orientés (100). L'élaboration des films s'opère dans des équipements de production et suit un enchaînement précis d'opérations technologiques (Figure III-1).



1. Gravure humide HF
2. Oxydation thermique à 925 °C sous flux d'ozone : création d'une couche de SiO_2 de 70 Å
3. Gravure plasma (5 % H_2/He , 95 % Ar)
4. Dépôt PVD TaN de 115 Å
5. Dépôt PVD Ta de 150 Å
6. Dépôt PVD Cu 1200 Å
7. Dépôt ECD Cu
8. Recuit de densification

Figure III-1. Succession des procédés utilisés pour élaborer les films minces de cuivre.

Les substrats de silicium subissent d'abord une préparation de surface par gravure humide au HF. Cette étape est suivie par la croissance d'une couche de SiO_2 de 70 Å au cours d'un procédé d'oxydation thermique à 925 °C sous flux d'ozone. Ensuite, une gravure plasma et trois dépôts consécutifs de TaN, Ta et Cu par pulvérisation cathodique (PVD) sont réalisés au sein d'un même équipement Applied Materials ENDURA avec le procédé SIP EnCore™.

La gravure plasma vise à nettoyer la surface de dépôt et optimise l'adhérence du film du TaN. Les dépôts de TaN et de Ta s'opèrent avec un porte substrat maintenu à température ambiante. Pour la couche de Cu, la température du porte substrat est de -20 °C. Les films de TaN, de Ta et de Cu obtenus ont une épaisseur respective de 115, 150 et 1200 Å. A ce stade, l'ensemble des échantillons possède le même empilement de matériaux (Figure III-1) et est prêt pour le dépôt électrolytique de cuivre.

L'électrodéposition est accomplie dans un bâti Novellus SABRE à une température de 25 °C. L'électrolyte est une solution commerciale ENTHONE[®] de type *Via Form Make Up Low Acid*. Elle est composée de $\text{Cu}(\text{SO}_4)\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, de KCl et d'additifs polymériques dont la composition précise n'est pas connue. Ces additifs servent à optimiser le dépôt du cuivre dans les tranchées à fort rapport de forme. Afin de s'affranchir de l'effet de la variation des concentrations des composants du bain électrolytique causé par son vieillissement, les dépôts sont tous réalisés successivement après une tache de qualité de l'équipement. Ainsi, à composition de bain électrolytique et à température de dépôt identique, l'épaisseur du film est déterminée essentiellement par le profil du courant appliqué (forme/amplitude et temps) en surface du film de Cu PVD. Dans notre cas, le profil en courant est une succession de trois paliers :

- palier 1 à 1 A pendant 11 s générant un film d'environ 13 nm,
- palier 2 à 3 A pendant 30 s générant un film d'environ 110 nm,
- palier 3 à 18 A dont le temps fixe l'épaisseur finale du dépôt ECD.

Des films de 4 épaisseurs différentes sont obtenus avec des temps de troisième palier de 6, 19, 40 et 245 s. Les épaisseurs sont déterminées à partir de mesures capacitatives réalisées sur la globalité de la surface de l'échantillon avant et après électrodéposition avec un équipement de type ADE 9500. Les épaisseurs moyennes et les variabilités maximales associées sont résumées dans le Tableau III-1. Elles sont calculées à partir de 4 échantillons pour chaque épaisseur.

Epaisseur moyenne de Cu ECD (μm)	Variabilité maximale (%)
0.28	7
0.55	7
1.0	7
5.5	3

Tableau III-1. Epaisseurs moyennes des films de cuivre électrodéposés estimées à partir de la courbure des plaquettes avant et après dépôt.

Les dépôts réalisés ne sont pas uniformes. En effet, les variations locales de conditions d'électrodéposition engendrent une dépendance radiale de l'épaisseur déposée (Figure III-2).

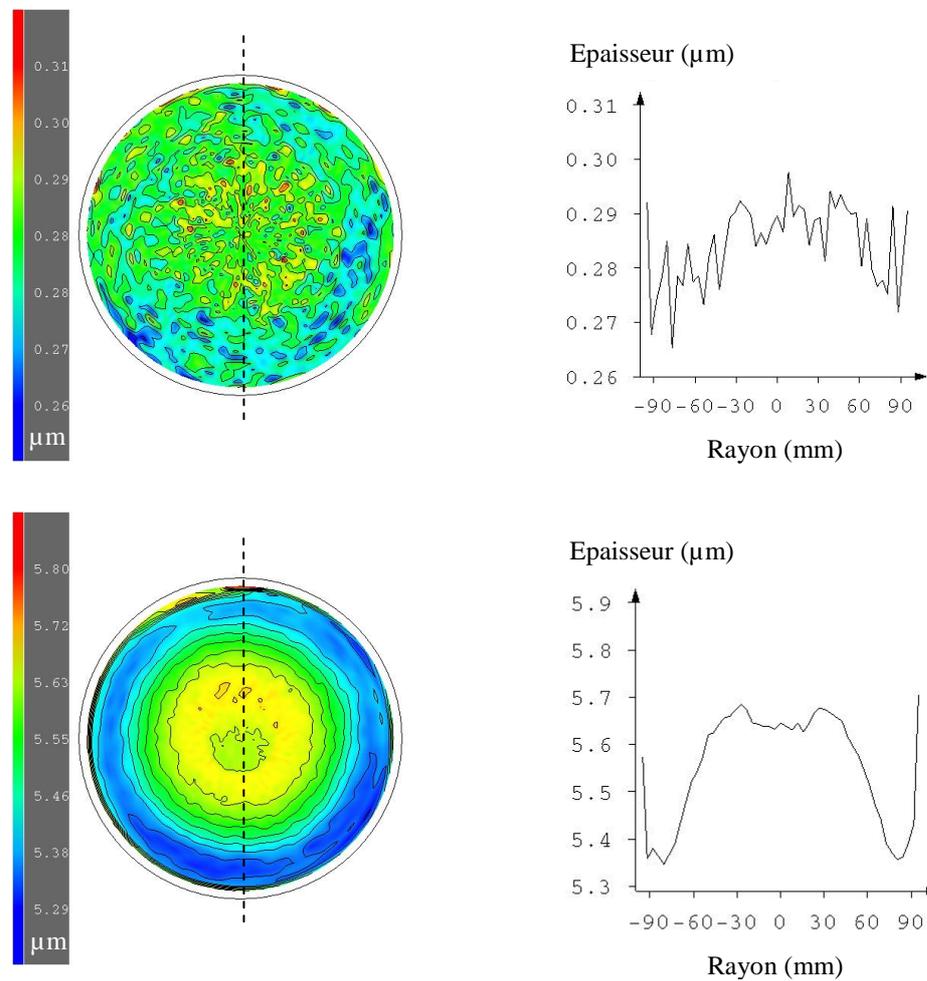


Figure III-2. Cartographies de la distribution locale d'épaisseur de cuivre électrodéposé sur substrat de 200 mm. Exemple de films de cuivre de 0.28 et 5.5 μm d'épaisseur moyenne.

Dans la suite, les analyses physiques de la microstructure sont effectuées sur la zone centrale de l'échantillon qui est la plus homogène. De la même façon, les mesures de résistance électrique carré R_s ne sont traitées que pour 25 sites de mesure localisés sur des rayons concentriques égaux ou inférieurs à 38 mm.

L'épaisseur totale t_f des films de cuivre est prise comme la somme de l'épaisseur du film PVD et de l'épaisseur du film ECD (Tableau III-2).

t_f (μm)	Variabilité maximale (%)
0.4	5
0.7	5
1.1	5
5.6	3

Tableau III-2. Epaisseur totale des films de cuivre (PVD et ECD).

Les recuits s'opèrent dans des fours TEL dont le système de chauffe est constitué de lampes. Ces fours peuvent contenir 6*25 plaquettes de silicium 200 mm et sont constamment maintenus à une température de 100 °C sous atmosphère neutre (N_2).

III.3 Evolution microstructurale à température ambiante

Après électrodéposition, les films minces de cuivre ne sont pas stables. Une évolution microstructurale se produit alors à température ambiante. La résistance carré R_s , permet de suivre la cinétique du processus dans son intégralité. La Figure III-3 représente les variations relatives de résistance carré ΔR_s , des films minces de cuivre de différentes épaisseurs en fonction du temps à température ambiante.

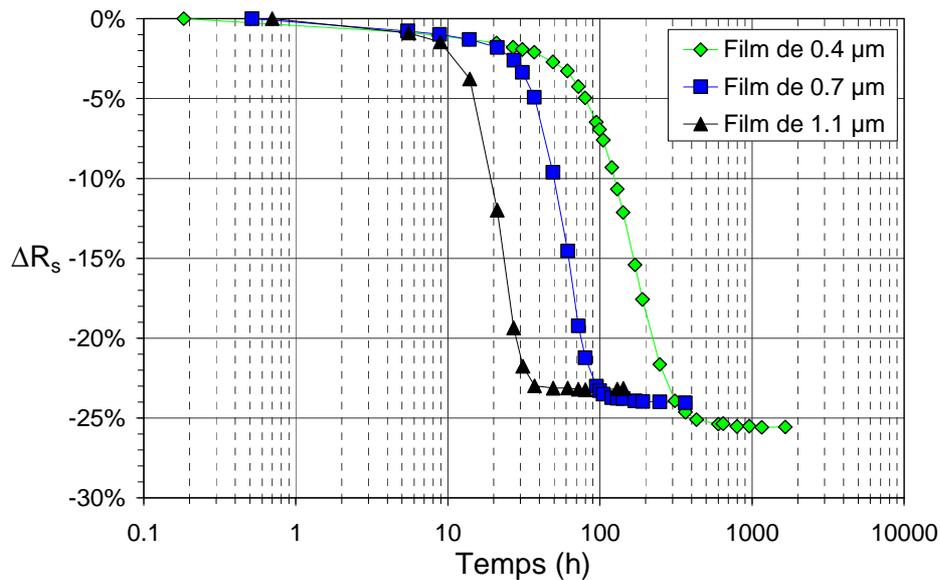


Figure III-3. Suivi de la variation relative de résistance carré au cours de l'évolution microstructurale à température ambiante de films de cuivre de 0.4, 0.7 et 1.1 μm d'épaisseur.

Pour les 3 épaisseurs de film, une diminution de la R_s est observée.

Au cours des premières heures après dépôt, ΔR_s est faible ($< -3\%$). Cette période dite de latence, s'accroît avec la réduction de l'épaisseur du film. Elle est de 9 h pour un film de 1.1 μm et de 60 h pour un film de 0.4 μm. Par la suite, une forte diminution de ΔR_s est observée, supérieure à 20 % par rapport à la résistance carré initiale. L'état d'équilibre est atteint pour un temps d'autant plus long que le film est fin. Il est de 40 h pour un film de 1.1 μm et augmente à 500 h pour un film de 0.4 μm.

Ainsi, bien que ΔR_s soit approximativement identique pour chaque film ($\sim 25\%$), les périodes de latence et de transition augmentent avec la réduction de l'épaisseur.

du film a donc un rôle déterminant sur les mécanismes physiques responsables de cette chute de résistance carré.

L'objectif de cette partie est :

- d'identifier les différents processus d'évolution microstructurale à l'origine de la chute de R_s ,
- de comprendre comment l'épaisseur du film influence chacun de ces processus.

Pour ce faire, l'étude se focalise d'abord sur un film de 1.1 μm . Le changement de microstructure est suivi par le biais d'une analyse *in situ* par Diffraction des Rayons X (DRX) en scan symétrique ($\theta - 2\theta$). Les cinétiques d'évolution de caractéristiques associées au profil des pics de diffractions d'orientations cristallographiques spécifiques sont extraites (largeur et intensité). A partir de leur étude, les processus d'évolution microstructurale s'opérant au cours des 20 premières heures sont identifiés. Les analyses par DRX ne témoignant que de l'évolution de quelques orientations cristallographiques, la cinétique observée en DRX est comparée à la cinétique globale du processus retranscrite par la variation de résistivité. La microstructure après stabilisation est également évaluée finement par EBSD. Les textures cristallographiques obtenues par DRX et EBSD sont alors comparées. Sur la base de l'ensemble des comparaisons, un scénario décrivant les processus d'évolution microstructurale sera proposé.

Dans un second temps, l'amplitude de la croissance de grains en fonction de l'épaisseur des films est estimée au moyen d'une modélisation analytique de la résistivité des films intégrant des paramètres microstructuraux et géométriques.

Enfin, l'influence de l'épaisseur sur la cinétique des processus physiques intervenant lors de l'évolution microstructurale à température ambiante est discutée à partir de nos résultats et d'éléments bibliographiques.

III.3.1 Identification des processus d'évolution microstructurale

a) Analyse in-situ

L'évolution microstructurale à température ambiante est d'abord suivie par le biais d'une analyse *in situ* par DRX en scan symétrique ($\theta - 2\theta$). Dans cette configuration d'analyse, la source de RX est monochromatique de longueur d'onde λ_0 . Le faisceau incident \vec{k}_0 , le faisceau diffracté \vec{k} et le vecteur de diffusion $\vec{q} = \vec{k} - \vec{k}_0$ sont dans un plan perpendiculaire à la surface de l'échantillon (Figure III-4).

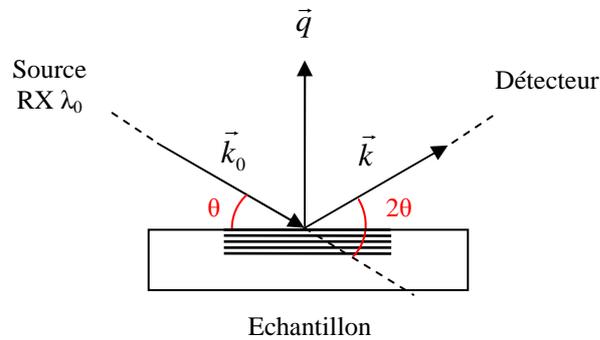


Figure III-4. Schéma représentant la géométrie de l'analyse par DRX en scan symétrique ($\theta - 2\theta$).

D'après la relation de Bragg, chaque famille de plan $\{hkl\}$ diffracte à un angle θ_{hkl} pour une longueur d'onde λ_0 donnée.

$$d_{hkl} = \frac{\lambda_0}{2 \sin \theta_{hkl}} \quad (\text{III-1})$$

La distance inter-réticulaire d_{hkl} , l'angle de Bragg $2\theta_{hkl}$ et l'intensité relative théorique diffractée I_{th} pour chaque famille de plans diffractants du cuivre sont donnés en Tableau III-3.

h	k	l	d_{hkl} (Å)	$2\theta_{hkl}$ (°)	I_{th} (%)
1	1	1	2.088	43.297	100
2	0	0	1.808	50.434	46
2	2	0	1.278	74.132	20
3	1	1	1.09	89.933	17
2	2	2	1.0436	95.142	5
4	0	0	0.9038	116.922	3
3	3	1	0.8293	136.512	9
4	2	0	0.8083	144.721	8

Tableau III-3. Liste des pics de diffraction du cuivre ($\lambda_{Cu} = 1.540598$ Å).

Par conséquent, dans ce type d'analyse, seuls les plans parallèles à la surface de l'échantillon diffractent.

Les mesures ont été réalisées au laboratoire IM2NP de Marseille par Olivier Perroud au cours d'un post doctorat dans l'équipe du Professeur Olivier Thomas.

Les pics de diffraction relevés au cours de l'évolution à température ambiante sont : {111}, {200}, {311} et {331}. La Figure III-5 représente ces pics après dépôt et après la stabilisation à température ambiante.

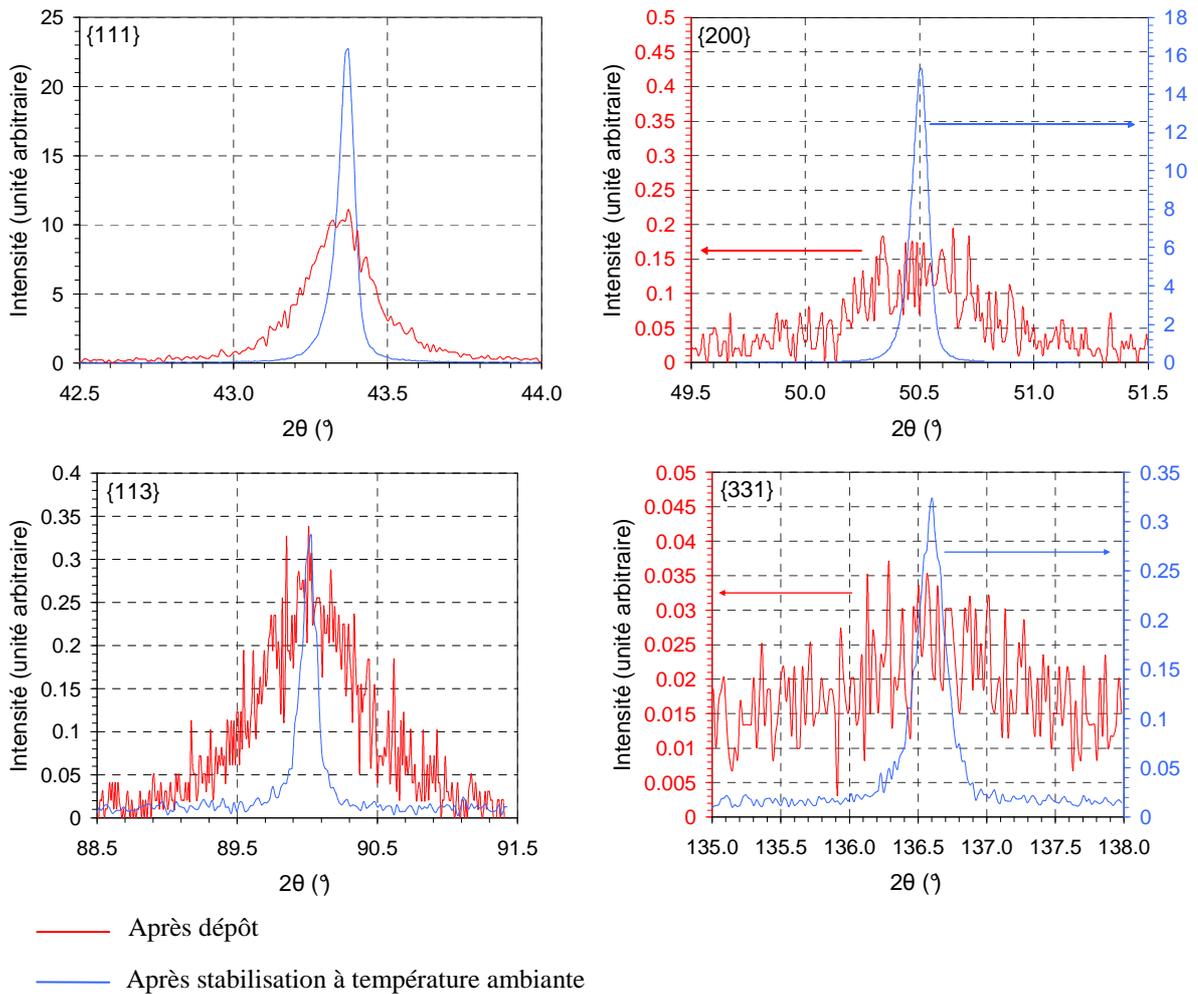


Figure III-5. Pics de diffraction des plans {111}, {200}, {113}, {331} après dépôt et après stabilisation à 21 °C pour un film de 1.1 μm .

Après dépôt, le film de cuivre présente une texture cristallographique fortement orientée {111} et {113}. Bien que l'intensité maximale des raies associées aux plans {200} et {331} soit faible, un pic se distingue. Après stabilisation, l'ensemble des pics ont changé de profil. Leur largeur à mi-hauteur (FWHM) s'est réduite et leur intensité maximale s'est accentuée, excepté pour le pic {113}. L'augmentation d'intensité maximale est beaucoup plus forte pour les plans {200} et {331} que pour les plans {111}. En effet, le rapport d'intensité maximale entre l'état stabilisé et l'état après dépôt est environ de 100 pour les plans {200}, de 10 pour les plans {331} et de 2 pour les plans {111}.

D'après ces observations, l'évolution microstructurale à température ambiante s'accompagne :

- d'un développement important des cristallites {100} et {331},
- d'une élimination des cristallites {113}.

En ce qui concerne les cristallites {111}, la seule observation des pics de diffraction ne permet pas de conclure sur l'évolution de leur proportion.

Afin d'approfondir l'exploitation des données de diffraction, la proportion relative de chaque famille de plans diffractants est évaluée au cours du processus. Pour ce faire, l'aire des pics, qui est directement liée au volume diffractant, est extraite à partir d'un traitement mathématique avec une fonction de type pseudo-Voigt. En faisant l'hypothèse que les familles de plans mesurées représentent 100 % de la texture cristallographique et en utilisant les intensités théoriques diffractées (Tableau III-3), les évolutions des proportions de chaque orientation en fonction du temps sont calculées et représentées Figure III-6.

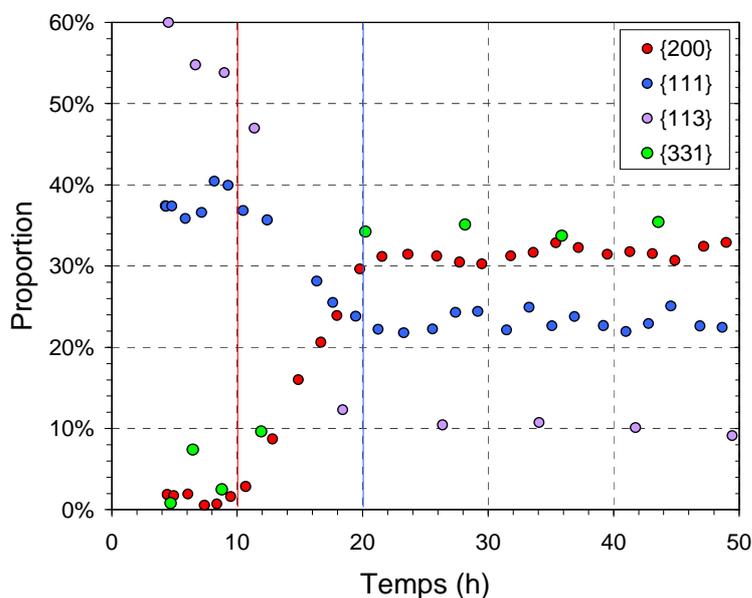


Figure III-6. Proportions relatives de texture cristallographique extraites de l'aire des pics de diffraction des raies des plans {200}, {111}, {133}, {113} d'un film de cuivre de 1.1 µm au cours de l'évolution microstructurale à température ambiante.

Il est à noter que les plans {220}, qui potentiellement peuvent représenter une proportion non négligeable de la texture cristallographique globale [1][2], n'ont pas été mesurés car leur position est proche de celle du pic très intense {004} du silicium provenant du substrat situé à un angle 2θ de 69.16° . Les proportions extraites correspondent donc à des valeurs relatives et ne constituent en aucun cas les valeurs absolues.

- Au cours des dix premières heures après le dépôt, aucun changement de texture cristallographique significatif n'est observé, les plans {113} représentent près de 55 % du volume diffractant analysé et les plans {111} environ 40 %.

- A partir de 10 h, la proportion relative des plans {111} et {113} décroît alors que celle des {200} et {331} augmente.

- Au-delà de 20 h après dépôt, les proportions des différentes composantes restent constantes. Les cristallites {113}, qui étaient initialement les plus présents, ne représentent plus que 10 % du volume diffractant analysé. Il en est de même pour les cristallites {111} dont la proportion relative a chuté presque de moitié pour atteindre 23 %. Par contre, la proportion des plans {100} et {331} s'est fortement accrue, elle se situe entre 30 et 35 % pour chacune d'entre elles.

Le développement d'orientations cristallographiques spécifiques au dépend d'autres orientations s'effectue entre 10 et 20 h après le dépôt. Les cristallites {100} et {331} croissent au dépend des cristallites {111} et {113}. La croissance privilégiée des cristallites {100} est associée à la minimisation de l'énergie de déformation d'après C. V. Thompson *et al.* [3]. En outre, la forte proportion initiale de cristallites {113} témoigne de l'intervention d'un sur-potentiel au cours de l'électrodéposition et indique la probable présence de cristallites {110} juste après dépôt [1][2]. Par conséquent, les plans analysés ne retranscrivent pas la globalité de la texture cristallographique et ne renseignent que partiellement sur l'évolution microstructurale qui s'opère à température ambiante.

A partir du traitement des pics de diffraction, la largeur de pic à mi-hauteur (FWHM) des raies des plans {111} et {200} est également extraite. Sa variation au cours de l'évolution à température ambiante est reportée Figure III-7.

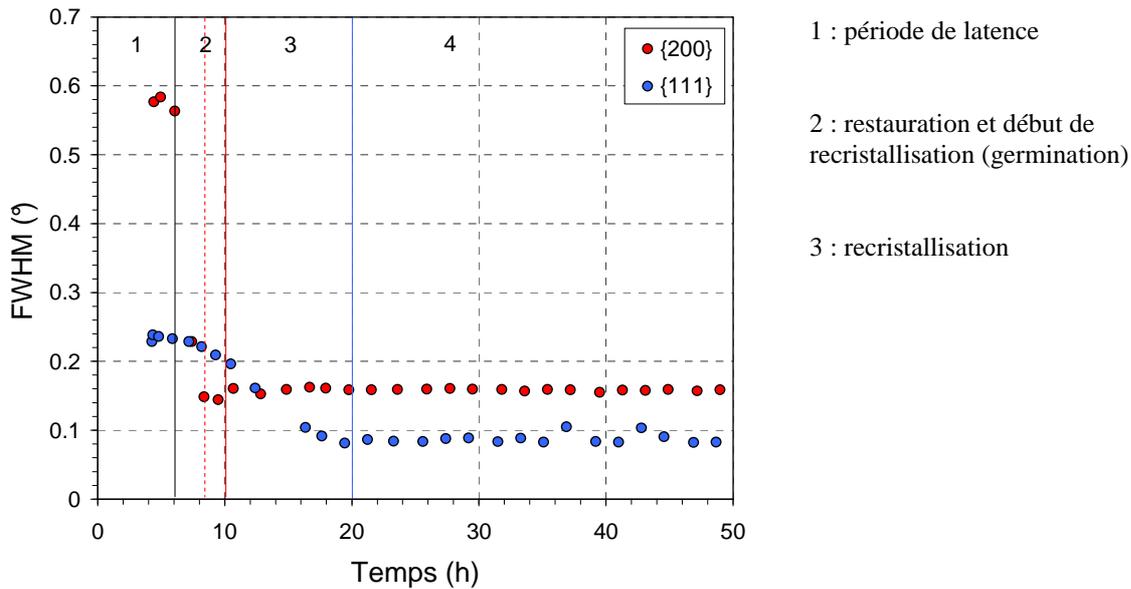


Figure III-7. Suivi de la variation de largeur de pic à mi-hauteur des raies des plans {111} et {200} d'un film de cuivre de 1.1 μm au cours de l'évolution microstructurale à température ambiante.

Pendant les six premières heures après le dépôt, la largeur à mi-hauteur des pics de diffractions {111} et {200} est constante. Après ce délai, leur variation diffère grandement.

Pour les plans {200}, la largeur à mi-hauteur chute brutalement puis se stabilise à partir de 8 h. En ce qui concerne les plans {111}, elle décroît faiblement jusqu'à environ 8 h puis chute à son tour fortement et se stabilise à partir de 20 h.

La largeur à mi-hauteur des pics de diffraction est sensible à la déformation élastique du réseau cristallin liée à la présence de défauts cristallins de type lacunes, dislocations et joints de grains ainsi qu'à l'environnement proche des cristallites. Elle diminue lors de la restauration, de la recristallisation, de la croissance de grains et de la diminution de non uniformité de la répartition spatiale de la contrainte. Bien qu'il soit difficile de déconvoluer les effets de tailles et de distorsion du réseau cristallin à partir de l'évolution de la largeur à mi-hauteur d'un pic de diffraction, sa comparaison à la variation du volume diffractant associée offre des éléments pour expliquer les changements de profils observés.

De 0 à 6 h, la période de latence indique une inhibition du mouvement des défauts cristallins, aucun changement de microstructure ne se produit.

De 6 à 10 h, les proportions relatives des différents plans cristallographiques ne varient pas, aucune orientation cristallographique se développe au dépend d'une autre. La diminution de la largeur de pics de diffractions $\{111\}$ et $\{200\}$ est alors attribuée principalement à de la restauration. Le décalage de 2 h observé entre la stagnation de la largeur à mi-hauteur (à partir 8 h) et le début de l'augmentation du pic $\{200\}$ (à partir de 10 h) témoigne d'un début de recristallisation dans laquelle des cristallites $\{200\}$ germent et croissent mais ne sont pas encore assez grosses et/ou nombreuses pour modifier significativement la texture cristallographique.

Après 10 h, la stagnation de la largeur à mi-hauteur et l'augmentation de la proportion de la composante $\{200\}$ confirment la croissance de cristallites $\{200\}$ lors de la recristallisation. 20 h après le dépôt, les pics de diffraction se stabilisent et n'évoluent plus.

La chute de la largeur à mi-hauteur et de l'aire du pic $\{111\}$ s'opérant entre 10 et 20 h après le dépôt est alors essentiellement attribuée au développement (germination et croissance) des cristallites $\{200\}$ au dépend des cristallites $\{111\}$ à travers un processus de recristallisation.

D'après les mesures par DRX, l'évolution microstructurale qui s'opère à température ambiante durant les 20 premières heures après dépôt fait intervenir majoritairement des processus de restauration et de recristallisation. Elle minimise l'énergie de déformation à travers la germination et la croissance des cristallites $\{100\}$ et $\{331\}$ au dépend des $\{111\}$ et $\{113\}$.

L'évolution de la résistivité en fonction du temps concorde avec les conclusions issues de l'analyse de DRX (Figure III-8).

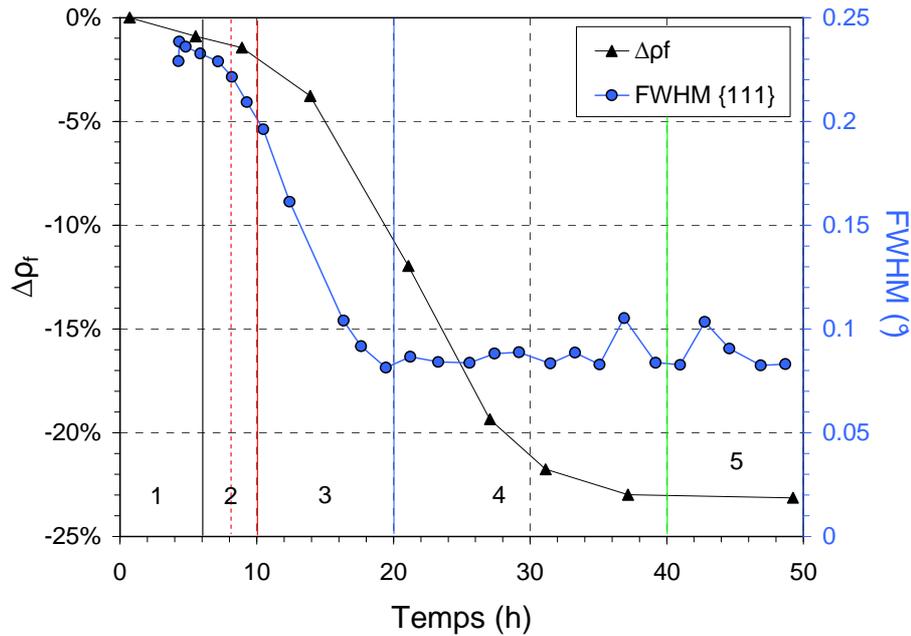


Figure III-8. Evolution de la résistivité et de la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction {111} d'un film de cuivre électrodéposé de 1.1 µm après dépôt.

Durant les 10 premières heures après le dépôt, la résistivité diminue peu (< 3 %) car les processus qui interviennent, la restauration et la germination, diminuent la densité de défauts cristallins de type lacunes et dislocations sans changer de manière significative la taille moyenne de cristallites. Au-delà de ce délai, la recristallisation se poursuit et la taille moyenne de cristallites augmente. Il en résulte une forte chute de résistivité.

Néanmoins, les cinétiques des changements microstructuraux retranscrits par les deux analyses diffèrent. Alors que l'analyse par DRX témoigne d'une évolution de la texture cristallographique s'opérant jusqu'à 20 h après le dépôt, la résistivité indique une stabilisation de la taille moyenne de cristallites au bout de 40 h après le dépôt.

Plusieurs explications sont alors possibles pour rendre compte des cinétiques différentes relevées avec ces deux méthodes d'analyses entre 20 et 40 h après le dépôt. La première est une évolution microstructurale ne mettant en jeu majoritairement des orientations qui n'ont pas été suivies par DRX tels que les plans {110}. Une autre explication est l'intervention d'un processus de croissance de grains normale ne favorisant pas le développement d'une texture cristallographique au dépend des autres (croissance homogène).

Pour préciser les processus d'évolution microstructurale et vérifier la présence d'une proportion non négligeable de cristallites {110}, la microstructure après stabilisation est analysée par EBSD.

b) Analyse fine de la microstructure stabilisée par EBSD

La surface analysée est de $70 \times 70 \mu\text{m}^2$ avec un pas de $0.1 \mu\text{m}$. Sur la Figure III-9 sont regroupées des cartographies de la zone d'analyse après divers traitements numériques.

La Figure III-9 (a) représente la cartographie d'orientations en angles d'Euler où chaque couleur correspond à une orientation (hkl)[uvw] différente. La Figure III-9 (b) représente la cartographie d'orientations suivant la normale au plan du film en code couleur IPF z (Inverse Pole Figure). La Figure III-9 (c) reproduit la microstructure locale du film par le tracé des différents types de joints de grains (HAGB et CSLB).

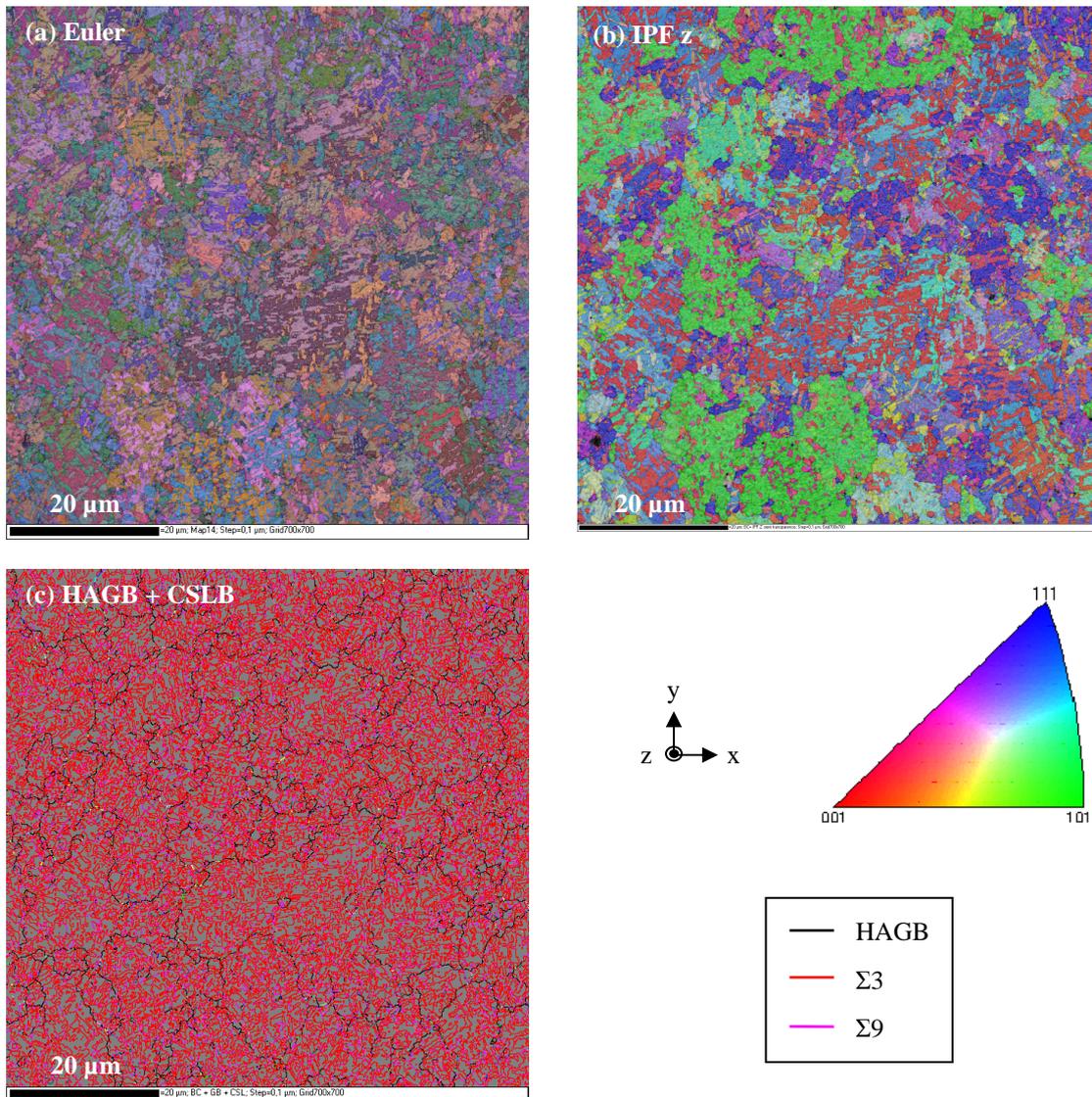


Figure III-9. Résultats d'analyse EBSD d'un film de cuivre électrodéposé de 1.1 μm après stabilisation à 21 $^{\circ}\text{C}$. (a) Cartographie d'orientations en angles d'Euler. (b) Cartographie d'orientations suivant la normale au plan du film. (c) Cartographie avec repérage des différents types de joints de grains.

La microstructure est composée de grains fortement maclés aux formes hétérogènes et aux tailles pour la plupart largement supérieures à celles des macles. Les macles ont des bords rectilignes ce qui témoigne de leur formation au cours d'un processus de recristallisation [4]. Leur formation est fréquente dans le cuivre du fait de la faible énergie de fautes d'empilement. L'évolution microstructurale à température ambiante met donc en jeu un processus de recristallisation qui s'accompagne d'un fort processus de maclage rendant la microstructure très complexe par la génération de joints de grains de différentes natures, de

crystallites aux tailles et aux formes hétérogènes ainsi que par la dégradation de la texture cristallographique avec l'introduction de nouvelles orientations. Par exemple, les macles des cristallites {100} et {111} sont respectivement les cristallites {221} et {511}.

Analyse de la distribution des tailles de cristallites

Les cristallites d'aire inférieure à 3 pixels, dans ce cas $0.03 \mu\text{m}^2$, ne sont pas comptabilisés. L'aire extraite est ramenée au diamètre du cercle équivalent. Dans l'hypothèse d'une morphologie colonnaire, ce paramètre est pris comme représentatif de la taille de l'objet considéré. La distribution cumulée des tailles de cristallites est tracée sur la Figure III-10.

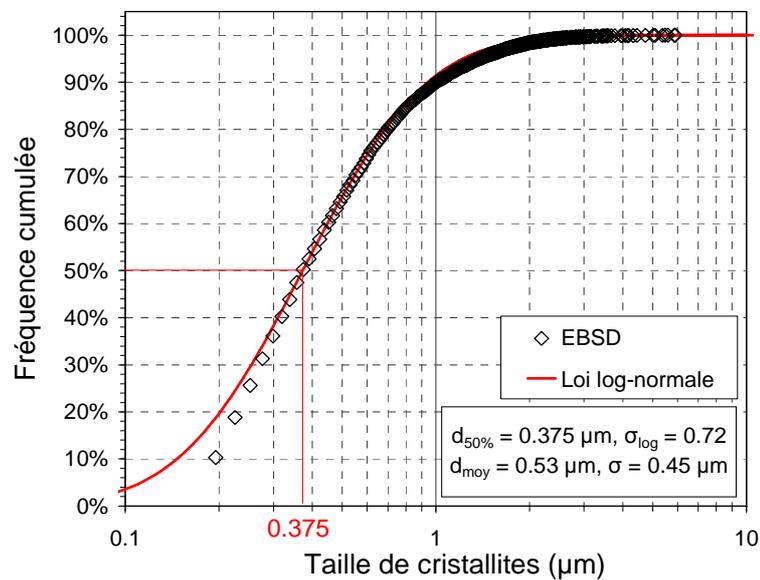


Figure III-10. Distribution cumulée des tailles de cristallites extraites à partir de l'analyse EBSD d'un film de cuivre de $1.1 \mu\text{m}$ après stabilisation à $21 \text{ }^\circ\text{C}$.

La statistique comptabilise 12476 cristallites. Elle suit une loi log-normale de taille médiane $0.375 \mu\text{m}$ ($d_{50\%}$) et d'écart type 0.72 (σ_{log}).

Ce type de distribution est caractéristique d'une croissance de grains normale où la mobilité des joints de grains est limitée par les « sillons » formés à la surface supérieure libre des joints de grains et à l'interaction des joints de grains avec l'interface inférieure (barrière Ta) [3].

De plus, 8 domaines ont une taille de plus de 5 fois l'épaisseur, la taille maximale étant de $10.7 \mu\text{m}$. Tableau III-4 sont listés la taille, les angles d'Euler (Φ, φ_2) et les indices de Miller

de ces cristallites déterminés pour une tolérance angulaire de 10° par rapport à l'orientation idéale. Seuls les angles d'Euler (Φ, φ_2) sont donnés car ils suffisent au calcul de l'orientation normale au plan du film d'un cristallite.

d (μm)	Φ ($^\circ$)	φ_2 ($^\circ$)	{hkl}
5.01	9.08	29.9	{100}
5.087	44.2	79.5	{221}
5.361	42.5	61.7	{221}
5.472	45.3	19.5	{221}
5.59	52.5	45.1	{111}
5.86	3.91	23	{100}
5.899	9.3	3.46	{100}
10.73	3.87	12.4	{100}

Tableau III-4. Angles d'Euler (Φ, φ_2) et tailles des cristallites de plus de 5 μm .

Quatre de ces cristallites, dont le plus gros, correspondent à une orientation {100} et trois à une orientation {221}. Ces domaines cristallins de grandes tailles sont une preuve de l'intervention d'une croissance anormale guidée par la minimisation de l'énergie de déformation [3], s'accompagnant d'un processus de maclage. La présence d'un cristallite {111} d'une taille supérieure à 5 μm indique qu'une croissance anormale minimisant l'énergie de surface se produit également mais avec une occurrence beaucoup plus faible.

Par conséquent, l'analyse EBSD vient compléter les résultats obtenus en DRX. Elle montre que les processus de croissance s'opérant au cours de l'évolution microstructurale à température ambiante sont : une recristallisation, une croissance de grains normale, une croissance de grains anormale (minimisant majoritairement l'énergie de déformation), ces trois mécanismes s'accompagnant d'un fort maclage.

Evaluation de la texture cristallographique : comparaison EBSD et DRX

La Figure de Pole Inverse (IPF) suivant la normale au plan du film est représentée Figure III-11. Cette figure indique les zones de fortes densités de points indexés possédant les mêmes angles d'Euler (Φ, φ_2) par analyse de corrélation et leur position relative par rapport aux 3 orientations principales {001}, {011} et {111}. Pour aider à la visualisation des

différentes orientations constituant la texture cristallographique, une IPF repérant la position de plusieurs orientations cristallographiques y est associée.

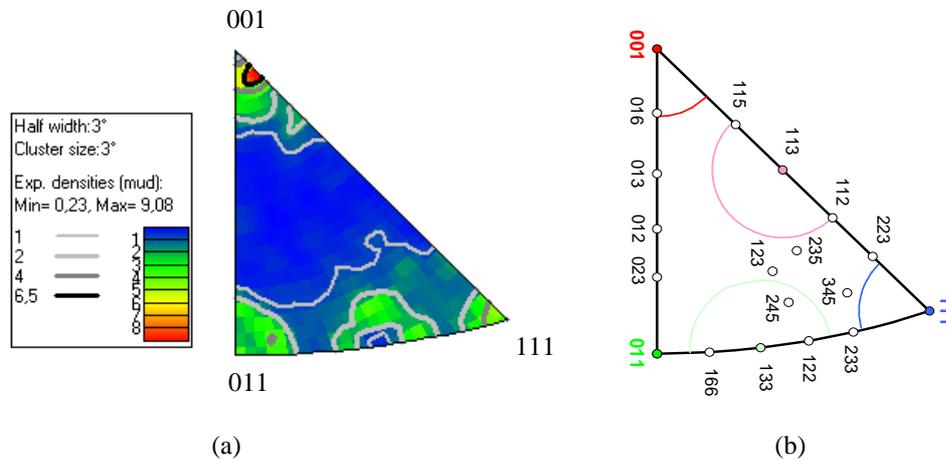


Figure III-11. (a) Figure de pôle inverse issue de l'analyse EBSD d'un film mince de cuivre de 1.1 µm après stabilisation. (b) Repérage des domaines angulaires correspondant à une déviation de 10° par rapport à l'orientation idéale .

La texture cristallographique suivant la normale au plan du film est composée de nombreuses orientations de par le fort taux de maillage. Les plus fortes densités sont situées au niveau des orientations principales mais également au niveau de leur macle, les orientations {221} et {511}. Comme le laissaient penser les analyses par DRX, le film est composé d'une proportion non négligeable de cristallites {110}.

La comparaison de résultats obtenus par DRX et EBSD sur cet échantillon est intéressante car les deux techniques mettent en jeu des zones d'analyses très différentes au niveau de la profondeur et de l'étendue.

L'analyse par DRX est une analyse moyenne de volume. Elle sonde le matériau dans toute son épaisseur car la poire de diffraction des RX s'étend sur plusieurs microns. De plus, le rayonnement diffracté résulte de l'interaction du faisceau de RX avec les cristallites contenus dans une zone de l'ordre du millimètre carré (la taille du faisceau de RX).

En ce qui concerne de l'EBS, la poire de diffraction des électrons rétrodiffusés dans le cuivre s'étend sur une surface de quelques dizaines de nanomètres carrés et une profondeur

d'environ 20 nanomètres. Elle constitue donc une analyse locale de surface. L'étendue de la zone analysée est fixée par l'utilisateur, elle peut être localisée à l'échelle de quelques cristallites ou s'étendre à plusieurs dizaines de milliers de cristallites pour plus de statistique.

Dans ce cas précis, les zones analysées par EBSD sont grandes. La comparaison entre DRX et EBSD permet de vérifier, d'une part si la surface analysée par EBSD est représentative de la microstructure moyenne, et d'autre part si les cristallites sont colonnaires.

Les textures cristallographiques déduites par EBSD et par DRX sont alors comparées en négligeant les cristallites {110}. Pour ce faire, il est nécessaire de définir un critère sur la déviation angulaire permise par rapport à la texture de fibre parfaite pour chaque orientation reproduisant au mieux celui induit par la source et l'optique utilisée lors de l'analyse par DRX. Il a été choisi de fixer cette déviation angulaire à 10°. Les domaines angulaires correspondant à ce critère pour les orientations {100}, {111}, {113} et {331} sont représentés sur la Figure de Pôle Inverse de droite Figure III-11. Les proportions relatives des composantes cristallographiques sont alors calculées à partir du rapport de la surface des points indexés pour chaque orientation avec la surface totale de points indexés. La comparaison des résultats obtenus par DRX et par EBSD est donnée en Figure III-12.

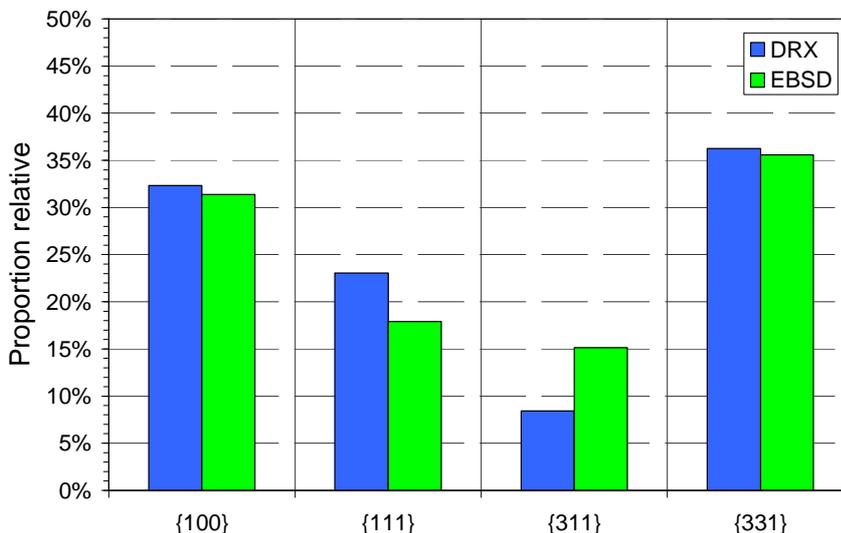


Figure III-12. Comparaison des proportions relatives des composantes {100}, {111}, {311}, {331} extraites après stabilisation à partir des analyses par DRX et par EBSD avec une tolérance angulaire de 10° par rapport à l'orientat ion idéale.

Les proportions relatives des composantes {100}, {111}, {311}, {331} extraites par DRX et par EBSD concordent. Il peut donc être conclu que l'aire analysée par EBSD est suffisamment étendue pour être représentative de la microstructure moyenne et que les cristallites sont colonnaires après stabilisation.

D'après les analyses EBSD, les composantes {100}, {111}, {311}, {331} constituent environ 50 % de la totalité de la texture cristallographique. La prise en compte des cristallites {110} fait s'élever cette valeur à 65 %, soit 2/3 de la texture cristallographique globale. Pour une représentation plus complète de celle-ci, 6 composantes doivent être considérées : {100}, {110}, {111}, {221}, {511} et {112}. Ces composantes retranscrivent 90 % de la texture cristallographique pour une tolérance angulaire de 10° (Figure III-13).

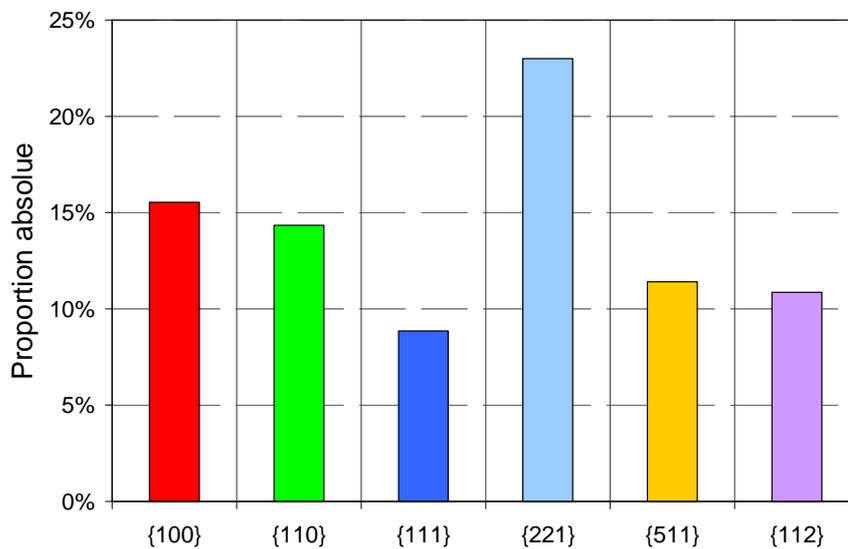


Figure III-13. Proportion absolue des composantes {100}, {110}, {111}, {221}, {511} et {112} déterminée par EBSD pour une tolérance angulaire de 10° par rapport à l'orientation idéale.

Les composantes {221} et {511} associées au maillage sont en proportion plus importante que leur phase mère {100} et {111} ce qui témoigne de l'amplitude du maillage. La composante {221} est la plus présente, elle représente environ 25 % de la texture cristallographique globale.

La proportion de {110} s'élève à environ 15 %. A partir de ce résultat et de la proportion relative de {113} initiale de 55 % obtenue par DRX en scan symétrique ($\theta - 2\theta$) et de [1][2], il est conclu que juste après dépôt, la composante {110} était présente en plus grande proportion puis a diminué au cours de l'évolution microstructurale jusqu'à atteindre 15 %.

Dans le cas où celle-ci était en très forte proportion juste après dépôt, il est possible que son évolution participe à la chute de résistivité observée entre 20 et 40 h.

c) Conclusions

L'évolution microstructurale à température ambiante est un processus complexe.

Elle débute par une période de latence au cours de laquelle le mouvement des défauts cristallins est inhibé. Elle se poursuit par une courte phase où la restauration domine et la recristallisation débute. Des cristallites libres de tous défauts germent alors dans la matrice cristalline initiale formée quasi exclusivement de cristallites {111}, {113} et {110}. Ces germes sont majoritairement orientés {100}. Des cristallites {221} se développent alors par maclage (désorientation de 6° par rapport à {331}). A ce stade, la texture cristallographique et la résistivité ont peu changé.

Ensuite, la recristallisation se poursuit et les cristallites {100} et {221} croissent majoritairement au dépend des cristallites d'orientations {111}, {113} et éventuellement {110}. Cette croissance s'accompagne d'un fort processus de maclage. La résistivité chute et la texture cristallographique change. Les cristallites {111}, {113} et {110} constituant initialement l'essentiel de la texture cristallographique, celles-ci restent en forte proportion après la recristallisation.

Une fois le film recristallisé, la croissance est normale (homogène à toutes les orientations cristallographiques). La résistivité continue de chuter alors que la texture cristallographique ne change plus. Certains cristallites subissent une croissance anormale et atteignent des tailles supérieures à $5 \mu\text{m}$. La combinaison de tous ces processus aboutit à une microstructure finale très hétérogène tant au niveau morphologique que cristallographique.

Le décalage de cinétique observé entre les résultats obtenus par DRX et par mesure de la résistance carré s'explique principalement par le processus de croissance de grains normale qui s'applique à l'ensemble des cristallites mais également par la croissance éventuelle des cristallites {110}.

III.3.2 Etude de l'influence de l'épaisseur

Après avoir identifié les principaux processus intervenant au cours de l'évolution microstructurale pour un film de 1.1 μm , l'influence de l'épaisseur sur ceux-ci est maintenant étudiée.

Dans un premier temps, les tailles moyennes de cristallites après dépôt et après stabilisation sont extraites à partir de l'analyse des résistivités par le biais d'une modélisation analytique.

Une fois l'amplitude de la variation de taille en fonction de l'épaisseur connue, l'influence de l'épaisseur sur la cinétique des processus mis en jeu est discutée.

a) Estimation de l'amplitude de la croissance de grains en fonction de l'épaisseur à partir de la résistivité

Sur la Figure III-3, il a été mis en évidence que l'évolution microstructurale s'accompagne d'une chute relative de résistance carrée d'environ 25 % quelque soit l'épaisseur des films. Cependant, ces variations relatives ne renseignent pas sur la variation de taille moyenne des cristallites. Pour obtenir cette information, il est nécessaire de s'intéresser aux valeurs absolues de résistivité avant et après dépôt. Celles-ci sont représentées Figure III-14.

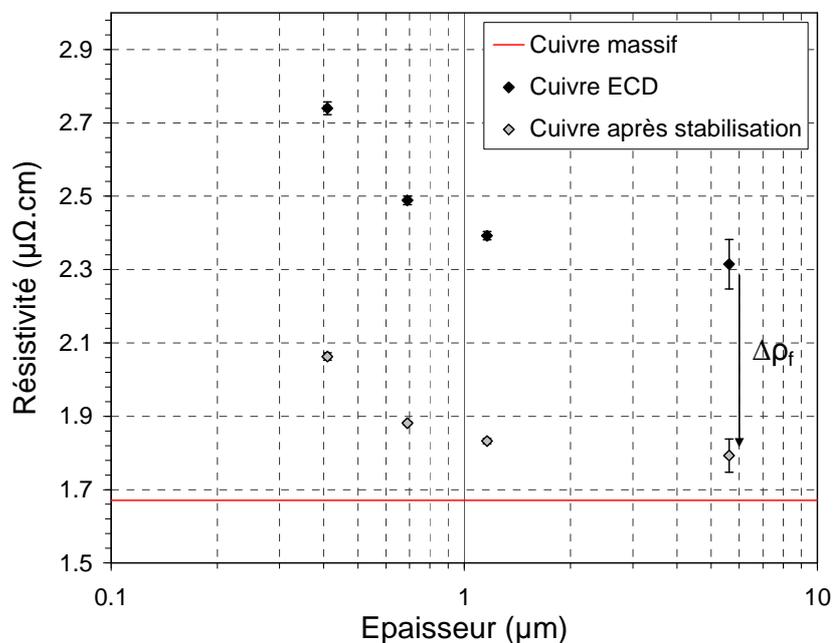


Figure III-14. Résistivités de films de cuivre de 0.4, 0.7, 1.1 et 5.6 μm après dépôt et après stabilisation à 21 $^{\circ}\text{C}$.

Après dépôt, la résistivité est très largement supérieure à celle du cuivre massif (1.67 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$). Elle est de 2.31 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ pour le film de 5.6 μm et atteint 2.74 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ pour le film de 0.4 μm ce qui constitue un excès de résistivité par rapport au massif respectivement de 35 % et de 62 %. Après stabilisation, la résistivité se rapproche de celle du cuivre massif. Elle est de 1.793 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ pour le film de 5.6 μm et de 2.063 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ pour le film de 0.4 μm . Ainsi, que ce soit après dépôt ou après stabilisation, la résistivité augmente avec la diminution de l'épaisseur.

Deux sources de diffusion des électrons participent majoritairement à cette tendance, il s'agit des événements de diffusion des électrons sur les surfaces extérieures et les joints de grains. Différents modèles physiques existent pour prendre en compte et dissocier ces deux contributions. Ceux-ci ont été détaillés au Chapitre I. Ici, il a été choisi d'utiliser un modèle combinant l'approche de C. R. Pichard (I-17) et de C. R. Tellier [5] (I-21 et I-22) pour estimer la taille moyenne de cristallites avant et après dépôt car il présente l'avantage de pouvoir s'appliquer à des films à cristallites non colonnaires et colonnaires.

$$\frac{\rho_f}{\rho_0} = 1 + \frac{c^2 + c_1 c_2}{v} + 0.75 \frac{1-p}{1+p} \frac{\lambda_0}{t_f} \quad (\text{III-2})$$

$$\text{avec } v = \frac{d}{\lambda_0} \left[\frac{1+T}{2(1-T)} \right] \quad (\text{III-3})$$

Le coefficient de transmission des joints de grains T et le coefficient de réflexion des surfaces extérieures p doivent également être connus. Il est alors fait l'hypothèse que p et T sont constants pour l'ensemble des films. Dans ces conditions, les variations de résistivité avant et après dépôt ne sont le résultat que d'une variation de taille moyenne de cristallites.

Les paramètres T et p sont alors extraits pour un film de 1.1 μm après stabilisation dont la taille moyenne de cristallites a été évaluée précisément par EBSD et estimée à 0.53 μm (Figure III-10). De plus, pour ce film, la comparaison des textures cristallographiques obtenues par DRX et EBSD a indiqué des cristallites colonnaires.

Une infinité de couples de valeurs $\{T, p\}$ sont solutions du système (Figure III-15).

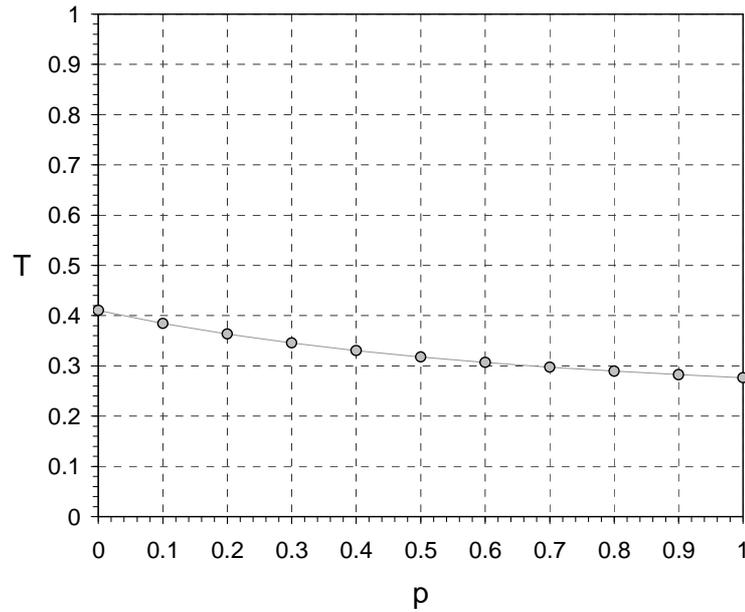


Figure III-15. Ensemble de couples de valeurs $\{T, p\}$ pour un film de $1.1 \mu\text{m}$ extraits à partir de la taille moyenne de cristallites estimée par EBSD ($0.53 \mu\text{m}$) dans le cas de cristallites colonnaires.

T varie entre 0.41 et 0.28 alors que p peut prendre toutes les valeurs de 0 à 1. Ce résultat démontre que l'effet de surfaces extérieures est largement supplanté par celui des joints de grains. La contribution des surfaces extérieures peut alors être négligée vis-à-vis de celle des joints de grains, c'est-à-dire $p = 1$. Dans ces conditions, $T = 0.28$ et le modèle se simplifie à l'expression suivante (modèle de Tellier, I-21 et I-22) :

$$\rho_f = \rho_0 \left(1 + \frac{c^2 + c_1 c_2}{v} \right) \quad (\text{III-4})$$

Les tailles moyennes de cristallites juste après dépôt sont alors extraites à partir du modèle de Tellier dans le cas de cristallites non colonnaires et pour $T = 0.28$ (Figure III-16).

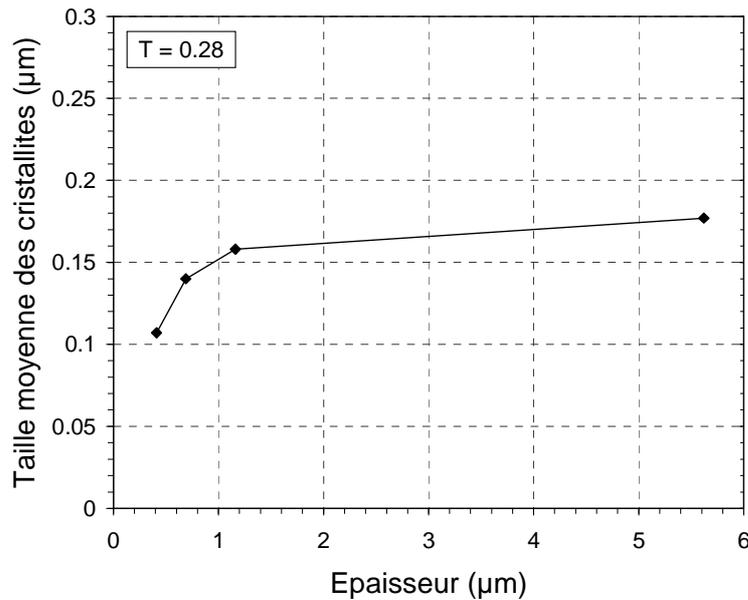


Figure III-16. Tailles moyennes des cristallites après électrodéposition des films de 0.4, 0.7, 1.1 et 5.6 µm estimées à partir du modèle de Tellier avec $T = 0.28$.

La taille moyenne des cristallites augmente avec l'épaisseur. Elle est 110 nm pour un film de 0.4 µm et de 175 nm pour les films de 5.6 µm. Cette augmentation de la taille moyenne des cristallites est forte pour les films d'épaisseur comprise entre 0.4 et environ 1 µm et tend à se stabiliser pour les épaisseurs plus importantes. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que pour les films de plus de 1 µm, les cristallites déposées ne subissent plus l'influence de la couche de cuivre PVD de sorte que le régime de dépôt s'apparente à celui d'un matériau massif.

Ainsi, en combinant la taille moyenne de cristallites estimées par EBSD et la résistivité dans le modèle de Tellier, un coefficient de transmission des électrons aux joints de grains T de 0.28 a été obtenu pour un film de 1.1 µm stabilisé à température ambiante. La généralisation de ce coefficient aux films de différentes épaisseurs juste après dépôt a alors permis d'estimer les tailles moyennes de cristallites à partir simplement de la résistivité et du modèle de Tellier.

La taille de cristallites de 0.16 µm pour le film de 1.1 µm est en bon accord avec les données de la littérature. H. Lee *et al.* 2001 [12] reportent à partir d'observations MET une taille moyenne d'environ 0.1 µm pour les films de 1 µm indépendamment des conditions d'électrodéposition. M. Stangl *et al.* 2008 [2] observent au MEB des tailles après dépôt de

92 nm pour des films de 1 μm , moyennant une attaque chimique des joints de grains et un traitement d'image, pour des densités de courant supérieures à 10 $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$. Ils observent cependant que pour ces conditions de dépôt, les tailles sont indépendantes de l'épaisseur, ce qui n'est pas en accord avec nos observations. Ce désaccord peut se justifier par les méthodes d'extraction des tailles de cristallites utilisées. M. Stangl *et al.* estiment les tailles à partir d'une analyse MEB qui reste localisée à la surface de l'échantillon alors que les mesures électriques sondent l'ensemble de la microstructure sur une zone beaucoup plus étendue. De plus, les variations de résistivité entre l'état après dépôt et après stabilisation montrent qu'une taille moyenne de cristallites identique après dépôt pour l'ensemble des films est très peu probable (Figure III-17). En effet, si le résultat de M. Stangl *et al.* s'applique à nos films, l'augmentation de la variation de résistivité observée vers les faibles épaisseurs doit indiquer que la taille moyenne de cristallites après stabilisation croît avec la réduction de l'épaisseur.

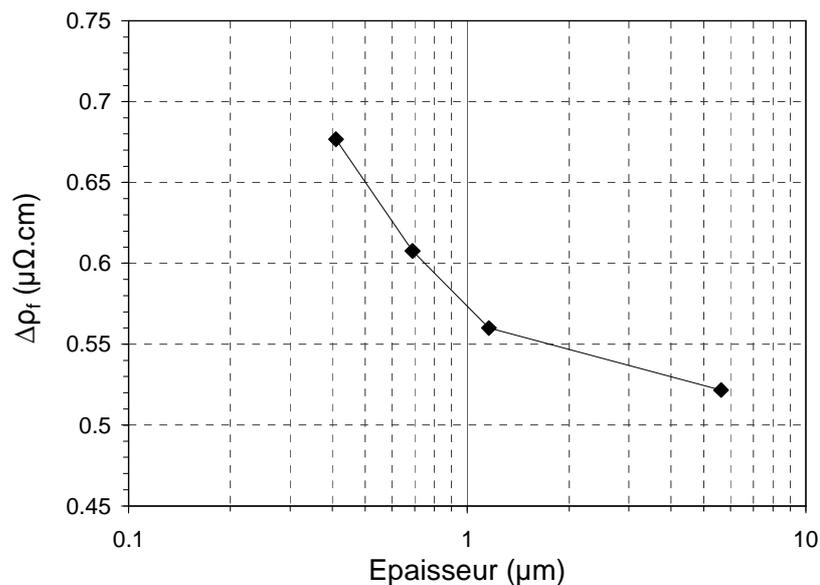


Figure III-17. Différence de résistivité entre l'état après dépôt et après stabilisation en fonction de l'épaisseur.

A partir de la même approche, la taille moyenne des cristallites après stabilisation est estimée. Pour ce faire, il doit être vérifié si les surfaces extérieures contribuent significativement à l'augmentation de résistivité pour chaque épaisseur de film. Figure III-18 sont donnés l'excès de résistivité des films après stabilisation par rapport au cuivre massif

ainsi que la contribution théorique des surfaces extérieures calculée à partir du modèle (III-2) pour différentes valeurs de p et un effet des joints de grains négligé ($T = 1$).

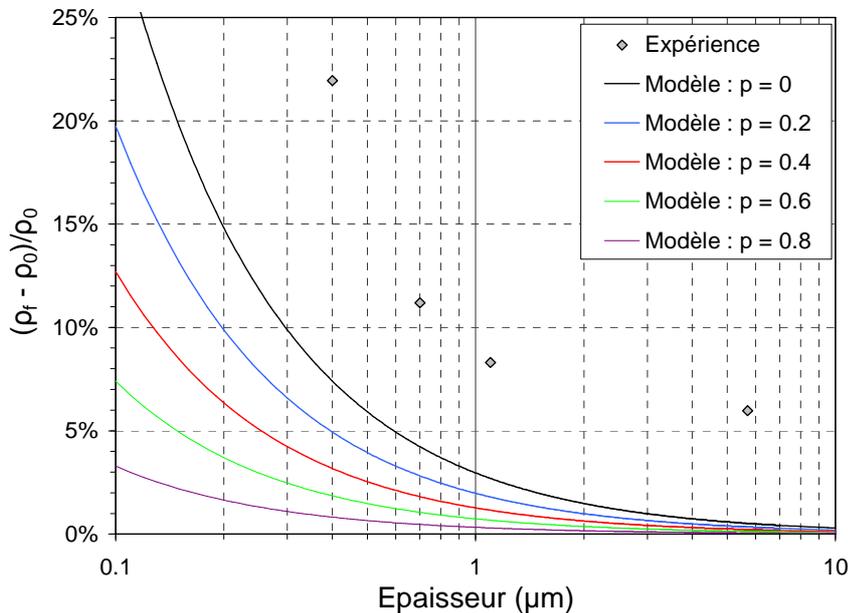


Figure III-18. Ecart relatif entre la résistivité des films de cuivre après stabilisation et la résistivité du cuivre massif ($\rho_0 = 1.67 \mu\Omega.\text{cm}$).

Le surplus de résistivité par rapport au cuivre massif des films de $5.6 \mu\text{m}$ est faible, il est de 5 %. Il augmente avec la réduction de l'épaisseur et devient particulièrement important pour les films de $0.4 \mu\text{m}$ où il atteint près de 22 %.

Pour les films de $5.6 \mu\text{m}$, la contribution des surfaces extérieures est négligeable car $t_f \gg \lambda_0$. Par conséquent, l'excès de résistivité n'est dû qu'à l'effet des joints de grains.

Pour les films plus fins, le rapport t_f/λ_0 est compris entre 10 et 30. Les surplus de résistivité déduits de l'expérience sont 2 à 3 fois supérieurs à ceux donnés par le calcul d'une contribution des surfaces extérieures maximisées ($p = 0$). De plus, cette contribution théorique chute rapidement avec l'augmentation de p . Par conséquent, il est considéré que les résistivités des films de cuivre après stabilisation est essentiellement le fruit de l'interaction des électrons avec les joints de grains. Les tailles de cristallites après stabilisation sont alors estimées en négligeant l'effet des surfaces extérieures ($p = 1$) à partir du modèle de Tellier (III-4) avec $T = 0.28$. En outre, les cristallites sont considérés non colonnaires pour les films de $5.6 \mu\text{m}$ et colonnaires pour les films de $0.4, 0.7$ et $1.1 \mu\text{m}$.

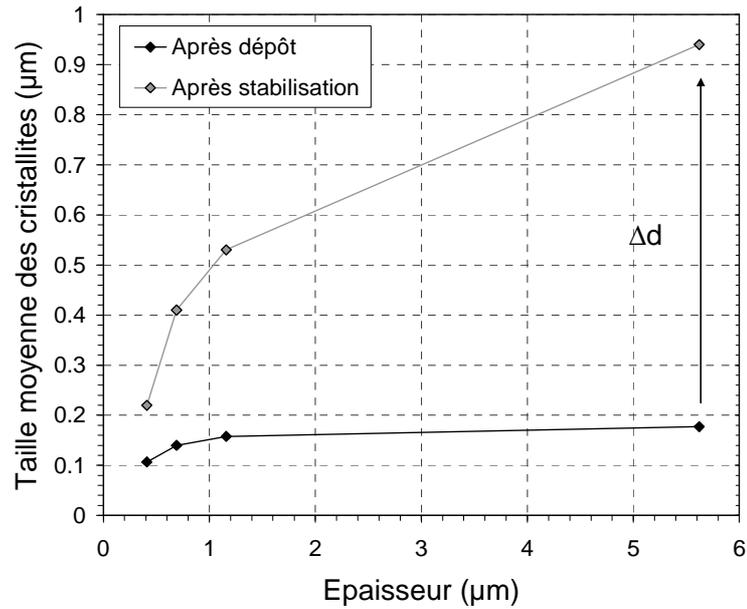


Figure III-19. Tailles moyennes des cristallites des films de cuivre après dépôt et après stabilisation. Estimation des tailles à partir du modèle de Tellier pour $T = 0.28$.

Comme après dépôt, la taille moyenne des cristallites après stabilisation augmente avec l'épaisseur. Elle est de $0.22 \mu\text{m}$ pour le film de $0.4 \mu\text{m}$ et croît à $0.94 \mu\text{m}$ pour le film de $5.6 \mu\text{m}$. Elle est donc largement inférieure à l'épaisseur pour l'ensemble des films.

En ce qui concerne la variation de la taille moyenne des cristallites, elle est d'autant plus importante que l'épaisseur est grande. Cependant, la chute de résistivité suit la tendance opposée (Figure III-20).

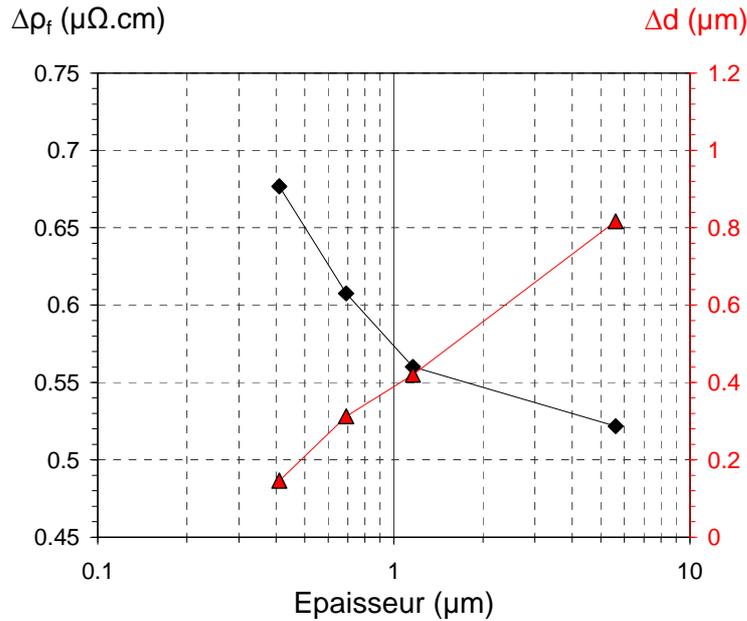


Figure III-20. Variations de la différence de résistivité et de taille moyenne de cristallites induites par l'évolution microstructurale à température ambiante.

La variation de résistivité est de $0.68 \mu\Omega.cm$ pour un film de $0.4 \mu m$ et chute à $0.525 \mu\Omega.cm$ pour un film de $5.6 \mu m$ alors que les variations de taille de cristallites sont respectivement de $145 nm$ et de $810 nm$. Cette tendance traduit simplement le fait qu'après électrodéposition, les cristallites ont une taille très proche du libre parcours moyen de l'électron. Pour les films les plus fins, qui ont la plus petite taille moyenne de cristallites, une faible variation de taille engendre une forte variation de résistivité alors que pour les films plus épais, qui ont une taille moyenne initiale supérieure, une même variation de taille aura un impact beaucoup moins important sur la résistivité.

Cette étude de la résistivité a permis de montrer que :

- la taille moyenne des cristallites après dépôt et après stabilisation augmente avec l'épaisseur,
- l'amplitude de la croissance de grains croît avec l'épaisseur.

Par conséquent, la connaissance des tailles moyennes de cristallites juste après dépôt et après stabilisation peut être utilisée pour comprendre l'origine des différences de cinétique observées en fonction de l'épaisseur.

b) Identification des processus à l'origine de la variation de cinétique d'évolution microstructurale en fonction de l'épaisseur

Au début de cette section, il a été montré à partir du suivi de la résistance carré de films de différentes épaisseurs (Figure III-3) que l'évolution microstructurale à température ambiante se scinde en deux étapes :

- une période de latence durant laquelle la résistivité diminue faiblement ($< 3\%$)
- une période de transition au cours de laquelle la résistivité chute fortement, de l'ordre de 25% .

Ces périodes sont d'autant plus longues que le film est fin.

La période de latence correspond à la succession d'une phase d'inhibition du mouvement des défauts cristallins, d'une restauration et d'une germination de cristallites. La restauration et la germination étant des processus aux cinétiques rapides [4], il semble donc que ce soit la phase associée à l'inhibition du mouvement des défauts cristallins qui soit à l'origine de l'augmentation de la période de latence.

La période de transition, quand à elle, a été associée à une recristallisation, à une croissance de grains normale de l'ensemble des cristallites mais également à une croissance anormale s'appliquant à quelques cristallites dans des configurations particulières. L'état d'équilibre est atteint lorsque la croissance normale, processus le plus lent, est stabilisée.

Dans la littérature, il est mis en évidence qu'après dépôt, les films de cuivre contiennent des impuretés issues du bain d'électrodéposition : Cl, C, S, H [2][7][8]. Pour certains auteurs, ces impuretés sont à l'origine de la période de latence [6][7]. Ils considèrent que les impuretés piègent les joints de grains suivant un mécanisme de Zener. Les joints de grains sont ensuite libérés par la désorption et/ou la coalescence de ces impuretés suite à leur diffusion aux joints de grains. La diminution de la période de latence avec l'augmentation de l'épaisseur est alors attribuée à une libération des joints de grains plus rapide due :

- à un plus grand nombre de chemin de diffusion (configuration 3D des joints de grains dans les films épais),

- à une incorporation d'impuretés plus faible.

A partir de ces données de la littérature, il est déduit que la phase d'inhibition du mouvement des dislocations et des lacunes durant la période de latence est corrélée à la présence d'impuretés piégeant des joints de grains. Dans ces conditions, il est probable que les impuretés soient situées aux joints de grains ainsi qu'à l'intérieur de la matrice cristalline après dépôt. Les impuretés intragranulaires ségrégeraient ensuite aux joints de grains laissant la possibilité à la restauration de s'opérer.

Les impuretés jouent un rôle dans la cinétique d'évolution microstructurale mais ne constituent en aucun cas la principale force motrice.

Ceci est confirmé par les travaux de C. Detavernier *et al.* 2003 [9] qui ont démontré que des films PVD ne sont pas stables lorsque ceux-ci possèdent une microstructure après dépôt située dans la zone T (zone de transition) du diagramme de zone de J. A. Thornton 1975 [10].

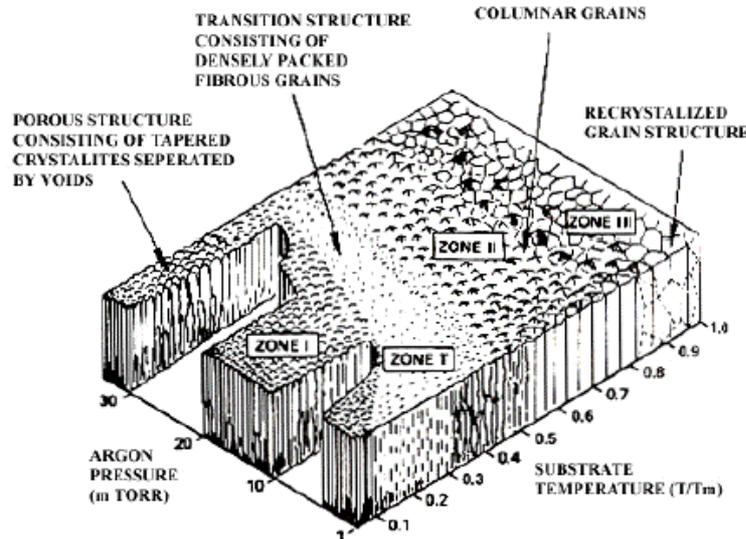


Figure III-21. Diagramme de zone des films déposés par PVD [10].

Les microstructures de la zone T sont constituées de petits cristallites contenant une densité élevée de défauts cristallins. Pour ce dernier, les films électrodéposés à température ambiante ont une microstructure initiale similaire à celle d'une zone T. La principale force motrice de

ces processus de restauration, recristallisation (germination et croissance des germes) et de croissance de grains est alors essentiellement l'énergie contenue dans les défauts cristallins : lacunes, dislocations, fautes d'empilement mais également les joints de grains [11][12][13].

Cette énergie conditionne l'amplitude de la croissance de grains mais également la vitesse de croissance et donc la période de transition.

Il a été vu dans le chapitre I que la vitesse d'un joint de grains s'exprime par le produit d'une mobilité de joints de grains et d'une pression de croissance (I-3). La pression de croissance constitue la force motrice de la croissance de grains. Elle puise son énergie dans les défauts cristallins mais est limitée par des mécanismes d'ancrage des joints de grains, les sillons thermiques aux surfaces libres et l'interception des joints de grains avec la surface inférieure.

Les tailles moyennes déduites de la résistivité des films juste après dépôt sont plus faibles pour les films les plus fins, ce qui leur procure une énergie de joints de grains plus importante. En effet, la densité d'énergie des joints de grains est inversement proportionnelle à la taille moyenne de cristallites :

$$E_{gb} = \frac{3\gamma_{gb}}{d} \quad (\text{III-5})$$

E_{gb} : densité d'énergie volumique contenue dans les joints de grains

γ_{gb} : densité d'énergie surfacique d'un joint de grains

Par conséquent, la seule prise en compte de l'énergie de joints de grains ne peut rendre compte de la diminution de la vitesse de croissance et de l'amplitude de la croissance de grains avec la réduction de l'épaisseur.

Il existe plusieurs contributions pouvant expliquer la tendance observée avec la réduction de l'épaisseur comme par exemple :

- une augmentation des forces d'ancrage,
- une diminution de la quantité de défauts cristallins de type lacunes, dislocations et fautes d'empilement avec la réduction de l'épaisseur car la taille des cristallites est plus petite.

Une autre explication est une réduction de la mobilité de joints de grains vers les faibles épaisseurs [2][11]. La mobilité des joints de grains est directement reliée à leur structure. Par exemple, les HAGB de faible cohérence atomique sont plus mobiles que les LAGB et les CSLB de bonne cohérence atomique.

M. Stangl *et al.* [2] trouvent que la période de transition est d'autant plus rapide que:

- le courant d'électrodéposition I_p augmente,
- la proportion de la composante $\{111\}$ décroît, c'est-à-dire que la texture cristallographique devient hétérogène.

Hors, la proportion de la composante $\{111\}$ décroît avec d'une part avec l'augmentation de I_p et d'autre part avec l'épaississement. En effet, ces deux paramètres favorisent la perte de la relation d'épitaxie induite par la couche de cuivre PVD qui possède une forte texture de fibre $\{111\}$ à travers en outre l'intervention du sur-potentiel d'électrodéposition. Dans ce cas, la période de transition est donc directement reliée à la proportion de la composante $\{111\}$.

Pour une texture de fibre $\{111\}$, les joints de grains sont faiblement désorientés, la mobilité et donc la vitesse de croissance sont faibles. Avec la dégradation de la texture cristallographique, des joints de grains très mobiles sont introduits augmentant la mobilité moyenne. De plus, ils facilitent la désorption d'impuretés. Avec ce changement de texture cristallographique, la contrainte devient également plus hétérogène de par l'anisotropie élastique du cuivre, générant des zones de concentration de contrainte propices à l'émergence des processus de restauration et de recristallisation.

L'augmentation de la durée de l'évolution microstructurale (latence et transition) avec la réduction de l'épaisseur est due :

- à la présence d'impuretés,
- à la réduction du nombre de chemins de diffusion pour les impuretés (effet microstructure) car la taille moyenne de cristallites diminue,
- à une amplification des mécanismes d'ancrage des joints de grains (effet lié au confinement géométrique),

- à une texture cristallographique {111} plus marquée mettant en jeu des joints de grains moins mobiles et une hétérogénéité de contrainte moins importante,
- à une diminution de la taille moyenne de cristallites induisant une densité de défauts cristallins intragranulaires (lacunes, dislocations et fautes d'empilements) moins importante.

III.4 Influence couplée de l'épaisseur et de la température de recuit sur la microstructure de films de cuivre stabilisés à température ambiante

Dans la partie précédente, il a été mis en évidence qu'après électrodéposition les films de cuivre subissent une évolution microstructurale à température ambiante qui engendre une forte chute de résistivité de l'ordre de 25 %. Il est alors intéressant d'étudier si un recuit additionnel peut modifier la microstructure ou si celle-ci reste inchangée. Pour ce faire, deux recuits à 150 et 400 °C d'une durée de 20 min ont donc été appliqués aux films stabilisés à température ambiante.

La Figure III-22 représente l'évolution de la résistivité de films minces de cuivre après dépôt, après stabilisation à température ambiante et après recuit.

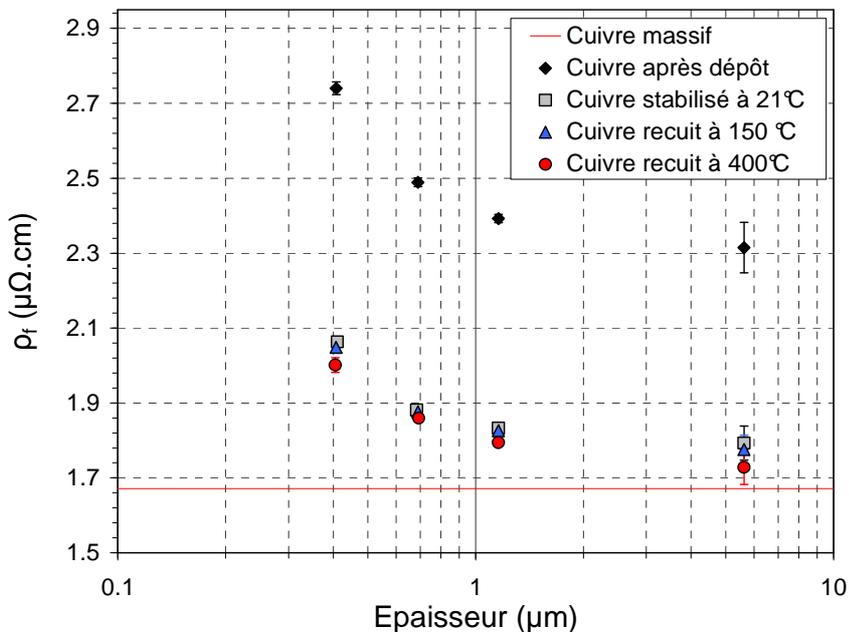


Figure III-22. Résistivités de films de cuivre électrodéposés juste après dépôt, stabilisés à 21 °C, après recuits à 150 et 400 °C.

Le recuit ne réduit que très faiblement la résistivité ce qui semble indiquer que la taille moyenne des cristallites a peu varié. Cependant, les films stabilisés présentent des tailles moyennes de cristallites qui sont plus de 5 fois supérieures au libre parcours moyen de l'électron dans le cuivre massif à température ambiante. Par conséquent, l'augmentation éventuelle de la taille moyenne de cristallite n'aura qu'un faible impact sur la résistivité.

Afin d'étudier les changements de microstructure induits par le recuit, la microstructure des différents films est caractérisée par EBSD.

Dans un premier temps, l'impact de la température de recuit est analysé pour des films de 1.1 μm .

Ensuite, l'évolution microstructurale induite par le recuit à 400 °C est traitée pour des films de différentes épaisseurs.

A partir de ces résultats, l'influence de la température de recuit et de l'épaisseur sur les processus de croissance mis en jeu est discutée.

III.4.1 Effet de la température de recuit sur la microstructure de films de 1.1 μm

a) Analyse de la morphologie des grains et cristallites

Figure III-23 sont illustrées les cartographies issues du traitement numérique de l'analyse EBSD des films de 1.1 μm repérant les différents types de joints de grains.

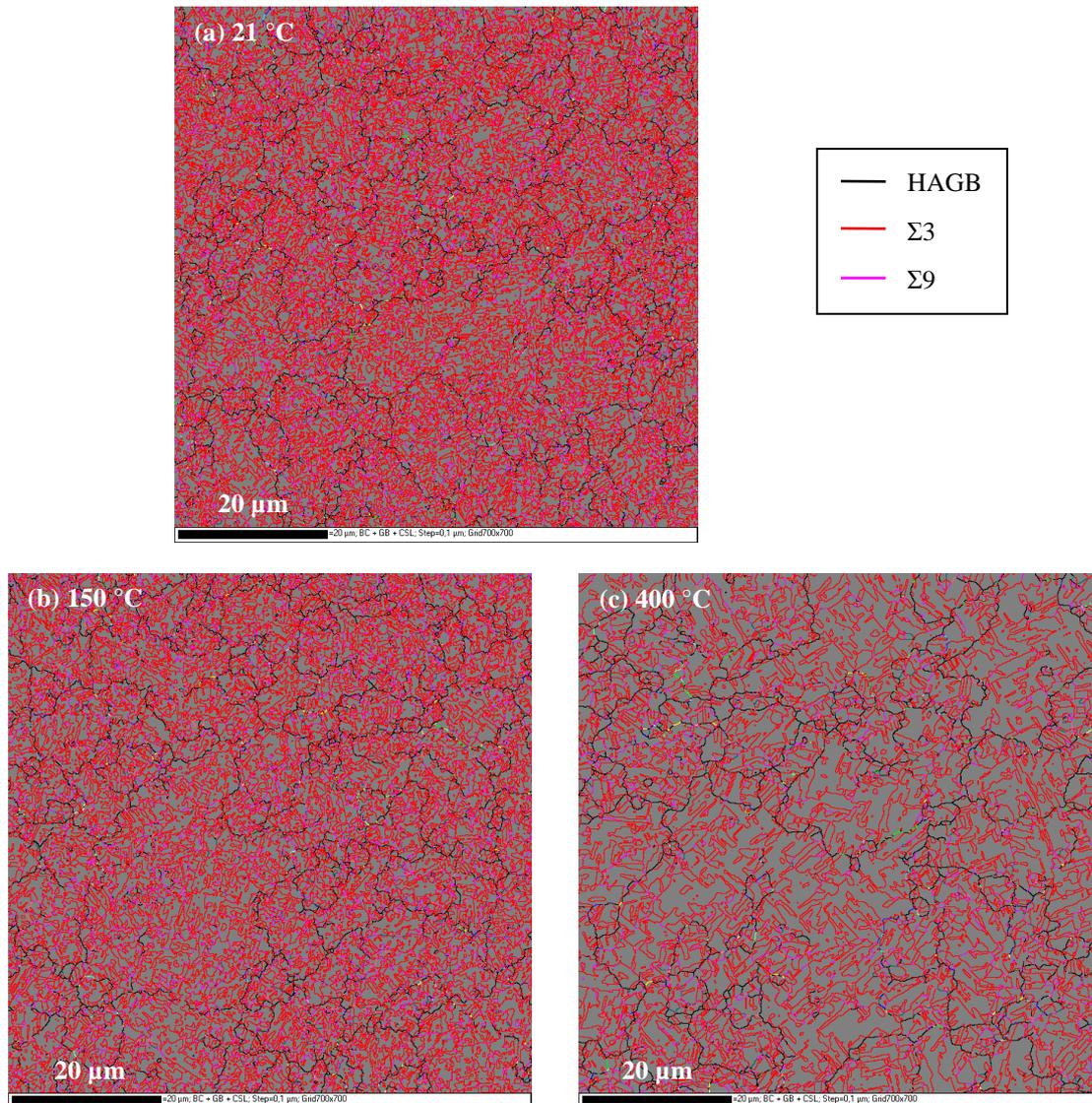


Figure III-23. Cartographies des films de 1.1 μm repérant les différents types de joints de grains.

Comme après stabilisation à température ambiante, les films recuits à 150 et 400 °C possèdent une microstructure complexe présentant des grains fortement maclés. Les grains et

les macles ont gardé des formes et des tailles très hétérogènes. Cependant, alors qu'un recuit à 150 °C ne semble pas modifier radicalement la taille des grains et des macles, celui à 400 °C les fait croître de manière significative. Les distributions cumulées des tailles des cristallites pour les trois températures de recuit sont tracées sur la Figure III-24.

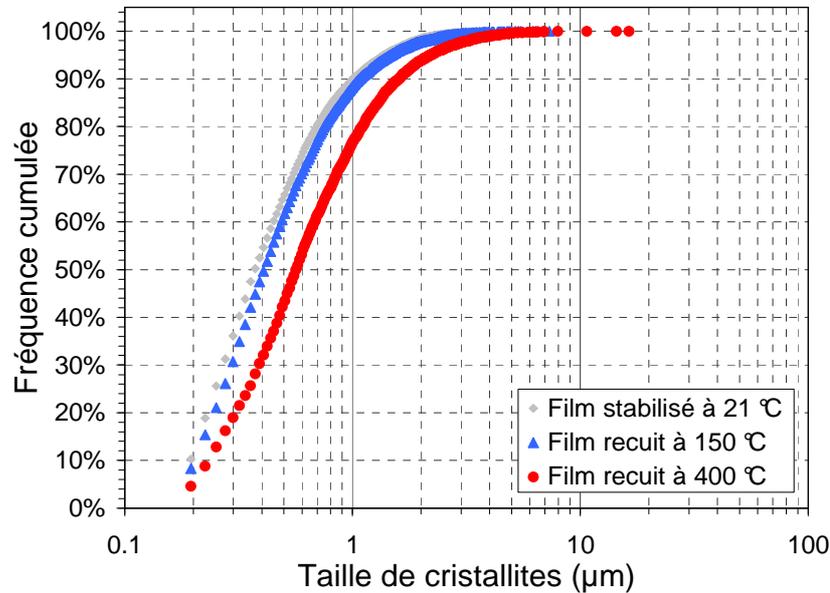


Figure III-24. Distributions cumulées des tailles de cristallites extraites à partir d'analyses EBSD de films de cuivre de 1.1 μm stabilisés à 21 °C, recuit à 150 °C et recuit à 400 °C.

Les distributions des tailles de cristallites des films de cuivre suivent une loi log-normale que ce soit après stabilisation à 21 °C ou après un recuit en température. L'ensemble des paramètres relatifs à ces distributions sont regroupés dans le Tableau III-5.

Recuit	21 °C	150 °C	400 °C
Nombre de cristallites identifiés	12476	10750	4682
$d_{50\%}$ (μm)	0.375	0.41	0.57
σ_{\log}	0.72	0.75	0.8
d_{moy} (μm)	0.53	0.57	0.81
σ (μm)	0.45	0.49	0.81
d_{max} (μm)	10.73	7.3	16.3

Tableau III-5. Paramètres de la loi log-normale extraits à partir des distributions cumulées de tailles de cristallites obtenues par EBSD sur des films de cuivre de 1.1 μm .

Comme constaté sur la Figure III-23, la taille moyenne des cristallites augmente avec la température de recuit. L'amplitude de la croissance de grain générée par un recuit à 400 °C (+ 53 %) est bien plus importante que celle engendrée par un recuit à 150 °C (+ 8 %).

De ce fait, entre 150 et 400 °C, un processus physique s'active permettant aux cristallites de croître significativement.

Par ailleurs, les proportions de différents types de joints de grains ne changent pratiquement pas avec le recuit (Figure III-25).

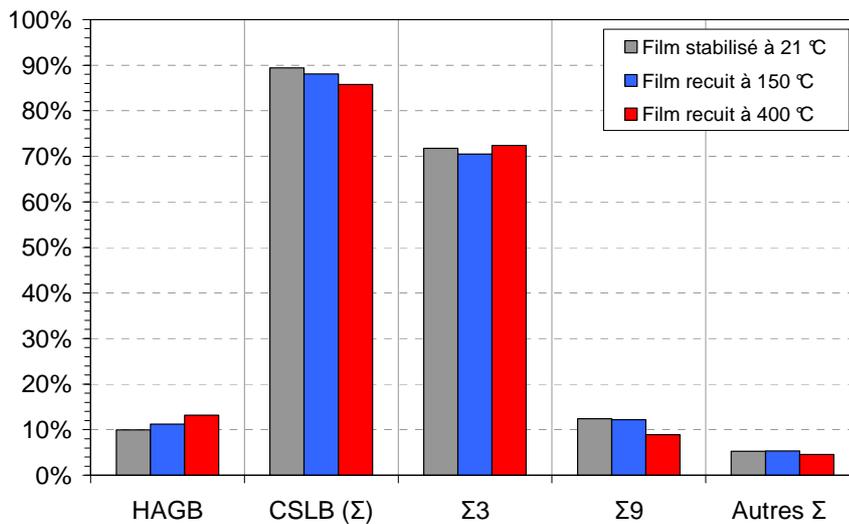


Figure III-25. Proportions des différents types de joints de grains des films de cuivre de 1.1 μm .

La conservation de la statistique log-normale de distribution de tailles de cristallites et des proportions relatives des différents types de joints de grains montrent qu'un recuit jusqu'à 400 °C a pour effet d'augmenter la taille des grains et des cristallites sans modifier radicalement leurs formes et le taux de maillage. L'évolution microstructurale induite par un recuit additionnel est donc une simple croissance de grains.

L'activation thermique d'un processus physique additionnel au-delà de 150 °C peut modifier la nature de l'énergie dominant le processus de croissance de grains. Si tel est le cas, la croissance de grain induite par un recuit à 150 et 400 °C devrait conduire à des évolutions différentes de la texture cristallographique.

b) Analyse de la texture cristallographique

Figure III-26 sont illustrées les cartographies d'orientations suivant la normale au plan des films de 1.1 μm .

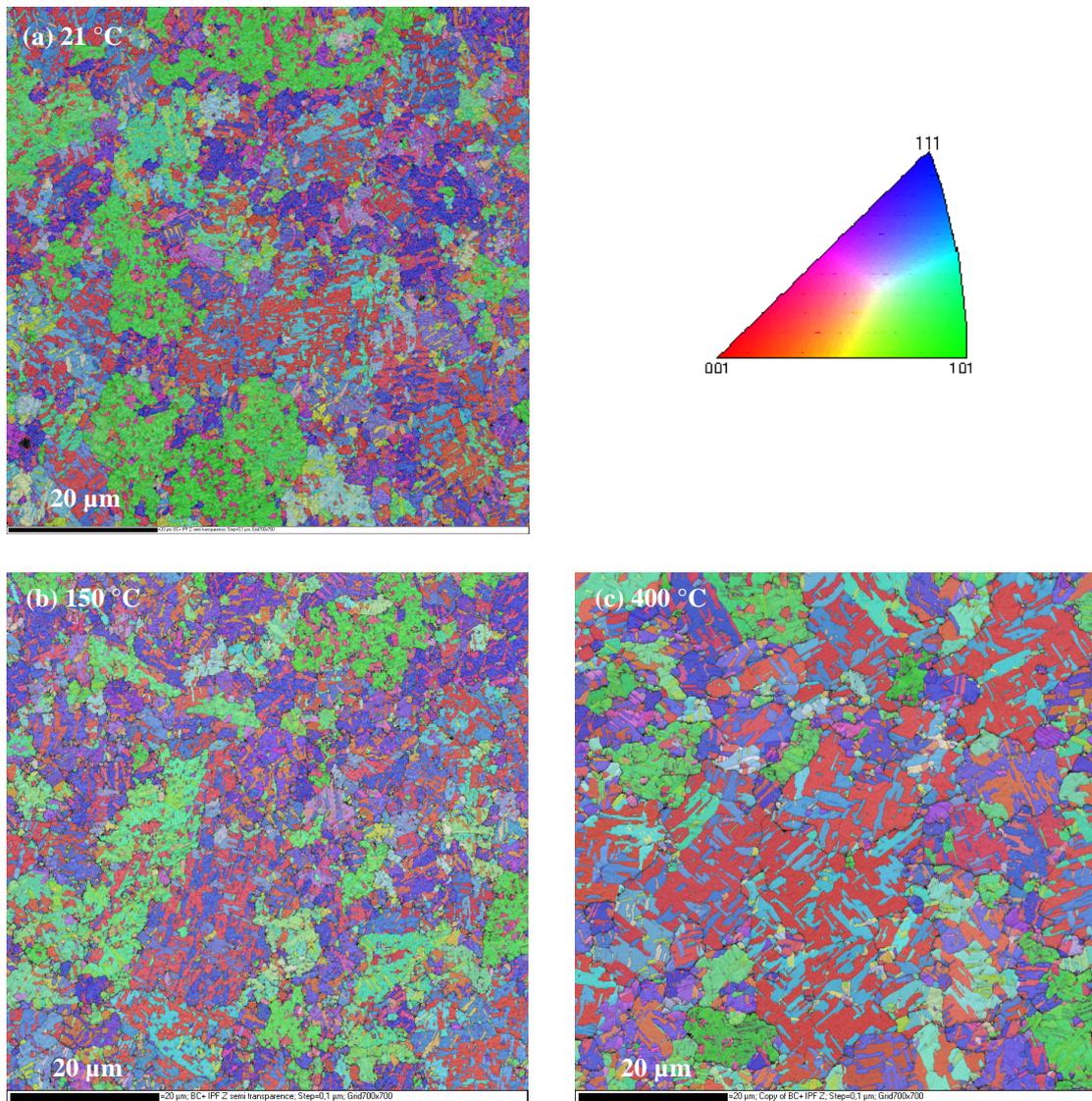


Figure III-26. Cartographies d'orientations suivant la normale au plan des films de 1.1 μm .

Les Figures de Pole Inverse des films suivant la normale au plan sont représentées sur la Figure III-27.

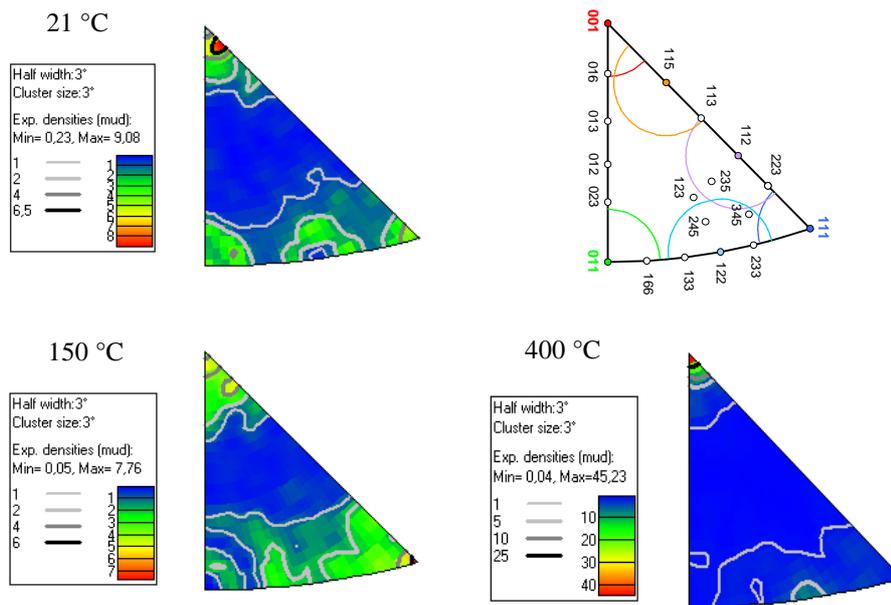


Figure III-27. IPF z des films de cuivre de 1.1 µm.

Les textures cristallographiques des films recuits à 21 et 150 °C sont relativement proches tandis que celle du film recuit à 400 °C se démarque nettement. Pour le film recuit à 150 °C, les composantes {100} et {110} s'affaiblissent au profit des {111} et des orientations intermédiaires situées entre {110} et {111}. D'après le diagramme établi par Sundquist 1964 [14], l'évolution microstructurale qui s'opère tend à minimiser l'énergie de surface (Figure III-28).

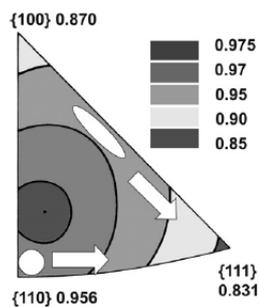


Figure III-28. Energie de surface relative pour les matériaux CFC d'après Sundquist 1964 [14].

Pour un film recuit à 400 °C, l'évolution microstructurale aboutit à une texture cristallographique préférentielle composée de cristallites {100} et des macles

correspondantes $\{221\}$. Par conséquent, la croissance de grains est dominée par la minimisation de l'énergie de déformation [3].

Il est intéressant de quantifier ces évolutions de texture cristallographique et d'examiner dans quelle mesure les tailles moyennes de cristallites par orientation sont modifiées (sélectivité de la croissance). Pour ce faire, ces paramètres microstructuraux sont alors extraits pour les orientations principales $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$, pour les macles $\{221\}$ et $\{511\}$, ainsi que pour les cristallites $\{112\}$ qui sont en quantité significative. La tolérance angulaire employée est de 10° par rapport l'orientation idéale. Certains des domaines angulaires définis par ce critère de désorientation se recouvrent (Figure III-27). Pour éviter que les cristallites situés dans ces zones ne soient attribués à plusieurs orientations, il est choisi de les associer dans l'ordre de priorité suivant : orientations principales, orientations de maillage, $\{112\}$.

Les proportions de ces différentes composantes cristallographiques sont présentées Figure III-29.

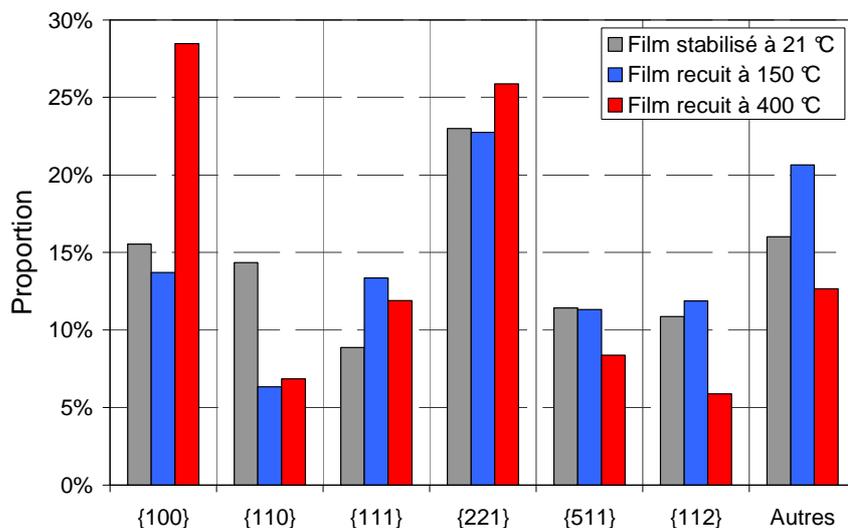


Figure III-29. Proportions des différentes composantes cristallographiques suivant la normale au plan des films de $1.1 \mu\text{m}$ extraites pour une tolérance angulaire de 10° par rapport à l'orientation idéale.

Pour le recuit à 150°C , la texture cristallographique a faiblement évolué. La proportion de $\{110\}$ a diminué de 8 % alors que celle des $\{111\}$ a augmenté de près de 5 %. Les autres composantes ne voient quasiment pas leur proportion changer.

Pour le recuit à 400 °C, la situation est très différente. La composante {100} a pratiquement doublé et représente 28 % de la texture cristallographique globale. La composante {221} augmente légèrement et reste donc en proportion importante, environ 26 %. Les composantes {100} et {221} constituent à elles seules 54 % de la texture cristallographique. La composante {110} est en proportion équivalente à celle du film recuit à 150 °C tandis que les composantes {111}, {511} et {112} décroissent.

Les tailles moyennes des cristallites associées aux différentes orientations cristallographiques sont présentées Figure III-30.

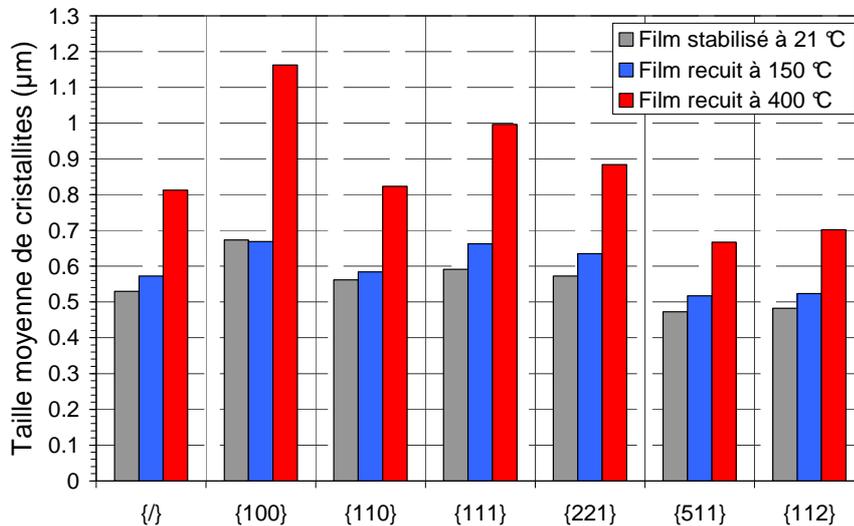


Figure III-30. Tailles moyennes de cristallites des films de 1.1 µm extraites à partir des analyses EBSD pour une tolérance angulaire de 10°p ar rapport à l'orientation idéale. {/} correspond à la globalité des cristallites sans la prise en compte de l'orientation.

Quelque soit l'orientation cristallographique considérée, la taille moyenne des cristallites augmente avec le recuit additionnel.

- Pour un recuit à 150 °C, la taille des cristallites s'accroît faiblement et diverge peu de la taille moyenne de cristallites globale de 0.57 µm ({/}). L'augmentation de taille moyenne par rapport au film stabilisé est d'environ 10 % pour chaque orientation, exceptée pour les composantes {100} et {110} qui ne voient pas leur taille changer.

- Pour un recuit à 400 °C, la taille moyenne de cristallites augmente fortement avec une amplitude variant d'une orientation cristallographique à l'autre. Elles sont donc très dispersées en fonction de l'orientation cristallographique. Les augmentations de taille moyenne les plus importantes par rapport au film stabilisé sont celles des cristallites {100} et {111} qui atteignent environ 70 %. Les cristallites {100} ont une taille moyenne excédant de 40 % la taille moyenne globale. La croissance la moins marquée est celle des cristallites {511} qui est malgré tout de 40 %. La taille moyenne des cristallites {511} est d'environ 20 % inférieure à celle extraite indépendamment de l'orientation.

Au cours d'un recuit, bien que la croissance de grains favorise le développement de certaines orientations cristallographiques à travers la nature de l'énergie dominante à minimiser (sélectivité de croissance), la taille moyenne des cristallites associées à chaque orientation s'accroît suivant un processus de croissance normale.

c) Conclusions

A température ambiante, les films de cuivre évoluent jusqu'à atteindre un état d'équilibre conduisant à une chute de résistivité d'environ 25 % par rapport à la résistivité initiale.

Au cours d'un recuit additionnel, un nouvel état d'équilibre est atteint. La taille de cristallites augmente sans changement radical de l'hétérogénéité morphologique de la microstructure (taille et forme des cristallites). L'accroissement de la taille moyenne de cristallites est faible pour un recuit à 150 °C et fort pour un recuit à 400 °C. La force motrice du processus de croissance change avec la température de recuit impactant la texture cristallographique en privilégiant le développement de certaines orientations cristallographiques. Une croissance normale s'applique néanmoins à l'ensemble des cristallites quelle que soit leur orientation cristallographique.

Pour un recuit à 150 °C, la croissance de grains est dominée par la minimisation de l'énergie de surface. La composante {111} augmente légèrement en proportion. Les proportions des autres orientations cristallographiques se conservent mis à part la composante {110} qui se réduit de moitié. L'impact de la croissance de grains est donc faible et la composante en plus forte proportion reste la {221}.

En ce qui concerne le recuit à 400 °C, l'effet est tout autre. La croissance de grains favorise la minimisation de l'énergie de déformation. La composante {100} augmente fortement en proportion et devient majoritaire. Par rapport à un recuit à 150 °C, la proportion des composantes {111}, {511}, {112} diminue alors que la {110} reste constante. Pour chaque orientation cristallographique, la taille moyenne de cristallites croît fortement mais est la plus marquée pour les cristallites {100} et {111}.

Il est démontré que pour les films minces de cuivre électrodéposés de 1.1 µm stabilisés à température ambiante, la croissance de grains peut aboutir à des microstructures différentes suivant la température de recuit appliquée.

L'influence de l'épaisseur sur l'évolution microstructurale générée par un recuit à 400 °C va maintenant être étudiée.

III.4.2 Influence de l'épaisseur sur la microstructure de films recuits à 400 °C

Figure III-31 sont représentées les cartographies des films recuits à 400 °C de 0.4, 0.7, 1.1 et 5.6 μm repérant les différents types de joints de grains.

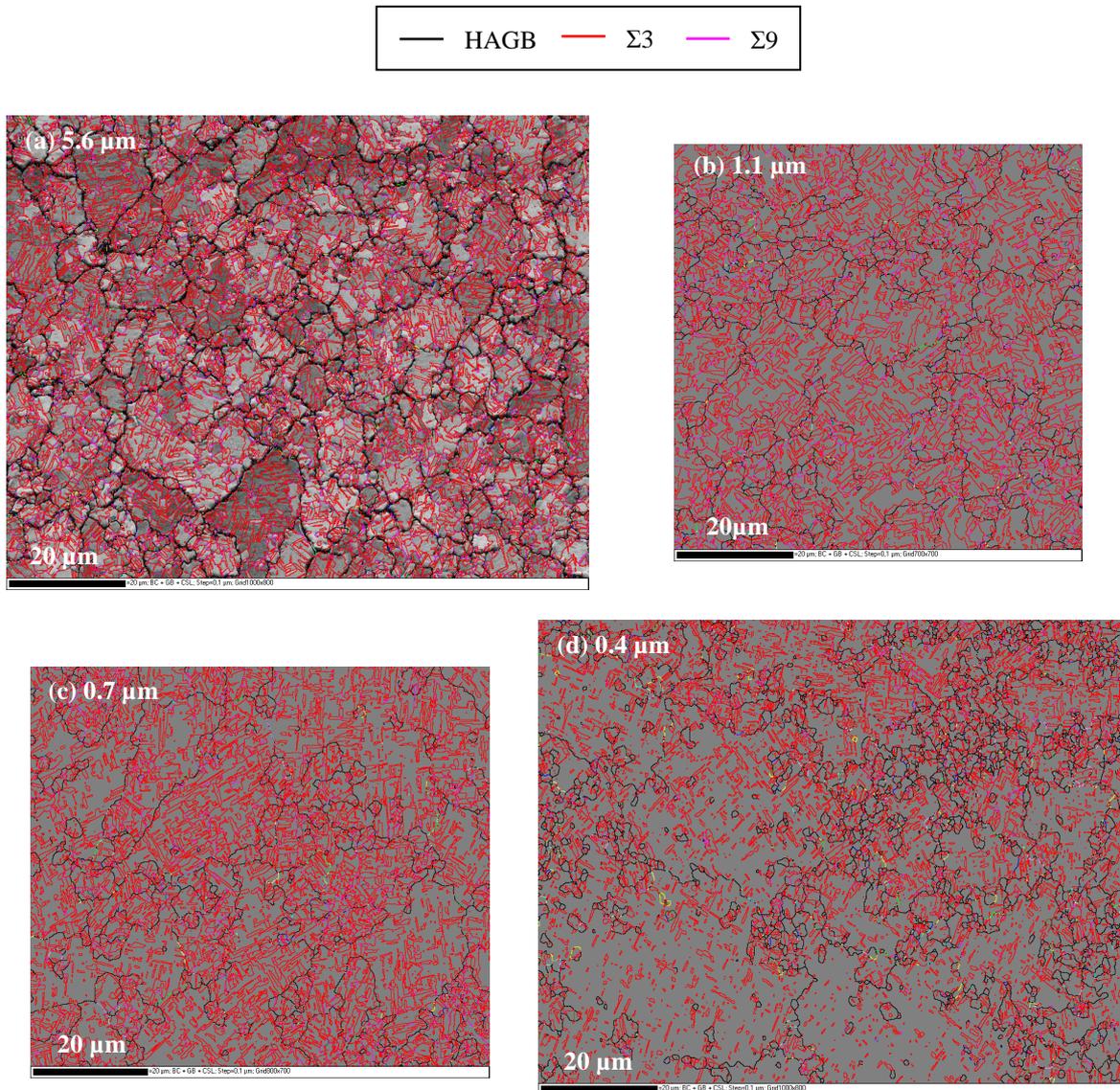


Figure III-31. Cartographies repérant les différents types de joints de grains des films de 5.6, 1.1, 0.7 et 0.4 μm après un recuit à 400 °C.

L'épaisseur a une influence importante sur la morphologie des grains et des cristallites. Avec la diminution de l'épaisseur :

- l'hétérogénéité des tailles de grains augmente,
- la taille des macles ainsi que le taux de maclage diminuent.

Le premier de ces deux aspects apparait clairement par la comparaison Figure III-31 des cartographies des films de 5.6 et de 0.4 μm . En effet, le film de 5.6 μm présente une distribution de tailles des grains uniforme alors que celui de 0.4 μm possède deux populations de grains : des grains « géants » et des agglomérats de petits grains situés en périphérie de ces grains « géants ».

L'augmentation de l'hétérogénéité de la morphologie des grains et de cristallites se confirme également à travers la confrontation de l'évolution de la taille moyenne et de la taille maximale des cristallites en fonction de l'épaisseur (Figure III-32).

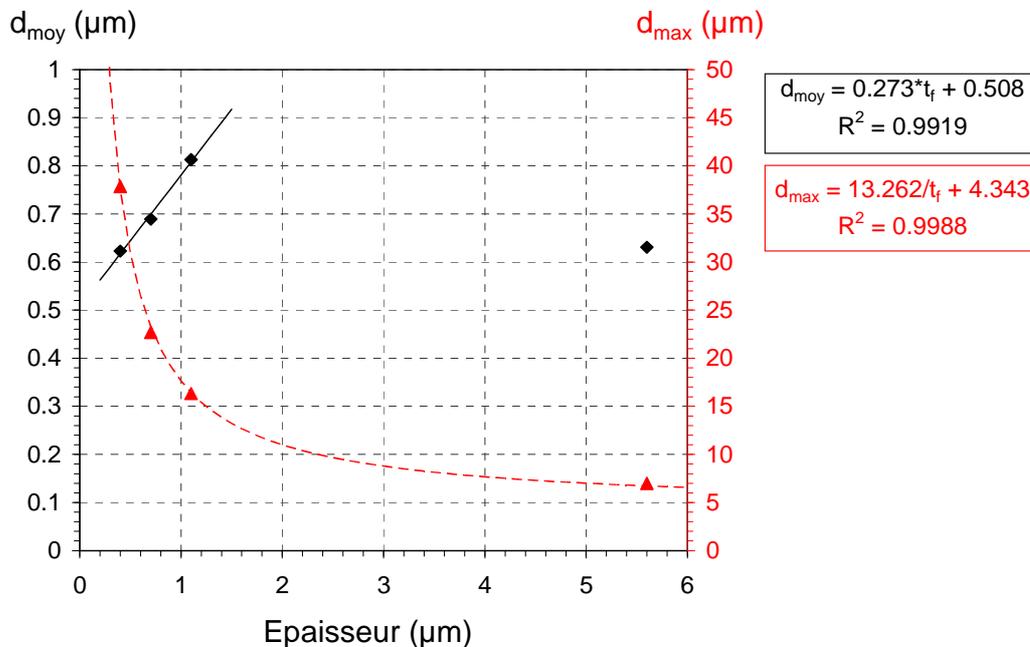


Figure III-32. Tailles moyennes et tailles maximales des cristallites des films de 0.4, 0.7, 1.1 et 5.6 μm recuits à 400 $^{\circ}\text{C}$ déterminées par EBSD.

L'augmentation de l'épaisseur s'accompagne :

- d'une diminution de la taille maximale. On constate de plus que cette diminution est inversement proportionnelle à l'épaisseur.
- d'une croissance quasi linéaire de la taille moyenne de cristallites, excepté pour le film de 5.6 μm .

Pour les films de 0.4 et 0.7 μm , la taille moyenne de cristallites est supérieure à l'épaisseur. Ce n'est plus le cas pour le film de 1.1 μm . En ce qui concerne le film de 5.6 μm , la taille moyenne de 0.63 μm est inférieure à celle d'un film de 1.1 μm de 0.81 μm . Il en est conclu que les cristallites des films de 5.6 μm ne sont pas colonnaires. L'analyse EBSD, qui sonde le matériau sur une profondeur 20 nm, sous estime alors la taille de l'ensemble des cristallites pour ce film.

La taille maximale de cristallites est plus de 10 fois supérieure à l'épaisseur pour les films de 0.4, 0.7, 1.1 μm . Elle atteint même une taille de presque 100 fois l'épaisseur pour le film de 0.4 μm avec une valeur d'environ 38 μm . Ces cristallites « géants » sont la preuve de l'intervention d'une croissance de grains anormale qui s'amplifie vers les faibles épaisseurs.

Bien que les films de différentes épaisseurs présentent de fortes divergences morphologiques, la distribution de tailles de cristallites de type log-normale est conservée. Tableau III-6 sont listés les paramètres relatifs à ces distributions.

t_f (μm)	0.4	0.7	1.1	5.6
Nombre de cristallites identifiées	7463	5952	4682	10945
$d_{50\%}$ (μm)	0.42	0.47	0.57	0.43
σ_{log}	0.75	0.80	0.80	0.85
d_{moy} (μm)	0.62	0.69	0.81	0.63
σ (μm)	0.98	0.84	0.82	0.58
d_{max} (μm)	37.85	22.67	16.33	7.00

Tableau III-6. Paramètres de la loi log-normale extraits à partir des distributions cumulées de tailles de cristallites obtenues par EBSD sur des films de cuivre après un recuit à 400 °C.

La microstructure de l'ensemble des films recuits à 400 °C est donc le résultat d'un processus de croissance normale et d'un processus de croissance anormale qui s'amplifie fortement vers les faibles épaisseurs.

En ce qui concerne la diminution de la taille des macles et du taux de maclage, la variation des proportions relatives des différents types de joints de grains donne un premier élément de confirmation. En effet, la proportion relative de HAGB du film de 0.4 μm est près de deux fois supérieure à celle des autres films (Figure III-33).

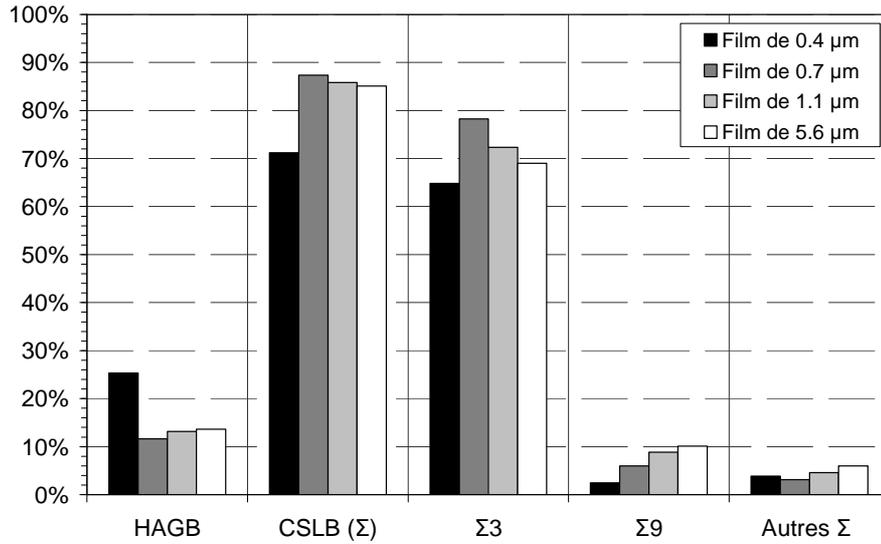


Figure III-33. Proportions des différents types de joints de grains des films recuits à 400 °C.

Pour que ce résultat soit validé, l'évolution de la texture cristallographique avec l'épaisseur doit être étudiée.

Les cartographies d'orientations suivant la normale au plan des films sont représentées Figure III-34.

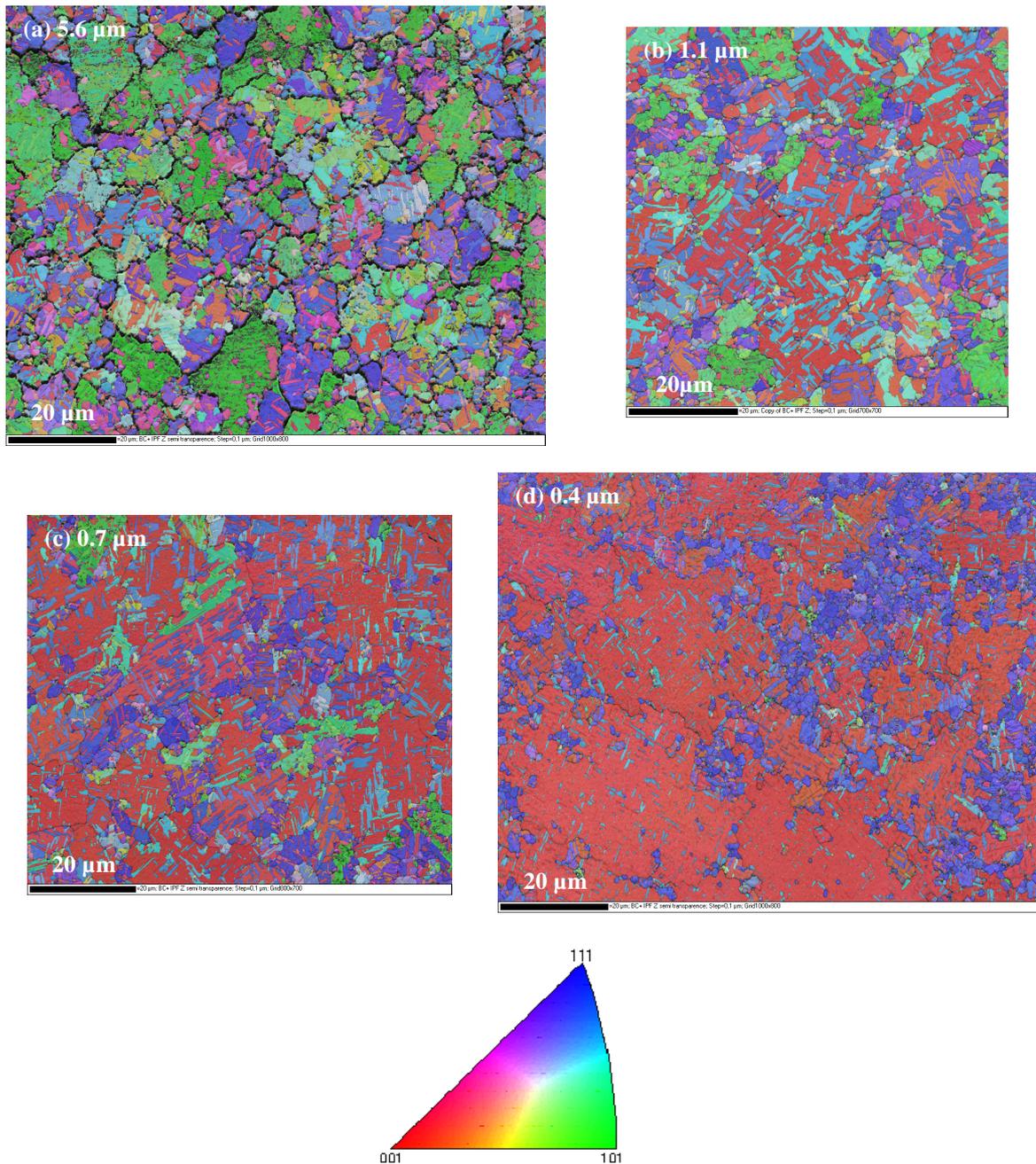


Figure III-34. Cartographies d'orientations suivant la normale au plan de films de cuivre après un recuit à 400 °C.

Ces cartographies mettent en évidence que la texture cristallographique évolue radicalement avec l'épaisseur des films. Afin d'approfondir la comparaison, la représentation en IPF z sont données sur la Figure III-35.

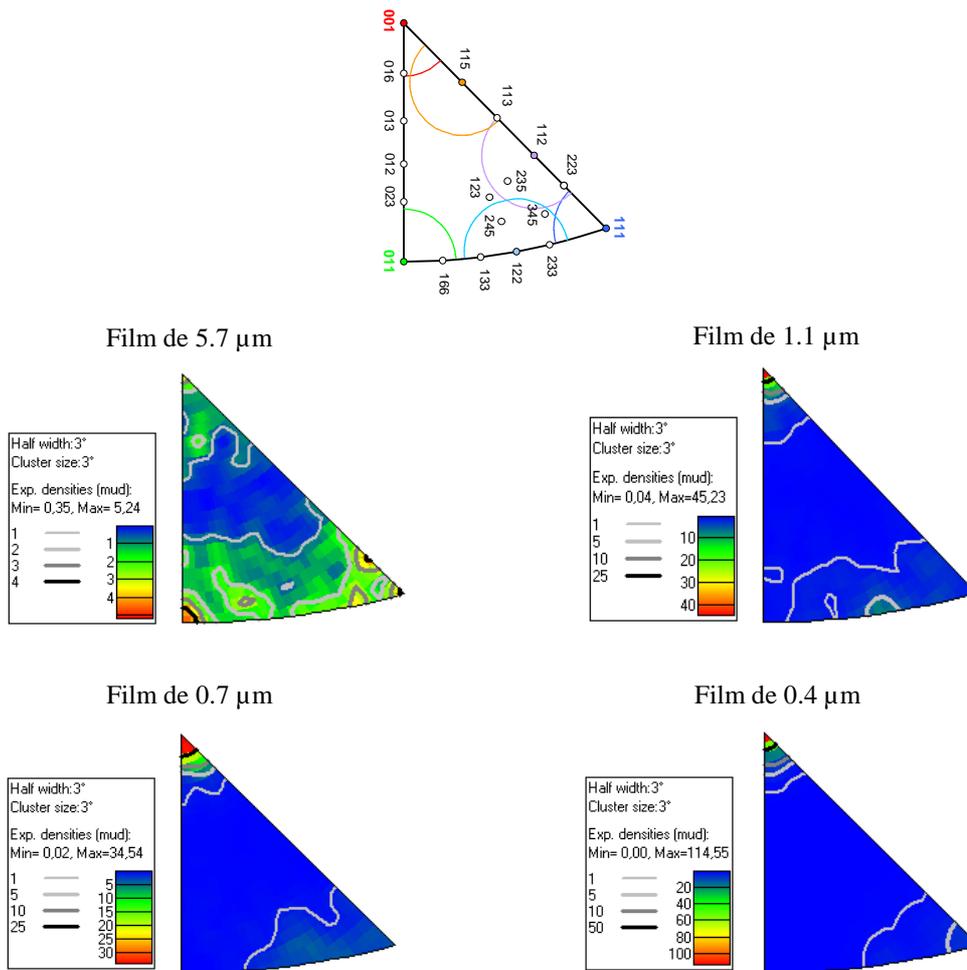


Figure III-35. IPF z des films de cuivre après un recuit à 400 °C.

Une texture cristallographique $\{100\}$ se développe très fortement avec la réduction de l'épaisseur. La texture cristallographique du film de 5.6 μm est la moins marquée alors qu'elle est majoritairement $\{100\}$ pour le film de 0.4 μm . De plus, il apparait clairement que les grains « géants » issus de la croissance anormale sont exclusivement orientés $\{100\}$. Par conséquent, le processus de croissance anormale identifié à partir de l'étude de la morphologie des grains minimise l'énergie de déformation.

Les proportions des composantes cristallographiques principales et de leur macles respectives sont données Figure III-36.

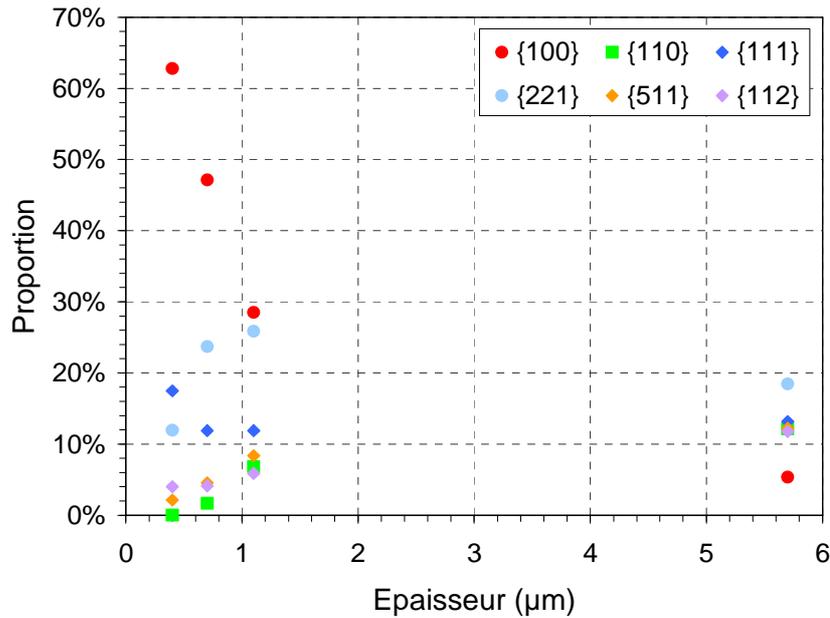


Figure III-36. Proportions relatives des principales orientations cristallographiques des films de cuivre après un recuit à 400 °C extraites pour une tolérance angulaire de 10°.

La composante {100} constitue environ 30 % de la texture cristallographique globale pour un film de 1 µm. Elle atteint plus de 60 % pour un film de 0.4 µm. Pour ce qui est des autres composantes, elles décroissent avec la réduction de l'épaisseur. Seule la composante {111} se conserve. Elle augmente même en proportion pour le film de 0.4 µm.

De ce fait, vers les faibles épaisseurs, alors que la proportion de {100} et {111} augmentent, les proportions des macles respectives {221} et {511} diminuent. Il est donc confirmé que le processus de maillage s'affaiblit avec la réduction de l'épaisseur.

Conclusions

La microstructure des films de cuivre après un recuit à 400 °C change fortement avec l'épaisseur. Elle résulte majoritairement de la compétition d'une croissance de grains normale et d'une croissance de grains anormale minimisant l'énergie de déformation.

Vers les faibles épaisseurs, la taille moyenne de cristallites diminue et la croissance anormale s'amplifie, favorisant le développement de la texture cristallographique {100}. Le maillage s'affaiblit, la proportion des composantes {221} et {511} se réduit. Pour le film de 0.4 µm, la croissance anormale domine et la texture cristallographique est composée majoritairement de cristallites {100} et d'une faible composante {111} et {221}. Bien que la texture

cristallographique soit prononcée, la morphologie des cristallites est très hétérogène (distribution bimodale de taille). La croissance anormale aboutit à des grains géants {100} très faiblement maclés de petites cristallites {221} alors que les grains {111} ont des tailles légèrement supérieures à l'épaisseur et sont regroupés sous formes d'agrégats en périphérie des grains géants {100}.

A l'opposée, les films de 5.6 μm sont le résultat d'un mécanisme de croissance normale minimisant l'énergie de joints de grains. Bien que les grains aient des tailles uniformes, la texture cristallographique mais également la taille et la forme des cristallites sont très hétérogènes de par le très fort taux de maclage.

En ce qui concerne les films d'épaisseur intermédiaire, ils cumulent les deux effets de sorte que la microstructure est très hétérogène en termes de taille et de forme de cristallites ainsi que de texture cristallographique.

III.5 Conclusions

Dans ce chapitre, l'influence de l'épaisseur et de la température de recuit sur la microstructure des films minces de cuivre électrodéposés a été étudiée après dépôt, après stabilisation à température ambiante et après un recuit additionnel à 150 et 400 °C.

Les différentes analyses menées ont montré une augmentation de la taille moyenne de cristallites avec l'épaisseur. Pour les films après dépôt, cette tendance provient d'une diminution de l'influence de la couche de cuivre PVD avec l'épaississement du film lors du dépôt. Par contre, pour les films stabilisés à température ambiante ou recuits, celle-ci est attribuée à l'augmentation de la force d'ancrage des joints de grains lors de la croissance vers les faibles épaisseurs.

Après dépôt, la texture cristallographique des films de cuivre électrodéposés est marquée. L'analyse par DRX d'un film de 1.1 μm a montré la présence d'une forte proportion des composantes cristallographiques {113} et {111} suivant la normale au plan du film. La présence d'une composante {113}, associée à l'intervention d'un surpotentiel d'électrodéposition, confirme la proportion non négligeable de cristallites {110}. Pour ce film, l'évolution microstructurale à température ambiante a été analysée *in situ* par DRX et par le suivi de la résistance carré. Ces analyses ont mis en évidence l'intervention de différents processus guidés par la minimisation de l'énergie stockée dans les défauts intragranulaires (lacunes, dislocations, fautes d'empilement et joints de grains). Ces processus induisent des changements radicaux de la microstructure. Les composantes cristallographiques {100} et les macles associées {221} se développent au dépend des composantes {111} et {113}. La taille moyenne de cristallites augmente fortement conduisant à une forte chute de la résistivité de l'ordre de 25 %.

Une fois l'état d'équilibre atteint à température ambiante, les films de cuivre ne sont pas stables en température. L'évolution microstructurale induite par le recuit varie fortement en fonction de la température de recuit et de l'épaisseur des films. Un recuit à une température de 150 °C a peu d'impact sur la microstructure. La croissance engendrée est homogène et faible en amplitude de sorte que la texture cristallographique n'évolue pratiquement pas. En revanche, un recuit à 400 °C modifie significativement la microstructure des films stabilisés à température ambiante. La taille moyenne de cristallites augmente fortement et une texture

cristallographique {100} se développe de par le processus de croissance qui minimise l'énergie de déformation. A cette température de recuit, la croissance normale et la croissance anormale minimisant l'énergie de déformation interviennent. Pour les films épais, la croissance normale domine, la texture cristallographique est peu marquée. Avec la réduction de l'épaisseur, la croissance anormale s'amplifie et une forte texture cristallographique {100} se développe. Ce phénomène s'accompagne d'une diminution du taux de maillage.

Au cours de ce chapitre, il a été montré à quel point la microstructure change en fonction de l'épaisseur et de la température de recuit. Les résultats obtenus sur la microstructure des films minces seront mis à profit dans la prochaine partie pour nourrir la compréhension de processus mis en jeu dans les lignes de cuivre Damascène.

Références bibliographiques

- [1] N. A. Pangarov, “Preferred orientations in electro-deposited metals”, *J. Electroanal. Chem.* 9 (1), 70 – 85, 1965.
- [2] M. Stangl, M. Liptak, A. Fletcher, J. Acker, J. Thomas, H. Wendrock, S. Oswald, K. Wetzig, “Influence of initial microstructure and impurities on Cu room-temperature recrystallization (self-annealing)”, *Microelectronic Engineering* 85, 534 – 541, 2008.
- [3] C. V. Thompson, R. Carel, “Stress and Grain Growth in Thin Films”, *J. Mech. Phys. Solids* 44 (5), 657 – 673, 1996.
- [4] F. J. Humphreys and M. Hatherly, “Recrystallisation and Related Annealing Phenomena”, Pergamon Press, Oxford University Press, 1995.
- [5] M. Bedda, C. R. Pichard, A. J. Tossier, “Analytical expression for the total electrical conductivity of unannealed and annealed metal films”, *J. Mater. Sci.* 21, 2643 – 2647, 1986.
- [6] J. M. E. Harper, C. Cabral, P. C. Andricacos, L. Gignac, I. C. Noyan, K. P. Rodbell, C. K. Hu, “Mechanisms for microstructure evolution in electroplated copper thin films near room temperature”, *J. Appl. Phys.* 86 (5), 2516 – 2525, 1999.
- [7] S. H. Brongersma, E. Kerr, I. Vervoort, A. Saerens, K. Maex, “Grain growth, stress, and impurities in electroplated copper”, *J. Mater. Res.* 17 (3), 582 – 589, 2002.
- [8] J. P. Barnes, V. Carreau, S. Maîtrejean, “TOF-SIMS imaging of Cl at Cu grain boundaries in interconnects for microelectronics”, *Appl. Surf. Science* 255 (4), 1564 – 1568, 2008.
- [9] C. Detavernier, D. Deduytsche, R. L. Van Meirhaeghe, J. De Baerdemaeker, C. Dauwe, “Room temperature grain growth in sputter-deposited Cu films”, *Appl. Phys. Lett.* 82, 1863 – 1865, 2003.
- [10] J. A. Thornton, “Influence of substrate temperature and deposition rate on structure of thick sputtered Cu coatings”, *J. Vac. Sci. Technol.* 12, 830 – 835, 1975.
- [11] C. Detavernier, S. Rosnagel, C. Noyan, S. Guha, C. Cabral, C. Lavoie, “Thermodynamics and kinetics of room-temperature microstructural evolution in copper films”, *J. Appl. Phys.* 94 (5), 2874 – 2880, 2003.
- [12] H. Lee, S. D. Lopatin, A. F. Marshall, S. S. Simon, “Evidence of Dislocation Loops as a Driving Force for Self-Annealing in Electroplated Cu Films”, *IEEE*, 236 – 238, 2001.
- [13] H. Lee, W. D. Nix, S. S. Wong, “Studies of the driving force for room-temperature microstructure evolution in electroplated copper films”, *J. Vac. Sci. Technol. B* 22 (5), 2369 – 2374, 2004.
- [14] B. E. Sundquist, “A direct determination of the anisotropy of the surface free energy of solid gold, silver, copper, nickel, and alpha and gamma iron”, *Acta Metall.* 12, 67 – 86, 1964.

**IV - Microstructure, résistivité et contraintes résiduelles :
des films minces vers les lignes de cuivre Damascène**

IV - Microstructure, résistivité et contraintes résiduelles : des films minces vers les lignes de cuivre Damascène.....161

IV.1 Introduction 165

IV.2 Elaboration des échantillons 167

IV.3 Etude de la microstructure des lignes de cuivre Damascène après un recuit à 400 °C..... 169

IV.3.1 Changement de la morphologie des cristallites avec la largeur de ligne 169

IV.3.2 Modification de la texture cristallographique avec la largeur de ligne.... 173

IV.3.3 Conclusions 180

IV.4 Résistivité des lignes de cuivre Damascène : rôle de la microstructure 182

IV.4.1 De la résistance à la résistivité 182

IV.4.2 Extraction des couples $\{R, \rho\}$ pour les lignes de cuivre recuites à 400 °C 188

IV.4.3 Discussion de l'effet des surfaces extérieures : hypothèse d'un R constant 190

IV.4.4 Analyse des contributeurs majoritaires déterminant R : hypothèse d'un effet des surfaces extérieures maximisé 191

IV.4.5 Relation entre le coefficient de réflexion R et les joints de grains..... 197

IV.4.6 Détermination de la taille moyenne de cristallites à partir de la résistivité 202

IV.4.7 Conclusions 206

IV.5 Génération des contraintes résiduelles dans les objets confinés géométriquement en cuivre électrodéposé 208

IV.5.1 Cas des films minces..... 208

a) Analyse des contraintes résiduelles après dépôt 210

b) Etude de l'évolution des contraintes et de la microstructure à température ambiante 211

c) Influence de la température de recuit..... 213

d) Conclusions 218

IV.5.2 De la déformation aux contraintes dans les lignes de cuivre Damascène 219

a) Prise en compte de l'anisotropie de comportement	219
b) Estimation de la contrainte en fonction de la largeur.....	221
c) Estimation de la contrainte résiduelle en fonction de la température de recuit	224
d) Conclusions.....	225
IV.6 Conclusions	227
Références bibliographiques	230

IV.1 Introduction

Les interconnexions de cuivre sont élaborées avec le procédé Damascène dans lequel le cuivre est électrodéposé à température ambiante dans des tranchées d'oxydes. Suite à ce dépôt, une surépaisseur résiduelle de cuivre subsiste formant un système film mince au dessus des lignes. Un recuit est effectué puis la surépaisseur est enlevée par le biais d'un polissage mécano-chimique. Le développement de la microstructure au sein des lignes d'interconnexions fait alors interagir des cristallites de la surépaisseur et des cristallites de la ligne. Pour des lignes très larges (supérieures à plusieurs microns), la microstructure est à priori similaire à celle d'un film mince d'épaisseur équivalente à l'épaisseur de cuivre avant l'étape de polissage. Par contre, pour des lignes très étroites, elle doit se développer essentiellement à partir des cristallites initialement présents dans la ligne.

La microstructure évolue donc fortement en fonction des dimensions de lignes, de la surépaisseur de cuivre et des conditions de recuit. Il est en de même pour la résistivité et l'état de contraintes mécaniques qui dépendent directement des dimensions de la ligne (confinement géométrique) et de la microstructure.

Dans une première partie, la microstructure des lignes de cuivre Damascène de différentes largeurs recuites à 400 °C est étudiée par EBSD. Le but est d'une part de déterminer la largeur de ligne à partir de laquelle le confinement latéral se fait ressentir, et d'autre part d'identifier les processus de croissance guidant le développement des cristallites initialement dans les lignes.

Dans une seconde partie, l'évolution de la résistivité en fonction de la température de recuit et des dimensions est étudiée. La résistivité de lignes de cuivre est calculée à partir de mesures de résistance sur des structures dédiées dont les dimensions (épaisseur et largeur) sont déterminées par le biais d'analyses MET.

Le modèle de MS-FS est alors utilisé pour décorrélérer la contribution de joints de grains de celle des surfaces extérieures et ainsi estimer la taille moyenne de cristallites. Pour rappel, ce modèle fait intervenir en plus du libre parcours moyen et de la résistivité intrinsèque du

matériau, deux paramètres microstructuraux et 3 paramètres liés au confinement géométriques. Ces paramètres sont la taille moyenne de cristallites d , le coefficient de réflexion aux joints de grains R , la largeur w , la hauteur h , le coefficient de réflexion des surfaces extérieures p . Bien que la majorité des travaux considère un couple $\{R, p\}$ constant pour l'ensemble de lignes, aucun résultat expérimental ne prouve que ces coefficients le soient. Afin de le vérifier, R et p sont extraits pour les lignes recuites à 400 °C où la taille moyenne des cristallites (EBSD), les dimensions (MET) et la résistivité sont connues. Leur évolution en fonction des dimensions est alors discutée au moyen d'observations morphologiques et texturales fournies par les analyses EBSD ainsi que de résultats expérimentaux et de simulations de la littérature.

Sur la base de cette étude, une loi de variation du couple de valeur $\{R, p\}$ est déterminée dans le cas de nos échantillons. Cette loi est alors utilisée pour extraire, à partir de la résistivité, la taille moyenne de cristallites de lignes ayant subi un recuit à différentes températures. L'impact de la température de recuit sur l'évolution de la taille moyenne de cristallites en fonction des dimensions est alors discuté.

Dans une troisième partie, les niveaux de contraintes résiduelles dans les lignes sont calculés à partir des déformations résiduelles estimées avec les nano-capteurs pivotants pour deux conditions de recuit (150 et 400 °C), en considérant les textures cristallographiques déterminées par EBSD sur des réseaux de lignes.

Pour bien comprendre la génération des contraintes mécaniques au sein des lignes, l'état mécanique des films est préalablement abordé.

IV.2 Elaboration des échantillons

Les échantillons sont élaborés à partir du procédé Damascène. Le diélectrique isolant (IMD) est du SiOC:H. Le cuivre est électrodéposé suivant 3 paliers en courant tels qu'il est décrit au Chapitre III. La surépaisseur de cuivre résiduelle est d'environ 0.7 μm . Le dépôt est laissé à température ambiante jusqu'à stabilisation de la microstructure (10 jours). Avant le polissage mécano-chimique (CMP), le cuivre est recuit pendant 20 minutes à 100, 150 ou 400 °C. Après l'étape de CMP, l'épaisseur de cuivre finale varie entre 245 et 180 nm suivant la température de recuit, les dimensions et la densité de cuivre des motifs.

La microstructure et la résistivité sont extraites après CMP du cuivre à partir de structures spécialement élaborées. Il s'agit de 8 serpentins de résistance, de largeur 0.16 à 3 μm , avec un diélectrique interligne de 0.5 μm (Figure IV-1).

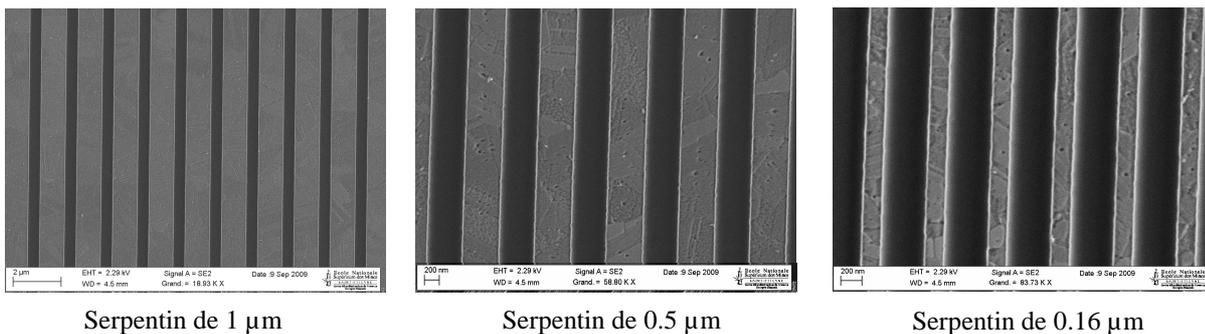
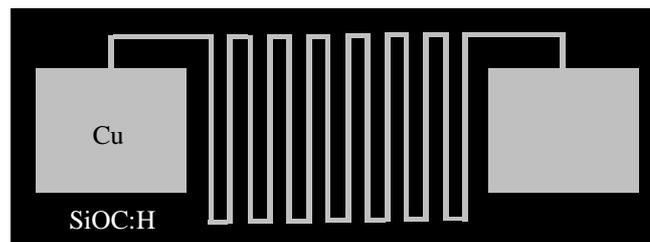


Figure IV-1. Schéma d'une structure serpentins de résistance. Images MEB en vue de dessus de serpentins de résistance de 1, 0.5 et 0.16 μm de large.

Les dimensions des serpentins sont données Tableau IV-1.

Serpentin	1	2	3	4	5	6	7	8
w (μm)	0.16	0.24	0.335	0.5	0.7	1	2	3
L (μm)	7175	6390	5605	14711	12199	16595	18165	15810

Tableau IV-1. Dimensions des différents serpentins de résistance.

Les serpentins sont suffisamment longs et résistifs pour que les résistances électriques des pointes et de contact soient négligées. La résistivité est alors calculée simplement à partir de la mesure de la résistance avec deux pointes.

La microstructure des lignes de cuivre après un recuit à 400 °C est étudiée à partir d'analyses EBSD. Les configurations expérimentales sont identiques à celles précédemment décrites dans le Chapitre III. Le pas d'analyse correspond au moins à un dixième de la largeur pour les lignes les plus fines et de 0.1 μm pour celles de 1 μm de large et plus. Afin de minimiser la dérive du faisceau d'électrons au cours de l'analyse liées aux chargements des diélectriques entre les lignes, une couche de carbone de 5 nm d'épaisseur est préalablement déposée à la surface de l'échantillon.

IV.3 Etude de la microstructure des lignes de cuivre Damascène après un recuit à 400 °C

IV.3.1 Changement de la morphologie des cristallites avec la largeur de ligne

La Figure IV-2 représente les cartographies des lignes de 3 et 1 μm avec repérage des différents types de joints de grains.

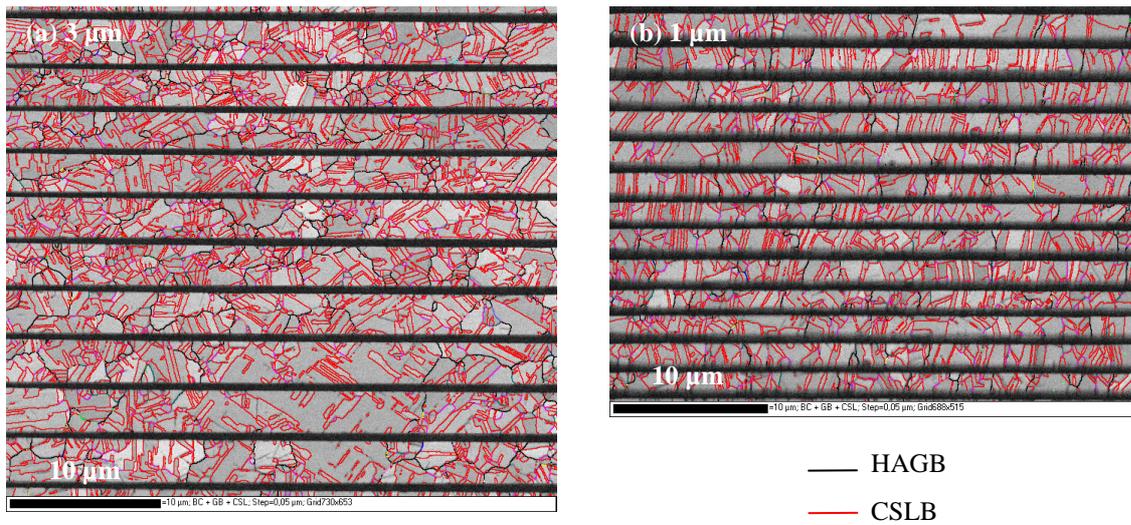


Figure IV-2. Cartographies avec repérage des joints de grains des lignes de 3 (a) et 1 μm (b) après un recuit à 400 °C.

Comme pour les films minces, la microstructure des lignes de cuivre comporte un taux important de macles de recristallisation. La morphologie des cristallites, hétérogène en taille et en forme, change avec la réduction de la largeur de ligne.

Pour les lignes de 3 μm , les joints de grains ont une direction indépendante de la direction de la ligne.

En revanche, à partir d'une largeur de 1 μm , la majorité des cristallites s'étendent sur toute la largeur de la ligne. Les joints de grains ont alors tendance à s'aligner perpendiculairement à la direction longitudinale de la ligne.

Différentes méthodologies existent pour extraire la taille des cristallites dans les lignes polycristallines. Celle-ci est soit ramenée au diamètre équivalent calculé à partir de l'aire moyenne des cristallites, soit considérée comme la longueur moyenne entre joints de grains successifs dans la direction longitudinale de la ligne. Pour l'extraction du diamètre équivalent, les cristallites d'une surface de moins de 3 pixels ne sont pas comptabilisées. Ce critère n'est pas appliqué pour la seconde méthodologie.

Les tailles moyennes de cristallites obtenues en fonction de la largeur de ligne sont représentées Figure IV-3.

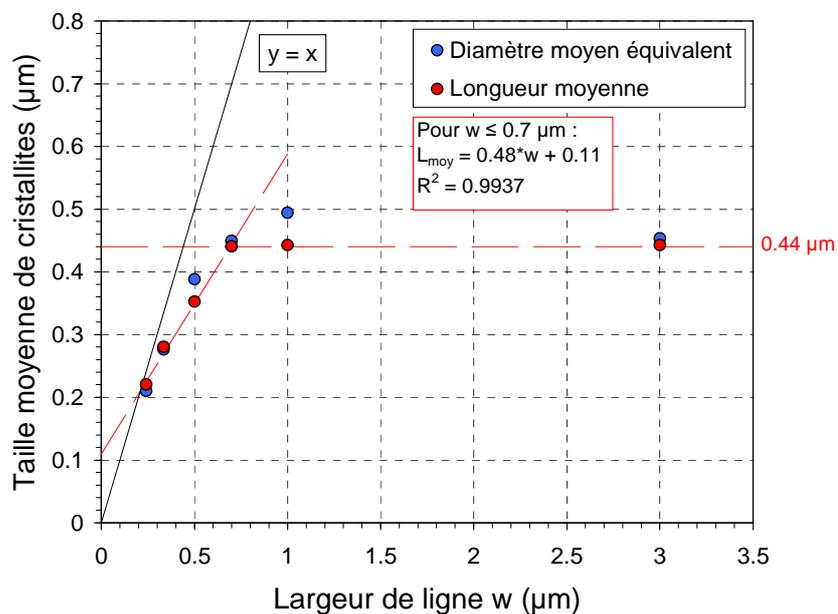


Figure IV-3. Evolution de la taille moyenne de cristallites en fonction de la largeur après un recuit à 400 °C.

Les deux méthodes d'extraction donnent des tailles similaires. En outre, la tendance obtenue est en accord avec les résultats de la littérature [1][2].

Dans le cas des lignes étroites, les tailles moyennes de cristallites augmentent avec la largeur, cependant les mesures restent inférieures à la bissectrice ($y = x$) représentant des tailles égales à la largeur. Dans ces lignes, la croissance de grains est restreinte par le confinement géométrique. La majorité des cristallites se développent au sein de la ligne jusqu'à s'étendre sur toute la largeur. Les joints de grains s'alignent alors perpendiculairement aux murs latéraux pour réduire leur énergie de surface. La force

d'ancrage associée aux interfaces extérieures augmentant avec la réduction de la largeur, la taille moyenne de cristallites diminue.

Pour les lignes de plus de $0.7 \mu\text{m}$ de large, la taille moyenne des cristallites n'est plus dépendante de la largeur des lignes. Elle reste constante à environ $0.44 \mu\text{m}$ tandis que la configuration des joints de grains change (à partir de $1 \mu\text{m}$). La taille moyenne de cristallites est inférieure de 35 % à celle d'un film mince de $0.7 \mu\text{m}$ ($0.69 \mu\text{m}$) correspondant à la surépaisseur de cuivre présente au cours du recuit lors de l'évolution microstructurale tel qu'il est schématisé Figure IV-4.

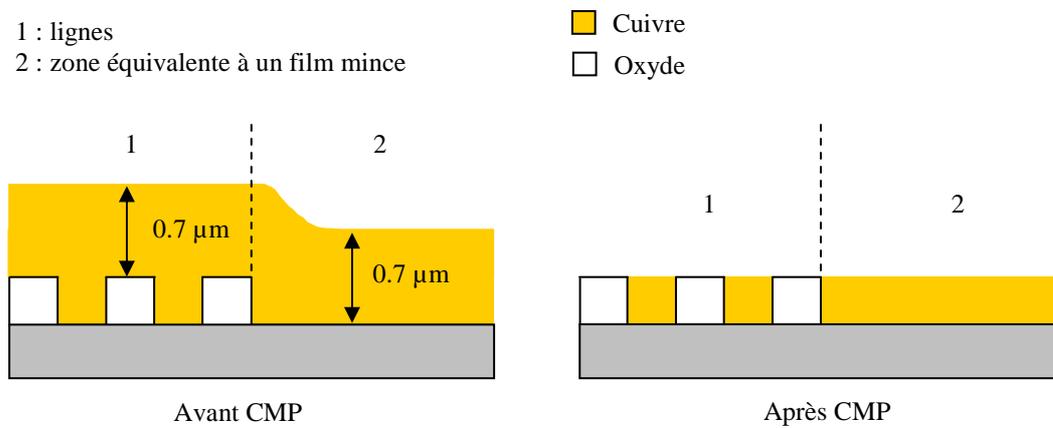


Figure IV-4. Epaisseurs de cuivre avant et après CMP suivant le design.

Afin de vérifier si ce désaccord de taille moyenne de cristallites est directement induit par le confinement géométrique latéral et d'écarter la possibilité d'un effet propre à l'électrodéposition du cuivre pour cet échantillon, une zone de l'échantillon (après CMP) de $100 \times 60 \mu\text{m}^2$ équivalente à un film pleine plaque est analysée. Figure IV-5 est représentée la cartographie d'orientations en code couleur IPF z de cette zone.

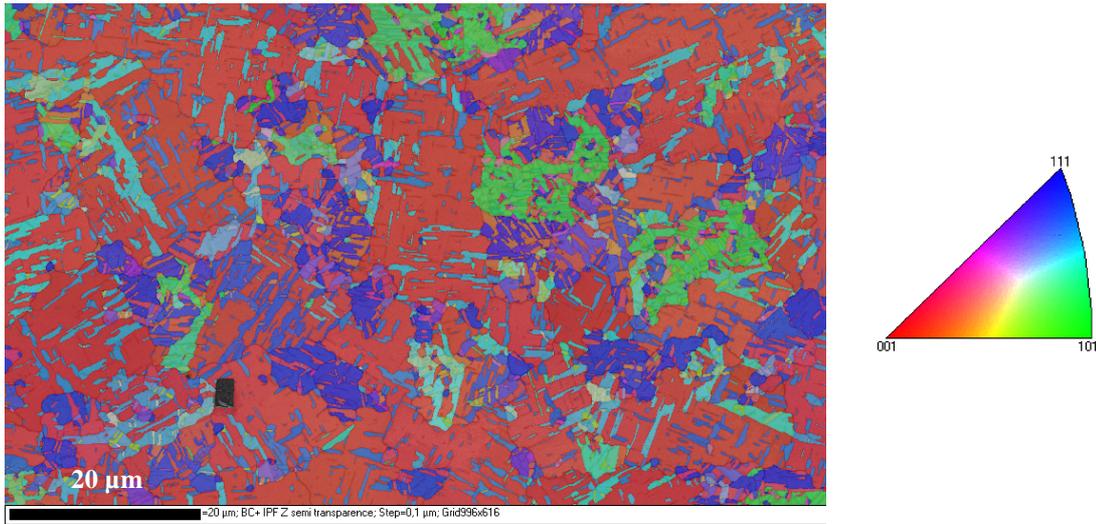


Figure IV-5. Cartographie d'orientations suivant la normale au plan de l'échantillon d'une zone équivalente à un film de 0.7 µm (zone 2 Figure IV-4). La surface analysée est de 100*60 µm².

La distribution de taille de cristallites est log-normale. Les caractéristiques morphologiques sont données Tableau IV-2 et comparées à celle du film de 0.7 µm recuit dans les mêmes conditions.

	$d_{50\%}$ (µm)	σ_{log}	d_{moy} (µm)	σ_{moy} (µm)
1	0.46	0.78	0.679	0.837
2	0.465	0.8	0.689	0.834

Tableau IV-2. Comparaison des caractéristiques morphologiques de la zone équivalente à un film mince (1) de 0.7 µm et d'un film mince de 0.7 µm (2).

Les caractéristiques morphologiques sont parfaitement en accord. Il en est de même pour la texture cristallographique (Figure IV-6).

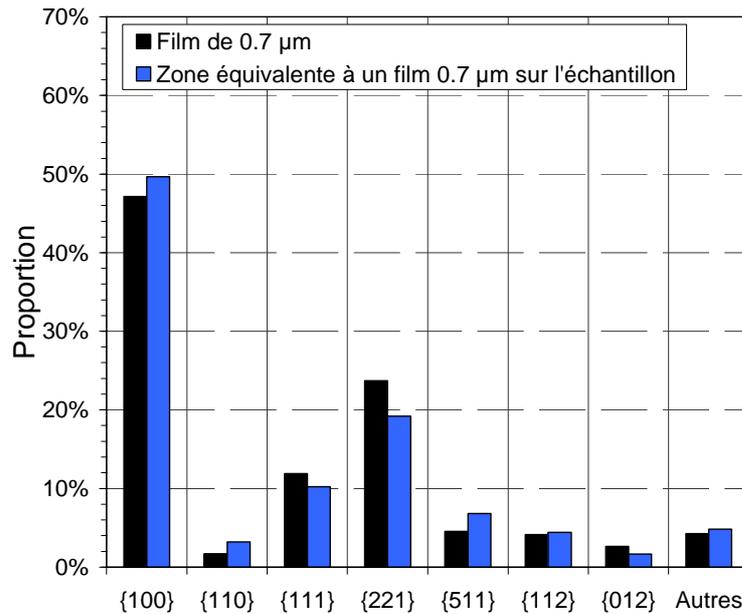


Figure IV-6. Comparaison des proportions de textures suivant la normale au plan de l'échantillon avec une tolérance angulaire de 10° p ar rapport à l'orientation idéale.

En conclusion, la zone équivalente à un film de 0.7 μm possède une microstructure rigoureusement identique à celle d'un film de même d'épaisseur.

Ce résultat démontre que le confinement géométrique influence fortement l'évolution microstructurale même pour les lignes de 3 μm qui sont les plus larges. A partir d'une largeur de 1 μm, les joints de grains s'alignent perpendiculairement à la direction de la ligne minimisant ainsi leur énergie de surface. La taille moyenne de cristallites diminue avec la réduction de la largeur car les forces d'ancrage augmentent. Ces forces d'ancrage n'ont un impact significatif qu'à partir d'une largeur de 0.7 μm.

IV.3.2 Modification de la texture cristallographique avec la largeur de ligne

Figure IV-7 sont représentées les cartographies d'orientations suivant la normale au plan de l'échantillon de lignes de 3, 1, 0.5 et 0.24 μm de large.

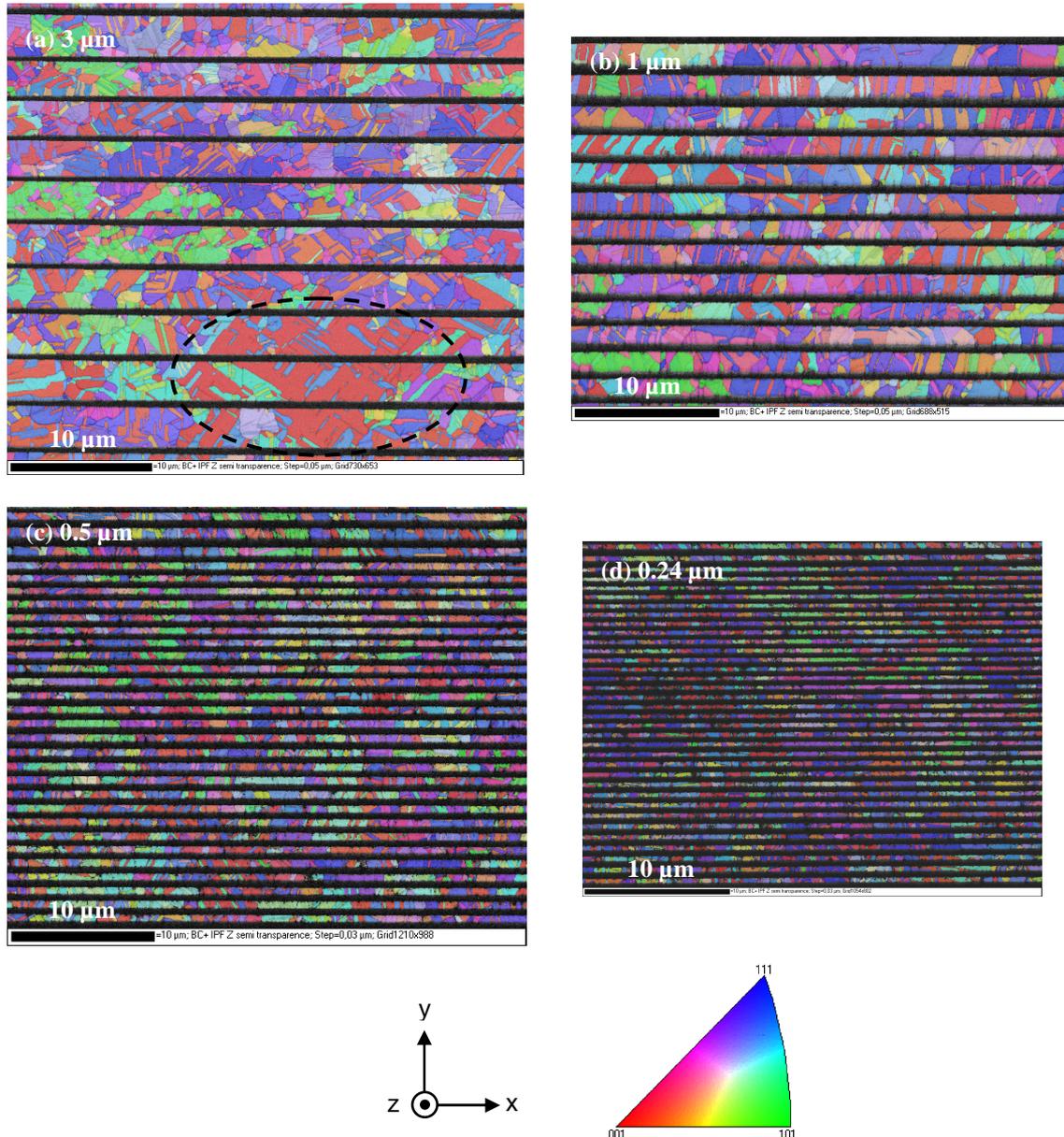


Figure IV-7. Cartographies d'orientations suivant l'axe z de lignes de 3 (a), 1 (b), 0.5 (c), 0.24 μm (d) de large après un recuit à 400 °C et CMP du cuivre.

Chaque réseau de lignes présente une texture cristallographique composée de nombreuses orientations.

La cartographie d'orientations des lignes de 3 μm de large (Figure IV-7 (a)) met en évidence une invasion de grains de la surépaisseur pouvant avoir une portée sur plusieurs lignes adjacentes telle que le cristallite {100} repéré en pointillés noirs. Ce mode de croissance apparait également pour les lignes plus fines mais s'affaiblit (taille des cristallites et

occurrence) avec la réduction de la largeur de ligne au profit du développement des cristallites initialement présents dans les lignes. Le confinement n'impacte pas seulement la taille moyenne et la forme des cristallites, il intervient également dans l'établissement de la texture cristallographique.

Sur la Figure IV-8 sont représentées les IPF suivant l'axe x, y, z résultant de l'analyse des cartographies EBSD des réseaux de lignes de différentes largeurs.

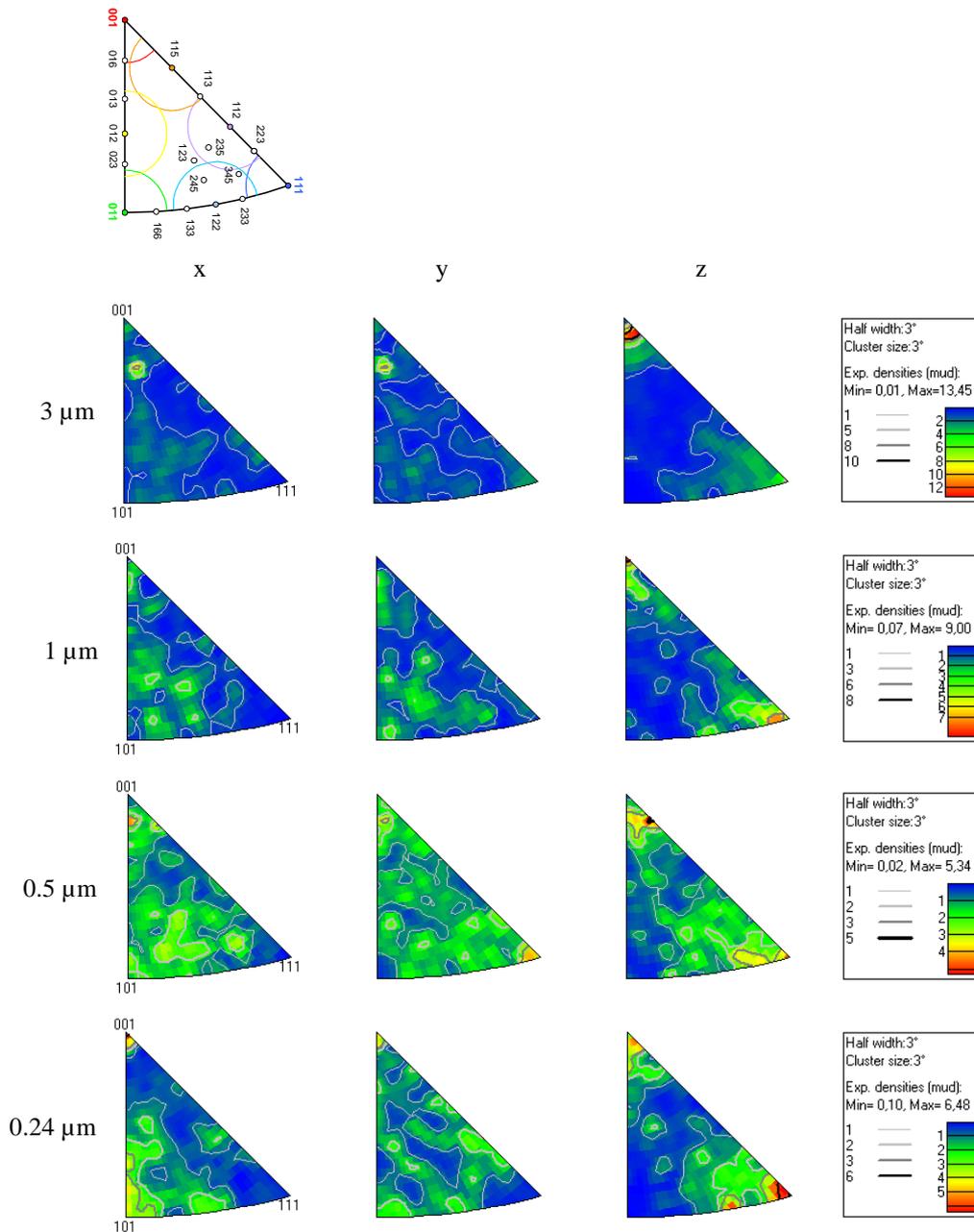


Figure IV-8. IPF x, y, z résultant des analyses EBSD de réseaux de lignes de 3, 1, 0.5 et 0.24 μm de large après un recuit à 400 $^{\circ}\text{C}$.

Les proportions de différentes composantes cristallographiques normales au plan de l'échantillon (axe z) pour des lignes de différentes largeurs dans l'hypothèse de cristallites colonnaires sont illustrées Figure IV-9. Elles sont également données pour un film de 0.7 μm comme références pour rendre compte de la texture cristallographique de la surépaisseur.

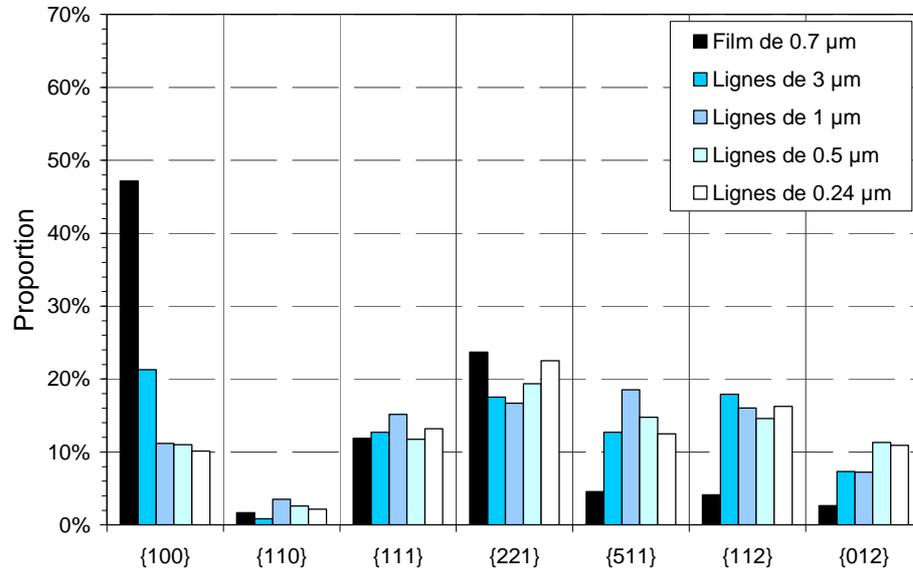


Figure IV-9. Proportions des principales composantes cristallographiques normales au plan de l'échantillon pour des lignes de différentes largeurs après un recuit à 400 °C. La tolérance angulaire par rapport à l'orientation idéale est de 10°.

L'effet du confinement latéral sur la texture cristallographique apparaît clairement à partir d'une largeur de ligne de 3 μm . La proportion de la composante {100} chute fortement mais reste tout de même majoritaire. Elle est d'environ 50 % pour un film de 0.7 μm et de 20 % pour les lignes de 3 μm de larges. A l'inverse, les composantes {511}, {112} et {012} augmentent en proportion. Cette augmentation est particulièrement marquée pour les composantes {112} et {012} qui atteignent respectivement 18 et 7 %. En ce qui concerne les composantes {110}, {111} et {221}, celles-ci ne varient pas de manière significative et leur proportion peut être considérée comme stable. Elle est légèrement supérieure à 10 % pour la composante {111}, d'environ 20 % pour la composante {221} et de quelques pourcents pour la composante {110}.

Avec la réduction de la largeur de ligne, la composante {100} décroît puis stagne à 10 % à partir d'une largeur de 1 μm . En ce qui concerne les autres orientations cristallographiques, aucune tendance claire ne se dégage de la variation de leur proportion. Pour chaque

orientation, cette variation reste faible en amplitude de sorte qu'elles peuvent être admises comme stables.

Ainsi, pour les lignes d'une largeur de 1 μm et moins, la composante $\{100\}$ n'est plus majoritaire. La texture cristallographique suivant la normale au plan de l'échantillon se compose alors principalement des composantes $\{111\}$, $\{100\}$, $\{221\}$, $\{112\}$, $\{511\}$ et $\{012\}$ dont les proportions se situent chacune entre 10 et 20 %.

La texture cristallographique suivant la normale au plan de l'échantillon a fortement changé par rapport à un film mince de 0.7 μm et s'est complexifiée (hétérogène).

Il est également important de s'intéresser à l'évolution des composantes cristallographiques dans la direction longitudinale des lignes car elles déterminent le comportement mécanique dans cette direction et donc la contrainte résiduelle extraite à partir des nano-capteurs pivotants présentés au Chapitre II.

La Figure IV-10 représente les proportions de différentes composantes cristallographiques dans la direction longitudinale pour les lignes de différentes largeurs.

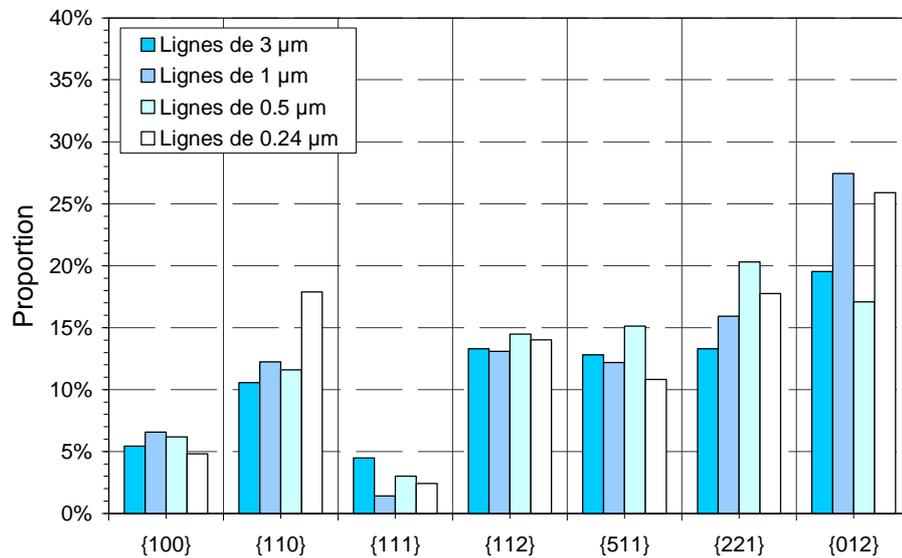


Figure IV-10. Proportions des principales composantes cristallographiques dans la direction longitudinale des lignes de différentes largeurs après un recuit à 400 °C. La tolérance angulaire par rapport à l'orientation idéale est de 10°.

La proportion des composantes cristallographiques dans la direction longitudinale de la ligne varie peu. Les composantes {110}, {112}, {221}, {511} et {012} sont majoritaires avec des proportions supérieures à 10 %. Pour les lignes de 0.24 μm de large, le développement des composantes {110}, {221}, et {012} est privilégié alors que les autres composantes stagnent ou diminuent en proportion. Elle est d'environ 18 % pour les composantes {110} et {221} et atteint 25 % pour la composante {012} qui est la plus importante.

Même si les zones analysées sont très étendues au regard de la largeur de lignes, l'EBSID reste une analyse locale à partir de laquelle il est difficile d'interpréter les variations de textures cristallographiques moyennes.

Malgré cela, les évolutions observées vont être discutées pour essayer de comprendre l'effet du confinement géométrique sur la texture cristallographique des lignes de cuivre Damascène. Pour ce faire, chacune des composantes cristallographiques est reliée, quand cela est possible, aux mécanismes de croissance à l'origine de son développement.

Ainsi, il peut être admis, même si cela n'est pas vérifié expérimentalement dans ce travail, que la texture cristallographique de la surépaisseur de cuivre se rapproche de celle d'un film de 0.7 μm (Figure IV-6). Sachant que ces films comportent, suivant l'axe z, une très grande proportion de cristallites {100} résultant d'un fort processus de croissance anormale, la composante {100} des lignes de cuivre est associée au mécanisme d'invasion de cristallites de la surépaisseur.

Une partie de la composante {221} suivant l'axe z correspond donc aux macles de ces cristallites {100}. Par ailleurs, les plans {221} possèdent l'une des plus faibles énergies de surface après les plans {111}, $\gamma_{221} = 1.521 \text{ J.m}^{-2}$ [3]. Une autre fraction des cristallites {221} suivant l'axe z peut être associée à des processus minimisant l'énergie de surface de l'interface inférieure. Cette minimisation de l'énergie de surface peut se manifester également au niveau des interfaces latérales, conduisant à des cristallites orientés {221} suivant la normale à ces interfaces. Certains plans {221} sont perpendiculaires entre eux, et le sont également à quelques plans des familles {110} et {012}. Cela se traduit par le développement d'orientations cristallographiques idéales telles que {221}<110>, {221}<012> et {221}<212>.

En ce qui concerne la composante $\{112\}$ suivant l'axe z , celle-ci peut provenir de la croissance de cristallites initiée à partir des interfaces latérales se propageant dans la largeur de la ligne telle qu'il est illustré Figure IV-11 (a). Le développement de ces cristallites est favorable car leur orientation minimise l'énergie de surface par rapport à l'ensemble des interfaces avec la barrière de Ta, les plans $\{112\}$ étant les plans perpendiculaires aux plans $\{111\}$ de plus faible énergie de surface.

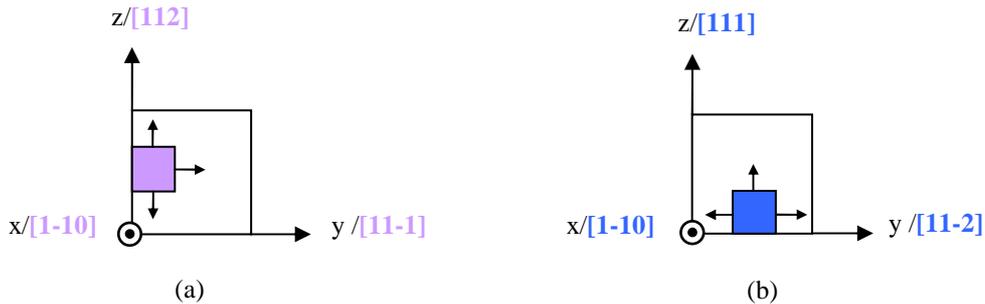


Figure IV-11. Schémas expliquant le développement des cristallites $\{111\}$ à partir des murs (a) et de l'interface inférieure (b) minimisant l'énergie de surface par rapport à l'ensemble des interfaces avec la barrière de Ta.

Une fraction de la composante $\{111\}$ suivant l'axe z s'explique par une croissance des cristallites des lignes initiée cette fois-ci à partir de l'interface inférieure aboutissant à une texture idéale $\{111\}\langle 110\rangle$ (Figure IV-11 (b)). Une autre fraction provient d'une invasion de cristallites de la surépaisseur qui possède une composante $\{111\}$ non négligeable (Figure IV-6). Une partie de la composante $\{511\}$ correspond aux macles des cristallites $\{111\}$. De plus, l'émergence d'une composante $\{012\}$ et $\{511\}$ suivant l'axe x peut correspondre à la minimisation de l'énergie de déformation. Ces orientations possèdent en effet un faible module d'Young : $E_{012} = 97$ GPa, $E_{511} = 77$ GPa [21].

Les résultats obtenus au niveau de la texture cristallographique démontrent que la microstructure des lignes est le résultat de la combinaison d'une multitude de processus de croissance qu'il est délicat d'isoler et d'identifier précisément. Cependant, il est clair que le confinement géométrique a une influence même pour les lignes de plusieurs microns.

La décroissance de la composante {100} avec la diminution de la largeur témoigne de la restriction du processus d'invasion des cristallites de la surépaisseur dans les lignes. Le rapprochement des interfaces latérales augmente la force d'ancrage et de ce fait l'énergie nécessaire à la pénétration des joints de grains dans les lignes [4][5]. Un facteur de blocage de joints de grains de ces cristallites est la présence éventuelle d'une quantité plus importante d'impuretés issues de l'électrodéposition en haut des lignes les plus étroites (effet directement lié à la méthode de dépôt).

IV.3.3 Conclusions

Le développement de la microstructure des lignes de cuivre Damascène est un processus complexe de par la configuration géométrique qui fait interagir des cristallites de la surépaisseur avec des cristallites initialement dans les lignes. La microstructure des lignes se compose :

- de cristallites issus de la surépaisseur ayant envahi localement une ou plusieurs lignes adjacentes,
- de cristallites initialement présents dans les lignes qui se sont développés.

Contrairement aux travaux de la littérature qui mentionnent l'émergence d'une seule texture cristallographique idéale {111}<110> [1] vers les faibles largeurs de ligne, dans notre cas plusieurs orientations idéales ont été identifiées. L'évolution microstructurale favorise la croissance des cristallites initialement présents dans la ligne et résulte très probablement d'un compromis local entre les énergies de surface des interfaces extérieures et l'énergie de déformation préférentielle dans la direction longitudinale de la ligne, lié à l'environnement direct des cristallites.

Pour des lignes de 3 μm de large, les joints de grains n'ont pas de direction privilégiée. La taille moyenne de cristallites stagne et est inférieure à celle d'un film mince de 0.7 μm . A partir de 1 μm , l'effet du confinement géométrique sur la microstructure se renforce. Les joints de grains s'alignent perpendiculairement à la direction de la ligne pour minimiser leur énergie de surface. Le processus d'invasion des cristallites de la surépaisseur se restreint. A partir de 0.7 μm , l'effet lié à la force d'ancrage des interfaces latérales devient significatif.

La taille moyenne de cristallites, qui est inférieure à la largeur de ligne, diminue. Vers les plus faibles largeurs, la taille moyenne de cristallites tend à égaler la largeur de ligne.

Dans la prochaine partie, les répercussions de l'ensemble de ces modifications microstructurales induites par le confinement géométrique sur la résistivité des lignes de cuivre Damascène sont analysées et discutées.

Ces résultats seront également mis à profit dans le calcul des niveaux de contraintes à partir des déformations résiduelles obtenues avec les nano-capteurs pivotants (Chapitre II).

IV.4 Résistivité des lignes de cuivre Damascène : rôle de la microstructure

IV.4.1 De la résistance à la résistivité

La résistance électrique des serpentins après recuits à des températures différentes est donnée Figure IV-12. Elle correspond à la valeur moyenne calculée à partir de la mesure de 21 structures sur le même wafer, les barres d'erreur représentent l'écart type de ces mesures.

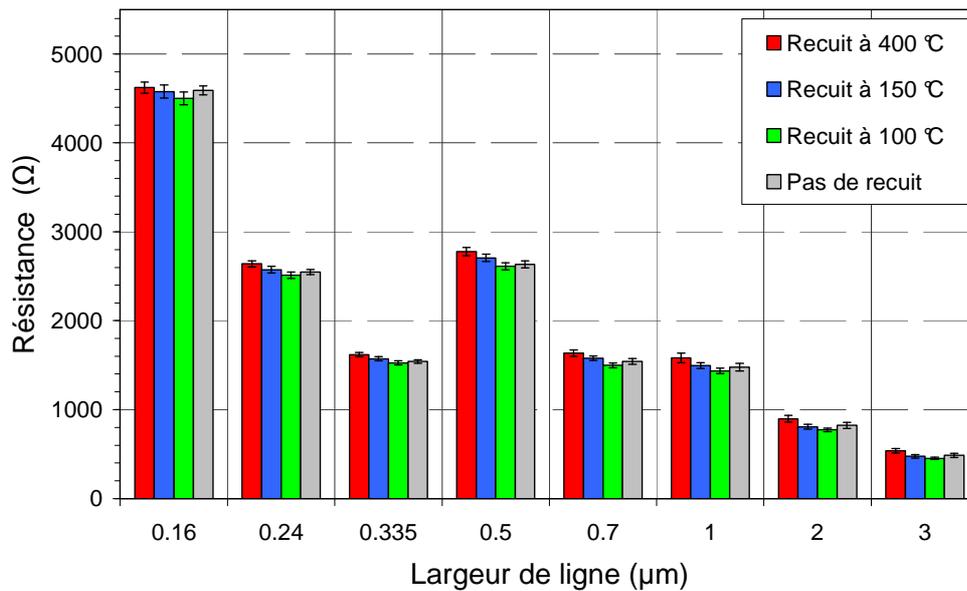


Figure IV-12. Résistance moyenne des 8 serpentins de résistance.

La température de recuit a un faible impact sur la résistance électrique. Elle est maximale pour les serpentins recuits à 400 °C et minimale pour les serpentins recuits à 100 °C.

Les structures étant réalisées avec le procédé Damascène, c'est-à-dire que les tranchées sont d'abord gravées dans l'oxyde puis remplies de cuivre, les longueurs et largeur de serpentins ne changent pas avec les conditions de recuit. Par contre, l'épaisseur résiduelle de cuivre après CMP évolue en fonction de la température de recuit [6] mais également en fonction de la largeur de ligne en lien avec la densité de cuivre du motif [7]. Celle-ci est alors déterminée pour chaque dimension de serpentins et chaque condition de recuit à partir d'images MET de la coupe transversale des serpentins (Figure IV-13).

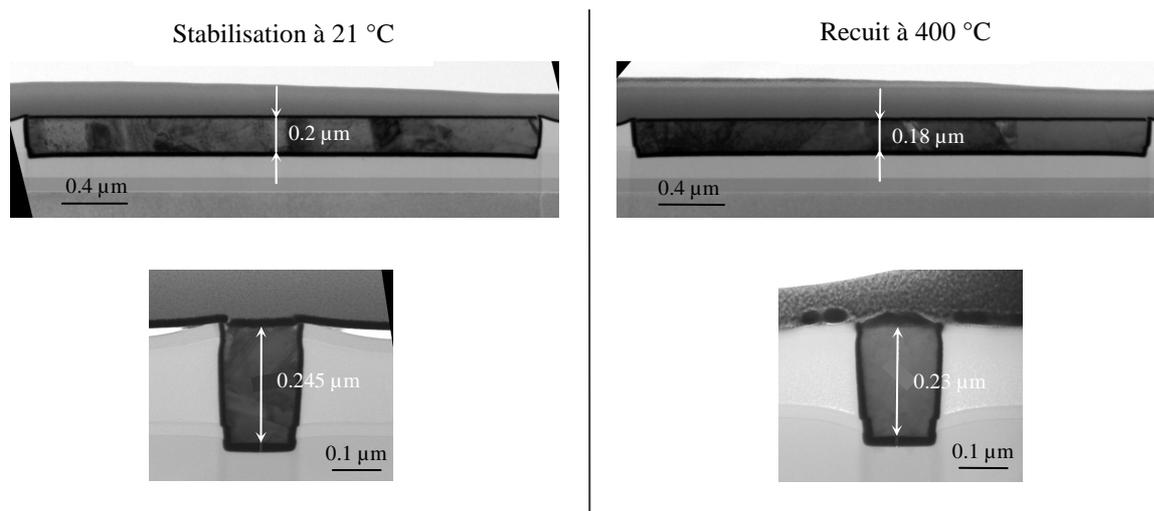


Figure IV-13. Images MET de la coupe transversale de lignes de cuivre non recuites et après un recuit à 400 °C.

Les dimensions des serpentins après recuits à des températures différentes sont reportées Figure IV-14.

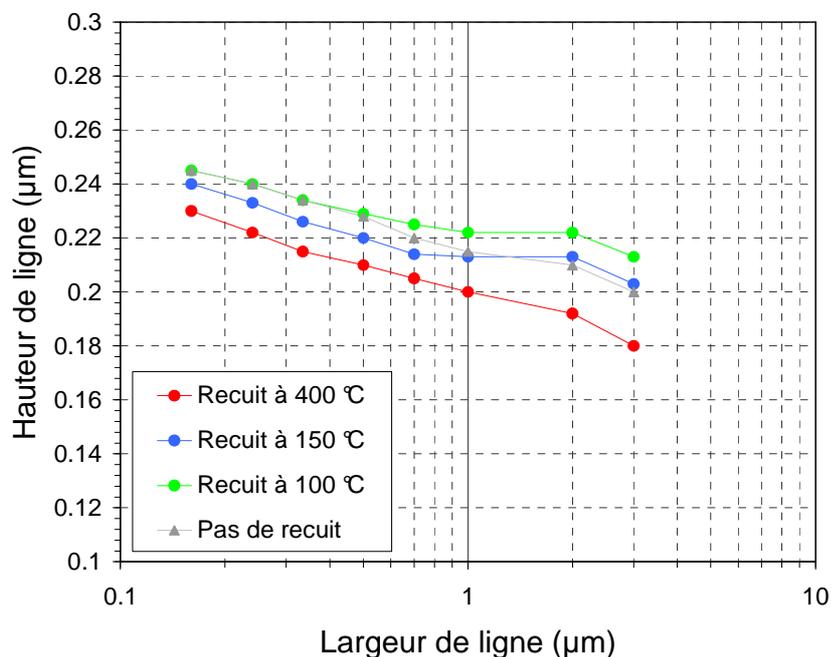


Figure IV-14. Hauteur de ligne en fonction de la largeur pour différentes températures de recuit.

L'épaisseur résiduelle après CMP décroît avec l'augmentation de la largeur de ligne et de la température de recuit.

Après un recuit à 400 °C, elle est de 0.23 µm pour lignes de 0.16 µm large et chute à 0.18 µm pour une ligne de 3 µm de large ce qui constitue une variation d'épaisseur de 0.05 µm.

Le taux de polissage du cuivre augmente donc avec la température de recuit [6].

Il s'accroît également avec la densité des lignes de cuivre en lien avec leur largeur tel qu'il est représenté Figure IV-15 [7].

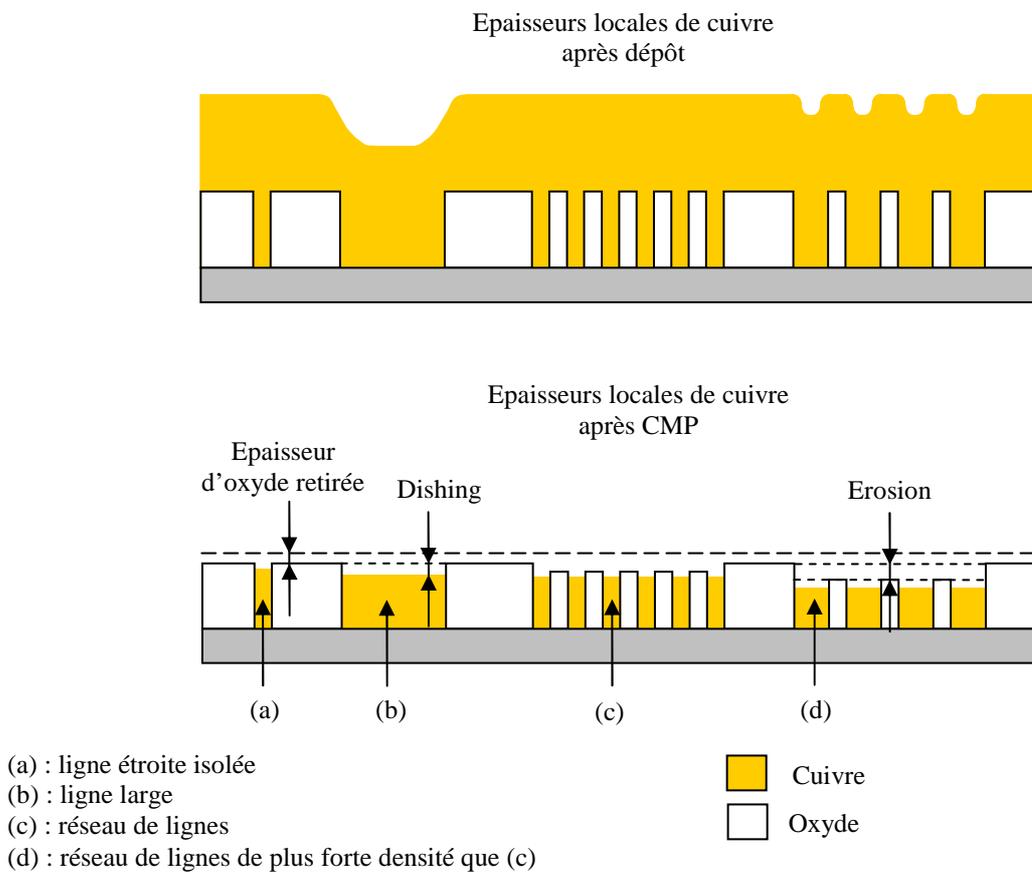


Figure IV-15. Schéma des épaisseurs locales de cuivre après électrodéposition et après l'étape de polissage mécano-chimique (CMP).

Dans le cas de nos structures serpentine, la largeur du diélectrique interligne est fixée à 0.5 µm indépendamment de la largeur de ligne. La densité de cuivre augmente donc avec la largeur de ligne. Ceci explique en partie les fortes variations d'épaisseurs observées entre les lignes les plus larges et les plus étroites.

Connaissant les dimensions de serpentins de résistance en fonction des conditions d'élaboration, les résistivités sont calculées à partir de la relation (Figure IV-16) :

$$R = \rho_l \frac{L}{hw} \quad (\text{IV-1})$$

R : résistance
 ρ_l : résistivité
 L : longueur
 h : hauteur
 w : largeur

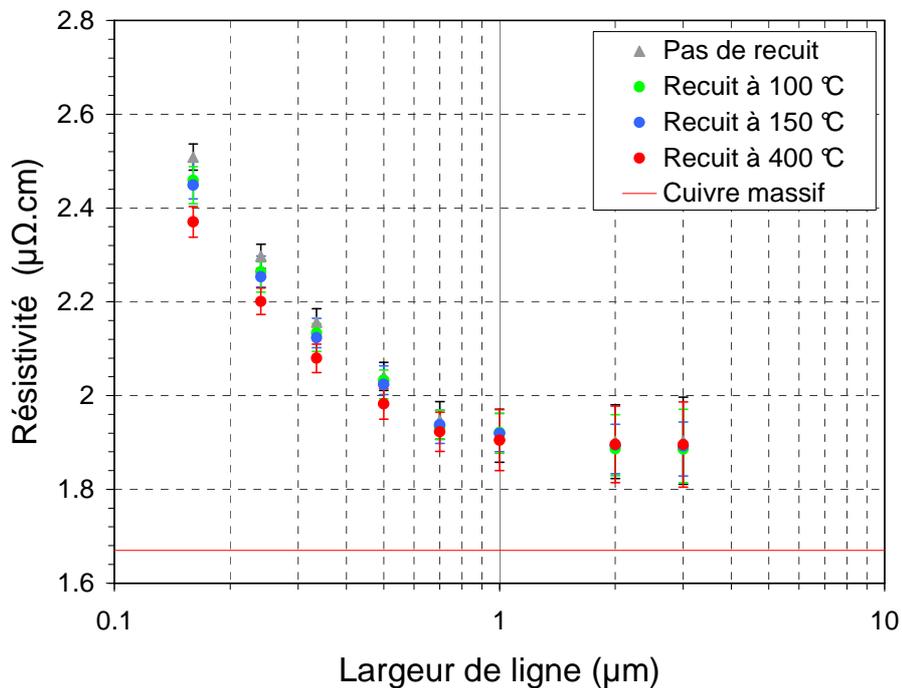


Figure IV-16. Résistivité des lignes de cuivre en fonction de la largeur pour différents recuits (données corrigées par la prise en compte de géométrie).

Indépendamment de la température de recuit, la résistivité des lignes s'accroît vers les faibles largeurs. Cette augmentation débute pour des largeurs inférieures à 1 μm. Elle est d'autant plus importante que la température de recuit est faible. Les lignes recuites à 400 °C ont les résistivités les plus faibles. Par exemple, pour les lignes de 0.16 μm de large non recuites, la résistivité est de 2.51 μΩ.cm alors qu'elle est de 2.37 μΩ.cm pour des lignes de même largeur recuites à 400 °C. Pour les lignes de 1 μm de large et plus, la résistivité est constante

quelle que soit la température de recuit. Elle est de $1.9 \mu\Omega.cm$, soit un excès de 24 % par rapport à la valeur du cuivre massif ($1.67 \mu\Omega.cm$).

L'augmentation de la résistivité avec la réduction de la largeur et de la température de recuit de lignes métalliques polycristallines est généralement attribuée :

- à la réduction de la taille moyenne de cristallites qui augmente la contribution des joints de grains,
- au confinement géométrique qui augmente la contribution des surfaces extérieures.

Sur la Figure IV-17 sont représentés l'évolution de la taille moyenne de cristallites obtenues par EBSD et l'excès de résistivité par rapport au cuivre massif en fonction de la largeur dans le cas du recuit à $400 \text{ }^\circ\text{C}$.

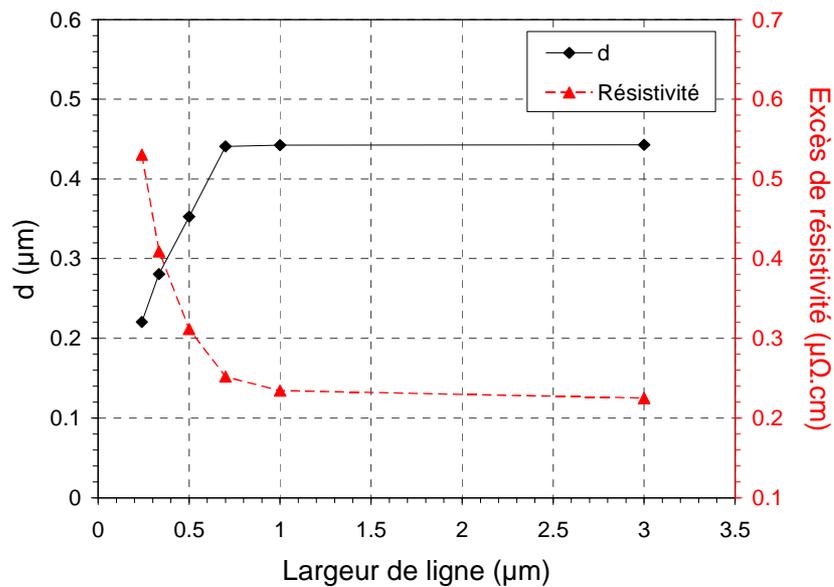


Figure IV-17. Comparaison de la taille moyenne de cristallites obtenue par EBSD et de l'excès de résistivité par rapport au cuivre massif des lignes de cuivre après un recuit à $400 \text{ }^\circ\text{C}$.

Le lien entre la diminution de la taille moyenne des cristallites et l'augmentation de la résistivité apparaît clairement (Figure IV-18).

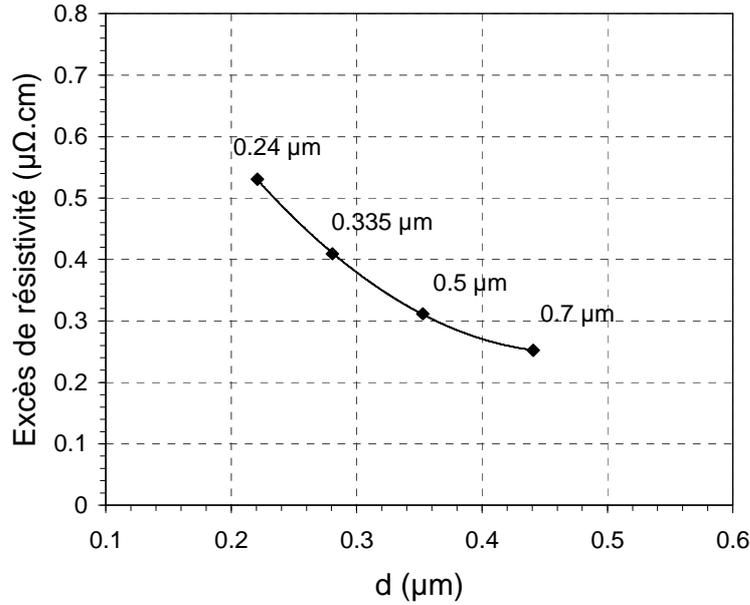


Figure IV-18. Excès de résistivité par rapport au cuivre massif en fonction de la taille moyenne de cristallites obtenue par EBSD pour des lignes de cuivre après un recuit à 400 °C.

Il est constaté que l'excès de résistivité en fonction de la taille moyenne de cristallites suit une loi parabolique.

Cependant, il est souvent omis que la taille moyenne de cristallites et les dimensions ne sont pas les seuls contributeurs à cette augmentation. En effet, la modification de la force d'interaction propre des électrons aux joints de grains et sur les surfaces extérieures peuvent également y participer. Pour étudier ces différents effets, le modèle de MS-FS est utilisé (I-24) car il permet de les découpler :

$$\rho_l = \rho_0 \left(\left[1 - \frac{3}{2}\alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln\left(1 + \frac{1}{\alpha}\right) \right]^{-1} + 0.45\lambda_0(1-p)\left(\frac{1}{h} + \frac{1}{w}\right) \right) \quad (\text{IV-2})$$

$$\alpha = \frac{\lambda_0}{d} \frac{R}{1-R} \quad (\text{IV-3})$$

Dans ce qui suit, les couples de valeurs $\{R, p\}$ caractéristiques des interactions des électrons avec les joints de grains et les surfaces extérieures sont extraits pour des lignes de différentes largeurs après un recuit à 400 °C. Les tailles moyennes de cristallites incorporées dans la

modélisation correspondent à la longueur moyenne des cristallites dans la direction longitudinale de la ligne déterminée par EBSD.

IV.4.2 Extraction des couples $\{R, p\}$ pour les lignes de cuivre recuites à 400 °C

Les couples de valeurs $\{R, p\}$ vérifiant à la fois la résistivité, la taille moyenne de cristallites et les dimensions sont extraits à partir d'une régression linéaire s'opérant avec le modèle de MS-FS dans l'hypothèse d'un cuivre pur. Le libre parcours moyen des électrons dans le cuivre λ_0 est de 39.5 nm et la résistivité du cuivre massif ρ_0 de 1.67 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$, soit un produit $\rho_0\lambda_0$ égal à $6.6\cdot 10^{-12}$ $\Omega\cdot\text{cm}^2$ [8]. La Figure IV-19 représente le coefficient de réflexion aux joints de grains R en fonction du coefficient de réflexion sur les surfaces extérieures p , les barres d'erreurs sont déduites de l'écart type sur la résistivité induit par les mesures de résistance.

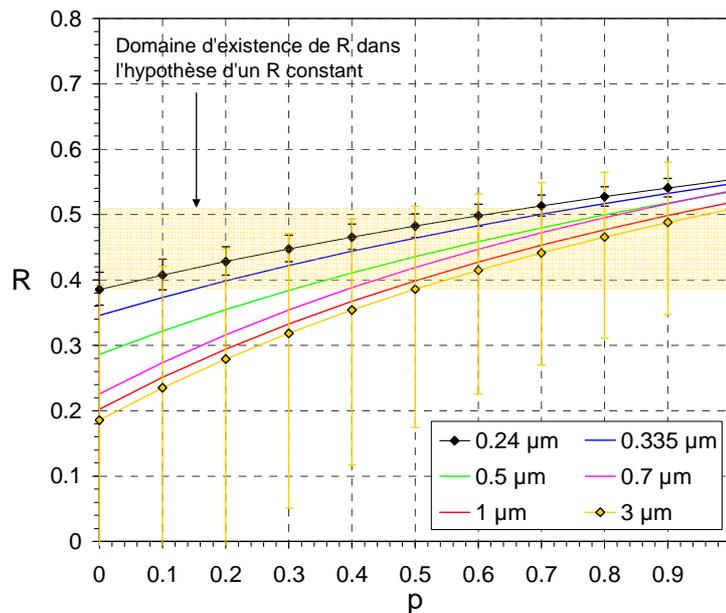


Figure IV-19. Couples de valeurs $\{R, p\}$ déterminés à partir des résistivités et des tailles moyennes de cristallites (EBSD) par le biais de la modélisation analytique de MS-FS.

Pour chaque largeur de ligne, il existe une infinité de couples de valeurs $\{R, p\}$ solutions de l'équation. Le domaine d'existence de R est restreint tandis que p peut prendre l'ensemble des valeurs de 0 à 1. Par conséquent, pour nos échantillons, la contribution des joints de grains est prépondérante par rapport à celle des surfaces extérieures.

Il est important de rappeler que R et p ne sont pas des paramètres physiquement corrélés, c'est-à-dire que la valeur de l'un n'influence en rien la valeur de l'autre. L'augmentation de R avec p sur la Figure IV-19, traduit simplement le fait qu'à résistivité, taille moyenne de cristallites et dimensions fixes, si la contribution des joints de grains est augmentée dans la modélisation par un R plus important, celle des surfaces extérieures doit diminuer impliquant un accroissement de p .

Par ailleurs, le domaine définition de R évolue avec la largeur. Pour les lignes de 3 et 1 μm , il est pratiquement identique et appartient à l'intervalle [0.18, 0.52]. Avec la réduction de la largeur, il se décale vers les fortes valeurs et diminue en amplitude. Pour les lignes de 0.24 μm de large, il est compris dans l'intervalle [0.38, 0.55].

La confrontation des résistivités et des tailles moyennes de cristallites obtenues par EBSD ne permet pas d'identifier un couple de valeur $\{R, p\}$ unique pour l'ensemble des largeurs de lignes. Ce résultat démontre que les propriétés de réflexion des électrons aux joints de grains et/ou de réflexion des surfaces extérieures varient avec les dimensions.

Par conséquent, l'augmentation de la résistivité vers les faibles largeurs est non seulement le résultat d'une diminution de la taille moyenne de cristallites et de la largeur mais également d'une modification de la force d'interaction des électrons avec les joints de grains et/ou les surfaces extérieures.

Afin d'identifier les tendances d'évolution des couples de valeurs $\{R, p\}$ en fonction de la largeur de ligne ou directement les couples de valeurs $\{R, p\}$ associés à chaque largeur de ligne, deux cas limites sont explorés et discutés sur la base d'éléments physiques :

- le premier consiste à extraire les valeurs de p dans l'hypothèse d'un effet des joints de grains constant,
- dans le second, les valeurs de R sont obtenues dans l'hypothèse d'un effet des surfaces maximisé, c'est-à-dire p égal à 0.

IV.4.3 Discussion de l'effet des surfaces extérieures : hypothèse d'un R constant

L'hypothèse d'un coefficient de réflexion aux joints de grains R constant implique de choisir un R qui existe pour chaque largeur de ligne. D'après les couples de valeurs extraits pour les différentes largeurs de ligne (Figure IV-19), R doit être compris entre 0.38 et 0.51. Il est choisi de le fixer à 0.45. Les valeurs de p obtenues pour un R de 0.45 sont données pour chaque largeur de ligne sur la Figure IV-20.

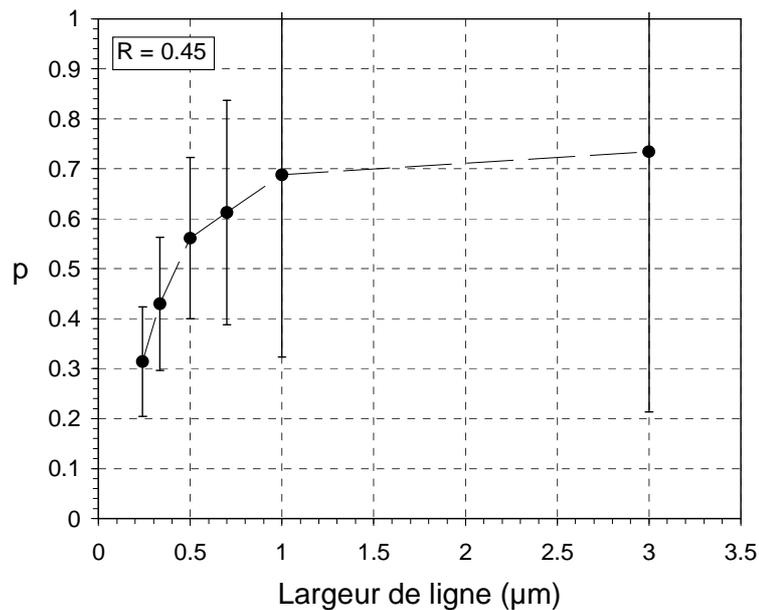


Figure IV-20. Evolution de p pour $R = 0.45$ des lignes de cuivre recuites à 400 °C.

Avec R égal à 0.45, p est constant à 0.7 pour les lignes de 3 et 1 μm puis diminue avec la réduction de la largeur. Il est de 0.31 pour les lignes de 0.24 μm de large.

Cette tendance est en accord avec l'évolution des paramètres physiques déterminant p . En effet, le coefficient de réflexion des surfaces extérieures est fonction de la rugosité de surface, de la nature et de l'épaisseur de la barrière [9].

Pour la surface supérieure, il est considéré que p est fixé essentiellement par la rugosité de surface de par son interface avec l'atmosphère ambiante (air est le meilleur isolant, $k = 1$). Celle-ci est très faible car la surface supérieure subit une étape de CMP qui l'aplanit. La contribution de la surface supérieure (libre) dans la valeur de p est donc négligée.

Dans le cas des surfaces possédant une interface avec la barrière Ta, en plus de la rugosité, p est déterminé par la proportion d'électrons transmis dans la barrière puis qui en ressortent avec une vitesse initiale nulle [10]. Pour des barrières de Ta d'épaisseur inférieures à 6 nm, p augmente avec la réduction de l'épaisseur de la barrière alors qu'il est constant pour les épaisseurs plus importantes [9].

Pour nos échantillons, l'épaisseur de la barrière de Ta est supérieure à 6 nm. En faisant l'hypothèse que la rugosité de la barrière est identique quelles que soient les dimensions, p ne peut que diminuer (Figure IV-21) ce qui concorde avec les résultats obtenus dans l'approximation d'un R constant (Figure IV-20).

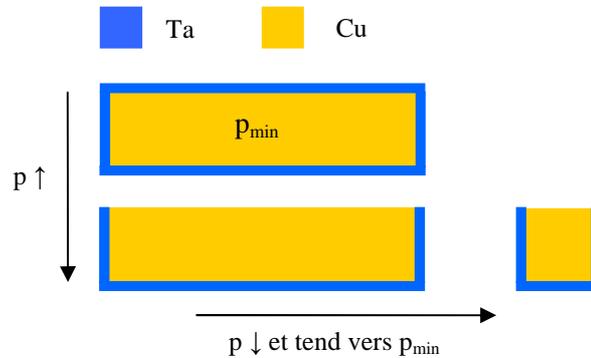


Figure IV-21. Schémas de la coupe transversale d'une ligne expliquant l'évolution de p .

Dans l'hypothèse d'un R constant de 0.45, l'augmentation de la résistivité vers les faibles largeurs s'explique par une réduction de la taille moyenne de cristallites et de la largeur de ligne mais également par un accroissement de l'interaction propre des électrons sur les surfaces extérieures (diminution de p) due à l'augmentation de la proportion de Ta sur ces dernières.

IV.4.4 Analyse des contributeurs majoritaires déterminant R : hypothèse d'un effet des surfaces extérieures maximisé

Le cas opposé est maintenant considéré, à savoir que les valeurs de R sont extraites en fonction de la largeur de ligne pour un effet des surfaces extérieures maximisé, c'est-à-dire p pris égal à 0 (Figure IV-22).

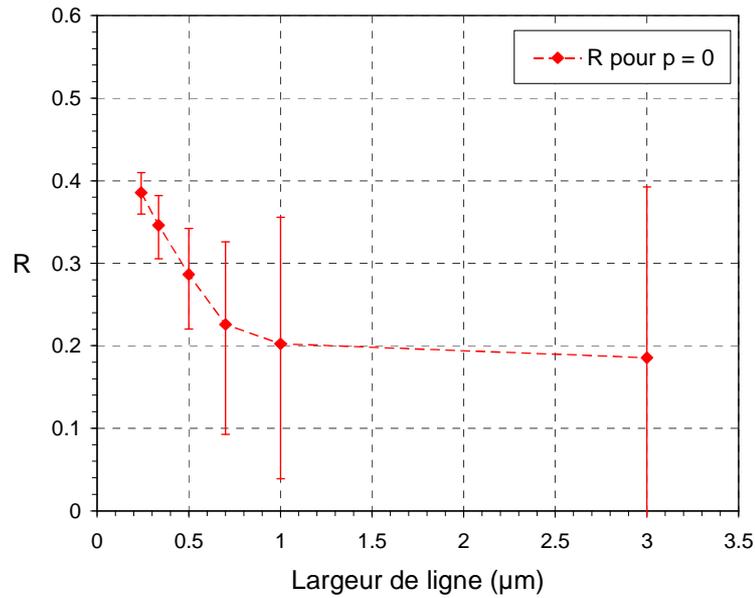


Figure IV-22. Valeurs de R des lignes de cuivre après un recuit à 400 °C pour $p = 0$.

Avec p égal à 0, R est constant à environ 0.2 pour les lignes de plus de 1 µm de large. En revanche, il augmente vers les faibles largeurs. Dans le cas des lignes de 0.24 µm de large, il est de 0.38.

Il est à noter que pour une valeur de p de 1, les valeurs de R sont plus élevées. La tendance est conservée mais elle est beaucoup moins prononcée de sorte que R est quasi constant (Figure IV-19). Dans ce cas, il appartient à l'intervalle [0.5, 0.56].

Afin de discuter de l'origine des variations R pour p égal à 0, il est important de rappeler d'une part que R qualifie la réflexion moyenne des électrons aux joints de grains, et donc la résistivité moyenne des joints de grains à travers la relation (IV-4), et d'autre part que la résistivité d'un joint de grains est fonction :

- du type de joints de grains : CSLB, LAGB, HAGB (désorientation et cohérence atomique) [11][12],
- de son inclinaison par rapport à la direction du courant [11],
- du changement d'orientation cristallographique dans le sens du courant entre les deux cristallites de part et d'autre du joint de grains [12],
- du taux d'incorporation d'impuretés [11].

$$\rho_{gb} \approx \frac{3}{2} \rho_0 \lambda_0 \left[\frac{R}{1-R} \right] \quad (\text{IV-4})$$

La valeur de R reflète donc la combinaison de différentes sources de réflexion. Chacune d'entre elles participe potentiellement à l'établissement des variations relevées en fonction de la largeur de ligne. Pour identifier les sources de réflexion contribuant majoritairement à déterminer la valeur de R , celles-ci sont confrontées séparément à l'évolution de R avec les dimensions.

Nature des joints de grains

La contribution induite par la nature des joints de grains est réduite lorsque les proportions relatives de CSLB et de LAGB augmentent (ou implicitement le taux de HAGB diminue). En effet, ils ont tous deux une résistivité de joint de grains inférieure à celle des HAGB soit : R_{LAGB} et $R_{CSLB} < R_{HAGB}$ [11][12].

Les analyses EBSD en l'état ne permettent pas de vérifier cet aspect vers les faibles épaisseurs car le taux d'indexation dans les lignes étroites de moins de 1 μm décroît avec la réduction de la largeur précisément aux joints de grains (Figure IV-7). En effet, la nature du joint de grains est identifiée à partir de la désorientation angulaire des deux réseaux cristallins situés de part et d'autre de celui-ci. Lorsque le faisceau d'électron (ou la poire de diffraction des électrons rétrodiffusés) illumine un joint de grains, le pixel analysé n'est pas indexé car le cliché de diffraction combine les bandes de Kikuchi de deux domaines cristallins ayant chacun une orientation qui lui est propre. Le nombre de joints de grains augmentant avec la diminution de la taille de cristallites, le taux de non indexation au voisinage des joints de grains s'accroît. Néanmoins, T. Muppidi *et al.* 2005 [1] observent une diminution de la densité de CSLB vers les faibles dimensions ce qui corrobore avec la variation de R obtenue. Il n'est tout de même pas exclu que ces derniers aient également un faible taux d'indexation aux joints de grains pour les faibles largeurs.

Dans notre cas, il est considéré que seules les analyses EBSD réalisées sur les lignes de 3 et 1 μm sont exploitables de ce point de vue. Les proportions relatives des différents types de joints de grains sont listées Tableau IV-3 :

w (μm)	1	3
LAGB	1.2%	1.7%
HABG	9 %	13.5%
CSLB	89.8%	84.8%
$\Sigma 3$	81.7%	76.5%
$\Sigma 9$	8.1%	8.3%

Tableau IV-3. Proportions relatives des différents types de joints de grains extraites à partir des analyses EBSD des lignes de 1 et 3 μm recuites à 400 °C.

Les proportions relatives des différents types de joints de grains des deux largeurs de lignes sont très proches. Les LAGB constituent moins de 2 % de la totalité des joints de grains. Ils sont en très faible proportion de sorte que leur contribution dans la valeur de R peut être négligée. A l'inverse, les CSLB représentent plus de 80 % des joints de grains. Leur proportion est d'environ 90 % dans les lignes de 1 μm et de 85 % dans les lignes de 3 μm . Dans l'hypothèse où R n'est fonction que des proportions des différents types de joints de grains et dans la mesure où la plupart des CSLB ont une résistance de joint de grains inférieure à celle des HAGB [11], il peut être admis que R est fixée par les proportions relatives de ces deux populations. Dans ce cas, les lignes de 1 μm doivent présenter un R égal ou légèrement inférieur à celui des lignes de 3 μm . A p égal à 0, il est d'environ 0.2 (Figure IV-22) pour ces deux largeurs de lignes. L'effet décrit est donc en accord avec les observations expérimentales.

Inclinaison des joints de grains

D'un point de vue morphologique, les analyses EBSD des serpentins de résistance montrent qu'à partir d'une largeur de 1 μm , les joints de grains deviennent traversants. Ils s'alignent perpendiculairement à la direction de la ligne et donc au sens du courant.

D'après les mesures de I. Nakamichi 1990 [11], l'inclinaison des joints de grains dans la direction du courant réduit leur résistivité car les densités surfaciques locales de dislocations (HAGB) associées à la section de conduction diminuent.

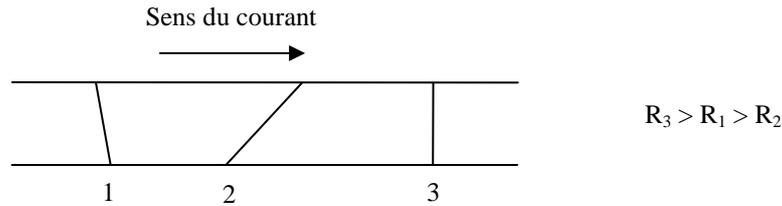


Figure IV-23. Schéma de la vue de dessus d'une ligne. Illustration de l'effet de l'inclinaison des joints de grains par rapport au sens du courant.

La contribution de cet effet est donc constante pour les lignes de 1 μm et moins, et s'accroît pour les largeurs plus importantes.

La tendance déduite par la seule prise en compte de cet effet n'est pas en accord avec l'expérience car R est constant pour les lignes de 1 et 3 μm . Dans notre cas, l'impact de l'inclinaison des joints de grains par rapport au sens du courant est très faible et ne constitue pas un contributeur majoritaire dans la détermination de R .

Deux autres contributions supplémentaires peuvent également participer à l'augmentation de R vers les faibles largeurs, il s'agit de l'effet de la texture cristallographique et de celui des impuretés.

Effet de la texture cristallographique

En ce qui concerne la texture cristallographique, l'évolution microstructurale favorise l'apparition des composantes $\{110\}$, $\{012\}$ et $\{221\}$ dans la direction longitudinale, vers les faibles largeurs (Figure IV-10).

B. Feldman *et al.* 2010 [12] démontrent par le biais de simulations atomistiques que la résistivité des joints de grains est influencée par la différence de transmission des électrons dans les cristallites situées de part et d'autre du joint de grain (transition de réseau cristallin). L'augmentation de la proportion de ces composantes contribue alors à diminuer R avec la réduction de la largeur ce qui est en désaccord avec l'augmentation de R observée expérimentalement.

Par conséquent, dans ce cas précis, la texture cristallographique n'est pas un contributeur majoritaire à la détermination de R .

Effet des Impuretés

L'augmentation de R vers les faibles largeurs peut provenir d'une proportion d'impuretés aux joints de grains plus importante. Des résultats de la littérature, basés sur des caractérisations physiques ToF-SIMS de ligne de cuivre Damascène, appuient cette l'idée [13][14]. Par exemple, W. Zhang *et al.* 2005 [13] trouvent, une concentration de chlore plus élevée dans les lignes étroites que dans les lignes larges.

Cependant, d'autres auteurs comme W. Wu *et al.* 2004 [15] soutiennent l'hypothèse inverse, à savoir un accroissement de l'incorporation d'impuretés avec la largeur. Ces derniers observent, pour des lignes d'épaisseurs 150 nm recuites à 250 °C pendant 30 s, moyennant une approche identique à celle développée ici, une diminution de R vers les faibles largeurs (de 320 à 90 nm). Dans ces travaux, les tailles moyennes de cristallites sont déterminées par images MET et la contribution des surfaces extérieures sur la résistivité est négligée ($p = 1$). Les autres paramètres de la modélisation sont identiques à ceux utilisés dans cette étude ($\lambda_0 = 39.5$ nm et $\rho_0 = 1.67 \mu\Omega.cm$). Ils trouvent que R diminue de 0.62 à environ 0.57. La variation des valeurs de R est donc faible.

Bien que la tendance soit opposée à la notre, ces valeurs sont très proches du R extrait pour p pris égal à 1 (Figure IV-19). En effet, dans ce cas R varient de 0.53 à 0.56 pour des lignes de 0.24 et 0.335 μm .

Conclusions

Dans l'hypothèse d'un effet des surfaces extérieures maximisé ($p = 0$), R augmente vers les faibles dimensions et est constant pour les lignes de 1 μm de large et plus. Son domaine de définition est [0.2, 0.38]. Deux contributeurs peuvent expliquer la tendance observée, il s'agit :

- de la réduction de la proportion de HAGB,
- d'une augmentation de la proportion d'impuretés aux joints de grains.

L'effet lié à la nature des joints de grains n'ayant pu être vérifié expérimentalement du fait de la diminution du taux d'indexation aux environs des joints de grains avec la réduction de la largeur de ligne, les résultats obtenus sur les films minces de différentes épaisseurs et recuits sont alors mis à contribution. Pour ces films minces de cuivre, les restrictions

expérimentales n'apparaissent pas. De plus, l'effet relatif à la présence d'impuretés n'intervient pas dans les films minces car elles sont en très faibles quantités suite à leurs désorptions après stabilisation à température ambiante ou recuit.

IV.4.5 Relation entre le coefficient de réflexion R et les joints de grains

Dans le cas des films minces, la modélisation de MS-FS prend la forme suivante (I-23) :

$$\rho_f = \rho_0 \left(\left[1 - \frac{3}{2} \alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln \left(1 + \frac{1}{\alpha} \right) \right]^{-1} + \frac{3}{8} \lambda_0 (1-p) \frac{1}{t_f} \right) \quad (\text{IV-5})$$

$$\alpha = \frac{\lambda_0}{d} \frac{R}{1-R} \quad (\text{IV-6})$$

Il est à noter que contrairement au terme relatif à l'effet à des joints de grains, le terme décrivant la contribution des surfaces extérieures n'est pas rigoureusement identique à celui employé pour les lignes (IV-2). Le coefficient de proportionnalité est de 0.375 pour les films et de 0.45 pour les lignes. De plus, les tailles moyennes de cristallites reportées dans le modèle ne représentent pas les mêmes grandeurs. Alors que pour les lignes, la taille moyenne de cristallites correspond à la longueur moyenne entre deux joints de grains successifs, celle des films correspond au diamètre du cercle de surface équivalente à celle du cristallite. Par conséquent, les coefficients de réflexion R des lignes et des films ne sont pas directement comparables. Par contre, la comparaison des tendances d'évolution de R avec les dimensions reste valable.

Figure IV-24 sont illustrés le surplus de résistivité par rapport au cuivre massif des films minces recuits dans à 400 °C ainsi que la contribution maximale que peuvent générer les surfaces extérieures ($p = 0$).

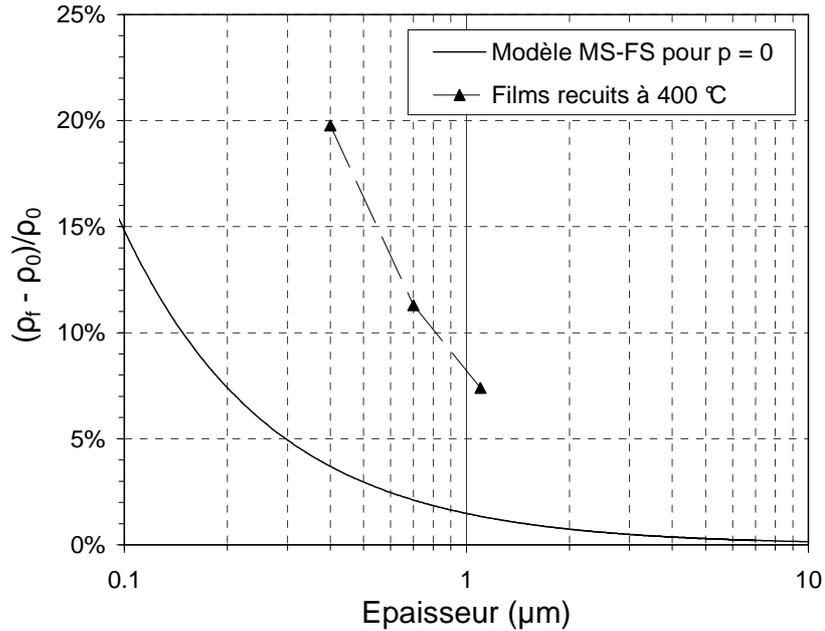


Figure IV-24. Excès de résistivité par rapport au massif des films de cuivre après un recuit à 400 °C en fonction de l'épaisseur comparée à la contribution maximale des surfaces extérieures prédite par le modèle de MS-FS ($p = 0$).

La contribution maximale des surfaces extérieures prédite par le modèle de MS-FS est largement inférieure à l'excès de résistivité par rapport au massif relevé pour les films de cuivre après un recuit à 400 °C .

Alors que la résistivité des films de 1.1 et 0.4 μm excède la valeur du cuivre massif de respectivement 7.5 et 20 %, le modèle indique une contribution des surfaces extérieures maximale de seulement 1.4 et 4 %. De ce fait, l'effet des surfaces extérieures est négligé par la suite dans la modélisation, p est pris égal à 1. Le surplus de résistivité par rapport au cuivre massif est alors attribué exclusivement à la présence de joints de grains.

Les coefficients de réflexions aux joints de grains R extraits et les tailles moyennes de cristallites sont représentés en fonction de l'épaisseur sur la Figure IV-25.

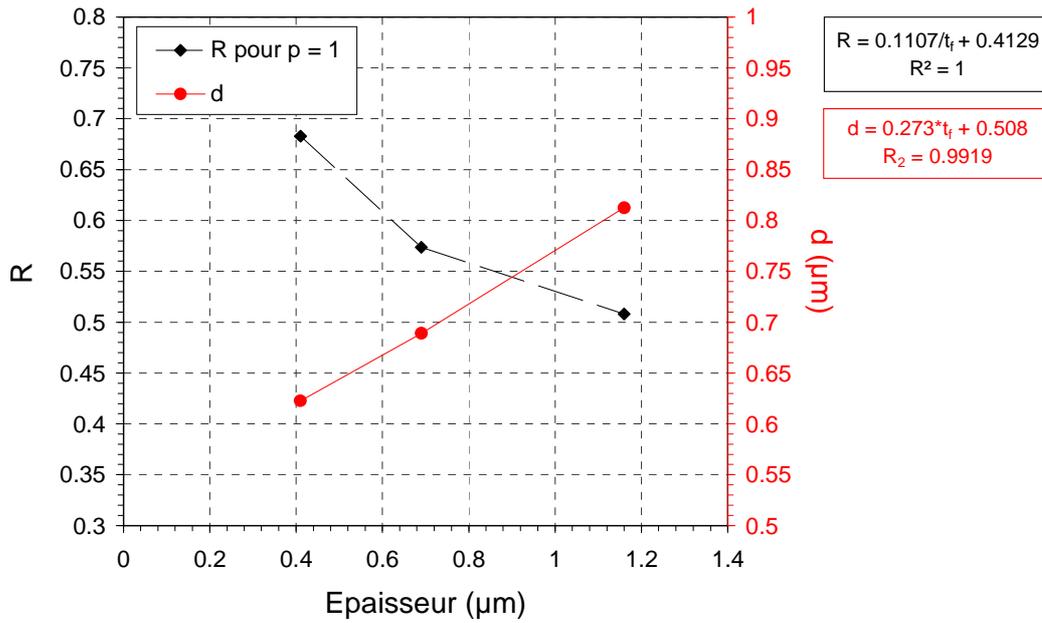


Figure IV-25. Coefficients de réflexion aux joints de grains R extraits à partir de la comparaison des tailles moyennes de cristallites (EBSD) et des résistivités des films de cuivre après un recuit à 400 °C par le biais de la modélisation analytique MS-FS ($p = 1$).

Pour les films minces de cuivre, la confrontation de la taille moyenne de cristallites et de la résistivité par le biais du modèle de MS-FS indique que R varie comme l'inverse de l'épaisseur. Alors que la taille moyenne de cristallites diminue avec la réduction de l'épaisseur, R augmente. La même tendance se retrouve pour les lignes de cuivre recuites à 400 °C (Figure IV-22).

Les variations des proportions relatives des différents types de joints de grains en fonction de l'épaisseur des films sont représentées sur la Figure IV-26.

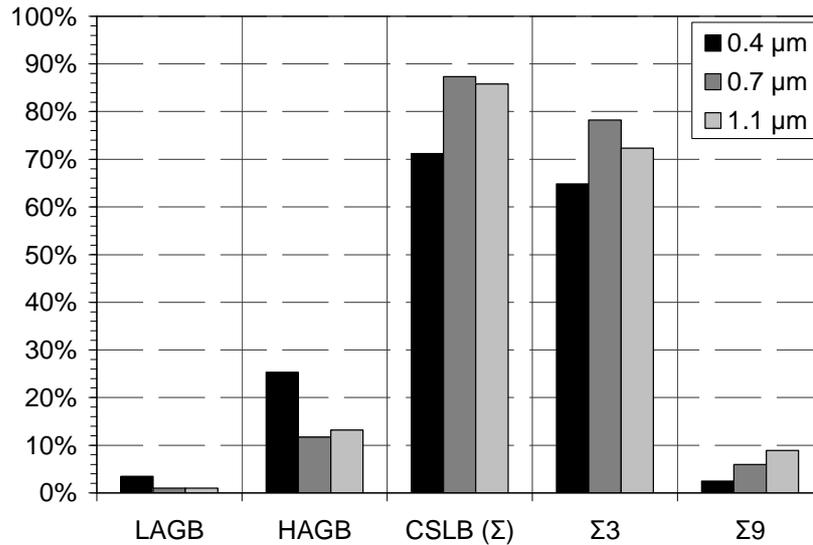


Figure IV-26. Evolution des proportions des différents types de joints de grains pour des films minces de cuivre après un recuit à 400 °C.

Comme pour les lignes de cuivre Damascène de 1 et 3 μm (Tableau IV-3), les films de cuivre sont caractérisés par une population de joints de grains majoritairement composée de CSLB de type Σ3 et d'une proportion significative de HAGB supérieure à 10 %. En ce qui concerne les LAGB, ils représentent un pourcentage très faible de la totalité des joints de grains et ne sont pas considérés par la suite.

Les populations de joints de grains évoluent fortement entre les films de 0.4 et de 0.7 μm alors qu'elles sont relativement proches pour les films de 0.7 et de 1.1 μm. La proportion de HAGB atteint 25 % dans les films de 0.4 μm. Elle constitue le double de celle des deux autres films de 0.7 et 1.1 μm. La proportion de CSLB augmente d'environ 16 % quand l'épaisseur du film augmente de 0.4 à 0.7 μm et reste constante à environ 86 % pour une épaisseur de 1.1 μm. Il est à noter que le pourcentage de Σ9 augmente avec l'épaisseur du film et que celui de Σ3 est maximal pour les films de 0.7 μm.

L'évolution de R dans les films minces de cuivre en fonction de l'épaisseur concorde alors partiellement avec les variations des proportions relatives des différents types de joints de grains illustrées Figure IV-26. En effet, pour ces films, les données expérimentales mettent en évidence qu'une forte augmentation des HAGB s'accompagne d'une augmentation de R . La diminution de R observée pour les films de 0.7 et 1.1 μm possédant des populations de

jointes de grains relativement proches tend à indiquer qu'un autre facteur intervient dans sa détermination.

Il en est conclu que pour les films minces de cuivre, le contributeur majoritaire déterminant la valeur du coefficient de réflexion des électrons aux joints de grains R est la distribution de la population de joints de grains.

Ce résultat est confirmé pour les films de cuivre de $1.1 \mu\text{m}$ recuits à différentes températures (Tableau IV-4). Bien que ces films possèdent des populations de joints de grains très proches, il est observé que le pourcentage de HAGB et R augmentent légèrement avec la température de recuit.

Recuit	21 °C	150 °C	400 °C
LAGB	0.69 %	0.72 %	1.00 %
HAGB	9.92 %	11.24 %	13.18 %
CSLB	89.40 %	88.04 %	85.82 %
$\Sigma 3$	71.72 %	70.50 %	72.34 %
$\Sigma 9$	12.41 %	12.21 %	8.88 %
R	0.47	0.48	0.51

Tableau IV-4. Proportions relatives des différents types de joints de grains et R des films de cuivre de $1.1 \mu\text{m}$ recuits à 21, 150 et 400 °C.

Les résultats obtenus sur les différents films sont donnés dans la Figure IV-27, R est alors représenté en fonction du taux de CSLB. Il apparaît alors clairement que R décroît avec la proportion relative de CSLB, excepté pour le film de $0.7 \mu\text{m}$. Cette représentation semble même indiquer une relation linéaire entre ces deux grandeurs ce qui démontre leur forte corrélation dans le cas des films minces.

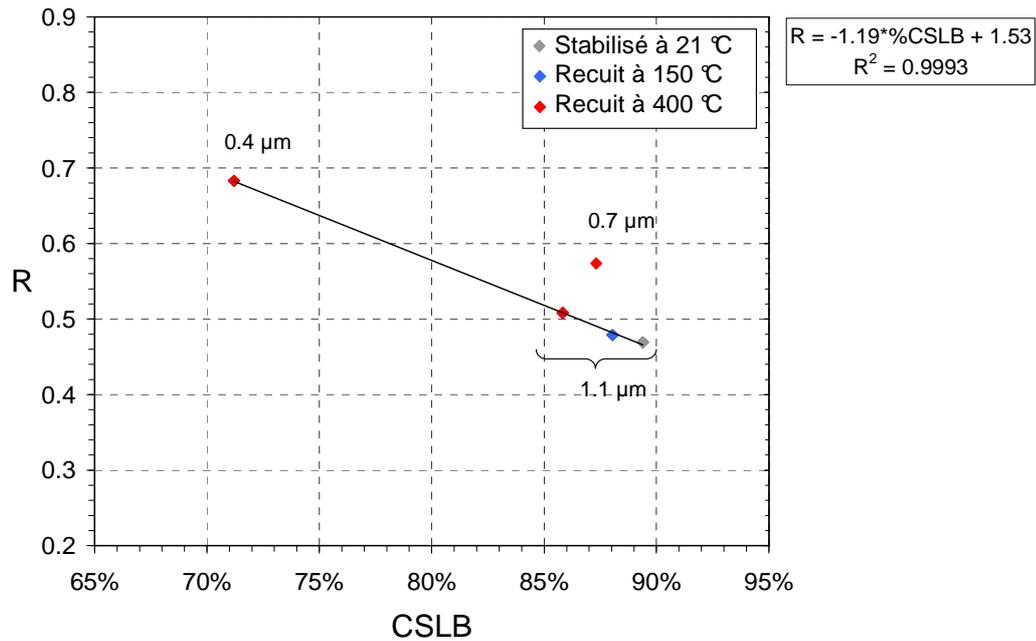


Figure IV-27. Coefficient de réflexion aux joints de grains R en fonction du pourcentage de CSLB dans le cas des films minces de cuivre.

Sur la base de ce résultat, dans l'hypothèse d'un effet des surfaces extérieures maximisé ($p = 0$), l'augmentation de R avec la réduction de la largeur de ligne peut être attribuée à une diminution de la proportion de CSLB.

IV.4.6 Détermination de la taille moyenne de cristallites à partir de la résistivité

Il vient d'être vu que pour des films minces de 1.1 µm, R diminue légèrement avec l'augmentation de la température de recuit car les populations de joints de grains varient peu. Dans l'approximation d'un R indépendant de la température de recuit pour l'ensemble des lignes de cuivre Damascène, il est alors possible d'extraire la taille moyenne de cristallites à partir de mesure de résistivité moyennant l'établissement d'une loi de variation de R en fonction de la largeur de ligne. Celle-ci est établie pour une contribution des surfaces extérieures maximisée, $p = 0$.

Figure IV-28 sont identifiées les lois de variations de R en fonction de la largeur de ligne.

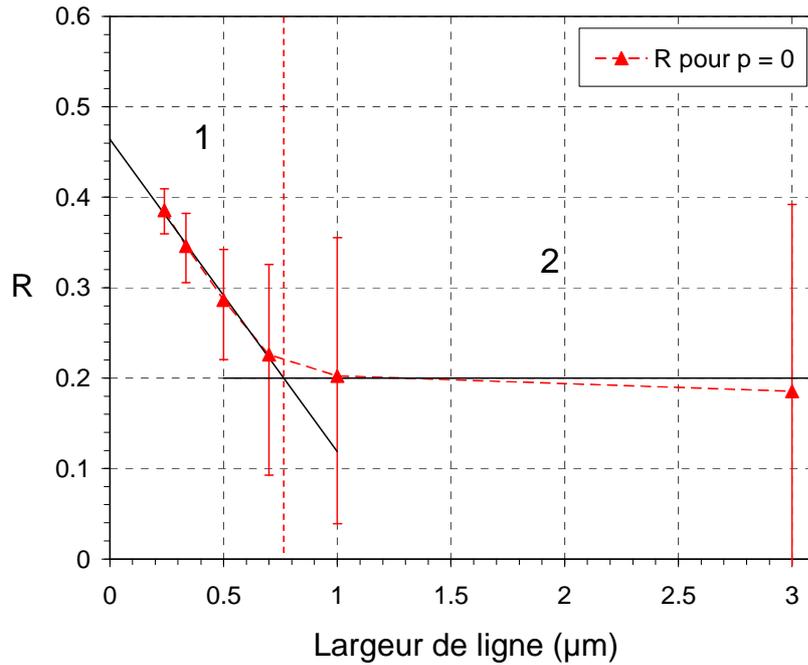


Figure IV-28. Identification de la loi de variation de R en fonction de la largeur de ligne.

La variation de R en fonction de la largeur est décrite par deux lois linéaires :

- (1) pour $w < 0.75$: $R = -0.345*w + 0.464$,
- (2) pour $w > 0.75$: $R = 0.2$.

Maintenant que p et R sont fixés, connaissant les dimensions de chaque ligne, il est possible d'extraire les tailles moyennes de cristallites.

La Figure IV-29 représente les tailles moyennes de cristallites des lignes de cuivre Damascène recuites à différentes températures extraites à partir de la résistivité.

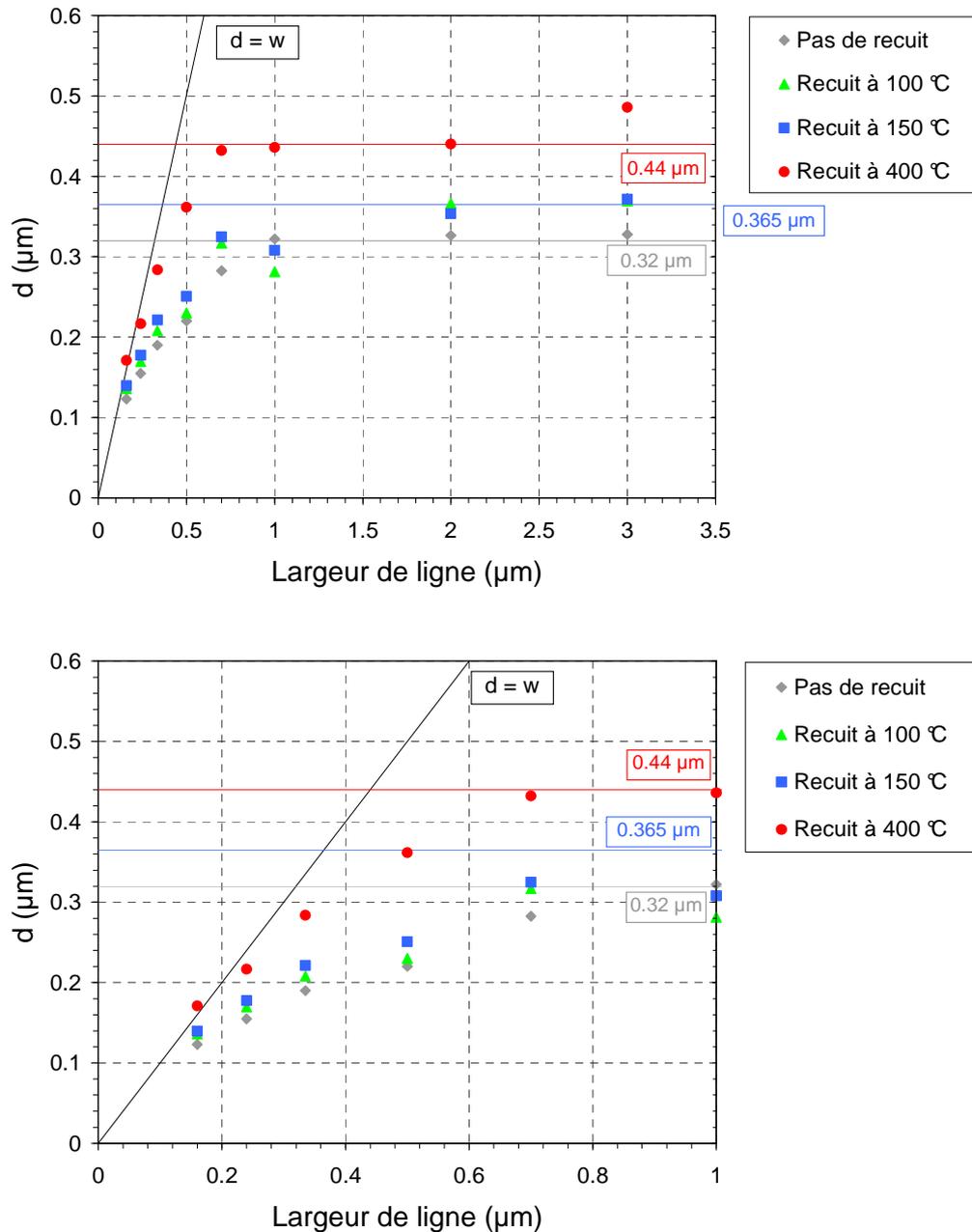


Figure IV-29. Tailles moyennes de cristallites des lignes de cuivre en fonction de la largeur extraites à partir de la résistivité.

Indépendamment de la température de recuit, la taille moyenne de cristallites stagne aux fortes largeurs et diminue fortement vers les faibles largeurs. Cette diminution de la taille moyenne de cristallites apparait à partir d'une largeur de 0.7 μm , excepté pour les lignes non recuites où elle intervient à partir de 1 μm . Pour les très faibles largeurs, la taille moyenne de cristallites tend à égaler la largeur de ligne.

Pour des lignes recuites à 400 °C de 1 µm de large et plus, la taille moyenne stagne à 0.44 µm. Elle diminue à 0.365 µm pour une température de recuit de 100 et 150 °C. La taille moyenne des lignes stabilisées à température ambiante est quand à elle de 0.32 µm. Cette tendance se conserve avec la réduction de la largeur.

La taille moyenne de cristallites augmente donc avec la température de recuit. Figure IV-30 est représentée l'augmentation de la taille moyenne de cristallites générée par un recuit en température par rapport à des lignes stabilisées à température ambiante.

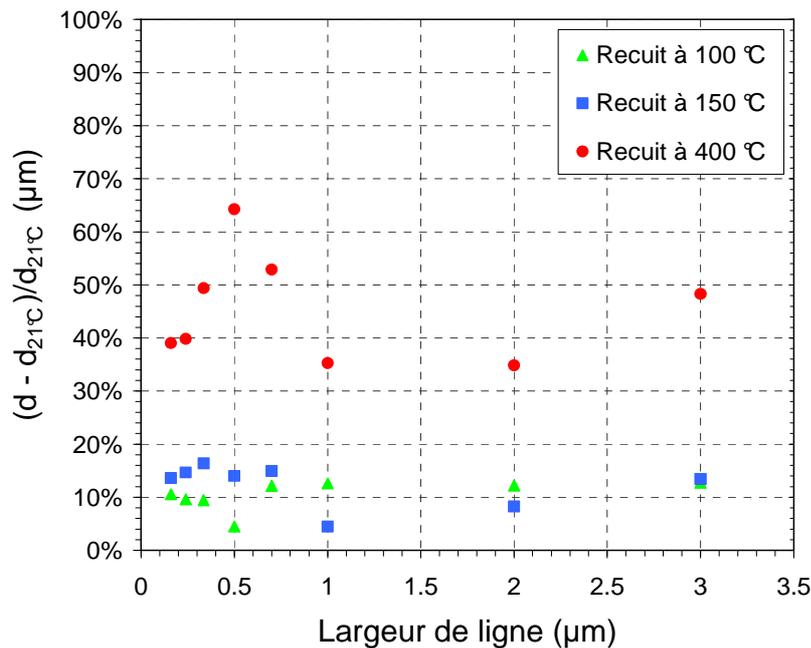


Figure IV-30. Augmentation de la taille moyenne de cristallites générée par un recuit, par rapport aux lignes stabilisées à température ambiante.

Un recuit à 100 ou 150 °C n'induit qu'une faible augmentation de taille comparée à des lignes non recuites, environ 5 à 15 %. Par contre, un recuit à 400 °C a un impact significatif sur la taille moyenne de cristallites. En effet, celle-ci augmente en moyenne de 45 %.

Les conclusions faites sur l'impact d'un recuit à partir des analyses EBSD des films de 1.1 µm se retrouvent pour les lignes. L'énergie thermique et l'énergie issue de la déformation imposée par la dilatation du substrat lors d'un recuit à 400 °C permet de surpasser les forces d'ancrage de sorte que la taille moyenne de cristallites augmente significativement.

IV.4.7 Conclusions

Dans cette section, l'évolution de la résistivité en fonction de la température de recuit et de la largeur a été étudiée. Pour les lignes de plus de 1 μm et plus, la résistivité est constante. En revanche, pour les lignes de plus faibles largeurs, elle augmente avec la diminution:

- de la largeur,
- de la température de recuit.

Dans le cas des lignes de cuivre ayant subi un recuit à 400 °C, la confrontation entre la taille moyenne de cristallites obtenue par EBSD et la résistivité démontre que l'augmentation de résistivité vers les faibles largeurs est en lien avec la réduction de la taille moyenne de cristallites.

A partir de la modélisation de MS-FS intégrant des paramètres géométriques et microstructuraux tels que la taille moyenne de cristallites (EBSD), il est établi que l'augmentation de résistivité est également le fruit d'une modification de l'interaction des électrons avec les joints de grains (R).

Pour un effet des surfaces extérieures maximisé, c'est-à-dire $p = 0$, R augmente vers les faibles largeurs. Cette augmentation retranscrit un accroissement des réflexions aux joints de grains. A partir des résultats EBSD et de la littérature, cette tendance est attribuée :

- à un taux de CSLB plus faible,
- et certainement à un taux d'impuretés plus important.

Pour isoler l'effet des joints de grains, les résultats obtenus sur les films minces ont été mis à contribution. L'effet de la nature des joints de grain est alors mis en évidence : plus le pourcentage de CSLB est important, plus R est faible. Il apparaît même une relation linéaire entre ces deux paramètres.

Il a alors établi une loi de variation de R en fonction des dimensions pour $p = 0$. Celle-ci est constituée de deux régimes linéaires. Cette loi a alors été appliquée à l'ensemble des lignes élaborées pour en extraire la taille moyenne de cristallites.

Il apparaît que pour chaque température de recuit, la taille moyenne de cristallites :

- est constante pour les largeurs supérieures à $1 \mu\text{m}$,
- diminue vers les faibles largeurs jusqu'à tendre à égaler la largeur de ligne.

De plus, la taille moyenne de cristallites est d'autant plus importante que la température de recuit est élevée. L'augmentation de taille est de 45 % pour un recuit à $400 \text{ }^\circ\text{C}$ comparé à des lignes non recuites.

IV.5 Génération des contraintes résiduelles dans les objets confinés géométriquement en cuivre électrodéposé

IV.5.1 Cas des films minces

Dans le Chapitre III, la microstructure des films de cuivre a été détaillée. Il en ressort qu'elle est complexe de par la forte hétérogénéité des tailles, des formes et des orientations cristallographiques des cristallites constituant les films. De plus, elle évolue fortement avec la température de recuit et l'épaisseur des films car les processus de croissance changent avec ces paramètres. Le comportement thermomécanique des films polycristallins étant dépendant de la microstructure, les contraintes résiduelles doivent évoluer au cours de différents stades d'élaboration.

Pour le déterminer, les contraintes résiduelles des films de cuivre sont estimées à partir de mesures de courbure et de l'équation de G. G. Stoney [16] (I-37). Les mesures de courbures sont effectuées avant et après dépôt, après stabilisation à 21 °C ainsi qu'après des recuits à 150 et 400 °C (pour un palier identique d'une durée de 20 min). Figure IV-31 sont donnés les niveaux de contrainte extraits pour les films minces de cuivre élaborés.

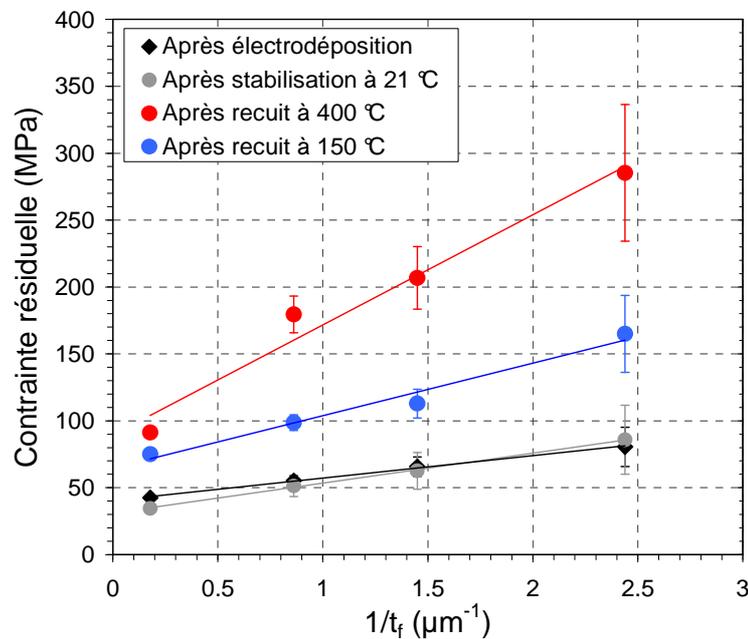


Figure IV-31. Niveaux de contraintes résiduelles des films minces de cuivre évalués à partir de mesures de courbure et de l'équation de G. G. Stoney [16].

D'une part, les films présentent une contrainte résiduelle en tension qui augmente avec la réduction de l'épaisseur t_f pour une température donnée. D'autre part, la contrainte résiduelle croît avec la température pour une épaisseur donnée.

Pour une température donnée, l'augmentation de contrainte résiduelle est inversement proportionnelle à l'épaisseur. Des résultats similaires ont été observés par R. Venkatraman *et al.* 1992 sur des films minces d'aluminium [28]. En plus de cette tendance, l'évolution du coefficient directeur de la relation affine entre la contrainte résiduelle et de l'inverse de l'épaisseur présente une dépendance linéaire avec la température de recuit (Figure IV-32), on ne considère alors que les points associés aux films stabilisés à la température ambiante et après un recuit à 150 et 400 °C.

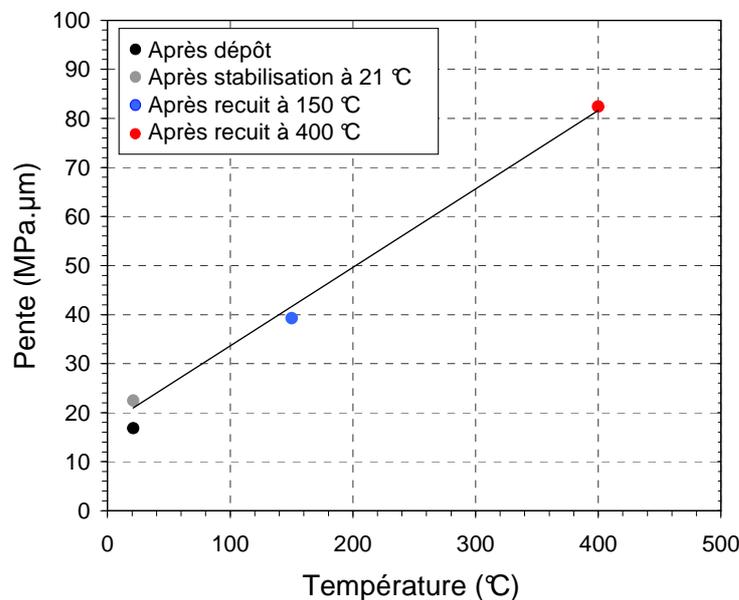


Figure IV-32. Pente de la relation affine entre la contrainte résiduelle et l'épaisseur des films minces en fonction de la température de recuit.

Par contre, la contrainte résiduelle moyenne ne varie pas entre l'état après dépôt et après stabilisation à température ambiante alors qu'il a été vu au Chapitre III que la résistivité évolue fortement.

Dans cette partie, les mécanismes de génération de contraintes résiduelles de films minces à leurs différents stades d'élaboration sont étudiés. Les niveaux de contrainte relevés sont confrontés aux données de la littérature et à des modélisations analytiques intégrant des paramètres géométriques et microstructuraux.

Sur la base de ces comparaisons et de la connaissance de la microstructure issue de l'EBSD, les mécanismes de génération de contraintes sont discutés.

a) Analyse des contraintes résiduelles après dépôt

Après dépôt, les films sont en tension et la contrainte résiduelle augmente de 40 à 80 MPa pour des épaisseurs de 5.6 et 0.4 μm (Figure IV-31). Ces résultats sont en accord avec ceux de S. H. Brongersma *et al.* 2002 [19] qui trouvent pour des films électrodéposés à température ambiante, une contrainte résiduelle après dépôt :

- en tension pour une densité de courant supérieure à 5 $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$ (cas de nos échantillons),
- en compression pour une densité de courant inférieure à 5 $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$.

Ces derniers attribuent la mise en compression des films à une incorporation d'impuretés issues du bain d'électrodéposition plus importante pour les faibles densités de courant.

L'électrodéposition s'effectuant à 21 °C, les contraintes d'origine thermique sont négligeables. Il peut alors être considéré que la mise en tension est seulement générée par la coalescence des îlots.

C. V. Thompson reporte que la microstructure des films minces après dépôt dépend fortement du rapport entre la température de dépôt et la température de fusion ainsi que des propriétés de diffusion de l'espèce à déposer dans l'environnement de dépôt [18]. Le procédé d'électrodéposition s'effectuant à température ambiante, la longueur de diffusion de cuivre dans la solution est faible. De plus, les densités de courant d'électrodéposition utilisées sont importantes et imposent un fort taux de nucléation. De ce fait, les microstructures des films de différentes épaisseurs après dépôt sont similaires à celles schématisées Figure IV-33.

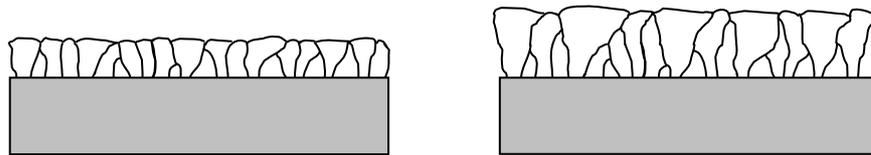


Figure IV-33. Schémas de la microstructure de films de cuivre de différentes épaisseurs après électrodéposition à température ambiante.

La formation du film s'accompagne donc du développement de cristallites de plus grandes tailles ce qui a pour effet de réduire la tension de coalescence (I-2). Cette observation corrobore avec l'augmentation de la taille moyenne de cristallites avec l'épaisseur, extraites à partir de la résistivité des films après dépôt (Chapitre III).

Il doit alors exister au sein de ces films un gradient de contraintes résiduelles dans l'épaisseur avec une tension maximale à l'interface film-substrat et une contrainte résiduelle faible en surface du film.

b) Etude de l'évolution des contraintes et de la microstructure à température ambiante

Après stabilisation à température ambiante, les mesures de courbure indiquent que la contrainte résiduelle moyenne est la même qu'après dépôt (Figure IV-31).

L'analyse par DRX en scan ($\theta - 2\theta$) d'un film de $1.1 \mu\text{m}$ montre un déplacement significatif de la position des pics de diffraction pour les familles de plans $\{200\}$ et $\{111\}$. Ces variations de position sont alors traduites en variation de déformation perpendiculaire, à partir de la relation de Bragg et du paramètre de maille libre de contrainte (Figure IV-34).

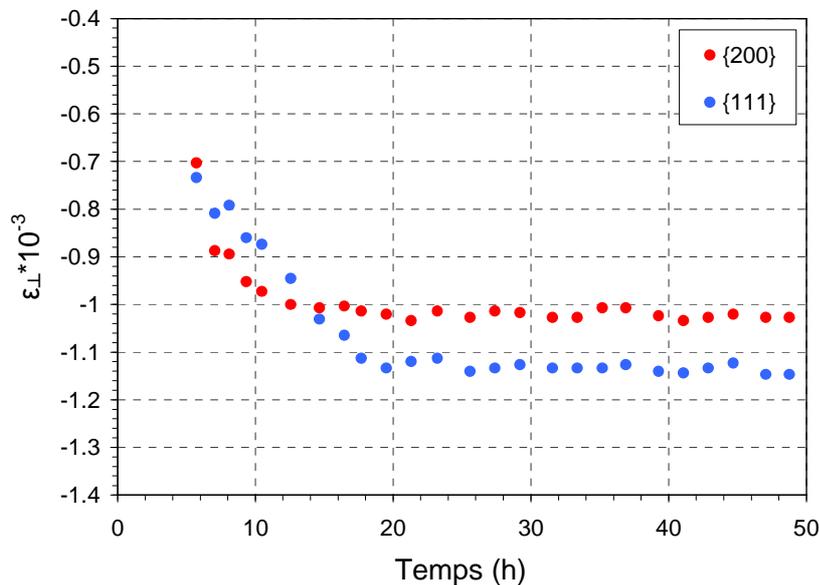


Figure IV-34. Evolution de la déformation des plans parallèles à la surface d'un film de cuivre de $1.1 \mu\text{m}$ en fonction du temps à température ambiante.

Pour les deux familles de plans diffractants, on constate une augmentation de la déformation perpendiculaire traduisant une mise en tension dans le plan du film. La variation de

déformation perpendiculaire est d'environ -0.3 % pour les cristallites {100} et de -0.4 % pour les cristallites {111}.

$$\Delta\sigma_{hkl} = -\frac{M_{hkl}}{\eta_{hkl}} \Delta\varepsilon_{\perp}^{hkl} \quad (IV-7)$$

A partir de la relation (IV-7), la variation de contrainte dans le plan est alors estimée à 24 MPa pour les cristallites {100} et à 107 MPa pour les cristallites {111}. Les propriétés élastiques utilisées sont : $M_{100} = 114.8$ GPa, $M_{111} = 261$ GPa, $\eta_{100} = 1.44$, $\eta_{111} = 0.73$ [21].

Dans l'hypothèse où la contrainte est essentiellement générée par la croissance de grains, celle-ci peut être estimée avec le modèle de P. Chaudhari (I-39) [29]. A partir de l'analyse de la résistivité d'un film de 1.1 μm , la taille moyenne de cristallites après dépôt est évaluée à 0.16 μm (Figure III-16). Après stabilisation, elle est estimée par analyse EBSD à 0.53 μm . En prenant un excès de volume de joints de grains de 1 \AA , les variations de contraintes obtenues, selon le modèle de P. Chaudhari, sont de 50 MPa pour les cristallites {100} et de 114 MPa pour les cristallites {111}. Ces niveaux de contraintes sont alors en accord avec ceux déduits de l'analyse par DRX. Cependant, ils ne peuvent être associés aux valeurs calculées à partir du déplacement de pics de diffraction. En effet, celui-ci n'est observé qu'au cours des 20 premières heures alors que le suivi de la résistance carré observée indique une évolution microstructurale sur 40 h. De plus, dans le modèle de P. Chaudhari, la taille moyenne de cristallites finale utilisée est la taille au bout de 40 h.

Le processus de croissance de grains ne peut être le seul contributeur à l'état mécanique du film. D'autres mécanismes interviennent (restauration, recristallisation, désorption d'impuretés) affectant fortement la microstructure. La contribution cumulée de ces mécanismes ne modifie pas l'état mécanique moyen, en accord avec l'absence de variation de courbure.

Ainsi, dans notre cas, l'évolution microstructurale à température ambiante s'effectue à contrainte moyenne constante.

c) Influence de la température de recuit

Au cours d'un cycle thermique, l'effet cumulé de la déformation thermo-élastique imposée par le substrat de silicium et de la température peut conduire à une évolution microstructurale et/ou un dépassement de la limite d'élasticité du film qui vont conditionner le comportement thermomécanique et donc la contrainte résiduelle.

Pour identifier les mécanismes mis en jeu dans la génération des contraintes résiduelles en fonction de la température de recuit de nos films, il est intéressant d'étudier l'évolution en température de la contrainte biaxiale d'un film de cuivre électrodéposé de 1 μm stabilisé préalablement à température ambiante reportée par S. J. Hwang *et al.* en 2008 (Figure IV-35) [20]. Au cours de ce cycle thermique, la vitesse de chauffe et de refroidissement est de 3 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, exceptée lors de la redescente pour les températures inférieures à 230 $^{\circ}\text{C}$ où la pente en température est de 0.9 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. En ce qui concerne le palier à 435 $^{\circ}\text{C}$, il est de 6h.

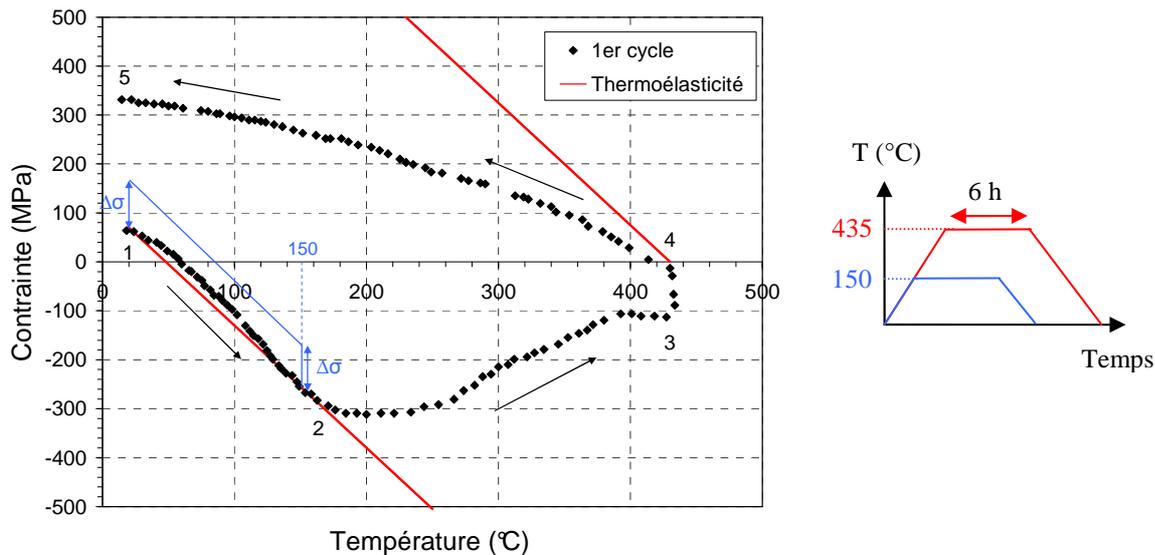


Figure IV-35. Evolution de la contrainte moyenne d'un film de cuivre électrodéposé de 1 μm au cours d'un cycle thermique estimée à partir de mesures de courbure [20].

Le comportement thermomécanique du film est complexe et irréversible. Il peut se décomposer en 4 « régimes » distincts repérés par 5 points d'inflexion.

Le point 1 représente le début du cycle thermique. Le film de cuivre est initialement en tension à température ambiante, c'est la contrainte intrinsèque. Cette contrainte est en accord avec celle de nos échantillons de 1.1 μm d'épaisseur.

De 1 à 2 : le coefficient de dilation du silicium ($3 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) étant inférieur à celui du cuivre ($16.85 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), le substrat impose une mise en compression du film de cuivre. Ainsi, avec l'augmentation de température, la tension du film de cuivre diminue dans un premier temps puis devient compressive à partir de 60 $^\circ\text{C}$. La compression augmente jusqu'à 160 $^\circ\text{C}$ pour atteindre -300 MPa. Dans cette gamme de température, le comportement du film est purement thermo-élastique.

De 2 à 3 : à partir de 160 $^\circ\text{C}$, le comportement n'est plus thermo-élastique. Avec l'augmentation de la température, la contrainte moyenne stagne dans un premier temps jusqu'à 230 $^\circ\text{C}$. La compression imposée par le substrat est alors totalement relaxée. Pour les températures plus élevées, la contrainte diminue alors que la température augmente. Ceci témoigne du fait que le film n'accomode plus seulement la contrainte thermo-élastique mais minimise sa contrainte interne.

De 3 à 4 : au cours du palier à 435 $^\circ\text{C}$ de 6 h, la contrainte continue de se relaxer jusqu'à atteindre zéro. A la fin du palier, le film est libre de contrainte. A ce stade, le système cherche simplement à minimiser sa contrainte interne pour minimiser son énergie.

De 4 à 5 : lors de la redescente, le substrat impose cette fois une mise en tension au film de cuivre. Une contrainte en tension se développe alors mais avec une pente inférieure à la variation de contrainte thermo-élastique. La relaxation qui s'opère est différente de celle lors de la chauffe aux mêmes températures.

A la fin du cycle en température au point 5, la contrainte résiduelle en tension est supérieure à la contrainte intrinsèque après dépôt.

L'évolution non-linéaire de la contrainte interne au cours de la montée en température peut être le fruit :

- d'une modification de la microstructure (restauration, recristallisation, croissance de grains),

- de mécanismes de diffusion de matière,
- de mécanismes de plasticité tels que le glissement de dislocations.

Au cours de la redescente en température, la microstructure du film est figée et n'évolue plus.

De ce fait, si lors de la redescente en température le comportement du film est thermo-élastique, la contrainte résiduelle est la somme de la contrainte à la fin du palier en température et de la contrainte thermo-élastique. La différence de contrainte entre l'état après dépôt et après recuit n'est donc que le fruit de mécanismes de relaxation de la contrainte thermo-élastique au cours de la montée en température. Dans notre cas, les films étant stabilisés à température ambiante, la taille moyenne de cristallites avant recuit est grande de sorte que la contrainte générée par la croissance est négligeable. Les mécanismes de relaxation sont alors la diffusion de matière et/ou la plasticité.

En revanche, si le comportement thermomécanique est non linéaire tout au long de la redescente en température, la contrainte résiduelle peut être estimée à partir de l'évaluation de la limite d'élasticité car aux faibles températures (en deçà de 100 °C), les seuls mécanismes de relaxation pouvant s'opérer sont des mécanismes de plasticité.

Analyse de la contrainte résiduelle des films de cuivre recuits à 150 °C

Pour les films recuits à 150 °C, la variation de contrainte entre l'état après dépôt et après recuit augmente avec la diminution de l'épaisseur. Elle est de 40 MPa pour un film de 5.6 µm et atteint 80 MPa pour un film de 0.4 µm.

Pour $\alpha_{Cu} = 16.85 \cdot 10^{-6} \text{ °C}^{-1}$ et $\alpha_{Si} = 3 \cdot 10^{-6} \text{ °C}^{-1}$, la déformation thermo-élastique maximale théorique imposée par le substrat de silicium au film de cuivre au cours d'un cycle thermique de l'ambiante à 150 °C est de 0.18 %, soit une variation de contrainte d'environ 205 MPa pour M_{100} (114.8 GPa) et de 466 MPa pour M_{111} (261 GPa) [21].

Les contraintes résiduelles après recuit sont inférieures à 200 MPa. Il est alors très probable qu'au cours de la redescente en température, la limite d'élasticité ne soit pas atteinte et qu'aucuns mécanismes de plasticité n'interviennent. Dans ces conditions, la redescente en température est thermo-élastique comme illustré sur la Figure IV-35. La variation de

contrainte résiduelle est alors attribuée aux mécanismes de relaxation s'opérant au cours de la montée en température et du palier de 20 min à 150 °C.

D'après les analyses EBSD et des résistivités des films après dépôt, après stabilisation et après un recuit à 400 °C, la taille moyenne de cristallites s'accroît avec l'épaisseur. Ceci doit être également le cas pour les films recuits à 150 °C. Avec la réduction de la taille moyenne de cristallites et de l'épaisseur, les mécanismes de diffusions (intra et intergranulaires) s'amplifie (I-38) tandis que la plasticité se restreint car la limite d'élasticité augmente ((I-40) et (I-41)).

Par conséquent, le mécanisme de relaxation prépondérant à 150 °C est la diffusion de matière aux joints de grains. La plasticité doit également intervenir mais avec une amplitude moins importante.

Analyse de l'évolution de la contrainte résiduelle en fonction de l'épaisseur des films recuits à 400 °C. Estimation de la limite d'élasticité.

La déformation thermo-élastique maximale théorique est de 0.52 % pour un cycle thermique de 400 °C à l'ambiante, soit une variation de contrainte d'environ 600 MPa pour M_{100} (114.8 GPa) et de 1370 MPa pour M_{111} (261 GPa).

Les travaux de S. J. Hwang *et al.* (Figure IV-35) [20] montrent de faibles niveaux de contraintes en compression à 400 °C pour un film de 1 µm. Ceci doit être également le cas pour les films d'autres épaisseurs. Ces observations indiquent que le comportement mécanique n'est pas thermo-élastique lors de la redescente en température. Par conséquent, les contraintes résiduelles peuvent être assimilées à la limite d'élasticité du film à température ambiante.

Pour le vérifier, les contraintes résiduelles sont comparées à un domaine de contraintes limites estimé à partir d'une modélisation analytique dans l'hypothèse de textures de fibre {100} et {111} pour lesquelles les propriétés élastiques correspondent aux valeurs extrêmes.

La limite d'élasticité est évaluée par la somme des contributions de l'épaisseur et des joints de grains décrite par le modèle de W. D. Nix (I-40) et de C. V. Thompson (I-41) :

$$\sigma_{res(400^{\circ}C)} = \sigma_{Nix} + \sigma_{gb} \quad (IV-8)$$

Ce modèle prédit une dépendance de la limite d'élasticité inversement proportionnelle à l'épaisseur et à la taille des cristallites. En l'appliquant aux films recuits à 400 °C par l'utilisation des tailles moyennes des cristallites {100} et {111} évaluées par EBSD précédemment (Chapitre III), le domaine possible de limite d'élasticité est estimé pour chaque film dans les hypothèses de textures de fibres {100} et {111}. Les paramètres utilisés sont les suivant :

$$\mu_s = 66.5 \text{ GPa}, \mu_{f100} = 49.4 \text{ GPa}, \mu_{f111} = 43.4 \text{ GPa}, \nu = 0.34, s_{100} = 0.27, s_{111} = 0.41, \phi_{111} = 70.5^\circ \text{ and } \phi_{100} = 54.7^\circ [21][22].$$

Figure IV-36 est présentée la comparaison des niveaux de contrainte résiduelle des films recuits à 400 °C et des estimations de la limite d'élasticité pour des films possédant une texture de fibre {111} et {100} à partir du modèle.

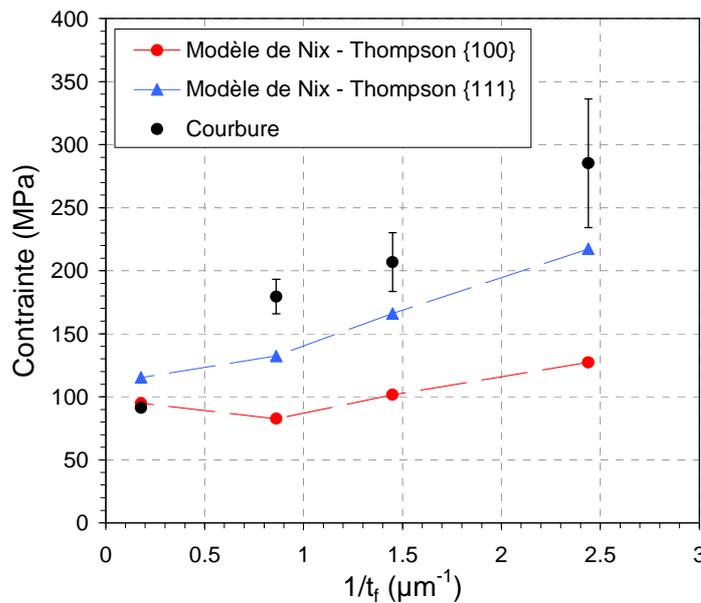


Figure IV-36. Modélisation de la contrainte résiduelle des films de cuivre recuits à 400 °C.

Pour les films d'épaisseur égale ou inférieure à 1.1 μm, bien que les contraintes limites estimées avec les tailles moyennes des cristallites {100} et {111} soient inférieures aux contraintes résiduelles, les ordres de grandeur et l'évolution de la contrainte sont en accord.

Dans cette modélisation, le matériau est considéré comme libre de tout défaut intragranulaire (dislocations). Hors, si le film plastifie au cours de la redescende en température, la densité de dislocations doit augmenter. Les niveaux de contraintes résiduelles plus élevés peuvent

alors être dus au durcissement du film au cours de la redescende en température. Un modèle plus complet intégrant cet effet a d'ailleurs été développé par V. Consonni *et al.* 2008 [23]. Il n'a pas été appliqué dans notre cas car il nécessite de connaître certains paramètres tels que la densité de dislocations initiale dont nous ne disposons pas actuellement.

En ce qui concerne les films de 5.6 μm , les cristallites n'étant pas colonnaires, le modèle n'est pas adapté et les tailles de cristallites estimées par EBSD sont très probablement sous estimées. C'est pourquoi le modèle sur estime la contrainte résiduelle.

d) Conclusions

La contrainte résiduelle des films minces de cuivre électrodéposés a été déterminée par le biais de mesures de courbure. Les tendances obtenues ont alors été mises en lien avec des mécanismes de génération de contraintes. Il en ressort que la contrainte résiduelle moyenne :

- est en tension dans tous les films,
- augmente avec la réduction de l'épaisseur,
- augmente avec la température de recuit.

Après dépôt, l'évolution microstructurale à l'origine de fortes variations de résistivité n'induit pas de changement de contraintes résiduelles moyennes. Il semble que la contribution cumulée des nombreux mécanismes intervenant ne modifie pas l'état mécanique moyen, en accord avec l'absence de variation de courbure.

Pour le recuit à 150 °C, le comportement est thermo-élastique durant la redescende en température. Les variations de contraintes résiduelles sont alors principalement attribuées à de la diffusion de matière aux joints de grains durant la montée et surtout le palier en température. Avec la réduction de l'épaisseur, la taille moyenne de cristallites diminue ce qui a pour conséquence d'augmenter la densité de joints de grains. La diffusion est alors plus prononcée induisant l'augmentation de la contrainte résiduelle.

Pour le recuit à 400 °C, le comportement est élasto-plastique durant la redescende en température. La contrainte résiduelle correspond alors à la limite d'élasticité. Avec la réduction de l'épaisseur, la taille moyenne de cristallites diminue, la limite d'élasticité

augmente car le mouvement et l'allongement des dislocations, (durcissement) est restreint. Ceci a donc pour effet d'augmenter la contrainte résiduelle moyenne.

Dans la prochaine section, les contraintes résiduelles dans les lignes de cuivre Damascène sont calculées à partir des déformations estimées avec les nano-capteurs pivotants (Chapitre II). Sur la base des mécanismes de génération de contraintes identifiés dans les films minces et des résultats microstructuraux obtenus par EBSD ainsi que par le biais de l'analyse de la résistivité, la génération de contraintes dans les lignes Damascène en fonction de la largeur et de la température de recuit sont discutés.

IV.5.2 De la déformation aux contraintes dans les lignes de cuivre Damascène

La démarche du calcul des composantes du tenseur de contrainte à partir de la déformation mesurée est d'abord exposée. Les coefficients d'élasticité représentatifs de la texture cristallographique moyenne déduite des analyses EBSD réalisées sur les réseaux de lignes de mêmes épaisseurs et largeurs que les capteurs sont ensuite déterminés. Les niveaux de contraintes résiduelles pour les différentes largeurs sont alors présentés et discutés pour les lignes recuites à 150 et 400 °C.

a) Prise en compte de l'anisotropie de comportement

Pour traduire la déformation uniaxiale suivant la direction longitudinale de la ligne (axe 1) en contrainte, la loi de Hooke généralisée est utilisée en notation de Voigt :

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ & & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ & & & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ & & & & C_{55} & C_{56} \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{aligned} \sigma_x &= \sigma_1 = C_{11}\varepsilon_1 \\ \sigma_y &= \sigma_2 = C_{12}\varepsilon_1 \\ \sigma_z &= \sigma_3 = C_{13}\varepsilon_1 \end{aligned}$$

Dans le cas isotrope, les composantes du tenseur de contrainte sont :

$$\sigma_1 = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \varepsilon_1 \quad \text{et} \quad \sigma_2 = \sigma_3 = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \varepsilon_1$$

Les analyses EBSD réalisées sur les réseaux de lignes présentées au début de ce chapitre montrent une texture cristallographique complexe (Figure IV-9 et Figure IV-10). Celle-ci est composée de nombreuses orientations ne mettant pas en évidence l'apparition d'une texture cristallographique idéale.

Ainsi, une première approximation est faite en considérant le cas isotrope.

En outre, de manière à estimer le domaine de contraintes résiduelles possibles, l'anisotropie élastique du cuivre est prise en compte à travers deux cas limites :

- une texture idéale (001)[100] qui constitue la limite basse,
- une texture idéale (111)[1-10] qui constitue la limite haute.

Pour ces deux orientations, les constantes d'élasticité dans le repère de l'échantillon sont déterminées à partir des constantes du monocristal de cuivre [21] :

$$C_{11}^{mono} = 168.4 \text{ GPa} \quad C_{12}^{mono} = 121.4 \text{ GPa} \quad C_{44}^{mono} = 75.4 \text{ GPa}$$

Dans le tableau suivant ne sont donnés que les coefficients nécessaires au calcul des composantes du tenseur de contrainte avec l'hypothèse d'une déformation uniaxiale, soit C_{11}^{ech} , C_{12}^{ech} et C_{13}^{ech} .

Unité : GPa	C_{11}^{ech}	C_{12}^{ech}	C_{13}^{ech}
Isotrope	200.1	103.1	103.1
(001)[100]	168.4	121.4	121.4
(111)[1-10]	220.3	104.1	86.8

Tableau IV-5. Composantes du tenseur de rigidité suivant le cas considéré. Pour les composantes isotropes, $E = 130 \text{ GPa}$ et $\nu = 0.34$ [21].

Figure IV-37 sont illustrées les niveaux de contraintes résiduelles obtenues pour des lignes de 0.2 μm de large recuites à 400 °C suivant les trois directions principales de l'échantillon dans le cas isotrope ainsi que le cas d'une texture idéale (001)[100] et (111)[1-10].

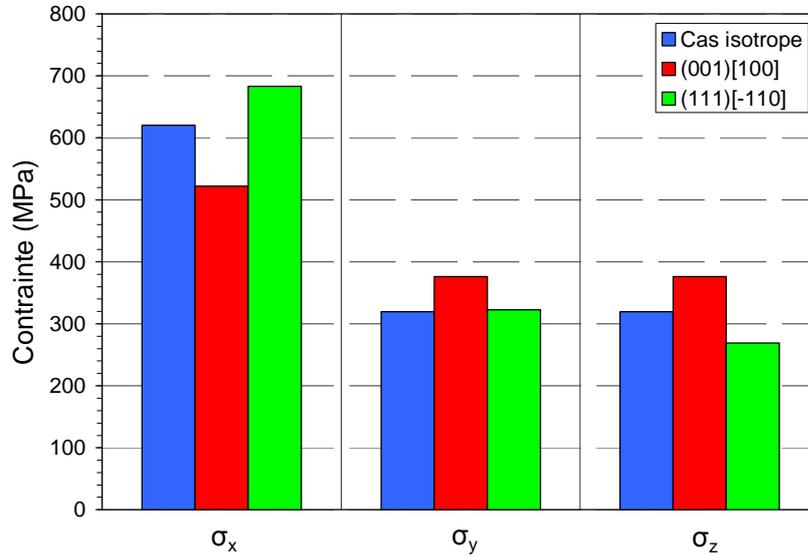


Figure IV-37. Niveaux de contraintes résiduelles d'une ligne de 0.2 μm de large après un recuit à 400 °C estimées suivant les trois directions principales de l'échantillon x, y, z dans le cas isotrope et dans le cas d'une texture cristallographique idéale (001)[100] et (111)[1-10].

Dans le cas de la texture idéale (111)[1-10], la différence de contrainte entre les directions principales de l'échantillon est la plus marquée. La contrainte résiduelle est maximale dans la direction de la ligne et est environ deux fois plus importante que dans les deux autres directions. Pour cette composante longitudinale, la contrainte résiduelle dans le cas isotrope se situe entre le cas (001)[100], correspondant à la direction de faible rigidité, et la direction idéale (111)[1-10], de rigidité plus élevée. Il est à noter une différence d'environ 30 % sur l'estimation de la contrainte longitudinale entre les deux cas anisotropes considérés. Par la suite, seule la contrainte longitudinale est traitée pour analyser l'effet de la largeur de ligne.

b) Estimation de la contrainte en fonction de la largeur

L'évolution des niveaux de contraintes résiduelles dans la direction longitudinale de la ligne en fonction de la largeur est illustrée Figure IV-38 pour un recuit à 400 °C.

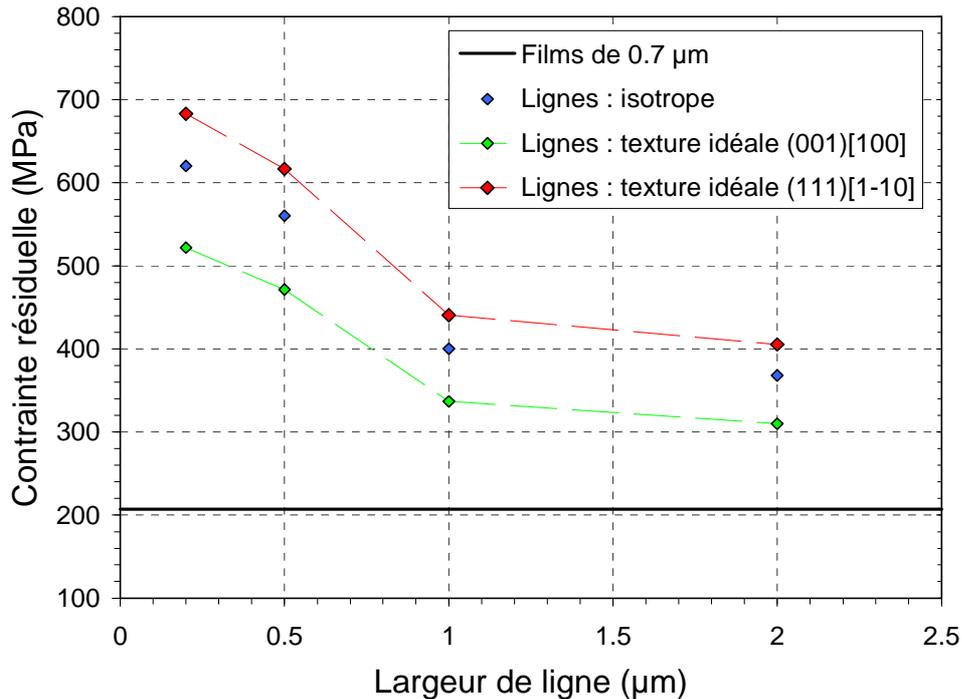


Figure IV-38. Evolution des niveaux de contraintes résiduelles longitudinales en fonction de la largeur pour des lignes de cuivre après un recuit à 400 °C estimés dans le cas isotrope et dans le cas d'une texture cristallographique idéale (001)[100] et (111)[1-10]. La contrainte résiduelle du film mince de 0.7 µm est donnée comme référence.

Comme démontré précédemment, l'effet de la texture cristalline est déterminant. Il est d'autant plus important que la déformation résiduelle est forte et donc que la largeur de ligne diminue.

Les domaines de niveaux de contraintes résiduelles estimés pour les différentes largeurs de lignes indiquent clairement une augmentation de la contrainte résiduelle avec la réduction de la largeur de ligne. Dans le cas isotrope, la contrainte résiduelle est d'environ 400 MPa pour les lignes de 1 µm et atteint les 620 MPa pour les lignes de 0.2 µm.

De plus, la tendance obtenue montre que la contrainte résiduelle des lignes de plusieurs microns de large tend vers une valeur constante, 370 MPa dans le cas isotrope. Celle-ci est largement supérieure à la contrainte résiduelle de 210 MPa, d'un film mince de 0.7 µm, épaisseur équivalente à la surépaisseur de cuivre présente lors du recuit. Bien que la comparaison du film et des lignes ne soit pas directe de par les méthodes d'extraction très différentes, ce résultat indique un fort gradient de contrainte dans l'épaisseur des films et des lignes larges.

L'augmentation de la contrainte résiduelle aux faibles largeurs est en accord avec les résultats de simulations en éléments finis de A. Baldacci *et al.* 2004 [24]. Par contre, ils sont en désaccord avec les travaux de S. Rhee *et al.* 2003 [25] qui indiquent une invariance de la contrainte résiduelle avec les dimensions. Ces derniers extraient, par DRX, une contrainte résiduelle longitudinale d'environ 700 MPa dans des lignes de 0.4, 0.6 et 1 μm de large et de 0.6 μm d'épaisseur. Cependant, ces échantillons sont différents des nôtres :

- les dimensions sont différentes,
- les lignes possèdent une couche protectrice de nitrure de silicium,
- les contraintes sont estimées au cours d'un second cycle thermique à 400 °C.

Il est alors probable que pour ces différentes largeurs, la contrainte à la température de dépôt de la couche protectrice ($\sim 350 - 400$ °C) soit peu différente [26]. De ce fait, le retour à l'ambiante conduirait donc aux mêmes contraintes résiduelles de par le comportement thermo élastique induit. Ceci tend à être confirmé par le niveau de contraintes résiduelles de 700 MPa qui est très proche de celui extrait avec les nano-capteurs de 0.2 μm de large.

Dans le cas de nos échantillons, les contraintes résiduelles se génèrent au cours du recuit lorsque la surépaisseur de cuivre est présente. Le retrait de cette surépaisseur peut modifier les niveaux de contraintes résiduelles mais ne peut changer l'évolution de la contrainte avec la largeur de ligne. En faisant l'hypothèse que la contrainte des lignes de cuivre est la même à 400 °C, l'évolution des contraintes résiduelle en fonction de la largeur de ligne est alors à associer à l'intervention de mécanismes de plasticité lors de la redescende en température. Ces mécanismes sont reliés à la variation de microstructure avec la largeur. En effet, outre la texture cristallographique qui varie, la taille moyenne des cristallites change fortement avec la réduction de la largeur. La diminution de la taille moyenne de cristallites tend à indiquer une restriction plus importante du mouvement des dislocations dans les lignes les plus étroites. Cet effet est d'autant plus renforcé par le confinement géométrique vers les faibles largeurs.

La génération des contraintes résiduelles dans les lignes de cuivre Damascène après un recuit à 400 °C est donc identique à celle qui s'opère dans les films minces.

Précédemment, il a été vu que le comportement thermomécanique des films minces varie en fonction de la température de recuit induisant des contraintes résiduelles très différentes. Ceci est maintenant étudié dans des lignes de cuivre en comparant les contraintes résiduelles après un recuit.

c) Estimation de la contrainte résiduelle en fonction de la température de recuit

La Figure IV-39 représente l'évolution de la contrainte résiduelle longitudinale moyenne de lignes de cuivre Damascène après un recuit à 150 et 400 °C extraite à partir de la déviation de nano-capteurs pivotants. Pour les deux températures de recuit, la contrainte résiduelle est calculée dans le cas d'une texture idéale (100)[001] et (111)[1-10] de manière à avoir les domaines de contraintes possibles.

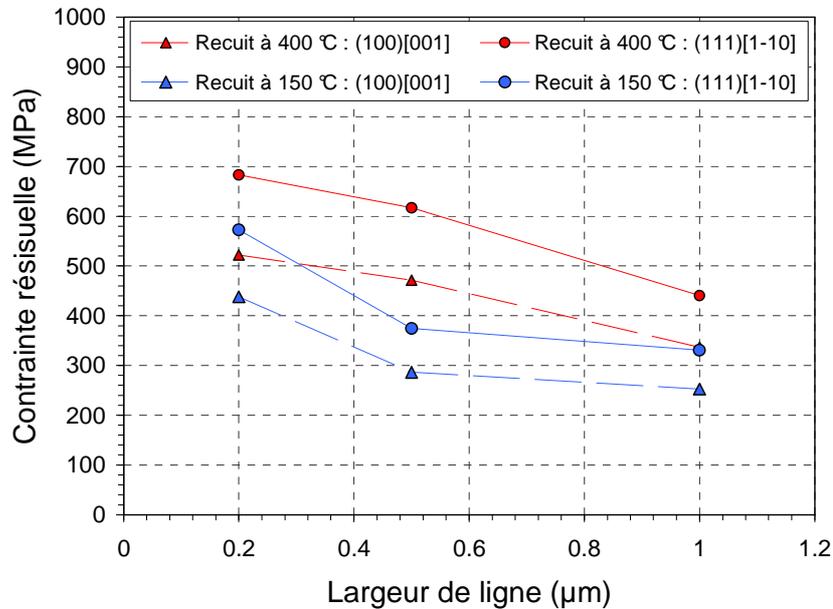


Figure IV-39. Niveaux de contrainte résiduelle longitudinale en fonction de la largeur pour des lignes de cuivre après un recuit à 150 et 400 °C es timés dans le cas isotrope et dans le cas d'une texture cristallographique idéale (001)[100] et (111)[1-10].

Les résultats obtenus montrent que pour les lignes de cuivre Damascène, la contrainte résiduelle augmente :

- avec la réduction de la largeur des lignes,
- avec l'augmentation de la température de recuit ce qui est en accord avec la littérature [27].

D'après les analyses de la résistivité des lignes, la taille moyenne de cristallites de lignes de cuivre Damascène après un recuit à 150 °C diminue avec la réduction de la largeur de lignes et est inférieure à celle des lignes après un recuit à 400 °C (Figure IV-29).

Au vu des tailles de cristallites mises en jeu et des niveaux de contraintes résiduelles extraits, il semble que lors d'un recuit à 150 °C, la redescente en température soit thermo élastique. La contrainte est alors générée lors de la montée et du palier en température par diffusion de matières aux interfaces (joints de grains et interfaces avec la barrière). La relaxation de contraintes engendrée est alors plus importante dans les lignes les plus fines.

Il est à noter que le niveau de contraintes résiduelles des lignes de 0.2 µm de large est très élevé au regard de la déformation thermo élastique maximale imposée par le substrat pour un recuit à 150 °C. En effet, la contrainte résiduelle maximale pouvant être générée est de 466 MPa en prenant M_{111} (261GPa). Ceci témoigne :

- soit d'un recouvrement des champs de contrainte amplifiant le niveau de contrainte dans la ligne et générant de la tension lors du palier en température,
- soit d'une surestimation avec le capteur.

Les résultats pour un recuit à 150 °C ayant été obtenus à partir de l'étude d'une seule série de nano-capteurs, celle-ci doit être répétée sur plusieurs séries de capteurs pour confirmation.

d) Conclusions

Dans cette section, les niveaux de contraintes dans les lignes de cuivre Damascène après un recuit à 150 et 400 °C ont été estimés par le biais des nano-capteurs embarqués. La texture cristallographique des lignes de cuivre étant complexe, un jeu de constante d'élasticité n'a pu être associé à chaque largeur de ligne. La contrainte résiduelle a alors été calculée dans le cas isotrope et dans le cas anisotrope pour deux textures idéales, (100)[001] et (111)[1-10]. La prise en compte de l'anisotropie élastique du cuivre à travers ces deux textures idéales a permis d'estimer le domaine possible de contraintes.

Les résultats obtenus ont montré que la contrainte résiduelle des lignes est supérieure à celle des films minces d'épaisseur équivalente à la surépaisseur de cuivre lors du recuit témoignant d'un fort gradient de contrainte dans les lignes larges avec le CMP.

De plus, il a été trouvé que la contrainte résiduelle longitudinale initiale augmente :

- avec la réduction de la largeur des lignes,
- avec l'augmentation de la température de recuit.

Ainsi, dans le cas des lignes de cuivre Damascène, un recuit à 150 °C génère moins de contrainte résiduelle qu'un recuit à 400 °C.

Pour une température de recuit donnée, les mécanismes de génération de contraintes dans les lignes sont les mêmes que ceux qui s'opèrent dans les films.

IV.6 Conclusions

Dans ce chapitre, la microstructure des lignes de cuivre Damascène après un recuit à 400 °C a été, en premier lieu, analysée par EBSD. Ces analyses ont permis d'identifier les mécanismes de croissance s'opérant dans les structures Damascène au cours du recuit lorsque la surépaisseur est toujours présente et de comprendre comment ceux-ci impactent la microstructure dans son ensemble (taille et forme des cristallites ainsi que la texture cristallographique). Les deux principaux mécanismes mis en jeu sont l'invasion des cristallites {100} de la surépaisseur et le développement de cristallites initialement présents dans les lignes dont l'orientation cristallographique résulte d'un compromis local entre l'énergie de surface vis-à-vis des surfaces extérieures et l'énergie de déformation dans la direction préférentielle de la ligne, ces deux mécanismes étant en compétition.

Vers les faibles largeurs, l'effet des interfaces latérales restreint l'invasion des cristallites de la surépaisseur. La microstructure est donc principalement initiée à partir des cristallites de la ligne. Il en résulte :

- un alignement des joints de grains dans la direction perpendiculaire à la direction longitudinale de la ligne,
- une diminution linéaire de la taille moyenne de cristallites,
- un changement de texture cristallographique avec notamment la diminution de la proportion de cristallites {100} suivant la normale au plan de l'échantillon.

Vers les fortes largeurs, la taille moyenne des cristallites stagne. Le processus d'invasion s'amplifie et la texture cristallographique change. Pour les lignes de 3 µm de large, la texture cristallographique est la moins marquée. Elle diffère de celle d'un film mince indiquant que même pour des lignes « très » larges (ratio $w/h > 10$) le confinement géométrique impacte la microstructure.

Sur la base de la connaissance de la microstructure des lignes recuites à 400 °C par EBSD et d'éléments de la littérature, l'augmentation de la résistivité vers les faibles largeurs de ligne a été discutée à partir de la modélisation de MS-FS. Il a été montré qu'un couple de valeur $\{R, p\}$ unique pour l'ensemble des largeurs de lignes n'est pas identifiable et que de ce fait

L'augmentation de la résistivité est le résultat d'une diminution de la taille moyenne de cristallites et de la largeur de lignes, mais également d'une variation de R et/ou de p .

Les résultats obtenus sur les films minces ont permis de mettre en évidence que la valeur de R est fixée majoritairement par la distribution des différents types de joints de grains. Dans l'hypothèse d'un effet des surfaces extérieures maximisé ($p = 0$), l'augmentation linéaire de R vers les faibles largeurs de lignes a été attribuée à une diminution de la proportion de CSLB.

Dans le but d'estimer la taille moyenne de cristallites à partir de la résistivité, une loi de variation de R en fonction de la largeur a alors été extraite. Son application à des échantillons recuits à diverses températures indique qu'un recuit à 100 ou 150 °C n'impacte pas significativement la taille moyenne de cristallites contrairement à un recuit à 400 °C. Entre 150 et 400 °C, un mécanisme s'active très probablement permettant à la pression de croissance de surpasser les forces d'ancrage induites par les surfaces latérales et de ce fait aux cristallites de croître de manière significative.

Ensuite, les mécanismes de génération de contraintes dans les milieux confinés ont été étudiés.

Des films minces recuits à différentes températures ont d'abord été analysés. Il a été trouvé que la contrainte résiduelle de ces films est en tension. D'une part, elle est inversement proportionnelle à l'épaisseur pour une température de recuit donnée. D'autre part, elle augmente avec la température de recuit pour une épaisseur de film donnée. En ce qui concerne l'évolution microstructurale à température ambiante, celle-ci s'effectue à contrainte moyenne constante. Pour un recuit à 400 °C, les contraintes résiduelles sont déterminées par les mécanismes de plasticité qui s'opèrent lors de la redescende à la température ambiante du cycle en température. L'augmentation de la contrainte vers les faibles largeurs est attribuée à une augmentation de la limite d'élasticité de par la diminution de la taille moyenne de cristallites observée par EBSD et la réduction de l'épaisseur, ces deux contributions restreignant le mouvement et l'allongement des dislocations. Dans le cas d'un recuit à 150 °C, les mécanismes à l'origine de l'augmentation de contraintes résiduelles sont tout autres. Les contraintes résiduelles sont le fruit de relaxation par diffusion de matière lors de la

montée et du palier en température. L'augmentation de la contrainte résiduelle avec la réduction de la largeur est associée à une relaxation plus importante de par la taille moyenne de cristallites et les dimensions qui diminuent.

A partir des déformations résiduelles évaluées avec les nano-capteurs pivotants et de la connaissance de la texture cristallographique, le niveau de contrainte résiduelle dans la direction longitudinale de la ligne a été estimé pour un recuit à 150 et 400 °C. La texture cristallographique des lignes étant très complexe, il n'a pu être déterminé un jeu de coefficients d'élasticité représentatif de la texture cristallographique. Dans ces conditions, les contraintes ont été calculées pour deux textures cristallographiques idéales ((100)[001] et (111)[1-10]) permettant d'obtenir le domaine de contraintes résiduelles possible pour chaque déformation.

Les résultats obtenus ont montré que la contrainte résiduelle des lignes est supérieure à celle des films minces d'épaisseur équivalente à la surépaisseur de cuivre lors du recuit témoignant d'un fort un gradient de contrainte dans les lignes larges avant le CMP.

De plus, il a été trouvé que la contrainte résiduelle longitudinale initiale augmente :

- avec la réduction de la largeur des lignes,
- avec l'augmentation de la température de recuit.

Ainsi, que ce soit dans le cas des lignes de cuivre Damascène ou dans les films minces, un recuit à 150 °C génère moins de contrainte résiduelle qu'un recuit à 400 °C.

Pour une température de recuit donnée, les mécanismes de génération de contraintes sont les mêmes dans les films et dans les lignes. Bien que les mécanismes de génération de contraintes changent avec la température de recuit, les tendances obtenues sont similaires à savoir une augmentation de la contrainte résiduelle vers les faibles dimensions. Dans le cas d'un recuit à 400 °C, cette augmentation est le fruit d'une restriction des mécanismes de relaxation de contrainte lors de la redescende à la température ambiante alors que pour un recuit à 150 °C, elle résulte d'une augmentation de la relaxation des contraintes au cours de la montée et du palier en température.

Références bibliographiques

- [1] T. Muppidi, D. P. Field, J. E. Sanchez Jr., C. Woo, “Barrier layer, geometry and alloying effects on the microstructure and texture of electroplated copper thin films and damascene lines”, *Thin Solid Films* 471, 63 – 70, 2005.
- [2] V. Carreau, S. Maîtrejean, M. Verdier, Y. Bréchet, A. Roule, A. Toffoli, V. Delaye, G. Passemard, “Evolution of Cu microstructure and resistivity during thermal treatment of damascene line: Influence of line width and temperature”, *Micro. Engi.* 84, 2723 – 2728, 2007.
- [3] J. M. Zhang, F. Ma, K. W. Xu, “Calculation of the surface energy of FCC metals with modified embedded-atom method”, *Appl. Surf. Sci.* 229, 34 – 42, 2004.
- [4] V. Carreau, S. Maîtrejean, M. Verdier, Y. Bréchet, D. Bouchu, G. Passemard, “Cu grain growth in interconnects trenches – Experimental characterization of the overburden effect”, *Micro. Engi.* 85 (10), 2133 – 2136, 2008.
- [5] D. Weygand, M. Verdier, J. Lepinoux. “Grain growth in Damascene interconnects”, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 16 (6), 17, 2009.
- [6] K. Smekalin, Q. T. Jiang, “Impact of Low-Temperature Anneals of Electroplated Copper Films on Copper CMP Removal Rates”, *Mat. Res. Soc. Symposium Proceedings*, 1999.
- [7] J. T. Pan, P. Li, K. Wijekoon, S. Tsai, F. Redeker, “Copper CMP Integration and Time Dependant Pattern Effect”, *IEEE In. Interconnect Technology Conference*, 164 – 166, 1999.
- [8] A. F. Mayadas and M. Shatzkes, “Electrical-Resistivity Model for Polycrystalline films: the Case of Arbitrary Reflexion at External Surfaces”, *Phys. Rev. B* 1 (4), 1382 – 1389, 1970.
- [9] S. M. Rossnagel, K. S. Kuan, “Alteration of Cu conductivity in the size effect regime”, *J. Vac. Sci. Technol. B* 22 (1), 240 – 247, 2004.
- [10] B. Feldman, R. Deng, S. T. Dunham, “Calculation of Cu/Ta interface electron transmission and effect on conductivity in nanoscale interconnect technology”, *Appl. Phys. Lett.* 95, 222101, 2009.
- [11] I. Nakamichi, “The Electrical Resistivity due to Grain Boundary and the boundary structure”, *J. Sci. Hiroshima Univ.* 54 (1), 49 – 84, 1990.
- [12] B. Feldman, S. Park, M. Haverty, S. Shankar, S. T. Dunham, “Simulation of grain boundary effects on electronic transport in metals, and detailed causes of scattering”, *physica status solidi (b)* 247 (7), 1791 – 1796, 2010.
- [13] W. Zhang, S. H. Brongersma, N. Heylen, G. Beyer, W. Vandervorst and K. Maex, “Geometry Effect on Impurity Incorporation and Grain Growth in Narrow Copper Lines”, *J. Electrochem. Soc.* 152 (12), C832 – C837, 2005.
- [14] J. P. Barnes, V. Carreau, S. Maîtrejean, “TOF-SIMS imaging of Cl at Cu grain boundaries in interconnects for microelectronics”, *Appl. Surf. Science* 255 (4), 1564 – 1568, 2008.
- [15] W. Wu, S. H. Brongersma, M. Van Hove, K. Maex, “Influence of surface and grain-boundary scattering on the resistivity of copper in reduced dimensions” , *App. Phys. Lett.* 84, 2838 – 2840, 2004.
- [16] G. G. Stoney, “The tension of metallic films deposited by electrolysis”, *Proc. R. Soc. London Ser. A* 82, 172, 1909.

- [17] D. W. Hoffman, “*Stresses in thin films: The relevance on grain boundaries an impurities*”, Thin Solid Films 34, 185 – 190, 1976.
- [18] C. V. Thompson, R. Carel, “*Stress and Grain Growth in Thin Films*”, J. Mech. Phys. Solids 44 (5), 657 – 673, 1996.
- [19] S. H. Brongersma, E. Kerr, I. Vervoort, A. Saerens, K. Maex, “*Grain growth, stress, and impurities in electroplated copper*”, J. Mater. Res. 17 (3), 582 – 589, 2002.
- [20] S. J. Hwang, Y. C. Joo, J. Koike, “*Stress relaxation during isothermal annealing in electroplated Cu films*”, Thin Solid Films 516 (21), 7588 – 7594, 2008.
- [21] L. B. Freund and S. Suresh, “*Thin Film Materials: Stress, Defect formation and Surface Evolution*”, Cambridge, version 2009.
- [22] A. Wikström, M. Nygård, “*Anisotropy and texture in thin copper films—an elastoplastic analysis*”, Acta Mater. 50, 857 – 870, 2002.
- [23] V. Consonni, G. Feuillet, P. Gergaud, “*The flow stress in polycrystalline films: Dimensional constraints and strengthening effects*”, Acta Mater. 56, 6087 – 6096, 2008.
- [24] A. Baldacci, C. Rivero, P. Gergaud, M. Grégoire, O. Sicardy, O. Bostrom, P. Boivin, J. S. Micha, O. Thomas, “*Stresses in copper blanket films and damascene lines : Measurements and Finite Element Analysis*”, ESSDERC, 105 – 108 , 2004.
- [25] S. Rhee, Y. Du, P. S. Ho, “*Thermal stress characteristics of Cu/oxide and Cu/low k submicron interconnect structures*”, J. Appl. Phys. 93 (7), 3926 – 3933, 2003.
- [26] M. J. Kobrinsky, C. V. Thompson, M. E. Gross, “*Diffusionnal creep in damascene Cu lines*”, J. Appl. Phys. 89 (1), 91 – 98, 2001.
- [27] P. R. Besser, E. Zschech, W. Blum, D. Winter, R. Ortega, S. Rose, M. Herrick, M. Gall, S. Thrasher, M. Tiner, B. Baker, G. Braeckelmann, L. Zhao, C. Simpson, C. Capasso, H. Kawasaki, E. Weitzman, “*Microstructural Characterization of Inlaid Copper Interconnect Lines*”, J. Elec. Mat. 30 (4), 320 – 330, 2001.
- [28] R. Venkatabran and J. C. Bravman, “*Separation of film thickness and grain boundary strengthening effects in Al thin films on Si*”, J. Mater. Res 7, 2040 – 2048, 1992.
- [29] P. Chaudhari, “*Grain growth and stress relief in thin films*”, Jour. Vac. Sci. Tech 9, 520 – 522, 1972.

Synthèse des résultats

Extraction d'une loi de comportement

Le cœur de ce travail de thèse a porté sur la compréhension des mécanismes de génération de contraintes mécaniques mis en jeu dans les objets confinés géométriquement, et l'identification des différentes contributions déterminant la résistivité de ces mêmes objets.

Les résultats obtenus au cours des différents chapitres ont alors permis d'extraire les dépendances entre :

- les grandeurs de sortie (issues de la mesure) que sont la résistivité et la contrainte résiduelle,
- et les grandeurs d'entrée (imposées au système) que sont les dimensions, les conditions de procédés (ex : température de recuit, ...).

Le lien explicite à l'origine de ces dépendances a été établi à partir d'une exploration détaillée de la microstructure. La relation microstructure/procédés/dimensions a alors été identifiée rendant possible la compréhension des couplages mis en jeu entre la microstructure et la contrainte d'une part, et la microstructure et la résistivité, d'autre part. Ces couplages ont été analysés à travers différentes grandeurs implicites et pertinentes telles que :

- **d'un point de vue microstructural** : la taille moyenne de cristallites, la texture cristallographique, les populations de joints de grains (désorientation et cohérence atomique),
- **d'un point de vue électrique** : la diffusion des électrons aux joints de grains et aux surfaces extérieures exprimées respectivement par les paramètres de réflexions R et p dans le modèle de MS-FS,
- **d'un point de vue mécanique** : la limite d'élasticité, la vitesse de relaxation par diffusion, le module biaxial ou les coefficients d'élasticité anisotropes de la matrice de rigidité.

Sur la base des connaissances acquises, nous sommes maintenant en mesure de formuler la loi de comportement décrivant la résistivité en fonction de la contrainte résiduelle pour les films minces et les lignes de cuivre Damascène afin d'apporter des éléments de réponse à la problématique initiale.

1 Synthèse des dépendances locales

Relation microstructure/procédés/dimensions

D'un point de vue microstructural, la taille moyenne de cristallites diminue avec :

- le confinement géométrique, c'est-à-dire la réduction des dimensions (épaisseur et largeur),
- la réduction de la température de recuit.

La proportion de CSLB diminue avec la réduction des dimensions mais est indépendante de la température dans une gamme allant de l'ambiante à 400 °C.

Dans le cas des films minces, la texture cristallographique après stabilisation à l'ambiante est composée de nombreuses orientations. Vers les faibles épaisseurs ou les températures supérieures à 150 °C, la composante cristallographique {100} associée à la minimisation de l'énergie de déformation se renforce et devient majoritaire.

Dans le cas des lignes Damascène, la texture cristallographique est différente de celle d'un film mince mais reste aussi complexe. Elle résulte à la fois du développement de cristallites initialement présents dans la ligne et de cristallites de la surépaisseur envahissant la ligne. Pour les lignes les plus fines, le confinement géométrique implique des forces d'ancrage des joints de grains plus importantes restreignant le développement dans les lignes de cristallites de la surépaisseur. La composante {100} associée aux cristallites de la surépaisseur diminue.

Relation entre la microstructure et la résistivité

D'un point de vue électrique, la résistivité augmente avec :

- la réduction des dimensions,
- la réduction de la taille moyenne de cristallites,
- la réduction de la probabilité de réflexions des électrons sur les surfaces extérieures p ,
- l'augmentation de la probabilité de réflexions aux joints de grains R .

Dans notre cas, l'accroissement de résistivité vers les faibles dimensions est associé, en plus d'un effet du confinement géométrique, à une diminution de la taille moyenne de cristallites

mais également à une augmentation de R en lien avec une diminution de la proportion de CSLB (à p constant). La résistivité de joints de grains des CSLB est inférieure à celle des HAGB de par leur cohérence atomique plus élevée.

Relation entre la microstructure et la contrainte mécanique

D'un point de vue mécanique, la contrainte résiduelle moyenne augmente avec :

- la réduction des dimensions,
- la température de recuit, excepté dans le cas de l'évolution microstructurale à température ambiante (*self-annealing*) qui s'effectue à contrainte moyenne constante.

Pour un recuit à 150 °C, la redescente en température est purement élastique. L'augmentation de la contrainte résiduelle est principalement attribuée à une augmentation de la relaxation par diffusion de matière aux interfaces (joints de grains, surfaces extérieures) lors de la montée et du palier à température constante. Ce processus s'amplifie avec la réduction des dimensions et de la taille moyenne de cristallites.

Pour un recuit à 400 °C, la contrainte résiduelle est générée lors de la redescente en température. L'augmentation de contrainte résiduelle est alors corrélée à une augmentation de la limite d'élasticité en lien avec la diminution de la taille moyenne de cristallites et des dimensions restreignant le mouvement et l'allongement des dislocations.

2 Lois de comportement : résistivité en fonction de la contrainte résiduelle

Cas des films minces

Dans un premier temps, une seule condition expérimentale est présentée.

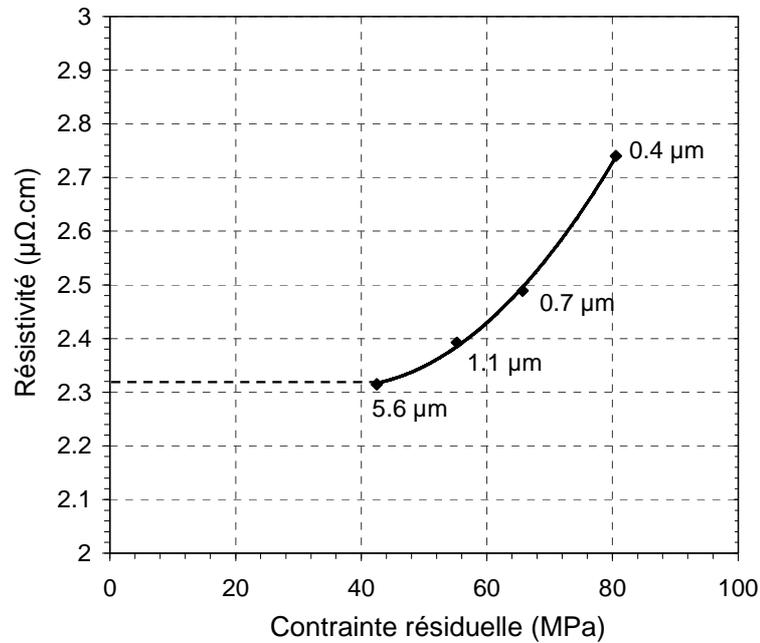


Figure 6. Résistivité des films minces de cuivre après dépôt en fonction de la contrainte résiduelle moyenne.

Une augmentation de la résistivité est observée en concordance avec une augmentation de la contrainte résiduelle correspondant à la diminution de l'épaisseur (Figure 6).

Sur la base des quatre épaisseurs étudiées, une relation parabolique se dégage entre la résistivité et la contrainte résiduelle. Il peut être déduit de cette courbe les tendances suivantes :

- un palier de résistivité est atteint pour les fortes épaisseurs (partie gauche de la courbe) en accord avec l'apparition d'un régime de dépôt de type *bulk* et une influence de la couche de nucléation PVD ne se faisant plus ressentir.

- pour les épaisseurs plus faibles, une forte augmentation de résistivité est associée à une faible augmentation de contrainte résiduelle.

Les résultats obtenus avec les autres conditions de recuit sont alors comparés sur la Figure 7.

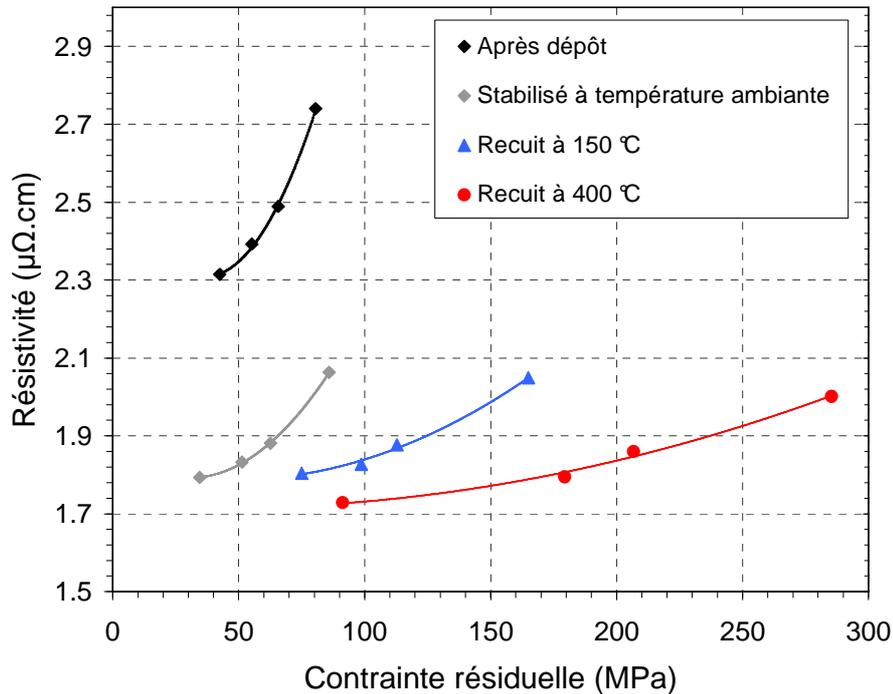


Figure 7. Résistivité des films minces de cuivre pour les différentes conditions en fonction de la contrainte résiduelle moyenne (régression parabolique).

Cette représentation synthétise l'ensemble des informations, les conclusions sont les suivantes :

- la stabilisation à température ambiante conduit à une diminution importante de la résistivité des films alors que le niveau des contraintes résiduelles moyennes reste pratiquement inchangé se traduisant par un déplacement des résultats de mesures sur l'axe des résistivités uniquement, du haut vers le bas.

- après dépôt, les recuits du cuivre ont comme conséquence une augmentation de la contrainte résiduelle moyenne. L'écart de contrainte résiduelle entre deux épaisseurs est exacerbé par des recuits à plus haute température (« la parabole s'aplanit »). Par ailleurs, les films restent dans les mêmes niveaux de résistivité. Il apparaît un déplacement des mesures sur l'axe des contraintes résiduelles uniquement, de la gauche vers la droite.

Ces résultats peuvent aussi être présentés sous la forme d'un graphique 3D dont les axes sont la contrainte résiduelle, l'épaisseur et la résistivité (Figure 8).

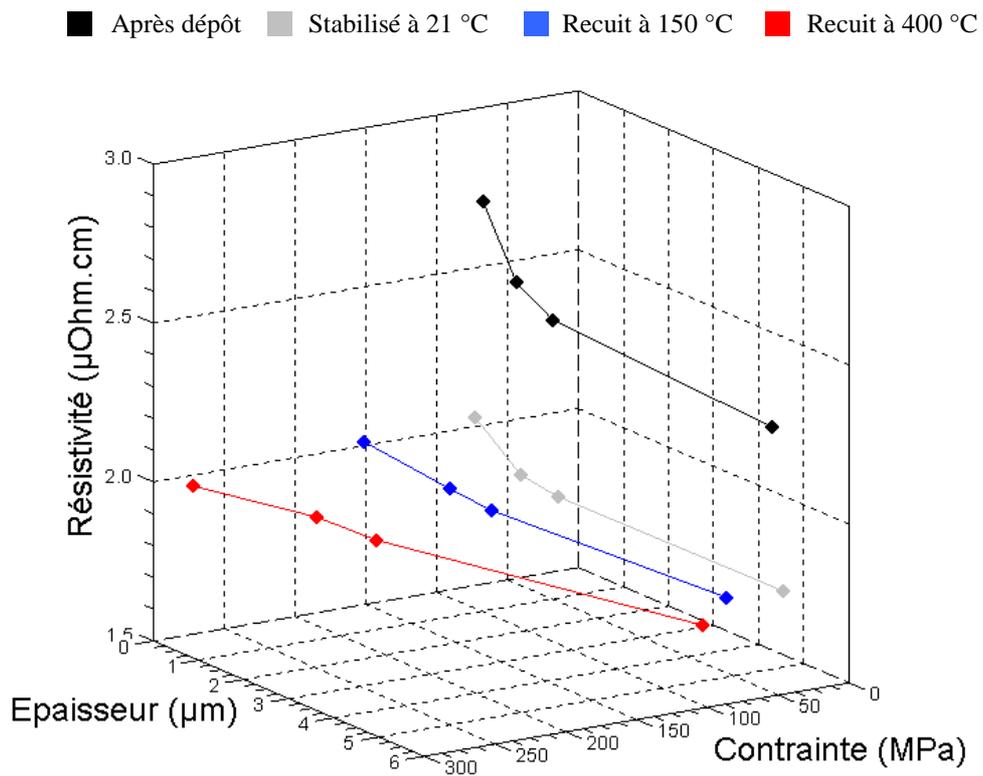


Figure 8. Représentation 3D de la contrainte et de la résistivité en fonction de l'épaisseur des films minces.

Cas des lignes

La Figure 9 représente la résistivité des lignes de cuivre Damascène en fonction de la contrainte résiduelle calculée dans l'hypothèse d'un cuivre aux propriétés élastiques isotropes.

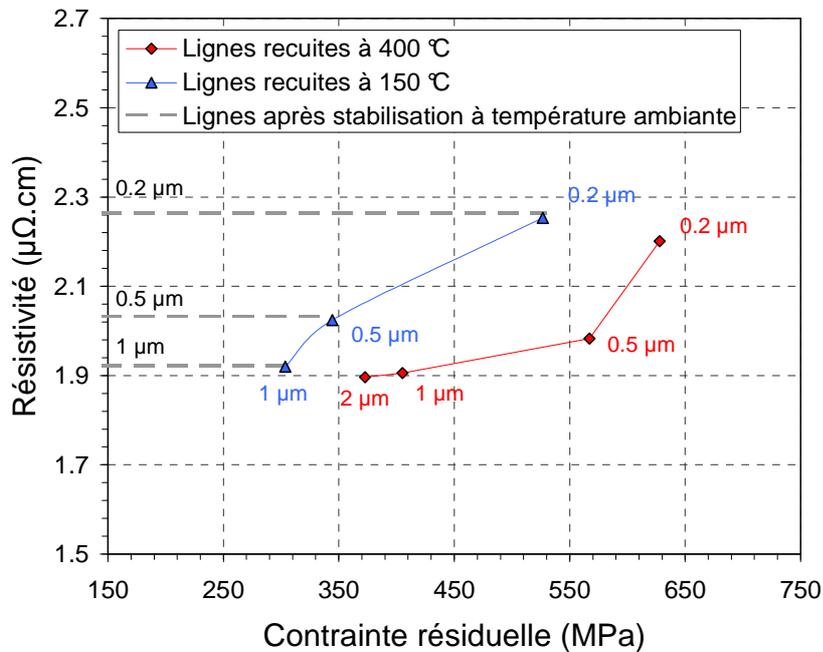


Figure 9. Résistivité des lignes de cuivre Damascène pour les différentes conditions de recuit en fonction de la contrainte résiduelle moyenne.

Dans le cas des lignes Damascène, les courbes changent de forme avec le recuit. La relation parabolique entre la résistivité et la contrainte résiduelle trouvée pour les films minces n'apparaît pas. Cependant, quelques tendances observées pour les films minces se retrouvent pour les lignes :

- avec la diminution de la largeur de lignes, la résistivité augmente en lien avec l'augmentation de la contrainte résiduelle,

- un recuit a pour effet de déplacer la courbe de la gauche vers la droite sur l'axe des contraintes résiduelles uniquement.

En ce qui concerne les lignes de cuivre stabilisées à température ambiante, bien que la contrainte résiduelle n'ait pu être déterminée expérimentalement à partir des nano-capteurs pivotants (pour une cause de temps), la résistivité est indiquée sur la Figure 9. D'après les tendances obtenues à partir de la comparaison des lignes ayant subi un recuit à 150 et 400 °C, les contraintes résiduelles des lignes stabilisées à température ambiante sont très probablement inférieures à celles des lignes après un recuit à 150 °C.

Ainsi, à partir de ces lois de comportement, il apparaît clairement qu'avec la réduction des dimensions, à la fois la résistivité et la contrainte résiduelle augmentent.

Pour des structures stabilisées à température ambiante, un recuit jusqu'à 400 °C ne modifie pas la résistivité. Par contre, il a pour effet d'augmenter le niveau de contrainte résiduelle avec une amplitude d'autant plus importante que la température est élevée.

Conclusion générale et perspectives

Cette thèse a été menée dans le cadre d'une collaboration entre un laboratoire académique et un industriel. Les problématiques associées aux contraintes mécaniques et à la résistivité des interconnexions de cuivre des circuits intégrés ont donc été abordées sous différents angles. L'industriel s'attache à augmenter son degré de maîtrise technologique et l'académique privilégie la compréhension et la modélisation des phénomènes. Les objectifs de cette thèse ont été adressés à travers ces différentes visions.

D'un point de vue industriel, les objectifs fixés étaient d'une part de développer des moyens simples et rapides pour estimer les niveaux de contraintes résiduelles dans les interconnexions de cuivre possédant des dimensions allant du micron à la centaine de nanomètres, et d'autre part d'optimiser le procédé Damascène dans le but notamment de réduire les niveaux de contraintes résiduelles, et ceci sans augmenter la résistivité.

D'un point de vue académique, les objectifs portaient sur la compréhension des mécanismes de génération de contraintes et l'identification des différentes contributions à la résistivité des objets confinés géométriquement. Pour ce faire, il a été nécessaire d'approfondir notre compréhension du développement de la microstructure dans ces objets en fonction des conditions de recuit afin d'en isoler l'effet. L'outil majoritairement utilisé pour la détermination fine de la microstructure a été l'EBSD. Son apport a été déterminant dans ce travail de thèse. Il a permis non seulement de mettre en évidence la complexité de la microstructure du cuivre électrodéposé, que ce soit pour les films minces (confinement 1D) ou pour les lignes de cuivre Damascène (confinement 2D), mais aussi d'en extraire des paramètres microstructuraux relatifs à la morphologie de cristallites, à la structure des joints de grains et à la texture cristallographique. L'intégration de ces paramètres microstructuraux dans la modélisation analytique de la résistivité et des mécanismes de génération de contraintes a rendu possible le découplage des effets microstructuraux de ceux liés aux confinements géométriques.

Le développement de nano-capteurs embarqués de déformation a été l'objet du chapitre II. Ces capteurs, localisés dans les lignes de découpe, permettent l'estimation de la déformation résiduelle initiale dans la direction longitudinale de lignes pour des largeurs de 0.2 à 1 μm grâce à l'introduction d'une nouvelle architecture d'accroche. Cette nouvelle architecture d'accroche a été prise en compte dans la modélisation analytique à travers un coefficient

phénoménologique pondérant le moment de flexion des bras d'expansion. Pour un recuit à 400 °C, les résultats obtenus indiquent une augmentation de la déformation résiduelle avec la diminution de la largeur de ligne. A l'issue de ce travail, il a été démontré que ces capteurs sont performants pour l'estimation de la déformation résiduelle dans les interconnexions de cuivre des circuits intégrés. Ces nano-capteurs sont d'ailleurs aujourd'hui intégrés dans les lignes de découpe de plusieurs produits et ce à chaque niveau de métal des interconnexions.

L'étude de la microstructure des films minces de cuivre électrodéposés a été présentée au chapitre III. La microstructure de films de différentes épaisseurs a été caractérisée après dépôt, après stabilisation à température ambiante et après un recuit additionnel à 150 et 400 °C. L'évolution microstructurale à température ambiante d'un film d'environ 1 μm a pu être analysée *in situ* par DRX et par le suivi de la résistance carré. Ces analyses ont mis en évidence l'intervention des différents processus guidés par la minimisation de l'énergie stockée en lien avec les défauts cristallins après dépôt (dislocations, fautes d'empilement, joints de grains). Ces processus conduisent à des changements radicaux de microstructure et à une forte chute de résistivité d'environ 25 %. L'analyse fine par EBSD de la microstructure des films stabilisés à température ambiante et après un recuit additionnel a montré que seul un recuit au-delà de 150 °C modifie significativement la microstructure. Ce changement de microstructure aboutit à une augmentation de la taille moyenne de cristallites et à la texturation {100} du film indiquant le développement majoritaire des cristallites minimisant l'énergie de déformation. Cette sélectivité de la croissance est d'autant plus forte que le film est fin. Ce phénomène s'accompagne également d'une diminution du taux de maclage, mécanisme très présent dans les films minces de cuivre électrodéposés.

Sur la base de la connaissance acquise dans les films, les processus d'évolution microstructurale intervenant dans les lignes de cuivre Damascène ont été étudiés au chapitre IV. La microstructure des lignes Damascène résulte de la compétition entre le développement des cristallites de la surépaisseur et des cristallites initialement présents dans la ligne. Avec la réduction de la largeur de ligne, l'effet du confinement se renforce, les forces d'ancrage des joints de grains augmentent restreignant l'invasion des cristallites de la surépaisseur. La microstructure résulte alors majoritairement de la croissance des cristallites

initialement présents dans les lignes et change radicalement vers les faibles largeurs. Les joints de grains s'alignent perpendiculairement à la direction longitudinale de la ligne, la taille moyenne de cristallites diminue et la texture cristallographique évolue. Pour les lignes les plus larges (plusieurs microns), l'effet du confinement géométrique se fait également ressentir. La microstructure est très différente de celle d'un film mince.

La connaissance fine de la microstructure des lignes après recuit à 400 °C a alors été mise à profit pour identifier les différentes contributions à l'augmentation de la résistivité observée vers les faibles largeurs. A partir de la modélisation de MS-FS, il a été démontré que cette augmentation de résistivité est le fruit d'une diminution de la taille moyenne de cristallites, de la largeur de ligne mais également d'une augmentation de la probabilité de réflexion des électrons aux joints de grains R . L'augmentation de R a été corrélée à la réduction de la proportion de CSLB. Une loi de variation du couple $\{R, p\}$ a alors été extraite et utilisée pour estimer la taille moyenne de cristallites des lignes recuites à différentes températures. L'effet de la température de recuit sur la taille moyenne de cristallites en fonction de la largeur de ligne en a été déduit. Les résultats obtenus montrent que la taille moyenne de cristallites diminue avec la réduction de la largeur de ligne pour une température de recuit donnée. Elle est similaire après un recuit à 100 et 150 °C pour une épaisseur donnée. Par contre, elle augmente significativement après un recuit à 400 °C.

La fin du chapitre IV a été consacrée à l'étude des contraintes résiduelles dans les milieux confinés géométriquement. La contrainte résiduelle dans les films minces, estimée à partir de l'équation de Stoney, indique une augmentation de la tension vers les faibles épaisseurs. Pour les mêmes conditions d'élaboration, elle est inversement proportionnelle à l'épaisseur. Elle est d'autant plus importante que la température de recuit est élevée. Dans le cas d'un recuit à 150 °C, l'augmentation de la contrainte résiduelle en tension provient principalement des mécanismes de relaxation par diffusion de matière aux joints de grains au cours de la montée et du palier en température. En revanche pour un recuit à 400 °C, l'augmentation de contrainte résiduelle en tension est générée lors de la redescende en température et est déterminée par des mécanismes de plasticité. Dans le cas des lignes de cuivre Damascène, des conclusions identiques ont été déduites de l'exploitation des nano-capteurs pivotants. En outre, ceux-ci ont mis en évidence des niveaux de contraintes résiduelles plus élevée que

dans les films minces. Cette tendance est attribuée aux confinements géométriques plus prononcée et à la taille moyenne de cristallites plus petite.

D'un point de vue purement industriel, ce travail de thèse montre qu'un recuit à 150 °C génère moins de contraintes résiduelles en tension qu'un recuit à 400 °C (recuit standard à STMicroelectronics Rousset) tout en garantissant des résistivités équivalentes. Un autre avantage de ce recuit est un temps de cycle beaucoup plus court.

Une qualification du recuit 150 °C a été lancée sur l'ensemble des produits de STMicroelectronics Rousset comportant des interconnexions de cuivre. Cette qualification est actuellement en cours. Les premiers résultats obtenus en termes de fiabilité et de performance montrent des gains à plusieurs niveaux :

- une amélioration de la défektivité avec une diminution du taux de *hillocks*,
- pas de dégradation de la résistance à l'électromigration,
- pas de dégradation des produits en fonctionnement que ce soit avec un IMD de type SiO₂ ou un IMD de type *Low k*.

Pour aller plus loin dans cette voie, il serait intéressant d'évaluer un recuit à 100 °C. D'un point de vue de la production des circuits intégrés, le gain serait énorme en temps de cycle. En effet, les fours étant constamment maintenus à 100 °C, le temps de montée en température et de redescende est supprimé. Le four doit simplement être maintenu à une température constante. Il est important de préciser que ces recuits à basse température doivent être réalisés sous atmosphère N₂/H₂. De plus, il est très probable que le dépôt de la couche d'encapsulation, qui s'effectue à haute température (~ 300 à 400 °C) après le CMP, finalise la croissance de grains des lignes recuites à une température inférieure à la température de ce dépôt expliquant la tenue à l'électromigration.

D'un point de vue académique, ce travail de thèse ouvre plusieurs perspectives.

En ce qui concerne les nano-capteurs de déformation, une expression analytique du coefficient phénoménologique α pondérant le moment de flexion des bras d'expansion en fonction des dimensions est à formuler. Ensuite, des nano-capteurs avec des bras

d'expansion et un pointeur central plus long (15 μm) sont à considérer pour améliorer la précision sur l'estimation de la déformation. Au vu de la microstructure des réseaux de lignes analysés par EBSD et des dimensions des capteurs (20 μm de long), la microstructure d'un nano-capteur n'est composée que de quelques cristallites. Celle-ci varie alors fortement d'un capteur à l'autre. Pour progresser dans la détermination de la contrainte résiduelle, une étude couplant des analyses EBSD, cette fois-ci sur chaque capteur, à des simulations polycristallines du comportement mécanique par éléments finis est à mener. Une confrontation des contraintes locales dans les bras d'expansion des nano-capteurs estimées par exemple par microdiffraction Kossel, EBSD et microdiffraction X apportera des éléments supplémentaires pour la mise en place de cette analyse couplée.

Ces capteurs se sont avérés être des outils adaptés pour la détermination des déformations résiduelles. Ils peuvent donc être utilisés pour mener une étude de grande envergure sur l'évolution de la déformation résiduelle en fonction des matériaux (oxyde, métaux, alliages, ...), des dimensions et des procédés.

D'un point de vue applicatif, il est également envisageable de les utiliser comme un MEMS actif. En effet, leur architecture convient parfaitement à la réalisation de nano-interrupteur ou nano-relai électrique. Pour y parvenir, un actionnement électrostatique peut être utilisé. Une autre possibilité est l'utilisation d'un matériau piézo-électrique pour lequel une tension génère une variation de paramètre de maille conduisant la rotation du pointeur central. Pour ce type d'application, les structures doivent être impérativement suspendues après libération. Ceci peut être obtenu par un séchage en condition fluide supercritique permettant d'éliminer les phénomènes de stiction.

En ce qui concerne l'aspect électrique, la mesure locale de la résistivité de différents types de joints de grains permettrait d'approfondir la connaissance des différents facteurs la déterminant. Ceci peut se faire par le couplage de cartographies EBSD et de mesures AFM en mode électrique. Les résultats obtenus pourraient ensuite être intégrés à des simulations par éléments finis d'ensemble de cristaux dans les milieux confinés et ainsi étudier les effets d'échelles, c'est-à-dire de comprendre le comportement moyen à partir de la connaissance précise des phénomènes locaux.

D'un point de vue de la microstructure, il subsiste des interrogations concernant l'évolution à température ambiante, telle la différence de variations de contraintes résiduelles obtenue

par DRX et par mesure de courbure ou encore le rôle et la position des impuretés dans la matrice cristalline (interstitiel, substitutionnel, ...). Pour approfondir le second point, des éléments de réponses peuvent être obtenus de l'analyse comparative par DRX, de l'évolution microstructurale de films minces de cuivre de même épaisseur déposés par PVD (possédant une microstructure correspondant à la zone T du diagramme de Thornton) et par ECD.

D'un point de vue des procédés, une perspective à considérer est l'incorporation d'éléments d'alliages dans le cuivre. Il a déjà été montré que ceux-ci améliorent la résistance à l'électromigration en peuplant les joints de grains (Cu(Ag), Cu(Al), Cu(Mn), ...). Par contre, les résistivités obtenues sont supérieures à celle d'un cuivre pur car la taille moyenne de cristallites diminue avec l'augmentation de la concentration d'additifs.

Ce travail a permis de développer une vision multi-physique du cuivre constituant les interconnexions.

Dans les prochaines années, il est fort probable que la maîtrise technologique des procédés en perpétuelle progression permette de pousser encore plus loin la fonctionnalisation des matériaux des structures d'interconnexions à travers notamment la réalisation de capteurs et d'actionneurs. En ce qui concerne les actionneurs, la technologie air gap développée par STMicroelectronics lève un verrou technologique important en facilitant l'élaboration de structures mobiles. Dès lors, de nouvelles applications verront le jour permettant d'étendre le spectre applicatif des composants microélectroniques.

Annexe : principe de l'EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés, ou EBSD (*Electron BackScatter Diffraction*), est une technique d'analyse cristallographique locale s'opérant au sein d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB).

Lorsqu'un faisceau stationnaire d'électrons d'énergie 15-20 kV sur un échantillon polycristallin (ou cristallin) tilté à 70° et positionné à 15 mm de la colonne d'émission, il se crée une source d'électrons rétrodiffusés isotrope et monocinétique (Figure 10 (a)). Les électrons rétrodiffusés sont diffractés par le matériau suivant la loi de Bragg : $2d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) = k\lambda$. Le phénomène de diffraction s'effectue suivant toutes les directions de l'espace générant 2 cônes de diffractions (un sombre et un clair) pour chaque plan cristallographique (hkl) diffractant. Les cônes de diffraction produits sont collectés partiellement avec un écran de phosphore réalisant la conversion des électrons diffractés en photons. Le cliché de diffraction obtenu (Figure 10 (b)) se compose alors de lignes paraboliques, les lignes de Kikuchi, résultant de l'interception des cônes de diffraction avec l'écran de phosphore.

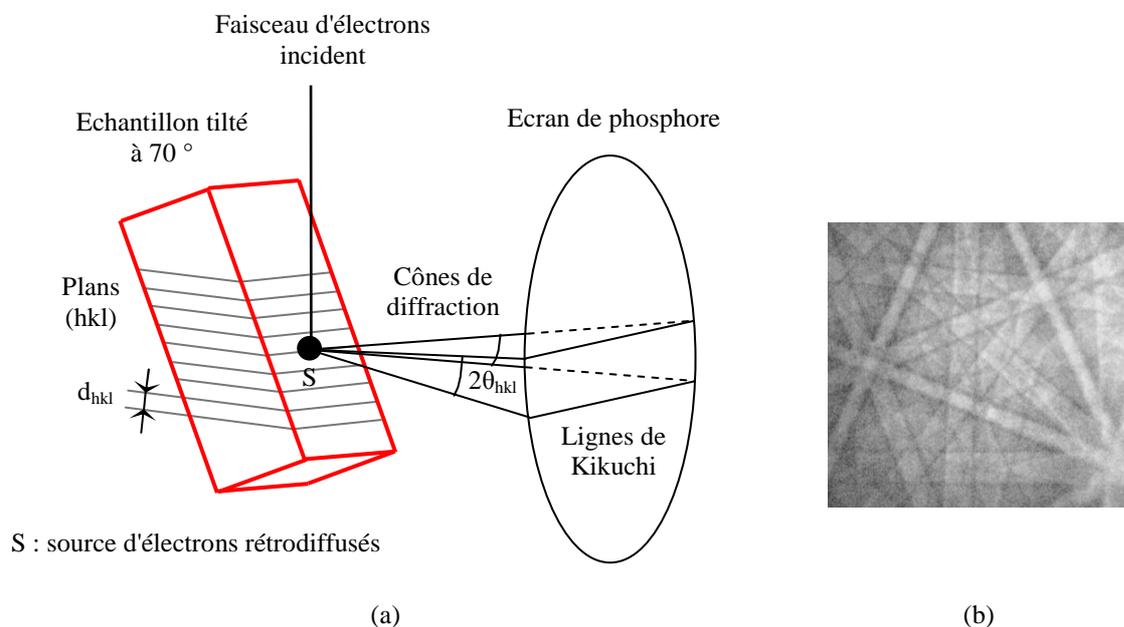


Figure 10. (a) Schéma de principe de l'EBSD. (b) Cliché de diffraction obtenu pour un pointé sur du nickel avec une tension d'accélération de 20 kV.

L'écran est positionné à une distance adéquate de l'échantillon de manière optimiser l'acquisition du cliché de diffraction.

Le cliché de diffraction est numérisé grâce à une camera CCD 2D (conversion des photons en électrons) et exploité à partir d'un traitement d'image utilisant la transformée de Hough. Celle-ci permet de repérer automatiquement les lignes de Kikuchi et ainsi :

- de calculer les angles interplanaires,
- de les comparer avec angles théoriques,
- d'identifier les plans (hkl),
- de calculer l'orientation du cristal dans le repère de l'échantillon, l'orientation du cristal étant définie par les 3 angles d'Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$).

En répétant ces opérations avec un pas défini sur une zone définie, une cartographie des orientations cristallines locales de la surface de la zone sondée est obtenue.

Les analyses EBSD sont riches en information. Leur exploitation renseigne non seulement sur la texture cristallographique mais aussi sur la morphologie de la zone sondée (taille, forme et arrangement des cristallites). En outre, elles permettent d'avoir une vision statistique de la microstructure et d'en extraire des données quantifiées. Il est notamment possible de reconstruire les cristallites et ainsi d'obtenir la distribution des tailles ou encore d'identifier la désorientation entre cristallites adjacentes. Ce dernier point permet de générer des cartographies repérant les différents types de joints de grains et d'en déterminer la distribution.

Dans ce travail, le matériel utilisé est un MEB-FEG Zeiss Ultra 55 équipé d'une caméra EBSD Oxford Instrument ultra rapide. L'acquisition et le traitement des données ont été réalisés avec la suite de logiciels Channel 5 développée par HKL.

Dans le cas de nos échantillons (cuivre) et de notre matériel, les résolutions angulaires relative et absolue sont respectivement d'environ $0.5-1^\circ$ et 2° . La source d'électrons

rétrodiffusés s'étend sur une profondeur d'environ 20 nm. La résolution spatiale est estimée de l'ordre de 20 nm.

Bibliographie personnelle et contributions

Revue à comité de lecture :

- **R. Vayrette**, C. Rivero, S. Blayac, K. Inal, “*Thickness effect on microstructure and residual stress of annealed copper thin films*”, Materials Science Forum 681, 139 – 144, 2011.
- **R. Vayrette**, C. Rivero, B. Gros, S. Blayac, K. Inal, “*Residual stress estimation in damascene copper interconnects using embedded sensors*”, Microelectronic Engineering 87, 412 – 415, 2010.
- O. Perroud, **R. Vayrette**, C. Rivero, O. Thomas, J.S. Micha, O. Ulrich, “*X-ray microbeam strain investigation on Cu-MEMS structures*”, Microelectronic Engineering 87, 394 – 397, 2010.

Conférences avec actes :

- **R. Vayrette**, C. Rivero, S. Blayac, K. Inal, “*Thickness effect on microstructure and residual stress of annealed copper thin films*”, 8th European Conference on Residual Stress, juillet 2010.
- **R. Vayrette**, C. Rivero, B. Gros, S. Blayac, K. Inal, “*Residual stress estimation in damascene copper interconnects using embedded sensors*”, Materials for Advanced Metallization conference, mars 2009.
- O. Perroud, **R. Vayrette**, C. Rivero, O. Thomas, J.S. Micha, O. Ulrich, “*X-ray microbeam strain investigation on Cu-MEMS structures*”, Materials for Advanced Metallization conference 2009, mars 2009.
- **R. Vayrette**, C. Rivero, S. Blayac, K. Inal, “*Analyse des contraintes résiduelles dans les lignes d’interconnexions de cuivre : développement de nano-capteurs embarqués*”, Colloque du Groupe Français d’Analyse des Contraintes, novembre 2010.
- D. Bouscaud, S. Berveiller, R. Pesci, C. Maurice, R. Fortunier, K. Dzieciol, K. Inal, C. Rivero, **R. Vayrette**, “*Analyse de déformations et contraintes locales par couplage EBSD et microdiffraction Kossel*”, Matériaux 2010, octobre 2010.
- V. Fiori, S. Gallois, R. Roucou, C. Tavernier, H. Jaouen., L-L. Chapelon, F. Chave, Ph. Delpech, J-P. Gonchond, O. Kermarrec, F. Lorut, P. Morin, D. Rideau, C. Rivero, G. Thiery, B. Van-Haaren, **R. Vayrette**, “*Mechanics and thermo-mechanics in microelectronics*”, Ecole thématique CNRS GDR MECANO Mécanique des Nano-objets, mars 2010.
- **R. Vayrette**, S. Blayac, C. Rivero, K. Inal, “*Contraintes résiduelles dans les interconnexions submicroniques. Prise en compte des dimensions des lignes de cuivre par des microcapteurs embarqués*”, 19^{ème} Congrès Français de Mécanique, août 2009.

NNT: 2011 EMSE 0599

Renaud VAYRETTE

MECHANICAL STRESS AND RESISTIVITY ANALYSIS OF THE
INTERGRATED CIRCUITS COPPER INTERCONNECTIONS:
MICROSTRUCTURE AND GEOMETRICAL CONFINEMENT EFFECT

Speciality: Microelectronics

Keywords: mechanical stress, resistivity, copper interconnection, Electron BackScatter Diffraction (EBSD), embedded sensor

Abstract:

The evolution of the microelectronic technology leads to a transistors integration density always stronger. The Damascene copper interconnections structures follow this tendency and must be controlled in terms of manufacturing, performance and robustness, these different aspects being intimately related to the residual stresses and resistivity. This thesis aims to understand the mechanisms of the residual stresses generation and identify the different contributions to the resistivity of these objects as a function of annealing conditions and dimensions (from about a hundred of nm to several μm). In order to do this, the respective effects of the microstructure and dimensions of electroplated copper films and lines were separated on the basis of analytical models integrating microstructural and geometrical parameters. The microstructure was principally analysed from mappings of crystalline orientations achieved by EBSD. For the copper lines of width 0.2 and 1 μm , the residual stresses were deduced from the exploitation of nano-rotating sensors specially elaborated. The results obtained show that independently of the annealing temperature, the resistivity and residual stresses increase observed toward the small dimensions arises from the diminution of the average crystallites size and the geometrical confinement more pronounced. Furthermore, the resistivity increase results also of the electrons reflection probability growth at grains boundaries. This last point was associated to the reduction of the proportion of special grains boundaries having a high atomic coherency.

NNT : 2011 EMSE 0599

Renaud VAYRETTE

ANALYSE DES CONTRAINTES MECANQUES ET DE LA RESISTIVITE DES INTERCONNEXIONS DE CUIVRE DES CIRCUITS INTEGRES : ROLE DE LA MICROSTRUCTURE ET DU CONFINEMENT GEOMETRIQUE

Spécialité : Microélectronique

Mots clés : contraintes mécaniques, résistivité, interconnexions de cuivre, diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), capteurs embarqués

Résumé :

L'évolution de la technologie microélectronique conduit à une densité d'intégration toujours plus forte des transistors. Les structures d'interconnexions en cuivre Damascène suivent cette tendance et doivent être maîtrisées en termes de fabrication, de performance et de robustesse, ces différents aspects étant intimement liés aux contraintes résiduelles et à la résistivité. Cette thèse vise à comprendre les mécanismes de génération de contraintes et identifier les différentes contributions à la résistivité de ces objets en fonction des conditions de recuit et des dimensions (de la centaine de nm à plusieurs μm). Pour ce faire, les rôles respectifs de la microstructure et des dimensions de films et de lignes de cuivre électrodéposés ont été découplés sur la base de modèles analytiques intégrant des paramètres microstructuraux et géométriques. La microstructure a été analysée principalement à partir de cartographies d'orientations cristallines réalisées par EBSD. Dans le cas des lignes de cuivre de 0.2 à 1 μm de large, les contraintes résiduelles ont été déduites de l'exploitation de nano-capteurs pivotants spécialement élaborés. Les résultats obtenus montrent qu'indépendamment de la température de recuit, l'augmentation de résistivité et de contraintes résiduelles observée vers les faibles dimensions est le fruit d'une diminution de la taille moyenne de cristallites et d'un confinement géométrique plus prononcé. Par ailleurs, l'augmentation de résistivité résulte également d'une élévation de la probabilité de réflexion des électrons aux joints de grains. Cette dernière a été associée à la réduction de la proportion de joints de grains spéciaux de cohérence atomique élevée.