



HAL
open science

Caractérisation et modélisation mécaniques de couches minces pour la fabrication de dispositifs microélectroniques-application au domaine de l'intégration 3D

Hélène Isselé

► **To cite this version:**

Hélène Isselé. Caractérisation et modélisation mécaniques de couches minces pour la fabrication de dispositifs microélectroniques-application au domaine de l'intégration 3D. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Grenoble, 2014. Français. NNT: 2014GRENI004. tel-00987507

HAL Id: tel-00987507

<https://theses.hal.science/tel-00987507>

Submitted on 6 May 2014

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil et Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Hélène ISSELÉ

Thèse dirigée par **Rafael ESTEVEZ**, codirigée par **Christian OLAGNON**, sous l'encadrement de **Lionel VIGNOUD**,

préparée au sein du **Service de Dépôts des Matériaux Avancés** du **CEA LÉTI** et au **Laboratoire SIMaP**

dans l'École Doctorale I-MEP2

Caractérisation et modélisation mécaniques de couches minces pour la fabrication de dispositifs microélectroniques – Application au domaine de l'intégration 3D

Thèse soutenue publiquement le **6 Février 2014**, devant le jury composé de :

M. Philippe DJEMIA

Professeur, Université Paris 13, Président

M. Christophe MALHAIRE

Maître de conférence/HDR, INSA Lyon, Rapporteur

M. Karim INAL

Professeur, Mines Paris Tech, Rapporteur

M. Grégory ABADIAS

Professeur, Université de Poitiers, Examineur

M. Guillaume PARRY

Maître de conférences, Grenoble INP, Examineur

M. Lionel VIGNOUD

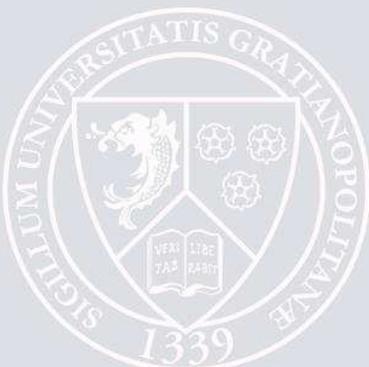
Ingénieur de recherche, CEA LETI, Examineur

M. Christian OLAGNON

Professeur, INSA Lyon, Examineur

M. Rafael ESTEVEZ

Professeur, Université Joseph Fourier, Examineur



THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil et Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Hélène ISSELÉ

Thèse dirigée par **Rafael ESTEVEZ**, codirigée par **Christian OLAGNON**, sous l'encadrement de **Lionel VIGNOUD**,

préparée au sein du **Service de Dépôts des Matériaux Avancés** du **CEA LÉTI** et au **Laboratoire SIMaP**

dans l'**École Doctorale I-MEP2**

Caractérisation et modélisation mécaniques de couches minces pour la fabrication de dispositifs microélectroniques – Application au domaine de l'intégration 3D

Thèse soutenue publiquement le **6 Février 2014**, devant le jury composé de :

M. Philippe DJEMIA

Professeur, Université Paris 13, Président

M. Christophe MALHAIRE

Maître de conférence/HDR, INSA Lyon, Rapporteur

M. Karim INAL

Professeur, Mines Paris Tech, Rapporteur

M. Grégory ABADIAS

Professeur, Université de Poitiers, Examineur

M. Guillaume PARRY

Maître de conférences, Grenoble INP, Examineur

M. Lionel VIGNOUD

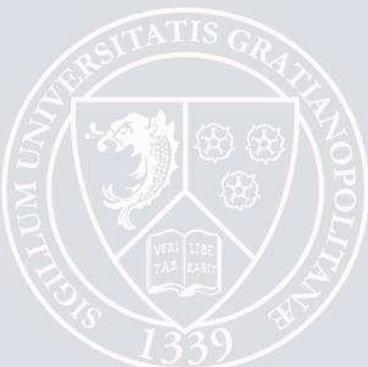
Ingénieur de recherche, CEA LETI, Examineur

M. Christian OLAGNON

Professeur, INSA Lyon, Examineur

M. Rafael ESTEVEZ

Professeur, Université Joseph Fourier, Examineur



REMERCIEMENTS



Voici venu le temps des remerciements. La dernière partie de ma rédaction, signant la fin d'une expérience formidable et le début d'une nouvelle. Je commencerai par remercier l'ensemble de mon jury. Merci d'avoir lu mon manuscrit avec autant d'attention, à Christophe Malhaire et Karim Inal, merci pour la qualité de vos rapports. A Grégory Abadias et Philippe Djemia, merci d'avoir accepté de faire partie de mon jury et d'avoir montré votre intérêt pour mon travail. Merci à tous pour la pertinence de vos questions et remarques suite à la présentation de mes travaux.

Je vais tenter un dernier exercice d'introspection pour cette partie afin d'essayer de n'oublier personne. Je commencerai donc par mes débuts en tant que future thésarde. Quand arrive la fin de mon stage ingénieur et que je me vois proposer un sujet de thèse alors que ce n'était pas ma première ambition. Je remercierai donc toutes les personnes avec qui j'ai pu discuter et qui m'ont convaincue de choisir cette voie, en particulier Lionel Vignoud, Carlos Beitia, Grégory Sale, Thi Quynh Nguyen et Christine Louis (j'en oublie très certainement). Vous avez su me convaincre et pour cela je vous dois beaucoup. Parmi eux, une personne sans qui je ne m'en serais jamais sortie, tant d'un point de vue technique que personnel : Lionel. Tu es la première personne que je voudrais remercier de tout mon cœur, car on ne peut rêver meilleur encadrant. Tu as pensé et proposé ce sujet et t'es entouré d'une équipe parfaite pour finalement me proposer d'en faire partie. Tout au long de ces trois ans tu m'as considérée comme ton égale, nous avons réfléchi ensemble aux directions à prendre et tu m'as fait confiance dans tout ce que j'ai entrepris. Tu as su te rendre disponible et me (re-)motiver quand il le fallait. Quoique me réserve mon futur je n'oublie pas qu'où que j'aille je te dois énormément. Je voudrais joindre à ces remerciements l'ensemble de mon équipe encadrante : Rafael Estevez, Christian Olagnon et Guillaume Parry. On dit souvent que le choix d'une thèse repose sur son sujet et l'intérêt qu'on lui porte. Pour moi cet argument n'est pas suffisant, car même le sujet le plus intéressant du monde ne permettrait pas à un doctorant de s'épanouir dans son travail si l'encadrement n'est pas adapté. Dans mon cas, l'encadrement a été déterminant. Rares sont les doctorants qui bénéficient d'autant de soutien et pour cela je vous dis merci à tous les quatre. Vous avez chacun su m'aider aux bons moments et notre équipe a fonctionné du début à la fin, toujours dans une bonne ambiance. Ce travail je le dois également à vous, à votre expertise, à votre soutien et à la confiance que vous m'avez accordée pour mener à bien ce sujet de recherche. Vous avez su me guider pour les débuts de ma thèse, m'orienter vers les bonnes directions pour petit à petit me laisser libre de choisir les axes de recherche tout en restant critique et très pertinents sur mes résultats.

N'ayant pas travaillé qu'avec vous, je voudrais également remercier tous mes collègues de métrologie avec qui j'ai évolué pendant plus de trois ans : Sylvie, Dédé et ses chaussettes assorties, Carmelo (à qui je fais un bisou !), Agathe, Nelly, Alexandra et Emmanuel. Notre laboratoire s'est séparé au tout début de ma thèse suite à une réorganisation, pour autant je n'oublie pas mes autres collègues : Sylvain, Maryline (merci co-bureau !), Christiane, Sylviane, Christelle, Hervé, Nicolas et Stéphane. Une autre pensée spéciale pour Carlos Beitia, qui m'a fait découvrir et aimer cet univers si singulier. Je n'oublie pas également Nathalie Bernard-Henriques

et Sébastien Pauliac avec qui partager le bureau durant quelques mois a été un plaisir. Nathalie, nos discussions sur « un dîner presque parfait » me manqueront, et j'aurai une pensée pour toi lorsque dans dix ans je serai à mon bureau et verrai arriver une petite nouvelle ! Je tacherai de l'aider comme toi tu l'as fait avec moi.

Je voudrais ensuite remercier les personnes du service dépôt, en particulier Laurent Vandroux, Sylvain Maitrejean, Thierry Farjot, Anne Roule, Rachid Hida, Christophe Ratin, Stéphane Minoret et Thierry Mourier. Egalement Aurélie Rouxel, Paul-Henri Haumesser et Frédéric Gaillard avec qui j'ai pu échanger de vives discussions au détour d'un café ou d'un passage en A208 ! La métrologie ne serait rien sans objets à caractériser, dans mon cas les couches minces du SDEP ! Je remercie très chaleureusement Jean Charbonnier et son équipe, qui m'ont permis de travailler sur leur dispositif dans le cadre de mon sujet de recherche. Il n'est pas facile de faire connaître et valoir son travail lorsque son domaine d'application n'est pas spécifiquement exprimé. Et sans l'intérêt que tu as porté à mon sujet, Jean, je n'aurais pas pu apporter mon aide dans votre projet. Tu as été moteur et ça a été un plaisir d'échanger avec toi. Par la même occasion je remercie Myriam Assous et Jean-Philippe Bally qui eux aussi m'ont très vite intégrée dans votre équipe alors que le domaine des interposeurs m'était autant inconnu que celui de la littérature danoise au XIII^{ème} siècle ! A mes collègues David Mercier, Christophe Poulain, Jérôme Dechamp et Nacima Allouti, avec qui j'ai travaillé et partagé échantillons et expériences, je vous souhaite également une bonne continuation dans vos projets.

Et voici qu'arrivent mes collègues d'A208 ! Rien qu'en écrivant ces lignes j'en ai le sourire, c'est dire si j'ai aimé partager cet open-space avec vous. Bien entendu je vais commencer par miss Monica Larissa Djomeni Weleguela, Lala pour les intimes. J'ai trouvé en toi une sœur, une amie, une âme-sœur ! Je n'imaginais pas pouvoir trouver autant de points communs avec une personne de mon travail, et pourtant tu t'es montrée et naturellement on s'est trouvées. Je te souhaite bon courage pour ta rédaction et ces derniers mois de thèse, même si tu sais que je serai là pour toutes les périodes et états par lesquels tu vas passer, autant que tu l'as été pour moi. Merci pour ta bonne humeur perpétuelle et communicative. Ce duo infernal ne serait pas grand-chose sans leurs homologues masculins, j'ai nommé les Rémi ! Mister Riat et Torrecillas, vous êtes restés à peine un an dans ce bureau et pourtant j'ai l'impression que ça fait des lustres qu'on se connaît. J'ai rarement autant déliré qu'avec vous trois et même s'il n'y aura désormais plus de cafés au BHT ni de déjeuners à H1, nos sorties, elles, persisteront je l'espère ! Je vous souhaite également de belles choses pour la suite, et comme dirait le fameux canari bègue : « so what we are young... ! ». A Thibaut (A208 un jour, A208 toujours !), Laetitia (« THE team » !), Elodie, Fabien et Bérenger, je vous souhaite également de faire une belle thèse et de réussir dans vos projets professionnels (« lycka till » Fabien, c'est bien ça ?). Autant cela n'a pas été évident d'être la première du bureau à rédiger, autant j'ai un rôle confortable maintenant et ce sera (ou c'est déjà pour certains) à votre tour de passer par cette étape difficile. Mais je n'ai aucun doute que vous ferez honneur au bureau ! Je pense également à tous mes autres collègues de la A208 : Bilel, Caro, Alain-Bruno, Vera, Barbara, Sophie, Emilie, Christelle, Aurélie, Aurore, Alexandre, Blanka, Marjorie, Piotr et Cédric. De même pour mes collègues du SIMaP, Bassem, Aymen et Mohamed, je vous souhaite bonne chance à tous !

Evidemment, quel serait mon état d'esprit pendant ces trois années tumultueuses sans mes amis de longue date ? Mes épaules compatissantes en cas de coup dur et mes compagnons de

sortie si besoin de décompression : Bobby, Jilou, Coco, Alex, Ben, Camille, ManuE, Dav, Benoît, Sarah, Mathieu, Ludo, Emilie, Hana, Nico, Clem, Guilhem, Dan, Gonz, Hicham, et j'en oublie très certainement encore. Merci à vous, c'était la foliiiiiiiiiiiiiiiiie ! Nous avons tous pris des directions différentes à la fin de ces trois ans ou même avant pour certains, mais ce que nous avons créé pendant plus de 6 ans ne s'effacera pas facilement. Tous ces vendredis soir au Planetalis avec Patrick à pester contre sa bière pas bonne (mais pas chère !), au Hazard contre leur bière trop chère (mais bonne !), ou au Callaghan contre ces serveurs malpolis (mais leur grande terrasse !) ! Finalement peu importe où nous allions, nous avons toujours passé de supers moments dans chacun de ces lieux, et nous y retrouver a été et sera toujours un plaisir. A tous je vous dis merci et vous souhaite une belle route dans la vie active, et à moi je me souhaite de vous garder parmi mes amis les plus proches.

On choisit ses amis, mais on ne choisit pas sa famille. Je m'estime très chanceuse, car en plus d'avoir su m'entourer de très bons amis, je suis tombée dans une famille formidable. Je pense tout d'abord à ceux qui m'ont soutenue depuis toute petite et le feront encore très longtemps. Papa, Maman, si j'en suis là aujourd'hui c'est grâce à vous et ma plus grande fierté, c'est de vous rendre fiers. Votre soutien sans faille m'a porté jusqu'à ce doctorat et certes je le dois à mon travail, mais mon envie de travailler je ne la dois qu'à vous. Hier, aujourd'hui et demain encore je ne cesserai de vous remercier pour ce que vous faites pour moi. Merci à toi Benoît, pour ton soutien de « Bro », je suis très heureuse et admirative de te voir fonder ta famille et tes projets en compagnie d'Anne-Véronique. J'ai très hâte de voir ce petit bout de chou qui va pointer son nez dans quelques mois. Je tacherai d'être une super tata, je t'en fais la promesse ! Merci à ma grande et belle famille en général pour leur soutien malgré la distance qui nous sépare.

Merci surtout à toi Jérémie, pour m'avoir supporté pendant tout ce temps et pour me supporter encore tant bien que mal ! Je n'y serais pas arrivée sans toi, tu as su me redonner confiance et écouter mes doutes alors que toi-même en avais pendant ta thèse. Ta patience et ton soutien sont sans limite, de la même façon j'espère te rendre tout ce que tu m'as apporté pendant cette période et m'apportes encore aujourd'hui. Je suis très heureuse de te compter dans ma famille et d'être entré dans la tienne, que je tiens aussi à remercier pour son soutien.

Tout comme un bon film ne serait rien sans sa bande originale, je souhaite mentionner dans cette partie les groupes et artistes qui m'ont donné la pêche ou calmée aux bons moments. A commencer par Fun. et ce magnifique concert que j'ai partagé avec Larissa, mais aussi Queen et leur Bohemian Rhapsody qui me fait entrer dans un état de schizophrénie avancé à chaque écoute. Et dans le désordre Stromae, Avicii, Antony & the Johnsons, Macklemore & Ryan Lewis, Daft Punk, Lykke Li, Icona Pop, Lana Del Rey, Otis Redding, Lou Reed et Ludovico Einaudi.

Evidemment, ma recherche effectuée au CEA ne serait rien sans son directeur, j'ai nommé Monsieur Jean Therme. Je me devais de terminer ces remerciements par lui tellement j'ai soulé mes collègues à propos de l'admiration que je lui porte...!

Qui aurait cru que j'aurais de la nostalgie lorsque s'écrivent les dernières lignes de mon manuscrit ? C'est donc sur l'air de « Symphonies » de Dan Black et Kid Cudi que je termine ma rédaction. Merci encore à tous pour cette superbe expérience et formation, et bonne lecture aux courageux !

AVANT-PROPOS



Ce travail de thèse a donné lieu à de nombreuses collaborations entre les différents laboratoires et services du LETI tels que :

- Le Service de caractérisation des matériaux et composants (SCMC)
- Le Service des procédés de surfaces et interfaces (SSURF)
- Le Service des procédés de patterning (SPAT)
- Le Laboratoire de caractérisation et de fiabilité des composants (LCFC)
- Le Laboratoire de packaging 3D (LP3D)

Des sociétés ont également apporté leur contribution grâce aux techniques expérimentales qu'elles proposent, telles que :

- La société INSIDIX (profilométrie par projection de franges avec l'équipement TDM)
- La société MENAPIC (acoustique picoseconde)

TABLE DES MATIÈRES GÉNÉRALE



INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
CHAPITRE I : CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES COUCHES MINCES	5
INTRODUCTION	8
I.1. Les domaines concernés et enjeux associés	9
I.1.1. L'intégration 3D	9
I.1.2. Les procédés de fabrication	11
I.2. Les moyens de modélisation mécanique	19
I.2.1. Rappel sur le comportement mécanique des matériaux	19
I.2.2. Le modèle de Stoney pour la détermination des contraintes	24
I.3. Les techniques de caractérisation	27
I.3.1. Détermination des contraintes des couches minces	27
I.3.2. Mesure pour l'évaluation des propriétés élastiques et thermiques.....	37
CHAPITRE II : DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES ET THERMIQUES DES COUCHES MINCES	45
INTRODUCTION	48
II.1. Détermination du Module d'Young par nanoindentation	49
II.1.1. Contexte et limites expérimentales.....	49
II.1.2. Mesures expérimentales	51
II.1.3. Modèles de nanoindentation disponibles dans la littérature	54
II.1.4. Analyse par éléments finis	57
II.1.5. Mesures des propriétés élastiques du TiN par acoustique picoseconde	60
II.2. Détermination du Module d'Young par profilométrie mécanique ...	62
II.2.1. Fabrication des structures libérées	62
II.2.2. Modélisation et principe de la mesure	64

II.2.3. Poutre homogène d'oxyde de Silicium SiO ₂	67
II.2.4. Poutre hétérogène bicouche SiGe/Si	71
II.3. Détermination du coefficient de dilatation thermique par mesure de courbure en température	75
II.3.1. Principe de détermination du CTE	75
II.3.2. Réflectométrie optique en température	76
CHAPITRE III : DÉTERMINATION DES CONTRAINTES DES COUCHES MINCES.....	83
INTRODUCTION	86
III.1. Contraintes d'un film mince sur substrat épais	87
III.1.1. Mesures de courbure de plaque et diffraction des rayons X (DRX).....	87
III.1.2. Modèle pour la détermination des contraintes	92
III.1.3. Méthodologie de détermination des déformations intrinsèques	96
III.2. Contraintes d'un multicouches sur substrat épais.....	102
III.2.1. Sigmapεps : utilisation du modèle analytique en prédictif.....	103
III.2.2. Validation de Sigmapεps	107
III.3. Contraintes avec l'amincissement du substrat	111
III.3.1. Contexte et enjeux.....	111
III.3.2. Modélisation de l'amincissement	113
CHAPITRE IV : APPLICATION À UN DISPOSITIF 3D	125
INTRODUCTION	128
IV.1. Présentation générale et contexte	129
IV.1.1. Les interposeurs et l'intégration 3D	129
IV.1.2. La fabrication des interposeurs et ses enjeux	130
IV.1.3. Méthodologie d'optimisation des matériaux	132
IV.2. Optimisation des dépôts de la face avant	136
IV.2.1. Couches de passivation sur substrat épais	136

IV.2.2. Prédiction de la courbure avec l'amincissement du substrat.....	139
IV.3. Compensation en température par dépôt de couches sur la face arrière	143
IV.3.1. Comportement en température des couches de la face avant.....	143
IV.3.2. Caractérisation en température des matériaux face arrière	145
IV.3.3. Caractérisation du polymère de passivation	149
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	161
BIBLIOGRAPHIE	167
ANNEXES.....	173

INTRODUCTION GÉNÉRALE



Avec l'apparition du premier transistor en 1947 [1], la microélectronique n'a cessé de croître pour offrir au grand public des innovations technologiques toujours plus performantes. En 1985 par exemple, le tout premier téléphone portable sans valise de transport pesait près de 800 grammes et avait une taille de 33 cm pour seulement 1 heure d'autonomie. Quinze ans plus tard sortait le tout premier téléphone portable à antenne interne, de 150 grammes pour une taille de 12 cm et une autonomie de plus de 100 heures. Aujourd'hui, les smartphones et autres téléphones tactiles inondent le marché de la téléphonie et possèdent toujours plus de fonctionnalités. Cette évolution illustre la tendance que suit l'industrie microélectronique depuis ses débuts : toujours plus puissant, toujours plus petit. C'est donc naturellement que les transistors ont vu leur taille réduite depuis le tout premier qui mesurait quelques centimètres, aux derniers produits par Intel et dont la taille caractéristique n'est maintenant que de... 22 nm¹!

Cette course à la miniaturisation se traduit par la célèbre loi de Moore [2], qui prédit que la taille d'un circuit intégré diminue de moitié tous les dix-huit mois. Jusqu'à ces dernières années, les avancées technologiques ont permis d'atteindre cet objectif. Cependant, lorsque les dimensions caractéristiques des composants deviennent comparables aux grandeurs atomiques, ceux-ci se retrouvent confrontés à des problématiques nouvelles jusqu'alors négligeables (effets tunnels, courants de fuite, court-circuits, ...). Il faut alors trouver d'autres solutions pour proposer de nouvelles innovations technologiques malgré cet obstacle. L'une d'entre elle consiste à venir modifier l'architecture des composants une fois assemblés. Là où ceux-ci sont jusqu'à maintenant connectés entre eux de façon planaire, l'idée est d'empiler et de connecter les puces dans l'épaisseur, afin de gagner en longueur d'interconnexions et donc en temps de passage de l'information. C'est ce que l'on appelle l'intégration 3D.

La réalisation de telles architectures requiert certains procédés de fabrication, jusqu'à présent peu utilisés en microélectronique. C'est le cas par exemple de l'amincissement des plaques de silicium sur lesquelles sont fabriqués les composants, ou du collage de puces ou de plaques entre elles afin de procéder à l'empilement des dispositifs. Cette variété de procédés s'ajoute à la tendance de la microélectronique à diversifier les matériaux et à réduire leur épaisseur (typiquement du micromètre au nanomètre). En considérant cela, la fabrication de composants 3D amène des problématiques de comportements mécaniques importantes, qu'il est nécessaire de résoudre afin d'assurer le bon fonctionnement et l'intégrité des dispositifs. En effet, les dispositifs sont constitués d'une grande diversité de matériaux, et ces composants sont soumis à différents budgets thermiques durant la fabrication, ce qui peut induire un fort niveau de déformations et de contraintes. Avec la diminution des épaisseurs, et notamment celle du substrat qui permet de maintenir mécaniquement les composants, les déformations associées deviennent importantes, il est donc nécessaire de contrôler le niveau de contraintes dans les matériaux au cours des différentes étapes de fabrication.

Pour ce faire tout au long des procédés de fabrication que subissent les dispositifs, des étapes de caractérisation sont ajoutées. Celles-ci permettent d'avoir une bonne connaissance du comportement mécanique des composants. Elles se doivent d'être rapides et non destructives

¹ Intel. (2011, Mai) Site internet d'Intel. [Online]. <http://newsroom.intel.com/docs/DOC-2032>

afin de ne pas risquer d'endommager les dispositifs. Il est important de préciser qu'une contrainte ne peut pas être mesurée expérimentalement. Certaines techniques donnent accès au champ de déformations d'un matériau qui, associé à un modèle mécanique, aboutissent à une évaluation des contraintes. D'autres quant à elles ne mesurent que des champs de déplacement. C'est le cas des techniques utilisées en support de la fabrication. Ce champ de déplacement est ensuite traité pour remonter à un champ de déformation qui, relié à un modèle mécanique, permet de calculer le champ de contrainte des matériaux.

Dans tous ces cas, l'utilisation de la modélisation pour évaluer un champ de contraintes à partir du champ des déformations est requise. La résolution du problème peut se faire de façon analytique ou numérique, en traitant les équations d'équilibre du système. Ce modèle mécanique ou thermomécanique nécessite de connaître les propriétés des matériaux mis en jeu, ainsi que la déformation inélastique associée aux procédés de fabrication qu'ils subissent (dépôt des couches, par exemple). Il doit pouvoir prendre en compte l'interaction de chaque couche avec les autres.

C'est dans ce contexte général que s'inscrit ce travail de thèse. L'objectif principal consiste à proposer des méthodologies de caractérisation permettant de contrôler le niveau de déformations et de contraintes générés dans les dispositifs 3D. À partir de valeurs expérimentales, et connaissant les propriétés thermiques et élastiques des matériaux, ainsi que les déformations inélastiques induites par chaque procédé de fabrication, la résolution des équations d'équilibre mécanique permet d'évaluer les champs de contraintes et de déformation de la structure étudiée. Ce couplage entre mesures et modélisation permet d'agir en amont de la fabrication des dispositifs 3D. Cette méthodologie permet également d'orienter le choix des matériaux pour assurer l'intégrité de l'ensemble. En agissant de la sorte, la fabrication des dispositifs sera optimisée jusqu'en fin de ligne, et le risque d'endommagement durant leur fabrication sera limité.

Pour arriver à cet objectif, diverses études vont être nécessaires. En effet, étant donné les faibles épaisseurs des couches mises en jeu dans l'intégration 3D, leurs propriétés élastiques et thermiques sont différentes de celles des mêmes matériaux massifs. Des méthodologies et mesures spécifiques sont donc nécessaires. De même, il faut pouvoir évaluer les déformations inélastiques induites par les procédés de fabrication. L'objectif est d'établir une base de données des matériaux en fonction de leurs procédés de fabrication afin de pouvoir modéliser leur comportement mécanique en fonction de ce qu'ils subissent.

Notre travail contribue à développer une démarche couplée associant mesures et modélisation. Après avoir présenté le contexte général et les problématiques associées qui ont motivé ce travail, les techniques expérimentales utilisées au cours des études seront développées dans le premier chapitre. Puis seront présentées en deuxième chapitre les caractérisations expérimentales et la modélisation nécessaire afin d'identifier les propriétés élastiques et thermiques des matériaux en couches minces. La troisième partie de ce manuscrit est quant à elle dédiée au couplage des mesures et de la modélisation afin d'évaluer le champ de déformations et de contraintes d'un système multicouches dans différentes configurations. Enfin, le dernier chapitre met en application l'ensemble des méthodologies développées dans le cas spécifique de la fabrication des interposeurs en silicium, pour application d'intégration 3D.

CHAPITRE I

CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES COUCHES MINCES

**Application Aux Domaines De La Microélectronique
Et De L'intégration 3D**



SOMMAIRE CHAPITRE I

INTRODUCTION	8
I.1. Les domaines concernés et enjeux associés	9
I.1.1. L'intégration 3D	9
I.1.1.1. Limitations et évolution de l'approche planaire	9
I.1.1.2. L'approche tridimensionnelle de l'intégration 3D	9
I.1.1.3. Marché et challenges	10
I.1.2. Les procédés de fabrication	11
I.1.2.1. Réalisation des couches.....	11
I.1.2.2. Création de motifs	14
I.1.2.3. Gravure des couches	15
I.1.2.4. Amincissement du substrat	16
I.1.2.5. Collage	18
I.2. Les moyens de modélisation mécanique	19
I.2.1. Rappel sur le comportement mécanique des matériaux	19
I.2.1.1. Loi de comportement élastique et paramètres associés	19
I.2.1.2. Origine des contraintes	20
I.2.1.3. Comportement viscoélastique des polymères.....	22
I.2.2. Le modèle de Stoney pour la détermination des contraintes	24
I.2.2.1. Principe général et hypothèses.....	24
I.2.2.2. Application du modèle à la détermination du CTE des couches minces	25
I.2.2.3. Limites au modèle de Stoney	25
I.3. Les techniques de caractérisation	27
I.3.1. Détermination des contraintes des couches minces	27
I.3.1.1. Les techniques de mesure de courbure.....	28
I.3.1.2. Diffraction des rayons X (DRX)	34
I.3.2. Mesure pour l'évaluation des propriétés élastiques et thermiques	37
I.3.2.1. Nanoindentation	37
I.3.2.2. Acoustique picoseconde	39
I.3.2.3. Technique de flexion de poutres	42
I.3.2.4. Analyse dynamique mécanique	43

INTRODUCTION

Depuis la fabrication du premier circuit intégré en 1958 [3], l'industrie microélectronique a connu un essor considérable. Le développement des procédés de fabrication et l'amélioration de l'architecture des dispositifs a conduit naturellement à la miniaturisation de ces derniers. Cependant, cette miniaturisation a atteint une limite physique ces dernières années, du fait des faibles dimensions des composants et de l'apparition d'effets parasites (thermiques, électriques, ...). L'approche d'intégration planaire atteint sa limite et se pose alors la question de comment la dépasser. C'est dans ce contexte qu'intervient l'intégration 3D. Son principe consiste à empiler des puces les unes sur les autres, en réalisant des interconnexions électriques entre elles par le biais de tranchées traversant chacun des substrats empilés (autrement appelés TSV, de l'anglais « Through Silicon Via »). Cette approche permet de réduire le temps de passage de l'information et de gagner en densité des dispositifs. Elle apporte également de nouvelles problématiques, tant dans la variété des matériaux utilisés que des procédés de fabrication amenant de fortes déformations, comme le collage de plaque ou de rectification.

Dans ce cadre, il est nécessaire de bénéficier d'un moyen de contrôle afin d'optimiser la fabrication des dispositifs. Le but est d'éviter un trop fort niveau de déformation à l'échelle de la plaque, qui empêcherait un fonctionnement correct des dispositifs à terme et/ou entraverait la fabrication de ces derniers. Pour cela, il faut pouvoir associer les moyens de caractérisation intégrés à la fabrication à des outils de prédiction analytiques et numériques de l'état de contrainte des matériaux durant leur intégration.

Après avoir présenté les principaux challenges à relever dans le domaine de la microélectronique et de l'intégration 3D, nous introduirons quelques rappels sur la théorie de l'élasticité des matériaux et leurs caractéristiques associées. Ceux-ci présenteront les moyens actuels de modélisation mécanique permettant de remonter d'un champ de déformation à une distribution de contraintes.

Enfin, les techniques expérimentales disponibles au LETI seront présentées afin de situer le contexte de la caractérisation et l'étude du comportement mécanique des matériaux grâce à des techniques rapides et non destructives.

I.1. Les domaines concernés et enjeux associés

I.1.1. L'intégration 3D

I.1.1.1. Limitations et évolution de l'approche planaire

Depuis les débuts de la microélectronique jusqu'aux années 90, le coût des puces et leurs performances étaient régis par la fabrication des transistors et leur miniaturisation. Depuis ces années, les interconnexions, toujours plus longues et denses, ont engendré de plus en plus de retards au passage de l'information, tant et si bien que ces délais sont devenus le facteur limitant dans les performances des puces microélectroniques. L'augmentation du nombre d'interconnexions a fait apparaître des effets parasites et des dissipations d'énergie électrique [4]. Certaines solutions existent, comme remplacer l'aluminium généralement utilisé pour les lignes d'interconnexion par du cuivre moins résistif. Cependant, ces solutions ont elles aussi leurs limites, et ne permettent plus de répondre à l'évolution des nœuds technologiques vers la miniaturisation des puces microélectroniques. Pour y remédier, deux voies sont étudiées : la voie « more Moore », qui consiste à augmenter les performances des dispositifs sans pour autant les miniaturiser. Cela passe par une modification des matériaux, comme l'utilisation de matériaux dits « high-k », à la constante diélectrique élevée, en remplacement de l'oxyde de silicium couramment utilisé comme grille de transistors [5].

Une seconde voie, appelée « More than Moore », consiste non plus à modifier les matériaux des transistors, mais à changer l'architecture des puces par co-intégration de nouveaux composants, afin de leur ajouter des fonctionnalités complémentaires. Ces composants de technologie hétérogène peuvent être regroupés et fabriqués simultanément aux puces (SoC pour « System On Chip »), ou au contraire être réalisés séparément (SiP, pour « System In Package »). Ils sont ensuite reliés aux puces pendant leur mise en boîtier. Cette étape doit permettre de connecter les composants entre eux avec la plus grande densité possible. Elle représente un enjeu majeur, et l'intégration 3D permet dans ce contexte d'apporter des solutions efficaces.

I.1.1.2. L'approche tridimensionnelle de l'intégration 3D

L'intégration 3D consiste à empiler différents composants entre eux (puce sur puce ou plaque sur plaque, une plaque étant le substrat sur lequel sont fabriquées les puces), et à les connecter entre eux grâce à des tranchées verticales traversant le substrat. Ces tranchées, appelées TSV (de l'anglais « Through Silicon Via ») sont remplies de métal et permettent la connexion électrique entre les composants, comme illustré sur la [Figure I.1](#).

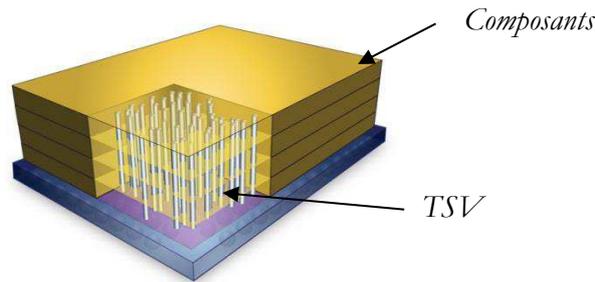


Figure I.1. Principe général de l'intégration 3D et de la technologie des TSV [6]

La réalisation de l'empilement se décompose en plusieurs étapes : l'une d'entre elle vise à réaliser les différents niveaux par collage, décrit plus loin dans ce chapitre. Cette étape nécessite un alignement rigoureux, pour reporter les plots de connexion d'une puce ou d'une plaque sur une autre. Après empilement, une étape d'amincissement permet ensuite de réduire la profondeur des plaques/puces sur lesquelles seront réalisées les connexions électriques. Cette phase est nécessaire afin d'assurer une longueur d'interconnexion réduite. Enfin, une autre étape consiste à réaliser les TSV, faisant appel aux procédés de fabrication de la microélectronique, qui seront détaillés dans une partie suivante : réalisation des motifs, gravure et remplissage. L'intégration 3D permet ainsi de réduire de 30 % les longueurs d'interconnexions sur tous les niveaux, par rapport à une intégration planaire [7].

I.1.1.3. Marché et challenges

Le marché de l'intégration 3D croît de façon exponentielle depuis ces dernières années dans celui du semi-conducteur, comme illustré sur la Figure I.2 ci-dessous. De plus en plus de composants microélectroniques font appel à elle, et plus particulièrement à la technologie TSV. On la retrouve notamment dans les innovations technologiques du quotidien, tant dans la téléphonie (43% du marché des TSV), l'automobile (2%), que le grand public, avec les tablettes (13%), écrans plats (5%) ou les consoles de jeux-vidéos (4%) [8].

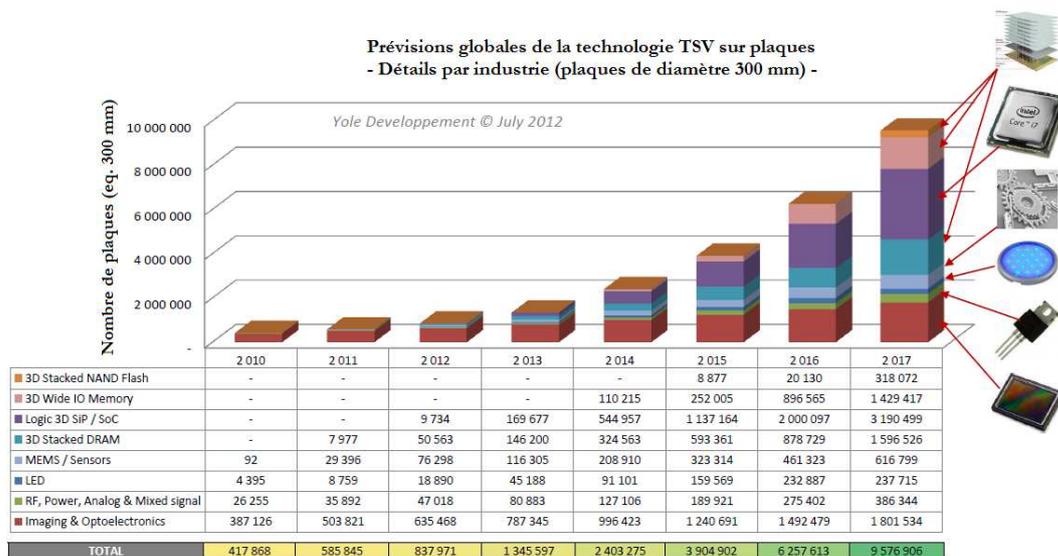


Figure I.2. Evolution de la technologie 3D-TSV [8]

L'intégration 3D semble donc être une voie d'avenir pour dépasser la loi de Moore dans les années à venir. Bien que répondant à de nombreuses problématiques en termes de performances électriques, elle doit cependant faire face à certains obstacles techniques. L'un d'entre eux concerne le coût de fabrication des TSV, impacté par les procédés utilisés afin de les réaliser : gravure DRIE, amincissement, ... De plus, la fabrication des TSV simultanément à celle des puces microélectroniques peut poser problème au niveau des traitements thermiques que peut supporter chacun des composants. C'est pourquoi une solution envisagée est d'utiliser des substrats passifs appelés interposeurs, comme nous le verrons dans le dernier chapitre applicatif. Les étapes technologiques citées précédemment représentent donc une problématique majeure dans le domaine de l'intégration 3D. La partie qui suit présente les différents procédés de fabrication en microélectronique, et souligne les problématiques associées dans le cadre de l'intégration 3D.

I.1.2. Les procédés de fabrication

Les procédés de fabrication peuvent se regrouper en 3 étapes. Une première phase consiste à réaliser les couches des matériaux requis, par des techniques de dépôt, croissance ou d'oxydation. Une fois ces couches réalisées, des étapes de photolithographie permettent de dessiner la géométrie des dispositifs à la surface des matériaux, et enfin des gravures par voies humide ou sèche vont quant à elles créer les différentes topographies à la surface, comme les TSV par exemple.

I.1.2.1. Réalisation des couches

Comme dit précédemment, les couches peuvent être réalisées de 3 façons différentes : par dépôt, par oxydation ou par croissance. Il existe 2 familles majeures de dépôt par voie sèche (les dépôts par voie humide ne seront pas détaillés ici) : les dépôts par voie chimique, autrement appelés CVD (de l'anglais « Chemical Vapor Deposition »), et les dépôts par voie physique, ou PVD (« Physical Vapor Deposition »). Ces dépôts en phase vapeur sont généralement réalisés sous vide afin de contrôler la composition de la vapeur. La façon dont cette vapeur est générée, physiquement, avec ou sans réaction chimique, détermine la nature du dépôt, PVD ou CVD. La partie qui suit présente le principe de ces techniques de dépôt.

I.1.2.1.1. Les dépôts physiques en phase vapeur (PVD)

Les dépôts de couches minces par PVD impliquent un procédé physique pour lequel des atomes se détachent d'une cible et se déposent par physisorption sur un substrat, comme montré sur la [Figure I.3](#). Les techniques les plus utilisées sont l'évaporation sous vide et la pulvérisation cathodique.

La méthode d'évaporation consiste à chauffer la cible (à l'aide d'un faisceau d'électrons intense et énergétique ou par effet Joule avec un filament) à très basse pression et à haute température pour provoquer la condensation des atomes sur le substrat. Dans le cas de la pulvérisation cathodique, des ions d'argon sont accélérés à l'aide d'un champ électrique pour

générer un plasma d'ions et d'électrons [9]. La cible est ensuite pulvérisée par ce plasma afin de lui arracher des atomes qui se déposeront sur le substrat. La technique de dépôt par PVD permet généralement de réaliser des couches de métal ou d'alliages métalliques dont la composition dépend du choix du matériau de la cible (Ti, Co, Cu, AlCu, AlNi, ...). Il est également possible de déposer des composés céramiques (nitrures ou oxydes métalliques type TiN, TiO_x) dans le cas de la pulvérisation réactive, pour laquelle un flux de gaz est ajouté au plasma afin de générer des interactions faibles entre atomes de la cible et atomes du gaz ajouté [10].

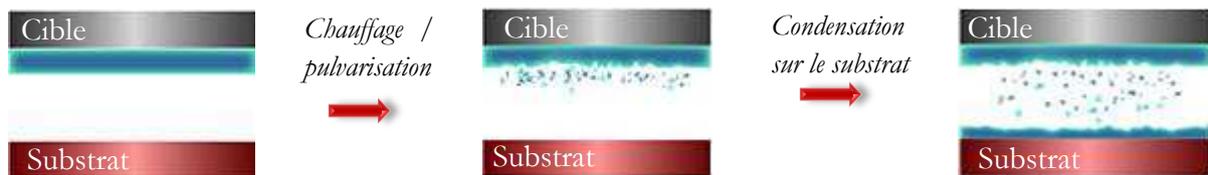


Figure I.3. Principe du dépôt physique par voie vapeur

I.1.2.1.2. Les dépôts chimiques en phase vapeur (CVD)

Contrairement à la PVD, les dépôts de films minces par CVD nécessitent une réaction chimique afin de générer une couche sur le substrat, comme illustré sur la [Figure I.4](#). Ils se décomposent en général en 4 étapes :

- Les composés volatils (précurseurs avec ou sans gaz réactifs supplémentaires) sont injectés dans la chambre de réaction et dirigés vers le substrat
- Les espèces gazeuses sont adsorbées (chimisorbés) à la surface du substrat
- Une réaction chimique se produit avec les composés volatils entre eux ou avec la surface du substrat, activée thermiquement par chauffage du substrat
- Les sous-produits de la réaction, en phase gazeuse, sont désorbés et évacués hors de la chambre de réaction

Il existe différents types de dépôts par CVD [11] parmi lesquels la LPCVD (de l'anglais « Low Pressure CVD ») où le dépôt s'effectue à basse pression (quelques dizaines de Pascals), la PECVD (de l'anglais « Plasma Enhanced CVD ») pour laquelle la réaction chimique est assistée d'un plasma RF composé des gaz réactants et permet des températures de procédé plus faibles, ou encore l'ALCVD (pour « Atomic Layer CVD ») où la couche est formée atome par atome à l'aide de cycles répétés d'envoi et de purge des gaz réactants.

La technique de dépôt par CVD permet généralement de déposer des composés métalliques, amorphes ou cristallins de différentes stœchiométries [9]. TiN, Al₂O₃, SiO₂, Si₃N₄, SiC, ... sont autant de matériaux qu'il est aujourd'hui possible de déposer par CVD.

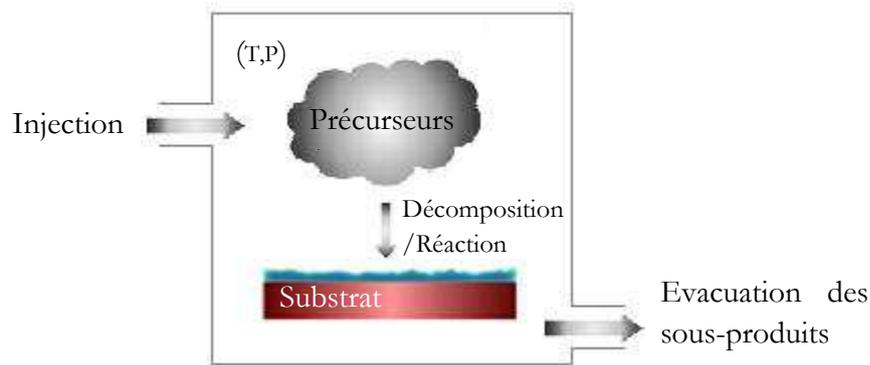
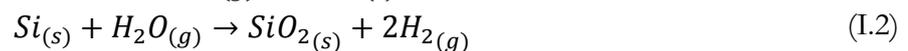


Figure I.4. Principe du dépôt chimique par voie vapeur

I.1.2.1.3. L'oxydation thermique

Le procédé d'oxydation se différencie des techniques de dépôt présentées précédemment dans la mesure où la couche se forme à partir du substrat qui subit une transformation : la surface du substrat est consommée pour former la couche d'oxyde thermique. Dans le cas de l'oxydation thermique, le substrat est mis sous atmosphère d' O_2 et chauffé (entre 700 et 1300°C) de sorte à provoquer la réaction d'oxydation [12]. On parle dans ce cas d'oxydation sèche. L'oxydation humide quant à elle est réalisée en introduisant un mélange d'oxygène et d'hydrogène. Ces deux espèces réagissent entre elles à haute température, et il se forme alors de la vapeur d'eau qui va permettre la réaction d'oxydation à la surface du substrat.

Dans le cas de substrats de silicium, couramment utilisés en microélectronique, les réactions d'oxydation sèche (I.1) et humide (I.2) sont les suivantes :



I.1.2.1.4. L'épitaxie

L'épitaxie est une technique de croissance orientée de couche à partir d'un substrat cristallin. Ce dernier est choisi de sorte à créer une couche avec un paramètre de maille similaire. On distingue deux types d'épitaxie : l'homoépitaxie, pour laquelle la couche cristalline qui croît est identique au substrat, et l'hétéroépitaxie où substrat et couche cristalline sont de natures différentes. Plusieurs techniques permettent d'épitaxier des couches sur un substrat cristallin. La technique utilisée au LETI est l'épitaxie par RPCVD (de l'anglais « Reduced Pressure Chemical Vapor Deposition »). Dans le cas de l'hétéroépitaxie, les couches minces épitaxiées au paramètre libre de maille a_f vont s'adapter au substrat sur lequel elles croissent, et à son propre paramètre libre de maille a_s . Elles vont alors générer des déformations mécaniques, comme montré dans la [Figure I.5](#) [9].

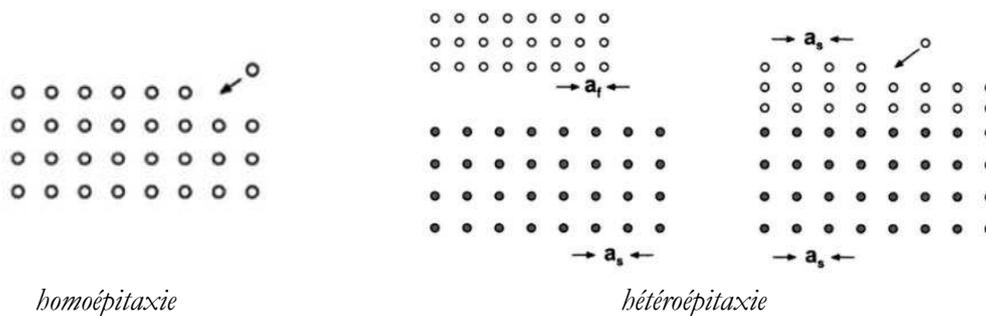


Figure I.5. Principe de l'épitaxie [9]

Les couches réalisées peuvent subir par la suite une étape de photolithographie afin de créer la géométrie des structures.

I.1.2.2. Création de motifs

La création des motifs est réalisée grâce à la technique de photolithographie, dont le principe est résumé en [Figure I.6](#). Elle se décompose en 4 étapes principales [12]:

- Après étalement sur la couche (entre 1 et 10 μm), une résine photosensible est exposée à des rayons UV passés au travers d'un masque représentant le motif à reporter. La résine est composée d'un polymère photosensible qui devient actif par absorption d'énergie dans le domaine ultraviolet. Cette action induit alors la polymérisation (on parle de résine négative) ou la dépolymérisation (dans le cas de résines dites positives) de la zone insolée.
- Une fois insolée, la résine est développée à l'aide d'un solvant afin de dissoudre la partie dépolymérisée et de protéger les zones de la couche inférieure à ne pas graver. La résine restante est ensuite recuite (étape de durcissement) pour la stabiliser avant gravure.
- La couche inférieure exposée est ensuite gravée grâce aux techniques présentées dans le paragraphe suivant.
- Une dernière étape appelée « stripping » permet de retirer la résine restante en surface. Elle peut s'effectuer de manière humide à l'aide de solutions organiques ou inorganiques, ou de manière sèche à l'aide d'un plasma.

Les enjeux de la photolithographie pour la conception des composants 3D tiennent dans la topologie importante présente avant l'étape, nécessitant alors une forte épaisseur de résine. De plus, la fabrication des dispositifs demande parfois de réaliser des motifs sur les deux faces des plaques. Des équipements spécifiques sont donc nécessaires afin d'assurer un bon alignement sur les deux faces.

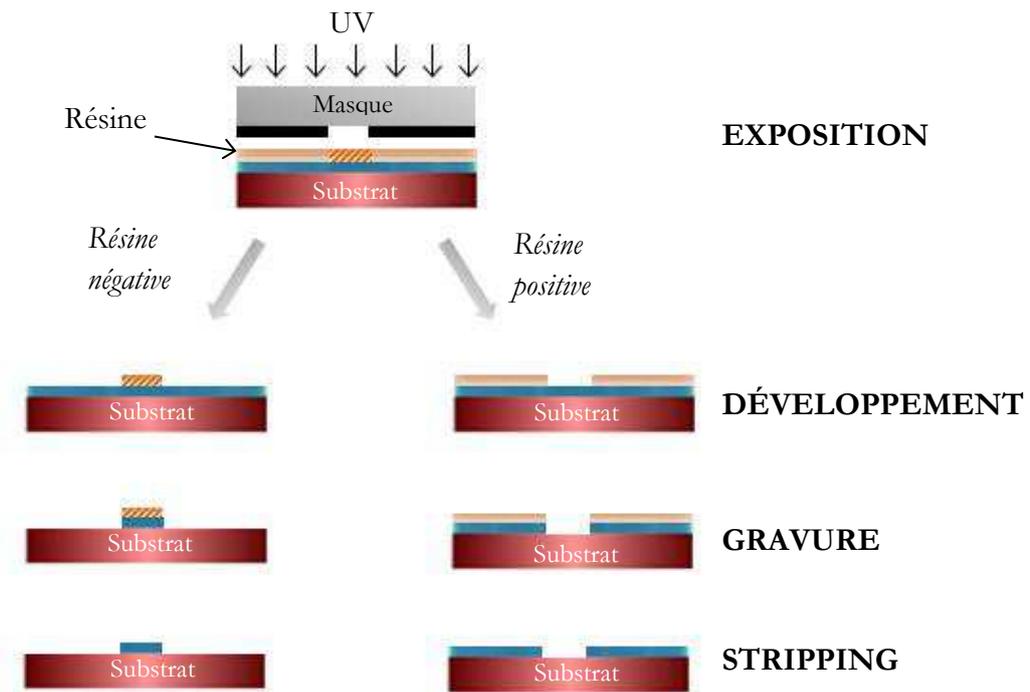


Figure I.6. Principe de la photolithographie

I.1.2.3. Gravure des couches

La gravure est nécessaire dans deux configurations : pour retirer de la matière à une couche soumise à une photolithographie afin de modifier la topologie de surface, ou pour libérer des structures en gravant une couche inférieure, dite sacrificielle. La gravure peut être réalisée par voie sèche grâce à un plasma, ou par voie humide à l'aide de chimies adaptées [13].

Lors d'une gravure sèche réactive, autrement appelée RIE (de l'anglais « Reactive Ion Etching »), les espèces réactives du plasma (ions, neutrons) diffusent vers la surface à graver où elles sont adsorbées. Une réaction avec le matériau en surface se produit, suivie d'une désorption des produits de réaction, évacués hors de l'enceinte de gravure par le gaz plasma [12]. La gravure sèche est anisotrope et sélective.

Les gravures humides quant à elles, utilisent des solutions chimiques (HF, KOH, TMAH, ...) qui vont réagir avec les matériaux en présence pour graver de façon fortement sélective les couches d'intérêt. Suivant les concentrations des espèces réactives, des vitesses de gravure sont établies pour chaque type de couche. La gravure peut s'effectuer de façon isotrope ou anisotrope suivant les plans cristallins du substrat (comme avec une solution de KOH). Elle est généralement utilisée pour éliminer des couches entières en vue d'une libération de structure [5]. La Figure I.7 illustre les profils obtenus selon le caractère isotrope ou anisotrope de la gravure.

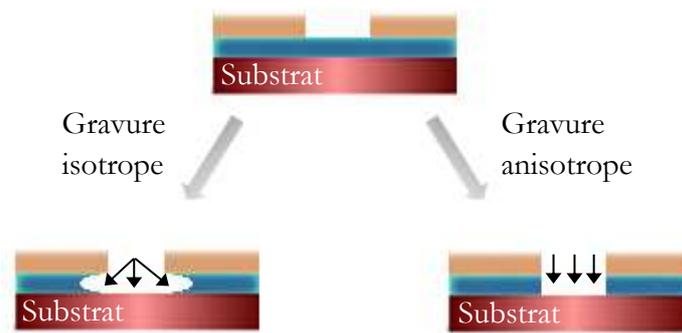


Figure I.7. Différence entre gravure isotrope et anisotrope

La gravure des TSV s'effectue par DRIE (« Deep RIE », ou gravure ionique sélective profonde) grâce au procédé Bosch [14], comme illustré en [Figure I.8](#). Il consiste en une succession de gravures anisotropes du Silicium par SF_6 suivies d'étapes de passivation par dépôt d'une couche protectrice de CF_2 . Cette étape de passivation permet d'obtenir des flancs très verticaux et d'éviter les gravures latérales.

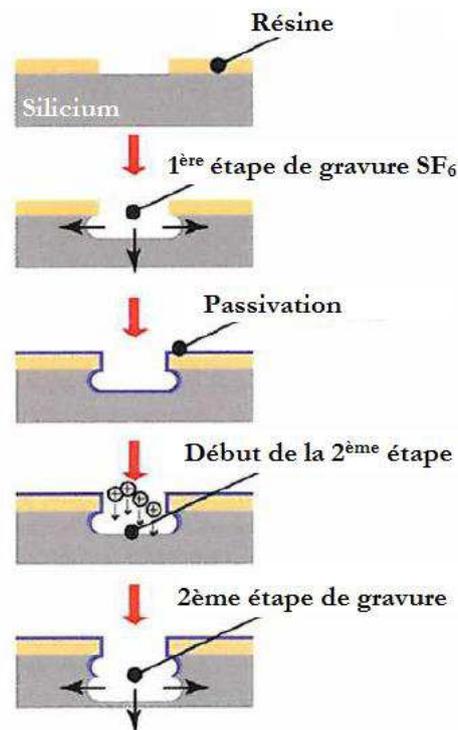


Figure I.8. Procédé Bosch pour la gravure des TSV [15]

Les techniques présentées ici sont majoritairement utilisées pour graver des couches jusqu'à quelques dizaines de microns. Lorsqu'il s'agit d'éliminer une quantité plus importante de matière, comme lors de l'amincissement du substrat par exemple, de nouvelles techniques sont requises.

I.1.2.4. Amincissement du substrat

La fabrication des microsystèmes nécessite bien souvent de faire appel à des procédés d'amincissement du substrat et/ou d'aplanissement de couches. C'est le cas par exemple des

capteurs de pression intégrés ou des jauges de déformation [16]. Deux techniques sont pour cela utilisées : la rectification, ou « grinding » pour l'amincissement, et le polissage mécano-chimique ou sec pour l'aplanissement de la surface dont on a retiré de la matière.

La rectification est utilisée pour amincir un substrat de façon mécanique par fraisage à sa surface. Une meule abrasive diamantée tourne à vitesse élevée et pénètre la surface du substrat pour lui retirer quelques micromètres de matière, comme illustré sur la [Figure I.9](#). Le substrat ayant été échauffé lors de son amincissement, il est ensuite refroidi à l'eau.

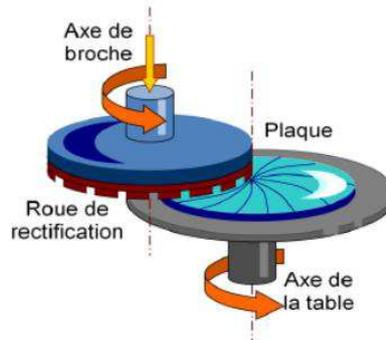


Figure I.9. Principe de la rectification ou « grinding »

Le polissage mécano-chimique (ou CMP, pour « Chemical Mechanical Polishing ») est une technique d'amincissement utilisant, comme son nom l'indique, une action mécanique et une attaque chimique afin d'éliminer de la matière au substrat [17]. Des agents chimiques et particules abrasives, qui composent la suspension, ou « slurry » en anglais, sont insérés au niveau d'un tissu de polissage mécanique rotatif, appelé « pad ». Le tissu est mis en contact avec la face du substrat à amincir, comme illustré dans la [Figure I.10](#).

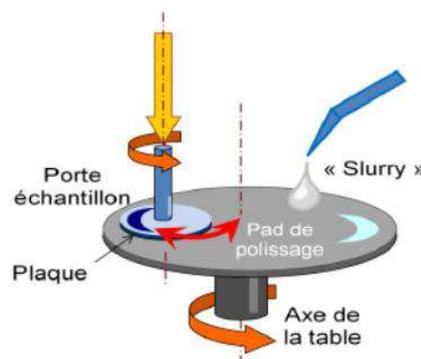


Figure I.10. Principe du polissage mécano-chimique

Il existe également une autre technique d'aplanissement : le polissage sec, ou « dry polishing ». Il consiste à éliminer de la matière par abrasion mécanique. Un tissu abrasif est appliqué sur la surface à polir, et mis en mouvement de translation et/ou de rotation. Le polissage sec s'effectue généralement après une rectification afin de supprimer toute zone écrouie (jusqu'à 1-2 μm) et de relaxer la contrainte apportée dans le substrat par son amincissement [18, 19, 20].

I.1.2.5. Collage

L'intégration 3D par empilement plaque-sur-plaque doit faire appel à des étapes de collage. Plusieurs types de collage existent afin d'atteindre cet objectif : le collage par thermo-compression de billes métalliques, ou le collage direct des couches entre elles.

Le principe du collage par thermo-compression consiste à appliquer une pression (de l'ordre du MPa) sur des plots d'interconnexions métalliques de deux plaques mis en contact, tout en leur faisant subir un budget thermique élevé. La qualité du collage est déterminante, et dépend de plusieurs paramètres : sa durée, sa température, la pression appliquée et son homogénéité. Il peut être amélioré par ajout d'un polymère appelé « underfill » afin d'isoler les contacts métalliques et de figer le collage pour éviter tout glissement latéral des billes [15].

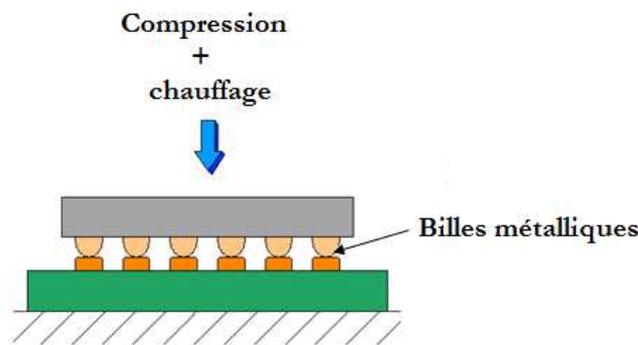


Figure I.11. Principe du collage par thermo-compression

Le collage direct consiste à mettre en contact deux surfaces sans ajout de matériau spécifique à l'interface comme une colle par exemple. Il y a adhérence moléculaire entre les deux plaques grâce aux forces de Van der Waals qui s'appliquent entre elles. Pour obtenir un bon collage, il est nécessaire de s'assurer qu'aucune particule contaminante ne soit présente sur les deux plaques. Un défaut local de collage pourrait se propager au cours du budget thermique subi par les plaques. Le collage direct peut s'établir à pression atmosphérique et à température ambiante, sous air. Il s'effectue d'autant mieux que les plaques sont planes, peu bombées et peu rugueuses en surface.

Pour toutes ces étapes de fabrication, il est nécessaire de contrôler l'état de déformation des plaques les subissant. Avant d'évoquer les techniques de caractérisation disponibles pour ce type de contrôle, la partie suivante présente quelques rappels en élasticité des matériaux ainsi que les moyens de modélisation mécanique utilisés pour déterminer l'état de contrainte d'un matériau.

I.2. Les moyens de modélisation mécanique

I.2.1. Rappel sur le comportement mécanique des matériaux

I.2.1.1. Loi de comportement élastique et paramètres associés

Le comportement élastique d'un matériau linéaire est modélisé par la loi de Hooke, reliant la contrainte σ_{ij} à la déformation ε_{kl} par un tenseur C d'ordre 4, appelé tenseur des constantes élastiques. Il est composé de 81 composantes élastiques indépendantes, réduites à 21 du fait de la symétrie des tenseurs de contrainte et déformation :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad (I.3)$$

Le nombre de composantes indépendantes du tenseur des constantes élastiques dépend du degré d'anisotropie du matériau. Pour le Silicium à symétrie cubique par exemple, il est réduit à 3 composantes indépendantes. Pour simplifier l'écriture précédente, la notation de Voigt est généralement employée et consiste à regrouper les indices entre eux lorsque le tenseur est symétrique :

$$\begin{array}{ll} 11 \rightarrow 1 & 32 \text{ ou } 23 \rightarrow 4 \\ 22 \rightarrow 2 & 31 \text{ ou } 13 \rightarrow 5 \\ 33 \rightarrow 3 & 21 \text{ ou } 12 \rightarrow 6 \end{array}$$

Dans le cas d'une symétrie cubique par exemple, l'équation (I.3) s'écrit alors sous la forme matricielle simplifiée suivante:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (I.4)$$

Les composantes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} représentent les composantes axiales, tandis que les composantes σ_{23} , σ_{31} et σ_{12} sont les composantes de cisaillement du tenseur des contraintes, représentées sur la [Figure I.12](#)

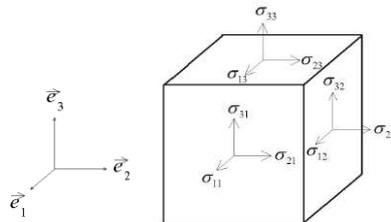


Figure I.12. Composantes du tenseur des contraintes s'exerçant sur un élément de volume dans le repère $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$

Dans le cas où le matériau est isotrope, les composantes indépendantes du tenseur des constantes élastiques sont réduites à deux, puisqu'alors $C_{44} = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12})$. On définit alors les coefficients de Lamé (λ, μ) en fonction de ces deux composantes C_{11} et C_{12} (μ est le module de cisaillement) [21].

$$\lambda = \frac{1}{2}(C_{11} + C_{12}) \text{ et } \mu = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) \quad (\text{I.5})$$

Le couple module d'Young et coefficient de Poisson (E, ν) du matériau s'écrit également en fonction de ces deux paramètres indépendants grâce aux relations :

$$E = \mu \frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + \mu} \text{ et } \nu = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} \quad (\text{I.6})$$

La loi de comportement d'un matériau élastique linéaire isotrope s'écrit dans un repère cartésien orthonormé :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1 + \nu} \left(\varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{1 - 2\nu} (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) \delta_{ij} \right) \quad (\text{I.7})$$

avec δ_{ij} le symbole de Kronecker.

Dans le cas des couches minces, l'hypothèse des contraintes planes prévaut. Cela se traduit par un état biaxial où $\sigma_{13} = \sigma_{23} = \sigma_{33} = 0$. Et si le matériau est isotrope et qu'il n'y a pas de force extérieure appliquée dans une direction particulière, alors $\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma$. L'état de contrainte est donc défini par deux composantes, σ_{11} et σ_{22} seulement.

Les contraintes décrites précédemment apparaissent lors du dépôt d'une couche mince, et ont différentes origines, détaillées dans la partie qui suit.

I.2.1.2. Origine des contraintes

Lorsqu'une couche mince est déposée sur un substrat, une contrainte est engendrée. Elle possède plusieurs origines, intrinsèque ou thermique.

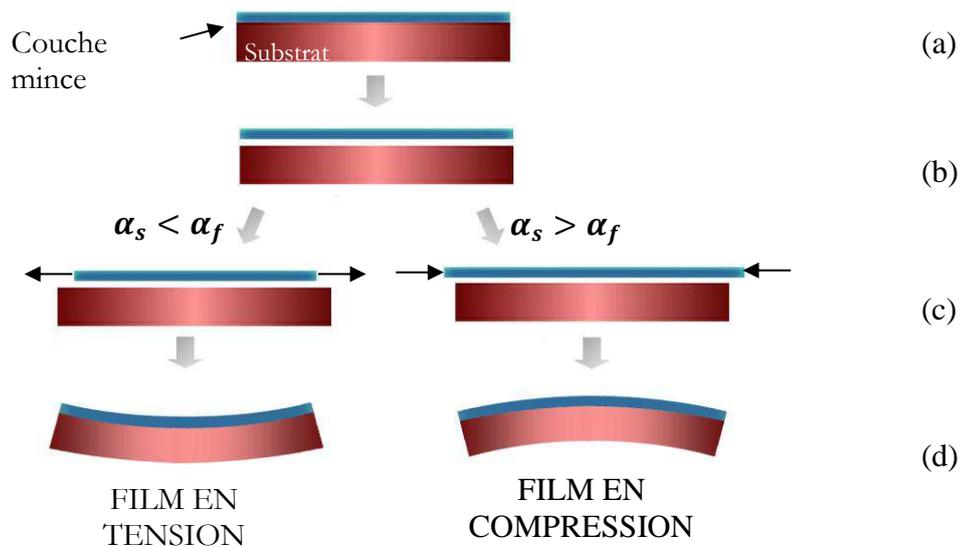
Les contraintes intrinsèques apparaissent lors du dépôt. Elles diffèrent des contraintes thermiques, puisqu'elles sont présentes à température de dépôt de la couche. Elles dépendent du type de dépôt (CVD, PVD, épitaxie, ...) et de ses conditions (vitesse de dépôt, pressions, puissance de plasma, ...). Elles mettent en jeu différents mécanismes microstructuraux comme la croissance de grains, l'interdiffusion, ou les phénomènes de recristallisation [22, 23]. En PECVD par exemple, une contrainte en tension apparaît dans le film lorsque les produits de réaction n'ont pas été évacués avant le processus de croissance de la couche [24]. Dans le cas d'une épitaxie, la contrainte intrinsèque est directement liée au désaccord paramétrique entre le substrat cristallin et la couche mince cristalline.

Les contraintes intrinsèques peuvent évoluer après le dépôt. En effet, il est souvent intégré à la fabrication des dispositifs des étapes de recuits, pour lesquelles peuvent se produire des désorptions, une réaction entre phase, une densification, ... Autant de phénomènes qui influencent la microstructure du film et viennent modifier sa contrainte intrinsèque. Les mécanismes à l'origine de ces contraintes intrinsèques restent difficiles à quantifier, et la plupart des estimations sont généralement faites par le biais de valeurs expérimentales. Des modèles existent cependant pour des contraintes en tension lors du dépôt de films minces [25].

Les contraintes thermiques apparaissent lorsque le film mince déposé sur le substrat est soumis à une variation de température et que ses propriétés thermiques diffèrent de celles du substrat. En d'autres termes, lorsque le système passe de la température de dépôt T_{dep} de la couche (généralement supérieure) à la température ambiante, la couche déposée est soumise à une contrainte thermique dépendant de la variation de température et des propriétés thermiques de la couche et du substrat sur lequel elle est déposée. Cette propriété thermique correspond au coefficient de dilatation thermique (CTE de l'anglais « Coefficient of Thermal Expansion »), qui s'exprime en $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ou K^{-1} et représente la variation de volume du matériau en fonction de la variation de température. La déformation thermique dans la couche déposée pour une variation de température de T_{dep} à une température T s'exprime donc en fonction du coefficient de dilatation thermique du substrat $\alpha_s(T)$ et de la couche $\alpha_f(T)$.

$$\varepsilon_{th} = \int_{T_{dep}}^T (\alpha_s(T) - \alpha_f(T)) dT \quad (\text{I.8})$$

La [Figure I.13](#) ci-dessous illustre le phénomène d'apparition des contraintes thermiques et la courbure résultante. A la température de dépôt, en négligeant les contraintes intrinsèques, l'ensemble {couche + substrat} n'est soumis à aucune contrainte (a); si on imagine la couche libérée du substrat, les dimensions des deux matériaux sont identiques (b). Lorsque l'ensemble redescend à température ambiante, les deux matériaux voient leurs dimensions longitudinales diminuer de façon différente du fait de leurs propriétés thermiques différentes. En réalité, la couche mince étant liée au substrat, elle doit s'accommoder des dimensions du substrat et s'étirer (générer des contraintes de traction) ou se comprimer (générer des contraintes de compression) en conséquence (c). L'ensemble {couche + substrat} présente alors une courbure lors du retour à la température ambiante (d).



- le film est non contraint à température de dépôt de la couche
- si le film est libéré du substrat, ses dimensions longitudinales sont identiques
- dans son état réel lié au substrat, le film s'étire ou se comprime lors de la descente en température
- la contrainte résultante génère une courbure du système {substrat + couche}.

Figure I.13. Origine des contraintes thermiques dans un film mince refroidi

Certains matériaux utilisés dans le domaine de l'intégration 3D n'ont pas un comportement purement thermo-élastique comme décrit précédemment. C'est le cas des polymères. Comme nous étudierons un matériau de ce genre dans le dernier chapitre de ce manuscrit, la partie qui suit présente le comportement général de ce matériau.

I.2.1.3. Comportement viscoélastique des polymères

I.2.1.3.1. Les polymères dans l'intégration 3D

Les polymères sont utilisés dans le domaine de l'intégration 3D comme matériau de collage des puces entre elles. Il constitue ce qu'on appelle un matériau « underfill », c'est-à-dire un matériau de remplissage partiel. La [Figure I.14](#) illustre un des procédés de remplissage pour le cas d'une puce reportée sur un autre substrat [26]. L'exemple de droite montre le cas résultant d'un empilement de puces avec l'utilisation d'un matériau underfill [27].

Le polymère est inséré entre des billes métalliques servant à relier électriquement les puces entre elles. Il assure l'étanchéité et limite les mouvements latéraux des puces au niveau de leurs connexions.

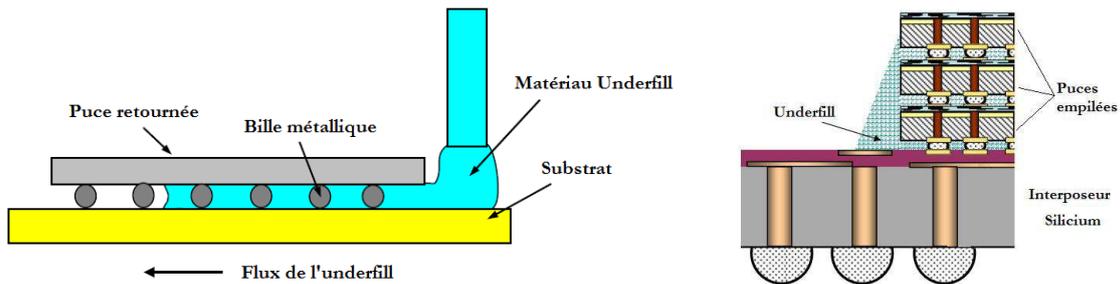


Figure I.14. Procédé de remplissage partiel pour empilement de puces [26]

Les puces fabriquées sur Silicium sont amenées à être intégrées sur un substrat organique, mais la différence de CTE entre ces deux matériaux provoque un fort niveau de contrainte au niveau de leur interface, autour des billes métalliques. L'utilisation d'un matériau de remplissage aux propriétés adéquates avec une tenue suffisante permet d'assurer un bon fonctionnement des dispositifs, avec un risque amoindri de décollement des puces au niveau de l'interface. Dans le cas d'un remplissage tel que présenté sur la [Figure I.14](#), le matériau doit pouvoir s'écouler facilement entre les puces, d'où l'intérêt porté sur les polymères et leur capacité à passer d'un état vitreux à caoutchoutique. Ce sont aussi de bons isolants électriques qui évitent les possibilités de courts-circuits entre les billes métalliques. Mais la spécificité des polymères thermodurcissables à changer de comportement de manière irréversible lors du processus de réticulation fait de ce matériau le plus adapté pour cette application. Sous l'effet d'un recuit, la résine fige le système et maintient les puces entre elles au niveau de leurs connexions métalliques une fois la température redescendue.

Les polymères et leur comportement viscoélastique sont donc des matériaux à l'intérêt grandissant dans le domaine de l'intégration 3D. La connaissance de leurs propriétés mécaniques et thermiques représente un enjeu considérable dans les techniques de caractérisation utilisées jusqu'alors pour les matériaux élastiques de la microélectronique.

1.2.1.3.2. Comportement mécanique des polymères amorphes

Pour les polymères amorphes, la température de transition vitreuse T_g distingue l'état solide à des températures inférieures de l'état caoutchoutique pour des températures supérieures à T_g . Entre ces deux états, les modules d'Young et de cisaillement varient entre une et trois décades, selon le taux de réticulation du thermodurcissable ou d'enchevêtrement pour les thermoplastiques, comme illustré sur la [Figure I.15](#). A noter que le module d'Young d'un polymère dans son état vitreux reste néanmoins très faible par rapport aux matériaux utilisés en microélectronique (en moyenne d'un facteur 100). A l'inverse, le coefficient de dilatation thermique des polymères est plus élevé (de quelques dizaines à quelques centaines de ppm/K).

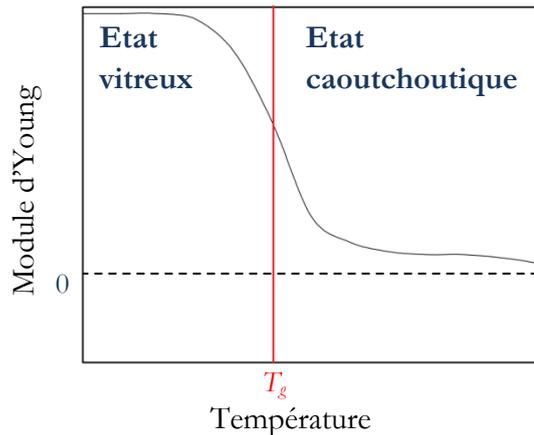


Figure I.15. Evolution schématique du module d'Young d'un polymère en fonction de la température

Nous verrons par la suite que certains équipements de caractérisation permettent de déterminer l'état de déformation du matériau, ainsi que sa température de transition vitreuse. La partie suivante présente une solution analytique qui, associée à une technique expérimentale, permet justement de calculer cet état de contrainte, pour des matériaux élastiques.

I.2.2. Le modèle de Stoney pour la détermination des contraintes

I.2.2.1. Principe général et hypothèses

Ce modèle est très largement utilisé en microélectronique car il propose une solution analytique pour calculer la contrainte dans un film mince déposée sur un substrat [28]. Il s'accompagne des hypothèses suivantes :

- L'épaisseur t_f de la couche déposée est faible par rapport à celle du substrat t_s
- La couche est déposée de manière homogène sur le substrat
- Le substrat et la couche sont tous deux élastiques isotropes
- La courbure $\kappa=1/R$ résultante de la contrainte est uniforme
- Les dimensions longitudinales du système {couche + substrat} sont bien supérieures à son épaisseur

Si le système répond à ces exigences, la contrainte moyenne dans la couche σ_f peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\sigma_f = \frac{E_s}{1-\nu_s} \frac{t_s^2}{6t_f} \left(\frac{1}{R_{ap}} - \frac{1}{R_{av}} \right), \quad (I.9)$$

avec (E_s, ν_s) respectivement le module d'Young et coefficient de Poisson du substrat, t_s et t_f les épaisseur du substrat et de la couche, et (R_{ap}, R_{av}) les rayons de courbure avant et après dépôt de la couche mince, mesurés expérimentalement grâce aux techniques qui seront décrites dans une partie suivante.

L'expression de Stoney est intéressante dans la mesure où il n'est pas nécessaire de connaître les propriétés élastiques de la couche déposée pour en déterminer sa contrainte. Cependant, elle n'est rigoureusement applicable que dans les systèmes répondant à toutes les hypothèses qu'elle implique. Quand ce n'est pas le cas, de nouveaux modèles permettent de dépasser certaines hypothèses.

I.2.2.2. Application du modèle de Stoney à la détermination du CTE des couches minces

Le coefficient de dilatation thermique (CTE) d'un matériau définit sa capacité à se déformer linéairement sous l'effet d'une variation de température ΔT . En supposant que le matériau soit stable, c'est-à-dire que ses propriétés élastiques ne varient pas en température, la contrainte de la couche mince calculée par mesure de courbure et application du modèle de Stoney peut se calculer en fonction du budget thermique subi par la couche et de ses propriétés élastiques et thermiques.

Pour une couche mince d'épaisseur t_f déposée sur un substrat d'épaisseur t_s , la contrainte σ_f dans la couche mince s'écrit sous la forme (I.9) mais aussi de la sorte :

$$\sigma_f(T) = \sigma_I + \frac{E_f}{1 - \nu_f} (\alpha_s - \alpha_f)(T - T_{ref}) \quad (I.10)$$

où T_{ref} représente la température de référence pour un état de contrainte nul (généralement la température de dépôt), et $E_{f,s}$, $\nu_{f,s}$ et $\alpha_{f,s}$ respectivement le module d'Young, coefficient de Poisson et CTE de la couche mince (f) et du substrat (s). σ_I représente la contrainte générée par le dépôt, indépendante de la température. Elle fera l'objet d'une étude détaillée dans le troisième chapitre de ce manuscrit. Avant dépôt, le Silicium est libre de se déformer. La courbure n'évolue pas avec la température. Une simple mesure de courbure du substrat à température ambiante (T_{amb}) suffit alors pour déterminer $R_{av}(T) = R_{av}(T_{amb})$ dans la formule (I.9).

En traçant la contrainte de la couche mince calculée par la formule de Stoney (I.9) en fonction de la température, et en supposant les CTE indépendants de la température, la partie linéaire élastique de la courbe obtenue permet d'évaluer le produit $\frac{E_f}{1 - \nu_f} (\alpha_s - \alpha_f)$ à partir de la formule (I.10). Connaissant les propriétés élastiques de la couche déposée et le CTE du substrat, il est alors possible de déterminer celui de la couche.

I.2.2.3. Limites du modèle de Stoney

Certaines hypothèses du modèle de Stoney limitent fortement son utilisation. Nous allons dans cette partie nous intéresser à certains modèles permettant de montrer les limites des hypothèses d'isotropie, de courbure et d'épaisseurs relatives des matériaux.

Dans le cas où le substrat est cristallin ou texturé, comme c'est le cas des plaques de Silicium utilisées en microélectronique, il faut prendre en compte l'anisotropie du substrat dans

l'expression de Stoney. Nix est le premier à avoir considéré ce paramètre [23]. Il introduit le module d'élasticité M_s , dépendant des constantes d'élasticité C_{ij} du substrat. L'expression (I.9) devient alors :

$$\sigma_f = M_s \frac{t_s^2}{6t_f} \left(\frac{1}{R_{ap}} - \frac{1}{R_{av}} \right). \quad (\text{I.11})$$

Dans le cas d'un silicium orienté (100) comme les plaques utilisées en microélectroniques, le module M_s est calculé selon :

$$M_s = C_{11} + C_{12} - \frac{C_{12}(C_{11} + 3C_{12} - 2C_{44})}{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}. \quad (\text{I.12})$$

Dans certains cas, des non-linéarités aboutissent à des courbures non uniformes, dépendant de l'orientation par exemple. Finot et al. ont introduit dans les années 90 un paramètre A permettant de différencier les modes de déformations [29], dépendant de la contrainte de la couche σ_f , des épaisseurs couche (t_f)/substrat (t_s) et du diamètre D de la plaque selon :

$$A = \sigma_f t_f \frac{D^2}{t_s^3} \quad (\text{I.13})$$

Ce paramètre atteint une valeur critique A_c pour laquelle s'installe des instabilités géométriques. Si le ratio $D/b > 50$ comme c'est le cas pour des plaques de Silicium ($D = 300$ mm et $t_s = 775$ μm ou $D = 200$ mm et $t_s = 720$ μm), ce paramètre critique ne dépend plus que des propriétés élastiques du substrat. Par exemple pour du Silicium, cette valeur a été évaluée par éléments finis à 680 GPa. Finot et al. ont ainsi montré l'existence de trois régimes : un premier régime lorsque $\delta = A/A_c < 0,2$, pour lequel la solution de Stoney est valide avec une erreur jusqu'à 10 %, un deuxième régime pour $0,2 < \delta < 1,0$ où la courbure n'est plus uniforme sur la plaque entre le bord et le centre de la plaque. Le dernier régime correspond au cas où $\delta > 1,0$, et où on observe un brusque changement d'une forme sphérique du wafer à une forme ellipsoïdale.

Enfin, dans le cas où l'hypothèse du ratio d'épaisseur entre la couche et le substrat n'est plus vérifiée, l'erreur observée avec l'estimation de Stoney augmente considérablement, comme l'illustre la [Figure I.16](#). Différents modèles ont par la suite émergé afin de généraliser la solution de Stoney pour de plus forts ratio d'épaisseur couche/substrat [30, 31].

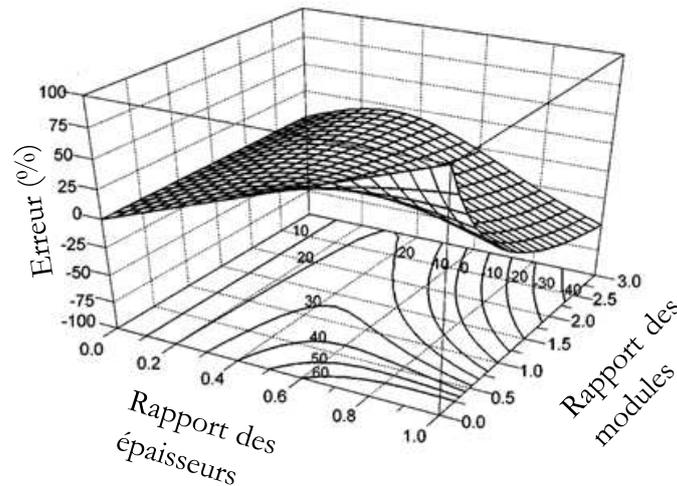


Figure I.16. Erreur de l'équation de Stoney en fonction du ratio des épaisseurs et modules des couche/substrat. [32]

L'analyse de Stoney nécessite de mesurer expérimentalement les rayons de courbure avant et après dépôt. Les autres modèles qui généralisent cette formule nécessitent en plus de prendre en compte les propriétés élastiques de la couche déposée. Une telle approche est présentée au chapitre III de ce travail. La partie suivante présente l'ensemble des techniques expérimentales disponibles et utilisées au cours de ce travail de thèse afin de déterminer l'état de contrainte d'une couche mince, ainsi que ses propriétés élastiques et thermiques.

I.3. Les techniques de caractérisation

Cette partie présente les différentes techniques de caractérisation utilisées au cours de ce travail de thèse. Certaines permettent de calculer la contrainte dans une couche mince, tandis que d'autres proposent de connaître les propriétés élastiques ou thermiques de ces couches minces.

I.3.1. Détermination des contraintes des couches minces

Les techniques présentées dans la section suivante permettent de caractériser les plaques ou dispositifs à différentes étapes de procédés. Une évaluation des contraintes est obtenue à partir d'une mesure de la déformation ou du déplacement, comme montré dans la [Figure I.17](#).

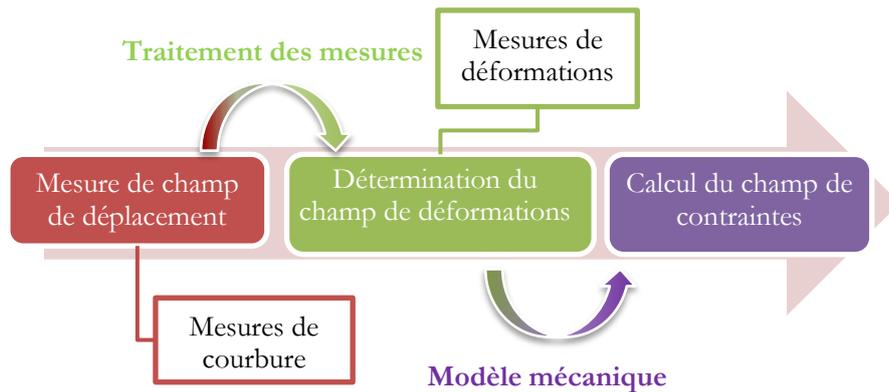


Figure I.17. Processus d'évaluation du champ de contraintes à partir de mesures expérimentales

I.3.1.1. Les techniques de mesure de courbure

La déformation d'une plaque amenée à subir divers dépôts de couches se caractérise grâce à la mesure des variations de courbure. A partir de cette mesure, le modèle de Stoney précédemment décrit permet de calculer la contrainte dans la couche mince déposée. Pour cela, des techniques permettent de mesurer la flèche de la plaque, ou « bow » B , liée au rayon de courbure R par la relation :

$$R = -\left(\frac{D^2}{8B} + \frac{B}{2}\right) \approx -\frac{D^2}{8B} \quad (\text{I.14})$$

Où D représente le diamètre de la plaque. Cette relation s'obtient de façon arithmétique, comme illustré dans le schéma suivant, volontairement accentué :

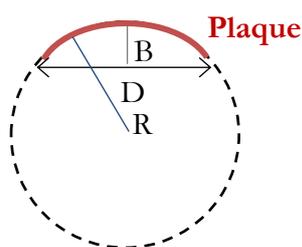


Figure I.18. Flèche B , diamètre D et rayon de courbure R d'une plaque

La mesure de la flèche peut être réalisée à l'aide de trois techniques. Deux d'entre elles sont des techniques optiques, tandis que la dernière repose sur une mesure mécanique.

I.3.1.1.1. La réflectométrie optique

Un rayon laser réfléchi sur un miroir balaie la surface de la plaque le long d'un profil. Un capteur photodiode récupère alors le faisceau réfléchi à la surface de la plaque et retrace la hauteur de chaque point à partir de la position du faisceau sur la photodiode, comme illustré sur la Figure I.19.

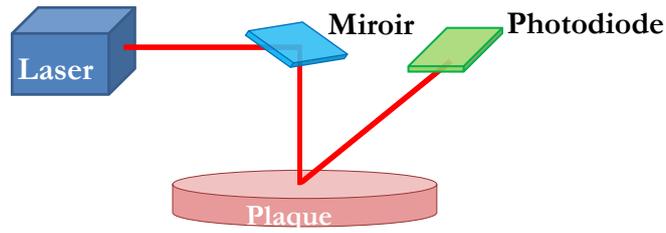


Figure I.19. Principe de la réflectométrie optique

L'équipement utilisé au LETI est le FLX 2320, couramment nommé FLEXUS, de la marque KLA Tencor. Il permet de mesurer le rayon de courbure de plaques de 100, 150 et 200 mm, à température ambiante mais aussi en température jusqu'à 500°C, grâce à une plaque chauffante intégrée dans la chambre de mesure. Le profil réalisé est composé de 50 points et exclut 20 mm en bord de plaque. La résolution latérale de cet équipement est de 3.6 mm pour une plaque de 200 mm de diamètre. Le laser est constitué de sources GaAlAs à deux longueurs d'onde différentes ($\lambda=670$ nm et $\lambda=750$ nm) afin d'adapter l'intensité reçue par la photodiode.

La photodiode mesure le déplacement dx du pic d'intensité provoqué par la topologie à la surface de la plaque. Cette mesure permet de remonter à la courbure de la plaque de la façon suivante, où e , dx , dR et $d\theta$ sont des distances et angle reportés sur la [Figure I.20](#):

$$e = \sqrt{dx^2 \left(1 + \frac{dR^2}{dx^2}\right)} = dx + o(dx), \quad (\text{I.15})$$

et

$$e = -R \sin d\theta = -Rd\theta + o(d\theta), \quad (\text{I.16})$$

au premier ordre, car $\frac{dR^2}{dx^2} \ll 1$ et $d\theta$ est faible.

Les équations (I.15) et (I.16) permettent donc d'obtenir l'expression de la courbure κ mesurée par l'équipement:

$$\kappa = \frac{1}{R} = -\frac{d\theta}{dx} \quad (\text{I.17})$$

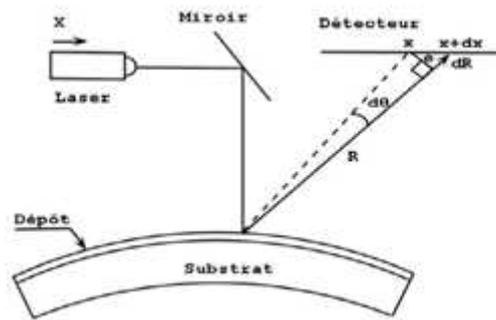


Figure I.20. Principe de mesure du rayon de courbure par réflectométrie

Comme le montre l'Annexe 1, la plaque repose sur trois points rapprochés en son centre. De ce fait et sous l'effet de son propre poids, une plaque non contrainte aura une allure bombée et la flèche mesurée sera positive. Chaque équipement possède sa propre définition de la flèche. Dans le cas du FLEXUS, elle est définie comme la hauteur entre le centre du profil et un plan de référence défini par le premier et dernier point, tel qu'illustré sur l'exemple de graphe obtenu en Figure I.21.

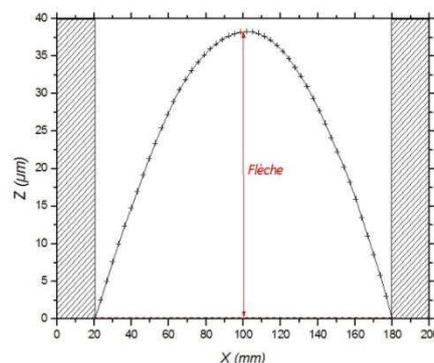


Figure I.21. Définition de la flèche sur le FLEXUS : exemple sur une plaque de 200 mm de diamètre

La technique de profilométrie est basée non plus sur une mesure optique, mais une mesure mécanique.

I.3.1.1.2. Profilométrie mécanique

La profilométrie mécanique est une technique généralement employée pour la mesure de topologies de surface. Contrairement aux techniques optiques, le profil est obtenu à l'aide d'une pointe en contact avec la surface de la plaque. Ce stylet est relié à un bras mécanique contrôlé par un système électromécanique afin d'assurer son asservissement en force.

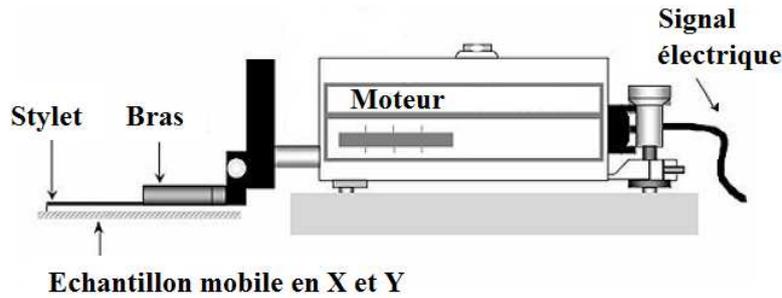


Figure I.22. Principe de la profilométrie mécanique

Les profilomètres mécaniques utilisés au LETI pour la mesure de courbure sont des P16, de la marque KLA Tencor. Contrairement au FLEXUS, les points d'appui de la plaque sur le P16 sont rapprochés du bord, à 1/3 de la périphérie. La flèche initiale d'une même plaque mesurée sur le P16 et le FLEXUS, bien que définie de la même façon, ne sera donc pas identique.

Pour calculer le rayon de courbure, le P16 utilise une méthode d'ajustement polynomiale ; le profil $Z(x)$ est approximé par une fonction de degré 5 de la forme :

$$Z(x) = Ax^5 + Bx^4 + Cx^3 + Dx^2 + Ex + F, \quad (I.18)$$

De cette fonction est alors extrait le rayon de courbure :

$$R = \frac{[1 + Z'(x)^2]^{\frac{3}{2}}}{Z''(x)} \approx \frac{1}{Z''(x)} \quad (I.19)$$

Le stylet permet d'appliquer une force constante de 0.5 mg à 50 mg (0.05 μN à 5 μN). Le rayon de courbure des pointes utilisées est de 2 μm , avec un cône d'angle de 60°. Tout comme le FLEXUS, le P16 impose une exclusion de bord de 10 % du diamètre de la plaque. La résolution latérale est cependant meilleure, avec une valeur de 40 μm .

I.3.1.1.3. Microscopie confocale chromatique

La microscopie confocale chromatique est également utilisée pour mesurer des topologies de surface. Son principe, illustré sur la Figure I.23, repose sur la conjugaison au point focal de l'objectif de la source lumineuse avec le détecteur (spectromètre). Pour cela, des sténopés sont ajoutés devant ces derniers, bloquant le passage de tous rayons hors du plan focal. Le rôle de la lame séparatrice est de rediriger les faisceaux réfléchis vers le détecteur.

L'objectif du microscope est très fortement chromatique. Grâce à cette particularité, chaque longueur d'onde de la lumière blanche possède son propre plan focal. Lorsqu'un point à la surface de l'échantillon se situe dans un de ces plans focaux, un pic d'intensité sera détecté pour la longueur d'onde correspondant au plan focal. Le microscope va donc permettre de mesurer la

distance séparant le capteur de la surface de l'échantillon. La gamme de mesure est délimitée par les plans focaux des longueurs d'onde minimale et maximale du faisceau de lumière blanche [33].

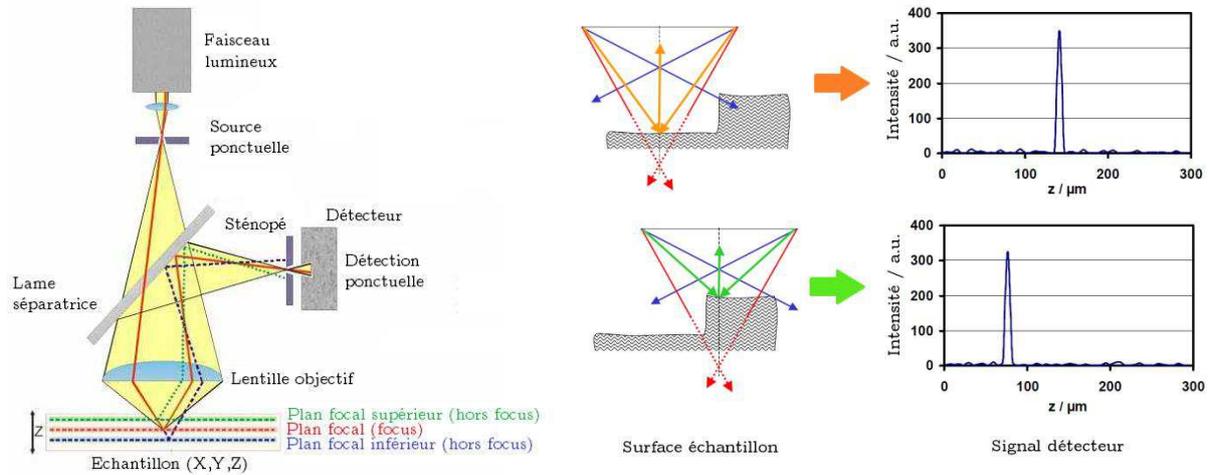


Figure I.23. Principe de la microscopie confocale chromatique

L'équipement au LETI utilisant cette technique est le FRT MICROPROF, couramment appelé FRT, du même nom de sa marque. Il est doté de deux capteurs confocaux aux caractéristiques similaires, situés en étrier (de part et d'autre de la plaque). Cette position est possible grâce à une table de mesure répondant aux normes SEMI MF534 pour la mesure de flèche de plaque [34]. Sa gamme de mesure est de 660 μm , et ses résolutions latérale et axiale sont respectivement de 1 μm (valeur maximale, dépendant du nombre de points lors de la mesure) et de 40 nm.

La plaque repose donc sur trois points situés à sa périphérie. Contrairement au FLEXUS, un wafer non contraint aura une forme creusée sous l'effet de son poids. La mesure de flèche s'effectue comme résumé sur la Figure I.24, de la manière suivante :

- Le capteur est calibré en hauteur grâce à des étalons de référence certifiés présents sur l'équipement
- Une mesure z_{FAV} au centre de la plaque est effectuée sur la face avant
- La plaque est retournée et une nouvelle mesure z_{FAR} est effectuée sur la face arrière, pour une même hauteur de capteur calibrée
- La flèche B est calculée grâce à la formule suivante :

$$B = \frac{z_{FAV} - z_{FAR}}{2} \quad (\text{I.20})$$

La flèche ainsi calculée s'affranchit donc de toute influence du poids de la plaque et de son positionnement sur la table de mesure. Le rapport 2 permet de ramener la flèche de la plaque à sa fibre neutre, supposée au centre de son épaisseur. Le FRT utilise donc uniquement le capteur situé au-dessus de la plaque pour effectuer la mesure de flèche. La duplicité du capteur permet de mesurer des épaisseurs totales.

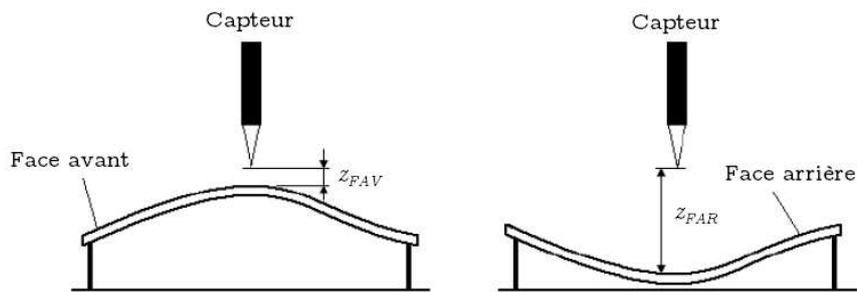


Figure I.24. Principe de la mesure de flèche sur le FRT

Le dernier équipement utilise la technique de projection de Moiré afin de mesurer la courbure d'échantillons.

I.3.1.1.4. Projection de moiré

La technique de mesure de courbure dite de « shadow moiré » permet de mesurer la topographie à la surface d'un échantillon. Pour ce faire, un motif de Moiré constitué de rayures espacées d'une certaine distance, est projeté sur l'échantillon avec un angle de 45° . Pour ce faire, une source lumineuse passe au travers une grille de moiré représentant le motif. L'ombre de cette grille est projetée sur l'échantillon, et l'image du motif réfléchie par ce dernier est capturée par une caméra CCD, comme montré sur la figure ci-dessous. Le champ de déplacement des points à la surface de l'échantillon est ainsi reconstruit par traitement numérique des données de la caméra.

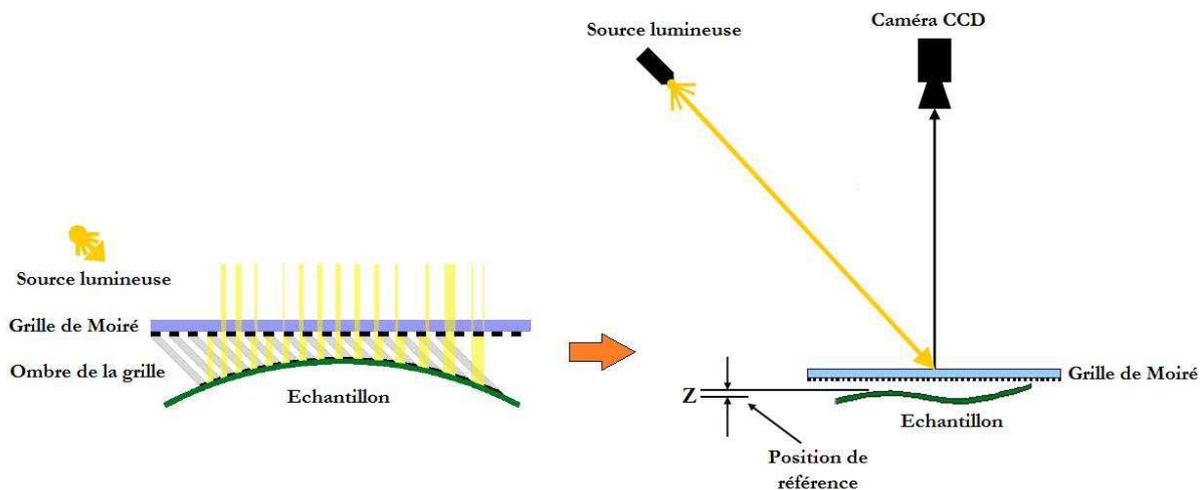


Figure I.25. Principe de la technique de projection de moiré [35]

Si l'échantillon est parfaitement plat et horizontal, les franges captées par la caméra auront le même profil que les franges initiales envoyées sur l'échantillon. A l'inverse, si l'échantillon présente une topologie de surface, celle-ci se traduira par un décalage des franges aux endroits de variation de hauteur, comme illustré sur la [Figure I.26](#) donnant l'exemple d'un échantillon constitué d'une marche. Le décalage entre les franges quantifie la hauteur relative du point responsable du décalage par rapport à ses voisins.

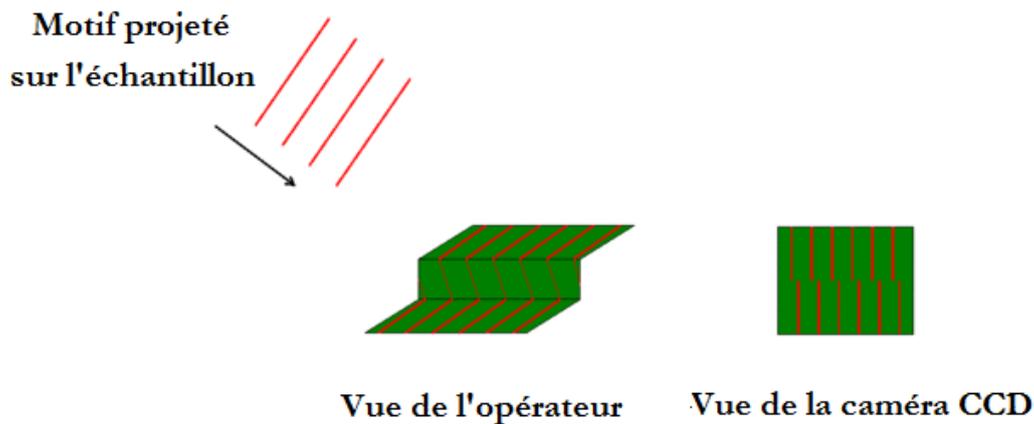


Figure I.26. Projection d'un motif de Moiré sur une marche²

L'équipement qui utilise cette technique est appelé TDM, (de l'anglais « Topography and Deformation Measurement ») et appartient à l'entreprise Insidix, où toutes les manipulations expérimentales sur cette technique ont été effectuées. Tout comme le FLEXUS, il est équipé d'un four permettant d'effectuer des mesures en températures de 20 °C à 300 °C, par pas de 3 °C/s. Il admet des échantillons de toute taille, jusqu'à 400 x 400 mm² avec une résolution verticale de l'ordre de 5 microns pour les échantillons testés.

Pour la mesure, l'échantillon repose à plat sur un plateau plein. L'image reconstruite permet d'évaluer la courbure de l'échantillon en tout point de sa surface, et non le long d'un profil ou au centre de l'échantillon comme les techniques précédentes. En dérivant deux fois le champ de déplacement comme avec l'équation (I.18), la courbure de l'échantillon peut donc être calculée en tout point.

L'ensemble de ces techniques permet de déterminer des états de contrainte par mesure de courbure et application de la formule de Stoney. Cependant, pour établir ces états de contraintes, il est nécessaire de post-traiter le champ de déplacement mesuré par le capteur afin de le convertir en un état de déformation de plaque. Une autre technique, décrite dans la partie suivante, permet d'obtenir directement le champ de déformation de la couche mince : la diffraction des rayons X. Cependant, cette technique nécessite des étapes longues de préparation d'échantillons, d'où sa limite d'utilisation dans le contexte de la thèse.

I.3.1.2. Diffraction des rayons X (DRX)

I.3.1.2.1. Principe de la DRX

La diffraction des rayons X (DRX) permet de caractériser l'état cristallin d'un matériau: orientation cristalline, texture, phases, ou encore état de contraintes sont autant de paramètres caractérisables par cette technique.

² Site internet de l'entreprise Insidix. <http://www.insidix.com/Topography-and-Deformation-Measurement-TDM.26+M52087573ab0.0.html>

Son principe est le suivant ; lorsqu'un matériau cristallin est soumis à un rayonnement X, les atomes le composant, arrangés de façon périodique, vont se comporter comme des centres diffuseurs, et générer des interférences. Ces interférences sont régies par la loi de Bragg, qui donne la condition d'obtention d'interférences constructives :

$$\lambda_0 = 2 d \sin \theta , \quad (I.21)$$

avec λ_0 la longueur d'onde des rayons X utilisés, d la distance interréticulaire entre deux plans cristallographiques, et θ l'angle d'incidence et de réflexion des rayons X, comme illustré sur la Figure I.27. Dans cette configuration, des pics caractéristiques d'intensité, appelés pics de diffraction seront alors observés en sortie du détecteur. Le spectre d'intensité $I(\theta)$ est suivi comme une fonction de 2θ . Les différents pics, de hauteur relative entre eux, de largeur et de position spécifique, serviront alors à caractériser les paramètres cristallins du matériau étudié.

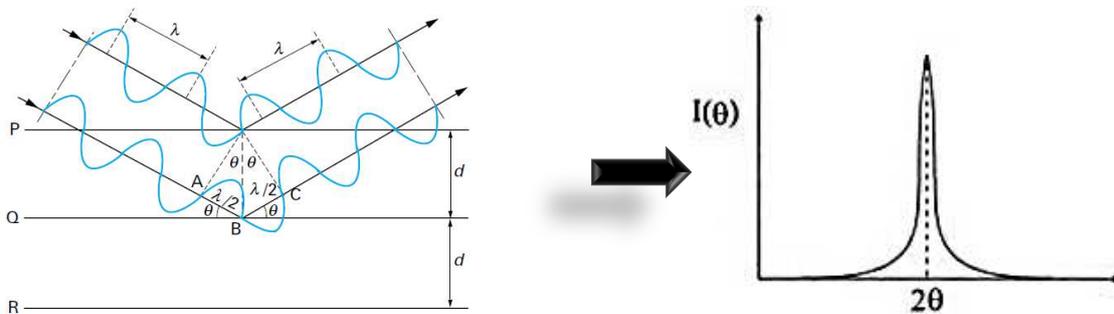


Figure I.27. Diffraction des rayons X par un réseau cristallin et spectre résultant [9, 36]

I.3.1.2.2. Détermination des contraintes

Sous l'action d'un champ de contraintes, une déformation est induite dans le matériau, caractérisée par des variations de distance entre les plans atomiques, comme la Figure I.28 le montre.

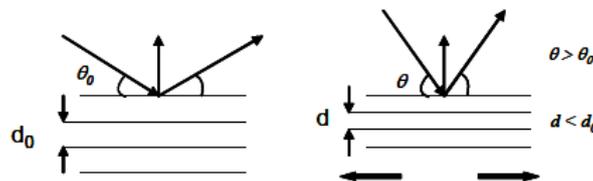


Figure I.28. Effet d'une contrainte sur l'angle de diffraction des rayons X [37]

La déformation mesurée par DRX est générée par la contrainte résultante de la couche mince soumise à la mesure. La déformation cristalline mesurée s'exprime vis-à-vis de la distance interatomique libre de contrainte d_0 et sous charge d :

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (I.22)$$

L'expression précédente montre qu'il faut au préalable connaître la distance interatomique du matériau non-contraint. Il existe des méthodes expérimentales pour le déterminer dans des configurations particulières [9].

Comme montré dans le schéma de la Figure I.17, afin de déterminer les contraintes à partir d'un champ de déformations, il est nécessaire de définir un modèle mécanique faisant intervenir les propriétés élastiques des matériaux. Dans le cas de la DRX, ces contraintes sont calculables à l'aide de la méthode dite des « $\sin^2\psi$ ». Elle permet de relier la déformation ε à l'angle d'inclinaison ψ de l'échantillon suivant le repère représenté en Figure I.29 par la relation suivante :

$$\varepsilon = S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \frac{1}{2}S_2\sigma_\Phi \sin^2 \psi, \text{ avec} \quad (I.23)$$

$$\sigma_\Phi = \sigma_{11} \cos^2 \Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi + \sigma_{12} \sin 2\Phi. \quad (I.24)$$

S_1 et $\frac{1}{2}S_2$ sont appelées constantes radiocristallines et dépendent des propriétés élastiques du matériau étudié. σ_{11} , σ_{12} et σ_{22} sont les composantes du tenseur des contraintes de l'échantillon. Les constantes radiocristallines sont liées aux propriétés élastiques de la couche mince par les relations :

$$\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu_f}{E_f}, \text{ et } S_1 = -\frac{\nu_f}{E_f} \quad (I.25)$$

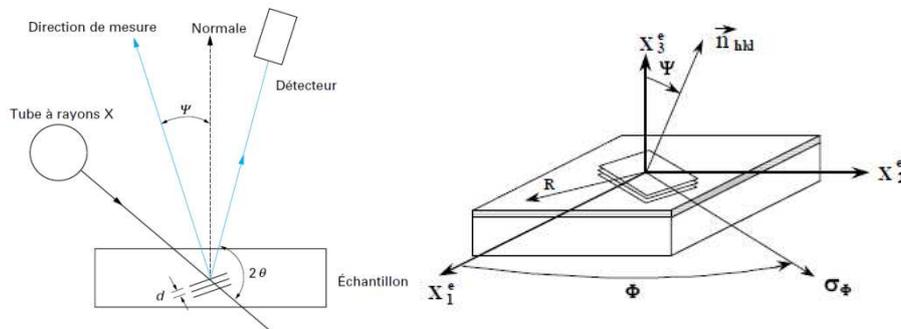


Figure I.29. Repère de mesure côté instrumentation (à gauche) et échantillon (à droite) [37, 36]

La déformation étant calculée à partir de l'équation (I.20) et en supposant les propriétés élastiques du matériau connues, la pente de la droite $\varepsilon = f(\sin^2 \psi)$ permet donc de déterminer la contrainte dans le plan de l'échantillon σ_Φ .

L'analyse des contraintes par diffraction des rayons X n'existe pas actuellement en salle blanche, du fait de l'instrumentation spécifique requise pour cette application. Les mesures sont réalisées au sein du Service de Caractérisation des Matériaux et Composants du LETI (SCMC).

I.3.1.2.3. Application à la mesure de courbure

La technique de diffraction des rayons X est également efficace pour réaliser des mesures de courbure en température pour la détermination du coefficient de dilatation thermique de matériaux. Le principe est le suivant : l'échantillon de quelques cm² constitué d'un substrat cristallin et d'une couche laissant passer les rayons X est maintenu à son extrémité, libre à l'autre. Un faisceau de rayons X incident frappe le substrat cristallin et diffracte suivant les plans réticulaires de ce dernier. L'intensité diffractée est ensuite mesurée en fonction de l'angle de diffraction ω à différentes positions x sur l'échantillon, comme montré sur la Figure I.30. La dispersion d'angle entre deux positions $\Delta\omega$ est proportionnelle à la position relative du faisceau X : $\Delta\omega = \Delta x/R$. Le rayon de courbure R est alors déterminé en calculant la pente de la courbe de dispersion d'angle en fonction de la position relative du faisceau X.

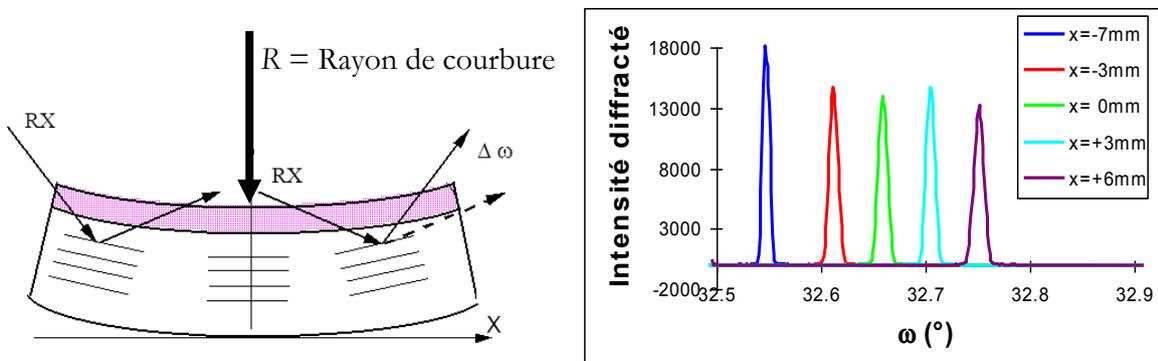


Figure I.30. Principe de mesure de courbure par diffraction des rayons X

Loin de l'encastrement (au-delà d'un tiers de la longueur de l'échantillon), la contrainte de la couche peut être estimée à partir de la formule de Stoney et de la mesure de courbure.

Un four implémenté sur l'équipement permet de monter en température jusqu'à 1100 °C, avec des rampes allant jusqu'à 200 °C/min. La technique permet des mesures de rayons de courbure très précises, avec une résolution de 600 m.

La caractérisation des propriétés mécaniques et thermiques des matériaux est nécessaire. Lorsque l'on a affaire à des couches minces, des techniques spécifiques sont requises et présentées dans le paragraphe suivant.

I.3.2. Mesure pour l'évaluation des propriétés élastiques et thermiques

I.3.2.1. Nanoindentation

I.3.2.1.1. Principe et instrumentation

La nanoindentation est une technique permettant de mesurer les propriétés mécaniques d'un matériau, module d'Young E et dureté H . Son principe est simple : Une pointe s'enfonce avec une force F (de l'ordre du millinewton) dans un matériau, et l'enfoncement h résultant est mesuré

pendant le chargement et le déchargement de la pointe. De la courbe force-déplacement $F=f(h)$ est obtenue la pente à la décharge, qui représente la raideur de contact S , comme illustré sur la [Figure I.31](#). Des modèles analytiques permettent ensuite de relier cette raideur de contact au module d'Young E et à la dureté H du matériau soumis à l'essai. Il est à noter que nous parlons dans cette partie de module d'Young, mais la technique de nanoindentation permet en réalité de mesurer un module réduit, combinaison du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν du matériau : $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$.

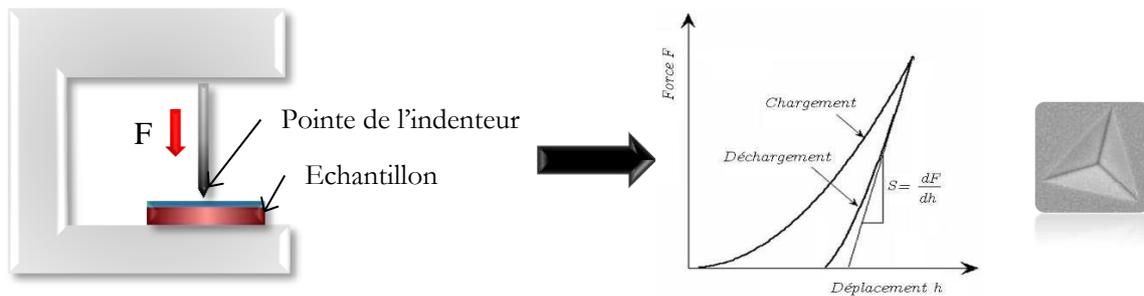


Figure I.31. Principe de la nanoindentation et résultats associés

La pointe utilisée pour l'essai de nanoindentation est généralement faite en diamant, sa forme dépend de l'application visée [38]. Elle peut être conosphérique, pyramidale à trois (pointe Berkovich) ou à quatre faces (pointe Vickers), comme illustré sur la [Figure I.32](#).

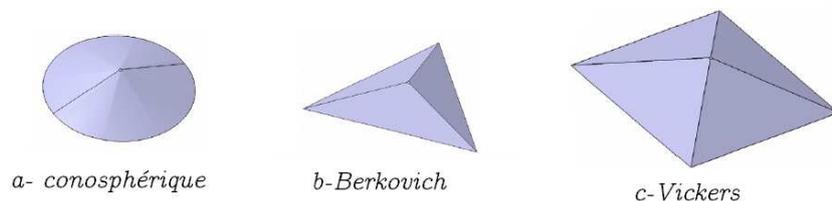


Figure I.32. Les différentes géométries des pointes d'indenteur

Le nanoindenteur du LETI est le Nano Indenter XP, de la marque MTS. Il possède une résolution en force de 50 nN, un déplacement latéral de résolution inférieure au nanomètre et permet des caractérisations de modules réduits précises à 10 % de la valeur estimée. Il peut indenter jusqu'à plus de 500 μm pour un chargement maximal de 500 mN. Les échantillons caractérisés sur cet équipement ne doivent pas dépasser une taille de 3x3 cm^2 . C'est donc une technique destructive.

I.3.2.1.2. Détermination du module d'Young

La première étape pour déterminer le module d'Young du matériau soumis à un essai de nanoindentation consiste à calculer la profondeur de contact h_c entre la pointe et l'échantillon. En effet, selon la rigidité du matériau, il peut se produire des effets dits de « pile-up » ou de « sink-in » : la matière a tendance à créer des bourrelets autour de l'indent ou au contraire, s'enfoncer

sous la pointe. L'enfoncement h mesuré par l'indenteur doit donc être corrigé pour prendre en compte la hauteur réelle h_c pour laquelle la pointe est en contact avec l'échantillon [39].

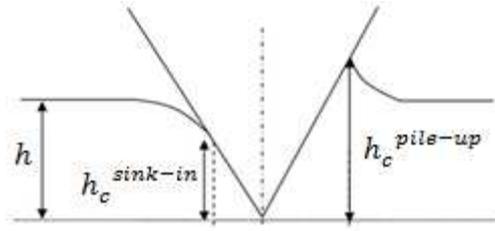


Figure I.33. Enfoncement h et hauteur de contact h_c dans les cas de sink-in et de pile-up

La détermination de cette hauteur de contact est délicate, puisque la possibilité de creux ou de bourrelets dépend du matériau et de sa réponse à la sollicitation. Des modèles analytiques permettent de calculer la hauteur de contact en fonction des deux comportements possibles du matériau. Une fois cette hauteur de contact h_c déterminée, une formule mathématique calcule l'aire de contact A_c en prenant en compte la géométrie de la pointe et ses éventuels défauts. Pour ce faire, un essai de référence est généralement effectué sur un matériau aux propriétés connues (de la silice vitreuse), l'expression de l'aire de contact est alors calibrée (les coefficients C_i de l'équation (I.26) sont déterminés) de sorte à corrélérer le module mesuré à sa valeur de référence connue.

$$A_c = C_0 h_c^2 + \sum_{i=0}^7 C_{i+1} h_c^{\frac{1}{2^i}} \quad (I.26)$$

Enfin, la connaissance de l'aire et de la raideur de contact mesurée permettent de calculer un module global E_g' , combinaison du module réduit de l'échantillon $E_{éch}'$ et de celui de la pointe E_{ind}' :

$$E_g' = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}}, \text{ avec} \quad (I.27)$$

$$\frac{1}{E_g'} = \frac{1}{E_{éch}'} + \frac{1}{E_{ind}'} \quad (I.28)$$

La nanoindentation sera utilisée pour déterminer le module d'Young de couches déposées sur substrat. L'échantillon est donc constitué d'un matériau épais aux propriétés élastiques connues, et d'une couche dont on cherche à caractériser le module d'Young : $E'_{éch} = f(E'_{film}, E'_{substrat})$. De nombreux modèles analytiques ont été mis en place pour décorréler l'effet du substrat sur l'indentation du matériau à caractériser. Cette partie fera l'objet d'une étude approfondie de ce manuscrit en dernier chapitre.

I.3.2.2. Acoustique picoseconde

L'acoustique picoseconde est une technique optique non destructive et sans contact de caractérisation des matériaux en couche mince (pour des épaisseurs de couches allant du

nanomètre à quelques microns). Elle permet de mesurer des épaisseurs, des propriétés élastiques mais aussi des états d'interface entre deux couches minces.

1.3.2.2.1. Principe et instrumentation

Un faisceau laser est généré et séparé en deux pour constituer un montage pompe-sonde (Figure I.37). Lorsque le faisceau pompe atteint la surface de l'échantillon, il se produit un échauffement local. La dilatation liée à cet échauffement génère une onde acoustique (onde de compression) qui se propage dans l'échantillon, et induit une modification des propriétés optiques du matériau.

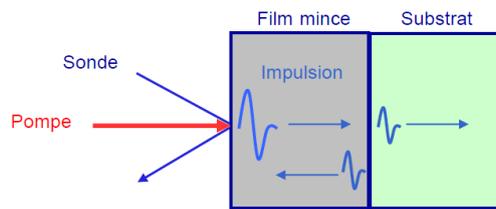
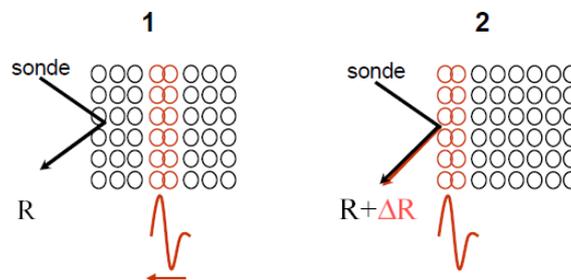


Figure I.34. Principe de l'acoustique picoseconde

Le faisceau sonde quant à lui détecte l'onde acoustique grâce à une interaction acousto-optique. Si le matériau est absorbant, cette détection est effective seulement lorsque l'onde acoustique atteint la surface de l'échantillon après sa réflexion à l'interface film/substrat. L'intensité de l'onde sonde réfléchie est alors modifiée, induisant un changement dans sa réflectivité comme illustré sur la Figure I.35.



- 1 - Aucune interaction sonde/onde acoustique durant la propagation acoustique dans la couche
- 2 - Passage de l'onde acoustique à la surface et changement de réflectivité de la sonde réfléchie

Figure I.35. Détection dans le cas d'une couche absorbante [40]

Dans le cas des matériaux transparents, il n'y a pas d'échauffement thermique à la surface de l'échantillon lors de l'impulsion pompe. Il faut pour cela déposer une fine couche d'un matériau absorbant à la surface de la couche mince pour générer l'onde acoustique à propager. Le faisceau sonde est sensible à l'onde acoustique quelle que soit sa position dans la couche. La présence simultanée des faisceaux acoustique et optique génère des interférences entre l'onde acoustique et la partie réfléchie du faisceau sonde. Une oscillation dite « oscillation Brillouin » est alors observée sur le signal de réflectivité, dont la période T dépend des caractéristiques acoustiques et optiques de la couche.

$$T = \frac{\lambda}{2nv \cos \theta}, \quad (I.29)$$

avec λ la longueur d'onde de la sonde, v la vitesse acoustique de la couche, n son indice de réfraction et θ l'angle d'incidence du faisceau. L'analyse du temps d'arrivée de l'oscillation et de sa période permet d'extraire respectivement l'épaisseur et la vitesse acoustique de la couche mince. L'atténuation de l'oscillation Brillouin périodique quant à elle, donne une information sur l'interface couche mince/substrat.

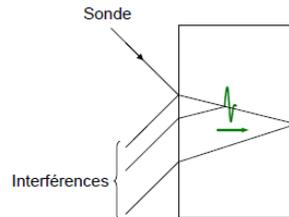


Figure I.36. Détection dans le cas d'une couche transparente : les oscillations Brillouin

Les mesures d'acoustique picoseconde présentées dans ce manuscrit ont été réalisées sur un équipement R&D d'acoustique picoseconde colorée au sein de la société MENAPIC. L'impulsion pompe-sonde est générée par un laser à impulsions femtosecondes générant des pulses d'une durée de l'ordre de la dizaine de picosecondes et de très haute fréquence (du GHz au THz). Une séparatrice permet de constituer le faisceau pompe qui génère l'onde acoustique, et le faisceau sonde moins puissant dont on détecte l'intensité réfléchi. Un retard du faisceau sonde par rapport au faisceau pompe est généré afin de pouvoir mesurer la réflectivité du faisceau sonde à différents temps (Figure I.37). Les signaux de faibles intensités sont détectés à l'aide d'un modulateur acousto-optique et d'une détection synchrone [40].

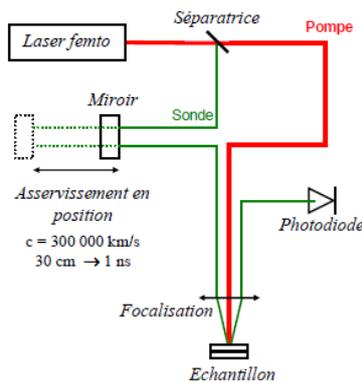


Figure I.37. Schéma d'un montage pompe-sonde

I.3.2.2.2. Détermination du module d'Young

Comme le montre l'équation (I.29), la mesure de la période des oscillations Brillouin permet de déterminer la vitesse acoustique v , à condition de connaître l'indice optique n du matériau.

L'onde acoustique générée est composée d'ondes longitudinales dont la vitesse v dans un matériau isotrope dépend du module d'Young E , du coefficient de Poisson ν et de la masse volumique ρ du matériau, comme le montre l'expression suivante :

$$v = \sqrt{\frac{E(1 - \nu)}{\rho(1 - 2\nu)(1 + \nu)}} \quad (I.30)$$

Connaissant la vitesse acoustique de l'exploitation des oscillations Brillouin, il est donc possible de déterminer le module d'Young d'une couche, en supposant la densité et le coefficient de Poisson du matériau sondé connus.

La précision des mesures d'acoustique picoseconde pour déterminer le module d'Young d'un matériau a été évaluée à 2 %. Cependant, cette valeur est conditionnée par l'incertitude sur l'épaisseur de la couche et sur sa densité.

La dernière technique n'est pas dédiée à la mesure de propriétés élastiques comme les autres, et repose sur le comportement mécanique d'une poutre sollicitée en flexion.

I.3.2.3. Technique de flexion de poutres

Proposée en 1957 par Pearson et al. et développée dans les années 80-90, la technique expérimentale de flexion de poutre, ou « microbeam bending », est très souvent utilisée aujourd'hui pour caractériser les module d'Young, contrainte, limite d'élasticité et résistance à la rupture des films minces pour des applications MEMS à partir de la théorie de la mécanique des poutres développée au XVIII^{ème} siècle [41, 42, 43].

Son principe, illustré sur le schéma de la Figure I.38 est le suivant: une force F est appliquée à l'extrémité d'une poutre simplement encastree, ou en anglais « cantilever ». La déflexion δ est alors mesurée en fonction de la force appliquée. Pour une poutre à section rectangulaire, de longueur L_p , de largeur w et d'épaisseur t , l'expression liant la force à la déflexion est la suivante :

$$\delta = \frac{FL_p^3}{3EI} (1 - \nu^2), \quad (I.31)$$

avec (E, ν) les module d'Young et coefficient de Poisson du matériau de la poutre, et I son moment quadratique : $I = \frac{wt^3}{12}$.

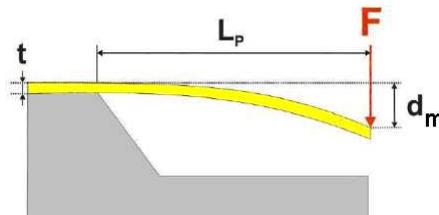


Figure I.38. Principe de la technique de flexion de poutre

De la formule (I.31), il est donc possible de déterminer le module d'Young du matériau qui constitue la poutre à géométrie connue. Si en plus sa longueur est grande devant sa largeur, il est possible de s'affranchir du coefficient de Poisson, et alors le module d'Young E du matériau vaut :

$$E = \frac{4FL_p^3}{\delta wt^3} \quad (\text{I.32})$$

Expérimentalement, la force est généralement exercée à l'aide d'une pointe de nanoindenteur, de forme sphérique afin d'éviter tout endommagement du matériau lors du chargement. Nous verrons dans un chapitre suivant comment sont fabriquées de telles structures et comment la profilométrie mécanique permet également d'exploiter cette méthode.

Lors du choix d'un matériau à intégrer pour une application particulière, il est nécessaire, en plus de bénéficier de la connaissance des propriétés élastiques, d'avoir une bonne connaissance de ses propriétés thermiques. D'autant plus lorsque le matériau en question est un polymère ou possède un comportement élastique seulement sur une gamme de température. La technique présentée dans cette dernière partie permet d'avoir une information sur certaines caractéristiques en température des matériaux.

I.3.2.4. Analyse dynamique mécanique

L'analyse dynamique mécanique, ou DMA (Dynamic Mechanical Analysis) est une technique permettant d'étudier le comportement viscoélastique des matériaux, et de déterminer leur température de transition vitreuse, leur rigidité et leur dissipation d'énergie par le biais de deux caractéristiques : le module complexe et le facteur d'amortissement δ .

Son principe est le suivant : l'échantillon est encastré à une extrémité, et soumis à une flexion par un déplacement ou une force imposée par l'équipement à son extrémité libre, suivant une amplitude sinusoïdale. La mesure de la force et du déplacement, ainsi que leur déphasage δ , permettent de calculer les contraintes et déformations selon :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t) \text{ et} \quad (\text{I.33})$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t + \delta), \quad (\text{I.34})$$

Où σ_0 et ε_0 sont les amplitudes respectives de la contrainte et de la déformation, de pulsation $\omega = 2\pi f$, avec f la fréquence imposée. Les modules réels E' , ou module de conservation, et imaginaire E'' ou module de perte, sont obtenus à partir de :

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos \delta \quad (\text{I.35})$$

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \delta \quad (\text{I.36})$$

Le facteur de perte, $\tan \delta$ est le rapport de ces deux modules : $\tan \delta = E''/E'$.

Lorsque le matériau passe de l'état vitreux à l'état caoutchoutique, le module de conservation E' diminue d'une ou plusieurs décades, tandis que $\tan \delta$ passe par un maximum. Cette transition correspond à T_g .

L'équipement utilisé au LETI pour effectuer les mesures par DMA est un viscoanalyseur nommé DMA2980, de la marque TA INSTRUMENTS®. Il est équipé d'un four permettant de faire varier la température de l'ambiante à 600 °C, avec des rampes de 5°C/min. Le déplacement imposé peut aller jusqu'à 25 mm, pour une résolution maximale de 1 nm. Les échantillons soumis à l'essai doivent être préparés et ne peuvent excéder une taille de 50 x 15 x 5 mm³. La [Figure I.39](#) présente la flexion d'un échantillon pour une analyse DMA. A chaque température de mesure, un tel essai est réalisé.

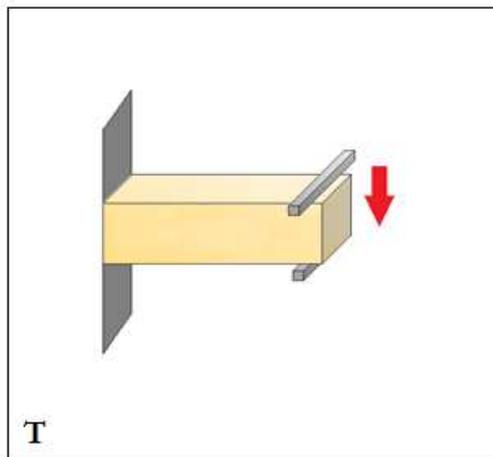


Figure I.39. Mise en flexion d'un échantillon pour analyse DMA

La DMA 2980 sera utilisée dans le chapitre IV afin de caractériser le comportement d'un polymère à intégrer dans la fabrication d'un interposeur silicium.

La revue bibliographique présentée dans ce premier chapitre permet de situer le contexte de ce travail dans le domaine de l'intégration 3D. La variété des procédés employés et les nombreux matériaux déposés en couches minces induisent des problématiques mécaniques importantes et variées dans la fabrication des dispositifs. C'est pourquoi il est nécessaire à chaque étape de contrôler le niveau de déformation et de contrainte des matériaux intégrés. Pour cela, les techniques de caractérisation support à la fabrication permettent ces mesures. Elles sont utilisées pour évaluer la répartition des contraintes et déformations durant la fabrication, à condition d'avoir une bonne connaissance des propriétés thermiques et élastiques des matériaux. Les techniques expérimentales présentées ici comme la nanoindentation, l'acoustique picoseconde permettent d'avoir accès à ces informations, comme nous le verrons dans le chapitre suivant.

CHAPITRE II

**DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES ET
THERMIQUES DES COUCHES MINCES**



SOMMAIRE CHAPITRE II

INTRODUCTION	48
II.1. Détermination du Module d'Young par nanoindentation	49
II.1.1. Contexte et limites expérimentales.....	49
II.1.2. Mesures expérimentales	51
II.1.3. Modèles de nanoindentation disponibles dans la littérature	54
II.1.4. Analyse par éléments finis	57
II.1.5. Mesures des propriétés élastiques du TiN par acoustique picoseconde.....	60
II.2. Détermination du Module d'Young par profilométrie mécanique ...	62
II.2.1. Fabrication des structures libérées	62
II.2.2. Modélisation et principe de la mesure.....	64
II.2.3. Poutre homogène d'oxyde de Silicium SiO ₂	67
II.2.4. Poutre hétérogène bicouche SiGe/Si	71
II.3. Détermination du CTE par mesure de courbure en température.....	75
II.3.1. Principe de détermination du CTE	75
II.3.2. Réflectométrie optique en température	76
II.3.2.1. Prérequis et limites de la mesure expérimentale.....	76
II.3.2.2. Résultats expérimentaux	78

INTRODUCTION

L'élaboration des dispositifs 3D nécessite de déposer des couches minces présentant des propriétés thermiques et mécaniques variées. La connaissance de ces caractéristiques est essentielle pour leur intégration et permet d'assurer une fabrication sans dommage et un bon fonctionnement du dispositif. Ces données ne sont généralement pas disponibles dans la littérature. En effet, les conditions d'un dépôt modifient la microstructure qui influence les propriétés élastiques du matériau déposé. Ajoutons à cela que l'influence de l'épaisseur sur les propriétés de certains matériaux rend les données de la littérature inexploitable.

Certaines techniques de caractérisation sont spécialisées dans la détermination des propriétés élastiques des matériaux, comme la nanoindentation. La nanoindentation consiste à identifier le module réduit du matériau à partir d'une méthode inverse et d'une modélisation du problème. De telles formulations sont proposées dans la littérature [44, 45, 46], mais leur validité est discutable lorsque la couche déposée est mince (quelques centaines de nanomètres), ou que son module d'Young est plus grand que celui du substrat. La première partie de ce chapitre présente une analyse critique d'identification des propriétés des couches minces par nanoindentation. Une analyse par éléments finis du problème s'avère nécessaire, à partir de laquelle l'identification du module est comparée à une mesure par acoustique picoseconde. Cette technique n'étant pas encore disponible au LETI à l'heure actuelle, il est également intéressant d'étudier d'autres techniques indirectes, généralement utilisées pour des applications différentes, afin d'identifier les propriétés élastiques des couches minces. Nous montrerons que la profilométrie mécanique et sa modélisation permettent d'évaluer de telles propriétés dans d'autres configurations.

La connaissance des propriétés élastiques des couches minces ne permet pas à elle seule de déterminer le comportement mécanique du matériau en toutes circonstances. Lorsque les matériaux sont soumis à des variations de température, la prise en compte des propriétés thermiques des matériaux constitutifs est nécessaire. La technique de mesure de courbure en température est un bon outil afin de déterminer le coefficient de dilatation thermique (CTE) des couches minces. Deux façons de faire sont présentées dans ce chapitre : la mesure par réflectométrie optique, et la mesure par diffraction des rayons X.

La fin de ce chapitre est consacrée aux perspectives de la caractérisation mécanique et thermique des matériaux. Nous aborderons notamment le cas des matériaux polymères, également utilisés dans le domaine de l'intégration 3D. Les propriétés de ces matériaux varient sensiblement selon leur état mécanique (caoutchouteux ou vitreux). L'analyse mécanique dynamique et la mesure de courbure en température sont deux techniques permettant d'observer leur comportement en température, et de caractériser leur température de transition vitreuse.

II.1. Détermination du Module d'Young par nanoindentation

Le principe général de la nanoindentation est reporté dans le chapitre I. Nous présentons l'essai utilisé pour évaluer le module d'Young d'une couche mince. Certains modèles disponibles de la littérature sont passés en revue et discutés. Les mesures expérimentales obtenues dans le cadre de ce travail sont ensuite présentées. Une analyse par éléments finis permet, de manière inverse, d'identifier le module d'Young de la couche mince. Cette évaluation est comparée à celle obtenue par une technique récente de mesure des propriétés élastiques des couches minces, l'acoustique picoseconde.

II.1.1. Contexte et limites expérimentales

La nanoindentation est une technique généralement utilisée pour déterminer le module d'Young réduit de couches dont l'épaisseur est supérieure à 500 nm. Une mesure par nanoindentation permet d'extraire trois paramètres principaux : le chargement P , l'enfoncement de la pointe h , et la raideur de contact S . De ces paramètres est estimée la distance de contact pointe/échantillon h_c , dépendant de la géométrie de la pointe et du comportement du matériau (bourrelets ou creux autour de l'indent, voir chapitre I). L'aire de contact A_c est calculée en fonction de cette distance de contact, après avoir calibré la pointe sur un matériau de référence. Le module d'Young équivalent $E'_{\text{éq}}$ est obtenu à partir de ceux de l'échantillon $E'_{\text{éch}}$ et de l'indenteur E'_{ind} suivant [39]:

$$E'_{\text{éq}} = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}}, \text{ avec} \quad (\text{II.1})$$

$$\frac{1}{E'_{\text{éq}}} = \frac{1}{E'_{\text{éch}}} + \frac{1}{E'_{\text{ind}}}. \quad (\text{II.2})$$

Le module réduit E' dépend du module d'Young E du matériau et de son coefficient de Poisson ν selon : $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$.

Lorsque l'échantillon est constitué d'une couche mince déposée sur un substrat épais, il devient difficile d'extraire directement des mesures réalisées le module réduit de la couche. En effet, le module de l'échantillon est une combinaison de celui de la couche E'_f et du substrat E'_s ; $E'_{\text{éq}} = f(E'_f, E'_s)$. Il existe cependant des méthodes empiriques reportées dans la littérature. L'une d'elle consiste par exemple à considérer qu'en dessous de 10 % de l'épaisseur du film, l'effet du substrat est négligeable [39].

De plus, les premiers nanomètres d'indentation à la surface d'un matériau sont sujets à une incertitude importante dans l'évaluation du module d'Young réduit. En effet, des paramètres comme la géométrie imparfaite de la pointe, la rugosité de la couche, ou la contamination organique de surface, conduisent à une forte incertitude ΔA_c dans l'évaluation de l'aire de contact et donc dans le calcul du module réduit. La [Figure II.1](#) représente un essai de nanoindentation sur

le matériau de référence, la silice vitreuse, et illustre l'incertitude des premiers nanomètres d'indentation.

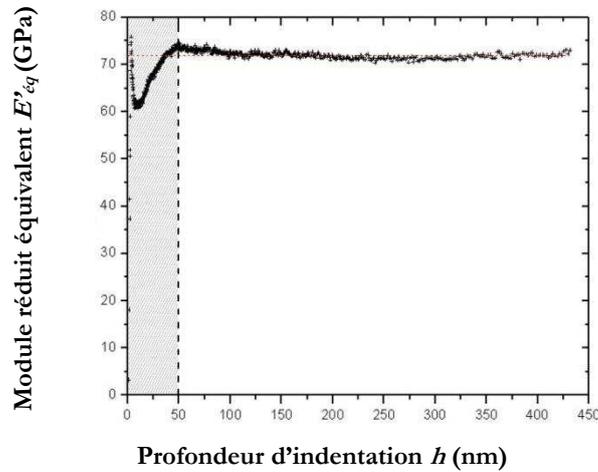


Figure II.1. Incertitude dans l'évaluation du module d'Young pour de faibles profondeurs d'indentation : cas d'un substrat de silice vitreuse.

L'effet du substrat et l'incertitude de mesure pour de fortes et faibles profondeurs d'indentation compliquent l'exploitation des données dans le cas d'une couche mince. Il n'y a aucune gamme de profondeur d'indentation pour laquelle ces deux paramètres ont peu d'effet. La Figure II.2 illustre qualitativement ce phénomène ; elle présente la variation du module réduit équivalent E'_{eq} en fonction du rapport de la profondeur d'indentation avec l'épaisseur de la couche, dans deux configurations : la première dans le cas d'une couche « épaisse » (a), l'autre d'une couche « mince » (b). Deux zones se distinguent dans les deux cas : une première (I) pour de faibles profondeurs d'indentation ($h/t_f < \Delta A_c/t_f$), et pour laquelle l'incertitude sur l'aire de contact ΔA_c conduit à des valeurs de module réduit inexacts. La deuxième zone (II) correspond à une gamme d'indentation pour laquelle l'effet du substrat ne peut plus être négligé (la règle empirique des 10 %, $h/t_f > 0.1$).

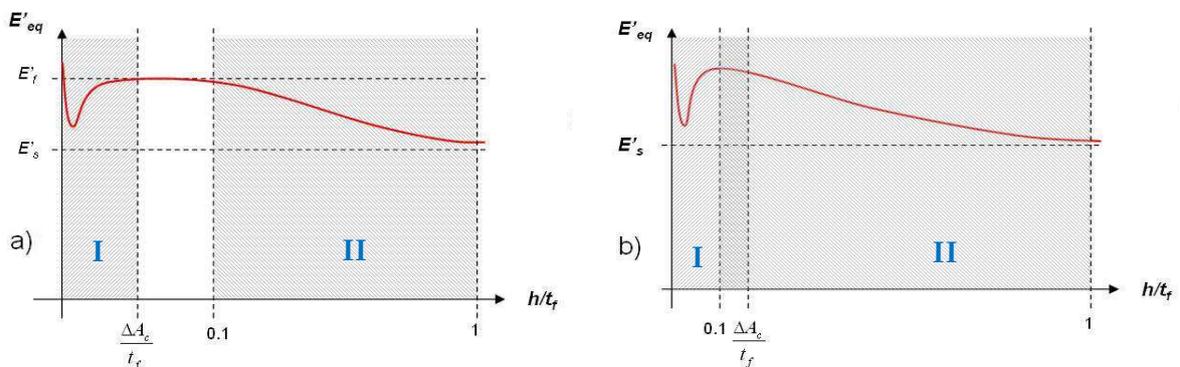


Figure II.2. Influence schématique de l'épaisseur du film sur l'évaluation du module d'Young équivalent : cas a) film épais sur substrat, et cas b) film fin sur substrat

Dans la configuration de gauche, la couche est suffisamment épaisse pour que ces deux régions ne se croisent pas. Il est alors possible de décorréler le module réduit de la couche de celui du substrat, avec une bonne précision. Dans le cas de droite, comme la couche est fine, les deux régions (I) et (II) se croisent ; aucune profondeur d'indentation ne permet d'extraire une valeur de module réduit de façon fiable.

Dans ce contexte, une analyse approfondie des données est requise. Cette analyse peut s'effectuer soit à partir d'une résolution analytique, soit par éléments finis (EF).

II.1.2. Mesures expérimentales

Le but de cette étude est de déterminer le module d'Young d'une couche mince de nitrure de titane (TiN) par nanoindentation, en développant une méthodologie précise d'exploitation des données. L'échantillon considéré est une couche de 180 nm de TiN déposé de façon physique en phase vapeur (PVD) et assisté par un plasma de puissance 12 kW à 350 °C. La couche est déposée sur un substrat de Silicium d'orientation cristallographique <100>, et de 720 µm d'épaisseur.

Les essais d'indentation expérimentaux ont été réalisés au sein du Laboratoire de Caractérisation et de Fiabilité des Composants (LCFC) du LETI. Une colonne de mesure type DCM (« Dynamic Contact Module ») a été utilisée, de résolution en force 1 nN, et de profondeur d'indentation maximale 15 µm. Le mode dynamique CSM (« Continuous Stiffness Measurement ») disponible sur l'équipement permet d'avoir accès au module réduit équivalent tout au long de l'essai. Pour cela, des cycles de nano-charges/décharges sont effectués durant l'indentation, comme montré sur la Figure II.3.

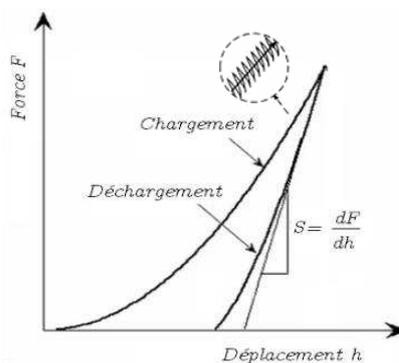


Figure II.3. Courbe force-déplacement d'un essai de nanoindentation en mode CSM

Une pointe Berkovich (pyramide à trois faces) en diamant a été utilisée pour réaliser l'essai, avec une vitesse de chargement de $\dot{F}/F = 0.05 \text{ s}^{-1}$, pour différentes profondeurs d'indentation : 80, 110, 130 et 150 nm.

Nous verrons plus loin que l'imagerie des indents résiduels de ces essais est importante pour coupler les résultats expérimentaux avec la simulation par éléments finis. Bien que le

nanointenduteur soit équipé d'un microscope à force atomique (AFM) afin d'observer les indents, sa résolution n'est pas suffisante pour observer les indents résiduels dans la couche après l'essai : la profondeur d'indentation est en effet trop faible pour observer la marque laissée par l'indentateur. Nous avons réalisé des cartographies complémentaires à l'aide d'un AFM du LETI mieux résolu, comme le détaille la [Figure II.4](#). Quatre indents plus profonds (400 nm d'enfoncement) réalisés à l'aide d'une pointe conosphérique cerclent la zone d'intérêt, un autre de même profondeur a été rajouté dans le bord inférieur gauche pour orienter l'échantillon et séparer les quatre profondeurs d'indentation entre elles.

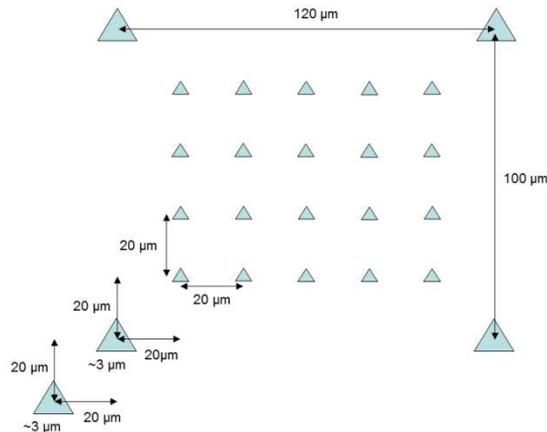


Figure II.4. Cartographie des indents réalisés

Nous avons effectué des images AFM d'un indent de chaque profondeur d'indentation. Celles-ci sont représentées sur la [Figure II.5](#).

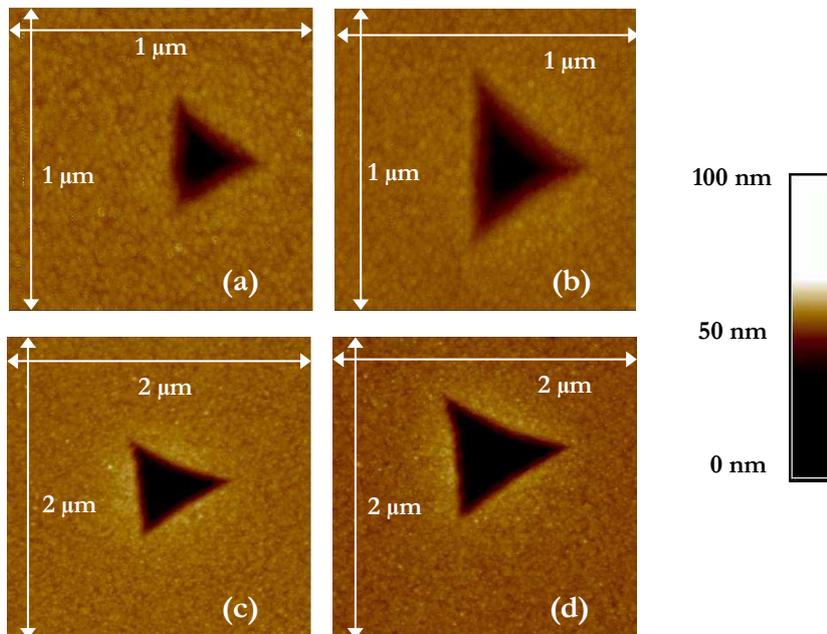


Figure II.5. Images AFM des indents réalisés sur couche de 180 nm de TiN : 80 nm (a), 110 nm (b), 130 nm (c) et 150 nm (d)

Les images acquises par AFM ont permis de vérifier l'absence de bourrelet ou d'enfoncement de matière autour des indents, comme montré sur la coupe réalisée sur l'indent de 80 nm de la [Figure II.6](#). Les images AFM sont également utilisées pour mesurer expérimentalement l'aire de contact, indépendamment d'un modèle analytique, grâce au logiciel open source GWYDDION³, spécialisé dans l'analyse d'images AFM.

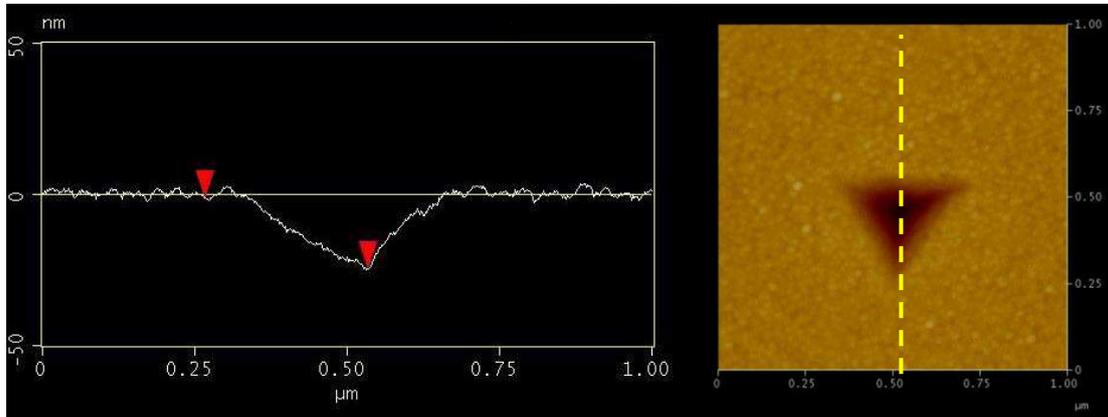


Figure II.6. Coupe d'un indent de 80 nm

Les essais de nanoindentation, moyennés sur les 20 indents réalisés pour chaque profondeur, ont permis d'extraire les courbes expérimentales de la [Figure II.7](#).

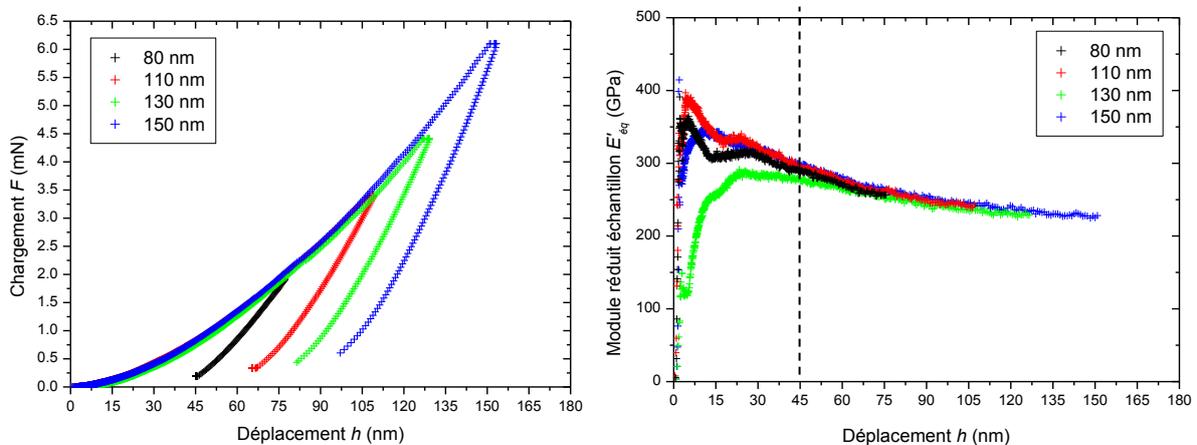


Figure II.7. Courbes moyennes force-déplacement des quatre indentations et modules d'Young associés

De la courbe du module réduit en fonction de la profondeur d'indentation, nous pouvons extraire la zone d'incertitude des premiers nanomètres, pour laquelle l'évaluation est erronée. Cette zone s'étend jusqu'à environ 45 nm, soit 25 % de l'épaisseur de la couche. Dans la suite de l'étude, nous tracerons les résultats en fonction du ratio entre le déplacement dans la couche h et l'épaisseur du film t_f . Les analyses seront faites pour des rapports supérieurs à 0.25.

³ Gwyddion. [Online]. <http://gwyddion.net/>

Nous calculons à partir de ces courbes la raideur de contact, représentée par la pente à la décharge, comme montré sur la [Figure II.3](#). Les valeurs de raideur et d'aire de contact sont reportées dans le [Tableau II.1](#).

Profondeur d'indentation (nm)	Raideur de contact (N/m)	Aire de contact (nm ²)
80	67000	57830
110	87000	92830
130	110000	146700
150	132000	218100

Tableau II.1. Aire et raideur de contact des quatre indentations

Ces données expérimentales seront par la suite comparées à celles obtenues en simulant l'essai de nanoindentation par éléments finis, à partir du logiciel ABAQUS® [47]. Avant cela, nous présentons les modèles analytiques existant pour traiter une mesure de nanoindentation dans le cas des couches minces. Nous verrons que ceux-ci ne suffisent pas pour évaluer le module d'Young de notre couche mince avec une précision correcte, d'où la nécessité de faire appel à la simulation numérique.

II.1.3. Modèles de nanoindentation disponibles dans la littérature

L'utilisation du mode CSM pendant l'essai permet d'avoir accès au module réduit expérimental $E'_{éch}{}^{exp}$ de l'échantillon tout au long du chargement de la pointe, calculé à partir de l'équation (II.1). Ces valeurs sont ensuite comparées au module réduit théorique $E'_{éch}{}^{th}$ dérivé d'un modèle. Les expressions sont établies à l'aide d'une expression analytique dépendant du module réduit du substrat E'_s et de la couche E'_f . Connaissant celui du substrat de Silicium, le module d'Young du TiN est déterminé par ajustement de la courbe théorique à la courbe expérimentale (en fixant le coefficient de Poisson).

Dans un premier temps, nous exploitons nos données expérimentales avec les modèles de Gao et al. [45] et de Bec et al. [44], qui sont les descriptions les plus couramment employées en nanoindentation. Le modèle de Gao et al. repose sur une fonction pondérée Φ_{Gao} et s'écrit :

$$E'_{éch}{}^{Gao} = E'_s + (E'_s - E'_f)\Phi_{Gao}\left(\frac{a}{t_f}\right), \quad (II.3)$$

où t_f et a sont respectivement l'épaisseur du film et le rayon de contact pointe/échantillon, et E'_{sf} sont les modules réduits du substrat (s) et de la couche (f). La fonction Φ_{Gao} s'écrit sous la forme suivante, avec ν_f le coefficient de Poisson de la couche :

$$\Phi_{Gao}(x) = \frac{2}{\pi} \arctan \frac{1}{x} + \frac{1}{2\pi(1-\nu_f)} \left[(1 - 2\nu_f) \frac{1}{x} \ln(1 + x^2) - \frac{x}{1+x^2} \right]. \quad (II.4)$$

Ces relations empiriques ont été obtenues à partir d'une analyse de la nanoindentation par éléments finis.

Le rayon de contact a est calculé à partir de l'équation (II.5) :

$$a = \sqrt{\frac{C_1 h_c^2 + C_2 h_c + C_3 h_c^{1/3}}{\pi}}, \quad (\text{II.5})$$

où C_1 , C_2 et C_3 sont les coefficients issus de la calibration de la pointe, et h_c est la hauteur de contact pointe/échantillon, dépendant du comportement du matériau. Les images AFM ne présentent ni bourrelet ni enfoncement de matière sous la pointe. Aussi, la formulation de contact d'Oliver et Pharr semble appropriée dans notre cas pour calculer cette distance [46] :

$$h_c = h - 0.72 \frac{F}{S}, \quad (\text{II.6})$$

avec h , F et S respectivement l'enfoncement, la force appliquée et la raideur de contact résultants de l'essai de nanoindentation. Le facteur 0.72 permet de prendre en compte la géométrie de la pointe de type Berkovich.

Le deuxième modèle de Bec et al. [44] repose sur une résolution analytique du problème de contact et aboutit à :

$$E'_{éch}{}^{Bec} = \left[\frac{2a}{1+2t_f/(\pi a)} \left(\frac{t_f}{\pi a^2 E'_f} + \frac{1}{2a E'_s} \right) \right]^{-1}. \quad (\text{II.7})$$

Le rayon de contact est calculé de la même façon, à partir des équations (II.5) et (II.6).

Pour déterminer le module d'Young du TiN avec ces modèles, il convient de fixer certaines valeurs, comme les propriétés élastiques du substrat, ainsi que le coefficient de Poisson et l'épaisseur de la couche de TiN. Dans cette étude, le Silicium est considéré élastique linéaire et isotrope. Les valeurs des paramètres utilisés sont présentés dans le [Tableau II.2](#). Les propriétés élastiques des deux matériaux sont tirées de la littérature [48, 49], tandis que l'épaisseur de la couche de TiN a été mesurée expérimentalement par réflectométrie des rayons X.

Matériau	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson (s.u.)	Epaisseur (nm)
TiN	à déterminer	0.25	180
Si	180	0.22	/

Tableau II.2. Paramètres initiaux pour le calcul analytique du module d'Young du TiN

Ces deux modèles permettent d'obtenir une courbe $E'_{éch}{}^{th} = f(h)$, qui est comparée à la courbe $E'_{éch}{}^{exp} = f(h)$ obtenue expérimentalement. Nous identifions le module d'Young de TiN par ajustement des deux courbes entre elles, par moindres carrés. La [Figure II.8](#) compare les

courbes obtenues à partir des modèles de celles obtenues expérimentalement dans le cas du meilleur ajustement pour le cas d'une indentation de 150 nm. Les valeurs de module d'Young de TiN moyennées sur les quatre profondeurs sont reportées dans le [Tableau II.3](#).

Modèle analytique	Module d'Young moyen du TiN (GPa)	Ecart-type (GPa)
Bec et al.	655	116
Gao et al.	348	45
LITTÉRATURE [50, 51]	320 → 430	/

Tableau II.3. Modules d'Young obtenus par la méthode d'ajustement analytique

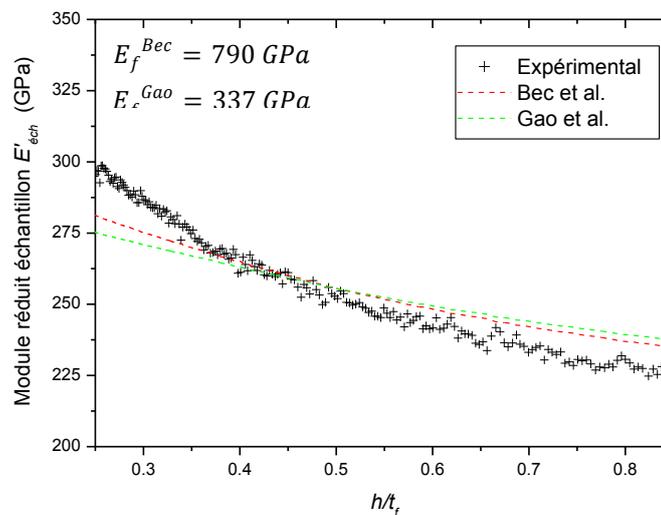


Figure II.8. Modèles analytiques ajustés et mesure expérimentale de module réduit

Plusieurs points sont à remarquer sur ces résultats. Sur la [Figure II.8](#), nous présentons les variations du module réduit équivalent prédites par les deux modèles, en fonction de la profondeur d'indentation. Avec les valeurs du [Tableau II.3](#), les deux modèles sont proches mais aucun des deux ne rend compte de l'ensemble des points expérimentaux. Ils n'assurent pas une identification fiable du module d'Young, ce qui conduit à une disparité importante dans les valeurs obtenues par les deux modèles (près d'un facteur 2 entre les deux valeurs), reportées dans le [Tableau II.3](#).

Pour tenter d'expliquer de tels résultats, nous nous appuyons sur les travaux de Perriot et Barthel [\[52\]](#), qui expliquent que de nombreux modèles analytiques (en particulier ceux que nous avons utilisés) reposent sur la théorie du contact de Hertz pour des systèmes homogènes [\[53\]](#). Cette hypothèse suppose que la profondeur d'indentation b est directement proportionnelle au rayon de contact a . L'expression de la hauteur de contact h_c proposée par Oliver et Pharr [\[46\]](#) et utilisée dans les modèles analytiques est dérivée de cette théorie. Cette hypothèse peut être remise en question dans la configuration hétérogène d'une couche déposée sur un substrat, davantage encore lorsque cette même couche est mince.

De plus, notre configuration apporte de très grandes incertitudes vis-à-vis des modèles utilisés. En effet, même si ceux-ci ont été développés pour étudier le cas d'un bicouche, la couche de TiN déposée est très mince par rapport à l'épaisseur du substrat. Le TiN qui plus est apparaît comme bien plus rigide que le substrat, rendant l'effet substrat très important dans cette configuration, ce qui peut aboutir à la grande dispersion observée dans les valeurs de module d'Young obtenues par les deux modèles.

Ces modèles généralement employés pour étudier la nanoindentation ne permettent donc pas d'identifier le module d'Young du TiN pour des essais de nanoindentation sur les couches minces. Ce résultat a motivé notre démarche d'utiliser une analyse par éléments finis de l'essai de nanoindentation pour identifier le module d'Young du TiN, en comparant les prédictions du modèle avec les données expérimentales.

II.1.4. Analyse par éléments finis

Nous avons simulé par éléments finis l'essai de nanoindentation réalisé expérimentalement, grâce au logiciel ABAQUS® [47]. Dans notre étude, une très grande partie du maillage nous a aimablement été fournie par Dr. Sinh Vu Hoang. La création du maillage est détaillée dans son manuscrit de thèse [54]. Ce maillage est suffisamment raffiné au niveau de la pointe en contact avec la couche mince pour calculer de manière précise les champs locaux, tout en gardant un temps de calcul raisonnable (environ 1 heure). De même, la zone de contact pointe/échantillon se doit d'être raffinée, puisque c'est autour de cette zone que se produisent de forts gradients de déformation. Cette réflexion a donc conduit au maillage présenté sur la [Figure II.9](#).

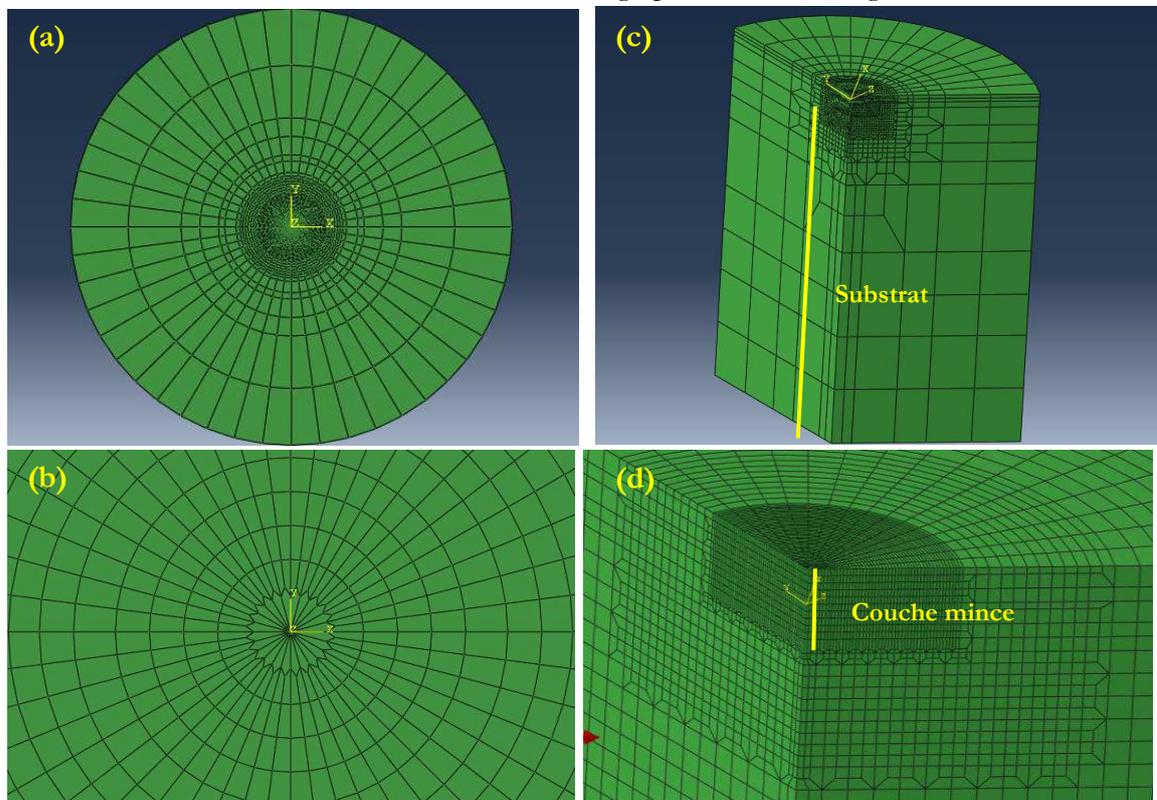


Figure II.9. Maillage de l'échantillon : vue du dessus (a), zoom autour de la zone de contact (b), vue d'ensemble sur 1/3 de la structure (c), zoom près de la couche mince (d)

Nous modélisons l'essai de nanoindentation avec une pointe Berkovich. Compte tenu de la géométrie de la pointe et de l'anisotropie du substrat, une analyse 3D est nécessaire. L'échantillon est constitué d'un substrat de Silicium élastique anisotrope d'épaisseur $8.9 \mu\text{m}$, et de la couche de TiN élastique isotrope au coefficient de Poisson $\nu_f = 0.25$ et au module d'Young à déterminer. L'épaisseur du Silicium est fixée à $8.9 \mu\text{m}$ de sorte à ce que celui-ci soit considéré comme semi-infini vis-à-vis de la couche. La figure suivante illustre le champ de déformation résultant d'un essai de nanoindentation. Nous observons que le substrat est suffisamment épais pour que, loin de la couche, il ne subisse plus l'effet de l'indentation de la pointe dans l'échantillon.

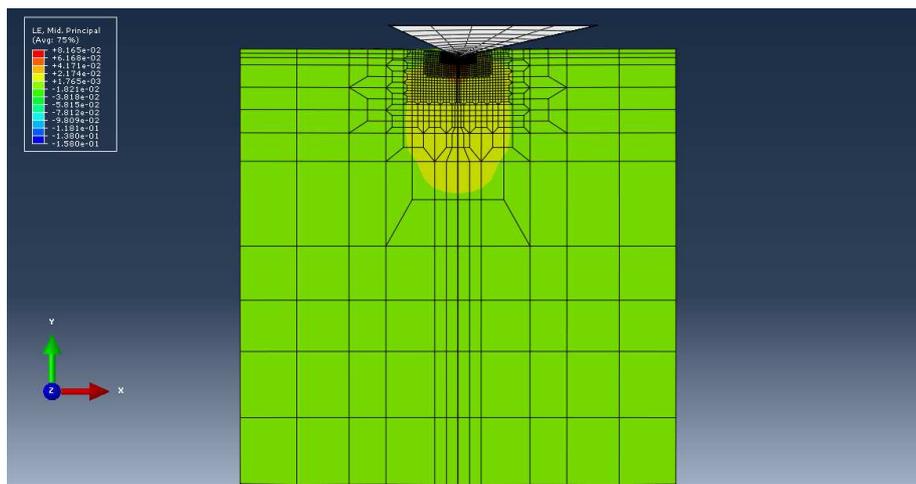


Figure II.10. Champ de déformation autour de la zone d'indentation

La pointe de l'indenteur est une pointe Berkovich, pyramidale à trois faces. Elle est modélisée sous sa forme parfaite, comme un solide rigide non déformable. En effet, nous avons considéré qu'étant donné la rigidité du diamant composant la pointe ($E=1017 \text{ GPa}$, $\nu = 0.07$, données fournisseur), celle-ci pouvait être considérée comme infiniment rigide par rapport à l'échantillon déformable. La géométrie de la pointe a été reproduite et illustrée sur la [Figure II.11](#) ci-contre :

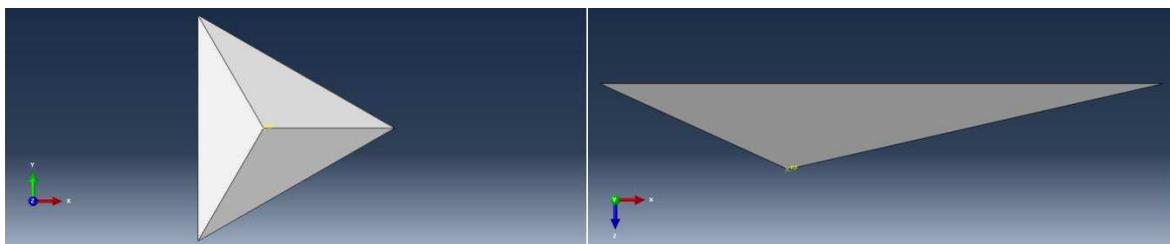


Figure II.11. Géométrie de la pointe Berkovich simulée par éléments finis

Nous n'avons considéré que des phénomènes élastiques alors qu'en réalité des déformations plastiques apparaissent lors de l'essai. Cette plasticité aboutit aux indents résiduels imagés sur la [Figure II.5](#). Néanmoins, la méthodologie que nous utilisons consiste à comparer la raideur de contact expérimentale à celle obtenue par simulation. Cette raideur est définie comme la pente à la décharge de la courbe force-déplacement. Or, les phénomènes plastiques interviennent durant

la phase de chargement de la pointe dans l'échantillon. La décharge est purement élastique. Notre choix en simulation numérique de simplifier le problème en considérant des matériaux purement élastiques est ainsi justifié.

Le contact entre les surfaces de la pointe et l'échantillon est sans frottement tangentiel. Les conditions aux limites sont imposées de manière à bloquer le déplacement vertical et les rotations sur les nœuds de la surface inférieure du substrat (Figure II.12). De même, nous appliquons un chargement en déplacement vertical de la pointe dans l'échantillon, de 180 nm grâce à un point de référence fixé sur la pointe.

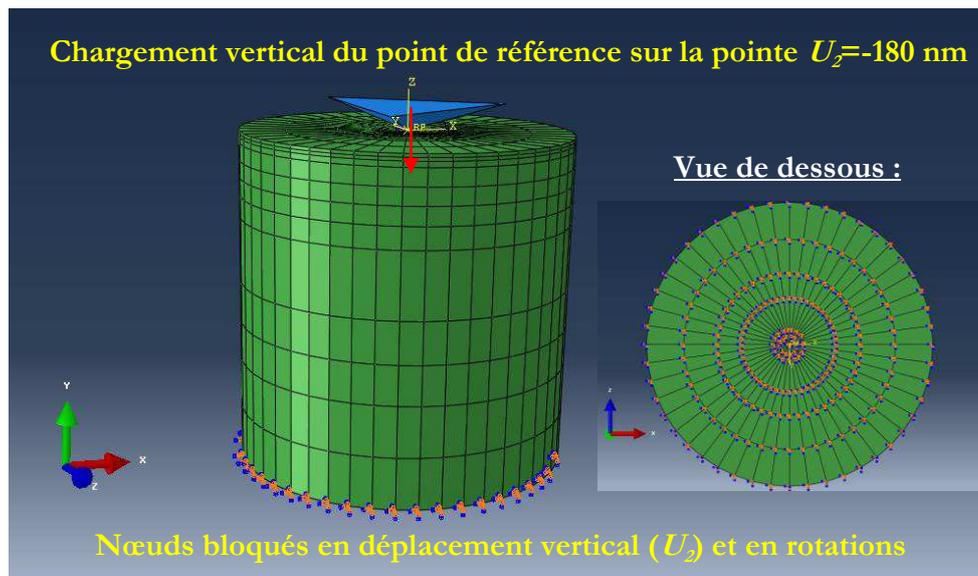


Figure II.12. Structure simulée, conditions aux limites et conditions de chargement

Nous ne pouvons pas comparer les courbes force-déplacement expérimentales et simulées, étant donné que nous ne prenons pas en compte la déformation plastique du TiN dans la simulation numérique. Notre méthodologie a été de comparer les raideurs de contact prédites et mesurées et expérimentalement en fonction de l'aire de contact. Cette comparaison nous permettra d'ajuster le module d'Young du TiN, en supposant son coefficient de Poisson connu.

Pour calculer la raideur de contact simulée S_{sim} , nous exportons de la simulation les force et déplacement de la pointe durant le chargement. Le comportement étant purement élastique, la courbe force-déplacement obtenue a le même profil que si nous simulions la décharge de la pointe. Nous approximons cette courbe à une fonction polynomiale, afin d'en extraire la pente en tout point.

Pour extraire l'aire de contact simulée $A_{c\,sim}$, nous exportons les coordonnées longitudinales et déplacements verticaux des points à la surface de la couche mince. De ce fait, nous obtenons un système de coordonnées que nous traitons sous MATLAB® afin de reproduire une image des hauteurs en z. Cette image est ensuite importée sous GWYDDION®, et analysée de la même façon que les données expérimentales afin de mesurer l'aire de contact simulée. Un exemple de résultat est illustré en Figure II.13 pour un module d'Young de TiN fixé à 300 GPa.

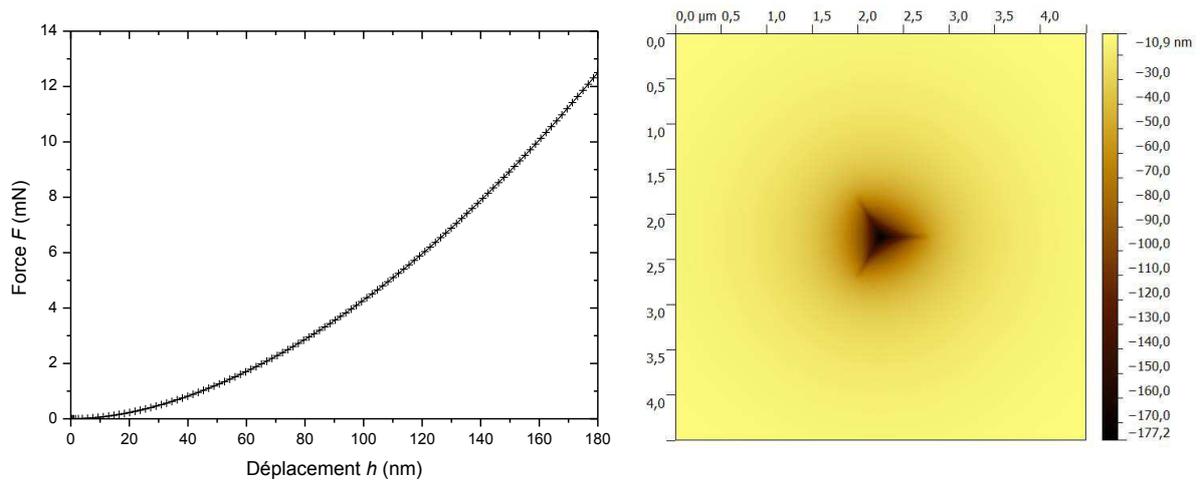


Figure II.13. Courbe force déplacement (à gauche) et indent (à droite) obtenus de la simulation

Les résultats sont présentés sur le graphique de la [Figure II.14](#), pour deux valeurs de module d'Young du TiN. Nous obtenons un bon ajustement entre la simulation et les valeurs expérimentales pour un module d'Young de 300 GPa, ce qui semble légèrement faible par rapport aux valeurs de la littérature reportées dans le [Tableau II.3](#). Cette valeur, identifiée à partir de l'analyse de l'essai de nanoindentation par éléments finis, est comparée au paragraphe suivant à une mesure obtenue par la technique d'acoustique picoseconde.

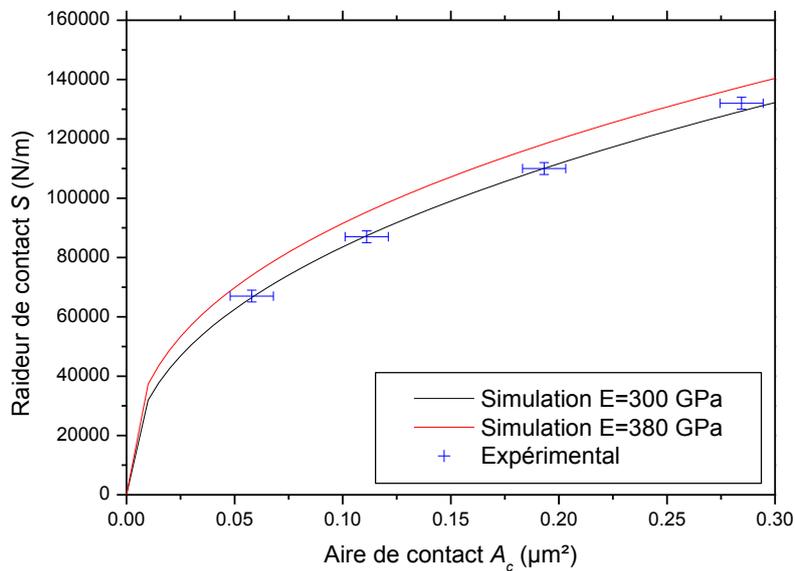


Figure II.14. Comparaison des couples raideur/aire de contact expérimentaux et simulés

II.1.5. Mesures des propriétés élastiques du TiN par acoustique picoseconde

Des échantillons du même matériau et de la même épaisseur ont été préparés et caractérisés par la technique d'acoustique picoseconde. Les mesures ont été réalisées par P. Emery de la

société MENAPIC. Pour la mesure, la masse volumique du TiN a été fixée à 5.1 g/cm^3 , valeur qui a été mesurée par réflectométrie des rayons X. Son coefficient de Poisson est fixé à 0.25.

La vitesse acoustique longitudinale du matériau est évaluée à partir de la mesure de variation relative de réflectivité DR/R du faisceau sonde en fonction du temps (cf. Chapitre I). Le signal obtenu expérimentalement (en noir) et celui ajusté théoriquement (en rouge) est représenté sur la [Figure II.15](#). Nous pouvons y voir les échos acoustiques, traduisant les allers-retours successifs de l'onde acoustique dans la couche mince de TiN.

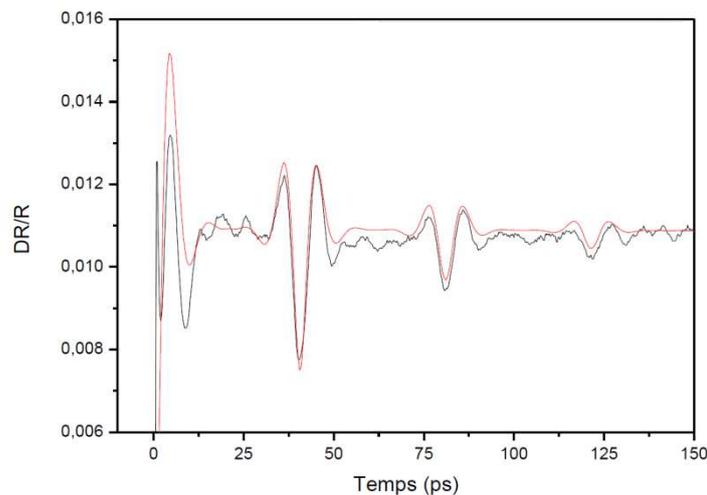


Figure II.15. Signal mesuré par acoustique picoseconde sur l'échantillon de TiN/Si

La vitesse acoustique extraite de l'ajustement théorique a été évaluée à 9660 m/s , aboutissant à un module d'Young du TiN de 397 GPa . Cette valeur est assurée avec une incertitude d'environ 4 %, à condition d'avoir une bonne connaissance de l'épaisseur et de la densité du matériau. Or ces paramètres ont été mesurés par la même technique (réflectométrie par rayons X), en un point au centre de la plaque sur laquelle a été réalisé l'échantillon de mesure. A l'incertitude de 4 % donnée par la technique s'ajoute donc également celle de la mesure de densité et d'épaisseur.

Cette valeur de référence est 1.3 fois plus élevée que celle obtenue par nanoindentation. Pour tenter d'expliquer cet écart, nous nous sommes interrogés sur notre choix d'utiliser une pointe rigide non déformable dans la simulation. En effet, le diamant de la pointe ayant un module d'Young de 1017 GPa , sa déformation pendant l'indentation peut influencer les résultats étant donné la valeur de module d'Young du TiN de 400 GPa évalué par acoustique picoseconde. La [figure II.16](#) présente les résultats de la simulation par éléments finis dans les cas où la déformation de la pointe est prise en compte ou non. Pour un même module de TiN fixé à 300 GPa , nous observons que lorsque la déformation de la pointe est prise en compte, cette valeur n'est plus suffisante pour corrélérer les points expérimentaux. Il nous faut augmenter le module d'Young du TiN à 430 GPa afin de retrouver le comportement expérimental mesuré. Cette valeur correspond davantage à celle obtenue par acoustique picoseconde, et valide ainsi la méthodologie développée. Nous avons également mis en évidence dans cette partie l'importance de prendre en compte la déformation de la pointe dans le cas où le module de la couche mince évalué est élevé.

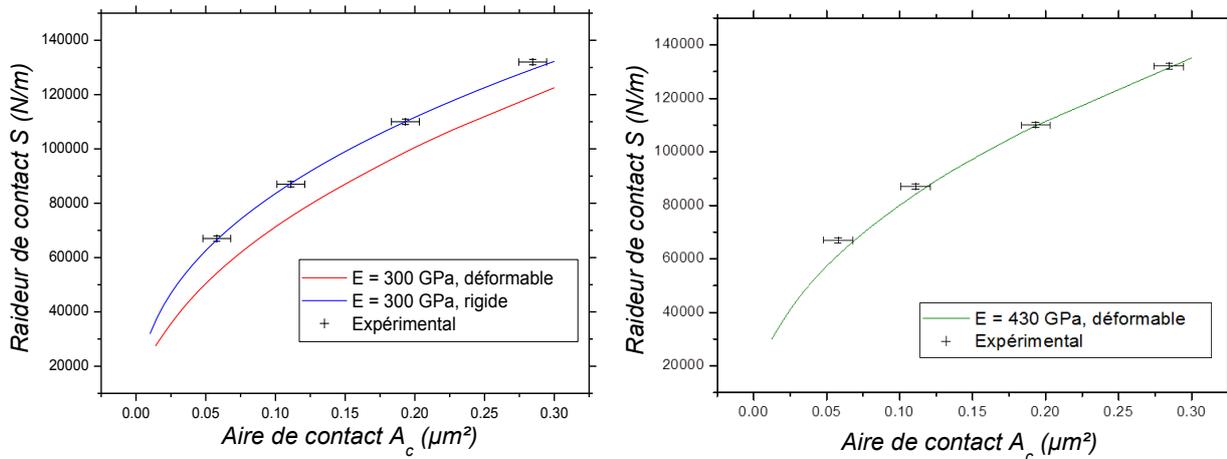


Figure II.16. Simulations EF avec (déformable) ou sans (rigide) prise en compte de la déformation de la pointe et comparaison avec les points expérimentaux

La partie suivante vise à déterminer le module d'Young grâce à une autre technique généralement peu utilisée pour la détermination des propriétés élastiques des matériaux comme peuvent l'être l'acoustique picoseconde ou la nanoindentation. Il s'agit de la profilométrie mécanique.

II.2. Détermination du Module d'Young par profilométrie mécanique

La profilométrie mécanique est généralement utilisée pour mesurer des topographies de surface ou la courbure d'une plaque. Dans cette partie, nous allons utiliser cette technique dans un tout autre but. Nous allons utiliser le stylet du profilomètre comme actionneur afin d'appliquer un chargement mécanique le long de structures libérées. De cette façon, nous verrons qu'il est possible de déterminer le module d'Young des matériaux constitutifs de ces structures.

II.2.1. Fabrication des structures libérées

Pour développer notre méthodologie, nous avons besoin de travailler sur des structures libérées comme une poutre. Dans le cadre de cette étude, nous avons réalisé des poutres homogènes en silice, ainsi que des structures composites bicouche de SiGe/Si, comme illustré sur le schéma de la [Figure II.17](#). La fabrication des structures composites a nécessité la réalisation préalable de plaques BSOI (empilement Si/SiO₂/Si, de l'anglais « Bonded Silicon On Insulator ») réalisées par collage moléculaire, détaillée dans l'[Annexe 2](#).

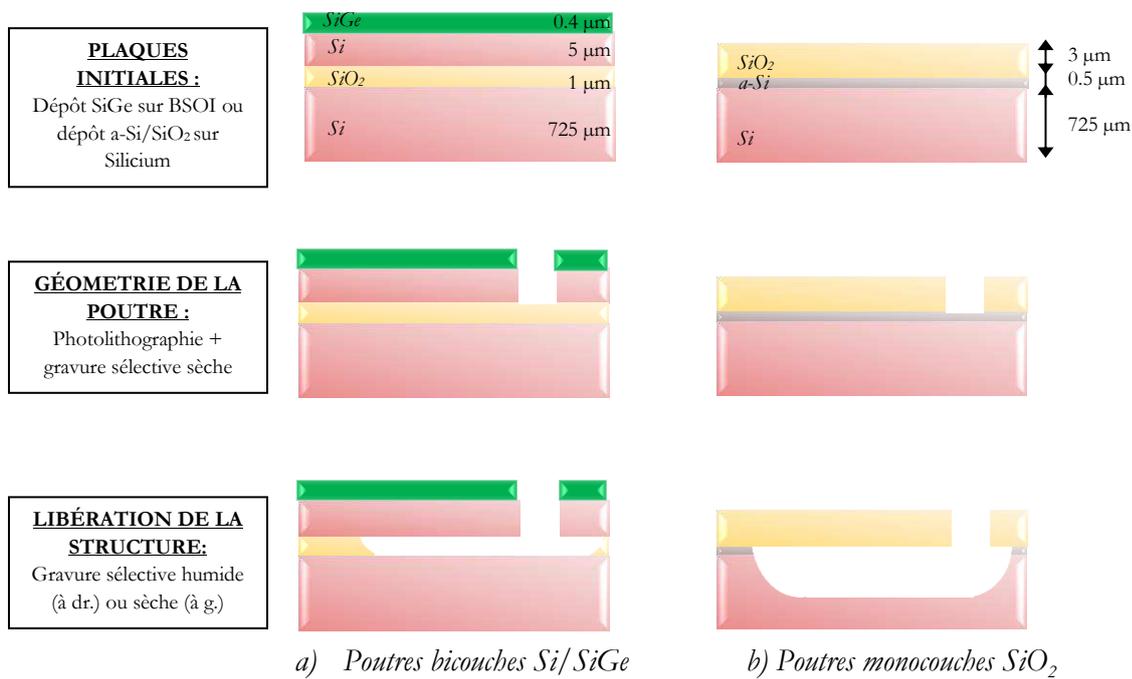


Figure II.17. Fabrication des structures libérées type poutres

Le Silicium amorphe (a-Si) présent sous les poutres en SiO₂ a été déposé afin que la gravure sèche sélective enlève davantage de matière le long de la poutre plutôt qu'en profondeur. La gravure HF humide est utilisée pour graver le SiO₂; sa sélectivité assure que les poutres en Silicium sont libérées avec 1 μm de profondeur, soit l'épaisseur de l'oxyde enterré du BSOI. Dans les deux cas, la gravure de libération est isotrope, ce qui induit les profils creusés schématisés sur la [Figure II.17](#). Pour la couche déposée, nous avons choisi le SiGe notamment parce qu'il se grave en même temps que le Silicium, par gravure sèche plasma.

Les poutres ainsi réalisées ont une largeur de 50 μm, pour une longueur variable entre 50 et 500 μm. Elles ont été observées par microscopie optique une fois libérées (exemple des structures en oxyde en [Figure II.18](#)). L'oxyde de Silicium étant transparent dans le domaine du visible, l'observation au microscope permet d'observer les fonds de gravure du Silicium sous les structures.

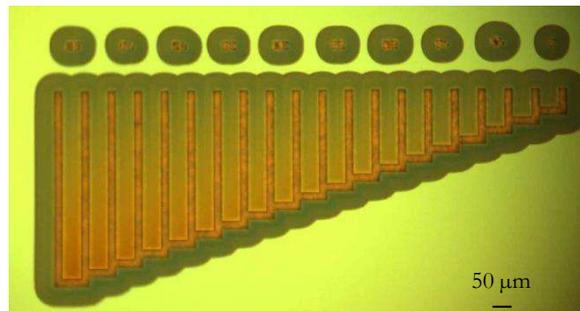


Figure II.18. Image microscope des poutres libérées

Pour réaliser les structures bilames, il nous faut déposer le SiGe sur le substrat BSOI en toute première étape, avant la création de la géométrie des structures et leur libération. Nous nous assurons ainsi que le matériau ne se dépose qu'en surface, et non sur les flancs ou sous la structure.

Le but de cette étude est de tester une méthodologie et non de l'appliquer à un matériau inconnu. C'est pourquoi nous avons choisi de travailler avec des matériaux comme le Silicium, l'oxyde de Silicium ou le Silicium-Germanium. Leurs propriétés élastiques étant connues, nous bénéficions ainsi d'une référence permettant de valider notre méthodologie.

II.2.2. Modélisation et principe de la mesure

Le principe de la mesure est illustré en Figure II.19 : la pointe du stylet appuie à force constante sur la surface de la poutre, le long d'un profil. Le déplacement vertical (la flèche de la poutre) est mesuré en tout point où le chargement est appliqué. Un modèle de l'essai permet ensuite de relier cette flèche aux propriétés élastiques du matériau constitutif de la poutre.

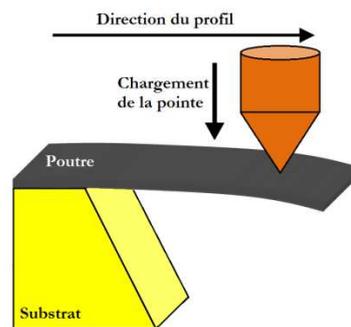


Figure II.19. Chargement de la pointe sur la structure libérée

Le profilomètre mécanique utilisé pour la mesure est le HRP 340A, de la société KT[®]. Il possède une gamme de chargement de 0.5 μN à 500 μN pour une résolution de 0.1 μN . Dans le cas où la structure est composée d'un matériau homogène, et où la déformation engendrée par le chargement F reste dans le domaine des déformations élastiques, la déflexion δ de la poutre est reliée à ses propriétés élastiques selon [55]:

$$\delta(x) = \frac{Fx^3}{3EI}, \quad (\text{II.8})$$

avec E le module d'Young de la poutre, I son moment quadratique et x la position où la déflexion δ engendrée par le chargement F est mesurée.

La mesure de déflexion par profilométrie puise sa force dans le fait que chaque valeur de déflexion pour une coordonnée x peut être perçue comme celle d'une poutre de longueur $L = x$, sur laquelle un chargement est appliqué à son extrémité libre. Un seul profil de n points réalisé sur une poutre de longueur L rassemble donc n profils sur n poutres individuelles de longueur x .

L'équation (II.8) est valide dans les cas où la déflexion n'excède pas un dixième de la longueur de la poutre, car dans ces conditions, la déformée est gouvernée par le moment fléchissant seul. Pour des structures à section rectangulaire comme les nôtres, le moment quadratique a pour expression :

$$I = \frac{wt^3}{12}, \quad (\text{II.9})$$

où w et t sont respectivement la largeur et l'épaisseur de la poutre.

L'expression (II.8) est établie pour une poutre droite homogène avec un encastrement parfait à son extrémité. En pratique, l'encastrement n'est pas parfait, en raison de la fabrication des structures. En effet, la libération de la structure par gravure isotrope provoque des phénomènes de surgravure du substrat sous la structure, tel qu'illustré sur la [Figure II.20](#).

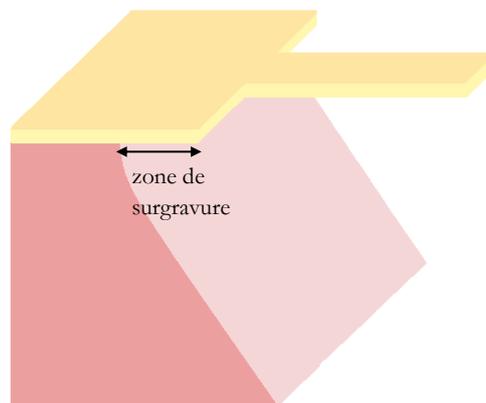


Figure II.20. Surgravure du substrat sous les structures

La littérature [56, 57, 58] rapporte des études liées à ce phénomène. Celles-ci ont permis de montrer que la surgravure conduit à une expression de la déflexion de la poutre modifiée avec des termes d'ordres inférieurs. L'équation (II.8) devient alors :

$$\delta(x) = \frac{Fx^3}{3EI} + C_2x^2 + C_1x + C_0, \quad (\text{II.10})$$

avec C_0 , C_1 et C_2 des coefficients indépendants de la position x à laquelle est mesurée la déflexion. La prise en compte de la surgravure n'affecte pas le terme d'ordre 3 dans l'équation (II.10). Celui-ci dépend du module d'Young, de la force appliquée et des dimensions de la structure, et reste le même, que la surgravure soit prise en compte ou non dans le problème de la poutre soumise à une force ponctuelle.

Une poutre composite constituée de deux matériaux différents est considérée selon Timoshenko [55] comme une poutre homogène équivalente de forme différente, comme illustré sur la [Figure II.21](#). Sur cette poutre équivalente, la déflexion est également exprimée par l'expression (II.8). La couche déposée sur la poutre provoque une modification de la fibre neutre

et du moment quadratique de la structure. En supposant que la couche déposée (représentée par l'indice 2) est moins rigide que le matériau de la poutre (représenté par l'indice 1), le moment quadratique I_{eq} et la position de la fibre neutre y_{eq} s'expriment selon :

$$I_{eq} = I_1 + I_2 + w_{eq}t_1(y_{eq} - y_1)^2 + wt_2(y_{eq} - y_2)^2, \text{ et} \quad (\text{II.11})$$

$$y_{eq} = \frac{y_1 w_{eq} t_1 + y_2 w t_2}{w_{eq} t_1 + w t_2}, \text{ avec} \quad (\text{II.12})$$

$$w_{eq} = w \left(\frac{E_1}{E_2} \right). \quad (\text{II.13})$$

$(E_1 ; E_2)$, $(t_1 ; t_2)$, w , $(y_1 ; y_2)$ sont respectivement les modules d'Young, épaisseurs, largeurs et fibres neutres de chacun des deux matériaux.

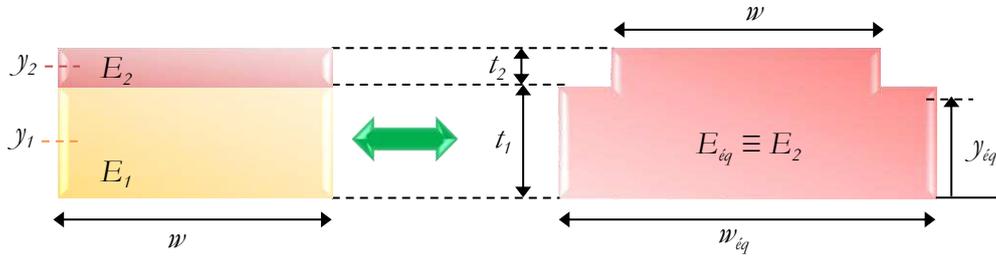


Figure II.21. Vue de coupe de la section équivalente d'une poutre composée de deux matériaux

Dans notre cas, la fibre neutre de chaque couche est située à la moitié de son épaisseur : $y_1 = \frac{t_1}{2}$ et $y_2 = t_1 + \frac{t_2}{2}$. En posant $\Sigma = \frac{E_2}{E_1}$ et $\xi = \frac{t_2}{t_1}$, l'équation (II.12) devient :

$$y_{eq} = \frac{t_1 (1 + \xi^2 \Sigma + 2\xi \Sigma)}{2 (1 + \xi \Sigma)} \quad (\text{II.14})$$

L'équation (II.10) de la déflexion de la poutre s'applique en prenant $E = E_{eq}$ et $I = I_{eq}$, calculés avec les équations (II.11) et (II.14). Connaissant le module d'Young du premier matériau, il est possible de déterminer celui de la couche supérieure par une mesure de profilométrie mécanique, comme discuté dans la partie suivante.

II.2.3. Poutre homogène d'oxyde de Silicium SiO₂

La première partie de cette étude consiste à étudier la faisabilité de l'essai de profilométrie mécanique sur une poutre homogène afin d'en déterminer son module d'Young. Pour ce faire, nous avons utilisé les structures en oxyde de silicium de 3 μm d'épaisseur. La couche de SiO₂ déposée est soumise à un gradient de contrainte dans son épaisseur. De ce fait et lors de la libération, sans aucun chargement, la poutre est initialement fléchie.

Afin de pouvoir utiliser le modèle de poutre présenté dans la partie précédente, il est nécessaire de retirer au profil de déplacement du stylet le long de la poutre son état initial (la poutre n'étant pas nécessairement plane au départ). Il faut donc coupler à la mesure par profilométrie mécanique une autre mesure, afin de déterminer la flèche initiale des poutres. Des mesures de microscopie confocale ont été réalisées avec l'équipement FRT Microprof, et ont permis de caractériser cette flèche initiale, comme illustré sur la [Figure II.22](#). L'oxyde étant transparent dans la gamme de longueur d'onde utilisée pour la mesure, nous nous sommes au préalable assurés que ces mesures de profilométrie optique réalisées avec le FRT correspondent bien à l'aspect réel des poutres, grâce à des mesures croisées en AFM et des observation MEB.

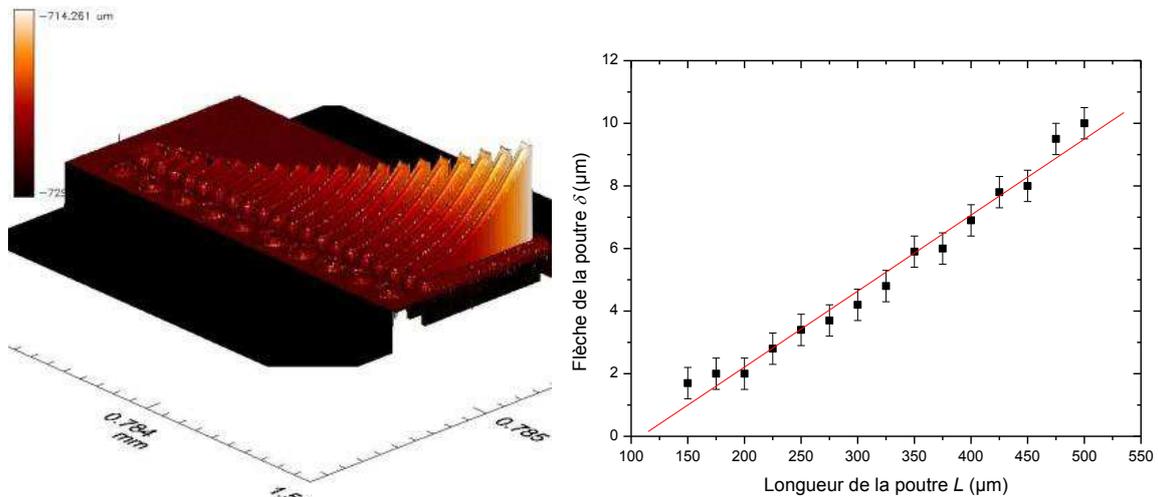


Figure II.22. Profil initial des poutres SiO₂ en fonction de leur longueur (mesure FRT)

La méthodologie proposée est résumé sur la figure suivante :

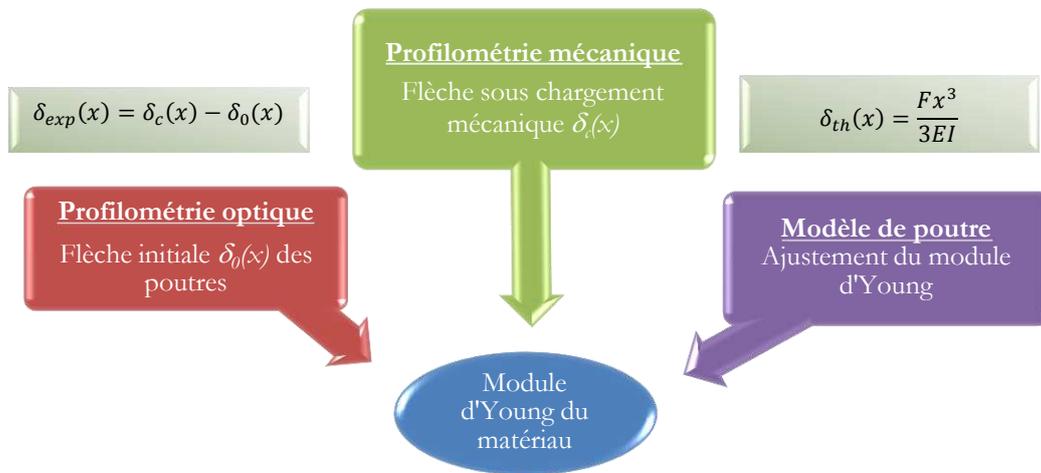


Figure II.23. Méthodologie de détermination du module d'Young de la poutre

Nous avons réalisé la mesure sur des structures de 350 et 500 μm de longueur, en les sollicitant avec une force constante respectivement de 5 et 1.5 μN . Avant de soustraire la flèche initiale au profil obtenu sous chargement, nous avons pris soin d'établir un plan de référence au niveau de l'encastrement des structures, comme illustré sur la [Figure II.24](#).

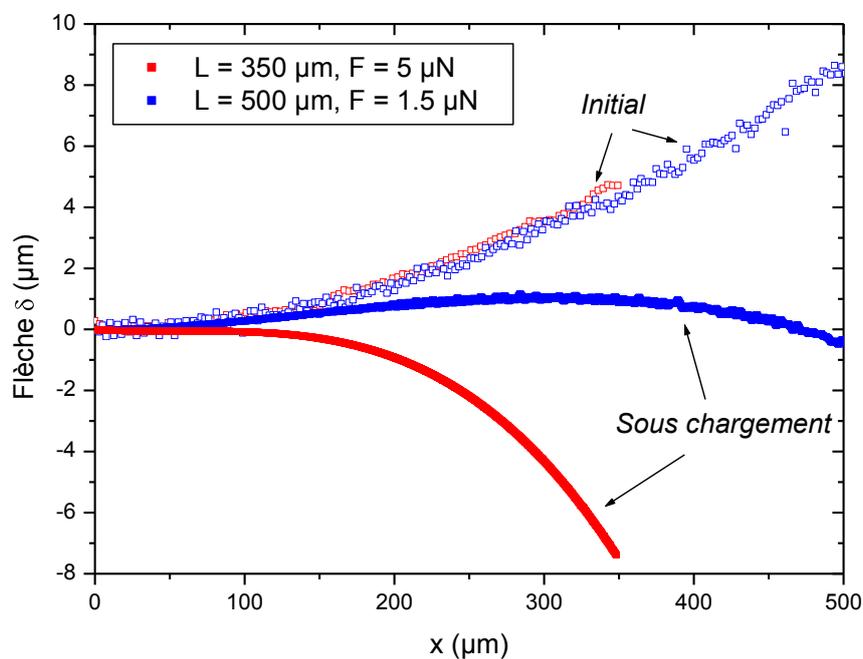


Figure II.24. Profil initial et variation de la flèche en déplaçant le profilomètre le long de la poutre

Une fois le profil initial soustrait au profil obtenu par profilométrie mécanique, nous utilisons l'équation (II.8) afin d'évaluer le module d'Young en fonction de la flèche mesurée le long des poutres, tel qu'illustré sur la [Figure II.25](#). Cette première visualisation nous permet de

séparer la zone d'incertitude importante dans l'évaluation du module d'Young pour les deux longueurs de poutre. En effet, avant une certaine distance vis-à-vis du point d'encastrement, l'effet de ce dernier n'est pas négligeable et la flèche est trop faible pour extraire une mesure fiable du module d'Young. Cette zone est donc à exclure lors de l'évaluation du module d'Young sur toute la longueur de la poutre par la méthode des moindres carrés.

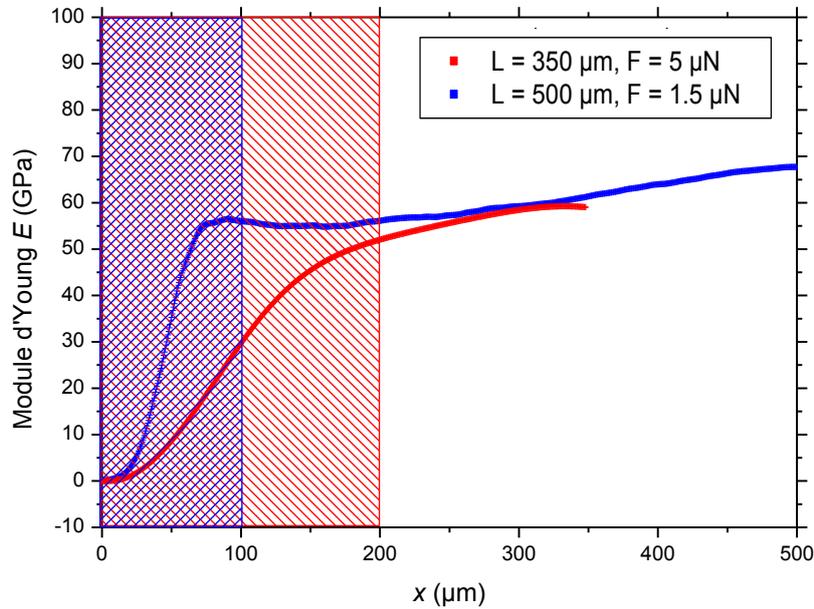


Figure II.25. Module d'Young de la poutre en fonction de la distance au point d'encastrement

Par exemple pour la poutre de 500 μm de longueur, nous excluons les 100 premiers microns pour retracer la flèche théorique de la structure et évaluer le module d'Young. Les résultats sont présentés sur le graphique de la [Figure II.26](#). Nous avons obtenu une bonne corrélation pour un module d'Young de 66 ± 7 GPa pour les deux longueurs de poutre. L'incertitude sur la mesure étant calculée selon :

$$\frac{\Delta E}{E} = \sqrt{\left(\frac{\Delta F}{F}\right)^2 + \left(3\frac{\Delta t}{t}\right)^2}, \quad (\text{II.15})$$

avec ΔF l'incertitude sur la force F appliquée et Δt celle de l'épaisseur t de la structure, conditionnée par le dépôt de l'oxyde. L'incertitude relative $\Delta F/F$ a été fixée à 20 %, d'après les données de l'équipementier. L'épaisseur quant à elle est donnée avec une incertitude Δt de 0.1 μm . Les autres sources d'incertitude (sur la largeur de la poutre, et la position du stylet) sont négligeables devant celles énoncées.

La valeur obtenue est comparable à celle mesurée par nanoindentation de 70 ± 3 GPa, ce qui valide ainsi la méthodologie proposée.

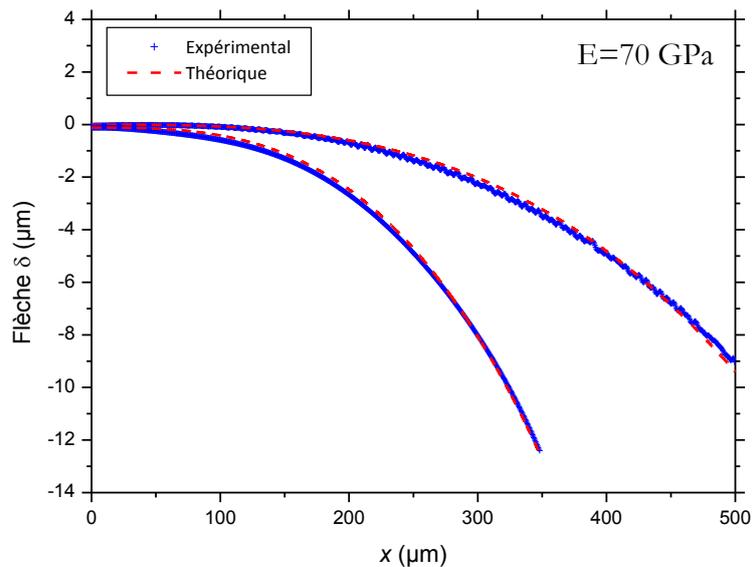


Figure II.26. Corrélation entre flèche expérimentale et théorique

La mesure par nanoindentation est représentée en [Figure II.27](#). L'échantillon est constitué d'une couche de $3 \mu\text{m}$ du même SiO_2 , déposé sur un substrat de Silicium épais. La mesure a été réalisée en mode CSM et la valeur est obtenue en prenant l'ordonnée à l'origine de la pente à 10% de l'épaisseur de la couche étant donné la forte épaisseur de la couche (méthode empirique).

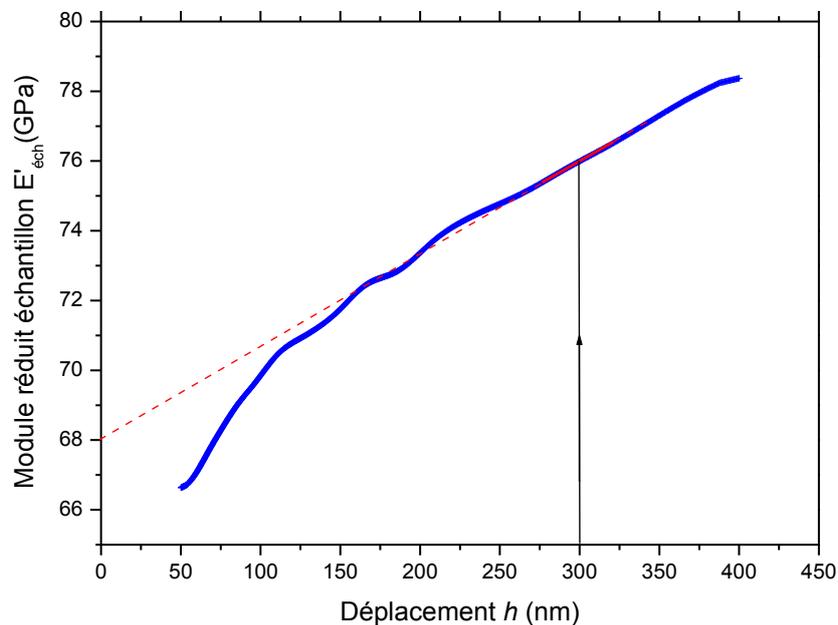


Figure II.27. Indentation d'une couche de $3 \mu\text{m}$ de SiO_2 sur Si

Nous disposons de structures de différentes longueurs. Les poutres les plus petites étant moins fléchies initialement, nous pourrions envisager de les utiliser afin de diminuer l'incertitude engendrée par la soustraction de la flèche initiale au profil sous chargement. Cependant, en plus de l'effet de l'encastrement qui n'est plus négligeable, le rapport épaisseur/longueur n'est plus suffisant pour négliger l'effet anticlastique : une courbure sur la largeur de la poutre apparaît,

opposée à celle mesurée sur la longueur de la poutre [59]. Pour ces raisons, la mesure doit être réalisée sur des poutres dont le rapport longueur / épaisseur est supérieur à 50. Dans notre cas, nous n'utiliserons donc pas les poutres de longueur inférieure à 150 μm .

La méthodologie présentée pour l'évaluation du module d'Young d'une poutre homogène est efficace pour déterminer le module d'Young de couches dont l'épaisseur est de l'ordre du micromètre. Pour de plus fines épaisseurs, nous pourrions envisager de fabriquer des structures aux dimensions plus petites. Cette approche est cependant limitée par les caractéristiques de mesure du profilomètre mécanique. En effet, pour des structures de plus petites dimensions, la force doit être suffisamment faible pour que les poutres ne viennent pas en appui sur le fond de gravure. De plus, le positionnement du stylet doit être extrêmement précis. C'est pour cette raison que nous avons choisi de travailler sur des structures de mêmes dimensions latérales, composées non plus d'un matériau homogène mais d'un système bicouche. Dans cette configuration, la différence entre les deux matériaux et leur contribution sur la flèche mesurée par le profilomètre doivent être prises en compte.

II.2.4. Poutre hétérogène bicouche SiGe/Si

La couche de 400 nm de SiGe déposée sur le substrat BSOI pour la fabrication des structures a été réalisée par épitaxie. Le pourcentage de Germanium a été mesuré par DRX à 11.8 %. Il est suffisamment faible pour que la couche ne présente aucune dislocation dans son épaisseur [60]. Nous avons choisi le SiGe car ses propriétés élastiques sont modifiables en fonction du pourcentage atomique x en germanium par rapport au silicium selon :

$$E(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) = C_{11}(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) - 2C_{12}(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) \frac{C_{12}(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x)}{C_{11}(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) + C_{12}(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x)} \quad (\text{II.16})$$

$$\text{avec } C_{ij}(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) = (1-x)C_{ij}(\text{Si}) + xC_{ij}(\text{Ge}) \quad (\text{II.17})$$

Les modules d'élasticités C_{ij} du silicium et du germanium sont donnés dans le tableau suivant :

IJ (Voigt)	C_{ij} Si (GPa)	C_{ij} Ge (GPa)
12	63.9	47.9
11	165.6	129.2

Tableau II.4. Modules d'élasticité du Silicium et Germanium [48, 61]

Avec un pourcentage x de 0.12, le module d'Young du SiGe ainsi calculé est de 127 GPa, pour une valeur de 130 GPa du silicium. La couche la plus rigide est donc la couche inférieure. En reprenant le modèle équivalent présenté en section II.2.2 pour la structure hétérogène SiGe/Si, la poutre se comporte comme le matériau équivalent suivant :

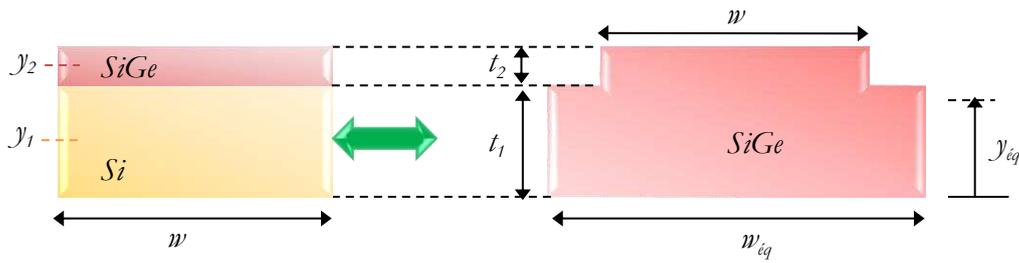


Figure II.28. Poutre homogène équivalente à la structure bicouche SiGe/Si

Les équations (II.11), (II.12) et (II.13) permettent de calculer la fibre neutre, la largeur et le moment d'inertie équivalents de la structure homogène.

De la même façon que pour l'étude des structures homogènes, la flèche initiale des structures a été préalablement mesurée par profilométrie optique (FRT) et retirée du profil sous chargement. Des poutres de trois longueurs ont été soumises à différentes forces du profilomètre mécanique. Les résultats sont présentés dans le [Tableau II.5](#). L'ajustement des courbes expérimentales avec les courbes théoriques a été effectué loin de l'encastrement, compte tenu des faibles déflexions observées. Nous avons fait varier l'épaisseur du SiGe (mesurée à $400 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$), celle du Silicium ($4.9 \pm 0.7 \text{ }\mu\text{m}$), et la force appliquée par le profilomètre (incertitude à $0.5 \text{ }\mu\text{N}$).

Longueur poutre (μm)	Module d'Young SiGe (GPa)	Epaisseur SiGe ± 20 (nm)	Epaisseur Si ± 0.5 (μm)	Force ± 0.5 (μN)
250	128	402	5.1	1.5
	128	398	4.6	4.8
	125	397	4.5	10.0
300	127	400	4.6	0.5
	126	401	5.1	1.5
450	128	402	5.2	0.15
	128	400	5.4	0.7

Tableau II.5. Modules d'Young analytiques obtenus par ajustement

La figure suivante présente le meilleur ajustement du module d'Young entre les courbes théoriques et expérimentales dans le cas des structures de 250 et 450 μm de longueur et pour différentes valeurs de force. A noter que pour les poutres de 450 μm de long, une force supérieure à $1.5 \text{ }\mu\text{N}$ conduit à mettre l'extrémité de la structure en appui avec le fond de gravure (déflexion supérieure à $1 \text{ }\mu\text{m}$).

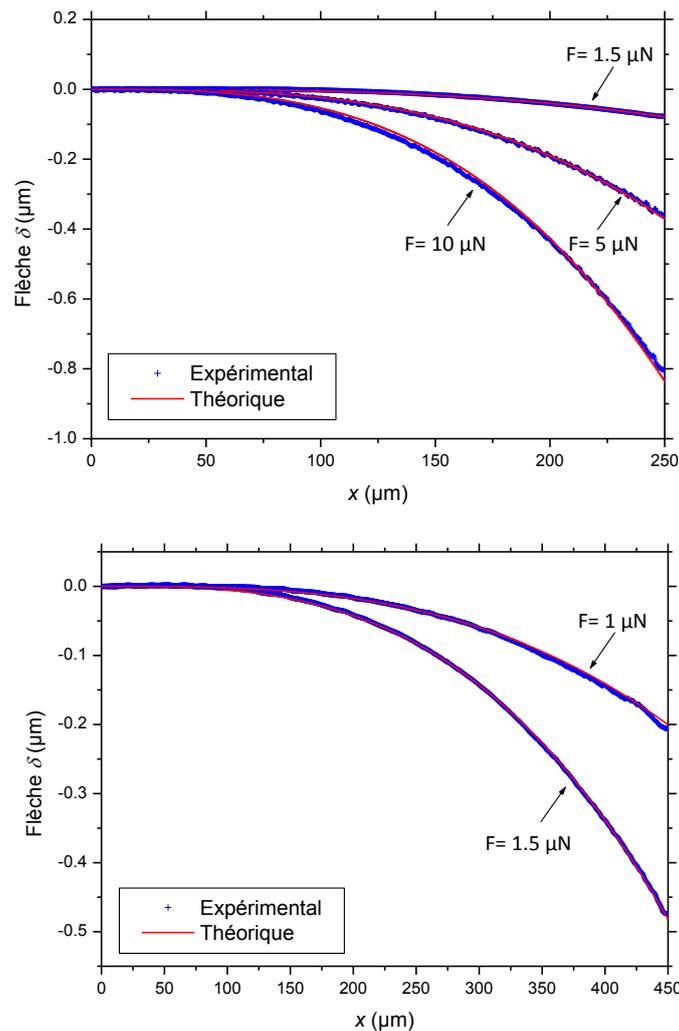


Figure II.29. Ajustement entre modèle de poutre et courbes expérimentales pour deux longueurs de poutre

Les mesures aboutissent à une valeur moyenne de module d'Young du SiGe de 127 ± 5 GPa, pour des épaisseurs de 400 ± 20 nm de SiGe, de 4.9 ± 0.5 μm de Silicium et une force précise à 0.5 μN . Le SiGe épitaxié à 11.8 % de Ge est attendu d'après l'équation (II.16) avec un module d'Young de 127 GPa, ce qui correspond aux valeurs obtenues et valide ainsi la méthodologie proposée.

L'épaisseur du Silicium est évaluée avec une incertitude de ± 10 %, cette erreur étant la dominante dans l'évaluation du module d'Young. En effet, la couche déposée sur la structure étant nettement plus fine que celle du Silicium, la variation d'épaisseur de ce dernier a une forte influence sur le ratio ξ des épaisseurs et donc sur l'ajustement de la courbe théorique par le biais des équations (II.14) et (II.11).

Cette incertitude est due à l'utilisation des substrats BSOI pour la fabrication des structures. En effet, ces substrats nécessitent des étapes de rectification suivies de polissage mécano-chimique. A l'échelle de la plaque, l'épaisseur restante de Silicium à la suite de ces procédés a été mesurée à 4.9 ± 0.5 μm . Cependant, à l'échelle des structures, la variation d'épaisseur du Silicium

est moindre. Nous avons néanmoins conservé cette incertitude à l'échelle de la structure, car nous n'avons pas pu localiser avec précision les structures que nous avons mesurées, et ainsi assurer une valeur précise d'épaisseur.

L'épaisseur de Silicium a été mesurée par interférométrie infrarouge avec le FRT. Pour diminuer l'incertitude liée à cette épaisseur, nous pourrions envisager de repérer sur la plaque l'endroit exact des poutres à étudier pour en mesurer l'épaisseur précise par interférométrie infrarouge. Cependant, le positionnement des plaques n'est pas assez précis entre le HRP (profilomètre mécanique) et le FRT (profilomètre optique). Il faudrait donc développer une méthodologie pour repérer les structures précisément sur les deux équipements (grâce à des repères de gravure par exemple).

Cette étude a montré qu'il est possible d'évaluer le module d'Young d'une couche mince à partir d'une mesure par profilométrie mécanique associée à de la modélisation. Cette technique n'est généralement pas utilisée dans ce but, mais nous avons montré que les capacités et résolutions de l'équipement permettent de mesurer des courbes de force-déflexion suffisamment précises pour déterminer le module d'Young d'un matériau. Dans un premier temps, nous avons utilisé une poutre d'un matériau homogène pour valider la méthodologie grâce à une mesure parallèle de nanoindentation, puis nous avons étudié des poutres composites afin de déterminer le module d'Young de couches minces dont l'épaisseur est de l'ordre de la centaine de nanomètres. La méthode est validée, mais nécessite d'être développée, en particulier pour évaluer ses limites, par exemple connaître la gamme d'épaisseur et de module d'Young des couches qu'il est possible de mesurer par cette méthode. Il est à noter que contrairement à la nanoindentation, la connaissance du coefficient de Poisson n'est pas nécessaire pour la méthode par profilométrie mécanique que nous avons développée ici.

Nous avons dans cette partie, démontré la possibilité de mesurer un module d'Young sur une couche mince par deux méthodes. La première a consisté à adapter une technique bien connue pour déterminer les propriétés élastiques d'un matériau : la nanoindentation. Nous avons souligné l'importance de la simulation par éléments finis lorsque les modèles analytiques existants ne permettent plus d'analyser les résultats d'un essai expérimental (dans le cas d'un film très mince plus rigide que le substrat). La méthodologie que nous proposons nécessite des caractérisations supplémentaires par AFM ainsi qu'une analyse approfondie des simulations.

La deuxième méthode a consisté à fabriquer des structures libérées composées d'un matériau homogène ou d'un système bicouche, sur lesquelles un essai de flexion est réalisé à l'aide de la profilométrie mécanique. Nous avons montré qu'il était possible de déterminer le module d'Young de couches minces par cette méthode, sans hypothèse sur le coefficient de Poisson. Ces deux méthodes pourront être utilisées par la suite pour alimenter la connaissance des matériaux développés au LETI.

Il n'est généralement pas suffisant de connaître les propriétés élastiques d'une couche mince pour une application donnée, et particulièrement lorsque celle-ci subit différents traitements thermiques. La partie suivante s'intéresse à deux techniques pour déterminer le coefficient de dilatation thermique (CTE) des matériaux élastiques.

II.3. Détermination du CTE par mesure de courbure en température

Le coefficient de dilatation thermique (CTE) est une propriété des matériaux qu'il est nécessaire de connaître pour déterminer le comportement en température d'un empilement de matériaux donnés. Les procédés de fabrication des dispositifs 3D sont généralement réalisés en intégrant des étapes de traitements thermiques. Le choix des matériaux à intégrer doit passer non seulement par la prise en compte de leurs propriétés élastiques et de leurs conditions de dépôt, mais aussi de leur propension à se déformer en température par rapport aux autres matériaux en présence. L'objectif de cette partie est de présenter les techniques que nous avons développées afin de caractériser ce paramètre sur les couches minces et de discuter des précautions à prendre sur l'échantillon à caractériser.

II.3.1. Principe de détermination du CTE

Le CTE définit la capacité d'un matériau à se déformer sous l'effet d'une variation de température ΔT . En mesurant la variation de courbure induite sur le système bicouche {couche + substrat} en fonction de la température par rapport à la courbure avant dépôt du substrat seul, et à partir de l'expression de Stoney, la contrainte de la couche est évaluée à chaque température grâce à la formule de Stoney rappelée dans l'expression (I.9) [28]. Cette contrainte σ_f est proportionnelle à l'amplitude des déformations thermiques associées à la variation de température selon :

$$\sigma_f(T) = \frac{E_f}{1-\nu_f} (\alpha_s - \alpha_f)(T - T_{ref}), \quad (II.18)$$

où T_{ref} représente la température de référence pour un état de contrainte nul (généralement la température de dépôt). E_f , ν_f , $\alpha_{f,s}$ sont respectivement le module d'Young, coefficient de Poisson et CTE de la couche mince (f) et du substrat (s).

A partir des mesures de courbure en température, il est donc possible de déduire le CTE de la couche si l'on connaît celui du substrat et les propriétés élastiques de la couche déposée.

En traçant la contrainte de la couche mince calculée par la formule de Stoney en fonction de la température, et en supposant les CTE indépendants de la température, la partie linéaire élastique de la courbe obtenue permet d'évaluer le produit $\frac{E_f}{1-\nu_f} (\alpha_s - \alpha_f)$. En connaissant les propriétés élastiques de la couche déposée et le CTE du substrat, il est alors possible de déterminer celui de la couche.

Pour mesurer la courbure en température, deux méthodes sont disponibles : la réflectométrie optique, et la diffraction des rayons X (DRX).

II.3.2. Réflectométrie optique en température

II.3.2.1. Prérequis et limites de la mesure expérimentale

Dans cette partie, nous étudions la technique de mesure de courbure par réflectométrie optique pour déterminer le CTE d'une couche mince. Un des principaux enjeux de cette méthode consiste à mesurer une variation de courbure suffisante en température pour que sa variation ne soit pas confondue avec le bruit de l'équipement (entre 3 et 5 μm).

Cette sensibilité dépend de trois paramètres majeurs : le module d'Young de la couche, la différence entre les CTE du substrat et de la couche, et le rapport des épaisseurs couche/substrat. Qualitativement, si le substrat est trop épais, le système bicouche n'est sensible qu'à la déformation du substrat et ne génère aucune variation de courbure en température. De même, si les deux matériaux ont des CTE similaires, ils se déforment de façon similaire en température. La contrainte de la couche mince mesurée à température ambiante ne varie alors que très peu en température.

Ces trois paramètres sont à prendre en compte pour la réalisation des échantillons. Si le CTE attendu est proche de celui du substrat, l'épaisseur de la couche doit être aussi grande et celle du substrat aussi petite que possible, tout en restant dans les hypothèses de Stoney : substrat « épais » vis-à-vis de l'épaisseur de la couche. Quantitativement, nous incorporons à la formule (II.18) la relation liant la flèche mesurée B au rayon de courbure R , $B = -D^2/8R$, où D est la longueur du profil réalisé :

$$\sigma_f(T) = -\frac{4E_s t_s^2}{3(1-\nu_s) t_f D^2} (B_{ap}(T) - B_{av}(T)). \quad (\text{II.19})$$

A partir de l'expression (II.19) de la contrainte en fonction de la température, nous obtenons la variation de flèche $\Delta B(T) = B_{ap}(T) - B_{av}(T)$ conséquente :

$$\Delta B(T) = -\frac{3D^2 E_f^* t_f}{4 E_s^* t_s^2} \alpha_s \left(1 - \frac{\alpha_f}{\alpha_s}\right) (T - T_{ref}), \quad (\text{II.20})$$

où E^* représente le module réduit $E^* = E/(1-\nu)$.

La pente de la courbe de la variation de flèche en fonction de la température a pour expression :

$$\frac{\partial \Delta B(T)}{\partial T} = -\frac{3D^2 t_f E_f^*}{4 t_s^2 E_s^*} \alpha_s \left(1 - \frac{\alpha_f}{\alpha_s}\right) \quad (\text{II.21})$$

Nous voyons apparaître dans cette expression la dépendance de la variation de flèche avec le rapport des modules, des CTE et celui de l'épaisseur de la couche avec celle du substrat pris au carré. Pour obtenir des résultats exploitables de la variation de la flèche en température, nous estimons qu'une montée en température de 100 °C doit provoquer une variation de flèche

minimale de $\pm 15 \mu\text{m}$, soit une pente de $\pm 0.15 \mu\text{m}/^\circ\text{C}$. La Figure II.30 représente l'amplitude de la pente de la flèche avec la température à partir de l'équation (II.22). L'exemple est donné d'une couche avec deux modules réduits différents déposés sur un substrat de Silicium. Nous voyons que pour un module réduit donné, plus le CTE de la couche se rapproche de celui du substrat et plus le rapport t_f/t_s^2 doit être grand pour dépasser la limite fixée de $\pm 0.15 \mu\text{m}/^\circ\text{C}$. Cela signifie que l'épaisseur du substrat doit être la plus proche possible de celle de la couche en restant dans les hypothèses de Stoney. De même pour un CTE donné, moins le matériau est rigide et plus l'épaisseur du substrat doit se rapprocher de celle de la couche.

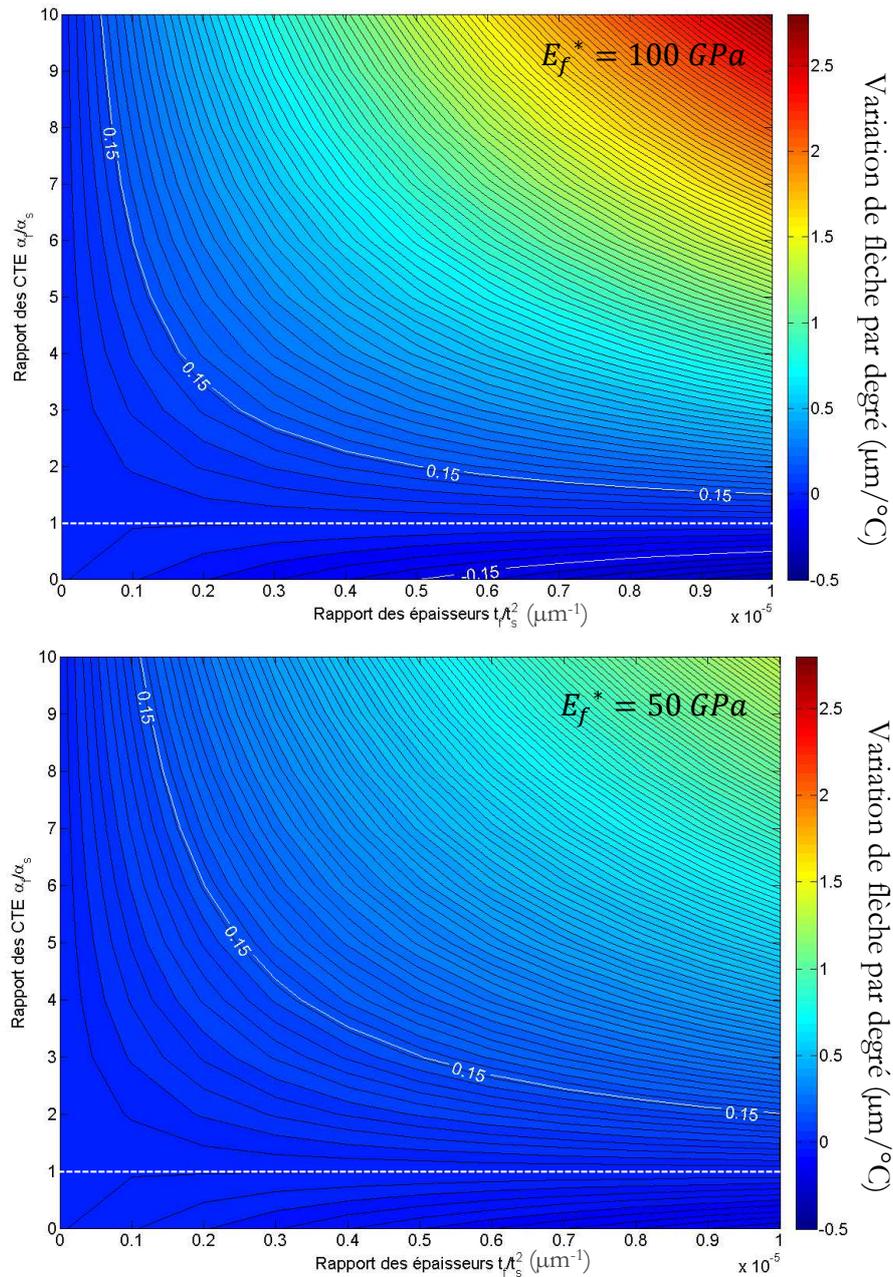


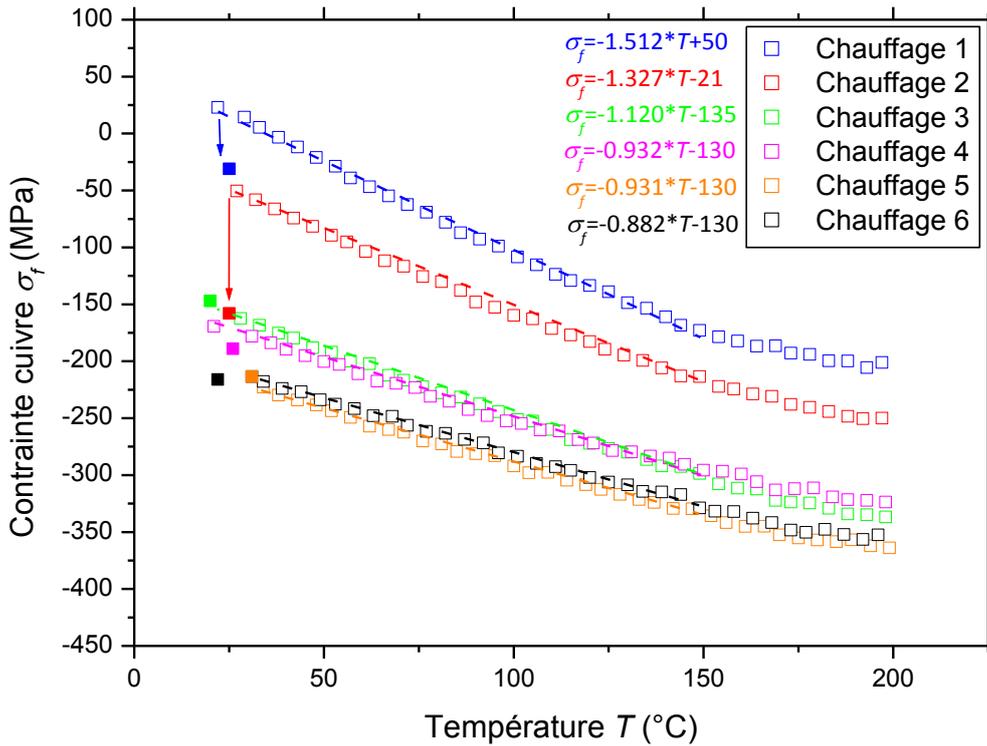
Figure II.30. Pente de la courbe de la flèche en température en fonction des rapports entre les CTE et les épaisseurs couche $t_f/$ substrat silicium t_s

Pour entreprendre un essai expérimental de détermination du CTE, il faut donc préparer l'échantillon avec un rapport entre les épaisseurs de la couche et du substrat suffisant pour obtenir des variations de courbure significative avec la température. La [Figure II.30](#) sert pour cela d'abaque pour établir ce rapport. La préparation d'échantillon peut passer par un dépôt plus épais de la couche, ou bien par l'amincissement du substrat. Ce dernier cas est plus compliqué, étant donné que les bâtis de dépôts ne permettent pas de manipuler des plaques trop fines. Il faut amincir le substrat après dépôt, et supposer que le procédé d'amincissement n'a pas endommagé le dépôt. De plus, une autre plaque de référence de Silicium doit être amincie en parallèle afin d'avoir la flèche avant dépôt d'un substrat à même épaisseur, sans dépôt.

II.3.2.2. Résultats expérimentaux

Dans cette partie, nous avons choisi de travailler sur un matériau dont nous savons qu'il est attendu avec un coefficient de dilatation thermique bien différent de celui du silicium. Ce choix nous permet de nous affranchir de l'étape d'amincissement du substrat pour observer une variation de courbure suffisante en température.

Une couche de 1 μm de cuivre a été déposée à température ambiante sur un substrat de silicium. Pour éviter toute diffusion du métal dans le silicium, une couche de 500 nm de silice a au préalable été déposée sur le substrat. L'oxyde joue le rôle de barrière de diffusion du cuivre dans le silicium généralement observé lors des recuits de l'empilement. Une mesure de courbure en température sur le système {silicium + SiO_2 } a été effectuée (cf. [Annexe 3](#)) pour vérifier que la présence d'oxyde n'influence pas la variation de flèche en température. 4 montées en température ont ensuite été effectuées sur une gamme de 20 °C à 200 °C avec une rampe de 5°C par minute (une mesure prend environ 2 heures). Une mesure initiale sur SiO_2 permet de calculer la variation de contrainte du cuivre en fonction de la température à partir de l'expression de Stoney. Les résultats sont présentés sur la [Figure II.31](#) ci-dessous. Les points avec un remplissage uni représentent les mesures après refroidissement.



Marqueurs pleins : valeur de la contrainte après refroidissement

Figure II.31. Contrainte du cuivre en fonction de la température

Nous observons que pour les deux premiers essais, l'état de la couche a été modifié par le chauffage de l'échantillon (la contrainte du cuivre à température ambiante a varié avant et après l'essai). Cela signifie que le matériau a subi un changement microstructural. Le four étant sous air, nous supposons que cette observation reflète l'oxydation progressive du cuivre accélérée par la hausse de la température. Néanmoins, nous devons supposer le module d'Young du matériau connu pour évaluer son coefficient de dilatation thermique avec la méthode présentée précédemment. Nous considérons donc que le cuivre soumis à l'essai possède un module d'Young de 130 GPa et un coefficient de Poisson de 0.34 [9]. Avec ces valeurs et grâce à la méthodologie présentée dans la partie précédente, nous évaluons la variation du CTE du cuivre en fonction des différents chauffages, comme représenté sur la [Figure II.32](#). L'incertitude sur la détermination du CTE a été calculée à partir de l'expression (II.18) :

$$\frac{\Delta(\alpha_{Si} - \alpha_{Cu})}{\alpha_{Si} - \alpha_{Cu}} = \sqrt{\left(\frac{\Delta a}{a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta E^*_{Cu}}{E^*_{Cu}}\right)^2}, \quad (\text{II.22})$$

avec a la pente de la courbe contrainte-température calculée par régression linéaire, E^*_{Cu} le module réduit du cuivre ($E^* = E/1 - \nu$, avec E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson), et $\alpha_{Cu, Si}$ les CTE du cuivre et du silicium. L'incertitude sur la pente a dépend de la précision sur le calcul de la contrainte du cuivre σ_{Cu} à partir de l'expression de Stoney, et donc de l'incertitude sur la mesure de flèche B effectuée par la technique et des épaisseurs du cuivre t_{Cu} et du silicium t_{Si} .

Les thermocouples mesurant la température dans le four sont assez précis pour négliger l'incertitude liée ce paramètre.

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta \sigma_{Cu}}{\sigma_{Cu}} = \sqrt{\left(2 \frac{\Delta t_{Si}}{t_{Si}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta t_{Cu}}{t_{Cu}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta B}{B}\right)^2}. \quad (\text{II.23})$$

Les incertitudes sont répertoriées dans le tableau suivant :

Paramètre	Valeur	Incertitude
Épaisseur silicium t_{Si}	725 μm	5 μm
Épaisseur cuivre t_{Cu}	1.0 μm	0.1 μm
Flèche B	$B(T)$	3 μm
Module réduit cuivre E_{Cu}^*	197 GPa	20 GPa

Tableau II.6. Incertitudes pour la détermination du CTE du cuivre

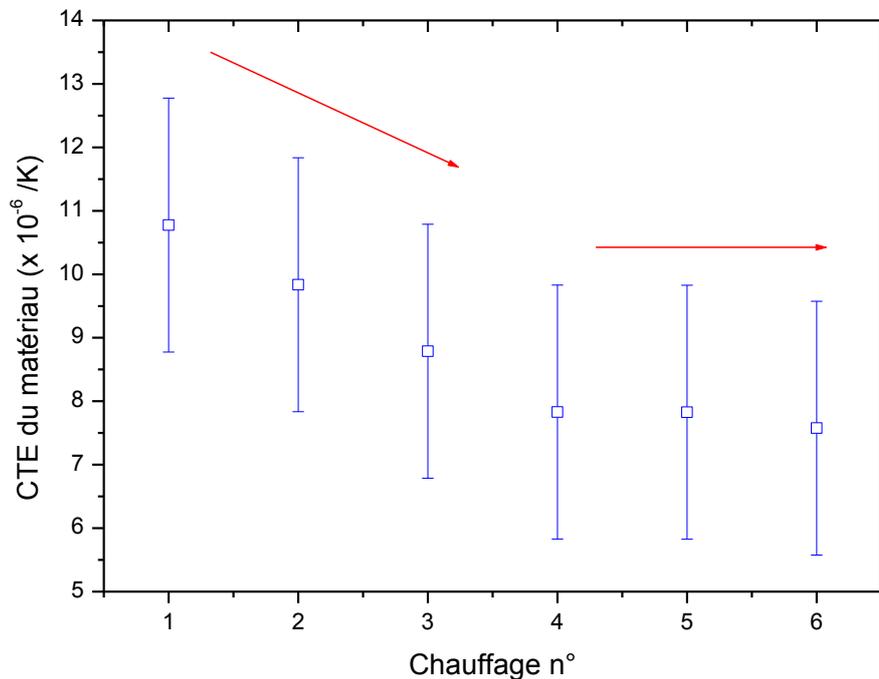


Figure II.32. Evolution du CTE du cuivre

Nous pouvons observer que le CTE du cuivre tend à diminuer avec la température. Etant donné que nous faisons l'hypothèse que le cuivre s'oxyde au fil des essais en température, pour un module d'Young fixe, le CTE semble passer de la valeur du cuivre à celle d'un oxyde de

cuivre. En effet, la littérature évalue le CTE du cuivre autour de $15 \times 10^{-6}/\text{K}$ [9], tandis que celui d'un oxyde de cuivre, suivant sa stœchiométrie et la taille de grain, varie entre 5 et $8 \times 10^{-6}/\text{K}$ [62].

Les mesures en températures permettent de mettre en évidence un changement microstructural d'un matériau amené à s'oxyder au cours des traitements thermiques qu'il subit. L'exemple pris sur le cuivre démontre la nécessité de procéder à de tels essais, non seulement pour déterminer le CTE des matériaux, mais également pour évaluer leur stabilité en température. Le cuivre étant un matériau très souvent utilisé dans le domaine de l'intégration 3D pour les connexions électriques, il est nécessaire de s'assurer que sa microstructure ne varie pas avec les procédés suivant son dépôt. La détermination de l'évolution de la contrainte en fonction de la température est donc d'un double intérêt. Pour valider la détermination du CTE, nous pourrions envisager d'effectuer une mesure comparative sur une autre technique dont le couplage avec la modélisation n'implique pas de dépendance avec le module d'Young comme c'est le cas ici. Une mesure de variation d'épaisseur en température par ellipsométrie pourrait permettre de valider la méthodologie présentée ici sur un matériau mesurable par cette technique. Cet objectif constitue une perspective à ce travail, et est en cours de réalisation.

Cette étude a permis de mettre en évidence les capacités de la mesure de courbure pour déterminer le comportement mécanique des matériaux en température. Même si le cuivre choisi pour l'étude s'est oxydé durant l'essai et que nous ne bénéficions pas de valeur comparative pour conclure sur la possibilité de déterminer son CTE, nous avons montré que la technique est suffisamment sensible pour étudier de tels matériaux. Les valeurs de CTE obtenues avec les hypothèses associées à la méthodologie, bien qu'incertaines, ne sont pas incohérentes par rapport aux valeurs reportées dans la littérature.

Cette partie clôt ce chapitre dédié à la détermination des propriétés élastiques et thermiques des couches minces. Plusieurs méthodologies sont proposées et étudiées afin d'évaluer le module d'Young et le CTE des couches minces. Ces méthodes reposent toutes sur l'utilisation de techniques expérimentales couplées à de la modélisation. Dans certains cas, des formulations analytiques suffisent, comme la technique de détermination du module d'Young par profilométrie mécanique, alors que dans d'autres, une étude par éléments finis est requise pour analyser la mesure expérimentale. C'est le cas de la nanoindentation sur couches minces et rigides présentée en première partie du chapitre. Pour la détermination du CTE de couches minces, une méthodologie a été mise en place, mais elle présente des limites rapidement atteintes selon le matériau à caractériser. Une mesure comparative doit être mise en place afin de valider la méthode sur des matériaux stables qui seront insensibles à l'environnement sous air de l'équipement. Néanmoins, nous avons souligné les perspectives de la méthode et montré que celle-ci permettait de suivre l'évolution mécanique d'un matériau en fonction de la température.

L'ensemble de ces méthodologies permettent d'alimenter la connaissance des matériaux et de leurs propriétés thermiques et élastiques. Ces caractéristiques sont d'une grande importance lorsqu'il s'agit d'évaluer les contraintes et déformations subies par un système aux matériaux et épaisseurs variés. Le chapitre suivant présente un modèle développé dans ce but, qui ne peut fonctionner sans la connaissance des propriétés des matériaux.

CHAPITRE III

**DÉTERMINATION DES CONTRAINTES DES COUCHES
MINCES**



SOMMAIRE CHAPITRE III

INTRODUCTION	86
III.1. Contraintes d'un film mince sur substrat épais	87
III.1.1. Mesures de courbure de plaque et diffraction des rayons X (DRX)	87
III.1.1.1. Mesure de déformation par DRX	88
III.1.1.2. Mesure de courbure par réflectométrie optique.....	89
III.1.1.3. Résultats expérimentaux et analyse	90
III.1.2. Modèle pour la détermination des contraintes	92
III.1.2.1. Principe général et hypothèses.....	92
III.1.2.2. Equations du système à résoudre	94
III.1.3. Méthodologie de détermination des déformations intrinsèques	96
III.1.3.1. Couplage expérimental et modélisation.....	97
III.1.3.2. Méthodologie de calcul numérique par éléments finis	98
III.2. Contraintes d'un multicouches sur substrat épais.....	102
III.2.1. Sigmapεps : utilisation du modèle en prédictif	103
III.2.1.1. Cas des dépôts double face et face arrière	103
III.2.1.2. Sigmapεps : interface d'utilisation mise en place	105
III.2.2. Validation de Sigmapεps	107
III.2.2.1. Mesures expérimentales sur empilement damascène	107
III.2.2.2. Validation par simulations éléments finis (EF)	109
III.3. Contraintes avec l'amincissement du substrat	111
III.3.1. Contexte et enjeux	111
III.3.1.1. L'intégration 3D, la nécessité de plaques fines.....	111
III.3.1.2. Les limites des équipements de mesure.....	112
III.3.2. Modélisation de l'amincissement	113
III.3.2.1. Equations à résoudre.....	113
III.3.2.2. Mesures expérimentales	115
III.3.2.3. Simulations par éléments finis	118

INTRODUCTION

De nombreux matériaux sont développés au sein du LETI pour satisfaire aux besoins des applications microsystèmes et intégration 3D. De façon générale, la conception des dispositifs nécessite d'avoir des matériaux aux contraintes optimisées par leurs conditions de dépôt. Ces matériaux développés sont par la suite intégrés dans la chaîne de procédés pour créer un empilement de multiples couches minces aux propriétés élastiques et thermiques variées. Cette variété peut générer un fort niveau de contraintes et de déformations, si les matériaux et conditions de dépôt n'ont pas été choisis en tenant compte de l'empilement et de ce qu'il subit au cours des étapes.

Le but de ce chapitre est de présenter une méthodologie expérimentale couplée à de la modélisation analytique et/ou de la simulation numérique, afin de répondre à cette problématique. Une première partie vise à présenter les moyens de caractérisation en salle blanche afin de déterminer l'état de contrainte d'une couche mince. Ces moyens sont par la suite confrontés aux techniques de référence présentées dans le chapitre I, afin de valider la mesure disponible en salle blanche.

Caractériser l'état de contrainte d'une couche seule ne suffit cependant pas pour répondre à la problématique de son intégration avec d'autres couches aux propriétés thermiques et élastiques différentes. C'est pourquoi un modèle a été développé et interfacé sous Matlab sous le nom de Sigmapeps, afin de prédire l'évolution de la déformation et des contraintes au cours de multiples étapes de dépôts. La deuxième partie de ce chapitre présente l'utilisation de ce modèle dans le cas d'un système multicouches. Des simulations par éléments finis et des mesures expérimentales permettront de valider le modèle.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre expose la problématique de l'amincissement du substrat, souvent intégré dans la fabrication des dispositifs 3D. Cette étape engendre une déformation importante de l'empilement, qui ne peut pas être mesurée expérimentalement. Il est donc nécessaire de bénéficier d'un modèle prédictif. Ce cas de figure met en évidence les limites du modèle utilisé au cours de cette thèse et permet d'ouvrir sur les possibles développements numériques et/ou analytiques envisagés pour répondre à cette problématique.

III.1. Contraintes d'un film mince sur substrat épais

Ce premier cas de figure présente la détermination des contraintes d'une couche mince à partir des techniques de caractérisation disponibles en salle blanche. Une couche déposée sur un substrat épais est caractérisée par sa contrainte moyenne, déterminée grâce à la mesure de courbure de plaque. L'objectif ici est de confronter cette mesure à une technique de référence (XRD) afin de valider son utilisation.

Dans un deuxième temps, une exploitation de ces mesures de courbure est présentée afin de déterminer un paramètre généralement difficile à quantifier : les déformations intrinsèques engendrées par le dépôt. Un modèle a été codé sous Matlab et nommé Sigmapεps qui, couplé à des mesures expérimentales de courbure, permet de calculer ce paramètre. Des simulations par éléments finis montrent la validité de la méthodologie développée pour calculer ces déformations intrinsèques.

III.1.1. Mesures de courbure de plaque et diffraction des rayons X (DRX)

Nous cherchons ici à confronter la mesure expérimentale de courbure d'un empilement à une technique de référence pour la détermination de la contrainte d'une couche mince déposée. Pour cela, des films de nitrure de titane TiN ont été déposés sur quatre plaques différentes de silicium de 200 mm de diamètre. Les plaques de silicium d'orientation cristallographique <100> sont épaisses de $715 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$. Les caractéristiques des dépôts sont les suivantes :

Épaisseur t_f (nm)	Type de dépôt	Température de dépôt T_{dep} (°C)	Puissance du plasma (kW)	Débit de N_2 (sccm [*])
45	PVD	350	12	50
90	pulvérisation réactive			
135				
180				

[* sccm : «Standard Cubic Centimeters per Minute» : cm^3/min dans les conditions standards]

Tableau III.1. Conditions des différents dépôts de TiN

Les quatre épaisseurs permettent d'avoir une gamme de contraintes à mesurer de la centaine de MPa au GPa. Ces épaisseurs ont été mesurées expérimentalement par réflectométrie des rayons X, en un point au centre de la plaque. L'épaisseur des dépôts est uniforme avec une variation inférieure à 5 % de la valeur moyenne.

Des observations de la couche de TiN ont été réalisées par microscopie électronique à balayage. Un exemple est présenté en [Figure III.1](#) pour une couche de TiN de 180 nm d'épaisseur.

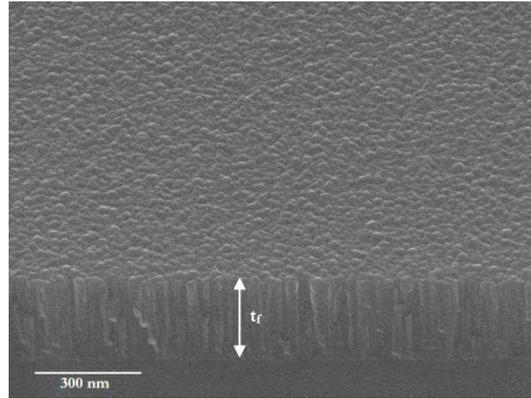


Figure III.1. Observation MEB d'un dépôt de TiN par PVD

La technique disponible en salle blanche pour calculer les contraintes est la mesure de courbure (cf. Chapitre I). En parallèle, des échantillons ont été préparés (les plaques ont été clivées en échantillons de 1x1 cm²) et mesurés par diffraction des rayons X (DRX), afin de confronter les résultats obtenus par les deux méthodes. Ces dernières mesures ont été réalisées par M. Patrice Gergaud, au sein du Service de Caractérisation des Micro-Composants (SCMC) du LETI.

III.1.1.1. Mesure de déformation par DRX

La mesure de déformation par DRX est une technique réalisée sur de petits échantillons, et non sur plaque. Pour effectuer les mesures, des échantillons de 1x1 cm² ont ainsi été réalisés à partir des plaques. Comme expliqué dans le premier chapitre, la méthode dite des « $\sin^2 \psi$ » a été adoptée afin de calculer les contraintes du premier ordre dans le matériau à partir de la mesure de déformation. Le schéma de la [Figure I.29](#) rappelle la définition de l'angle ψ . Sur la [Figure III.1](#), le TiN apparaît comme un matériau texturé (le matériau possède une orientation préférentielle $\langle 100 \rangle$, également vérifiée par une analyse DRX). Dans ce cas, la déformation élastique mesurée ε^{el} est reliée à la contrainte résiduelle σ à partir de la formule suivante :

$$\varepsilon^{el} = \left(2S_{12} + \frac{1}{2}S_{44} \sin^2 \psi + RS_0 \right) \sigma, \quad (\text{III.1})$$

où S_{ij} sont les complaisances élastiques du monocristal de TiN avec la notation de Voigt, avec $S_0 = S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2}S_{44}$, et R est un terme qui tient compte de l'anisotropie du matériau (dans le cas d'une orientation $\langle 100 \rangle$, $R = \sin^2 \psi$ [37]). La relation (III.1) s'écrit alors :

$$\varepsilon = (2S_{12} + (S_{11} - S_{12}) \sin^2 \psi) \sigma, \quad (\text{III.2})$$

Les modules et complaisances élastiques du TiN considérés pour l'analyse et tirés de la littérature, sont présentés dans le [Tableau III.2](#).

IJ (Voigt)	C_{ij} (GPa)	S_{ij} ($10^{-3} \cdot \text{GPa}^{-1}$)
44	168.1	5.949
11	497.8	2.170
12	105.7	-0.3801

Tableau III.2. Coefficients élastiques du TiN [63]

Les contraintes de chaque échantillon ont ainsi été calculées à partir de la pente de la droite $\varepsilon = f(\sin^2\psi)$ obtenue de la mesure, et de la connaissance des coefficients S_{ij} du TiN. Les incertitudes de mesure ont été déterminées et prises en compte dans l'évaluation de la contrainte de la couche par DRX. La technique de DRX donne accès aux déformations élastiques dans le matériau, contrairement à la technique de mesure de courbure qui, une fois les données traitées, permettent d'évaluer la déformation totale dans la couche. Il est donc difficile de comparer les valeurs de déformations obtenues entre les deux techniques.

III.1.1.2. Mesure de courbure par réflectométrie optique

Des mesures de courbure ont été réalisées sur l'ensemble des échantillons du Tableau III.1, avant et après le dépôt de la couche de TiN sur le substrat de silicium, qui seront comparées aux mesures par DRX. La courbure a été mesurée sur le FLEXUS, suivant différentes directions (tous les 15°), afin de vérifier son uniformité sur la plaque. Une cartographie de la topographie de surface a été tracée, comme montré sur la Figure III.2. Avant dépôt, du fait de son propre poids et de son positionnement dans l'équipement, la plaque de Silicium possède une flèche initiale de 10 à 13 μm au centre de la plaque.

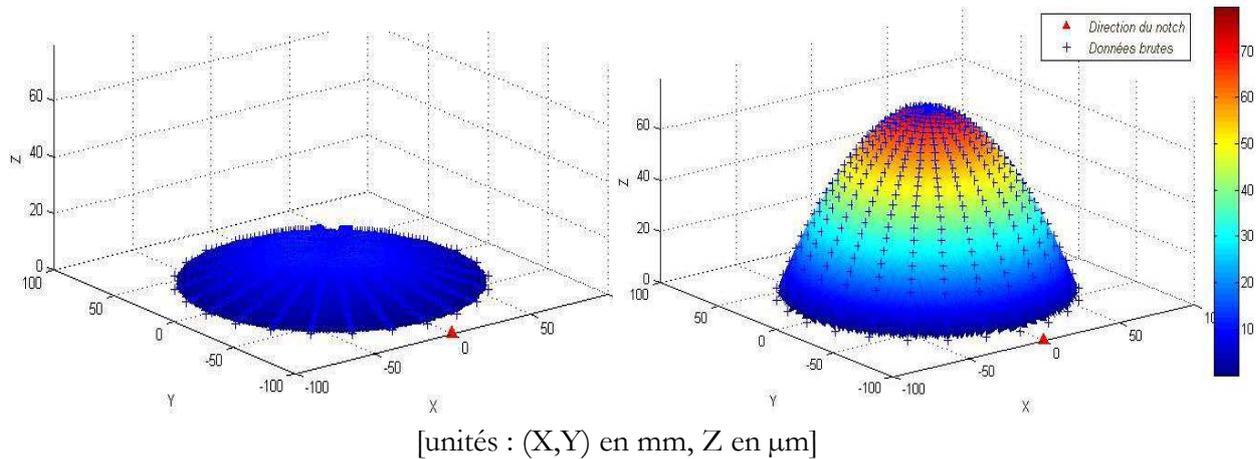


Figure III.2. Exemple de topographie avant (à g.) et après (à dr.) dépôt de TiN sur Si

La courbure apportée par le dépôt de TiN a ainsi été mesurée sur l'ensemble des échantillons, et la contrainte résiduelle calculée à partir de l'expression de Stoney. Connaissant le diamètre D du profil (160 mm), les épaisseurs couche/substrat t_j/t_s , et le module réduit du substrat de Silicium $\langle 100 \rangle$: $E_s^* = \frac{E_s}{1-\nu_s} = 180.5 \text{ GPa}$, il est donc possible de calculer la contrainte moyenne dans la couche de TiN grâce à la mesure de flèche avant B_{av} et après B_{ap} dépôt.

$$\sigma_f = -\frac{4E_s * t_s^2}{3t_f D^2} (B_{ap} - B_{av}), \quad (III.3)$$

L'incertitude sur le calcul de la contrainte $\Delta\sigma$ par la formule de Stoney a été évaluée à partir de la méthode de la somme des carrés des dérivées partielles, compte tenu des incertitudes sur les valeurs d'épaisseur couche t_f /substrat t_s , et sur la mesure de flèche B :

$$\frac{\Delta\sigma_f}{\sigma_f} = \sqrt{\left(2 \frac{\Delta t_s}{t_s}\right)^2 + \left(\frac{\Delta t_f}{t_f}\right)^2 + \left(\frac{\Delta B}{B}\right)^2}, \quad (III.4)$$

L'incertitude sur l'épaisseur du substrat a été prise égale à 5 μm , celle de la mesure de flèche à 3 μm , et l'incertitude relative de l'épaisseur de la couche à $\frac{\Delta t_s}{t_s} = 5\%$.

III.1.1.3. Résultats expérimentaux et analyse

Le tableau suivant regroupe les différentes valeurs de contraintes selon les épaisseurs de la couche mince et la technique de mesure.

Epaisseur TiN (nm)	FLEXUS - Stoney		XRD	
	σ_f (MPa)	$\Delta\sigma_f$ (MPa)	σ_f (MPa)	$\Delta\sigma_f$ (MPa)
45	-2045	345	-3115	306
90	-1345	180	-1656	160
135	-992	121	-1448	128
180	-752	91	-708	131

Tableau III.3. Contrainte et incertitude associée des TiN selon la technique de mesure

De ces valeurs sont tracés la contrainte en fonction de la technique et l'écart entre ces dernières pour les quatre épaisseurs :

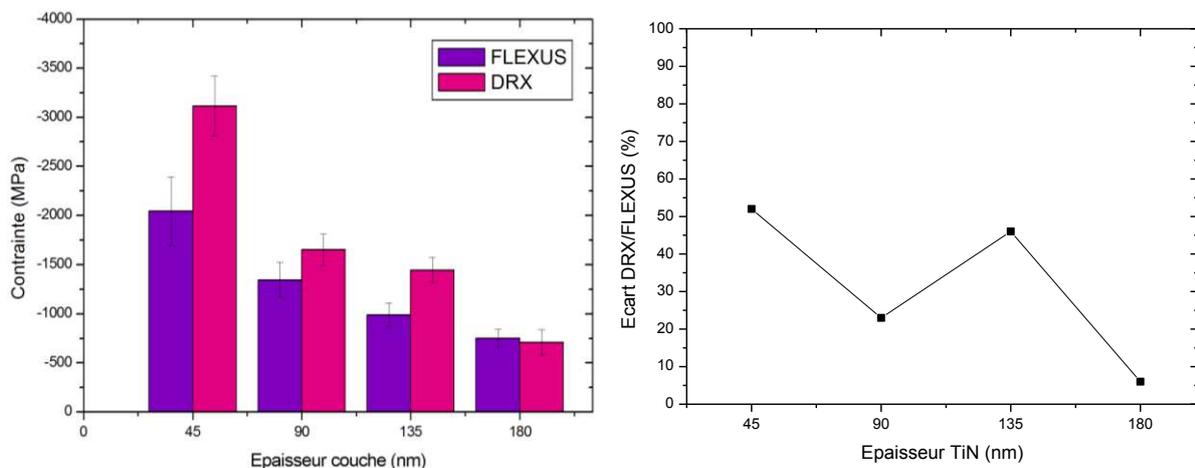


Figure III.3. Contrainte DRX et FLEXUS dans le TiN et écart entre les deux techniques

Qualitativement, la tendance à l'augmentation de la contrainte de compression avec la diminution de l'épaisseur de la couche s'observe sur les deux techniques de mesure.

Les deux techniques présentent cependant un écart important dans la détermination de la contrainte, qui peut avoir plusieurs causes. Tout d'abord, le fait que la DRX est réalisée sur échantillon, à l'inverse du FLEXUS qui utilise la courbure globale à la surface de la plaque entière pour effectuer son calcul. Ensuite, la calibration de l'équipement de DRX, qui peut provoquer un décalage dans les pics de diffraction et ainsi induire une erreur dans l'évaluation de la contrainte [64]. Enfin et surtout, le fait que la DRX tient compte des propriétés élastiques de la couche, à l'inverse de la formule de Stoney qui ne nécessite que la connaissance de celles du substrat. Les valeurs des coefficients élastiques du TiN utilisés et reportés dans le Tableau III.2 sont tirées de la littérature, leur utilisation dans ce cas précis se discute. En effet, et comme étudié dans le chapitre précédent le TiN est réputé pour être un matériau dont les propriétés élastiques dépendent de l'épaisseur de la couche [50, 51]. Le TiN qui a conduit aux coefficients élastiques S_{ij} du Tableau III.2 est épais de 3 μm , contre les 180 nm de notre couche. Ces mêmes coefficients conduisent à un module d'Young isotropisé de 463 GPa. Nous avons vu dans le chapitre précédent que le TiN que nous avons déposé possède quant à lui un module d'Young de 397 GPa, en le supposant lui aussi isotrope. Le TiN de la littérature (données du Tableau III.2) apparaît donc plus rigide que celui que nous avons déposé. Pour une même déformation, il va donc générer davantage de contraintes qu'une couche de TiN dont le module d'Young est plus faible, d'où la surévaluation de l'analyse DRX par rapport au calcul résultant de la mesure de courbure. La source d'écart provient donc davantage de l'application de ces coefficients sur les mesures DRX que de la mesure de courbure. À noter que cette observation renforce d'autant plus le besoin de caractérisation spécifique des propriétés élastiques des matériaux développés au LETI.

Pour justifier de l'impact du choix des composantes du tenseur d'élasticité dans l'analyse DRX, nous considérons des composantes du tenseur d'élasticité corrigées, dont le rapport avec celles du Tableau III.2 correspond au rapport du module d'Young réel (mesuré par acoustique picoseconde) avec le module isotropisé de 463 GPa obtenu à partir des composantes du Tableau III.2:

$$C_{ij} = \frac{397}{463} C_{ij}(\text{Tableau III.2}), \quad (\text{III.5})$$

Avec ces nouvelles valeurs, la différence moyenne entre la contrainte calculée à partir de mesures de courbure et de mesures de déformation n'est plus que de 10 %, soit deux fois moins qu'avec les valeurs de la littérature, comme montré sur la figure suivante.

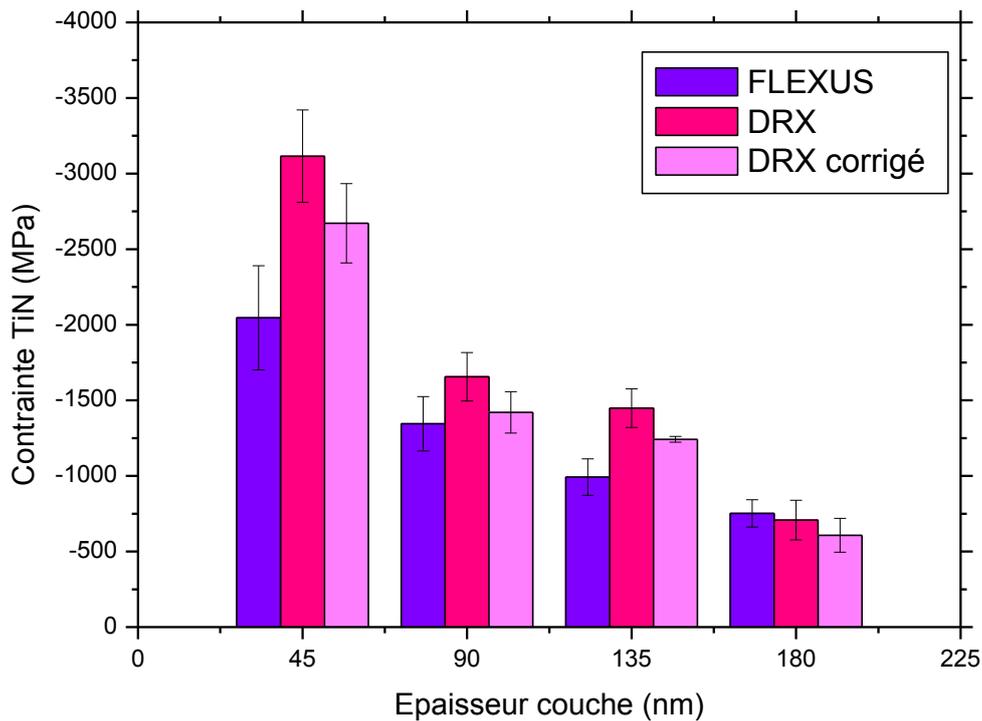


Figure III.4. Contrainte DRX et FLEXUS dans le TiN après correction sur les composantes C_{ij}

La méthode de courbure de plaque utilise la formule de Stoney pour déterminer la contrainte moyenne dans une couche mince. Elle ne permet pas d'évaluer la contribution de chaque source de déformation (thermique, intrinsèque), ni la répartition de cette dernière dans l'épaisseur de la couche. Il est donc intéressant de proposer un modèle qui répond à ces problématiques. Nous verrons par la suite que ce modèle peut également être utilisé dans des configurations plus complexes qu'une couche mince sur un substrat épais.

III.1.2. Modèle pour la détermination des contraintes

III.1.2.1. Principe général et hypothèses

Le modèle utilisé dans le cadre de ce travail repose sur la théorie de l'élasticité et a initialement été présenté par Hutchinson en 1996 [65].

Comme décrit dans le Chapitre I, il y a trois contributions aux déformations dans un matériau : les déformations intrinsèques liées au dépôt, les déformations thermiques dues au budget thermique subi par le matériau, et les déformations élastiques générées par le matériau pour accommoder ces déformations inélastiques et atteindre un état d'équilibre mécanique. Les déformations totales dans un matériau peuvent donc s'écrire :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{TOT} = \underline{\underline{\varepsilon}}_{él} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{int} \quad (III.6)$$

Les déformations thermiques s'expriment en fonction du coefficient de dilatation thermique (CTE) α du matériau (dépendant ou non de la température) et de la variation de température subie par la couche mince, entre sa température de dépôt $T_{dép}$ et la température T .

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{th}(T) = \int_{T_{dép}}^T \alpha(T) dT \cdot \underline{\underline{I}}, \quad (III.7)$$

avec $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité.

Dans le cas d'un comportement isotrope, les déformations élastiques dépendent des propriétés (module d'Young E et coefficient de Poisson ν) du matériau, et sont liées à la contrainte isotrope $\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma$ par la relation qui s'exprime dans le plan d'une plaque isotrope élastique et linéaire :

$$\varepsilon_{él} = \frac{(1 - \nu)}{E} \sigma \quad (III.8)$$

Lors du dépôt d'une couche d'épaisseur t_f sur un substrat d'épaisseur t_s , l'équilibre mécanique conduit à l'apparition de déformations élastiques $\varepsilon_{él}$. La déformation totale ε_{tot} dans le plan peut s'exprimer en fonction de la déformation d'un plan ε_0 défini par $z = 0$ (pris par défaut sur la surface inférieure du substrat), et de la courbure κ du système bicouche {substrat + couche}, d'après la formule (III.6). La cinématique du problème de courbure de plaque est présentée schématiquement sur la Figure III.5.

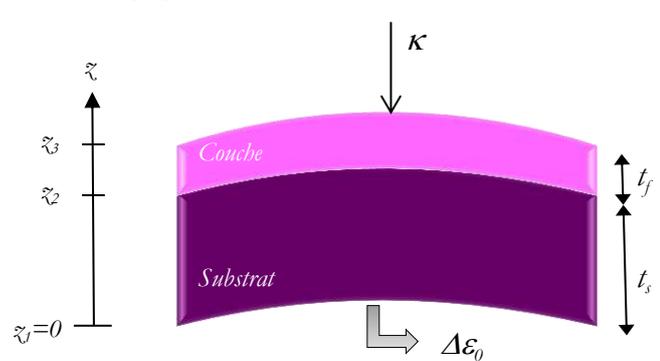
$$\varepsilon_{TOT} = \varepsilon_0 - z\kappa \quad (III.9)$$


Figure III.5. Système bicouche {couche + substrat} et repère associé

En combinant les expressions (III.5-6-7-8), on obtient:

$$\varepsilon_0 - z\kappa = \frac{(1 - \nu)}{E} \sigma + \int_{T_{dép}}^T \alpha(T) dT + \varepsilon_{int} \quad (III.10)$$

Autrement dit, la contrainte $\sigma_i(z)$ dans le matériau i (substrat ou couche) peut s'écrire :

$$\sigma_i(z) = \frac{E_i}{(1 - \nu_i)} \left[(\varepsilon_0 - z\kappa) - \int_{T_{dép}}^T \alpha_i(T) dT - \varepsilon_{int_i} \right] \quad (III.11)$$

Il est donc possible de déterminer la répartition des contraintes dans chaque couche et de suivre leur évolution dans leur épaisseur, à la différence de la formule de Stoney qui ne permet de déterminer qu'une contrainte moyenne dans la couche déposée.

L'expression de la contrainte ci-dessus suppose plusieurs hypothèses :

- les matériaux sont élastiques isotropes,
- les contraintes sont situées dans le plan (cas des couches minces),
- les dimensions longitudinales sont grandes devant les épaisseurs caractéristiques,
- la courbure est uniforme.

Nous pouvons décomposer le dépôt d'une couche sur un substrat en trois étapes de calcul :

- la montée de T_{amb} à $T_{dép}$ du substrat seul, avant formation de la couche,
- le dépôt de la couche à $T_{dép}$ sur le substrat,
- le retour à la température ambiante T_{amb} du système bicouche {couche + substrat}.

Lorsque le substrat est seul et porté à $T_{dép}$, il se déforme librement. Aucune contrainte n'est générée durant cette étape. Il apparaît une contrainte dans le substrat, lorsque la couche se forme sur ce dernier à $T_{dép}$. Nous verrons par la suite que les deux étapes de dépôt et de retour à T_{amb} permettent de décorréliser les déformations thermiques des déformations intrinsèques dans la couche mince, et donc d'évaluer leur contribution.

III.1.2.2. Equations du système à résoudre

Lorsque le substrat est à température de dépôt $T_{dép}$ de la couche mince et que celle-ci se forme, un état d'équilibre mécanique s'établit entre la couche et le substrat. L'équilibre implique qu'en l'absence de forces extérieure, les forces F et moments M linéiques sur le système {substrat + couche} s'annulent. Ainsi, le système doit vérifier les égalités suivantes, avec $\sigma_i(z)$ la contrainte dans le matériau i et la cote en z associée, comme montré sur la [Figure III.5](#):

$$\sum_i F = \int_0^{Z_3} \sigma_i(z) dz = 0, \text{ et} \quad (III.12)$$

$$\sum_i M = \int_0^{Z_3} \sigma_i(z) \cdot z \cdot dz = 0. \quad (III.13)$$

Lors du dépôt de la couche mince, le système n'est soumis à aucune variation de température. Aucune déformation thermique n'apparaît pendant cette étape. Les déformations inélastiques se limitent à la déformation intrinsèque ε_{int_f} de la couche, due aux conditions du dépôt.

Dorénavant, nous utiliserons le terme E^* pour désigner le module réduit d'un matériau, défini par $E^* = E/(1-\nu)$. En reprenant l'expression (III.9) pour la couche et le substrat, la contrainte apportée par le dépôt dans le substrat $\Delta\sigma_s^{dép}$ et la couche $\Delta\sigma_f^{dép}$ s'écrivent selon :

$$\Delta\sigma_s^{dép}(z) = E_s^*(\varepsilon_0^{dép} - z\kappa^{dép}) \text{ pour le substrat, et} \quad (\text{III.14})$$

$$\Delta\sigma_f^{dép}(z) = E_f^* \left[(\varepsilon_0^{dép} - z\kappa^{dép}) - \varepsilon_{int_f} \right] \text{ pour la couche,} \quad (\text{III.15})$$

où :

- $\varepsilon_0^{dép}$ et $\kappa^{dép}$ sont respectivement la déformation du plan défini par $z=0$ et la courbure résultante à l'équilibre,
- E_s^* et E_f^* sont les module réduits du substrat et du film.

En combinant les expressions précédentes avec les égalités (III.10) et (III.11), nous obtenons le système d'équations suivant :

$$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} \\ -C_{12} & C_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_0^{dép} \\ \kappa^{dép} \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} A_1^{dép} \\ A_2^{dép} \end{pmatrix} = 0, \quad (\text{III.16})$$

avec :

- $C_{11} = E_s^* t_s + E_f^* t_f,$
- $C_{12} = -\frac{1}{2} (E_s^* t_s^2 + E_f^* (z_3^2 - z_2^2)),$
- $C_{22} = -\frac{1}{3} (E_s^* t_s^3 + E_f^* (z_3^3 - z_2^3)),$

et :

- $A_1^{dép} = E_f^* t_f \varepsilon_{int_f},$
- $A_2^{dép} = \frac{1}{2} E_f^* (z_3^2 - z_2^2) \varepsilon_{int_f}.$

En résolvant ce système d'équations, la répartition de la contrainte dans la couche et le substrat est déterminée une fois la couche déposée à $T_{dép}$.

Il en est de même lorsque le système bicouche revient de $T_{dép}$ à la température T . Dans ce cas, aucune déformation intrinsèque supplémentaire n'apparaît, mais une déformation thermique ε_{th} est engendrée dans le substrat et la couche. La contrainte $\Delta\sigma_i^{DT}$ apportée par cette étape dans le matériau i s'exprime alors par :

$$\Delta\sigma_s^{DT}(z) = E_s^* [(\varepsilon_0^{DT} - z\kappa^{DT}) - \varepsilon_{th_s}] \text{ pour le substrat, et} \quad (\text{III.17})$$

$$\Delta\sigma_f^{DT}(z) = E_f^* [(\varepsilon_0^{DT} - z\kappa^{DT}) - \varepsilon_{th_f}] \text{ pour la couche,} \quad (\text{III.18})$$

avec :

- $\varepsilon_{th_{s,f}} = \int_{T_{dép}}^T \alpha_{s,f}(T) dT$, la déformation thermique du substrat (*s*) et de la couche (*f*) dans la plaque, dépendant de la variation de température et des coefficients de dilatation thermique α des deux matériaux,
- ε_0^{DT} et κ^{DT} respectivement la déformation du plan défini par $z=0$ et la courbure résultante à l'équilibre.

De la même manière que lors du dépôt, l'équilibre mécanique atteint par le système {substrat+couche} à la température T conduit aux égalités suivantes :

$$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} \\ -C_{12} & C_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_0^{DT} \\ \kappa^{DT} \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} A_1^{DT} \\ A_1^{DT} \end{pmatrix} = 0, \quad (\text{III.19})$$

où :

- $A_1^{DT} = E_s^* t_s \varepsilon_{th_s} + E_f^* t_f \varepsilon_{th_f}$
- $A_2^{DT} = \frac{1}{2} (E_s^* t_s^2 \varepsilon_{th_s} + E_f^* (z_3^2 - z_2^2) \varepsilon_{th_f})$

La résolution de ces deux équations permet donc de déterminer la contrainte associée à la variation de température dans les deux matériaux.

Finalement, la contrainte totale engendrée par le procédé de dépôt s'écrit comme la somme de chaque étape de calcul (dépôt et descente en température) :

$$\sigma_{s,f}(z) = \Delta\sigma_{s,f}^{dép}(z) + \Delta\sigma_{s,f}^{DT}(z) \quad (\text{III.20})$$

Il est donc possible, grâce à ce modèle, de déterminer la répartition des contraintes dans le système bicouche à chaque étape, dans chaque couche et en tout point de leur épaisseur. Ce calcul nécessite la résolution d'un système à deux équations. Deux inconnues sont donc autorisées au maximum. Dans le cas de la variation de température, les propriétés thermiques et élastiques étant supposées connues, ces deux inconnues sont la courbure κ^{DT} et la déformation ε_0^{DT} . Dans le cas du dépôt, une méthodologie expérimentale doit être mise en place afin de libérer une inconnue parmi $\varepsilon_0^{dép}$, $\kappa^{dép}$ et ε_{int_f} , comme nous le verrons dans la partie suivante.

III.1.3. Méthodologie de détermination des déformations intrinsèques

Dans la partie précédente, nous avons présenté les équations d'équilibre mécanique à résoudre pour chaque étape du procédé de dépôt : variation de température et formation de la couche. L'étape d'apparition de la couche fait apparaître un terme de déformation intrinsèque, qu'il est difficile à quantifier. Nous proposons ici une méthodologie expérimentale pour répondre à cette problématique, et ainsi libérer une inconnue, ε_{int_f} , afin de résoudre le système d'équations et calculer la répartition des contraintes dans le système bicouche.

III.1.3.1. Couplage expérimental et modélisation

La figure qui suit résume les trois étapes constituant le dépôt d'une couche sur un substrat. Avant et après le procédé de dépôt, les courbures respectives κ_{ini} du substrat et κ_{fin} du système bicouche sont mesurées. Le modèle présenté dans la section III.1.2 détermine ensuite les inconnues du système pour les trois étapes de calcul présentées précédemment.

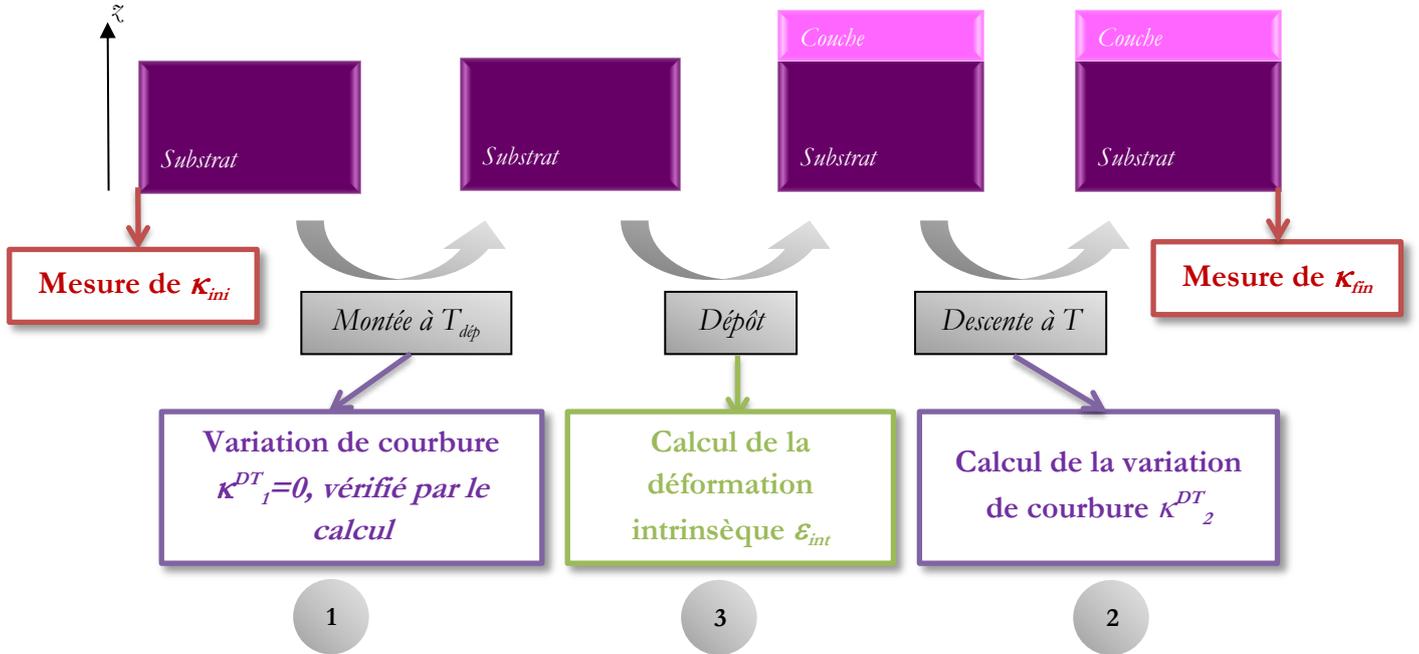


Figure III.6. Méthodologie de calcul des déformations intrinsèques

L'ordre des étapes de calcul est le suivant :

- ① : La variation de température de T à T_{dep} du substrat. Cette étape n'apporte aucune déformation intrinsèque. Le substrat est libre de se déformer, il n'y a donc aucune variation de courbure durant cette étape, $\kappa^{DT}_1=0$. La déformation $\varepsilon_0^{DT}_1$ est déterminée par résolution du système d'équations.
- ② : La variation de température de T_{dep} à T du système bicouche {substrat + couche}. Cette étape n'apporte également aucune déformation intrinsèque dans les matériaux. Les deux inconnues du système, $\varepsilon_0^{DT}_2$ et κ^{DT}_2 , sont déterminées par la résolution de la double équation.
- ③ : La formation de la couche sur le substrat à T_{dep} . Cette étape possède trois inconnues : ε_0^{dep} , κ^{dep} et ε_{int} . Cependant, la courbure κ^{dep} peut s'écrire :

$$\kappa^{dep} = (\kappa_{fin} - \kappa^{DT}_2) - (\kappa^{DT}_1 + \kappa_{ini}) = \kappa_{fin} - \kappa^{DT}_2 - \kappa_{ini} \quad (III.21)$$

Les courbures initiales et finales sont mesurées, et κ^{DT}_2 est calculée dans l'étape ②. Les deux inconnues du système, ε_0^{dep} et ε_{int} sont donc déterminées par la résolution du système.

Le tableau ci-dessous résume les étapes de calcul du modèle dans le cas d'un dépôt :

Etape	Montée en température	Dépôt	Descente en température
Système	Substrat	Substrat + couche	Substrat + couche
Variation de température	$T_{dep} - T \neq 0$	0	$T - T_{dep} \neq 0$
Déformation intrinsèque	0	$\varepsilon_{int} \neq 0$	0
Inconnues du système	$\varepsilon_0^{DT}, \kappa^{DT} = 0$	$(\varepsilon_0^{dep}; \varepsilon_{nl})$	$(\varepsilon_0^{DT}; \kappa^{DT})$

Tableau III.4. Méthodologie de calcul des contraintes lors d'un dépôt

De cette façon, les déformations intrinsèques de la couche sont calculées à l'aide des mesures expérimentales, et la distribution des contraintes peut être déterminée en tout point du système bicouche. Les hypothèses sous-jacentes à cette méthodologie suggèrent que les déformations intrinsèques ne dépendent ni du substrat sur lequel la couche se forme, ni de l'épaisseur de la couche. Elles sont également supposées être indépendantes de la température.

Néanmoins, certains types de dépôt dépendent du substrat sur lequel la couche se forme. C'est le cas notamment des couches oxydées et épitaxiées. Dans le cas de l'épitaxie, une relation directe existe entre le paramètre de maille a_s du substrat cristallin et celui de la couche a_f qui croît sur ce dernier. Les déformations intrinsèques peuvent alors s'écrire :

$$\varepsilon_{int} = \frac{a_s - a_f}{a_s} \quad (III.22)$$

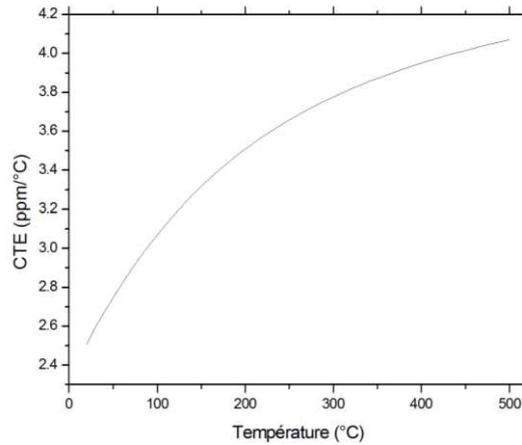
Le modèle développé dépend des conditions de dépôts par le biais des déformations intrinsèques et nécessite d'être validé. C'est pourquoi nous avons également développé une méthodologie de calcul en simulation par éléments finis.

III.1.3.2. Méthodologie de calcul numérique par éléments finis

Le processus de dépôt d'une couche sur une plaque de 300 mm de diamètre a été simulé par éléments finis (EF) avec le logiciel ABAQUS®. Les hypothèses du modèle et la géométrie de la plaque permettent de réduire le problème comme un problème axisymétrique. Le substrat de silicium est considéré anisotrope, les valeurs des modules C_{ij} sont répertoriées dans le [Tableau III.5](#). Le coefficient de dilatation thermique (CTE) du silicium a été étudié auparavant et est bien connu [66, 67]. Sa variation en température est représentée en [Figure III.7](#).

Propriétés	Valeur Si
C_{11} (GPa)	165.7
C_{12} (GPa)	63.9
C_{44} (GPa)	79.6
CTE ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	$\alpha(T)$

Tableau III.5. Propriétés du Silicium considérées dans les simulations éléments finis



$$\alpha(T) = A + BT - Ae^{-CT+D}$$

A (ppm/ $^{\circ}\text{C}$)	B ($10^{-10}/^{\circ}\text{C}^2$)	C ($10^{-3}/^{\circ}\text{C}$)	D (10^{-3} s.u.)
3.725	5.548	5.88	729.12

Tableau III.6. Expression du CTE du Silicium
[66, 67]

Figure III.7. Evolution du coefficient de dilatation thermique (CTE) du Silicium en température

Simuler le procédé de dépôt d'une couche sur un substrat nécessite de développer une méthodologie spécifique afin de simuler le dépôt de la manière la plus réaliste possible. Pour cela, nous avons choisi de décomposer le procédé simulé en quatre étapes de calcul sous ABAQUS®. Ces quatre étapes sont détaillées par la suite.

- le système {substrat + couche} subit une variation de température identique à celle réellement subie par le substrat lors de la montée à température de dépôt $T_{dép}$ de la couche,
- la couche disparaît puis réapparaît sur le substrat grâce à la fonction « model change » du logiciel,
- la couche subit une variation de température de $T_{dép}$ à $T_{éq}$ permettant de générer des déformations thermiques équivalentes aux déformations intrinsèques qui sont créées lors de sa formation sur le substrat,
- l'ensemble bicouche {substrat + couche} subit une variation de température $\Delta T = T_{dép} - T_{ini}$ identique à la variation réellement subie lors du retour à température initiale T_{ini} par le système.

La couche doit avoir les mêmes dimensions longitudinales que le substrat lorsqu'il est à température de dépôt et qu'elle se forme sur ce dernier. Or, le substrat se déforme durant la montée en température et ses dimensions longitudinales varient. Nous avons choisi de considérer

la couche dès la première étape de calcul. De cette façon, étant liée au substrat durant la montée en température, les dimensions longitudinales des deux matériaux seront similaires au moment de la formation de la couche. De plus, afin qu'elle n'empêche pas le substrat de se déformer librement, nous avons fixé le module d'Young de la couche proche de zéro durant cette première étape de calcul.

Cependant, en procédant de cette façon la couche subit des déformations thermiques durant la montée en température, qui n'existent pas en réalité. L'étape suivante consiste donc à utiliser la fonction « Model Change » d'ABAQUS®, permettant de désolidariser puis recoller la couche sur le substrat. De la sorte, celle-ci garde les dimensions longitudinales qu'elle a acquises durant la première étape, mais les déformations générées en son sein jusqu'alors disparaissent.

Pour simuler l'apparition des déformations intrinsèques au sein de la couche, un budget thermique équivalent lui est appliqué. Ce budget thermique est calculé de la façon suivante :

$$\varepsilon_{int} \Leftrightarrow \varepsilon_{th}^{eq} = \int_{T_{dép}}^{T_{éq}} \alpha_f(T) dT, \quad (III.23)$$

où α_f représente le CTE de la couche, et $T_{éq}$ la variation en température à appliquer dans la couche pour avoir le budget thermique équivalent aux déformations intrinsèques.

Seule la couche est soumise à cette variation de température, tout comme elle est seule en réalité à subir les déformations intrinsèques durant sa formation. Pour cette étape de calcul, le module d'Young de la couche prend sa valeur réelle.

Enfin, la dernière étape de la simulation consiste à appliquer une variation de température identique dans la couche et le substrat pour reproduire le retour à température T du système bicouche {substrat + couche}.

Le tableau suivant résume les étapes de la méthodologie de calcul par éléments finis développée pour simuler le procédé de dépôt d'une couche sur un substrat :

Etape	Variation de température	Model change	Variation de température	Variation de température
Couche	Chargement	0	$T_{éq} - T_{dép}$	$T_{éq} - \Delta T_1$
	Module d'Young	~ 0	E_f	E_f
Substrat	Chargement	0	0	$-\Delta T_1$
	Propriétés élastiques		C_{ij}^{Si}	
BUT DE L'ÉTAPE	Montée du substrat à température de dépôt $T_{dép}$	Annulation des déformations de la couche	Apparition des déformations intrinsèques	Refroidissement du système à température initiale T_{ini}

Tableau III.7. Descriptif des étapes de la simulation par EF du dépôt d'une couche

La Figure III.8 présente le système considéré pour la simulation EF, ses conditions aux limites, maillages et interaction entre la couche et le substrat. Dans la simulation, nous avons considéré un nitrure de silicium SiN de 1 μm d'épaisseur, déposé à 400 $^{\circ}\text{C}$, et de module d'Young et coefficient de Poisson respectivement de 110 GPa et 0.27. Le nitrure de silicium a été déposé sur une plaque de 300 mm de diamètre de Silicium <100>. Les éléments quadratiques et structurés du maillage de la couche sont dix fois plus petits que ceux du substrat. Le déplacement est bloqué longitudinalement pour les nœuds de l'axe de symétrie (U_1), tandis que le déplacement du nœud du substrat en bas de l'axe de symétrie a été également bloqué dans la direction verticale (U_2).

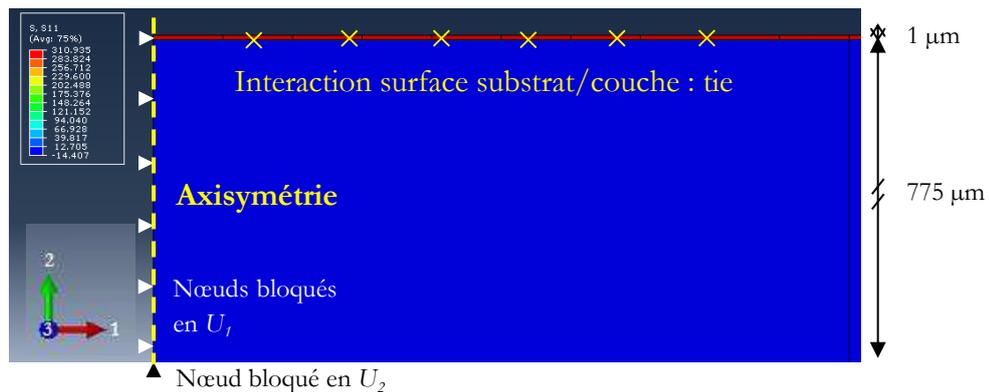


Figure III.8. Système bicouche simulé : dépôt de 1 μm de SiN sur 775 μm de Si

De cette façon, la courbure résultante sur la plaque a été simulée pour différentes valeurs de déformations intrinsèques (budget thermique équivalent), et comparée aux valeurs obtenues par le modèle analytique. La flèche initiale est considérée nulle. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

ϵ_{int} (10^{-3} s.u.)	Budget thermique équivalent $\Delta T'_{eq}$ ($^{\circ}\text{C}$)	Flèche analytique (μm)	Flèche avec Abaqus (μm)	Contrainte dans la couche (MPa)
2.17	1000	229	228	-350
1.08	500	123	123	-188
-2.17	-1000	-197	-197	303
-1.08	-500	-90.6	-90.5	139

Tableau III.8. Flèche d'une plaque 300 mm après dépôt SiN : analytique vs. numérique

Les prédictions de flèches entre la résolution du modèle analytique ou numérique à partir d'ABAQUS[®] montrent des résultats très similaires (moins de 1 % d'écart), ce qui valide ainsi la méthodologie analytique développée pour évaluer les déformations intrinsèques.

Le modèle analytique développé a montré son intérêt dans la détermination de la déformation intrinsèque des matériaux déposés, paramètre jusqu'alors difficile à quantifier et non accessible par application de la formule de Stoney. En plus de cette application, il permet de calculer la contrainte en tout point de l'épaisseur des deux matériaux. La partie suivante vise à

généraliser l'utilisation du modèle à des systèmes plus complexes qu'une bicouche. Dans un premier temps, nous abordons le cas d'un empilement multicouches composé de différents matériaux, déposés sur substrat épais. La dernière partie de ce chapitre présente les perspectives d'utilisation du modèle dans le cas où le substrat est aminci jusqu'à quelques dizaines de microns.

III.2. Contraintes d'un multicouches sur substrat épais

Le modèle analytique est également applicable dans le cas de multiples dépôts aux conditions et matériaux variés. Le principe général est similaire, et repose toujours sur l'équilibre mécanique des forces et moments linéiques de l'empilement total constitué de n couches sur le substrat, comme représenté en Figure III.9.

$$F = \int_0^{z_{n+1}} \sigma_i(z) dz = 0, \quad (\text{III.24})$$

et

$$M = \int_0^{z_{n+1}} \sigma_i(z) \cdot z \cdot dz = 0. \quad (\text{III.25})$$

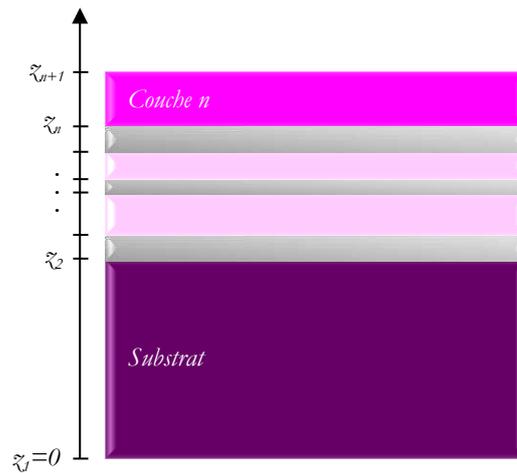


Figure III.9. Système multicouches de n couches et repère en z associé

Si nous prenons l'exemple du procédé de dépôt de la $n^{\text{ème}}$ couche, cette étape est de la même façon décomposée en trois parties : la montée du système constitué de $(n-1)$ couches à température de dépôt $T_{dép}$ de la couche n , la formation de cette dernière avec apparition des déformations intrinsèques, et la descente à T du système constitué de n couches. A l'inverse du système bicouche, la première étape de montée en température apporte des contraintes dans chacune des couches présentes dès lors qu'elles ont des propriétés thermiques différentes. La variation de courbure n'est pas nulle. Nous verrons par la suite que grâce à la méthodologie mise en place et présentée dans la section III.1.3, le modèle peut être utilisé sans mesure expérimentale supplémentaire, afin de prédire l'évolution de la flèche au cours des dépôts, ainsi qu'en température.

III.2.1. Sigmapéps : utilisation du modèle en prédictif

Les équations (III.23) et (III.24) aboutissent au système de deux équations suivant :

$$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} \\ -C_{12} & C_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_0 \\ \kappa \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \end{pmatrix}, \quad (III.26)$$

avec

$$\begin{aligned} C_{11} &= \sum_{i=1}^n E_i^* t_i, \\ C_{12} &= -\frac{1}{2} \sum_{i=1}^n E_i^* (z_{i+1}^2 - z_i^2), \text{ et} \\ C_{22} &= -\frac{1}{3} \sum_{i=1}^n E_i^* (z_{i+1}^3 - z_i^3). \end{aligned}$$

Les termes A_1 et A_2 diffèrent selon l'étape de calcul du dépôt : montée en température, formation de la couche ou descente en température. Ils sont répertoriés dans le tableau récapitulatif ci-après.

	<i>Montée en température</i>	<i>Formation de la couche</i>	<i>Refroidissement à l'ambiante</i>
Couches présentes	<i>n-1</i>	<i>n</i>	<i>n</i>
A_1	$\sum_{i=1}^{n-1} E_i^* t_i \varepsilon_{th_i}$	$E_n^* t_n \varepsilon_{int_n}$	$\sum_{i=1}^n E_i^* t_i \varepsilon_{th_i}$
A_2	$\frac{1}{2} \sum_{i=1}^{n-1} E_i^* (z_{i+1}^2 - z_i^2) \varepsilon_{th_i}$	$\frac{1}{2} E_n^* (z_{n+1}^2 - z_n^2) \varepsilon_{int_n}$	$\frac{1}{2} \sum_{i=1}^n E_i^* (z_{i+1}^2 - z_i^2) \varepsilon_{th_i}$

Tableau III.9. Membre de droite du système d'équations à résoudre

Les déformations thermiques de chaque couche s'expriment telles qu'écrites dans l'équation (III.5), et les déformations intrinsèques sont déterminées à partir de la méthodologie décrite dans la partie précédente.

Dans certains cas, les dépôts ne se font pas exclusivement sur la face avant de la plaque, mais sur les deux faces (cas des oxydations thermiques par exemple). De même, il est parfois requis de déposer un matériau en face arrière uniquement. La section suivante présente les équations à résoudre dans ces deux configurations.

III.2.1.1. Cas des dépôts double face et face arrière

La Figure III.10 présente les deux configurations d'un dépôt double face ou face arrière d'une couche d'épaisseur t_n , de module d'Young E_n et de coefficient de Poisson ν_n , dans le repère (Oz) associé.

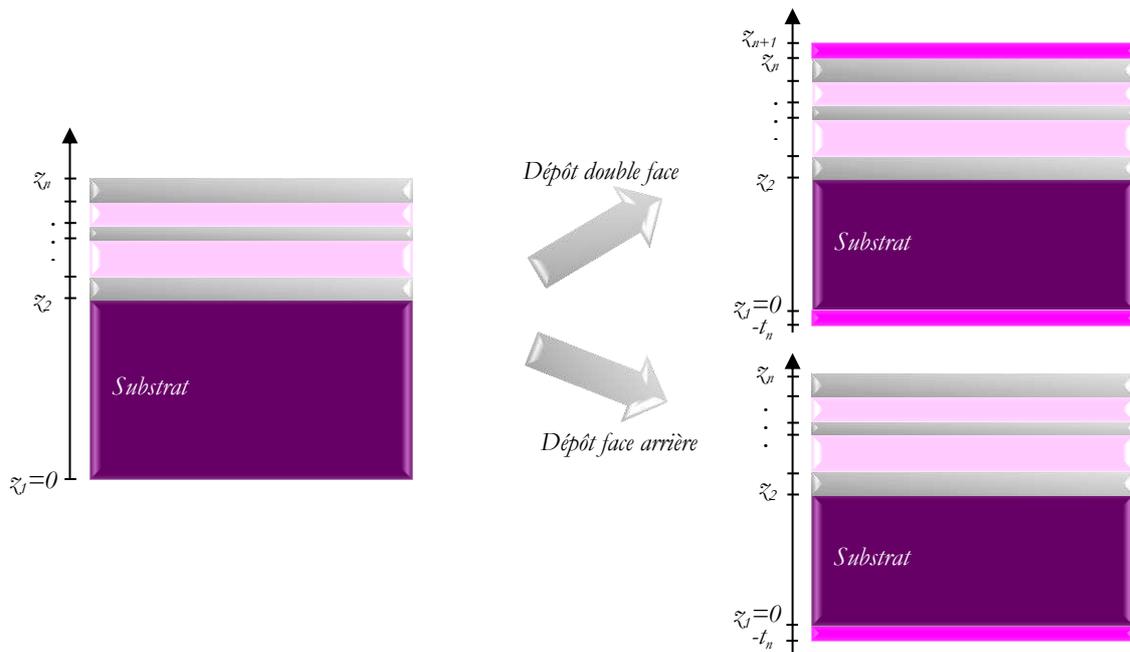


Figure III.10. Cas d'un dépôt double face ou face arrière, et repère en z associé

Il est nécessaire lors du calcul de toujours conserver la même origine des z quelle que soit l'étape considérée, puisque l'inconnue ε_0 à déterminer pour calculer la répartition des contraintes de chaque étape dépend de cette origine. Aussi, une couche déposée en face arrière possède une côte négative dans le repère $(0z)$.

Dans le cas d'un dépôt double face, l'empilement passe de $n-1$ couches à $n+1$ couches. L'apparition de deux couches en une seule étape apporte de nouvelles hypothèses pour le calcul. Il est en effet supposé que les déformations intrinsèques apportées dans la couche sont identiques quelle que soit la face sur laquelle elle est déposée (même arrangement microstructural). Cela implique que l'état de contraintes est le même dans les deux couches, et donc qu'il n'y a aucune variation de courbure lors d'un procédé de dépôt double face.

L'équilibre mécanique et les équations du système à résoudre sont résumés dans le tableau qui suit, pour l'étape de calcul correspondant à la formation de(s) couche(s) à la température $T_{dép}$.

Étape	Dépôt face arrière	Dépôt double face
Equilibre mécanique	$F = \int_{-t_n}^{z_n} \sigma_i(z) dz = 0$ $M = \int_{-t_n}^{z_n} \sigma_i(z) \cdot z \cdot dz = 0$	$F = \int_{-t_n}^{z_{n+1}} \sigma_i(z) dz = 0$ $M = \int_{-t_n}^{z_{n+1}} \sigma_i(z) \cdot z \cdot dz = 0$
Système à résoudre	$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} \\ -C_{12} & C_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_0 \\ \kappa \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \end{pmatrix}$	
Coefficients (C_{11}, C_{12}, C_{22})	$C_{11}^{FAR} = \sum_{i=1}^n E_i^* t_i$ $C_{12}^{FAR} = -\frac{1}{2} \left[\sum_{i=1}^{n-1} E_i^* (z_{i+1}^2 - z_i^2) - E_n^* t_n^2 \right]$ $C_{22}^{FAR} = -\frac{1}{3} \left[\sum_{i=1}^{n-1} E_i^* (z_{i+1}^3 - z_i^3) + E_n^* t_n^3 \right]$	$C_{11}^{DF} = C_{11}^{FAR}$ $C_{12}^{DF} = C_{12}^{FAR} - \frac{1}{2} E_n^* (z_{n+1}^2 - z_n^2)$ $C_{22}^{DF} = C_{22}^{FAR} - \frac{1}{3} E_n^* (z_{n+1}^3 - z_n^3)$
Composantes (A_1, A_2)	$A_1^{FAR} = E_n^* t_n \varepsilon_{int_n}$ $A_2^{FAR} = -\frac{1}{2} E_n^* t_n^2 \varepsilon_{int_n}$	$A_1^{DF} = 2A_1^{FAR}$ $A_2^{DF} = A_2^{FAR} - \frac{1}{2} E_n^* (z_{n+1}^2 - z_n^2) \varepsilon_{int_n}$

Tableau III.10. Équilibre mécanique et équations à résoudre : dépôts double face et face arrière

Le modèle analytique ainsi développé permet de calculer la répartition des contraintes et de prédire la déformation lors des procédés de dépôt ainsi qu'en température d'un système multicouches. Il a été implémenté sous MATLAB® et une interface utilisateur a été développée. Sigmapεps est intégré sur les équipements de mesure de courbure en salle blanche et utilisable par toute personne non familiarisée avec la théorie de mécanique des matériaux.

III.2.1.2. Sigmapεps : interface d'utilisation mise en place

Les équations régissant le modèle analytique ont été codées grâce au logiciel MATLAB®, développé par MathWorks®. Une base de données a été mise en place en support de l'interface et doit être alimentée en continu par des mesures expérimentales de propriétés élastiques, thermiques et de déformations intrinsèques (grâce aux méthodes proposées dans les parties précédentes).

Sigmapεps est présentée en [Figure III.11](#). L'opérateur définit l'empilement pour lequel il souhaite suivre l'évolution des contraintes et de la flèche: matériaux, épaisseurs, température de dépôt, face impactée, ainsi que le type et la taille du substrat. Une fois lancé le calcul, les résultats se présentent sous deux formes :

- l'évolution de la flèche de la plaque (ou en anglais « bow ») au fil des étapes,
- les contraintes moyennes de chaque couche présente dans l'empilement à l'état final.

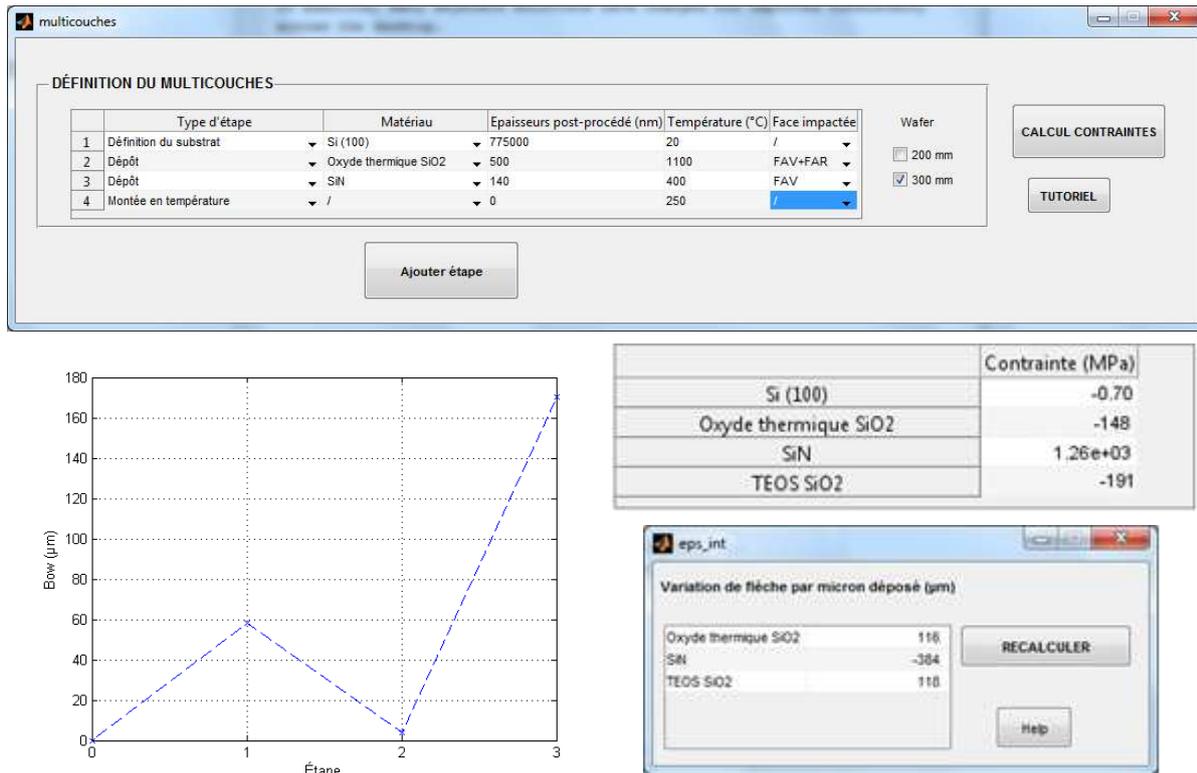


Figure III.11. Interface de Sigmapεps et visualisation des résultats

Il n'est pas réaliste d'alimenter la base de données en fonction de chaque condition de dépôt étant donné leur variété pour un même matériau. En effet, pour un matériau déposé à même température, mais avec une pression ou un débit de gaz différents, les déformations intrinsèques peuvent varier sensiblement et avoir un fort impact sur les contraintes et déformations. Pour cette raison, nous avons choisi d'alimenter la base de données en fonction des matériaux, en indiquant leur déformation intrinsèque pour des conditions de dépôt standards. Cependant, une autre interface a été développée afin de laisser à l'opérateur le choix de modifier cette valeur grâce à des mesures expérimentales de courbure, spécifiques au dépôt développé (voir section III.1.3). Grâce à elle, l'opérateur peut relancer le calcul et déterminer la répartition des contraintes et l'évolution de la flèche en fonction des valeurs qu'il aura entrées.

De cette façon, il est donc possible de suivre l'évolution de la contrainte dans chaque couche de l'empilement, après chaque dépôt, et en température. Sigmapεps est alimenté par une base de données comprenant quatre paramètres : module d'Young E et coefficient de Poisson ν , coefficient de dilatation thermique α et déformation intrinsèque ε_{int} propres à chaque matériau. Ainsi, il permet non seulement d'évaluer la répartition des contraintes dans l'empilement, mais plus intéressant encore, de prédire l'évolution de la courbure au fil des dépôts, sans besoin de mesure expérimentale dès lors que les déformations intrinsèques sont connues. Son utilisation est donc d'un grand intérêt afin d'orienter le choix des matériaux à déposer afin de limiter la déformation d'un empilement pendant la fabrication des dispositifs, comme nous le verrons par la suite dans l'application du Chapitre IV.

III.2.2. Validation de Sigmapεps

Une fois Sigmapεps mis en place, une application directe a permis de vérifier sa validité dans le cas de dépôts multiples sur substrat épais. Des mesures expérimentales et calculs par éléments finis permettent de valider les résultats de la modélisation.

III.2.2.1. Mesures expérimentales sur empilement « damascène »

Sigmapεps a été utilisé sur un empilement damascène, couramment utilisé dans le domaine de l'intégration 3D. Cet empilement consiste à créer des lignes de métallisation (cuivre en général) suivant un enchaînement spécifique. Le cuivre ne se gravant pas par les procédés usuels (gravure humide ou sèche), les lignes de métal sont dessinées selon le procédé damascène : des vias sont réalisées dans des couches déposées de matériaux diélectriques (nitrures, oxydes) par photolithographie, puis remplies par le métal et sa barrière de diffusion. Un polissage mécano-chimique (CMP) permet ensuite d'éliminer le métal en surface pour en laisser uniquement dans les tranchées, comme montré sur la [Figure III.12](#).

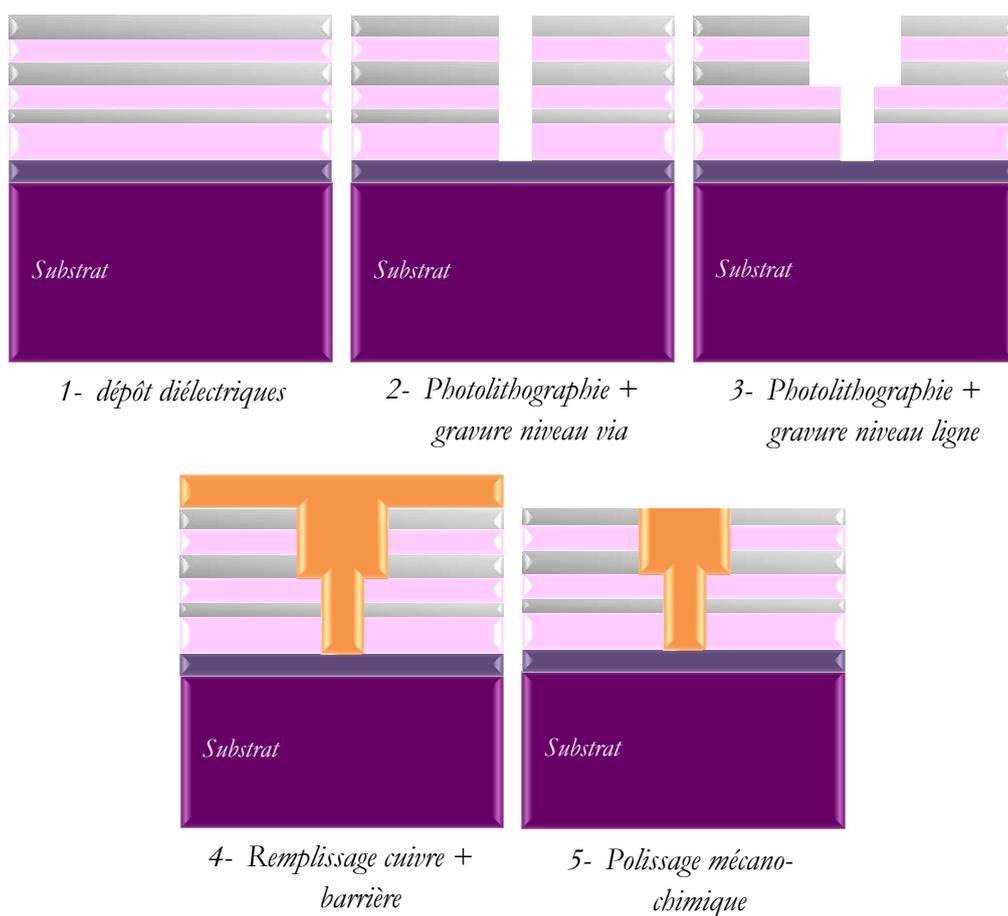


Figure III.12. Procédé damascène pour le remplissage des lignes cuivre

Pour valider notre modèle, nous avons travaillé sur les dépôts diélectriques de l'étape 1. Ces dépôts sont constitués d'une succession de nitrures et d'oxydes de silicium de différentes épaisseurs, l'un subissant une contrainte de compression (oxyde), l'autre une contrainte de

tension (nitrure). Des mesures de courbure ont été effectuées séparément sur chacun des deux matériaux avant et après dépôt sur un substrat de silicium épais, comme décrit dans la section III.1.3. De ces mesures a été extraite la déformation intrinsèque de chaque matériau, qui est ensuite considérée dans le système multicouches des diélectriques damascène. La déformation de la plaque a ensuite été évaluée par $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ après chaque dépôt, compte tenu des propriétés élastiques et thermiques des couches et de leur épaisseur. En parallèle, des mesures expérimentales de courbure ont été réalisées afin de confronter la prédiction du modèle avec la réalité.

Le tableau ci-dessous résume les principales caractéristiques des dépôts et de l'empilement.

Matériau	Température de dépôt	(E (GPa); ν) [9]	CTE (ppm/°C)
SiO ₂ {1fav}	350	(75 ; 0.17)	0.55
SiN {1fav}	400	(110 ; 0.27)	2.17
SiO ₂ {2fav}	400	(75 ; 0.17)	0.55

Tableau III.11. Conditions de dépôt, propriétés élastiques et thermiques des couches déposées

L'empilement considéré est le suivant :

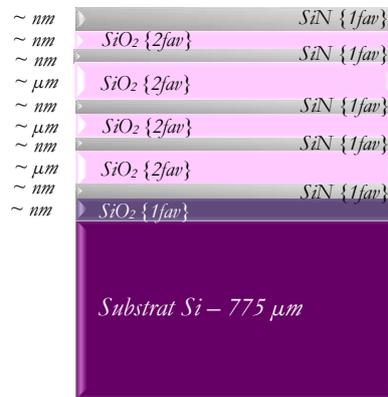


Figure III.13. Empilement diélectriques du procédé damascène

Les flèches calculées à partir de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ ont donc été comparées aux flèches obtenues par mesure expérimentale, comme montré sur la [Figure III.14](#). Les résultats ont montré une très bonne corrélation entre les prédictions de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ et les mesures de flèche expérimentales, avec en moyenne moins de 5 µm d'écart de flèche.

Cette étude prouve donc la validité du modèle pour prédire la répartition des contraintes et déformation d'un système multicouches, ainsi que la méthodologie développée pour renseigner des déformations intrinsèques de chaque matériau.

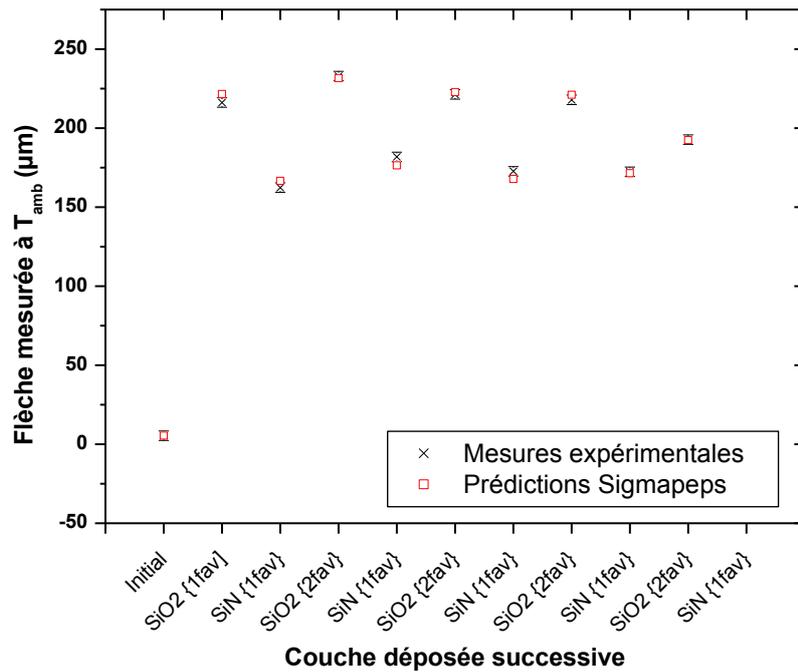


Figure III.14. Evolution de la flèche au fil des dépôts : prédictions Sigmapeps vs.valeurs expérimentales à température ambiante

En parallèle des mesures expérimentales, des simulations par éléments finis ont été effectuées afin de bénéficier d'un autre moyen de comparaison que les mesures expérimentales,.

III.2.2.2. Validation par simulations éléments finis (EF)

La méthodologie décrite dans la section III.1.3.2 a permis de déterminer le budget thermique équivalent à faire subir à chaque couche afin de reproduire l'effet des déformations intrinsèques. Ces valeurs de température sont résumées dans le tableau ci-contre.

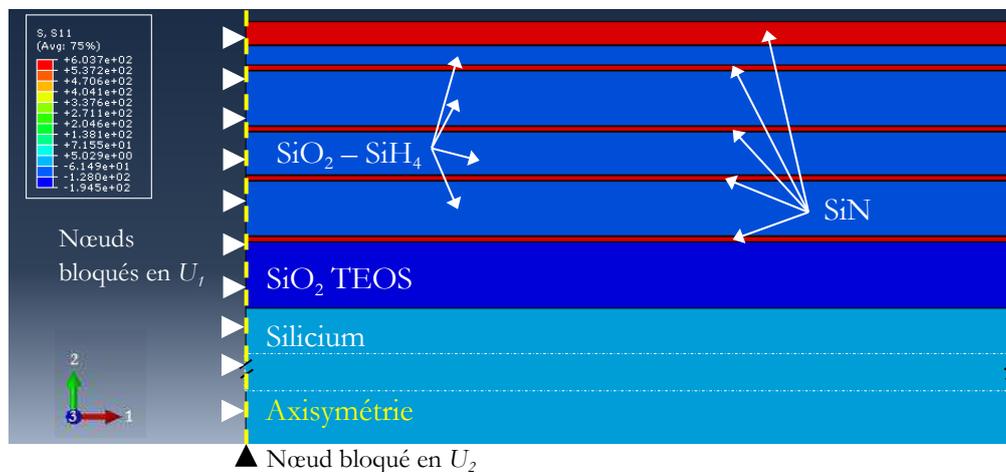
Matériau	Déformation intrinsèque $\epsilon_{int} (\times 10^{-3} \text{ s.u.})$	Budget thermique équivalent $\Delta T_{\acute{e}q} (\text{°C})$
SiO ₂ {1fav}	1.17	2921
SiN {1fav}	-4.47	-2059
SiO ₂ {2fav}	-0.344	-625

Tableau III.12. Budget thermique équivalent de chaque couche pour la simulation EF

Pour chaque dépôt physique de couche, la simulation sous ABAQUS® est décomposée en 4 étapes de calcul, comme décrit dans la méthodologie :

- montée à température de dépôt réel de la couche de tout l'empilement,
- « model change » sur toutes les couches qui n'existent pas encore au moment du dépôt (couche déposée + couches supérieures) afin d'annihiler leur déformation,
- application du budget thermique équivalent dans la couche déposée et passage d'un module d'Young quasi nul au module d'Young réel du matériau,
- refroidissement à température ambiante de l'empilement final.

Il est à noter que pour toutes les couches supérieures à celle déposée, un module d'Young quasi nul est attribué afin de ne pas influencer la déformation de l'empilement réel en température. Le système et ses conditions limites sont représentés en [Figure III.15](#).



Interaction entre chaque surface en contact : tie – éléments quadratiques structurés pour chaque couche

Figure III.15. Simulation EF du multicouche: zoom sur l'axe de symétrie

Les résultats présentés en [Figure III.16](#) représentent la flèche de la plaque de 300 mm de diamètre à température de dépôt de chaque couche avant leur dépôt. Ils montrent une très bonne corrélation entre les valeurs de flèche évaluées avec Sigmapεps et obtenues en simulation par éléments finis. En effet, nous obtenons moins de 5 % d'écart. La simulation des dépôts par éléments finis valide donc la modélisation utilisée. Sigmapεps peut donc prédire la flèche en température, ce qui peut être d'un grand intérêt pour vérifier que la plaque garde un niveau de flèche tolérable par rapport aux valeurs autorisées par chaque équipement dans lequel elle est amenée à subir un procédé.

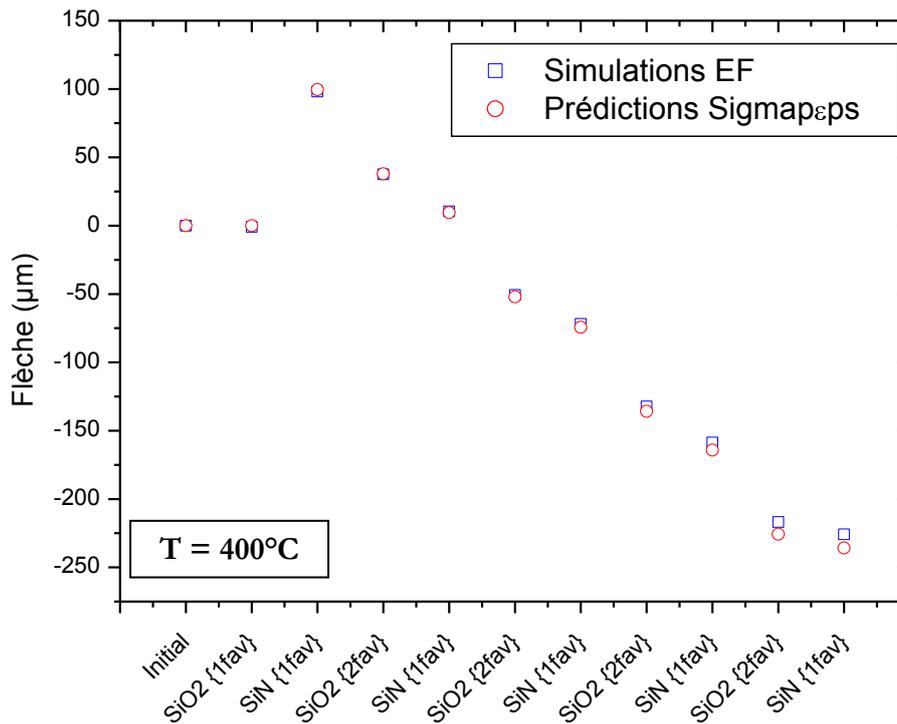


Figure III.16. Simulations EF vs. Sigmapεps: évolution de la flèche du multicouches après chaque dépôt à la température de dépôt des couches

La validité des prédictions de variation de flèche par Sigmapεps a donc été vérifiée de deux façons : par des mesures expérimentales, et par des simulations éléments finis. Il peut donc être utilisé sans support expérimental pour prédire les contraintes et déformations d'un système multicouches, dès lors que la base de données matériaux est renseignée pour les matériaux à l'étude (modules d'Young, coefficients de Poisson, CTE et déformation intrinsèque).

Sa validité a été vérifiée sur des empilements déposés sur substrat épais (775 μm) comparé à l'épaisseur totale des couches déposées (~10 μm).

Dans beaucoup de dispositifs 3D, la fabrication nécessite de passer par une étape d'amincissement du substrat jusqu'à des épaisseurs inférieures à la centaine de microns. Il est intéressant dans ce contexte d'étudier la validité des résultats de la modélisation pour le cas où le substrat est aminci après dépôt des couches supérieures.

III.3. Contraintes avec l'amincissement du substrat

III.3.1. Contexte et enjeux

III.3.1.1. L'intégration 3D, la nécessité de plaques fines

Dans le domaine de l'intégration 3D, l'empilement de puces sur puces ou de plaques sur plaques nécessite des interconnexions électriques entre composants, au travers les TSV (de l'anglais « Through Silicon Via »), des vias remplies de métal. Pour la fabrication de ces TSVs, le

passage rapide de l'information puce à puce et un bon contact en face arrière, il est donc nécessaire d'amincir le substrat de son épaisseur standard de 700-800 μm jusqu'à quelques dizaines de microns (la condition nécessaire pour pouvoir remplir les vias est que l'épaisseur de silicium doit être suffisamment petite).

Pour cela, des étapes d'amincissement par rectification (ou « grinding »), polissage sec ou mécano-chimique (CMP) sont intégrées au flux de procédés une fois réalisée la face avant active. Or, une plaque amincie étant moins rigide, elle a tendance à se déformer davantage qu'une plaque plus épaisse. Pour remédier à cette déformation et poursuivre ainsi la fabrication des composants par la réalisation de la face arrière, la plaque est maintenue temporairement par une poignée, généralement une plaque de Silicium ou de verre maintenue au moyen d'une colle, comme illustré sur la [Figure III.17](#).

Pour cette raison, il n'est pas possible de réaliser de mesures expérimentales de la flèche d'une plaque amincie sans poignée temporaire, du fait de la déformation importante qui en résulterait si la plaque était libérée. Le choix de la face arrière et des matériaux à déposer se fait de sorte à compenser la déformation due à la répartition des contraintes en face avant. Il faut donc évaluer la contribution de la face avant une fois le substrat aminci pour orienter le choix des matériaux et les conditions de dépôts en face arrière.

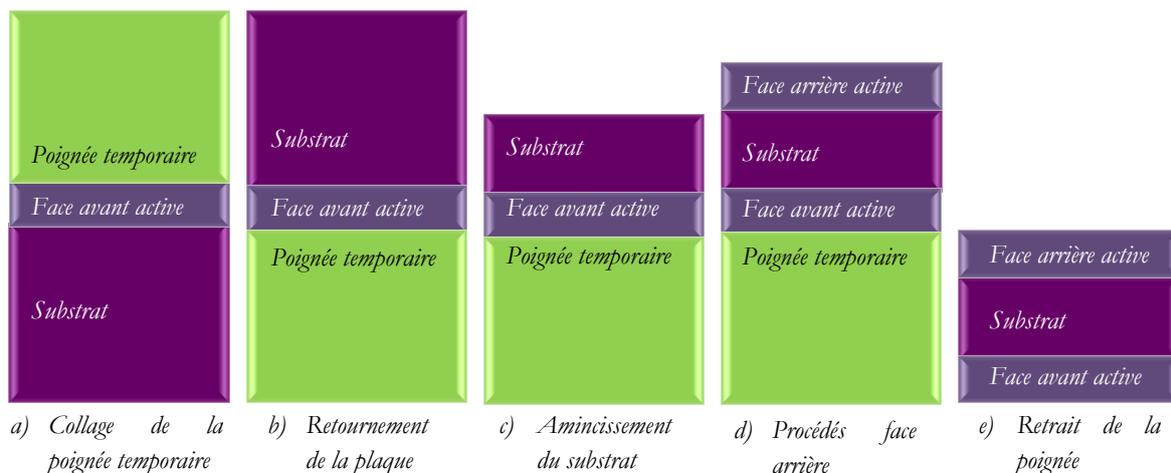


Figure III.17. Amincissement du substrat avec poignée temporaire

III.3.1.2. Limites des équipements de mesure

La mesure expérimentale de courbure de plaque amincie doit faire face aux limites des équipements. En effet, lorsque la flèche est trop importante, les capteurs optiques du FRT ne sont plus en mesure d'extraire une valeur de courbure. Typiquement, le FLEXUS mesure des flèches jusqu'à 250 μm , tandis que la flèche maximale sur le FRT peut atteindre jusqu'à 650 μm . Au-delà de cette limite, les équipements ne peuvent plus mesurer la courbure de la plaque.

Pour toutes ces raisons, l'utilisation d'un modèle analytique qui vise à prédire l'état de déformation d'une plaque activée en face avant est d'un grand intérêt.

III.3.2. Modélisation de l'amincissement

III.3.2.1. Equations à résoudre

Considérons un système constitué de n couches déposées sur un substrat épais. Ce système possède sa propre déformation et répartition des contraintes à l'équilibre. Lors de l'amincissement d'une quantité $d\zeta$ du substrat, un nouvel état d'équilibre s'établit, pour lequel une variation de contrainte $\Delta\sigma_i(\zeta)$ est induite dans chaque couche i , comme montré sur la [Figure III.18](#).

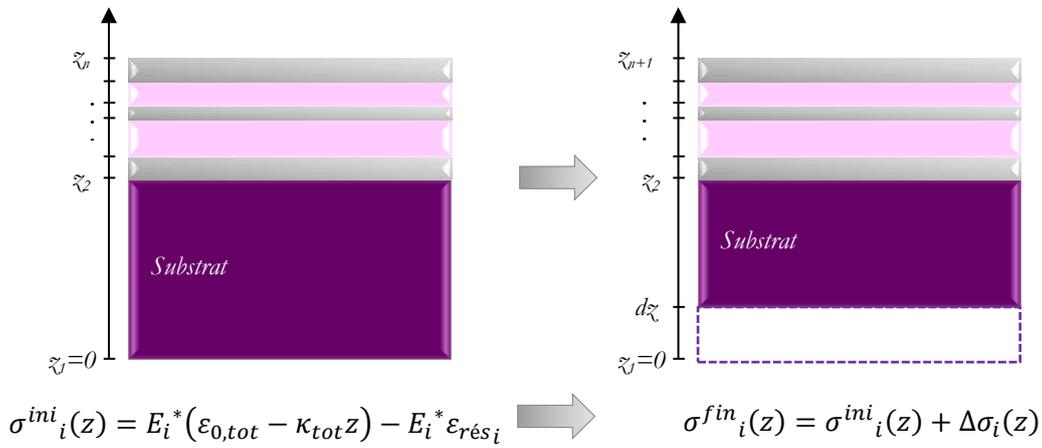


Figure III.18. Redistribution des contraintes suite à l'amincissement du substrat

κ_{tot} et $\varepsilon_{0,tot}$ représentent respectivement la courbure totale et la déformation totale du plan du substrat défini par $\zeta = 0$, apportées par les étapes précédant l'amincissement. $\varepsilon_{rés,i}$ sont les déformations résiduelles (thermiques et intrinsèques) de chaque couche i à l'équilibre et à température ambiante (l'amincissement ne nécessite pas de montée en température).

Le procédé d'amincissement est supposé n'apporter aucune déformation intrinsèque supplémentaire dans le substrat. La nouvelle répartition des contraintes est donc due uniquement à sa variation d'épaisseur, et résulte en une variation de la déformation $\Delta\varepsilon_0$ du plan défini par $\zeta=0$, et de la courbure $\Delta\kappa$. Dans ce cas, la contrainte après amincissement dans chaque couche s'exprime de la façon suivante :

$$\sigma^{fin}_i(z) = E_i^* \left((\varepsilon_{0,tot} + \Delta\varepsilon_0) - (\kappa_{tot} + \Delta\kappa)z \right) - E_i^* \varepsilon_{rés_i} \quad (III.27)$$

Les équations d'équilibre de l'état initial et final après amincissement sont résumées dans le [Tableau III.13](#).

Étape	Etat initial avant amincissement	Etat final après amincissement
Equilibre mécanique	$F = \int_0^{z_{n+1}} \sigma^{ini}_i(z) dz = 0$ $M = \int_0^{z_{n+1}} \sigma^{ini}_i(z) \cdot z \cdot dz = 0$	$F = \int_0^{z_{n+1}} \sigma^{fin}_i(z) dz = 0$ $M = \int_0^{z_{n+1}} \sigma^{fin}_i(z) \cdot z \cdot dz = 0$
Système à résoudre	$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} \\ -C_{12} & C_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{tot} \\ \kappa_{tot} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} C_{11} - B_1 & C_{12} - B_2 \\ -(C_{12} - B_2) & C_{22} - B_3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{tot} + \Delta\varepsilon_0 \\ \kappa_{tot} + \Delta\kappa \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_1 - B_1 \varepsilon_{rés_{sub}} \\ A_2 + B_2 \varepsilon_{rés_{sub}} \end{pmatrix}$
Coefficients (C_{11}, C_{12}, C_{22})		$C_{11} = \sum_{i=1}^n E_i^* t_i$ $C_{12} = -\frac{1}{2} \sum_{i=1}^n E_i^* (z_{i+1}^2 - z_i^2)$ $C_{22} = -\frac{1}{3} \sum_{i=1}^n E_i^* (z_{i+1}^3 - z_i^3)$
Composantes (A_1, A_2) et (B_1, B_2, B_3)	$A_1 = \sum_{i=1}^n E_i^* t_i \varepsilon_{rés_i}$ $A_2 = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n E_i^* (z_{i+1}^2 - z_i^2) \varepsilon_{rés_i}$	$B_1 = E_{sub}^* dz$ $B_2 = -\frac{1}{2} E_{sub}^* (dz^2 + 2z_1 dz)$ $B_3 = -\frac{1}{3} E_{sub}^* (dz^3 + 3z_1 dz^2 + 3z_1^2 dz)$

Tableau III.13. Equations d'équilibre avant et après amincissement du substrat

En soustrayant les équations à résoudre des deux états en 2^{ème} ligne du tableau, nous obtenons finalement le système suivant :

$$\begin{pmatrix} C_{11} - B_1 & C_{12} - B_2 \\ -(C_{12} - B_2) & C_{22} - B_3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \Delta\varepsilon_0 \\ \Delta\kappa \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} B_1(\varepsilon_{tot} - \varepsilon_{rés_{sub}}) + B_1\kappa_{tot} \\ -B_2(\varepsilon_{tot} - \varepsilon_{rés_{sub}}) + B_3\kappa_{tot} \end{pmatrix} \quad (\text{III.28})$$

Ce sont ces équations qui, une fois résolues, permettent de calculer la répartition des contraintes et déformations du multicouches après amincissement du substrat. De même que pour les dépôts « face arrière » et « double face », il est primordial ici de conserver la même origine des z , malgré l'amincissement du substrat.

Ces équations implémentées sous MATLAB[®] dans Sigmapeps, elles ont par la suite été comparées à des mesures expérimentales et simulations par éléments finis, présentées dans le paragraphe suivant.

III.3.2.2. Mesures expérimentales

Les résultats obtenus avec $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ ont été confrontés à des mesures expérimentales. Pour évaluer seulement l'influence de l'amincissement sur la courbure de la plaque, nous avons travaillé sur un bicouche SiGe/Si. La couche de SiGe de 30 nm d'épaisseur a été réalisée par épitaxie sur le substrat de silicium. Trois plaques avec des couches de SiGe à différentes concentrations en germanium ont été considérées pour cette étude. A partir des calculs, nous avons déterminé la concentration permettant de faire varier les propriétés élastiques de la couche (cf. expression (II.16) dans le chapitre II) et donc son état de contrainte, comme résumé dans le Tableau III.14. L'objectif est de déterminer la limite de validité de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ pour différentes gammes de contraintes dans les couches. Le substrat de Silicium $\langle 100 \rangle$ est une plaque de diamètre 200 mm. Il a été aminci en plusieurs étapes grâce aux procédés d'amincissement (rectification et polissage sec) décrits dans le Chapitre I.

Comme nous l'avons décrit dans la partie précédente, nous supposons que l'amincissement du substrat n'induit aucune déformation intrinsèque supplémentaire dans les couches ou dans le substrat. Or, le procédé de rectification étant agressif pour le substrat, il crée une zone « écrouie », pour laquelle une contrainte importante est engendrée sur une épaisseur de plusieurs microns [68]. Pour relaxer cette zone, la rectification est suivie d'un polissage sec, qui permet de supprimer la contrainte induite par la rectification [69]. La méthode d'amincissement expérimentale correspond donc à l'hypothèse supposée par $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ qu'aucune déformation intrinsèque supplémentaire n'est induite lors de l'amincissement.

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques des trois plaques soumises à l'amincissement. Les pourcentages en germanium ont été mesurés par diffraction des rayons X, l'épaisseur par réflectométrie des rayons X, et la contrainte initiale sur substrat épais (720 μm) calculée par mesure de courbure et application du modèle de Stoney.

Concentration en Ge (%)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson (s.u.)	CTE ($\times 10^{-6}/\text{K}$)	Epaisseur SiGe (nm)	Contrainte SiGe (MPa)
10	127	0.28	2.88	27.1	-700
26.6	123	0.27	3.34	31.8	-1770
38	120	0.27	3.66	31.3	-2400

Tableau III.14. Contrainte dans le SiGe en fonction du pourcentage de Ge

Notre travail expérimental est confronté à plusieurs difficultés. La première est que l'amincissement d'une plaque suivant plusieurs cycles répétés la fragilise. Le risque de casser la plaque augmente avec le nombre de cycles et à mesure que l'épaisseur du substrat diminue. De plus, comme énoncé dans les enjeux de cette étude, la courbure de la plaque augmente avec l'amincissement du substrat. A un certain niveau, il ne sera donc plus possible de la mesurer expérimentalement par microscopie confocale, car la gamme de mesure du capteur sera dépassée.

Compte tenu de ces limitations, l'étude expérimentale a été effectuée pour des épaisseurs de Silicium allant de 720 μm à 215 μm , par pas de 50 μm . Les résultats sont reportés sur la [Figure III.19](#), et comparés aux prédictions de Sigmapεps obtenues pour chacune des plaques. Nous observons que les résultats de Sigmapεps sont en accord avec les mesures expérimentales, avec un écart moyen inférieur à 10 % jusqu'à une épaisseur de plaques amincie à 215 μm . Pour cette gamme d'épaisseur de substrat, l'utilisation du modèle est donc validée.

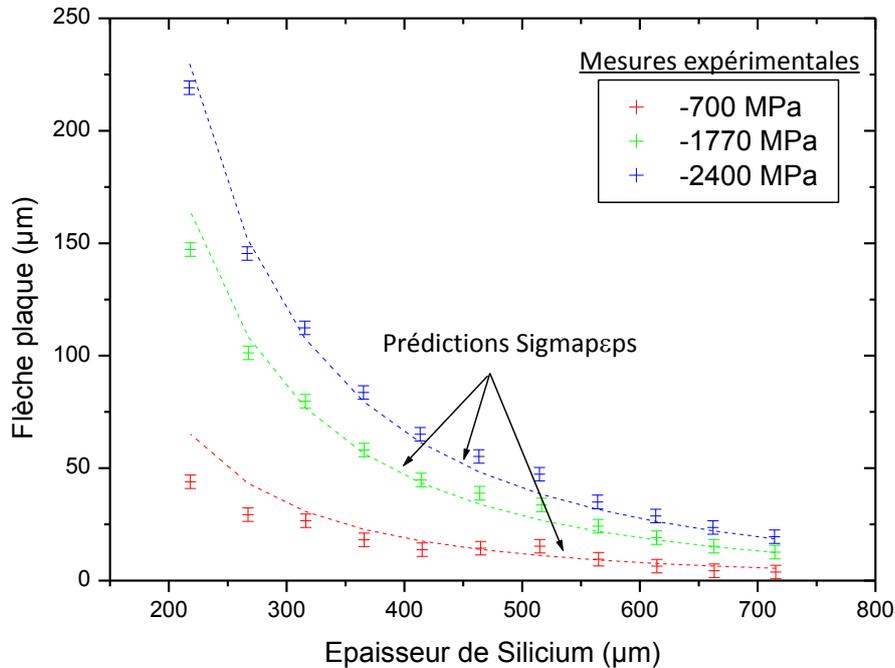


Figure III.19. Influence de l'amincissement du substrat sur la flèche d'un bicouche de SiGe de différentes contraintes déposé sur silicium

Intéressons-nous maintenant aux configurations pour lesquelles la courbure des plaques ne peut pas être mesurée (pour des épaisseurs de substrat inférieures à 200 μm). La contrainte de la couche de SiGe évaluée par Sigmapεps et présentée en [Figure III.20](#) varie brutalement pour une épaisseur critique de substrat différente selon la valeur initiale calculée sur substrat épais. Cette épaisseur critique est résumée dans le [Tableau III.15](#). Pour des épaisseurs inférieures à ces valeurs, nous pouvons émettre un premier doute sur la validité des prédictions de Sigmapεps, à confirmer par la suite.

Contrainte SiGe (MPa)	Epaisseur critique Si (μm)
-700	30
-1770	80
-2400	100

Tableau III.15. Epaisseur critique pour laquelle les contraintes varient brutalement

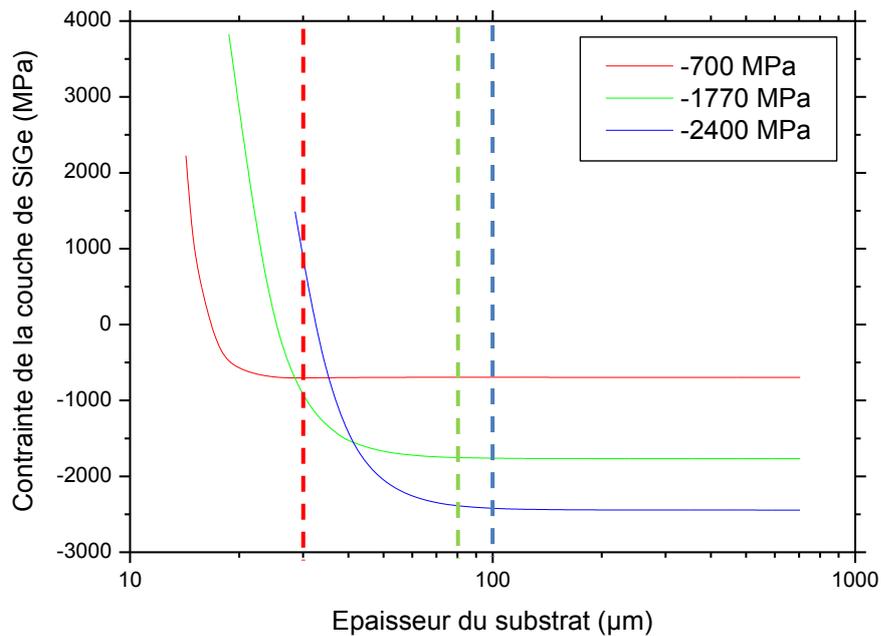


Figure III.20. Contrainte de la couche de SiGe calculée à partir de $\text{Sigma}_{\text{map}}\epsilon_{\text{ps}}$ en fonction de l'épaisseur du substrat

La valeur critique d'épaisseur du substrat augmente lorsque la contrainte initiale de la couche est plus élevée. Cela signifie que plus le niveau de contrainte initial est élevé, plus le système bicouche se déformera rapidement avec l'amincissement du substrat. La seule donnée de l'épaisseur du substrat ne suffit donc pas pour définir la gamme de validité de $\text{Sigma}_{\text{map}}\epsilon_{\text{ps}}$ correspondant à une variation rapide de la courbure de la plaque. Il faut également prendre en compte la contrainte de la couche afin d'évaluer la gamme d'épaisseur de substrat pour laquelle les prédictions de $\text{Sigma}_{\text{map}}\epsilon_{\text{ps}}$ restent valides.

Dunn et al [70] ont étudié la déformation de plaques soumises à un chargement thermique. Tout comme Finot et al. [29], les auteurs définissent trois régimes de courbure de plaque en fonction de la variation de température ΔT appliquée à un système bicouche. Ils proposent une solution analytique du chargement ΔT critique en fonction de l'épaisseur du substrat. Pour un chargement supérieur à la valeur critique, la plaque quitte le régime de courbure uniforme, pour bifurquer vers une forme cylindrique (courbure faible dans une direction, élevée dans la direction perpendiculaire). La formulation proposée dépend du rapport des modules réduits et des épaisseurs de la couche par rapport au substrat, ainsi que de la différence de CTE entre les deux matériaux. Nous avons appliqué le modèle de Dunn à notre configuration et évalué la contrainte critique de la couche pour laquelle la courbure de la plaque change de régime. Les résultats sont présentés sur la [Figure III.21](#). D'après ce modèle, nous observons que pour une contrainte de compression de la couche d'une valeur de 700 MPa, l'épaisseur critique du substrat est évaluée à environ 130 μm , contre 190 μm et 215 μm pour des contraintes de compression respectivement de 1770 et 2400 MPa. Cela signifie que pour des épaisseurs de substrat inférieures à ces valeurs critiques, la déformation est cylindrique. $\text{Sigma}_{\text{map}}\epsilon_{\text{ps}}$ faisant l'hypothèse d'une courbure uniforme,

il n'est plus valide dans ce cas, ce qui confirme le doute émis en premier lieu sur sa limite de validité d'après les observations faites à partir de la [Figure III.20](#).

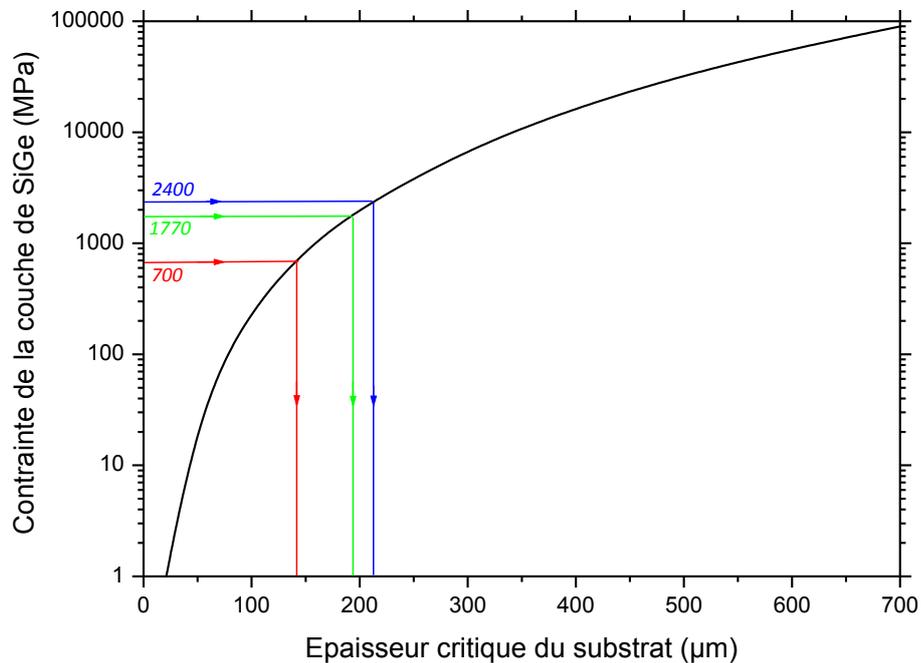


Figure III.21. Épaisseur critique du substrat selon le modèle de Dunn [70]

Dans la partie suivante, nous tentons de retrouver ce résultat en simulant la déformée de la plaque par éléments finis, i.e. lorsque l'épaisseur critique du substrat est considérée, pour laquelle la plaque quitte le régime de courbure uniforme.

III.3.2.3. Simulations par éléments finis de la déformée d'un bicouche avec un substrat « fin »

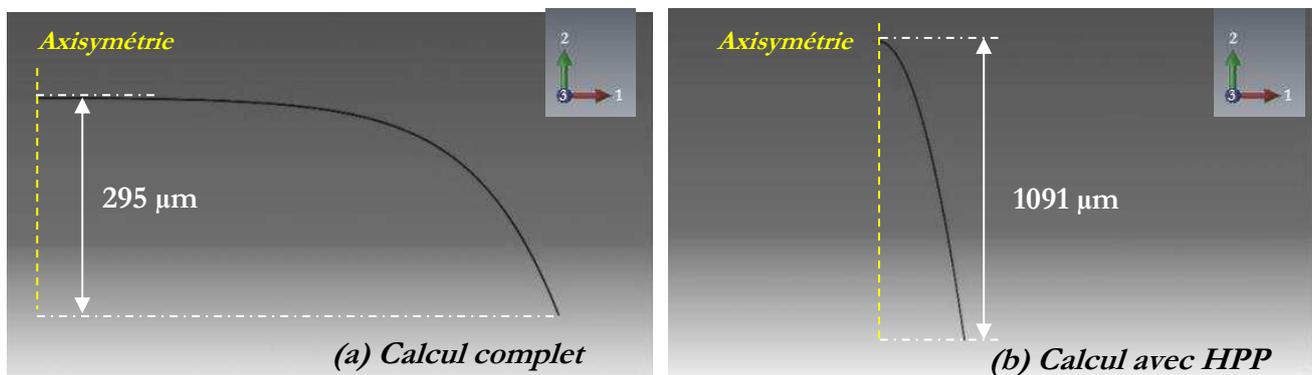
Dans cette partie, nous présentons une méthodologie de calcul par éléments finis sous ABAQUS®, afin d'évaluer la déformée d'une plaque après amincissement du substrat. Nous considérons à nouveau le système bicouche SiGe/Si. Le calcul par éléments finis est mené sous l'hypothèse des petites perturbations (HPP), correspondant à la formulation incorporée dans Sigmapεps. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus avec le calcul complet du tenseur des déformations et en particulier la prise en compte des termes quadratiques (négligés en HPP).

Pour les simulations numériques, nous faisons l'hypothèse tout comme Sigmapεps, que l'amincissement n'induit pas de déformation intrinsèque, et en particulier aucun écrouissage n'est considéré. Pour simuler la disparition de matière, la fonction « model change » du logiciel est utilisée. Le substrat est partitionné afin de retirer des épaisseurs en plusieurs étapes, comme montré sur la [Figure III.22](#). Après chaque étape au cours de laquelle une épaisseur de substrat est retirée, les contraintes dans chaque couche sont recalculées pour satisfaire les conditions d'équilibre.



Figure III.22. Partition du substrat de Silicium pour la simulation de son amincissement

Dans un premier temps, nous considérons le problème axisymétrique dans les deux cas (HPP ou non), même s'il faut garder à l'esprit que le cas axisymétrique en tenant compte des non linéarités géométriques contraint le système à se déformer avec une courbure uniforme. En réalité, la plaque peut atteindre un équilibre mécanique pour une déformée de plaque avec une courbure non uniforme. Cependant, les deux cas sont simulés pour évaluer l'épaisseur de substrat à partir de laquelle les prédictions de simulations avec ou sans l'hypothèse des petites perturbations diffèrent. Ce calcul axisymétrique nous sert ainsi d'indicateur de la limite de validité de l'hypothèse HPP. La [Figure III.23](#) présente les déformées de plaque obtenues dans le cas d'une contrainte initiale de -700 MPa dans le SiGe, pour un substrat aminci à 95 µm.



N.B. : Le déplacement U_2 a été amplifié 100 fois sur ces images

Figure III.23. Déformée de la plaque après amincissement, calcul complet (a) ou sous l'hypothèse des petites perturbations (b)

La [Figure III.24](#) présente la variation de la flèche de la plaque pour les trois cas de contrainte initiale différente dans le SiGe. Dans les prédictions de flèche avec l'épaisseur du substrat, nous observons une différence notable entre les calculs menés sous l'hypothèse des petites perturbations et ceux effectués en tenant compte des termes quadratiques du tenseur des déformations, à partir d'une épaisseur de substrat égale à 170 µm, 270 µm et 330 µm pour une couche dont les contraintes initiales sont respectivement de -700 MPa, -1770 MPa et -2400 MPa. Ce calcul indique que la variation rapide de la flèche avec l'épaisseur du substrat diminuant est

bien un indicateur de limite de validité du calcul de $\text{Sigmap}_{\epsilon\text{ps}}$ sous l'hypothèse des petites perturbations.

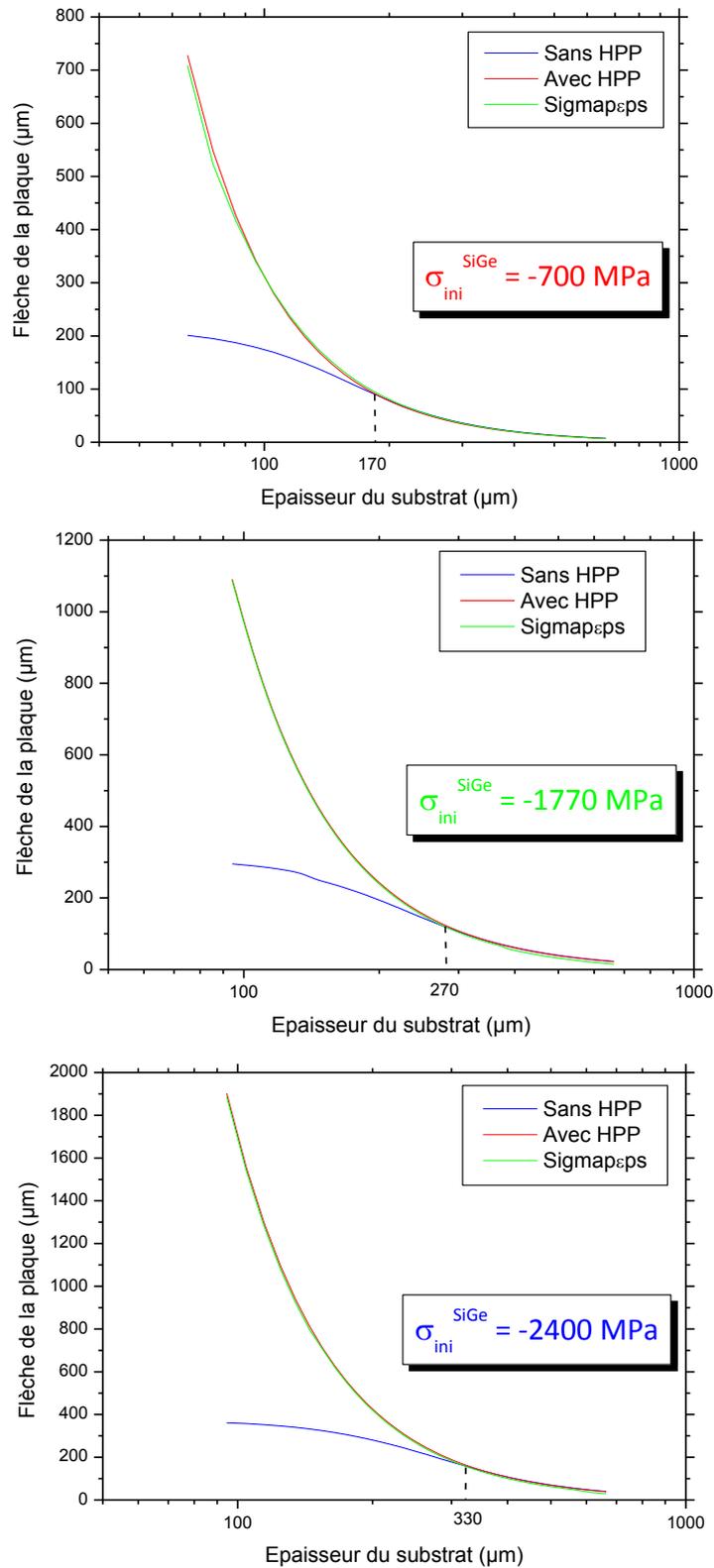


Figure III.24. Courbure de la plaque en fonction de la prise en compte (« nlgeom ON ») ou non (« nlgeom OFF ») de non-linéarités géométriques, et comparaison avec les prédictions de $\text{Sigmap}_{\epsilon\text{ps}}$

Nous avons également simulé en trois dimensions l'amincissement du substrat dans le cas d'une couche de SiGe avec une contrainte initiale de -700 MPa. Le but est de visualiser les types de courbure qu'adopte la plaque suivant l'épaisseur du silicium. Sur la [Figure III.25](#), nous présentons les prédictions de déformée d'un bicouche constitué d'une épaisseur de SiGe constante et d'un substrat de silicium dont l'épaisseur varie de 400 μm à 50 μm . Nous observons que tant que l'épaisseur du substrat est supérieure à 150 μm (cas *a* et *b*), la courbure est uniforme, et la plaque prend une forme sphérique. Pour des épaisseurs de substrat inférieures à 150 μm , dont l'exemple est donné pour des épaisseurs de 100 μm (cas *c*) et 50 μm (cas *d*), la déformée de la plaque n'est plus axisymétrique. Deux axes (1 et 3 représentés en tirets blancs sur la [Figure III.25](#)) avec deux rayons de courbure distincts apparaissent. La [Figure III.26](#) présente l'évolution de la courbure suivant ces axes en fonction de l'épaisseur de silicium. Cette transition apparaît lorsque l'épaisseur du substrat est inférieure à 130 μm et correspond à l'apparition d'une instabilité élastique. L'amincissement critique (130 μm) pour lequel une transition entre le mode de déformée axisymétrique vers un autre avec deux rayons de courbure distincts est comparable avec la valeur prédite par Dunn [70].

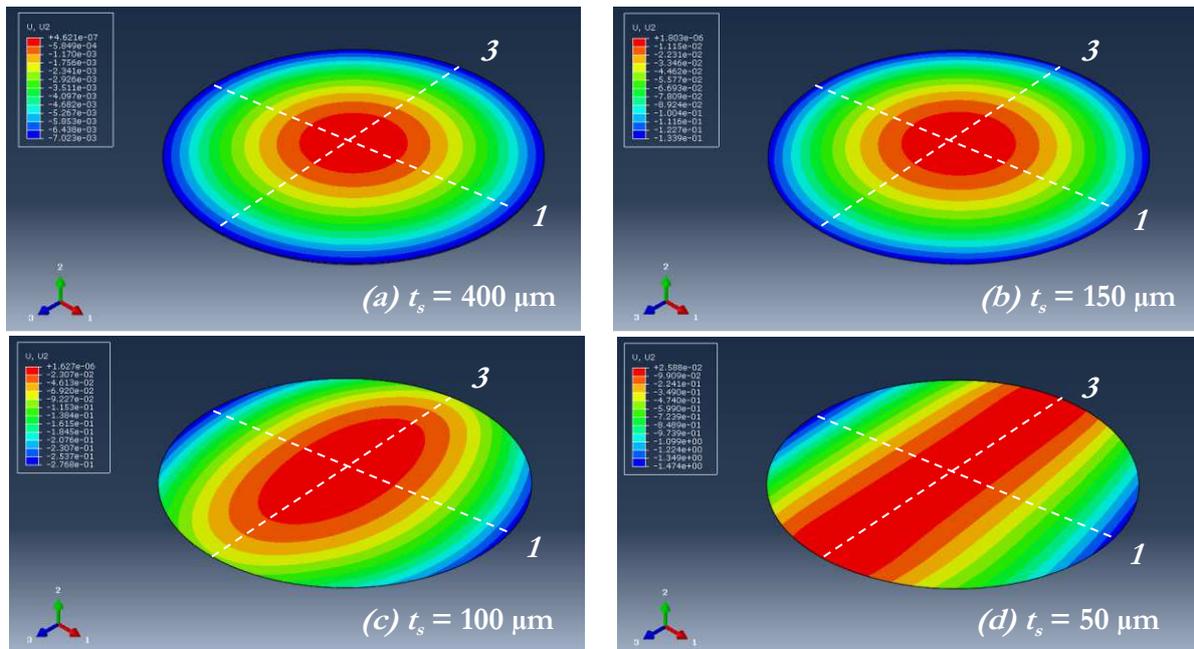


Figure III.25. Déformée simulée du système bicouche SiGe(-700MPa)/Si en fonction de l'épaisseur du substrat de silicium

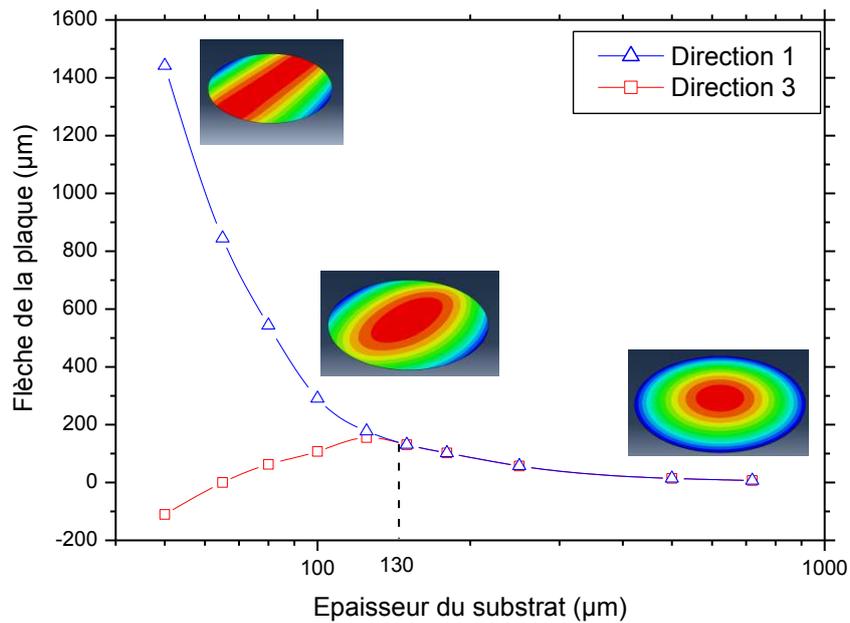


Figure III.26. Flèches de la plaque suivant les deux directions perpendiculaires principales prédites par éléments finis

La [Figure III.27](#) compare les flèches obtenues dans le cas axisymétrique à celles extraites de la simulation en trois dimensions, suivant les deux directions. Nous observons que les prédictions de flèche obtenues avec les calculs 2D axisymétriques et 3D sont comparables tant que l'épaisseur du substrat est supérieure à l'épaisseur critique où la déformation de la plaque change de régime de courbure. Cette observation justifie notre choix de simuler le problème de façon axisymétrique lorsqu'il s'agit d'évaluer la limite de validité de l'hypothèse des petites perturbations de $\text{Sigma}\rho\epsilon\text{ps}$. La simulation axisymétrique est en effet plus rapide et plus facile à mettre en œuvre que la simulation en trois dimensions (pour un maillage semblable, une simulation en trois dimensions demande trois fois plus de temps qu'une simulation du problème en axisymétrique).

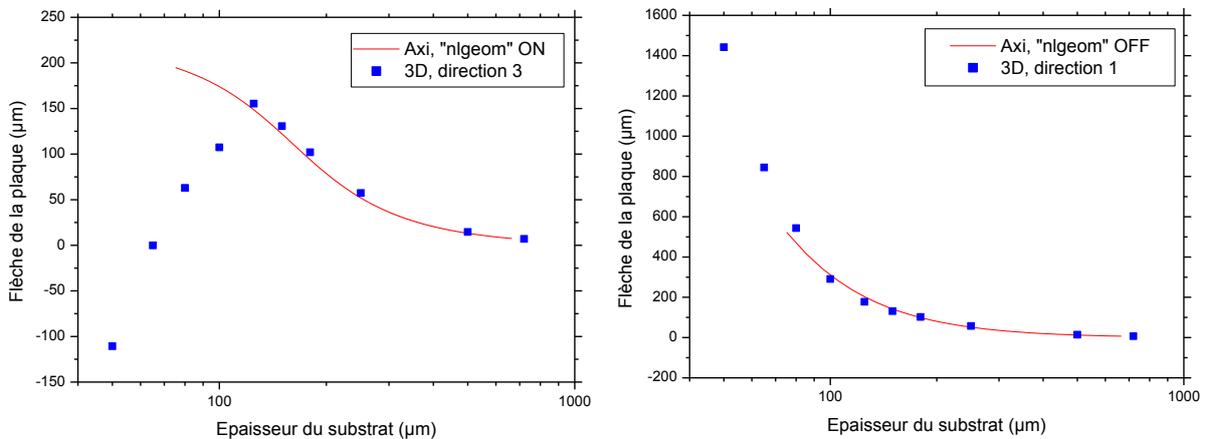


Figure III.27. Comparaison entre simulation axisymétrique et 3D

Nous avons mis en évidence la limite de validité de l'hypothèse des petites perturbations et le domaine de validité des prédictions de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ à partir d'un modèle proposé dans la littérature et de simulations par éléments finis. L'épaisseur du substrat, la contrainte des couches et la géométrie de la plaque doivent être pris en compte pour définir les limites du domaine de validité de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$. En complément de ce travail, il serait intéressant de faire évoluer $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ dans le cas où le substrat est aminci au-delà de la limite mise en évidence dans cette partie. Cela permettrait d'étudier la déformation des plaques dans le cas où les courbures sont non uniformes. Une évaluation rapide de cette limite de validité peut être obtenue à partir de la Figure III.24, lorsqu'une variation marquée de la flèche est observée.

Cette étude clôt le présent chapitre et les méthodologies mises en place afin d'évaluer le comportement mécanique des matériaux. Nous avons présenté une méthodologie afin d'évaluer les déformations intrinsèques liées au dépôt d'une couche, validée par confrontations avec des mesures expérimentales et des simulations par éléments finis. Nous avons également présenté un modèle permettant de prédire la variation de courbure, contrainte et déformation d'un système multicouches en fonction des procédés que celui-ci subit : traitement thermique, dépôt de couche ou amincissement du substrat. Ce modèle, interfacé sous MATLAB® et nommé $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$, permet d'évaluer à chaque instant et dans chaque couche l'évolution de la contrainte et de la déformation. La force de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$ repose dans sa capacité à prédire le comportement mécanique d'un système multicouches sans mesure expérimentale, et à toute température. Nous verrons dans le chapitre suivant qu'il est d'une grande utilité pour la fabrication des dispositifs, amenés à subir différents traitement thermiques. Nous avons enfin étudié et mis en perspective le travail à effectuer sur le modèle dans le cas de l'amincissement du substrat, en soulignant l'intérêt de travailler à partir de simulations par éléments finis pour vérifier les prédictions de $\text{Sigma}\epsilon\text{ps}$.

L'ensemble des outils développés est par la suite appliqué sur un dispositif concret dans le domaine de l'intégration 3D. Cette application fait l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE IV

APPLICATION À UN DISPOSITIF 3D

Optimisation De La Fabrication D'un Interposeur En Silicium



SOMMAIRE CHAPITRE IV

INTRODUCTION	128
IV.1. Présentation générale et contexte	129
IV.1.1. Les interposeurs et l'intégration 3D	129
IV.1.2. La fabrication des interposeurs et ses enjeux.....	130
IV.1.2.1. Fabrication d'un interposeur.....	130
IV.1.2.2. Prérequis mécaniques de la fabrication.....	131
IV.1.3. Méthodologie d'optimisation des matériaux.....	132
IV.1.3.1. Optimisation des dépôts réalisés en face avant.....	133
IV.1.3.2. Compensation de la déformation par optimisation de la face arrière	134
IV.2. Optimisation des dépôts de la face avant	136
IV.2.1. Couches de passivation sur substrat épais	136
IV.2.2. Prédiction de la courbure avec l'amincissement du substrat	139
IV.2.2.1. Mesures expérimentales	139
IV.2.2.2. Modèle analytique et simulations par éléments finis.....	139
IV.3. Compensation en température par dépôt de couches sur la face arrière	143
IV.3.1. Comportement en température des couches de la face avant.....	143
IV.3.1.1. Résultats expérimentaux	143
IV.3.1.2. Exploitation de la déformation en température pour l'intégration face arrière.....	145
IV.3.2. Caractérisation du comportement en température des matériaux face arrière	145
IV.3.2.1. Mesures expérimentales et premières tendances observées	146
IV.3.2.2. Comparaison avec le modèle analytique développé	148
IV.3.3. Caractérisation du polymère de passivation.....	149
Bibliographie	167

INTRODUCTION

L'ensemble des méthodologies développées dans les chapitres précédents fournit un outil de prédiction des déformations et contraintes apparaissant lors de la fabrication des dispositifs. Grâce aux méthodes mises en place pour déterminer les propriétés élastiques et thermiques des couches minces, la base de données des matériaux développés est continuellement alimentée. Associée à l'outil de calcul Sigmap ϵ s développé en parallèle, l'ensemble permet de prédire l'évolution des déformations et contraintes sur un enchaînement de dépôts de couches minces de ces différents matériaux, avec différents budgets thermiques.

Ce chapitre vise à mettre en application les méthodologies présentées précédemment sur un dispositif développé dans le cadre des projets relatifs à l'intégration 3D : l'interposeur en Silicium. Nous présenterons le principe général de fabrication de ce dispositif. Nous montrerons ensuite que lors des étapes de procédés, il est nécessaire d'étudier spécifiquement la déformation multi-échelle, de la plaque sur laquelle les composants sont fabriqués, à la puce elle-même.

Le travail de cette thèse entre en jeu pour répondre à cette problématique. Nous montrerons grâce aux modèles développés que nous sommes capables d'orienter le choix des multiples dépôts de couches minces et de leurs conditions pour minimiser la déformation à l'échelle de la plaque ou bien pour obtenir une déformation cible. Nous verrons aussi que la connaissance du comportement en température d'un tel dispositif est primordiale. Enfin, nous étudierons le cas particulier d'un polymère intégré à la fabrication de l'interposeur, et la nécessité de caractériser son comportement sur une large gamme de température.

IV.1. Présentation générale et contexte

IV.1.1. Les interposeurs et l'intégration 3D

Comme nous l'avons présenté dans le premier chapitre, l'intégration 3D a pour but d'augmenter les performances des dispositifs et de réduire leur consommation électrique par l'empilement de puces sur puces ou de plaques sur plaques, sur lesquelles sont réalisés les dispositifs. Les longues connexions horizontales sont ainsi remplacées par de courtes connexions verticales. Pour réaliser ces connexions, des TSV (« Through Silicon Via »), tranchées traversant le dispositif, sont fabriqués afin de relier les composants entre eux. Ces TSV peuvent être réalisés sur les mêmes plaques où sont conçus les dispositifs microélectroniques. Une autre voie, plus courante, consiste à insérer un substrat passif, appelé interposeur, entre les dispositifs pour y fabriquer les TSV. Ce substrat est interposé entre deux composants, ceux-ci communiquent entre eux par les TSV connectant la face avant à la face arrière du substrat passif. Le substrat peut être intercalé entre deux puces, ou bien être utilisé pour reporter les puces sur un substrat organique, comme illustré sur la [Figure IV.1](#) [71]. Des billes métalliques de tailles différentes permettent de faire la connexion entre les différents composants.

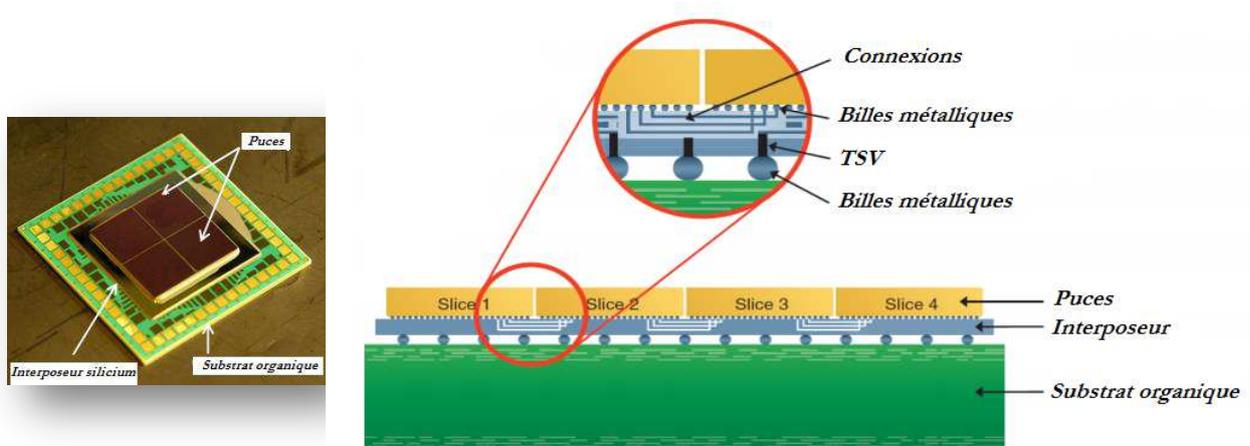


Figure IV.1. Interposeur reporté entre les puces et un substrat organique [71]

Afin de multiplier la densité de TSV et par là même le nombre de connexions entre les composants, les interposeurs ont une faible épaisseur, typiquement de l'ordre de quelques dizaines à la centaine de micromètres. De plus, les substrats organiques et les puces reportées sur ces derniers se déforment différemment en température ; le substrat organique au CTE plus élevé (parfois d'un facteur 10 par rapport aux matériaux utilisés pour la fabrication des puces) tend à se déformer davantage que les puces. C'est pourquoi l'interposeur doit permettre de compenser cette déformation en température, afin que les composants une fois reportés conservent leur intégrité et restent connectés au substrat organique.

Ces spécifications sont à prendre en compte dans la conception des interposeurs, et représentent un enjeu majeur amenant de nouvelles problématiques en matière de déformation et de distribution des contraintes, comme nous le verrons par la suite. Au sein du LETI, le laboratoire de packaging 3D (LP3D) au sein du service 3D (S3D) prend en charge la réalisation des interposeurs en silicium sur plaques de 300 mm de diamètre. L'étude de ce chapitre est en interaction constante avec la fabrication de ces derniers.

IV.1.2. La fabrication des interposeurs et ses enjeux

IV.1.2.1. Fabrication d'un interposeur

La figure suivante présente un schéma en coupe de l'interposeur tel qu'il est fabriqué au LETI. Les puces reportées en face avant (la face où sont réalisés les différents niveaux d'interconnexions) sont connectées à ce dernier grâce à des plots d'interconnexion métalliques en forme de petites billes, appelés « microbumps ». Le réseau d'interconnexions est constitué de plusieurs niveaux du procédé damascène, tel que décrit dans le chapitre III en [Figure III.11](#), et d'une couche de passivation visant à protéger les couches inférieures. Des TSV traversent le substrat de silicium pour relier les deux faces de l'interposeur. En face arrière (la face en contact avec les composants inférieurs) sont réalisés les contacts en forme de clou (« nail ») avec le substrat organique. Les dépôts en face arrière ont pour but d'isoler les TSV entre eux afin d'éviter tout court-circuit, de protéger de la corrosion la surface métallique des TSV (couches de passivation) et de redistribuer les connexions électriques sur l'ensemble de l'interposeur (couches de redistribution).

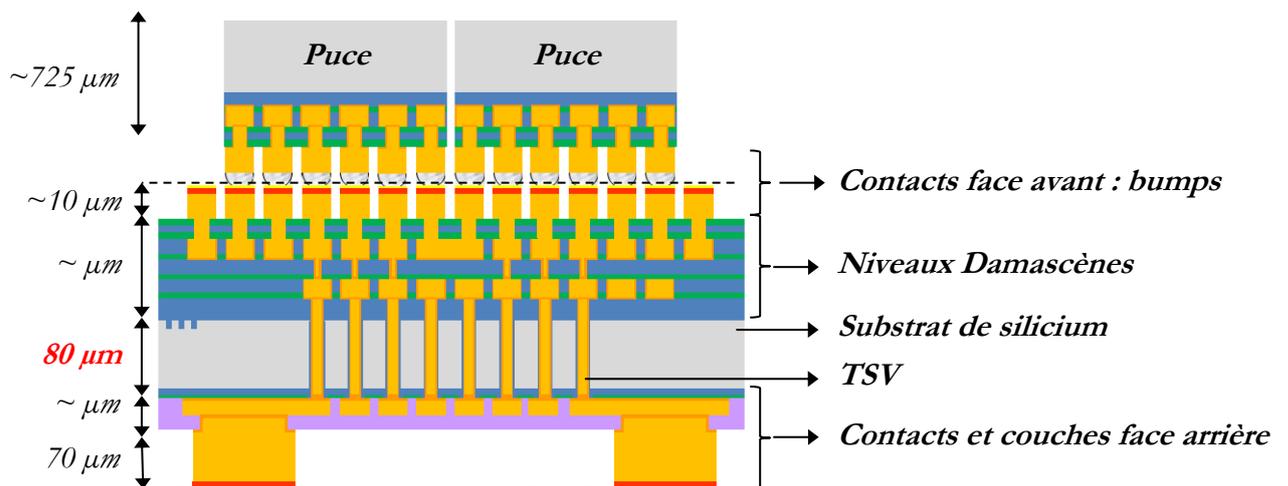


Figure IV.2. Vue en coupe d'un interposeur et épaisseurs caractéristiques

En termes d'épaisseurs, les dépôts réalisés en face avant et en face arrière sont épais de quelques microns au total. Les contacts en face avant avec les puces supérieures sont hauts d'une dizaine de microns, tandis que les plots de contact en face arrière sur lesquels sera reporté le substrat organique font 70 µm de hauteur. L'épaisseur caractéristique à retenir sur ce schéma est

celle du substrat de silicium, de 80 μm . Nous verrons par la suite que cette épaisseur est la difficulté principale de la fabrication des interposeurs et conditionne le choix des matériaux et des couches de ses différentes faces.

IV.1.2.2. Prérequis mécaniques de la fabrication

Nous avons vu dans le chapitre III qu'il était nécessaire de réduire l'épaisseur du substrat de silicium afin de pouvoir réaliser les TSV de forte densité. Cependant, réduire cette épaisseur implique de diminuer la rigidité du système. L'ensemble n'est plus maintenu par le substrat, et devient beaucoup plus sensible à la répartition des contraintes des couches en présence. L'équilibre mécanique qui s'établit entre les couches implique de fortes déformations pouvant parfois même provoquer la rupture des plaques durant leur fabrication.

Cette déformation est d'autant plus élevée que le diamètre de la plaque augmente. La fabrication des interposeurs sur des plaques de 200 mm de diamètre a permis d'obtenir des composants fonctionnels. Le transfert de la technologie sur substrat de 300 mm de diamètre pose quant à lui davantage de difficultés, puisque la déformation pour une épaisseur de Silicium donnée est amplifiée par l'augmentation du diamètre de la plaque.

En parallèle, la fabrication des TSV traversant le substrat est limitée par le remplissage de ces derniers. En effet, lorsque les TSV sont très hauts et peu larges, il n'est plus possible de les remplir correctement avec les techniques de dépôt conventionnelles. Ce paramètre technologique limite l'épaisseur de substrat permise. Celle-ci est optimisée afin d'être capable de graver puis de remplir les TSV. C'est pourquoi il est nécessaire de développer les procédés de remplissage des TSV pour de plus grands facteurs de forme (rapport hauteur/largeur), et en parallèle de développer les matériaux intégrés sur les deux faces de l'interposeur, pour limiter la déformation du système sur un substrat aminci.

Les études actuelles sur la limitation de la déformation concernent une épaisseur de Silicium de 80 μm . Compte tenu de cette valeur, l'enjeu est d'optimiser les conditions de dépôt des couches en présence afin que celles-ci n'induisent pas une déformation trop élevée, remarquable à deux échelles.

A l'échelle de la plaque tout d'abord, limiter la déformation permet de réaliser les différentes étapes de procédés sans dommage. Le chargement automatique de certains équipements, tout comme le maintien des plaques durant le procédé peuvent causer la rupture de l'empilement trop déformé. De plus, la face arrière est réalisée lorsque le substrat est tenu par une poignée temporaire, tel qu'illustré dans le chapitre précédent en [Figure III.17](#). L'étape de séparation de la plaque avec la poignée est délicate, puisqu'elle « retire » la rigidité au système qui lui permettait de limiter sa déformation pour l'activation de la face arrière. C'est d'ailleurs durant cette étape que sont observées de fréquents endommagements. Il faut donc assurer une déformation minimale jusqu'à l'étape de découpe des puces, après amincissement du substrat et activation de la face arrière.

A l'échelle de l'interposeur, les puces supérieures sont reportées sur ce dernier à une température donnée, différente de la température ambiante d'utilisation des dispositifs. Les interposeurs découpés sont montés en température, afin que les billes métalliques entrent en fusion et viennent coller les puces supérieures avec l'interposeur. Un report de puce efficace demande à ce que toutes les billes métalliques soient en contact avec la puce à coller, et nécessite donc une déformation locale maximale de $\pm 20 \mu\text{m}$, celle du diamètre des billes, tel qu'illustré sur la [Figure IV.3](#).

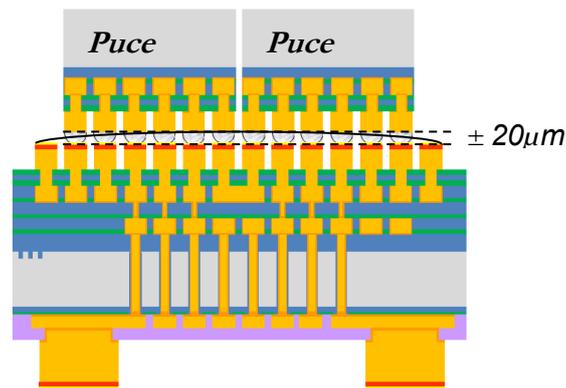


Figure IV.3. Déformation maximale à l'échelle de l'interposeur

L'étude mécanique de tels dispositifs a donc plusieurs enjeux : tout d'abord, elle doit permettre de maîtriser la déformation à l'échelle de la plaque pour assurer un bon déroulement des étapes de fabrication avant l'assemblage des puces. Ensuite, elle doit assurer que les matériaux ainsi déposés n'impliquent pas de déformation trop importante en température, afin de permettre un bon report des puces sur les interposeurs. Dans cette optique, une méthodologie à l'échelle de la plaque a été mise en place afin d'optimiser les matériaux déposés sur les deux faces de cette dernière, et fait l'objet de la partie suivante.

IV.1.3. Méthodologie d'optimisation des matériaux

L'optimisation des matériaux dans cette étude est décomposée en deux parties. Une première se focalise sur les couches minces déposées en face avant (les niveaux damascènes et la couche de passivation) sur substrat épais. L'objectif étant d'obtenir des plaques suffisamment planes pour ne créer aucune difficulté durant la fabrication.

Une fois les couches optimisées dans cet objectif, la deuxième partie intervient après amincissement du substrat. Celle-ci vise à déposer en face arrière les matériaux adéquats afin de compenser en température la déformation due aux matériaux de la face avant, compte tenu de l'épaisseur fine du substrat. L'objectif ici étant d'assurer qu'à l'échelle de la puce, les interposeurs ne soit pas sujets à une trop grande déformation qui induirait un mauvais report de puces.

Le choix des matériaux est déjà déterminé par les autres fonctions (conductrices, isolantes, stables, ...) qu'ils doivent accomplir. Nous intervenons au niveau des conditions de dépôt de ces derniers et de leur épaisseur, afin d'optimiser la distribution de contrainte dans le système

complet. Dans ce cas précis, les couches déposées en face avant sont pour la majeure partie réalisée par CVD assistée par plasma. Pour faire varier les déformations intrinsèques, les paramètres modifiables sont la fréquence d'excitation du plasma dans la chambre de procédé, la pression ou le débit des gaz précurseurs.

IV.1.3.1. Optimisation des dépôts réalisés en face avant

Nous souhaitons optimiser les couches des procédés damascènes et de passivation afin de minimiser la déformation des plaques après chaque procédé. Une étude précédente a montré que le remplissage cuivre des lignes de TSV n'avait qu'une influence mineure sur la déformation à l'échelle de la plaque. Nous nous concentrons donc uniquement sur les dépôts des couches des niveaux damascène et de passivation, sans prise en compte des étapes de remplissage en cuivre des TSV.

Principalement, deux matériaux constituent la face avant des plaques : le nitrure de silicium SiN et l'oxyde de silicium SiO₂. Une première couche de SiO₂ est déposée par oxydation sur les plaques afin d'isoler les TSV. Les autres couches de SiO₂ sont déposées par voie chimique (CVD), tout comme le SiN utilisé dans les niveaux damascènes et la couche de passivation. Le tableau suivant résume les caractéristiques invariables des différents dépôts.

Matériau	Température de dépôt (°C)	Contrainte @RT* de...	Fonction
SiO ₂ {1fav}	1100	compression	Isolation des TSV
SiN {1fav}	400	tension	Diélectriques
SiO ₂ {2fav}	400	compression	damascènes
SiN {2fav}	350	tension	Passivation

*@RT : à température ambiante

Tableau IV.1. Caractéristiques des matériaux déposés en face avant

L'empilement à optimiser en face avant est présenté en [Figure IV.4](#). Par souci de confidentialité, nous ne détaillons pas les valeurs d'épaisseurs mises en jeu.

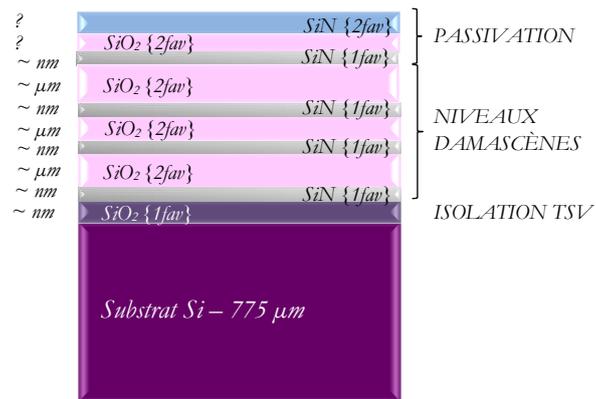


Figure IV.4. Empilement de la face avant à optimiser

Les matériaux et épaisseurs ont été fixés par rapport à l'empilement fonctionnel réalisé sur plaques de 200 mm de diamètre. Ceux-ci ont été choisis afin que la déformation apportée par une couche soit compensée par le dépôt de la couche supérieure, à la contrainte inverse. Nous avons conservé l'empilement des niveaux damascènes et choisi de modifier les paramètres de dépôt des couches de passivation afin de diminuer la déformation résultante.

La majeure partie des couches déposées en face arrière subissent une contrainte de compression à température ambiante. Nous pouvons donc prédire qu'une fois déposées, elles auront tendance à diminuer la flèche des plaques, voire à changer leur concavité. Si nous faisons en sorte d'avoir une courbure quasi nulle en fin d'intégration de la face avant, elle ne pourra plus être minimisée une fois la face arrière intégrée, d'autant plus que le substrat est aminci. L'idée est donc de conserver une flèche positive acceptable à température ambiante après intégration de la face avant, pour qu'une fois les couches de la face arrière intégrées et le substrat aminci, la courbure de plaque conserve un niveau tolérable ($<100 \mu\text{m}$).

Dans ce point de vue, la variation de courbure en température n'intervient pas dans l'optimisation des conditions de dépôts des couches de la face avant. Or, les puces sont amenées à être reportées sur l'interposeur à une température plus élevée que la température ambiante. Il est donc nécessaire de déterminer le comportement en température des interposeurs, et de choisir les matériaux et couches afin de minimiser la variation de courbure en température également. La deuxième partie de la méthodologie consiste à adapter les couches de la face arrière dans cet objectif.

IV.1.3.2. Compensation de la déformation en température par la face arrière

Les matériaux de la face avant sont optimisés afin de minimiser la déformation de la plaque après chaque procédé et chaque retour à température ambiante. Malgré la faible courbure obtenue pour cette température, les matériaux ainsi intégrés peuvent cependant induire une variation importante en température, qu'il faut pouvoir compenser. Ce sont les matériaux intégrés en face arrière qui permettront de remplir cet objectif.

L'idée consiste donc à évaluer la déformation en température induite par la face avant seule, afin de considérer ce comportement comme référence pour la face arrière. Si les matériaux intégrés en face arrière aboutissent à la même variation de courbure en température, alors la déformation générée par la face avant est compensée pour toute température, à l'ambiante comme à celle de report des puces sur les interposeurs.

La Figure IV.5 ci-contre illustre qualitativement cette idée : elle représente la variation de courbure d'un interposeur en fonction de la température. La configuration de gauche présente le cas où la courbure à température ambiante a été maîtrisée par la face avant pour conserver un niveau tolérable, et maîtrisée également à température de report des puces grâce à l'intégration de la face arrière. La configuration de droite représente le cas où la courbure est certes tolérable à température ambiante grâce à la face avant mais trop grande à celle du report des puces. Les couches de la face arrière n'ont pas permis de limiter la déformation en température apportée par la face avant, voire l'a amplifiée.

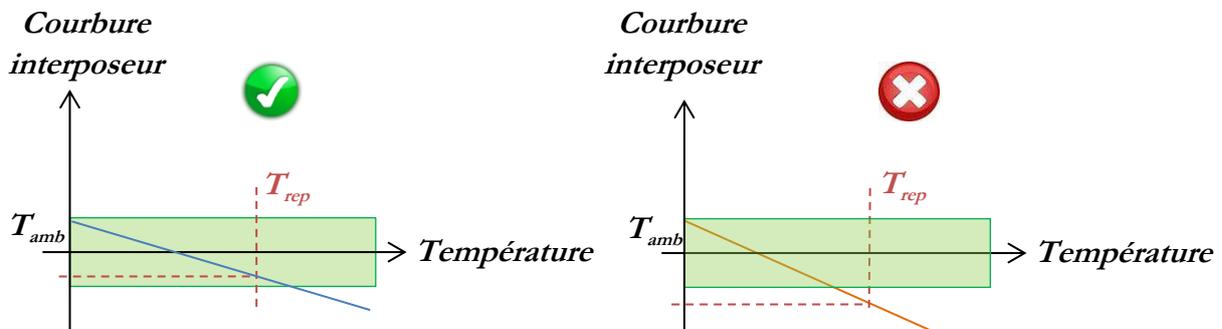


Figure IV.5. Comportement en température d'un interposeur correctement (à g.) ou non (à dr.) optimisé

Les différents empilements que nous étudions pour l'intégration en face arrière sont les suivants :

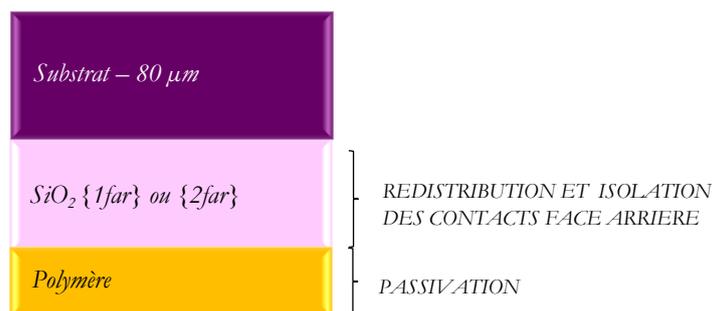


Figure IV.6. Empilement de la face arrière à optimiser

Pour passiver la face arrière, l'utilisation d'une couche polymère est envisagée. Ce matériau au comportement viscoélastique fait l'objet d'une étude spécifique en section 0. Les caractéristiques des différents matériaux à considérer pour l'activation de la face arrière sont résumées dans le Tableau IV.2. Ces matériaux sont appelés SiO₂ par commodité et sont déposés sous différentes conditions en termes de gaz précurseurs.

Matériau	Température de dépôt (°C)	Contrainte @RT* de...	Fonction
SiO ₂ {1 <i>far</i> }	150	compression	Redistribution et isolation des contacts face arrière
SiO ₂ {2 <i>far</i> }	150	compression	
Polymère	20	tension	Passivation

*@RT : à température ambiante

Tableau IV.2. Caractéristiques des matériaux déposés en face arrière

Contrairement à la face avant, l'épaisseur de chacun des matériaux est ajustable. Les parties qui suivent présentent les résultats obtenus par l'application de la méthodologie décrite au chapitre III.

IV.2. Optimisation des dépôts de la face avant

Seules les épaisseurs des couches de passivation ont été modifiées afin d'obtenir une courbure de plaque à température ambiante générée par les couches de la face avant conforme aux exigences du cahier des charges. L'ensemble des niveaux damascènes de la face avant ont été conservés en épaisseur et conditions de dépôt.

IV.2.1. Couches de passivation sur substrat épais

L'objectif est de déterminer l'épaisseur et les conditions de dépôt de chacune des couches de passivation afin d'avoir une courbure acceptable à température ambiante, tout en ayant une plaque bombée (contrainte globale de compression). Rappelons que la passivation est constituée d'une couche de SiN d'une centaine de nanomètres, d'une couche de SiO₂ dont l'épaisseur est à déterminer, toutes deux identiques aux matériaux des niveaux damascènes, et d'une dernière couche de SiN à ajuster en épaisseur et déformation intrinsèque (voir [Figure IV.4](#)), déposée à 350°C et que nous appellerons par la suite SiN-350 afin de la différencier des autres couches déposées à 400°C.

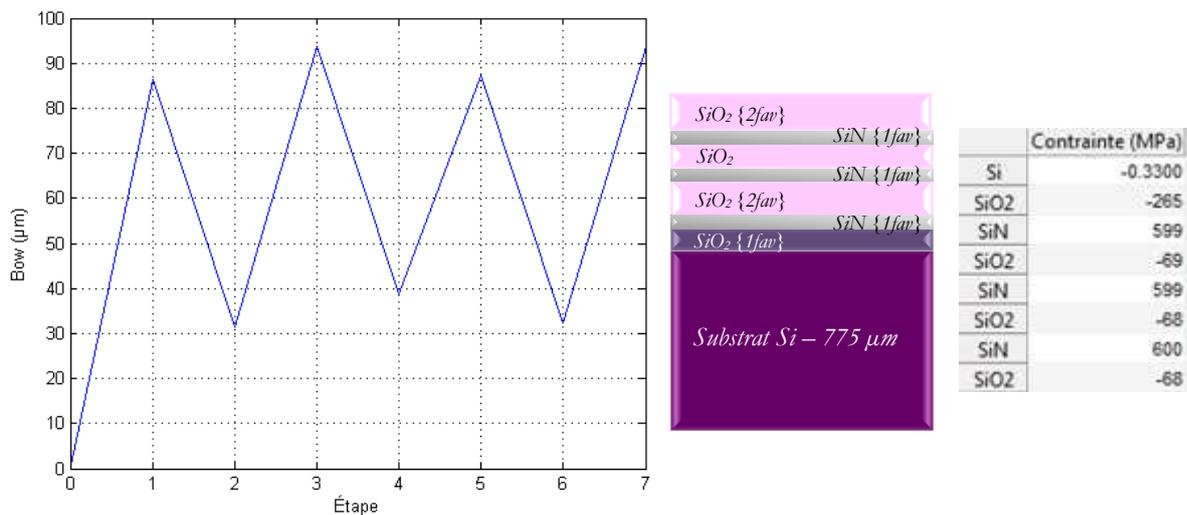
Dans un premier temps, le module d'Young des matériaux a été mesuré par nanoindentation. Plusieurs épaisseurs ont été mesurées afin de s'assurer que les propriétés élastiques des couches ne dépendent pas de leur épaisseur. Ce résultat a permis de s'affranchir des méthodologies développées pour déterminer le module d'Young des couches minces (cf. Chapitre II). Dans un second temps, nous avons cherché à déterminer la déformation intrinsèque de chaque matériau. Pour cela, la courbure avant et après dépôt sur un substrat de silicium de chaque matériau composant les niveaux damascènes a été mesurée. Les déformations intrinsèques ont été calculées par le modèle présenté dans le chapitre III, pour être ensuite intégrées dans le calcul de l'empilement damascène complet. La couche d'oxyde thermique déposée au préalable pour isoler les TSV a également été caractérisée. Les résultats sont reportés dans le [Tableau IV.3](#). Les

module d'Young sont donnés par l'équipement avec une précision de ± 2 GPa. Les coefficients de Poisson sont tirés de la littérature [9, 72].

Matériau	Déformation intrinsèque ϵ_{int} ($\cdot 10^{-3}$ s.u.)	Module d'Young E (GPa) et coefficient de Poisson ν : (E ; ν)	Coefficient de dilatation thermique α (10^{-6} / $^{\circ}\text{C}$)	Fonction
SiO_2 {1fav}	-0.59	(70 ; 0.17)	0.55	Isolation des TSV
SiN {1fav}	-4.8	(100 ; 0.25)	2.17	Diélectriques damascènes et passivation
SiO_2 {2fav}	-0.39	(72 ; 0.17)	0.55	

Tableau IV.3. Déformations intrinsèques et propriété des matériaux

Avec ces données en main, nous avons donc évalué avec l'outil de prédiction des déformations et contraintes Sigmapεps, l'évolution de la flèche de la plaque suite aux couches déposées à sa surface, jusqu'avant le dépôt des couches de passivation, comme illustré sur la Figure IV.7. Rappelons que la flèche est évaluée pour des dépôts sur substrat épais de 775 μm . Ces résultats ont été comparés aux mesures expérimentales et ont fait l'objet d'une analyse dans le chapitre précédent. Les coefficients de dilatation thermique considérés dans les calculs sont tirés de la littérature [9].



N° de l'étape	1	2	3	4	5	6	7
Couche déposée	SiO_2 {1fav}	SiN {1fav}	SiO_2 {2fav}	SiN {1fav}	SiO_2 {2fav}	SiN {1fav}	SiO_2 {2fav}
	500 nm	140 nm	1.4 μm	140 nm	1.1 μm	140 nm	1.4 μm

Figure IV.7. Flèches successives de la plaque après chaque dépôt face avant et contraintes finales dans les couches

La flèche de la plaque avant le dépôt des couches de passivation est donc prédite à environ 94 μm par Sigmapεps. Les niveaux damascènes ont été optimisés au préalable de sorte à ne pas

induire davantage de flèche: le SiN compense en moyenne chaque dépôt de SiO₂ au niveau de la flèche de la plaque. La silice « SiO₂ {1fav} » formée en premier lieu, subissant une contrainte en compression à température ambiante, provoque une augmentation non compensée de la flèche. C'est grâce aux couches de passivation que cette augmentation sera réduite.

Nous cherchons donc à optimiser l'épaisseur et les conditions de dépôt des couches de passivation afin d'amener la flèche de la plaque au niveau désiré. Nous choisissons arbitrairement de fixer ce niveau à une valeur positive de 20 μm, comme expliqué dans la méthodologie. Les propriétés élastiques et thermiques des deux matériaux de passivation sont fixées. Il est possible de modifier la déformation intrinsèque et l'épaisseur de chacun d'entre eux. L'idée la plus simple à mettre en œuvre est de choisir la déformation intrinsèque et de faire varier l'épaisseur de chaque couche. Les conditions de dépôt du SiO₂ {2fav} et du SiN {1fav} communs aux niveaux damascènes sont déjà fixées. Reste la dernière couche de SiN-350, pour laquelle nous choisissons les conditions de dépôt, donc la déformation intrinsèque, de manière à obtenir une contrainte moyenne de 170 MPa à température ambiante dans ce matériau ($\epsilon_{int} = -1.5 \times 10^{-3}$). Le graphique de la figure suivante représente la variation de la flèche avec l'épaisseur des deux couches qu'il est possible de modifier.

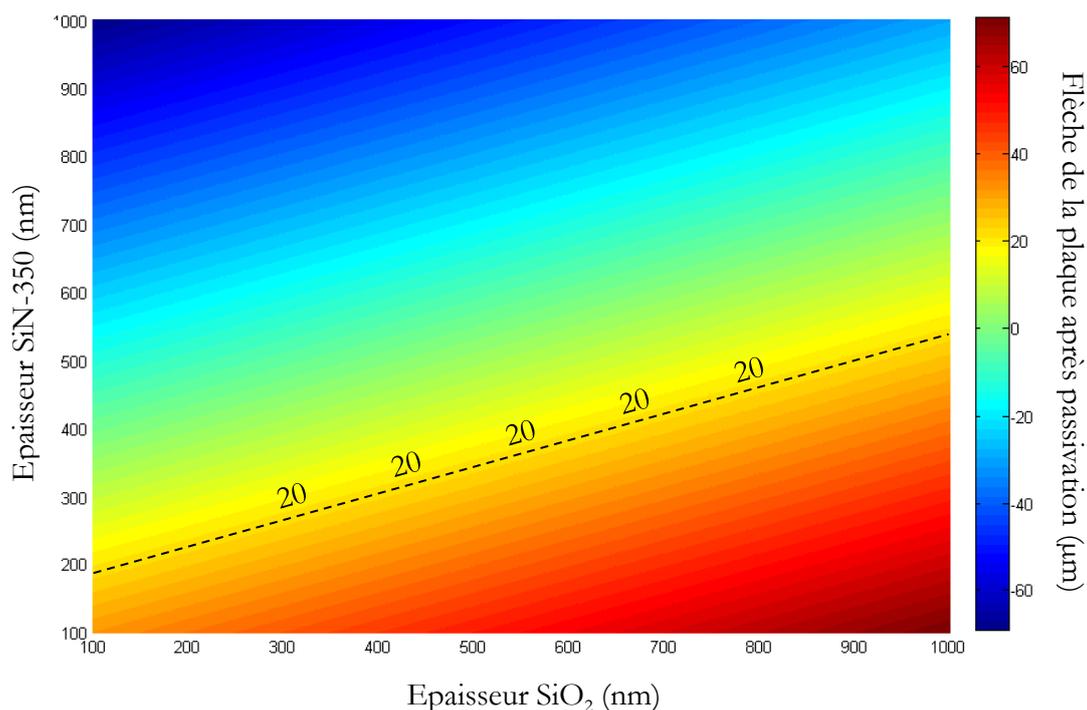


Figure IV.8. Flèche après dépôt des couches de passivation en fonction de l'épaisseur des deux dernières.

Ce résultat permet de conclure sur les couples d'épaisseurs possibles afin d'atteindre la flèche de plaque désirée à +20 μm. Les couches de la face avant ainsi ajustées, la deuxième étape consiste à prédire l'évolution de la courbure de la plaque lorsque le substrat de silicium passe d'une épaisseur de 775 μm à celle voulue de 80 μm.

IV.2.2. Prédiction de la courbure avec l'amincissement du substrat

Après intégration de la face avant, l'étape suivante de la fabrication consiste à amincir le substrat de silicium à l'épaisseur désirée (80 μm) afin d'ouvrir les TSV. Pour cela, le substrat est maintenu par une poignée temporaire, (cf. chapitre III, [Figure III.16](#)). Les dépôts sur la face arrière sont réalisés après cet amincissement. L'objectif de cette partie est de comparer la prédiction de la flèche de plaque calculée par Sigmapeps avec des valeurs expérimentales, lorsqu'elles sont possibles, et des simulations par éléments finis. Pour ce faire, la plaque utilisée pour effectuer les mesures est exceptionnellement amincie sans poignée temporaire.

IV.2.2.1. Valeurs expérimentales

L'échantillon considéré est constitué des différents niveaux damascènes de la [Figure IV.4](#). Le substrat a été aminci à différents niveaux afin de pouvoir effectuer des mesures progressives. Il n'a pas été possible d'atteindre 80 μm d'épaisseur du substrat sans poignée temporaire. Compte-tenu de la finesse de la plaque et sa fragilisation lors des cycles répétés d'amincissement, seules quatre mesures différentes ont été réalisables, pour des épaisseurs de silicium de 700 μm à 400 μm , par pas de 100 μm . Nous avons mesuré la flèche des plaques selon les normes SEMI MF534 avec le FRT.

Comme indiqué dans le chapitre précédent, pour s'assurer qu'il n'y ait aucune zone écrouie après rectification, des étapes de polissage sec suivent la rectification. L'épaisseur du Silicium est mesurée grâce au deuxième capteur infrarouge implémenté sur le FRT. Les valeurs expérimentales sont reportées sur le [Tableau IV.4](#) suivant :

Epaisseur Silicium ± 0.1 (μm)	Flèche selon norme SEMI ± 3 (μm)
713	-125
594.3	-164
498.9	-223
399.4	-319

Tableau IV.4. Flèche expérimentale de la plaque en fonction de l'épaisseur de Silicium

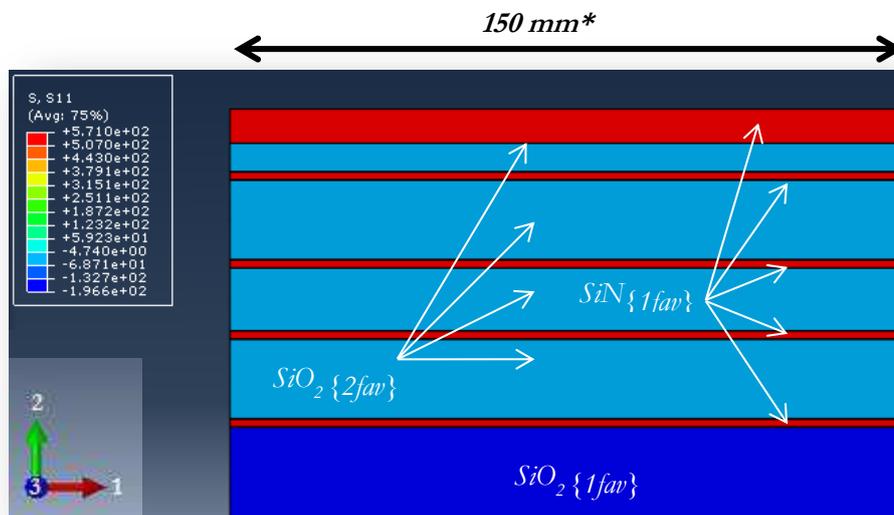
Ces résultats expérimentaux sont par la suite comparés aux résultats obtenus par avec Sigmapeps et la simulation par éléments finis.

IV.2.2.2. Prédiction de Sigmapeps et simulations par éléments finis

Grâce à Sigmapeps, la flèche de la plaque apportée par chacun des dépôts de la face avant est évaluée. Une fois ces dépôts modélisés, les amincissements successifs du substrat de silicium sont considérés, et la variation de courbure apportée par ces étapes calculées par le modèle.

En plus de ces estimations, des simulations par éléments finis ont été réalisées. Le dépôt des couches a été reproduit tel que présenté dans le chapitre précédent, en appliquant un budget thermique équivalent dans chaque couche pour reproduire la déformation intrinsèque apparaissant au moment de leur dépôt. Une image des contraintes des couches avant amincissement est représentée sur la [Figure IV.9](#).

Nous analysons le problème en considérant une configuration 2D axisymétrique, en gardant à l'esprit que pour de faibles épaisseurs de silicium, ceci n'est plus valable compte tenu de la courbure inhomogène de la plaque (cf. Chapitre III). Pour la comparaison expérimentale et la gamme d'épaisseurs mesurées, nous estimons cependant que traiter d'un problème axisymétrique est toujours justifié car la courbure reste homogène dans cette gamme (l'épaisseur de silicium est près de 60 fois supérieure à l'épaisseur totale des couches déposées sur celui-ci).



* les dimensions suivant la direction 1 ne sont pas à l'échelle

Figure IV.9. Empilement initial avant amincissement

L'amincissement du silicium a été simulé grâce à la fonction « model change » d'ABAQUS, avec la même méthodologie que celle développée et présentée dans le chapitre III. Le substrat a été partitionné en différentes sections comme illustré sur la [Figure IV.10](#). Les parties disparaîtront au cours des différentes étapes pour simuler son amincissement.

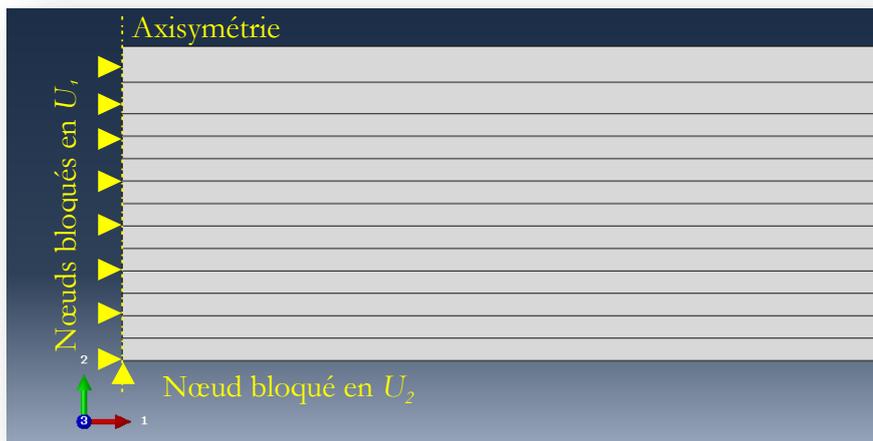


Figure IV.10. Partition du substrat et conditions aux limites pour l'amincissement

Les résultats sont présentés sur le graphique de la [Figure IV.11](#). La simulation par éléments finis est réalisée sous l'hypothèse des petites perturbations (HPP).

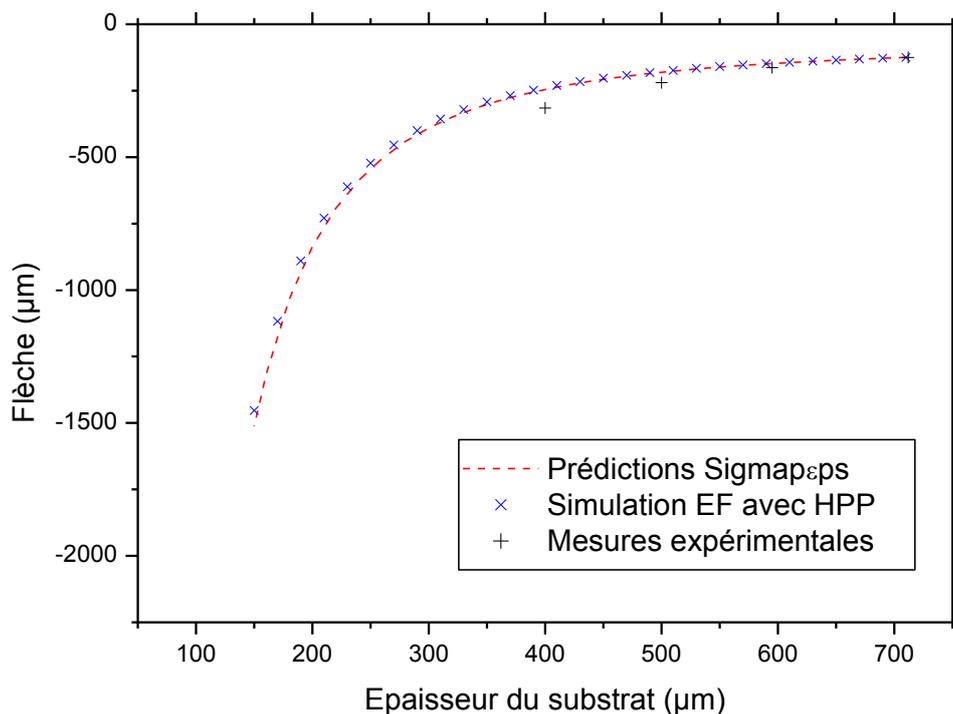


Figure IV.11. Evolution de la flèche avec l'amincissement du silicium

L'écart entre les mesures et le modèle analytique ou le modèle éléments finis augmente avec l'amincissement du substrat de silicium, jusqu'à atteindre 20 % pour l'épaisseur de 400 μm. La flèche prédite par Sigmapεps sous-estime donc dans la gamme mesurée la valeur expérimentale de la flèche lorsque l'épaisseur du substrat diminue. Une interprétation possible est que le procédé de polissage sec suivant la rectification n'ait pas complètement retiré toute la zone

écrouie présente dans le silicium. Dans ce cas, il existerait une épaisseur dans le silicium à fort niveau de contraintes locales, induisant une déformation plus importante que si cette région n'existait pas. Néanmoins, nous observons la même tendance entre la prédiction et les valeurs expérimentales. Si nous nous intéressons à la prise en compte ou non de non-linéarités géométriques en effectuant un calcul complet du tenseur des déformations, i.e. en tenant compte des termes quadratiques négligés sous l'hypothèse des petites perturbations, nous obtenons les prédictions suivantes :

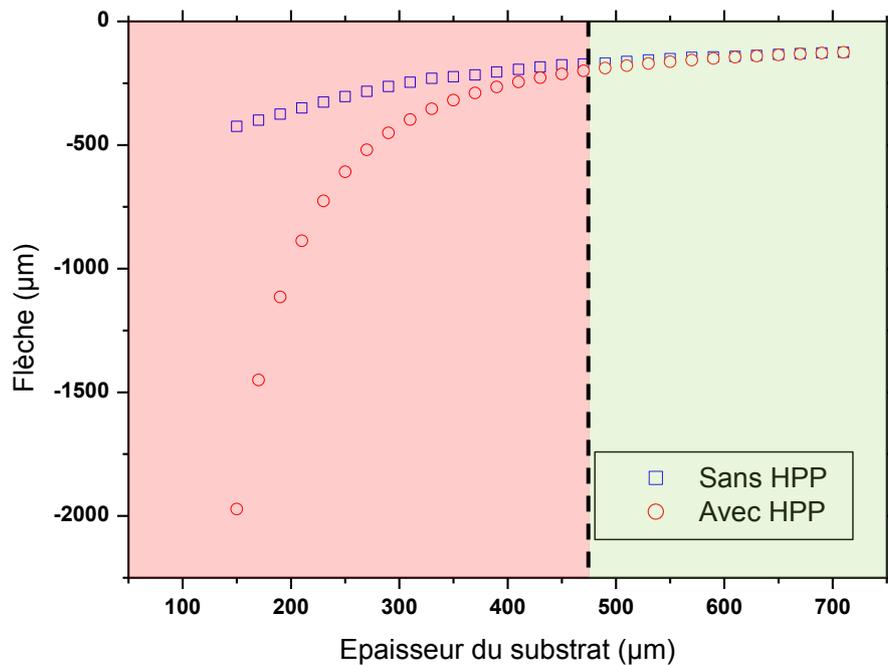


Figure IV.12. Calcul avec ou sans l'hypothèse des petites perturbations (HPP) pour la simulation par éléments finis de l'amincissement du substrat

Les prédictions dans les deux cas sont similaires pour une flèche inférieure à l'ordre d'épaisseur du substrat ($\sim 475 \mu\text{m}$), et diffèrent pour des épaisseurs de substrat inférieures. En effet, là où Sigmap ϵ ps prédit que la plaque continue à se déformer en générant une courbure uniforme amplifiée par la faible épaisseur du substrat, en réalité, elle change de régime de courbure (flambage, cf. Chapitre III). Elle trouve une configuration d'équilibre mécanique pour laquelle la courbure n'est plus uniforme suivant toutes les directions, correspondant à l'apparition d'une instabilité élastique.

Tel que l'outil Sigmap ϵ ps est développé, il n'est donc pas possible pour nous de déterminer l'état de déformation à l'échelle de la plaque pour des épaisseurs inférieures à $475 \mu\text{m}$. Une solution pour répondre à cette configuration serait d'effectuer le calcul complet par éléments finis sur le problème en trois dimensions. Néanmoins, la connaissance de l'état de déformation dans le cas d'un substrat épais peut nous permettre de déterminer une première tendance sur le comportement mécanique souhaité des couches à déposer en face arrière afin de compenser la déformation. Une étude des matériaux sur échantillon aminci et non plus sur plaque permettra de

prédire la déformation à l'échelle de l'interposeur grâce à Sigmapεps, comme nous le verrons par la suite.

IV.3. Compensation en température par dépôt de couches sur la face arrière

Le dépôt des couches de redistribution des connexions et de passivation réalisés en face arrière a également pour but, par un choix judicieux des matériaux, de compenser la déformation générée par la face avant à la température de report des puces. Pour atteindre cet objectif, l'étude se divise en plusieurs parties. Il est tout d'abord nécessaire de connaître le comportement en température de la face à compenser. Ensuite, les propriétés thermiques des matériaux envisagés en face arrière doivent être caractérisées. Enfin, connaissant ces propriétés thermiques, une dernière étape permet de déterminer les conditions optimales des couches à intégrer en termes de matériaux et d'épaisseurs.

IV.3.1. Comportement en température des couches de la face avant

Nous cherchons dans cette partie à étudier le comportement mécanique des dépôts réalisés sur la face avant en fonction de la température afin de bénéficier d'une référence pour le choix des matériaux à intégrer en face arrière. Le but étant de réduire la courbure générée par ces dépôts.

IV.3.1.1. Résultats expérimentaux

Les dépôts de la face avant sont développés sur un équipement ne prenant en charge que des plaques de 300 mm de diamètre. La qualité du dépôt sur plaques 200 mm à l'aide de supports ne permet pas d'obtenir la même qualité qu'en 300 mm (la chimie du dépôt et son uniformité sur la plaque dépend de sa géométrie). Les mesures en température sur lesquelles nous avons travaillé ont été effectuées sur le FLEXUS, qui ne prend pas en charge les plaques de 300 mm de diamètre. La méthodologie de mesure en température développée pour l'équipement est cependant transférable à d'autres géométries d'échantillons. Les mesures de cette partie ont été réalisées par la technique de TDM (« Topography Deformation Measurement »), au sein de INSIDIX®, entreprise spécialisée dans la mesure de déformation en température [72]

Les échantillons de $26 \times 26 \text{ mm}^2$, la taille de l'interposeur, ont été amincis d'une épaisseur de $770 \mu\text{m}$ à $80 \mu\text{m}$. L'empilement en face avant est représenté sur la Figure IV.13. Sur cette même figure est représenté le résultat d'une mesure par TDM. Il présente la cartographie du champ de déplacement de la surface de l'échantillon pour chaque température de mesure, ainsi que les diagonales où la flèche a été mesurée et moyennée. Deux cycles de température ont été effectués, de 20°C à 260°C , température de report des puces, suivant le profil présenté en Annexe 4.

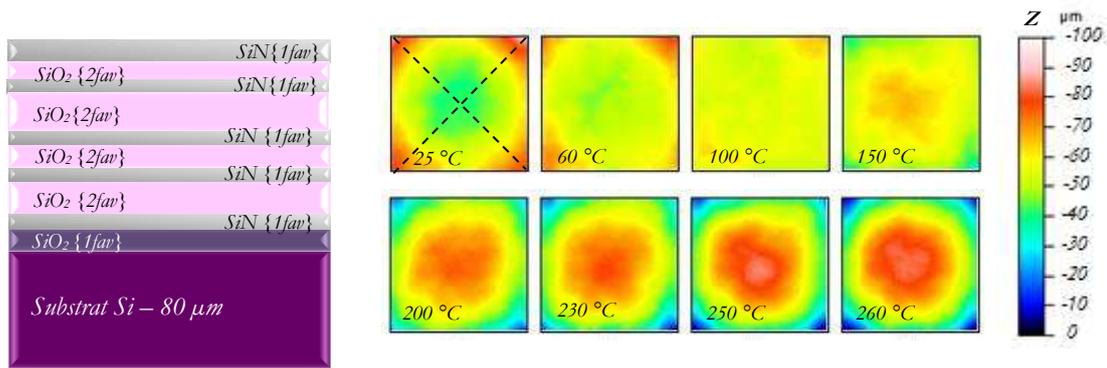


Figure IV.13. Empilement face avant et cartographie du champ de déplacement en température

Les mesures de la flèche en température sont présentées sur la Figure IV.14. Les deux cycles aboutissent au même comportement en température, ce qui est rassurant quant à la stabilité microstructurale des matériaux intégrés. L'enseignement apporté par ce résultat est qu'il faut que le matériau déposé en face arrière possède le même comportement en température. De cette façon, celui-ci peut compenser la déformation due aux dépôts en face avant, à la température ambiante et à la température de report des puces.

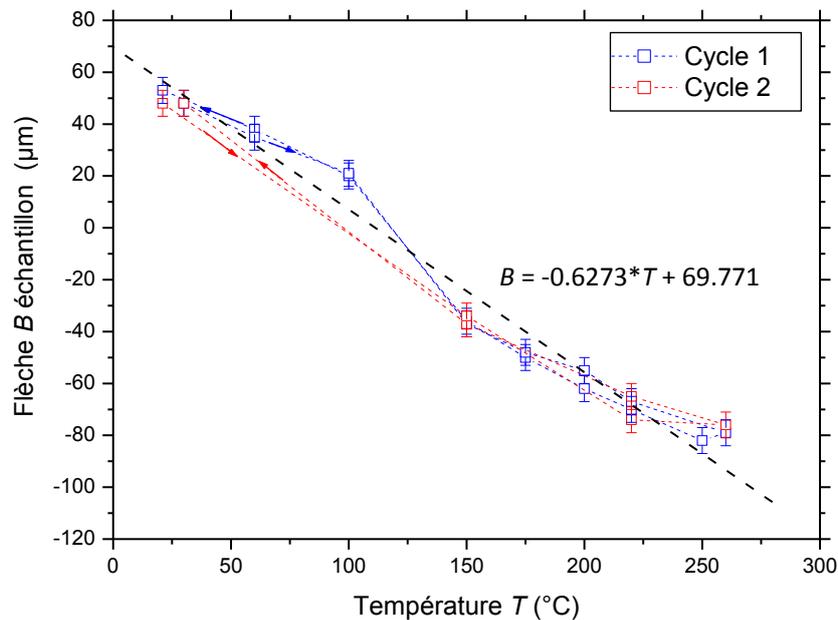


Figure IV.14. Flèche en température de l'échantillon 26x26 mm² face avant

Cette mesure représente la référence du comportement en température nécessaire pour compenser par les couches déposées en face arrière. L'analyse présentée au paragraphe suivant va permettre d'établir certaines hypothèses attendues sur le(s) matériau(x) à intégrer.

IV.3.1.2. Exploitation de la déformation en température pour l'intégration face arrière

Cette partie étudie les conditions que doit remplir le matériau à intégrer en face arrière à partir des mesures précédentes, en termes de propriétés élastique, thermique, et d'épaisseur. Un choix judicieux permettra de réduire la flèche observée sur la [Figure IV.14](#) induite par les dépôts de la face avant.

Considérons le comportement en température de la [Figure IV.14](#) comme celui d'une seule couche de module réduit E_f^* , d'épaisseur t_f et de coefficient de dilatation thermique (CTE) α_f . La pente a de la droite flèche/température obtenue par régression linéaire a pour expression (cf. Chapitre II, formule (II.19)) :

$$a = -(\alpha_s - \alpha_f) \cdot E_f^* t_f \cdot \frac{3D^2}{4E_s^* t_s^2}, \quad (IV.1)$$

où D représente le diamètre de l'échantillon, et E_s^* , α_s et t_s respectivement les module réduit, CTE et épaisseur du substrat de silicium.

Les paramètres dépendant du substrat et de la taille de l'échantillon sont fixés. Seuls ceux dépendant de la couche peuvent être ajustés. Si un seul matériau est déposé en face arrière, afin qu'il compense en température la déformation imposée par la face avant, ses propriétés élastiques et thermiques doivent vérifier la condition suivante :

$$(\alpha_s - \alpha_f) \cdot E_f^* t_f = -a \cdot \frac{4E_s^* t_s^2}{3D^2}. \quad (IV.2)$$

Si aucun matériau seul ne peut satisfaire cette condition en termes de propriétés et d'épaisseur réalisable, plusieurs matériaux doivent être associés en face arrière. Dans ce cas, la méthode employée avec (IV.1) et (IV.2) n'est plus applicable (pas un seul module d'Young ni CTE impliqués dans le comportement en température). Plusieurs couches doivent être déposées avec pour objectif de compenser la déformation induite par le dépôt en face avant. Le module réduit des couches d'intérêt a été caractérisé par nanoindentation (hypothèse sur le coefficient de Poisson). La partie suivante explore la caractérisation du CTE de ces matériaux pour étudier leur possible intégration, seule ou combinée, en face arrière.

IV.3.2. Caractérisation en température des matériaux face arrière

Des échantillons de $26 \times 26 \text{ mm}^2$ ont été préparés afin d'être soumis aux mêmes variations de température que l'empilement de la face avant. Le cycle en température est identique à celui présenté en [Annexe 4](#), et l'épaisseur de silicium également. Les échantillons considérés sont schématisés sur la [Figure IV.15](#), et sont constitués d'une couche de SiO_2 déposée, et non pas obtenue par oxydation du silicium à haute température (cf. Chapitre I).



Figure IV.15. Echantillon des couches face arrière à caractériser en température

L'ensemble des couches minces envisagées en face arrière possède des températures de dépôt de 150°C afin de limiter le budget thermique dû à l'utilisation d'une poignée temporaire sur la plaque durant l'activation de la face arrière. En effet, la colle utilisée pour fixer la poignée temporaire ne doit pas dépasser 200°C, au risque de la décoller.

IV.3.2.1. Valeurs expérimentales et premières tendances observées

La Figure IV.16 présente la variation de flèche avec la température des échantillons de la Figure IV.15. A partir de la formule (IV.2) et des propriétés élastiques des deux couches déterminées en parallèle par nanoindentation (hypothèse d'un coefficient de Poisson égal à 0.18) et reportées dans le Tableau IV.5, nous pouvons extraire le CTE des deux matériaux.

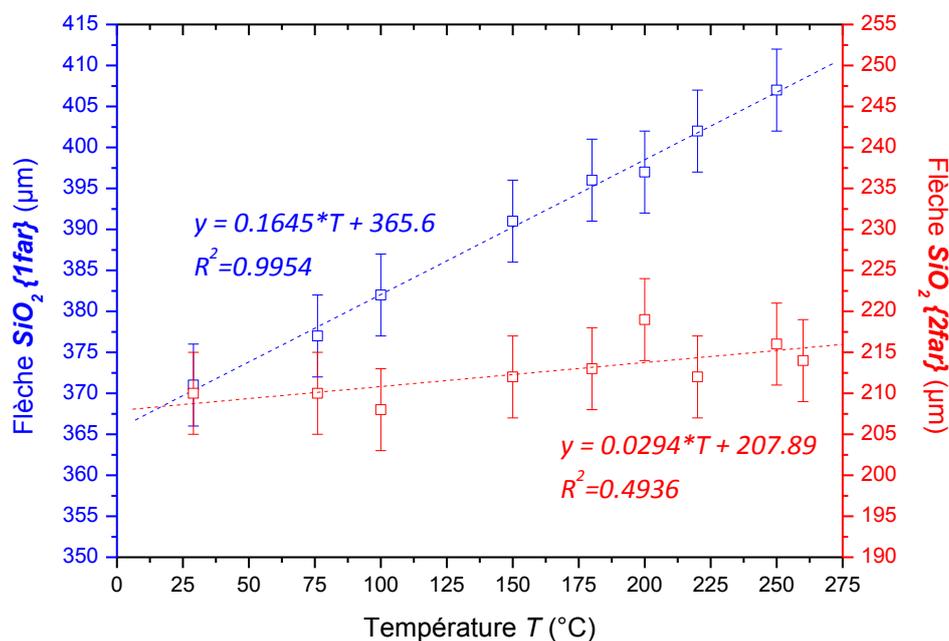


Figure IV.16. Mesures de flèche en température sur échantillons face arrière

La majeure partie des oxydes de silicium a un CTE inférieur à celui du silicium. Nous nous attendions donc à obtenir une diminution de la flèche en température. Or, il semble qu'au vu des résultats présentés en Figure IV.16, les deux matériaux ont un CTE comparable voire plus élevé que celui du silicium (valant entre 2.6 et 3 × 10⁻⁶/K). Tels qu'ils ont été développés, il est certain qu'ils ne permettront pas de compenser la déformation en température provoquée par la face avant, voire même ils l'amplifieront.

Des études complémentaires ont permis de confirmer l'instabilité chimique des matériaux déposés en face arrière. De nouvelles mesures de courbure en température par la technique de DRX (cf. Chapitre I) ont été effectuées sur une gamme plus importante en température, et présentées sur la Figure IV.17. Les courbures mesurées après le cycle de chauffage/refroidissement sur les deux matériaux ont sensiblement varié, ce qui indique que la microstructure des matériaux a été altérée par le traitement thermique qu'ils ont subi. Des analyses par FTIR (spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier) ont également confirmé la nature chimique des matériaux différente d'un SiO_2 de référence obtenu par oxydation du silicium à haute température.

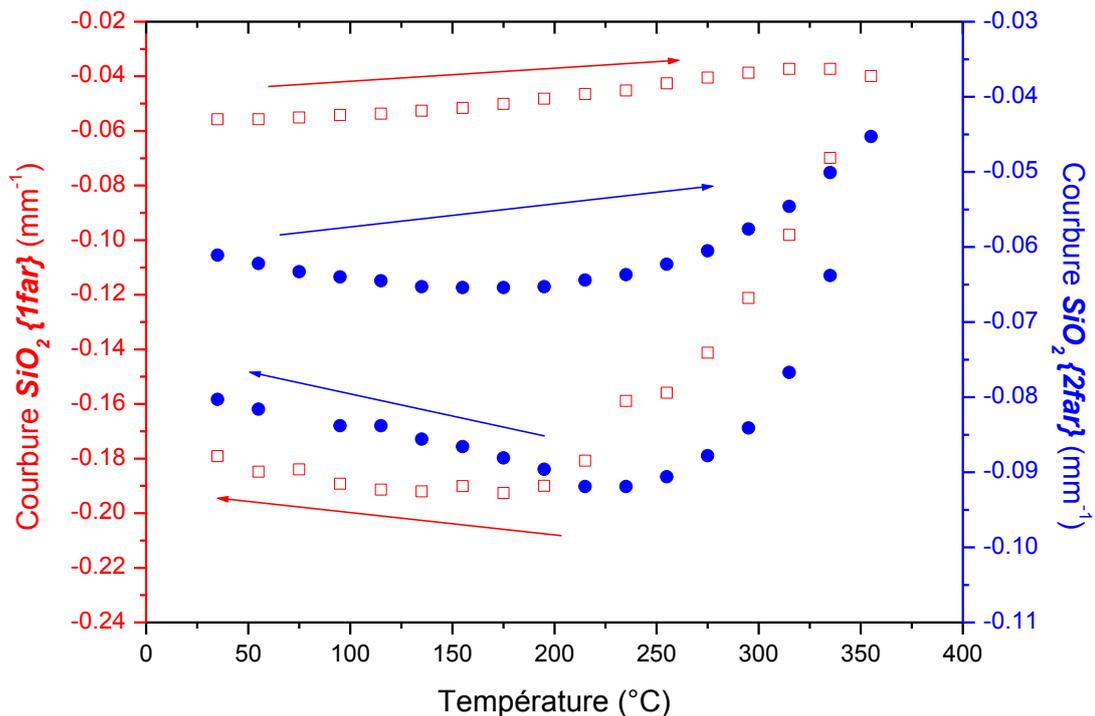


Figure IV.17. Mesures de flèche en température sur échantillons face arrière

Malgré ces observations, nous allons tout de même poursuivre l'exploitation des données de la Figure IV.16 afin de déterminer le CTE des deux matériaux, tout en gardant à l'esprit qu'ils ne seront pas déposés en face arrière des interposeurs dans leur état actuel.

3.1.1. Détermination du CTE de couches déposées en face arrière

Les mesures en température des deux premiers échantillons peuvent nous permettre de déterminer le CTE des deux matériaux soumis à l'essai en température grâce au modèle utilisé dans le cadre des mesures de courbure en température du FLEXUS. En reprenant l'équation (IV.2) et en l'appliquant aux régressions linéaires obtenues sur les deux premières courbes de la Figure IV.16, nous obtenons les CTE en fonction des matériaux et de leurs propriétés élastiques auparavant mesurées par nanoindentation (hypothèse d'un coefficient de Poisson égal à 0.17) tels que reportés dans le Tableau IV.5.

SiO ₂	Module réduit E* ± 5 (GPa)	$\alpha_s - \alpha_f \pm 0.5$ (×10 ⁻⁶ /K)	CTE moyen ± 0.7 (×10 ⁻⁶ /K)
{1far}	55	-1.70	4.8
{2far}	40	-0.42	3.5

Tableau IV.5. CTE de deux oxydes de silicium déposés en face arrière

Dans le calcul, le CTE des matériaux est supposé constant dans la gamme de température explorée. Le CTE du silicium est compris entre 2.6 et 3.65 ×10⁻⁶/K sur cette même gamme. Pour prendre en compte cette variation, nous avons considéré un CTE du silicium d'une valeur de 3.1×10⁻⁶/K pour en déduire le CTE de la couche d'oxyde déposé.

En tenant compte des autres sources d'incertitude sur l'évaluation du CTE, c'est-à-dire celle portant sur les épaisseurs du substrat et de la couche, ainsi que sur l'évaluation de la pente de la courbe flèche-température, le CTE de la couche d'oxyde indiqué dans le Tableau IV.5 est finalement calculé avec une précision de 0.7×10⁻⁶/K. La partie suivante vise à comparer les prédictions en température avec Sigmapεps afin de retrouver ou non les valeurs expérimentales à partir des CTE ainsi calculés.

IV.3.2.2. Comparaison avec le code Sigmapεps

Nous proposons dans cette partie de déterminer le CTE des deux matériaux de la face arrière grâce au code Sigmapεps développé au cours de ce travail, qui prend en compte l'évolution du CTE du silicium en température. Les matériaux sont supposés ne subir aucune déformation intrinsèque due à leur dépôt. De cette façon, le modèle ne simule que l'évolution du système bicouche en température, et un simple décalage entre les valeurs expérimentales et théoriques sera observé (remarquable sur l'axe des ordonnées des prédictions et de la mesure). Les résultats sont présentés sur la Figure IV.18. Le meilleur ajustement entre les prédictions du modèle et l'expérience a été obtenu en considérant un CTE du SiO₂ {1far} de 4.81×10⁻⁶/K, et de 3.50×10⁻⁶/K pour le SiO₂ {2far}.

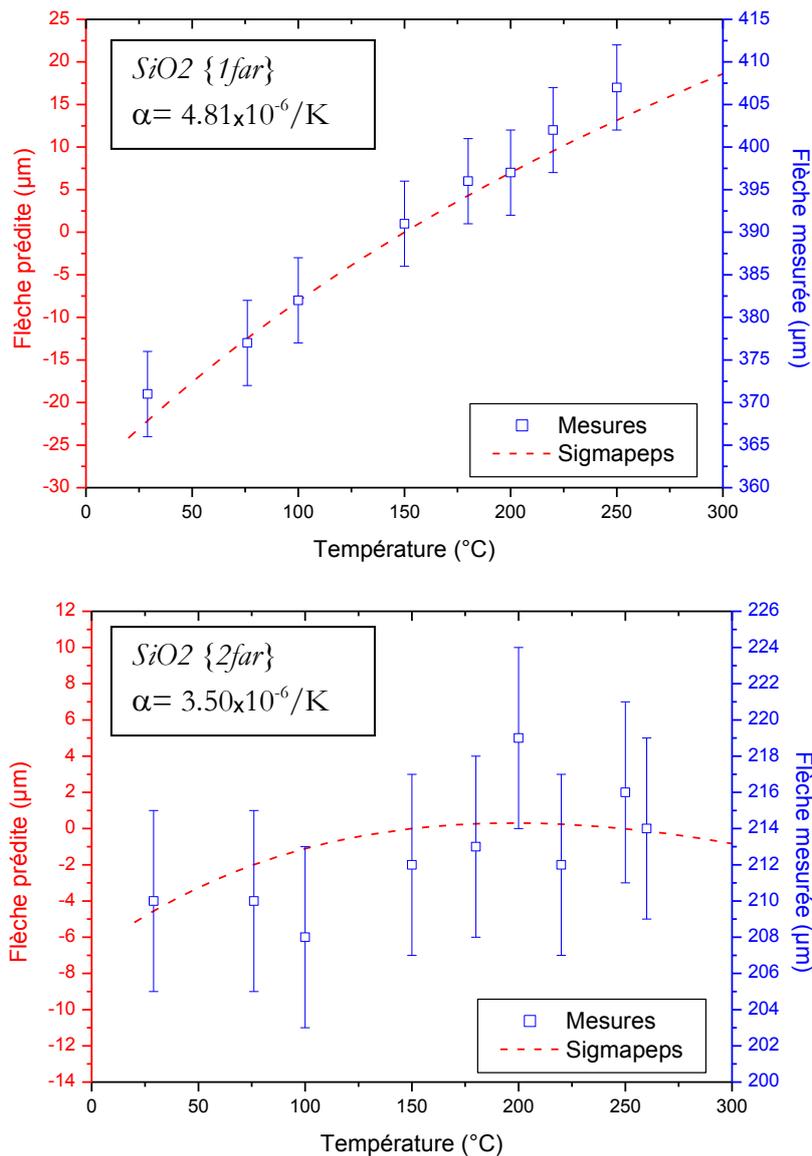


Figure IV.18. Flèches en température prédites et mesurées pour la détermination du CTE

Cette figure rend compte de l'incertitude du CTE évalué pour l'oxyde SiO₂ {2far}. Puisqu'il semble avoir un CTE très proche de celui du silicium, la flèche varie très peu en température (de l'ordre de 6 μm pour 150 $^{\circ}\text{C}$). Ajouté à cela l'incertitude de mesure de l'équipement, l'exploitation des données devient difficile et peu significative dans ce cas, même avec un silicium aminci à 80 μm . Cette incertitude est moindre dans le cas du SiO₂ {1far}, puisque la flèche varie davantage en fonction de la température (de l'ordre de 40 μm pour 200 $^{\circ}\text{C}$). Nous observons que les valeurs obtenues des prédictions de Sigmapeps sont en accord avec la méthodologie présentée dans la partie précédente et confirme le CTE plus élevé des couches par rapport à celui du substrat de silicium.

Dans la Figure IV.6, un matériau polymère est considéré comme couche de passivation de la face arrière. La dernière partie de ce chapitre présente les premières caractérisations de couches polymères employés au cours de la fabrication des dispositifs, et comment leur comportement

mécanique en-dessous et au-dessus de T_g peut être pris en compte dans les modèles afin de refléter au mieux l'évolution du dispositif en température.

IV.3.3. Caractérisation du polymère de passivation

Le comportement mécanique des polymères rend leur caractérisation plus complexe que celle des matériaux généralement utilisés en microélectronique. Nous présentons une méthode permettant d'évaluer la température de transition vitreuse d'une couche mince de polymère, cette dernière pouvant être différente de celle du polymère massif. La variation relative de son module d'Young sera présentée, une mesure statique étant obtenue à l'état vitreux par nanoindentation. L'objectif est d'abord d'évaluer la réponse mécanique pour des températures inférieures et supérieures à T_g , puis d'en déduire le CTE correspondant à partir de mesure de déformation en fonction de la température d'une plaque sur laquelle une couche de polymère est déposée.

IV.3.3.1. Evolution du module d'Young en fonction de la température

IV.3.3.1.1. Méthodologie et mesures expérimentales

L'objectif de cette partie est de proposer une méthodologie associant mesures et modélisation afin de déterminer l'évolution en température du module d'Young d'un polymère, en couplant deux techniques: la nanoindentation et l'analyse dynamique mécanique (DMA). Une première mesure par nanoindentation permet d'évaluer le module d'Young du polymère à température ambiante. Nous négligeons les effets viscoélastiques et le module mesuré par nanoindentation correspond au module sécant pour de faibles charges. Cette valeur correspond une valeur de module de conservation E' de l'échantillon mesurée par DMA. L'évolution en température de ce dernier permet alors de déterminer la température de transition vitreuse et l'amplitude de sa variation entre les états solide et visqueux.

Il n'est pas possible d'effectuer une mesure de DMA sur le polymère seul compte tenu de sa rigidité faible et à son épaisseur de quelques microns. Un échantillon constitué d'un empilement silicium/polymère/silicium est réalisé afin d'encapsuler le polymère entre deux substrats plus rigides pour réaliser les mesures sur le dispositif, comme montré sur la [Figure IV.19](#). Le module complexe calculé à partir des mesures de force/déplacement d'un essai de DMA est donc un module global, combinaison de celui du polymère et des deux couches de silicium qui l'encapsulent. La mesure de nanoindentation permet d'évaluer le module d'Young du polymère. L'analyse DMA fournit le module d'Young correspondant à l'assemblage silicium/polymère/silicium, donc la variation avec la température est corrélée à celle de la couche de polymère.

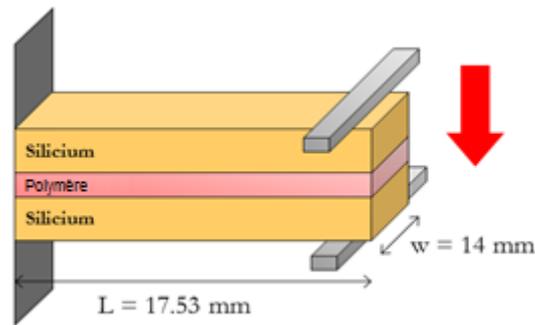


Figure IV.19. Schéma d'un échantillon soumis à une mesure par DMA

Le polymère caractérisé est un thermodurcissable intégré dans la fabrication des interposeurs en silicium. Deux échantillons ont été préparés : un premier pour la mesure par nanoindentation est constitué d'une couche de $1.9 \mu\text{m}$ du polymère déposé sur un substrat de $730 \mu\text{m}$ de silicium. Le deuxième est composé d'un empilement silicium/polymère/silicium, d'épaisseurs respectives $730/1.9/730 \mu\text{m}$, aux dimensions illustrées sur la [Figure IV.19](#).

La mesure par nanoindentation réalisée sur le premier échantillon est représentée sur la [Figure IV.20](#). Une pointe Berkovich en mode CSM (« Continuous Stiffness Measurement ») est utilisée, en indentant sur une profondeur maximale de $1 \mu\text{m}$.

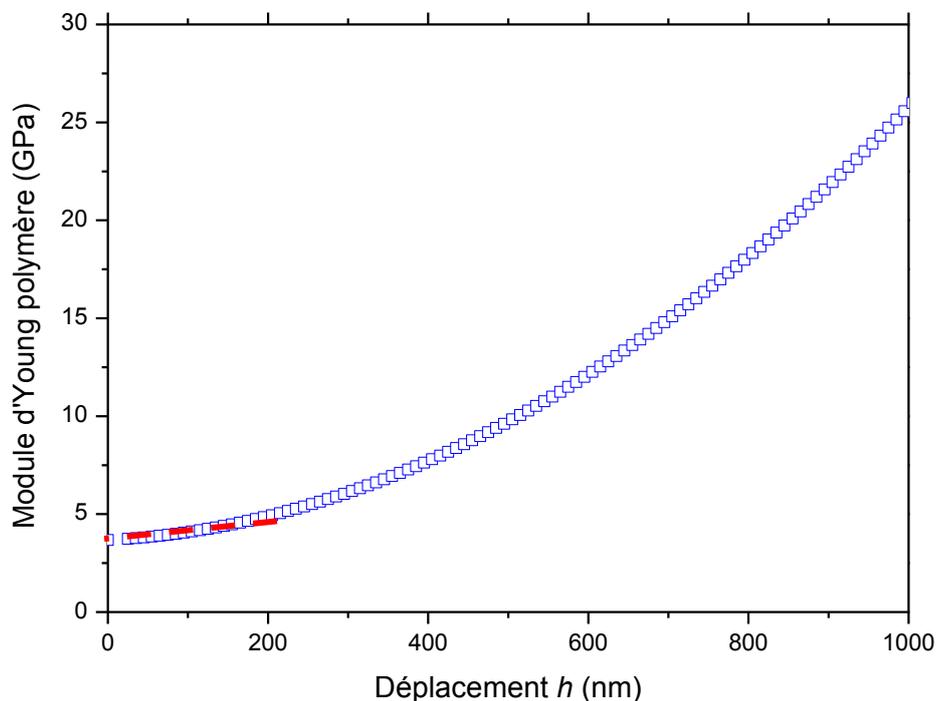


Figure IV.20. Mesures de nanoindentation sur l'échantillon polymère/silicium

Le fabricant du polymère indique une valeur de module d'Young de 2.9 GPa obtenu sur un échantillon massif grâce à un essai de traction. En faisant l'hypothèse d'un coefficient de Poisson de 0.4 , le module d'Young évalué par nanoindentation vaut $3.4 \pm 1 \text{ GPa}$. L'incertitude de la

mesure par nanoindentation dans cette configuration est élevée du fait de la faible valeur du module d'Young par rapport à celle du substrat. La pente de la courbe force-déplacement est petite par rapport au cas de matériaux plus rigides, l'influence du substrat grandit avec la pénétration de la pointe dans le polymère. Ces deux effets rendent délicate l'exploitation de la mesure par nanoindentation. Toutefois, l'analyse pour les premières profondeurs de pénétration permet une évaluation du module d'Young du polymère.

Nous avons ensuite réalisé une mesure par DMA sur le deuxième échantillon, présentée sur la [Figure IV.21](#). Un déplacement de 10 μm a été imposé sur l'extrémité libre du barreau et réalisé à chaque température de mesure, sur une gamme de 25 °C à 250 °C, pour une rampe de 5°C/min.

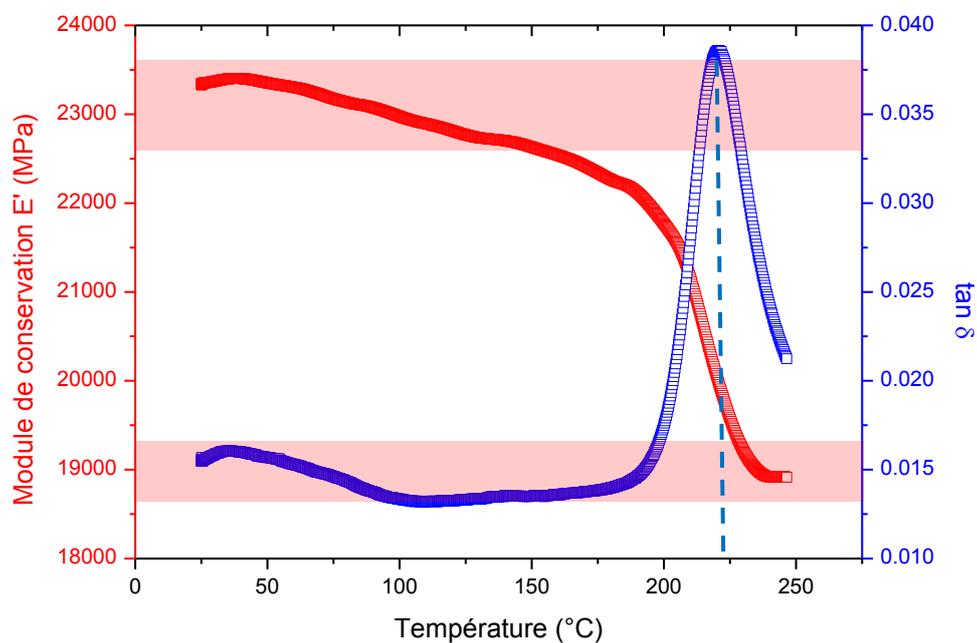


Figure IV.21. Mesures DMA de l'échantillon silicium/polymère/silicium

L'évolution de $\tan \delta$ avec la température permet d'évaluer la température de relaxation mécanique principale du polymère autour de 225 °C. Cette relaxation est liée à la température de transition vitreuse du polymère qui traduit le passage d'un état vitreux à un état caoutchoutique. Cela signifie que pour des températures supérieures à 225°C, le polymère se trouve dans l'état caoutchoutique et voit sa rigidité chuter de plusieurs ordres de grandeurs. Cette donnée est très importante dans le contexte de l'interposeur en silicium, puisque les puces qui doivent être reportées sur ce dernier sont assemblées à une température supérieure à T_g . Nous observons que le module de conservation E' de l'échantillon diminue de 23 GPa à 19 GPa, soit d'un facteur 0.83.

La DMA ne permet pas d'évaluer directement l'évolution du module d'Young du polymère avec la température, car les données de la [Figure IV.21](#) font l'hypothèse d'un matériau homogène à section rectangulaire. De plus, la mise en flexion de l'échantillon par les deux barres l'enserrant

conduit à des conditions de chargement intermédiaires entre celle correspondant à une flexion pure et celle avec un déplacement horizontal bloqué à son extrémité libre. Ce point sera abordé par la suite. Enfin, l'équipement n'a pas été étalonné avec un matériau de référence avant les mesures.

Nous proposons d'estimer la variation relative du module d'Young du polymère pour des températures supérieures et inférieures à la température de transition vitreuse. Nous utilisons pour cela une analyse par éléments finis de l'essai représenté schématiquement sur la [Figure IV.19](#) et des valeurs expérimentales présentées sur la [Figure IV.21](#). L'objectif est de quantifier la diminution du module d'Young du polymère lorsqu'il passe d'un état vitreux à un état caoutchoutique.

IV.3.3.1.2. Modélisation par éléments finis

Rappelons que l'instrumentation impose à l'extrémité libre de l'échantillon de se déplacer suivant un axe vertical. A la composante de flexion suivant la direction (2) sur la [Figure IV.22](#) s'ajoute un effort de traction suivant la direction (1) difficile à quantifier. Avec cette considération, nous choisissons de simuler deux configurations d'essais qui représenteront les bornes extrêmes, comme illustré sur la [Figure IV.22](#). Dans les deux cas, et compte tenu des dimensions du barreau, le problème est traité en deux dimensions, sous l'hypothèse de déformation plane. Le premier (cas a) consiste à effectuer une flexion sur une poutre encadrée par application d'une force ponctuelle d'une valeur arbitrairement choisie à -30 mN. Le deuxième essai (cas b) simule un essai de flexion par application de la même force ponctuelle à l'extrémité de l'échantillon, avec un déplacement horizontal nul à l'extrémité de la poutre où est appliquée la force. Cet essai simulé est appelé flexion déviée. Ces deux simulations ne suffisent pas à elles seules à représenter la flexion expérimentale réalisée. Dans le cas a), l'effort de traction imposé par le déplacement vertical de l'échantillon à l'extrémité libre est négligé, alors que dans le cas b), cet effort est amplifié avec les conditions de déplacement horizontal bloqué à l'extrémité libre. En effet, il n'est pas interdit que les différentes couches glissent entre elles durant la flexion. Or, la condition supplémentaire imposée interdit tout glissement en ces points. La sollicitation réelle est intermédiaire entre celles considérées dans ces deux configurations, mais inconnue.

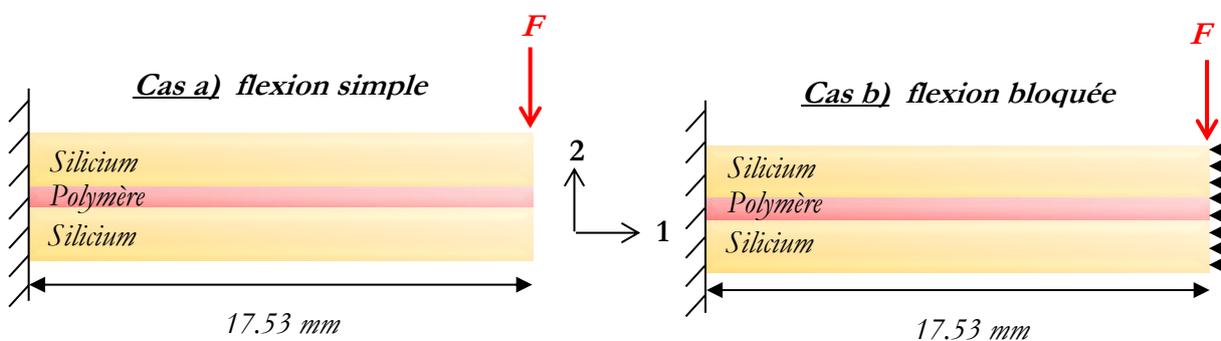


Figure IV.22. Conditions de chargement pour les deux configurations considérées de l'essai de DMA

Au cours de la montée en température, le module du polymère varie de sa valeur à l'ambiante (évaluée par nanoindentation) vers une valeur plus basse à l'état caoutchoutique. En faisant des simulations de la flexion de la poutre composite, nous évaluons la variation du module homogène équivalent en fonction du module d'Young du polymère considéré dans la simulation. Sa variation relative est ensuite comparée à celle du module de conservation obtenu par la mesure de DMA. Lorsqu'un facteur 0.83 sur le module homogène simulé est obtenu, alors la diminution relative du module du polymère associé correspond à celle qui s'effectue entre son état solide et caoutchoutique.

Les propriétés élastiques des matériaux constitutifs sont résumées dans le Tableau IV.6. Le coefficient de Poisson du polymère a été choisi à 0.4. Nous avons fait varier le module d'Young du polymère entre la valeur obtenue par nanoindentation et une valeur 1000 fois plus petite. Pour chaque valeur est extrait le déplacement vertical de la poutre à son extrémité pour la force donnée.

Matériau	Module d'Young E (GPa)	Coefficient de Poisson ν
Silicium	134	0.22
Polymère	3.4 \rightarrow 3.4×10^{-3}	0.4

Tableau IV.6. Propriétés élastiques des matériaux considérés dans la simulation par EF

A partir de la valeur de force F appliquée et de la déflexion δ résultante de l'échantillon, le module équivalent correspondant à une poutre homogène à section rectangulaire est calculé pour chaque valeur de module d'Young du polymère, dans les deux configurations présentées en Figure IV.22. Pour rappel (cf. Chapitre II), les expressions utilisées afin de calculer ce module équivalent sont les suivantes :

$$E_{eq} = \frac{FL^3}{3\delta I_{eq}}, \text{ avec} \quad (IV.1)$$

$$I_{eq} = \frac{wt_{tot}^3}{12}, \quad (IV.2)$$

où L est la longueur de la poutre, F la force appliquée à son extrémité, w sa largeur, t_{tot} l'épaisseur totale des couches, et δ la déflexion résultante de la poutre. Les valeurs considérées pour chacun de ces paramètres sont résumées dans le Tableau IV.7.

Paramètre	Valeur	unité
Force F	-30	mN
Longueur L	17.53	mm
Largeur w	14	mm
Épaisseur t_{tot}	1461.9	μm

Tableau IV.7. Définition des dimensions de l'échantillon et du chargement appliqué dans la simulation par EF

Les résultats obtenus sont présentés en Figure IV.23 qui reporte la variation du module équivalent normalisé par sa valeur à température ambiante, avec celle du module d'Young du polymère normalisé également par sa valeur à température ambiante (obtenue par nanoindentation à température ambiante, de 3.4 GPa).

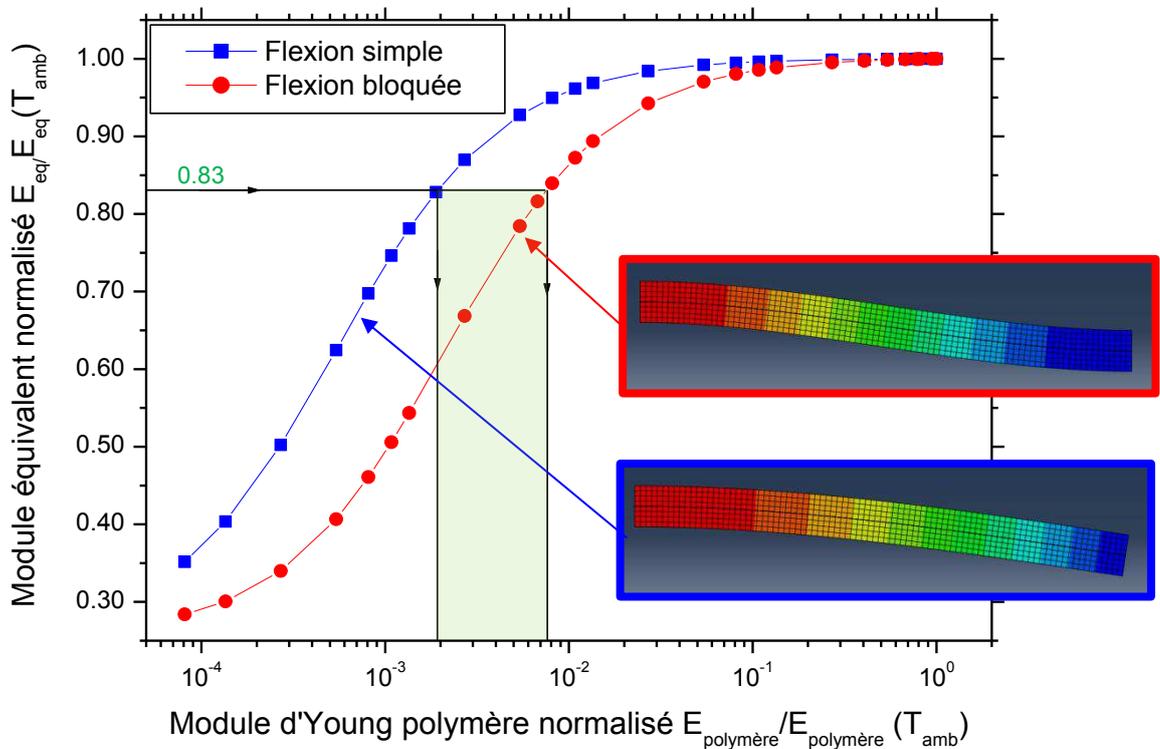


Figure IV.23. Variation du module équivalent normalisé par rapport avec le module d'Young du polymère normalisé par simulation éléments finis

La Figure IV.23 permet d'évaluer la perte relative du module d'Young du polymère pour des températures inférieures ou supérieures à la température de transition vitreuse du polymère. Pour retrouver le facteur 0.83 obtenu expérimentalement avec l'essai DMA de la Figure IV.21, le module du polymère perd entre 120 et 500 fois sa valeur à l'état solide d'après les résultats de la simulation. Cela signifie que d'après les bornes établies par la simulation, si le polymère possède un module d'Young à l'état vitreux (valeur à la température ambiante) de 3.4 GPa, celui-ci ne vaut plus qu'entre environ 7 et 28 MPa à l'état caoutchoutique.

La méthodologie de simulation couplée aux mesures présentée dans cette étude ne permet pas de déterminer la valeur absolue du module d'Young du polymère par DMA. L'équipement n'a pas été étalonné avant la mesure et l'incertitude liée à la mesure par nanoindentation n'assure pas la valeur du module d'Young. Pour valider la méthode, il faudrait effectuer une mesure de référence par DMA sur un matériau connu, comme le silicium par exemple. Il est alors possible d'étalonner le module équivalent obtenu par la mesure au module d'Young du matériau connu soumis à l'essai. Néanmoins, nous avons montré avec la méthodologie proposée qu'il était possible de quantifier la diminution relative du module d'Young du polymère à partir de mesures initialement délicates à analyser. Cette connaissance est d'un grand intérêt lorsque le polymère est sollicité en température et passe de l'état vitreux à caoutchoutique pendant la fabrication des dispositifs microélectroniques.

Plusieurs études sont donc à développer pour déterminer l'évolution du module d'Young du polymère par la technique de DMA. Il est également intéressant de déterminer le coefficient de dilatation thermique de tels matériaux. La partie suivante étudie la possibilité d'utiliser la méthodologie développée dans le Chapitre II, appliquée sur ce matériau.

IV.3.3.2. Détermination du coefficient de dilatation thermique de la couche polymère

Des mesures de flèche en température sur le FLEXUS ont été réalisées sur le polymère de passivation envisagé en face arrière. Pour ce faire, une couche d'1.9 μm de polymère est déposée sur une plaque de silicium de 200 mm de diamètre, amincie à 215 μm d'épaisseur pour mesurer de grandes variations de flèche en température. Une mesure de flèche sur silicium aminci sans polymère permet de calculer la contrainte pour chaque température à partir de l'expression de Stoney. La température est amenée de 25 °C à 260 °C, avec une rampe de 5°C/min. Les résultats des mesures sont présentés sur la [Figure IV.24](#). Le refroidissement n'étant pas contrôlé en température contrairement au chauffage, nous observons une hystérésis sur la mesure.

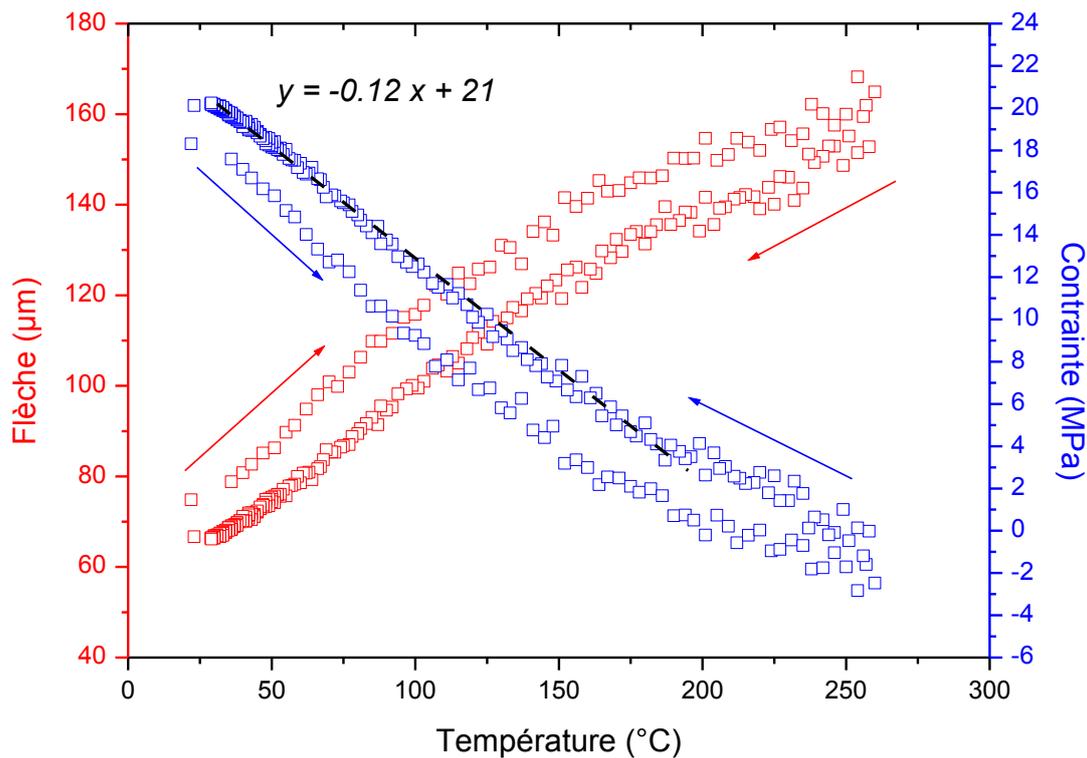


Figure IV.24. Évolution de la flèche et de la contrainte du polymère en fonction de la température

Il est très difficile de distinguer un changement de comportement mécanique une fois l'état caoutchoutique du polymère atteint (pour des températures supérieures à environ 220 °C). L'extraction de la pente de la courbe de contrainte en température dans le régime linéaire (avant la température de transition vitreuse) permet d'avoir accès au produit du module d'Young du polymère par son coefficient de dilatation thermique (CTE). Pour pouvoir déterminer le CTE du matériau, il faut donc connaître l'évolution de son module d'Young avec la température. Dans le cas des matériaux élastiques utilisés en microélectronique, supposer le module d'Young indépendant de la température n'est pas une approximation déraisonnable. La détermination des propriétés élastiques à températures ambiante grâce aux méthodes présentées dans le Chapitre II est donc suffisante pour déterminer le CTE grâce à cette méthodologie. Dans le cas des polymères, la mobilité moléculaire du matériau varie beaucoup avec la température comme nous avons pu le montrer dans la partie précédente. Il est donc nécessaire de déterminer l'évolution du module d'Young de ces matériaux sur la gamme de température mesurée par la technique de courbure avant d'utiliser cette méthodologie pour évaluer le CTE. Dans notre cas et en première approximation, nous supposons que dans son état vitreux, le polymère possède un couple de module d'Young/CTE (E_1, α_1) constant qui, passé à l'état caoutchoutique change pour un autre couple (E_2, α_2).

La pente de la courbe de contrainte en fonction de la température entre 20°C et 150°C (loin de la température de transition vitreuse T_g) est de 0.12 MPa/°C. A partir de la formule (II.18), le CTE du polymère est calculé avec la relation :

$$\sigma_f = E_f^* (\alpha_s - \alpha_f) \cdot (T - T_{ref}), \quad (IV.3)$$

où σ_f est la contrainte dans le polymère, T_{ref} la température de référence, prise à température d'étalement (25°C), $\alpha_{s,f}$ les CTE du substrat (s) et du polymère (f) et E_f^* le module réduit du polymère obtenu par mesure de nanoindentation présentée dans la partie précédente.

Le CTE du silicium est fixé comme sa valeur moyenne entre celle à 25°C ($2.6 \times 10^{-6}/K$) et sa valeur à 150°C ($3.3 \times 10^{-6}/K$). Avec cette donnée, en considérant le module réduit du polymère à 5.7 GPa ($E = 3.4$ GPa et $\nu = 0.4$) indépendant de la température pour la gamme 20-150°C et en supposant le CTE également indépendant de la température dans cette gamme, celui-ci est évalué à $24.6 \pm 0.5 \times 10^{-6}/K$. Cette valeur est faible par rapport à celle mesurée sur un polymère massif (environ $60 \times 10^{-6}/K$). Dans notre cas, le polymère est collé au substrat. Des études précédentes ont montré la dépendance du CTE du polymère avec son confinement [73]. Avec cette considération et en tenant compte du fait que l'évaluation du CTE par mesure de courbure en température n'a pas été validée, l'écart pourrait se justifier.

De plus, si le CTE du polymère ne variait pas pour des températures supérieures à T_g , il aurait été observé une rupture de pente significative dans la courbe de contrainte en température (le polymère à l'état caoutchoutique voit sa rigidité chuter). Au vu des mesures en température effectuées, nous pouvons supposer que le CTE du polymère a augmenté une fois passé son état caoutchoutique, ce qui a déjà été observé sur d'autres polymères comme les epoxydes [74] rendant le changement d'état difficile à discerner en [Figure IV.24](#). Des mesures d'ellipsométrie en température devraient permettre de confirmer cette hypothèse et d'évaluer le CTE du polymère à température ambiante pour le comparer à la valeur obtenue que nous avons obtenue.

Dans le contexte d'intégration de ce matériau dans l'interposeur en silicium, la température de report des puces est supérieure à celle de la transition vitreuse du polymère. La connaissance de son comportement mécanique dans les deux états est donc nécessaire pour son intégration en face arrière. A l'heure actuelle, les outils développés dans ce travail de thèse visant à prédire les déformations d'un dispositif ne permettent pas de prendre en compte la dépendance des propriétés élastiques en température. Cette étude est envisagée comme perspective. La connaissance de la température de transition vitreuse est très importante dans la base de données des matériaux.

Les études présentées dans ce chapitre ont permis d'appliquer l'ensemble des méthodologies établies durant ce travail de thèse pour un dispositif dans le domaine de l'intégration 3D : l'interposeur en silicium. La fabrication de tels composants nécessite des étapes d'amincissement du substrat induisant une déformation importante. De plus, les puces étant reportées sur les interposeurs pour leur empilement 3D en température, l'objectif est double : il est tout d'abord

nécessaire de limiter la déformation à l'échelle de la plaque pour assurer un bon déroulement des étapes de fabrication avant l'assemblage des puces. Il faut ensuite assurer qu'à la température de report des puces, la déformation à l'échelle de l'interposeur est limitée de manière à obtenir un bon report de puces, sans risque de décollement.

Nous sommes intervenus dans ce contexte afin de proposer des solutions d'intégration de matériaux pour répondre à ce cahier des charges. Grâce à l'outil Sigmapεps, nous avons pu déterminer les épaisseurs des matériaux à intégrer sur la face avant, de manière à ce que la déformation à l'échelle de la plaque en fin d'intégration de la face avant soit limitée. Nous avons évalué la limite de validité de Sigmapεps en fonction de l'épaisseur du substrat afin de prédire la déformation une fois ce dernier aminci. L'empilement de la face avant ainsi réalisé, son comportement mécanique a été caractérisé en température afin de considérer celui-ci comme référence pour le choix des matériaux à intégrer en face arrière. L'objectif de ces matériaux est de réduire la déformation de la plaque induite par l'empilement de la face avant en température. Pour cela, nous avons cherché à caractériser les propriétés thermiques des matériaux envisagés. Les résultats ont permis de mettre en évidence l'instabilité chimique de ceux-ci tels qu'ils ont été développés. Ces matériaux ne peuvent donc pas être intégrés tels quels, au risque d'obtenir l'effet inverse désiré, i.e. d'amplifier la déformation en température de l'ensemble.

Enfin, nous avons travaillé sur la caractérisation thermomécanique d'un polymère thermodurcissable envisagé comme couche en face arrière. Nous avons proposé une méthodologie de couplage expérimental et de modélisation afin d'évaluer la variation de module d'Young du polymère en fonction de la température, avant ou après sa température de transition vitreuse. Une première évaluation du CTE du polymère vitreux a été effectuée à partir des méthodologies proposées dans le Chapitre II. Il reste cependant à vérifier que les valeurs obtenues sont pertinentes en comparant avec des techniques complémentaires.

Dans le contexte des interposeurs en silicium, les outils que nous proposons sont donc d'un très grand intérêt pour orienter le choix des matériaux et des épaisseurs à intégrer dans leur fabrication. Il reste cependant à approfondir l'étude des matériaux de la face arrière avec des outils de modélisation afin de prendre en compte la présence du polymère dans deux états mécaniques différents : à la température de fonctionnement des dispositifs (la température ambiante) ou à celle d'assemblage des puces sur ces derniers.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES



CONCLUSION GÉNÉRALE

L'assemblage en trois dimensions des composants microélectroniques est une alternative crédible face aux défis technologiques que représente la diminution de la taille des dispositifs, telle que défini par la loi de Moore. Dans ce cadre, de multiples matériaux aux propriétés thermiques et élastiques diverses sont intégrés en couches minces au cours des étapes de fabrication. Ces matériaux déposés à différentes températures induisent des contraintes déformations, qu'il est nécessaire de maîtriser. De plus, l'amincissement du substrat, nécessaire pour réaliser les tranchées d'interconnexions des puces, induit également une déformation du système global.

C'est dans ce contexte que s'est inscrit ce travail de thèse. L'objectif principal a été de proposer un ensemble de méthodologies de caractérisations du comportement mécanique des matériaux en couches minces associées à des outils de modélisation. Celles-ci permettent de prédire et de contrôler les déformations et contraintes à chaque étape de la fabrication et ainsi d'orienter le choix des matériaux à intégrer pour limiter la déformation globale de l'empilement. Nous avons également proposé des méthodes d'identification des propriétés thermiques et élastiques des matériaux, nécessaires pour prédire les contraintes d'un empilement de matériaux. L'objectif de ces études est de proposer un outil général permettant d'apporter un support efficace à la fabrication des dispositifs.

Des méthodologies couplant mesures et modélisation ont été présentées en chapitre II afin d'évaluer les propriétés élastiques et thermiques des couches minces (d'épaisseur inférieure au micromètre). Dans un premier temps, nous avons utilisé la technique de nanoindentation afin d'évaluer leur module d'Young. Nous avons montré la nécessité de coupler cette technique avec une modélisation par éléments finis lorsque la couche est plus rigide que le substrat sur lequel elle a été déposée. Nos résultats ont ensuite été confrontés à une mesure par acoustique picoseconde, montrant que la nanoindentation peut être considérée comme une alternative à cette technique grâce à la méthodologie que nous proposons. Nous avons également étudié une deuxième méthode de détermination du module d'Young par profilométrie optique et mécanique. Par application d'une force le long d'une poutre homogène ou composite, et en retraçant la déflexion résultante, nous avons montré qu'il est possible d'évaluer le module d'Young des couches constitutives de la structure. Une mesure par profilométrie optique est au préalable nécessaire pour caractériser la déflexion de la poutre sans chargement initial, afin de pouvoir appliquer le modèle relatif à la flexion de poutre à partir des mesures réalisées. Les résultats obtenus sur des matériaux connus sont en accord avec la littérature. Dans un deuxième temps, nous avons étudié une méthode permettant de déterminer le coefficient de dilatation thermique d'un matériau déposé en couche mince, grâce à la technique de mesure de courbure en température. Cette méthode est dépendante des propriétés élastiques des couches, et l'échantillon soumis à l'essai doit éventuellement être préparé afin d'induire une variation de courbure mesurable par l'équipement. Nous avons effectué une mesure sur un matériau amené à s'oxyder à l'air ambiant,

et montré ainsi la nécessité de telles mesures afin de caractériser son comportement en température.

Ces résultats permettent d'alimenter une base de données des matériaux qui est ensuite utilisée dans l'outil de modélisation présenté en chapitre III et développé au cours de ce travail : Sigmapεps. Cet outil permet de prédire l'évolution des déformations et contraintes d'un empilement de multiples couches à partir de la base de données matériaux. En poursuivant une méthodologie couplant mesures et modélisation, les déformations intrinsèques apparaissant durant le dépôt d'une couche et indépendantes de la température de procédé peuvent être évaluées. Sigmapεps, interfacé sous MATLAB®, a été validé sur un empilement utilisé dans le contexte de l'intégration 3D. Il est désormais utilisable sans support expérimental, mais nécessite de disposer d'une base de données matériaux (d'où la nécessité de développer les méthodologies présentées dans le chapitre II). Nous avons également mis en évidence le domaine de validité du modèle en fonction de l'épaisseur du substrat sur lequel est déposé l'empilement. Pour un certain rapport de courbure/épaisseur, l'échantillon adopte des configurations non prises en compte par Sigmapεps, qu'il faut connaître pour garder un œil critique sur les valeurs prédites par cet outil. En effet, dans le cas de l'amincissement du substrat, la mesure n'est plus réalisable, et seul Sigmapεps permet d'évaluer la déformation résultante.

Au cours du chapitre IV, nous avons finalement appliqué l'ensemble de ces outils en support de la fabrication d'un dispositif 3D : un interposeur en silicium. Ce composant d'une centaine de microns d'épaisseur ne doit pas trop se déformer pour conserver son intégrité à sa température de fonctionnement. De plus, ce composant est intercalé à une température de plus de 200°C entre deux puces ou entre une puce et un substrat organique. Ceci nécessite également de limiter la déformation de l'ensemble. L'interposeur doit être suffisamment plat pour assurer un bon contact d'interconnexion avec les autres composants. Dans ce contexte, nous avons utilisé Sigmapεps et les outils décrits dans les chapitres précédents afin d'orienter le choix des matériaux pour limiter la déformation des interposeurs. Grâce à Sigmapεps, les épaisseurs des matériaux à intégrer sur une face ont été optimisées pour maintenir la courbure à un niveau tolérable à température ambiante sur les plaques où sont fabriqués les interposeurs. Nous avons également étudié la déformation de cet empilement à l'échelle de la plaque après l'amincissement du substrat, et déterminé l'épaisseur limite pour laquelle Sigmapεps n'est plus valide. Nous avons ensuite caractérisé le comportement en température de cet empilement à l'échelle de l'interposeur, afin d'avoir une référence vis-à-vis des matériaux à intégrer sur la face opposée pour compenser la déformation à température de report des puces. Malgré le fait que les matériaux développés n'ont pas le comportement mécanique souhaité, nous avons montré que les mesures de courbure en température ont permis d'évaluer leur coefficient de dilatation thermique. Enfin, nous avons proposé une nouvelle méthodologie de couplage entre mesures et modélisation afin de caractériser les propriétés élastiques d'un polymère thermodurcissable envisagé pour la fabrication des interposeurs. La méthode mise en place repose sur une mesure par analyse mécanique dynamique couplée à une mesure par nanoindentation afin de déterminer l'évolution du module d'Young du polymère en fonction de la température, dans les états vitreux et caoutchoutique.

PERSPECTIVES

Les perspectives à ces travaux sont nombreuses. Tout d'abord, la méthode d'évaluation du module d'Young d'une couche mince par profilométrie mécanique nécessite d'être approfondie afin d'étudier ses limites. Des mesures sur des couches de différentes épaisseurs et rigidités permettront de déterminer le domaine de validité de la méthode et devront être comparées à des techniques dédiées à la détermination du module d'Young de couches minces. Il en va de même pour l'évaluation du coefficient de dilatation thermique par mesure de courbure en température. La méthode proposée dans le chapitre II devra être comparée à une autre technique pour valider les valeurs obtenues. Nous pensons notamment à la mesure par ellipsométrie en température, qui présente l'avantage d'être indépendante du module d'Young du matériau caractérisé. Pour Sigmapeps, l'outil d'évaluation des contraintes et déformations que nous avons développé, la modélisation devra être étendue afin de dépasser les limites de validité mises en évidence dans ce travail en intégrant les termes quadratiques dans le calcul de la déformation. Ainsi, une nouvelle expression de la courbure serait établie afin d'intégrer ces termes et d'étudier le flambage et plus généralement les instabilités élastiques au cours de la déformation. Une autre voie d'amélioration consisterait à prendre en compte la dépendance des propriétés élastiques des matériaux avec la température, comme pour le cas des polymères. Sigmapeps nécessite une base de données matériaux qui doit être alimentée à partir des résultats obtenus avec les outils décrits dans le chapitre II. De même, l'interface devra être largement utilisée pour les différentes applications développées au sein du LETI. Dans le cas de l'interposeur en silicium, il faudra poursuivre les investigations en cours à l'aide des outils proposés afin de déterminer le matériau le plus adapté à intégrer en face arrière pour limiter la déformation des interposeurs en température. Concernant la caractérisation de couches minces polymères, des essais supplémentaires permettraient d'approfondir la connaissance des propriétés élastiques et thermiques des matériaux. Nous pensons cette fois encore à des mesures par ellipsométrie en température pour la détermination du coefficient de dilatation thermique, mais également à la technique d'acoustique picoseconde en température pour l'évaluation de son module d'Young.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. Bardeen, W. H. Brattain et W. Shockley, «Three-Electrode Circuit Element Utilizing Semiconductive». U.S. Brevet US25340355, 1948.
- [2] G. Moore, «Cramming More Components onto Integrated Circuits», *Electronics*, vol. 38, n°8, 1965.
- [3] J. S. Kilby, «Miniature semiconductor integrated circuit». Brevet US3115581A, 6 Mai 1959.
- [4] J. D. Meindl, R. Venkatesan, J. A. Davis, J. Joyner, A. Naeemi, P. Zarkesh-Ha, M. Bakir, T. Mulé, P. A. Kohl et K. P. Martin, «Interconnecting Device Opportunities for Gigascale Integration (GSI)» *IEDM, Technical Digest*, pp. 525-528, 2001.
- [5] S. Franssila, «Introduction to microfabrication - Second edition», Wiley, 2010.
- [6] R. Allan, «Is 3D IC Packaging Ready For Prime Time?» 28 Décembre 2011. [En ligne].
- [7] R. Zhang, K. Roy, C.-K. Koh et D. B. Janes, «Power Trends and Performance Characterization of 3-Dimensional Integration for Future Technology Generations» *Proceedings of International Symposium on Quality Electronic Design*, pp. 217-222, 2001.
- [8] Yole Development, «3DIC & TSV Interconnects - 2012 Business Update» 2012.
- [9] L. B. Freund et S. Suresh, «Thin Film Materials - Stress, defect formation and surface evolution», Cambridge University Press, 2003.
- [10] A. Billard et F. Perry, «Pulvérisation cathodique magnétron» *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-17, 2005.
- [11] T. Belmonte, «Dépôts chimiques à partir d'une phase gazeuse» *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-12, 2010.
- [12] J.-L. Regolini, «Technologie de fabrication de la microélectronique - Opérations élémentaires» *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-26, 1991.
- [13] R. C. Jaeger, «Introduction to microelectronic fabrication», Prentiss Hall, 2001.

- [14] R. Bosch, «Method of anisotropically etching silicon». Allemagne Brevet 284,490, 5 Août 1994.
- [15] P. Garrou, C. Bower et P. Ramm, «Handbook of 3D Integration - 1st edition», vol. 1, Wiley, Éd., 2008.
- [16] M. Feil, C. Adler, M. König, C. Landesberger, S. Scherbaum, G. Schwinn et H. Spörhle, «Ultra thin ICs and MEMS elements: techniques for wafer thinning, stress-free separation, assembly and interconnection», *Microsystem Technologies*, pp. 176-182, 2003.
- [17] P. B. Zantye, A. Kumar et A. K. Sikder, «Chemical mechanical planarization for microelectronics applications», *Materials Science and Engineering*, pp. 89-220, 2004.
- [18] Z. Zhang, F. Huo, Y. Wu et H. Huang, «Grinding of silicon wafers using an ultrafine diamond wheel of a hybrid bond material», *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, pp. 18-24, 2011.
- [19] N. R. Draney, «Experimental Investigation of Bare Silicon - Wafer Warp», *Proceedings of IEEE*, pp. 120-123, 2004.
- [20] Y. Wang, J. Zou, H. Huang, L. Zhou, B. L. Wang et Y. Q. Wu, «Formation mechanism of nanocrystalline high-pressure phases in silicon during nanogrinding», *Nanotechnology*, pp. 1-5, 2007.
- [21] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche, A. Benallal et R. Desmorat, «Mécanique des matériaux solides - 3ème édition», Dunod, 2009.
- [22] M. F. Doerner et W. D. Nix, «Stresses and deformation processes in thin films on substrates», *Critical review in solid state and material science*, vol. 14, pp. 225-268, 1988.
- [23] W. D. Nix, «Mechanical properties of thin films», *Metallurgical and material Transaction A*, vol. 20, n° 111, pp. 2217-2245, 1988.
- [24] M. Stadtmüller, «Mechanical stress of CVD-dielectrics», *Journal of Electrochemical Society*, vol. 139, n° 112, pp. 3669-3674, 1992.
- [25] A. G. Evans et J. W. Hutchinson, «The thermomechanical integrity of thin films and multilayers», *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, n° 17, pp. 2507-2530, 1995.
- [26] J. W. Wan, W. J. Zhang et D. J. Bergstrom, «Recent advances in modeling the underfill process in flip-chip packaging», *Microelectronics Journal*, vol. 38, pp. 67-75, 2007.

- [27] K. Sakuma, S. Kohara, K. Sueoka, Y. Orii, M. Kawakami, K. Asai, Y. Hirayama et J. U. Knickerbocker, «Development of vacuum underfill technology for a 3D chip stack», *Journal of Microelectronics and microengineering*, vol. 21, pp. 1-5, 2011.
- [28] G. G. Stoney, «The tension of metallic films deposited by electrolysis», *Proceedings of the royal society A*, vol. 82, pp. 172-175, 1909.
- [29] M. Finot, I. A. Blech, S. Suresh et H. Fujimoto, «Large deformation and geometric instability of substrates with thin-film deposits», *Journal of Applied Physics*, vol. 81, n° 18, pp. 3457-3464, 1997.
- [30] L. B. Freund, J. A. Floro et E. Chason, «Extensions of the Stoney formula for substrate curvature to configurations with thin substrates of large deformations», *Applied physics letter*, vol. 74, n° 114, pp. 1987-1989, 1999.
- [31] A. Atkinson, «Generation and relief of stress in ceramic films», *British ceramic proceedings*, vol. 54, n° 11, 1995.
- [32] C. A. Klein, «How accurate are Stoney's equation and recent modifications», *Journal of Applied Physics*, vol. 88, n° 19, pp. 5487-5489, 2000.
- [33] J.-C. Festinger, «Capteurs à fibres optiques. Présentation», *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-14, 2007.
- [34] SEMI, «Test Method for Bow of Silicon Wafers», 2007.
- [35] P. Geng, T. Bandorawalla, S. Cho, H. Hsiao, J. Kuchy, G. Long, R. Martinson, A. McAllister, M. Mello, K. Meyyappan, R. Williams et L. Zhu, «Application of Shadow moiré Technique to Board Level Manufacturing Technologies», *Proceedings of the Electronic Components and Technology Conference*, pp. 1816-1820, 2006.
- [36] N. Broll, «Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X», *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-17, 1996.
- [37] M. Mouis, «Contraintes mécaniques en micro, nano et optoélectroniques», Hermes Science Publications, 2005.
- [38] N. A. Sakharova, J. V. Fernandes, J. M. Antunes et M. C. Oliveira, «Comparison between Berkovich, Vickers and conical indentation tests: a three-dimensional numerical simulation study», *International Journal of Solids and Structures*, pp. 1095-1104, 2009.

- [39] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation - Second edition*», Springer, 2004.
- [40] P. Emery, «L'acoustique picoseconde colorée : l'outil métrologique qu'attendait la technologie BAW,» 2008.
- [41] G. L. Pearson, W. T. J. Read et W. L. Feldmann, «Deformation and fracture of small silicon crystals,» *Acta Metallurgica*, vol. 5, n° 14, pp. 181-191, 1957.
- [42] T. P. Weihs, S. Hong, J. C. Bravman et W. D. Nix, «Mechanical deflection of cantilever microbeams: A new technique for testing the mechanical properties of thin films,» *Journal of Materials Research*, vol. 3, n° 15, pp. 931-942, 1988.
- [43] S. P. Baker et W. D. Nix, «Mechanical properties of compositionally modulated Au-Ni thin films: Nanoindentation and microcantilever deflection experiments,» *Journal of Materials Research*, vol. 9, n° 12, pp. 3131-3144, 1994.
- [44] S. Bec, A. Tonck et J.-L. Loubet, «A simple guide to determine elastic properties of films on substrate from nanoindentation experiments,» *Philosophical magazine & philosophical magazine letters*, vol. 86, n° 133-35, pp. 5347-5358, 2006.
- [45] H. Gao, C. Chu et J. Lee, «Elastic contact versus indentation modeling of multi-layered materials,» *International journal of solids structures*, vol. 29, n° 120, pp. 2471-2492, 1992.
- [46] W. C. Oliver et G. M. Pharr, «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,» *Journal of Material Research*, vol. 19, n° 11, pp. 3-20, 2004.
- [47] K. e. S. Hibbitt, *ABAQUS Version 6.10, Analysis User's Manual*, 2009.
- [48] M. A. Hopcroft, «What is the Young's modulus of Silicon ?,» *Journal of MicroElectroMechanical Systems*, vol. 19, n° 12, pp. 229-238, 2010.
- [49] Y. Sun, A. Bloyce et T. Bell, «Finite element analysis of plastic deformation of various TiN coating/substrate systems under normal contact with a rigid sphere,» *Thin Solid Films*, vol. 271, n° 11-2, pp. 122-131, 1995.
- [50] R. Ahuja, O. Eriksson, J. M. Wills et B. Johansson, «Structural, elastic, and high-pressure properties of cubic TiC, TiN, and TiO,» *Physical review B*, vol. 53, n° 16, pp. 3072-3079, 1993.

- [51] W. J. Meng et G. L. Eesley, «Growth and mechanical anisotropy of TiN thin films,» *Thin Solid Films*, vol. 271, n° 122, pp. 108-116, 1995.
- [52] A. Perriot et E. Barthel, «Elastic contact to a coated half-space - Effective elastic modulus and real penetration,» *Journal of Material Research*, vol. 19, n° 12, pp. 600-608, 2004.
- [53] H. Hertz, «On the contact of elastic solids,» *J. Reine und Angewandte Mathematik*, vol. 92, pp. 156-171, 1882.
- [54] S. Vu Hoang, Simulations numériques et mesures expérimentales du comportement mécanique de films minces, 2013.
- [55] S. Timoshenko, Résistance des matériaux - Tome I : Théorie élémentaire et problèmes, Dunod, 1953.
- [56] J. Mencik et E. Quandt, «Determination of elastic modulus of thin films and small specimens using beam bending methods,» *Journal of Material Research*, vol. 14, n° 15, pp. 2152-2161, 1999.
- [57] S. P. Baker et W. D. Nix, «Mechanical properties of compositionally modulated Au-Ni thin films: Nanoindentation and microcantilever deflection experiments,» *Journal of Material Research*, vol. 9, n° 112, pp. 3131-3144, 1994.
- [58] T. Y. Zhang, M. H. Zhao et C. F. Qian, «Effect of substrate deformation on the microcantilever beam-bending test,» *Journal of Material Research*, vol. 15, n° 19, pp. 1868-1871, 2000.
- [59] R. J. Pomeroy, «The effect of anticlastic bending on the curvature of beams,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 6, n° 12, pp. 277-285, 1970.
- [60] J. M. Hartmann, A. Abbadie et S. Favier, «Critical thickness for plastic relaxation of SiGe on Si(001) revisited,» *Journal of Applied Physics*, vol. 110, n° 18, pp. 1-8, 2011.
- [61] J. J. Wortman et R. A. Evans, «Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium,» *Journal of Applied Physics*, vol. 36, n° 11, pp. 153-156, 1965.
- [62] I. B. Krynetski, B. A. Gizhevski, S. V. Naumov et E. A. Kozlov, «Size Effect of the Thermal Expansion,» *Physics of the Solid State*, vol. 50, n° 14, pp. 756-758, 2008.
- [63] M. Zhang et J. He, «Ab-initio calculation of elastic constants of TiN,» *Surface and Coatings*

- Technology*, Vols. 1 sur 2142-144, pp. 125-131, 2001.
- [64] J. G. Kim et J. Yu, «Comparative study of residual stresses measurement methods on CVD Diamond films», *Scripta Materialia*, vol. 39, n° 16, pp. 807-814, 1998.
- [65] J. W. Hutchinson, *Stresses and failure modes in thin films and multilayers*, 1996.
- [66] Y. Okada et Y. Tokumaru, «Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K», *Journal of Applied Physics*, vol. 56, n° 12, 1984.
- [67] G. A. Slack et S. F. Bartram, «Thermal expansion of some diamondlike crystals», *Journal of Applied Physics*, vol. 46, n° 11, pp. 89-98, 1975.
- [68] Z. Zhang et F. Huo, «Grinding of silicon wafers using an ultrafine diamond wheel of a hybrid bond material», *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 2011.
- [69] D. Medellin, «Stress-free chemo-mechanical polishing agent for II-VI compound semiconductor single crystals and method of polishing». US Brevet 5137544A, 11 Août 1992.
- [70] M. L. Dunn, Y. Zhang et V. M. Bright, «Deformation and structural stability of layered plate microstructures subjected to thermal loading», *Journal of MicroElectroMechanical Systems*, vol. 11, n° 14, pp. 372-384, 2002.
- [71] J. H. Lau, «TSV Interposers: The Most Cost-Effective Integrator for 3D IC Integration», *ASME Proceedings*, pp. 53-63, 2011.
- [72] M. Hert, S. Carniello et C. Cassidy, «Topography and Deformation Measurement and FE Modeling applied to substrate-mounted large area wafer-level packages (including stacked dice and TSVs)», *Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits*, Vol. 1 pp. 2106-2110, 2010.
- [73] D. J. Pochan, E. K. Lin, S. K. Satija et W.-L. Wu, «Thermal expansion of supported thin polymer films : a direct comparison of free surface vs total confinement», *Macromolecules*, vol. 34, n° 19, pp. 3041-3045, 2001.
- [74] J. Zhou et J. P. Lucas, «Hygrothermal effects of epoxy resin. Part II: variations of glass transition temperature», *Polymer*, vol. 40, pp. 5513-5522, 1999.

ANNEXES



ANNEXE 1 : PHOTOGRAPHIES DES PRINCIPAUX ÉQUIPEMENTS DE CARACTÉRISATION UTILISÉS

Les photographies ci-dessous regroupent les principaux équipements de caractérisation utilisés dans ce travail de thèse et présentés dans le chapitre I.

1. FLEXUS : TECHNIQUE DE REFLECTOMETRIE OPTIQUE POUR MESURE DE COURBURE

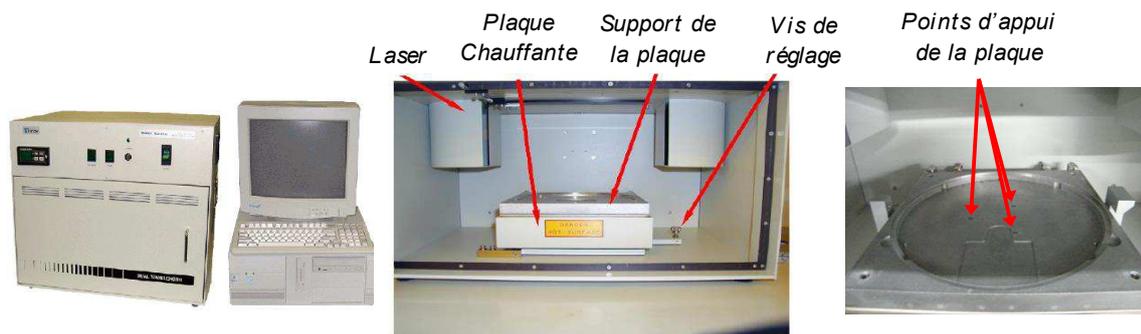


Figure A1.1. Photographie du FLEXUS : vue d'extérieur et plateau de chargement

2. P16D : TECHNIQUE DE PROFILOMETRIE MECANIQUE POUR MESURE DE COURBURE

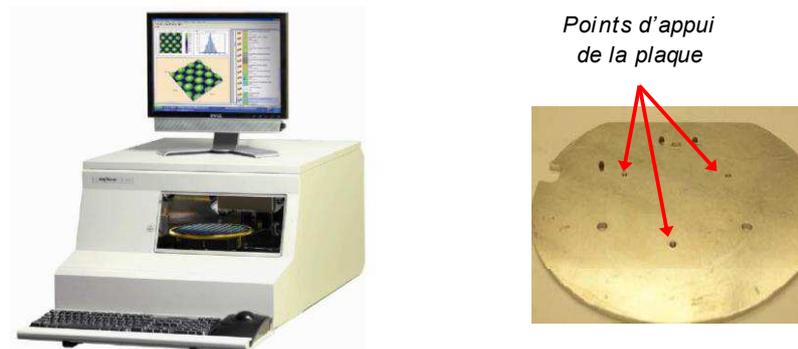


Figure A1.2. Photographie du P16D : vue d'extérieur et plateau de chargement

3. **FRT** : TECHNIQUE DE MICROSCOPIE CONFOCALE POUR MESURE DE FLECHE SELON LES NORMES SEMI

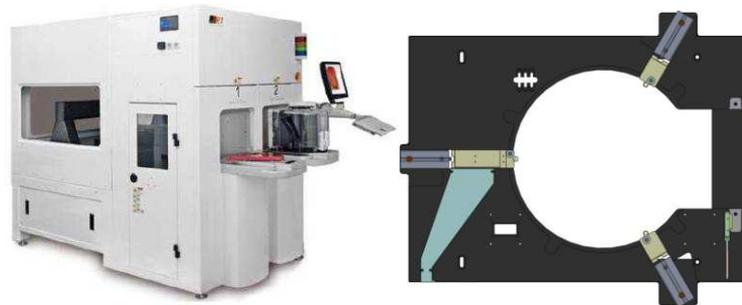


Figure A1.3. Photographie du FRT : vue d'extérieur et plateau de chargement

4. **NANOINDENTEUR XP-MTS** : TECHNIQUE DE NANOINDENTATION POUR DETERMINATION DU MODULE D'YOUNG D'UN MATERIAU

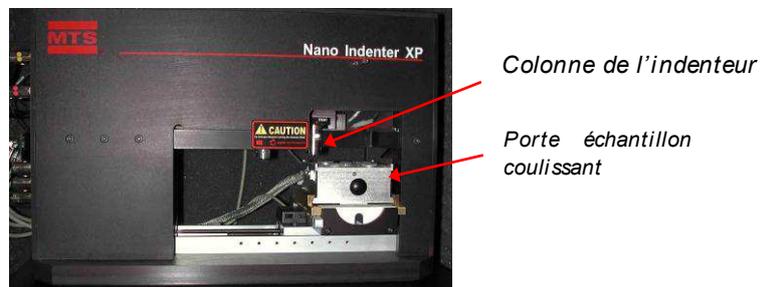


Figure A1.4. Photographie du nanoindenteur XP-MTS

ANNEXE 2 : FABRICATION DE SUBSTRAT BSOI POUR LA RÉALISATION DE STRUCTURES EN SILICIUM

La fabrication des substrats BSOI (« Bonded Silicon On Insulator ») fait appel aux procédés de fabrication suivants, détaillés dans le chapitre I : dépôt, collage moléculaire, rectification, polissage sec et mécano-chimique. La [Figure A2](#) présente les différentes étapes de fabrication.

La première étape consiste à créer une couche de 500 nm de SiO_2 par oxydation du silicium à 1100°C sur deux plaques de $720\ \mu\text{m}$ d'épaisseur et de 200 mm de diamètre. Les deux plaques sont ensuite assemblées par collage moléculaire des deux couches d'oxyde de silicium, et l'ensemble est recuit à 1260°C pour renforcer l'énergie d'adhésion entre les deux couches. Puis, des étapes de rectification permettent d'amincir le silicium de la partie supérieure à des épaisseurs de quelques dizaines de micromètres. Un polissage sec suit la rectification afin d'enlever toute zone écrouie dans le silicium aminci. Enfin, un polissage mécano-chimique permet d'aplanir le silicium de la partie supérieure afin d'obtenir l'épaisseur souhaitée de quelques microns sur l'ensemble de la plaque.

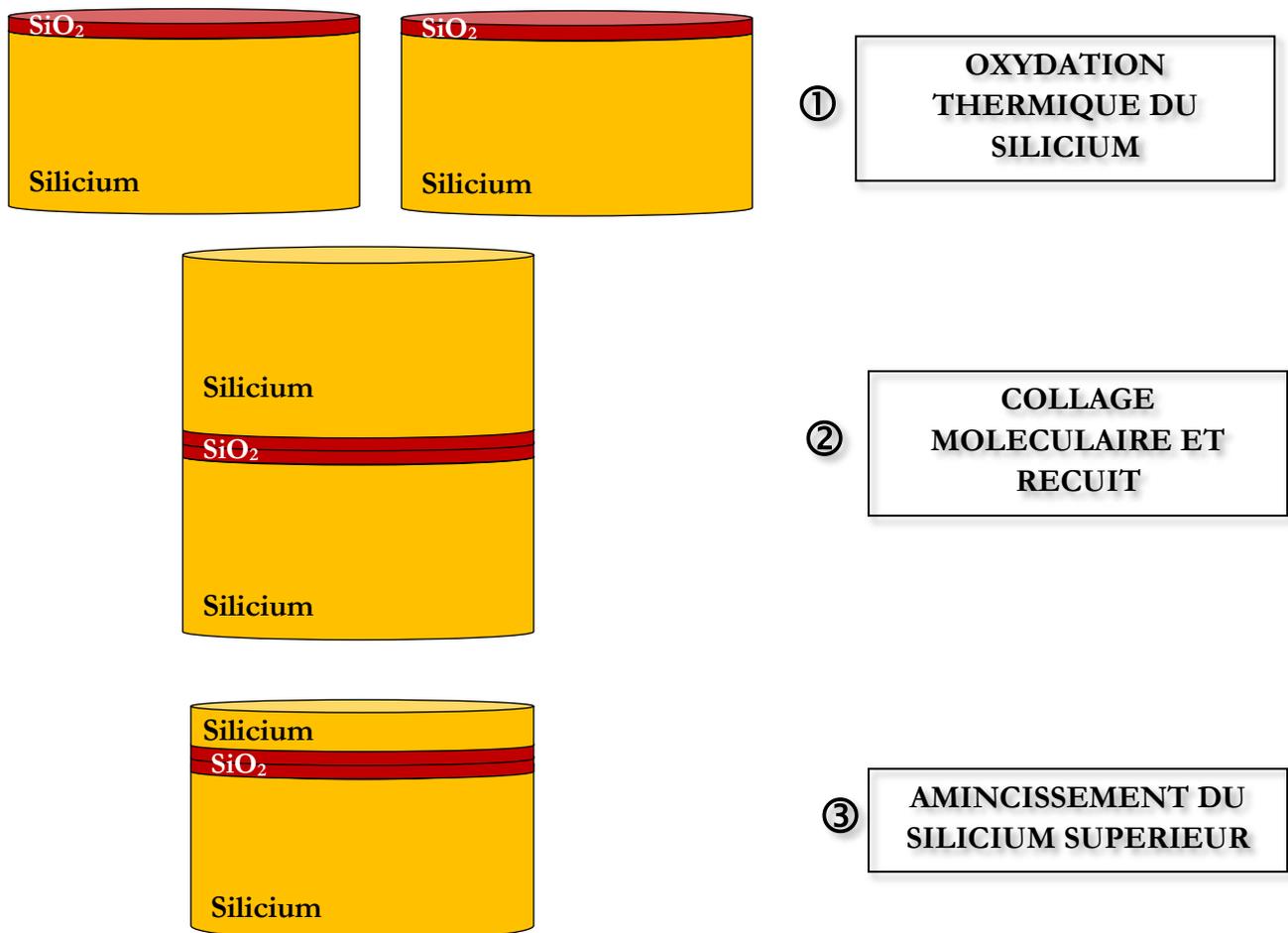


Figure A2. Etapes de fabrication d'un substrat BSOI

ANNEXE 3 : MESURE DE COURBURE EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE SUR UN BICOUCHE SiO_2/Si

Dans le chapitre II, nous avons cherché à déterminer le coefficient de dilatation thermique d'une couche de cuivre de $1\ \mu\text{m}$ d'épaisseur. Le cuivre étant un matériau qui diffuse dans le silicium, une barrière d'une couche de $500\ \text{nm}$ de SiO_2 a au préalable été déposée entre le silicium et le cuivre.

Pour déterminer le coefficient de dilatation thermique (CTE) du cuivre, des mesures de courbure ont été réalisées sur le FLEXUS en même temps qu'un four chauffait la plaque. Grâce à la méthodologie décrite dans le chapitre II, il est alors possible de déterminer le CTE du cuivre. Une condition pour cela est que la variation de courbure mesurée est due uniquement au cuivre, et non au SiO_2 inférieur. Pour vérifier cette condition, une mesure en température similaire a été effectuée sur la plaque avant le dépôt du cuivre, afin de s'assurer que le SiO_2 n'influence pas la variation de courbure observée en température après avoir déposé le cuivre.

La [Figure A3](#) présente les résultats expérimentaux obtenus sur la mesure de courbure du bicouche SiO_2/Si . Compte tenu de l'incertitude de mesure de l'équipement, nous pouvons conclure de cette mesure que la flèche du bicouche SiO_2/Si ne varie pas en fonction de la température. Les variations de flèche observées sur l'empilement $\text{Cu}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ sont donc induites par le dépôt de cuivre sur ce bicouche.

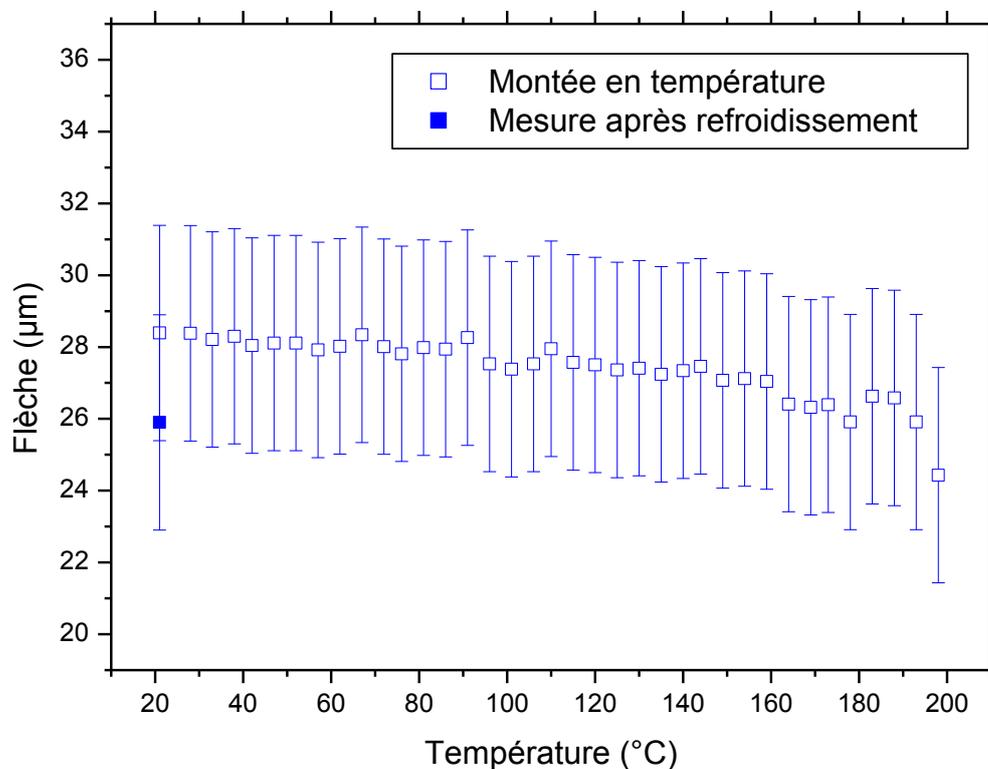


Figure A3. Variation de la courbure d'un bicouche SiO_2/Si en fonction de la température

ANNEXE 4 : CYCLES EN TEMPÉRATURE EFFECTUÉS POUR LA MESURE PAR TDM

La mesure par l'équipement TDM, réalisée à partir de la technique de « shadow moiré » est effectuée dans le chapitre IV afin de mesurer la variation de la déformation d'un empilement de matériaux intégrés dans la fabrication des interposeurs en silicium.

La flèche des échantillons soumis à l'essai est mesurée en fonction de la température. Elle permet, grâce à la méthodologie développée dans le chapitre II, de déterminer les coefficients de dilatation thermique des matériaux. Une fois assemblés, il est également possible de déterminer leur comportement mécanique en température. Pour cela, deux cycles en température sont effectués sur chaque échantillon soumis à une mesure par TDM. Ces deux cycles sont représentés sur la [Figure A4](#). Chacun d'entre eux comprend une montée en température jusqu'à 260 °C, réalisée en 18 minutes, avec 8 mesures consécutives. Le refroidissement jusqu'à température ambiante est réalisé en 16 minutes, avec 7 mesures consécutives.

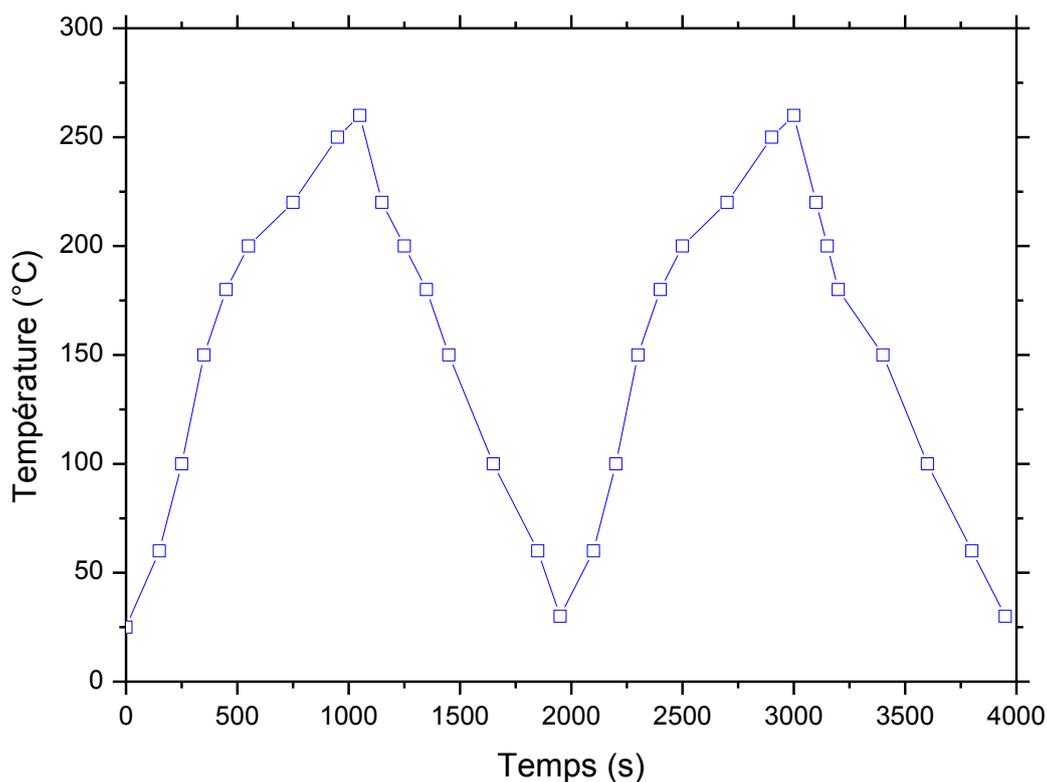


Figure A4. Cycle en température réalisé lors des mesures TDM par « shadow moiré »

RÉSUMÉ

Fabriquer des dispositifs microélectroniques en utilisant des technologies d'intégration 3D nécessite une connaissance approfondie des problématiques mécaniques. En effet, les matériaux intégrés ont des propriétés thermomécaniques variées et sont déposés en couches minces sur un substrat aminci afin de pouvoir réaliser les interconnexions. Cette configuration nécessite un contrôle strict du niveau de déformation et de contrainte des dispositifs durant leur fabrication afin de garantir leur intégrité.

L'objectif de ce travail de thèse est d'exploiter les techniques de caractérisation disponibles au LETI, et de les associer à des outils de modélisation pour répondre à cette problématique. Ce couplage permet de contrôler le comportement mécanique d'un empilement complexe à chaque étape de sa fabrication. Les techniques expérimentales employées sont non destructives. Les outils de modélisation prennent en compte les propriétés élastiques et thermiques de chaque matériau de l'empilement, ainsi que les déformations intrinsèques engendrées par les étapes de dépôt de chaque couche. Des méthodologies couplées ont été développées afin de déterminer ces données d'entrée. A partir d'une base de données matériaux, un outil de prédiction du comportement mécanique d'un assemblage multicouches a été développé et validé expérimentalement. Il permet de prédire le niveau de déformation et de contrainte de l'empilement.

Les prédictions mécaniques permettent d'orienter le choix des matériaux à intégrer afin d'améliorer l'intégrité des dispositifs et d'optimiser leur fabrication. Elles permettent également d'anticiper les problèmes de fiabilité provoqués à plus long terme par des contraintes et déformations trop élevées.

Mots-clés : Caractérisation, modélisation, contrainte, déformation, couche mince, intégration 3D

ABSTRACT

The fabrication of microelectronic devices using 3D integration technologies requires a good knowledge of mechanical issues. Indeed, the thin films that are integrated have various thermomechanical properties and are deposited onto a substrate that is thinned in order to carry out the interconnections. The level of stresses and strains in devices has to be strictly controlled during their processing.

The goal of this work is to exploit the characterization techniques available at the LETI and to couple them with modeling tools to address this issue. This coupling is used to control the mechanical behavior of a complex stack at each step of its fabrication. The experimental techniques that are used are non-destructive. The modeling tools take into account the elastic and thermal properties of each material involved in the stack, and also the intrinsic strains caused by the deposition of each layer. Coupled methodologies have been carried out to evaluate these input data. From a material database, a tool to predict the mechanical behavior of a multilayer stack was developed and validated experimentally. It enables to predict the level of strain and stress of the stack.

Mechanical predictions enable to guide the selection of materials in order to improve the devices integrity and optimize their fabrication. Reliability issues that occur in the long term, due to a significant level of stress and strain can also be anticipated.

Keywords: Characterization, modeling, stress, strain, thin film, 3D integration

RÉSUMÉ

Fabriquer des dispositifs microélectroniques en utilisant des technologies d'intégration 3D nécessite une connaissance approfondie des problématiques mécaniques. En effet, les matériaux intégrés ont des propriétés thermomécaniques variées et sont déposés en couches minces sur un substrat aminci afin de pouvoir réaliser les interconnexions. Cette configuration nécessite un contrôle strict du niveau de déformation et de contrainte des dispositifs durant leur fabrication afin de garantir leur intégrité.

L'objectif de ce travail de thèse est d'exploiter les techniques de caractérisation disponibles au LETI, et de les associer à des outils de modélisation pour répondre à cette problématique. Ce couplage permet de contrôler le comportement mécanique d'un empilement complexe à chaque étape de sa fabrication. Les techniques expérimentales employées sont non destructives. Les outils de modélisation prennent en compte les propriétés élastiques et thermiques de chaque matériau de l'empilement, ainsi que les déformations intrinsèques engendrées par les étapes de dépôt de chaque couche. Des méthodologies couplées ont été développées afin de déterminer ces données d'entrée. À partir d'une base de données matériaux, un outil de prédiction du comportement mécanique d'un assemblage multicouche a été développé et validé expérimentalement. Il permet de prédire le niveau de déformation et de contrainte de l'empilement.

Les prédictions mécaniques permettent d'orienter le choix des matériaux à intégrer afin d'améliorer l'intégrité des dispositifs et d'optimiser leur fabrication. Elles permettent également d'anticiper les problèmes de fiabilité provoqués à plus long terme par des contraintes et déformations trop élevées.

Mots-clés : Caractérisation, modélisation, contrainte, déformation, couche mince, intégration 3D

ABSTRACT

The fabrication of microelectronic devices using 3D integration technologies requires a good knowledge of mechanical issues. Indeed, the thin films that are integrated have various thermomechanical properties and are deposited onto a substrate that is thinned in order to carry out the interconnections. The level of stresses and strains in devices has to be strictly controlled during their processing.

The goal of this work is to exploit the characterization techniques available at the LETI and to couple them with modeling tools to address this issue. This coupling is used to control the mechanical behavior of a complex stack at each step of its fabrication. The experimental techniques that are used are non-destructive. The modeling tools take into account the elastic and thermal properties of each material involved in the stack, and also the intrinsic strains caused by the deposition of each layer. Coupled methodologies have been carried out to evaluate these input data. From a material database, a tool to predict the mechanical behavior of a multilayer stack was developed and validated experimentally. It enables to predict the level of strain and stress of the stack.

Mechanical predictions enable to guide the selection of materials in order to improve the devices integrity and optimize their fabrication. Reliability issues that occur in the long term, due to a significant level of stress and strain can also be anticipated.

Keywords: Characterization, modeling, stress, strain, thin film, 3D integration